

茶叶微波超声波耦合动态逆流浸提工艺*

朱德文^{1,2} 岳鹏翔¹ 王继先¹ 袁弟顺³ 陈永生²

(1. 安徽农业大学工学院, 合肥 230036; 2. 农业部南京农业机械化研究所, 南京 210014;

3. 福建农林大学园艺学院, 福州 350002)

【摘要】 应用设计的微波超声波耦合动态逆流浸提机,以水为溶剂,茶鲜叶为原料,进行了茶叶有效成分的浸提试验。研究了浸提功率、料液比和浸提时间3因素对茶叶主要有效成分浸提率的影响,并通过 $L_9(3^4)$ 正交试验设计,对浸提工艺进行优化。结果显示,该设备的最佳浸提工艺参数为:浸提时间6 min(微波)+6 min(超声波),料液比1:20,浸提功率1.0 kW(微波)+1.0 kW(超声波)。茶多酚、氨基酸、咖啡碱的浸出率均高于常规的水浸提,而浸提时间是常规浸提的1/5,浸提次数是常规浸提的1/2,浸提温度是常规浸提的1/2。

关键词: 茶叶 微波 超声波 耦合 浸提 工艺优化

中图分类号: TS20; TB559; TQ028.8 文献标识码: A 文章编号: 1000-1298(2010)07-0136-05

Combined Dynamic Countercurrent Extraction Technology with Microwave Ultrasonic-wave Extraction for Tea

Zhu Dewen^{1,2} Yue Pengxiang¹ Wang Jixian¹ Yuan Dishun³ Chen Yongsheng²

(1. College of Engineering, Anhui Agricultural University, Hefei 230036, China

2. Nanjing Research Institute for Agricultural Mechanization, Ministry of Agriculture, Nanjing 210014, China

3. College of Horticulture, Fujian Agriculture and Forestry University, Fuzhou 350002, China)

Abstract

The combined dynamic countercurrent extraction equipment by microwave and ultrasonic-wave was investigated. The structural composition, working principle and technical characteristics of the equipment were introduced. The experiment of extracting more effective components of tea with the combination dynamic countercurrent extraction process by using microwave and ultrasonic-wave was tried with setting water as solvent and fresh tea leaves as raw materials. The rate of extracting effective composition in tea by using different extraction powers, extraction ratios of solid-liquid and extraction time were investigated. And the extraction process was optimized by $L_9(3^4)$ orthogonal experimental design. The experimental results showed that the optimal extraction process parameters of the device were extraction time microwave 6 min + ultrasonic-wave 6 min, solid-liquid ratio 1:20, extraction power microwave 1.0 kW + ultrasonic-wave 1.0 kW. The extracting rate of tea polyphenol, amino acids and caffeine was higher than the normal extraction, and the extraction time, the extracting times and the extraction temperature were 1/5, 1/2 and 1/2 of the normal extraction, respectively.

Key words Tea, Microwave, Ultrasonic wave, Combination, Extraction, Process optimization

引言

浸提是茶叶深加工工艺中的一道重要工序,浸

提效率直接影响产品品质^[1]。目前,茶叶有效成分的浸提多采用沸水浸提法、有机溶剂浸提法,获得的茶产品不仅存在香味淡薄、沉淀、色变等质量问题,

而且耗时长、产品得率低、成本高,且茶叶有效成分易发生化学变化。现在茶叶浸提也有酶、微波、超声波辅助浸提等方法。例如,肖文军^[2]、谷勋刚^[3]等研究茶叶超声波辅助浸提技术,陈素艳^[4]等研究超声波法从茶叶中浸提茶多酚,杨晓萍^[5]等做过微波萃取茶叶有效成分的试验,向胜沅^[6]研究微波技术在绿茶浸提中的应用,李楠^[7]等研究微波浸提茶叶中咖啡因工艺等。这些浸提方法还只停留在实验室阶段,在工业化生产中并不多见。为此,本文利用微波超声波耦合技术浸提茶叶有效成分,以达到茶叶内有效物质浸提时间短、损失少,连续工作,可控操作等工业化生产目的。

