

油茶籽饼中茶皂苷的超声-微波 辅助法提取工艺优化

司喜艳, 王香玉, 皇甫新燕, 王琦, 赵仁勇

(河南工业大学粮油食品学院, 郑州 450001)

摘要:为提高茶皂苷的提取率,扩大茶皂苷的应用范围,以脱脂油茶籽饼为原料,采用超声-微波辅助法提取茶皂苷。以油茶皂苷提取率为考察指标,在单因素试验的基础上,采用 Plackett-Burman 试验设计筛选出具有显著影响的试验因素,再通过响应面法对茶皂苷提取工艺进行优化。另外,将超声-微波辅助法提取茶皂苷的工艺与超声辅助法和微波辅助法提取工艺进行了对比。结果表明:超声-微波辅助法提取茶皂苷的最佳工艺条件为乙醇体积分数 59%、料液比 1:12、提取液 pH 7、超声功率 475 W、超声时间 4 min、超声工作 2 s 间隔 2 s、微波功率 480 W、提取温度 59℃、微波提取时间 8 min,在此条件下茶皂苷提取率为 98.40%,产品纯度为 64.7%;超声辅助法和微波辅助法茶皂苷的提取率分别为 69.06% 和 71.40%。与超声辅助法和微波辅助法相比,超声-微波辅助法能够显著提高茶皂苷提取率。

关键词:油茶籽饼;茶皂苷;超声-微波辅助提取;Plackett-Burman 试验设计;响应面法

中图分类号:TS229;TQ423

文献标识码:A

文章编号:1003-7969(2023)07-0130-07

Optimization of ultrasound - microwave assisted extraction of tea saponins from oil - tea camellia seed cake

SI Xiyan, WANG Xiangyu, HUANGFU Xinyan, WANG Qi, ZHAO Renyong
(College of Food Science and Engineering, Henan University of Technology, Zhengzhou 450001, China)

Abstract: In order to improve the extraction rate of tea saponins and expand the application of tea saponins, tea saponins was extracted by ultrasound - microwave assisted method from defatted oil - tea camellia seed cake. The extraction rate of tea saponins was taken as the index, a Plackett - Burman test design was used to screen out the test factors with significant effects based on a single - factor experiment, then the process parameters were optimized by response surface methodology. In addition, the ultrasound - microwave assisted extraction process of tea saponins was compared with ultrasound assisted process and microwave assisted extraction process. The results showed that the optimal extraction parameters of ultrasound - microwave assisted method were as follows: ethanol volume fraction 59%, solid - liquid ratio 1:12, extraction solution pH 7, ultrasonic power 475 W, ultrasonic time 4 min, 2 s interval and 2 s ultrasonic work, microwave power 480 W, extraction temperature 59℃, microwave extraction time 8 min. Under these optimal parameters, the extraction rate and purity of tea saponins were 98.40% and 64.7%, respectively. The extraction rates of tea saponins by ultrasonic assisted method and microwave assisted method were 69.06% and 71.40%, respectively. Compared with ultrasound assisted

method and microwave assisted method, ultrasound - microwave assisted method can significantly improve the extraction rate of tea saponins.

Key words: oil - tea camellia seed cake; tea saponins; ultrasound - microwave assisted extraction; Plackett - Burman test design; response surface methodology

收稿日期:2022-04-23;修回日期:2023-03-27

基金项目:国家重点研发计划项目(2018YFD0401000)

作者简介:司喜艳(1994),女,硕士研究生,研究方向为粮食资源转化与利用(E-mail)18238758151@163.com。

通信作者:赵仁勇,教授,博士生导师(E-mail)zry8600@haut.edu.cn。

油茶(*Camellia oleifera* Abel.)是世界四大木本油料作物之一,以其种子油茶籽制取的油茶籽油具有营养丰富、单不饱和脂肪酸含量高等优点,被誉为“东方橄榄油”^[1]。人们对健康饮食需求的增加促进了油茶产业的发展,现阶段我国油茶籽的产量已达到250多万t,如果全部用于榨油,每年将产生180余万t油茶籽饼^[2]。目前,我国的大部分油茶籽饼被用作肥料或直接丢弃,造成资源浪费,而油茶籽饼中的茶皂苷因具有良好的乳化性^[3-4]和生物活性受到广泛关注。近年来,随着消费者对天然产品需求的日益增加,茶皂苷作为天然提取物被广泛应用于食品、日化、医药、农药等领域^[3,5-8]。原国家林业局数据显示,我国茶皂苷年产量为2万t,而现阶段市场上的茶皂苷纯度普遍较低,影响了其使用价值和应用范围。因此,有必要探索一种高效便捷的茶皂苷提取工艺,以达到提高茶皂苷提取率和纯度的目的,进而扩大茶皂苷的应用范围。