1 浸提机的结构、工作原理及技术特点

1.1 结构组成

微波超声波动态逆流浸提机主要由螺旋式进料装置、浸提室、微波发生装置、超声波发生装置、螺旋搅拌送料装置、固液分离装置、控制系统、机架等部分组成,如图1所示。

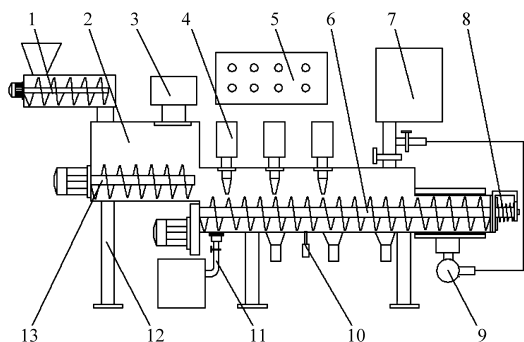


图1 微波超声波动态逆流浸提机结构示意图

Fig.1 Schematic diagram of the combination dynamic countercurrent extraction equipment by microwave and ultrasonic-wave

1. 进料装置 2. 浸提室 3. 微波发生装置 4. 超声波发生装置
5. 控制箱 6. 搅拌送料装置Ⅱ 7. 加水装置 8. 固液分离装置
9. 水泵 10. 温度传感器 11. 浸提液排出系统 12. 机架
13. 搅拌送料装置Ⅰ

1.2 工作原理及技术特点

茶叶由进料装置源源不断地送入浸提室,茶叶输入量的大小可由进料螺旋输送机的转速调控,水等溶剂由加水装置输入,浸提室分微波浸提室、超声波浸提室和固液分离室3个部分。微波具有波动性、高频性、热特性和非热特性。细胞内水等极性分子在微波电磁场中快速转向及定向排列,从而产生撕裂和相互摩擦而发热,使细胞内部温度迅速上升,细胞内部压力超过细胞壁膨胀承受压力,导致细胞破裂,细胞内有效成分自由流出,并会快速地扩散到

溶剂中去。因此在高频微波产生的电磁波作用下,浸提介质能在较低的温度条件下捕获和溶解茶叶内有效成分^[8]。茶叶在螺旋输送机的作用下进入超声波浸提室,因超声波独特的机械粉碎与振动作用以及在通过液体时形成的空化效应,其细胞壁被进一步破坏,细胞内有效成分加快溶出并扩散到溶剂中,在短时低温的条件下即可完成茶叶有效成分的浸提作业^[9-10]。浸提后的茶渣在螺旋输送机的推动下进入固液分离室,固液分离后的茶渣最终被排出。

连续动态逆流浸取是指在浸提过程中,浸提物料自一端进料口自动定量投入,溶剂由另一端进液口径流量计控量注入,在螺旋装置的推动下,溶剂液与翻滚的固体物料形成流向相反连续动态逆流浸出过程^[11]。试验时,微波、超声波输出功率与螺旋输送机转速都可根据生产需要调整。超声波和微波输出功率的大小可通过控制系统控制超声波和微波发生器的工作数量和频率来实现,本试验采用的超声波和微波工作参数相同;螺旋输送机转速可以通过调速电动机调控。工作时,设备运行先加水,水达到指定位置后,暂停加水开动电动机,同时开始投茶,数分钟后有茶渣排出。此时打开出液阀门输出茶汁,连续加水与进料,设备进入正常运转,茶叶随着螺旋输送机的旋转不断向前推进,同时茶叶也在不断被搅拌、翻滚,实现一端加料出液,另一端加水出渣,即茶叶始终处于动态下逆流浸提。这样既保证茶叶与溶剂充分接触,又能使茶叶均匀地受到超声波和微波的辐射,极大地提高了茶叶浸提速度和产量。茶叶浸提中料液比的设定根据单位时间内投入茶叶质量(g)与加入水体积(mL)的比例计算。该机实现了在线实时控制和动态逆流连续化浸提作业,发挥了微波超声波耦合技术的优势,提高了茶叶浸提作业效率。