茶皂苷的传统提取方法为溶剂浸提法,如孙万里^[9]和朱飞凡^[10]采用乙醇浸提法提取茶皂苷,但传统提取法存在提取率低、提取时间长以及产品纯度低等缺点,因此在此基础上衍生出一系列的辅助提取方法,以达到高效提取的目的,如He等^[11]采用微波辅助提取油茶籽饼粕中的茶皂苷,与传统热回流提取相比具有效率高、耗能小等优点。研究表明,超声和微波辅助在提高提取率方面具有显著优势,被广泛应用于天然物质的提取^[12-13]。超声辅助提取具有破坏细胞、增加传质速率的作用^[14];微波产生的热效应使样品内部温度和压力升高,可以加速活性物质的溶出,具有快速省时、节约能耗的特点^[15];而超声和微波协同辅助提取能够结合二者的优势,达到快速、高效提取,节约能源和时间的目的^[16-17]。目前,采用超声-微波辅助法提取油茶籽饼中茶皂苷的研究相对较少。

本文主要通过超声-微波辅助乙醇提取油茶籽饼中的茶皂苷,采用单因素试验和Plackett-Burman试验对关键因素进行评估,进一步结合Box-Behnken响应面法优化茶皂苷提取工艺,旨在短时间内最大限度提高茶皂苷的提取率。

1 材料与方法

1.1 试验材料

油茶籽饼,湖南林之神生物科技有限公司提供。茶皂苷标准品(Solarbio,纯度 $\geq 98\%$);石油醚(60~90℃)、无水乙醇,天津富宇精细化工有限公司;浓硫酸、盐酸,洛阳化工试剂厂;香草醛,阿拉丁试剂有限公司;氢氧化钠,天津恒兴化学试剂制造有限公

司。上述试剂无特殊说明均为分析纯。

AB204-S分析天平、Sevn Easy pH计,瑞士Mettler-Toledo公司;DZKW-C恒温水浴锅;Eppendorf 5424高速离心机,德国Eppendorf公司;Scientz-II D超声细胞破碎仪,宁波新芝生物科技股份有限公司;MCR-3微波反应器,巩义市予华仪器有限责任公司;R-100旋转蒸发器;GM-0.20循环真空泵;UV-2550紫外分光光度计,日本岛津公司;Freezone 6L真空干燥机。

1.2 试验方法

1.2.1 油茶籽饼基本成分测定

水分、蛋白质、粗脂肪和灰分的测定分别参照GB 5009.3-2016、GB 5009.5-2016、GB 5009.6-2016和GB 5009.4-2016;总糖含量的测定参考文献[18],采用苯酚硫酸法测定。

1.2.2 油茶籽饼脱脂预处理

将油茶籽饼在60℃下干燥后粉碎,按料液比1:10加入石油醚浸泡以进行脱脂处理,过滤、脱除溶剂后过0.297 mm(50目)筛,得到油茶籽粕,置于干燥器中保存备用。

1.2.3 超声-微波辅助法提取茶皂苷

称取一定质量的油茶籽粕于100 mL离心管中,加入一定体积、一定pH的乙醇溶液混合,采用超声细胞破碎仪在超声功率475 W、超声时间4 min和工作2 s间隔2 s的条件下进行预处理后,再在微波反应器中于一定温度下提取一定时间,离心取上清液,经旋转蒸发器浓缩,得到茶皂苷浓缩液,再冷冻干燥至恒重,得到粗茶皂苷产品。

1.2.4 茶皂苷含量的测定

参考文献[19]采用香草醛-浓硫酸法测定茶皂苷含量。

1.2.4.1 标准曲线的绘制

参考文献[19]对茶皂苷标准品进行显色反应,再在紫外分光光度计上进行全波长扫描,确定其最大吸收波长为475 nm。配制一定质量浓度梯度(0.2~1.0 mg/mL)的茶皂苷标准品溶液,经显色反应后在475 nm下测定吸光度,以茶皂苷质量浓度(x)为横坐标,吸光度(y)为纵坐标,绘制标准曲线,经拟合得到回归方程: $y = 0.4469x + 0.0141$, $R^2 = 0.9961$ 。