2 材料与方法

2.1 材料与试剂

供试原料来自安徽农业大学实验茶厂,机采后同一批茶鲜叶,粉碎粒径0.5~1.0 mm;纯净水(AR级)、乙酸乙酯(AR级)、95%乙醇、丙酮(AR级)、氯仿(AR级)等。

2.2 主要设备与仪器

微波超声波动态逆流浸提机,农业部南京农机化所;B-290型喷雾干燥机,瑞士BUCHI公司;紫外可见分光光度计,上海分析仪器公司;AEL-160型电子天平,日本岛津公司;Waters 600型高效液相色谱仪,美国Waters仪器公司;HITACHI260-10型

红外光谱仪,日本日立公司。

2.3 试验方法

2.3.1 微波超声波耦合浸提与参数优化

称取 300 kg 机采后同一批茶鲜叶,粉碎后加入进料机料斗中,试验重复 2 次,按 1.2 节步骤操作,调节料液比,浸提温度控制在 45℃ 以内,浸提 1 次,所得浸提液先经过滤、浓缩、干燥得到茶叶浸提物,供化学成分分析。考虑到微波超声波浸提功率、浸提时间和液料比对茶叶浸提效果有影响,故先对茶叶主要有效成分浸提效果进行了单因素试验,在此基础上,确定试验因素和水平用于中心组合试验设计,通过正交试验设计与极差分析对试验数据进行处理,并结合生产中实际需要,获得茶叶浸提最佳工艺参数。

2.3.2 传统水浴加热浸提法

当前,应用于工业化生产的绿茶浸提工艺通常用 90~95℃ 去离子水作为浸提介质,以总料液比 1:15 分两次浸提,每次 30 min,第 1 次浸提料液比为 1:8,抽出滤液后,茶渣以 1:7 的料液比进行第 2 次浸提,抽出第 2 次浸提的滤液并与第 1 次浸提的滤液合并,得到茶叶原料的总浸提液。用此工艺浸提茶叶主要成分效果与微波超声波耦合最佳浸提条件下茶叶浸提效果进行比较。

2.3.3 茶叶主要成分的测定方法

茶多酚测定参照 GB/T 8313—2008《茶叶中茶多酚和儿茶素类含量的检测方法》;咖啡碱测定参照 GB/T 8312—2002《茶 咖啡碱测定》;氨基酸测定参照 GB/T 8314—2002《茶 游离氨基酸总量测定》。测定结果用质量分数表示。

3 结果与分析

3.1 单因素试验

分别以料液比、浸提功率和浸提时间作为影响茶叶主要成分浸提的单因素,在各因素试验中采用如 2.3.1 节所述的方法进行茶叶主要成分浸提作业。试验中,用茶叶主要成分浸提率(质量分数)作为评价浸提效果。

3.1.1 浸提功率

在浸提中,设微波超声波处理时间各为 6 min,料液比 1:20 的条件下,考察微波超声波输出功率对茶叶中茶多酚、氨基酸、咖啡碱浸提率的影响,如表 1 所示,茶叶浸提率随微波超声波输出功率的增大而提高,当功率在 2.0 kW 时,浸提率达到最大值,继续增加功率茶叶浸提率反而下降。表明在一定范围内,功率增加有利于茶叶成分浸提,当功率增加到一定值时会导致浸提液温度快速升高,使得浸提出

来的茶叶成分又被水解或氧化,导致茶叶浸提率下降。

表 1 浸提功率对绿茶主要成分浸提率的影响

Tab.1 Effect of main composition in green tea using different extraction powers %