1.2.4.2 样品中茶皂苷含量的测定

茶皂苷浓缩液中茶皂苷含量的测定:将茶皂苷浓缩液进行稀释,取0.5 mL按1.2.4.1方法进行显色反应后,于470 nm处测定吸光度,再根据标准曲线方程和稀释倍数计算浓缩液中茶皂苷含量。

油茶籽饼粕中茶皂苷含量的测定:先采用石油醚对油茶籽饼进行脱脂处理,再参考文献[19]采用索氏回流提取法提取其中的茶皂苷,得到茶皂苷浓缩液,再按上述方法测定浓缩液中茶皂苷含量,计算油茶籽饼中茶皂苷含量。油茶籽粕不进行脱脂处理,其他操作与油茶籽饼相同。

粗茶皂苷产品中茶皂苷含量的测定:称取 50 mg 粗茶皂苷,用体积分数 80% 的乙醇溶液溶解定容至 50 mL,配制质量浓度为 1 mg/mL 的茶皂苷溶液,经显色反应后,测定 470 nm 处的吸光度,再根据标准曲线方程计算粗茶皂苷产品中茶皂苷含量(纯度)。

1.2.5 茶皂苷提取率的计算

按 1.2.4 方法测定按 1.2.3 方法得到的茶皂苷浓

表 1 油茶籽饼基本成分

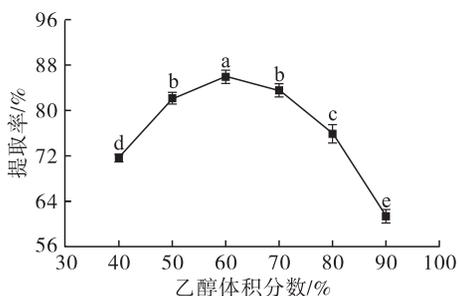
水分	蛋白质(干基)	粗脂肪(干基)	灰分(干基)	总糖(干基)	茶皂苷(干基)
3.85 ± 0.00	7.13 ± 0.04	9.97 ± 0.02	2.58 ± 0.06	34.45 ± 0.16	23.04 ± 0.00

由表 1 可见,油茶籽饼中总糖含量比较高,为 34.45%,粗脂肪含量为 9.97%,茶皂苷含量高达 23.04%。

2.2 茶皂苷提取单因素试验

2.2.1 乙醇体积分数的影响

在料液比 1:10、提取液 pH 8、微波功率 560 W、提取温度 50℃、微波提取时间 10 min 的条件下,考察乙醇体积分数对茶皂苷提取率的影响,结果如图 1 所示。



注:不同字母表示存在显著差异($p < 0.05$)。下同

图 1 乙醇体积分数对茶皂苷提取率的影响

由图 1 可知,随着乙醇体积分数的增加,茶皂苷提取率呈先升高后降低的趋势,在乙醇体积分数为 60% 时提取率最大,为 86.03%。这可能是由于乙醇体积分数较低时,油茶籽粕中含有的水溶性蛋白和多糖溶出较多,茶皂苷溶出较少,导致茶皂苷提取率较低^[20];当乙醇体积分数大于 60% 时,醇溶性物质溶出,而且因茶皂苷难溶于无水乙醇,乙醇体积分数较大时,可能使茶皂苷溶出较少,故提取率降低。因此,选择乙醇体积分数为 60%。

缩液中茶皂苷含量,按下式计算茶皂苷提取率(X)。

$$X = C_1 V / (m_0 C_2) \times 100\% \quad (1)$$

式中: C_1 为茶皂苷浓缩液中茶皂苷的含量, mg/mL; V 为茶皂苷浓缩液的体积, mL; m_0 为油茶籽粕的质量, mg; C_2 为油茶籽粕中茶皂苷的含量。

1.2.6 数据分析与处理

采用 Excel 2019、SPSS 26 对试验数据分析处理,通过 Origin 软件绘图,使用 Design - Expert 8.0.6 进行 Plackett - Burman 和响应面试验设计。所有试验均重复 3 次,试验数据使用“平均值 ± 标准差”表示。

2 结果与分析

2.1 油茶籽饼基本成分

表 1 为油茶籽饼的基本成分。

2.2.2 微波功率的影响

在料液比 1:10、提取液 pH 8、乙醇体积分数 60%、提取温度 50℃、微波提取时间 10 min 的条件下,考察微波功率对茶皂苷提取率的影响,结果如图 2 所示。