功率 /kW	氨基酸 浸提率	茶多酚 浸提率	咖啡碱 浸提率
0.5	0.89	16.24	1.91
1.0	1.13	19.32	2.45
1.5	2.25	21.56	2.58
2.0	2.85	27.87	3.86
2.5	1.94	20.62	2.83
3.0	1.26	13.58	2.55

注:功率是指相同的微波与超声波功率之和,下同。

3.1.2 浸提时间

在浸提中设微波超声波处理功率为 2 kW,料液比 1:20 的条件下,考察微波超声波处理时间对茶叶中茶多酚、氨基酸、咖啡碱浸提率的影响,如表 2 所示。茶叶浸提率在一定的时间内,随处理时间的延长而增大,当处理时间在 12 min 时,茶叶浸提率达到最大值,之后随时间的延长浸提率有所下降。表明茶叶浸提需要一定的处理时间,试验初始阶段时间的延长有利于茶叶成分浸提,当时间继续延长时,就会导致浸提出来的茶叶成分水解、转化和相互之间的络合等反应的发生,使得茶叶浸提率下降。

表 2 浸提时间对绿茶主要成分浸提率的影响

Tab.2 Effect of main composition in green tea using different extraction time %

时间 /min	氨基酸 浸提率	茶多酚 浸提率	咖啡碱 浸提率
6	0.95	16.30	1.65
8	1.65	23.38	2.12
10	2.75	26.56	2.78
12	3.21	29.86	2.98
14	3.15	28.12	3.25
16	2.63	26.87	2.46

注:时间是指相同的微波与超声波处理时间之和,下同。

3.1.3 料液比

设定浸提功率为 2 kW,浸提时间分别为 6 min,考察料液比对茶叶中茶多酚、氨基酸、咖啡碱浸提率的影响。如表 3 所示,茶叶浸提率在开始时,随料液比的减小而增大,当减小到一定比值时,茶叶浸提率达到最大值,之后随料液比继续减小浸提率反而有所下降。表明料液比在一定的范围内减小,有利茶叶成分浸提。超过这个界限,料液比的减小会加速

浸提出来的茶叶成分水解或氧化,使得茶叶浸提率有所下降。

表3 料液比对绿茶主要成分浸提率的影响

Tab.3 Effect of main composition in green tea using different extraction ratios of solid-liquid %

料液比	氨基酸 浸提率	茶多酚 浸提率	咖啡碱 浸提率
1:10	1.39	13.45	2.32
1:15	2.52	26.35	3.21
1:20	2.66	28.67	3.86
1:25	2.78	27.65	3.28
1:30	2.58	25.68	2.87
1:35	2.52	25.20	2.65

3.2 微波和超声波最佳浸提工艺参数的确定

影响茶叶主要成分浸提的因素很多,在浸提温度设为 $(40 \pm 5)^\circ\text{C}$ 的条件下,通过选择主要3个因素作为研究对象,即浸提时间、浸提功率和料液比,选择了三因素三水平进行正交试验设计和极差分析,以茶叶主要成分的浸提率作为考核指标,并结合产品感官质量和浸提工效等指标进行综合评价。试验设计及结果如表4、5所示。

表4 正交试验因素水平表

Tab.4 Factors and levels in $L_9(3^4)$ orthogonal experiment

水平	因素		
	浸提功率 A/kW	浸提时间 B/min	料液比 C
1	1.5	10	1:15
2	2.0	12	1:20
3	2.5	14	1:25

由表5可知,各因素的主次顺序从大到小依次是A、C、B。根据试验要求,茶多酚、氨基酸、咖啡碱浸提率越高越好,较好的因素水平搭配为 $A_2B_2C_3$ 。通过茶叶浸提效果综合分析,最终确定微波超声波耦合浸提最佳因素水平组合为 $A_2B_2C_2$,即最佳工艺参数为:浸提时间12 min,料液比1:20,浸提功率2.0 kW。