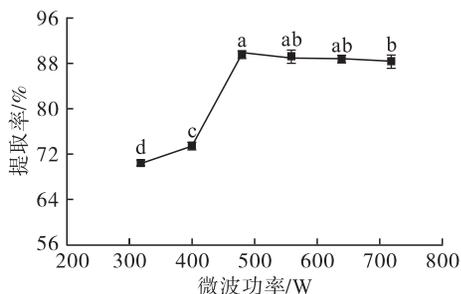


图 2 微波功率对茶皂苷提取率的影响

由图 2 可知,随着微波功率的增加,茶皂苷提取率呈先迅速升高后略有降低的趋势,在微波功率为 480 W 时提取率最大,为 89.90%。这可能是由于微波功率增大,加热速率增加,提取液的渗透、扩散以及茶皂苷的溶出速率均随之加快,茶皂苷提取率升高;当微波功率超过 480 W 时,可能是微波功率较大,溶液渗透压过高,茶皂苷的浸出达到平衡,导致其提取率变化较小^[21]。考虑能耗,选择微波功率为 480 W。

2.2.3 提取温度的影响

在料液比 1:10、提取液 pH 8、乙醇体积分数 60%、微波功率 480 W、微波提取时间 10 min 的条件下,考察提取温度对茶皂苷提取率的影响,结果如图 3 所示。

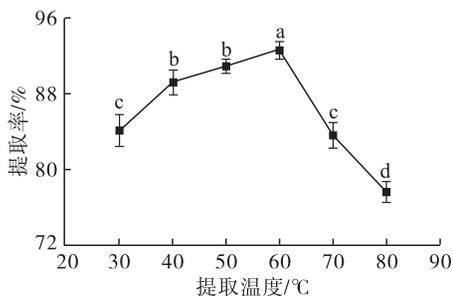


图3 提取温度对茶皂苷提取率的影响

由图3可知,随着提取温度的升高,茶皂苷提取率呈先增加后降低的趋势,在提取温度为60℃时提取率最大,为92.65%。温度升高有利于茶皂苷的溶出,但提取温度超过60℃时,茶皂苷的提取率出现下降,这可能是由于随温度的升高,引起溶液中蛋白质不可逆变性、多糖发生焦糖化反应导致提取液增稠,吸附结合部分茶皂苷形成复合物产生沉淀,最终导致提取液中茶皂苷的含量降低^[22];同时温度过高,淀粉糊化速度加快,提取液难以滤出并且造成能源浪费,影响后续的浓缩处理^[23]。因此,选择提取温度为60℃。

2.2.4 提取液 pH 的影响

在料液比1:10、乙醇体积分数60%、微波功率480 W、提取温度60℃、微波提取时间10 min的条件下,考察提取液pH对茶皂苷提取率的影响(提取液pH通过0.1 mol/L盐酸和0.1 mol/L氢氧化钠进行调节),结果如图4所示。

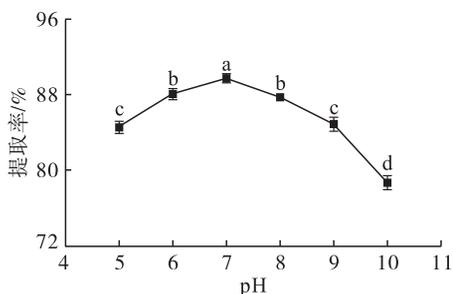


图4 提取液 pH 对茶皂苷提取率的影响

由图4可知,随着提取液pH的升高,茶皂苷提取率呈先升高后下降的趋势,在pH 7时提取率最大,为89.83%。茶皂苷是一种弱酸性物质,提高pH有利于茶皂苷的溶出^[24]。当提取液pH大于7时,碱性杂质溶出增多,溶出的杂质可能会吸附结合部分茶皂苷,导致提取液中茶皂苷含量降低,造成茶皂苷提取率降低,另外,强碱性条件下茶皂苷可能会分解^[25],使茶皂苷提取率降低。因此,选择提取液pH为7。

2.2.5 料液比的影响

在乙醇体积分数60%、提取液pH 7、微波功率

480 W、提取温度60℃和微波提取时间10 min的条件下,考察料液比对茶皂苷提取率的影响,结果如图5所示。

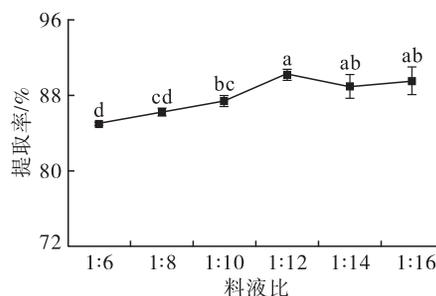


图5 料液比对茶皂苷提取率的影响

由图5可知,随着料液比的增加,茶皂苷提取率呈先增加后稳定的趋势,在料液比为1:12时提取率最大,为90.30%。料液比较低时,提取溶剂较少,分子扩散速度慢,导致茶皂苷的提取率较低;料液比较大时,溶质浓度小,溶质与物料间的接触面积变大,传质推动力较大^[26],提取速率也随之增大,茶皂苷的提取率增大;但随着料液比的进一步增大,其他杂质也会更多地溶出^[27],且物料与溶剂间的浓度差是提取过程的推动力,当茶皂苷溶出达到平衡时再增加溶剂量也不能达到提高提取率的目的^[28],并且溶剂消耗过多,提取成本相应提高,后续回收较为困难。综合考虑,选择料液比为1:12。

2.2.6 微波提取时间的影响

在料液比1:12、提取液pH 7、乙醇体积分数60%、微波功率480 W、提取温度60℃的条件下,考察微波提取时间对茶皂苷提取率的影响,结果如图6所示。

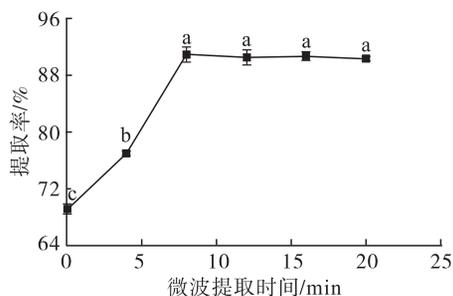


图6 微波提取时间对茶皂苷提取率的影响

由图6可知,随着微波提取时间的延长,茶皂苷提取率呈先增加后稳定的趋势,在微波提取时间为8 min时提取率最大,为90.91%。微波条件下茶皂苷可快速溶出,茶皂苷的提取率不断增加,但随着微波提取时间的延长,茶皂苷的浓度增加,传质推动力不断减小,使得茶皂苷的提取速率降低^[29],最终达到平衡状态。因此,选择微波提取时间为8 min。

2.3 茶皂苷提取 Plackett – Burman(PB) 试验

PB 试验设计通常作为优化过程中重要变量选择的依据,该方法在研究多变量试验中具有一定优势^[30]。在单因素试验的基础上,采用 Design – Expert 8.0.6 软件利用 PB 试验设计对乙醇体积分

数(A)、微波功率(B)、提取温度(C)、提取液 pH(D)、微波提取时间(E)和料液比(F)6 个因素进行评估,以筛选出对茶皂苷提取率具有显著影响的因素。PB 试验设计与结果见表 2, PB 试验方差分析见表 3。

表 2 PB 试验设计与结果

试验号	乙醇体积分数/%	微波功率/W	提取温度/℃	提取液 pH	微波提取时间/min	料液比	提取率/%
1	80	320	40	5	12	1:10	75.79
2	80	640	40	9	12	1:14	84.43
3	80	320	80	9	12	1:10	90.94
4	40	320	40	9	4	1:14	87.69
5	80	320	80	9	4	1:14	93.92
6	40	320	40	5	4	1:10	86.55
7	40	640	80	9	4	1:10	98.59
8	40	640	40	9	12	1:10	91.08
9	80	640	80	5	4	1:10	86.70
10	40	640	80	5	12	1:14	95.33
11	80	640	40	5	4	1:14	77.92
12	40	320	80	5	12	1:14	95.33

表 3 PB 试验方差分析

来源	平方和	自由度	均方	F	p
模型	515.39	6	85.90	22.77	0.001 8**
A	167.81	1	167.81	44.49	0.001 1**
B	1.22	1	1.22	0.32	0.594 5
C	273.93	1	273.93	72.62	0.000 4**
D	70.19	1	70.19	18.61	0.007 6**
E	0.20	1	0.20	0.05	0.826 3
F	2.05	1	2.05	0.54	0.494 4
残差	18.86	5	3.77		
总离差	534.25	11			

注: ** 表示差异极显著 ($p < 0.01$); 模型 $R^2 = 0.964 7$, $R^2_{Adj} = 0.922 3$

由表 3 可以看出,模型 p 值小于 0.01,极显著,说明模型的拟合度和可靠性较高,模型 R^2 为 0.964 7,表明该模型可以解释 96.47% 的相应变异性。微波功率(B)、微波提取时间(E)、料液比(F)3 个因素对茶皂苷提取率影响不显著 ($p > 0.05$),故根据单因素试验结果在后续试验中将其固定为微波功率 480 W、微波提取时间 8 min、料液比 1:12。乙醇体积分数(A)、提取温度(C)和提取液 pH(D)对茶皂苷提取率影响极显著 ($p < 0.01$),因此选择上述 3 个因素进行响应面优化。