3.3 与传统水浴浸提茶叶主要成分效果的比较

传统高温浸提会造成茶叶中挥发性香气成分的大量损失和各类助浑浊物质的浸出,对茶饮料品质产生不利影响。茶多酚、氨基酸、咖啡碱是决定茶汤品质的主要成分,其含量及比例是否协调是影响茶汤滋味的主要因素,其中茶多酚是构成茶汤浓度的有效成分,氨基酸是影响茶汤鲜爽度的重要组成部分^[12]。微波超声波耦合浸提所得茶汤中茶多酚、氨

表5 正交试验与极差分析

Tab.5 Range analysis of orthogonal experiment

试验 序号	A	B	C	氨基酸 浸提率/%	茶多酚 浸提率/%	咖啡碱 浸提率/%	
1	1	1	1	0.82	15.41	2.15	
2	1	2	2	2.25	21.56	2.58	
3	1	2	3	2.15	20.92	2.72	
4	2	1	2	2.75	26.56	2.78	
5	2	2	3	2.78	27.65	3.28	
6	2	3	1	2.28	21.30	2.70	
7	3	1	3	2.38	21.85	2.60	
8	3	2	1	2.10	19.86	2.55	
9	3	3	2	2.35	22.10	2.58	
				K_1	1.74	1.98	1.73
				K_2	2.60	2.38	2.45
				K_3	2.28	2.26	2.44
				R_j	0.86	0.39	0.72
				K_1	19.30	21.27	18.86
				K_2	25.17	23.02	23.41
				K_3	21.27	21.44	23.47
				R_j	5.87	1.75	4.62
				K_1	2.48	2.51	2.47
				K_2	2.92	2.80	2.65
				K_3	2.58	2.67	2.87
				R_j	0.44	0.29	0.40

基酸、咖啡碱的含量均高于传统浸提法,并且浸提时间短、温度低、次数少。微波超声波浸提法在几乎相同的浸提得率下,只用了常规水浴浸提法1/5的时间,浸提次数是常规浸提的1/2,浸提温度是常规的1/2。

4 讨论

微波超声波耦合工艺适合于茶叶有效成分的浸提作业,其作业效果较好,为了更好发挥本工艺优势,建议进行扩大影响因素和水平的正交试验设计以及增加茶叶品质成分的测试范围,如研究溶剂类型及浓度、浸提次数对浸提效果的影响;增加测试茶叶中蛋白质、果胶等大分子物质的浸提效果;增加微波和超声波不同功率和不同处理时间内对茶叶浸提效果的影响;增加各因素交互作用对茶叶浸提效果的影响试验。

5 结论

(1) 对微波超声波耦合浸提茶鲜叶中主要化学成分浸提效果的影响进行了试验,获得影响茶叶浸

提效果的主次因素从大到小依次为浸提功率、料液比、浸提时间。微波超声波耦合浸提的最佳工艺参数为:浸提时间 6 min(微波)+6 min(超声波),料液比 1:20,浸提功率 1.0 kW(微波)+1.0 kW(超声波)。

(2) 微波超声波耦合浸提作业有利于茶多酚、

氨基酸、咖啡碱的浸出,浸出率高于常规的浸提方法,浸提温度不超过 45℃,有利于茶叶浸提产品的保存。浸提时间是常规浸提的 1/5,浸提次数是常规浸提的 1/2,浸提温度是常规浸提的 1/2。浸提工效有了较大提高。

参 考 文 献

- 1 Neghma Khan, Hasan Mukhtar. Tea polyphenols for health pro-motion[J]. Life Sciences, 2007, 81(7): 519 ~ 533.
- 2 肖文军,龚志华. 超声波技术在绿茶浸提中的应用研究[J]. 天然产物研究与开发,2006,18(1):130 ~ 133.
Xiao Wenjun, Gong Zhihua. Application of ultrasonic wave technology on extraction of green tea [J]. Natural Product Research and Development, 2006,18(1):130 ~ 133. (in Chinese)
- 3 谷勋刚. 超声波辅助浸提新技术及其分析应用研究[D]. 合肥:中国科学技术大学,2007.
Gu Xungang. Novel technology for ultrasound-assisted extraction and its study on application in analytical chemistry [D]. Hefei: University of Science & Technology of China,2007. (in Chinese)
- 4 陈素艳,邓清莲. 超声波法从茶叶中浸提茶多酚[J]. 渤海大学学报:自然科学版,2005,26(4):316 ~ 319.
Chen Suyan, Deng Qinglian. Application of ultrasonic wave in extracting tea polyphenols[J]. Journal of Bohai University: Natural Science Edition,2005,26(4):316 ~ 319. (in Chinese)
- 5 杨晓萍,倪德江,郭大勇. 微波萃取茶叶有效成分的研究[J]. 华中农业大学学报,2003,22(5):505 ~ 507.
Yang Xiaoping, Ni Dejiang, Guo Dayong. Study on tea active composition through microwave extraction [J]. Journal of Huazhong Agricultural University,2003,22(5):505 ~ 507. (in Chinese)
- 6 向胜沅. 微波技术在绿茶浸提中的应用研究[D]. 长沙:湖南农业大学,2005.
Xiang Shengyuan. Application of microwave technology on extraction of green tea [D]. Changsha: Hunan Agricultural University, 2005. (in Chinese)
- 7 李楠,孙晶晶,杨静. 微波浸提茶叶中咖啡因工艺的研究[J]. 食品研究与开发,2007,28(10):27 ~ 29.
Li Nan, Sun Jingjing, Yang Jing. Study on microwave irradiation caffeine from tea leaf[J]. Food Research and Development, 2007, 28(10):27 ~ 29. (in Chinese)
- 8 覃勇军,黄道战,石灵高. 微波萃取茶叶中茶多酚的工艺改进[J]. 广西民族学院学报:自然科学版,2002,8(4):36 ~ 38.
Qin Yongjun, Huang Daozhan, Shi Linggao. A new method of extracting the tea-polyphenols by microwave [J]. Journal of Guangxi University for Nationalities: Natural Science Edition, 2002,8(4):36 ~ 38. (in Chinese)
- 9 朱斌,卢涛,兰先秋,等. 不同工艺对茶多酚浸提效率和质量的影响研究[J]. 四川职业技术学院学报, 2008,18(1): 132 ~ 134.
Zhu Bin, Lu Tao, Lan Xianqiu, et al. Influence of different techniques on the separation and purification efficiency and the quality of tea polyphenols[J]. Journal of Sichuan Vocational and Technical College, 2008,18(1):132 ~ 134. (in Chinese)
- 10 易克传,岳鹏翔,王继先,等. 超声波强化逆流浸提机及浸提试验[J]. 农业机械学报,2007,38(12):109 ~ 112.
Yi Kechuan, Yue Pengxiang, Wang Jixian, et al. Study on ultrasonic wave dynamic countercurrent extraction equipment and extraction experiment [J]. Transactions of the Chinese Society for Agricultural Machinery, 2007, 38(12):109 ~ 112. (in Chinese)
- 11 刘玉德,曹雁平,张力. 连续逆流螺旋超声波浸取设备的研究[J]. 食品与机械,2009,25(3):62 ~ 64.
Liu Yude, Cao Yanping, Zhang Li. Study of the continuous countercurrent spiral ultrasonic extracting apparatus [J]. Food and Machinery, 2009,25(3):62 ~ 64. (in Chinese)
- 12 夏涛,时思全,宛晓春. 微波、超声波对茶叶主要化学成分浸提效果的研究[J]. 农业工程学报,2004,20(6):170 ~ 173.
Xia Tao, Shi Siqian, Wan Xiaochun. Effects of microwave and ultrasound assisted extraction of main chemical components of tea[J]. Transactions of the Chinese Society of Agricultural Engineering,2004,20(6):170 ~ 173. (in Chinese)