2.4 茶皂苷提取响应面试验

2.4.1 响应面试验结果及分析

根据单因素试验及 PB 试验结果,以乙醇体积分数(A)、提取温度(B)和提取液 pH(C)为因素,以茶皂苷提取率(Y)为响应值,采用 Design – Expert

8.0.6 软件进行响应面试验设计和分析,响应面试验因素及水平见表 4,响应面试验设计和结果见表 5。

表 4 响应面试验因素及水平

水平	乙醇体积分数/%	提取温度/℃	提取液 pH
-1	50	50	6
0	60	60	7
1	70	70	8

表 5 响应面试验设计和结果

试验号	A	B	C	提取率/%
1	0	0	0	98.30
2	1	1	0	86.56
3	-1	0	1	89.39
4	1	0	1	83.16
5	0	0	0	99.01
6	0	-1	1	85.99
7	0	0	0	98.16
8	-1	0	-1	85.99
9	1	-1	0	91.37
10	1	0	-1	89.95
11	0	-1	-1	89.95
12	-1	1	0	92.50
13	-1	-1	0	92.50
14	0	1	-1	85.70
15	0	0	0	97.74
16	0	1	1	86.70
17	0	0	0	98.59

对表 5 中的数据进行二次多元回归拟合,得到回归方程: $Y = 98.36 - 1.17A - 1.04B - 0.80C - 1.20AB - 2.55AC + 1.24BC - 3.80A^2 - 3.83B^2 -$

7.44C²,该回归方程的二次项系数均为负值,表明响应值具有极大值,可进行优化分析^[31]。为检验回归方程的有效性,对模型进行方差分析,结果见表6。

表6 回归模型方差分析

来源	平方和	自由度	均方	F	p
模型	24.11	9	2.68	87.71	< 0.000 1**
A	0.58	1	0.58	18.98	0.003 3**
B	0.46	1	0.46	15.14	0.006 0**
C	0.27	1	0.27	8.82	0.020 8*
AB	0.31	1	0.31	10.06	0.015 7*
AC	1.38	1	1.38	45.15	0.000 3**
BC	0.33	1	0.33	10.66	0.013 8*
A ²	3.22	1	3.22	105.51	< 0.000 1**
B ²	3.28	1	3.28	107.50	< 0.000 1**
C ²	12.39	1	12.39	405.56	< 0.000 1**
残差	0.21	7	0.03		
失拟项	0.17	3	0.06	4.61	0.086 9
纯误差	0.05	4	0.01		
总离差	24.32	16			

注: * 表示差异显著($p < 0.05$); ** 表示差异极显著($p < 0.01$);模型 $R^2 = 0.991 2$, $R_{Adj}^2 = 0.979 9$

由表6可知,模型极显著($p < 0.01$),失拟项不显著($p > 0.05$), R^2 与 R_{Adj}^2 接近,且均大于0.97,表明该模型具有较好的拟合程度和较小的试验误差,能够较好地反映茶皂苷提取率与乙醇体积分数、提取温度和提取液pH之间的关系,因此可采用该模型对茶皂苷提取进行预测和分析。各因素对茶皂苷提取率的影响强弱依次为 $A > B > C$ 。在选取的因素中,一次项C和交互项AB、BC对茶皂苷提取率有显著影响($p < 0.05$),一次项A、B,交互项AC,二次项A²、B²、C²对茶皂苷提取率有极显著影响($p < 0.01$),说明各因素对茶皂苷提取率的影响并不仅仅是简单的线性关系。

2.4.2 最佳条件及验证试验

采用Design-Expert 8.0.6软件分析,得茶皂苷提取的最佳工艺条件为乙醇体积分数58.80%、提取温度58.76℃、提取液pH 6.96,在此条件下模型预测的茶皂苷提取率为98.51%。考虑到实际操作,将最佳工艺条件调整为乙醇体积分数59%、提取温度59℃、提取液pH 7,在此条件下进行3次验证试验,茶皂苷提取率为(98.40±0.48)%,与理论预测值接近,因此采用该模型优化得到的茶皂苷提取工艺条件具有可靠性和真实性。经测定,在最佳条件下提取的粗茶皂苷产品的纯度为64.7%。

2.5 超声-微波辅助提取同其他提取方法的对比

在乙醇体积分数59%、提取液pH 7、料液比

1:12的条件下采用超声(功率475 W、时间4 min、工作2 s间隔2 s)-微波(功率480 W、时间8 min、提取温度59℃)辅助提取脱脂油茶籽饼中的茶皂苷,并与单独超声辅助提取(功率475 W、时间12 min、工作2 s间隔2 s)和微波辅助提取(功率480 W、时间12 min、提取温度59℃)进行比较,结果如表7所示。

表7 不同提取工艺对茶皂苷提取率的影响

提取工艺	茶皂苷提取率/%
超声-微波辅助提取	98.40±0.48 ^a
超声辅助提取	69.06±0.46 ^c
微波辅助提取	71.40±0.11 ^b

注:不同字母表示存在显著差异($p < 0.05$)

由表7可知,相同条件下利用超声辅助提取茶皂苷的提取率为69.06%,利用微波辅助提取茶皂苷的提取率为71.40%,均显著低于超声-微波辅助提取茶皂苷的提取率($p < 0.05$),表明超声-微波辅助提取能够显著提高茶皂苷的提取率,有利于提高油茶籽饼粕的附加值,解决资源浪费等问题。

3 结论

以乙醇溶液为提取溶剂,采用超声-微波辅助法对脱脂油茶籽饼中的茶皂苷进行提取,以茶皂苷提取率为考察指标,通过单因素试验、Plackett-Burman试验筛选出3个具有显著效应的因素,再采用响应面试验设计对上述3个因素进行优化,确定了超声-微波辅助提取脱脂油茶籽饼中茶皂苷的最佳工艺条件,即乙醇体积分数59%、料液比1:12、提取液pH 7、超声功率475 W、超声时间4 min、超声工作2 s间隔2 s、微波功率480 W、提取温度59℃、微波提取时间8 min。在此工艺条件下,茶皂苷的提取率为98.40%,纯度为64.7%,显著高于单独采用超声辅助法(69.06%)和微波辅助法(71.40%)提取的茶皂苷提取率。综上,超声-微波辅助提取法能够显著提高茶皂苷的提取率,可为后续茶皂苷的提取以及产品的开发提供一定的参考。

参考文献:

- [1] 李丽,吴雪辉,寇巧花. 茶油的研究现状及应用前景[J]. 中国油脂, 2010, 35(3): 10-14.
- [2] 孔浩. 中国油茶生产布局演变研究[D]. 哈尔滨: 东北林业大学, 2019.
- [3] LIAO Y, LI Z, ZHOU Q, et al. Saponin surfactants used in drug delivery systems: a new application for natural medicine components[J/OL]. Int J Pharm, 2021, 603: 120709 [2022-04-23]. <https://doi.org/10.1016/j.ijpharm.2021.120709>.

- [4] ZENG L, LIU Y, YUAN Z, et al. Formation and physical stability of *Zanthoxylum bungeanum* essential oil based nanoemulsions co-stabilized with tea saponin and synthetic surfactant [J/OL]. *Molecules*, 2021, 26 (24): 7464 [2022 - 04 - 23]. <https://doi.org/10.3390/molecules26247464>.
- [5] CHEN D, DING Y, CHEN G, et al. Components identification and nutritional value exploration of tea (*Camellia sinensis* L.) flower extract; evidence for functional food[J/OL]. *Food Res Int*, 2020, 132: 109100 [2022 - 04 - 23]. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2020.109100>.
- [6] 刘渝港, 丁泽敏, 夏会平, 等. 茶皂素分离纯化及其在医药食品领域中的研究进展[J]. 2020, 35(4): 195 - 202.
- [7] RAMLI N H, YUSUP S, QUITAIN A T, et al. Optimization of saponin extracts using microwave-assisted extraction as a sustainable biopesticide to reduce *Pomacea canaliculata* population in paddy cultivation [J]. *Sustain Chem Pharm*, 2019, 11: 23 - 35.
- [8] REN H J, XIAO Q, ZHOU Z, et al. Study of tea saponin toothpaste[J]. *Tenside Surfact Det*, 2015, 52(4): 329 - 332.
- [9] 孙万里. 茶皂素提取条件的优化及纯化研究[J]. *生物质化学工程*, 2019, 53(6): 39 - 44.
- [10] 朱飞凡. 基于油茶饼粕中茶皂素醇提工艺条件优化措施[J]. *食品安全导刊*, 2022 (5): 137 - 140.
- [11] HE J, WU Z Y, ZHANG S, et al. Optimization of microwave-assisted extraction of tea saponin and its application on cleaning of historic silks [J]. *J Surfact Deter*, 2013, 17(5): 919 - 928.
- [12] HU B, WANG H, HE L, et al. A method for extracting oil from cherry seed by ultrasonic-microwave assisted aqueous enzymatic process and evaluation of its quality [J]. *J Chromatogr A*, 2019, 1587: 50 - 60.
- [13] WEN L, ZHANG Z, SUN D W, et al. Combination of emerging technologies for the extraction of bioactive compounds[J]. *Crit Rev Food Sci*, 2020, 60(11): 1826 - 1841.
- [14] ZENG G, RAN Y, HUANG X, et al. Optimization of ultrasonic-assisted extraction of chlorogenic acid from tobacco waste [J/OL]. *Int J Environ Res Publ Health*, 2022, 19(3): 1555 [2022 - 04 - 23]. <https://doi.org/10.3390/ijerph19031555>.
- [15] 刘欢, 赵巨堂, 何力, 等. 金盏花精油的微波辅助提取及其成分与抗氧化活性研究[J]. *食品工业科技*, 2021, 43(10): 189 - 197.
- [16] XU N, SUN Y H, GUO X L, et al. Optimization of ultrasonic-microwave synergistic extraction of polysaccharides from *Morchella conica* [J/OL]. *J Food Process Pres*, 2017, 42 (2): 13423 [2022 - 04 - 23]. <https://doi.org/10.1111/jfpp.13423>.
- [17] XU L, HE W J, LU M, et al. Enzyme-assisted ultrasonic-microwave synergistic extraction and UPLC-QTOF-MS analysis of flavonoids from Chinese water chestnut peels [J]. *Ind Crops Prod*, 2018, 117: 179 - 186.
- [18] 郑朋朋, 李珊, 张保, 等. 苯酚硫酸法测定萌发菌 HL-003多糖方法的研究[J]. *食品工业科技*, 2016, 37(6): 74 - 77, 85.
- [19] 陈莹, 刘松柏, 何良兴, 等. 油茶籽粕和茶皂素中皂苷的定量检测方法研究[J]. *中国粮油学报*, 2012, 27 (2): 105 - 111.
- [20] 姜昊宇. 油茶籽壳中茶皂素的提取纯化及性质初步研究[D]. 上海: 上海师范大学, 2015.
- [21] DAHMOUNE B, HOUMA-BACHARI F, CHIBANE M, et al. Microwave assisted extraction of bioactive saponins from the starfish *Echinaster sepositus*: optimization by response surface methodology and comparison with ultrasound and conventional solvent extraction [J/OL]. *Chem Eng Process*, 2021, 163: 108359 [2022 - 04 - 23]. <https://doi.org/10.1016/j.cep.2021.108359>.
- [22] 高泽波, 叶铭, 薛玲玲, 等. 超声波-乙醇法提取油茶饼粕中茶皂素的工艺研究[J]. *化学工程与装备*, 2018 (2): 41 - 46.
- [23] 李小然. 茶叶籽粕中茶皂素的微波辅助提取及其应用研究[D]. 广州: 广州大学, 2018.
- [24] 郭华. 高档茶籽油的提取及茶籽综合利用技术研究[D]. 长沙: 湖南农业大学, 2007.
- [25] 李敏, 王承明. 油茶籽粕中茶皂素的提取工艺研究[J]. *中国粮油学报*, 2011, 26(5): 38 - 41, 46.
- [26] LEE L S, LEE N, KIM Y H, et al. Optimization of ultrasonic extraction of phenolic antioxidants from green tea using response surface methodology [J]. *Molecules*, 2013, 18(11): 13530 - 13545.
- [27] 陈新新. 从油茶籽粕中提取糖萜素的工艺研究[J]. *武汉工业学院学报*, 2013, 32(2): 11 - 15.
- [28] 柳萌, 郜海燕, 房祥军, 等. 不同成熟度杨梅酚酸的超声-微波协同优化提取及其抗氧化性对比[J]. *食品科学*, 2021, 42(3): 112 - 120.
- [29] AMUTHA GNANA ARASI M A, GOPAL RAO M, BAGYALAKSHMI J. Optimization of microwave-assisted extraction of polysaccharide from *Psidium guajava* L. fruits [J]. *Int J Biol Macromol*, 2016, 91: 227 - 232.
- [30] GUO N, SONG X R, KOU P, et al. Optimization of fermentation parameters with magnetically immobilized *Bacillus natto* on Ginkgo seeds and evaluation of bioactivity and safety [J]. *LWT - Food Sci Technol*, 2018, 97: 172 - 179.
- [31] 黄传阳, 魏学鼎, 高盼, 等. 芝麻素的超声辅助提取工艺优化[J]. *中国油脂*, 2022, 47(3): 123 - 127.