

油茶籽粕提取液的去污效果研究

王柯, 周建平, 周玥

(湖南农业大学食品科学技术学院, 湖南长沙 410128)

摘要: 本文通过对油茶籽粕的提取利用, 研究了不同实验条件对油茶籽粕提取液中油油茶皂素含量的影响, 并就油茶籽粕提取液对各种污布的洗涤效果进行了研究。实验结果表明: 提取液中含有的油茶皂素是一种优良天然非离子表面活性剂, 在与其他表面活性剂复配时去污效果明显, 尤其是去除皮脂污垢的能力显著, 是开发环保型洗衣液的理想原料。

关键词: 油茶籽粕; 提取; 油茶皂素; 去污力; 配方

文章编号: 1673-9078(2011)1-63-66

Decontamination Effect of Extracts from Camellia Cake

WANG Ke, ZHOU Jian-ping, ZHOU Yue

(College of Food Science and Technology, Hunan Agricultural University, Changsha 410128, China)

Abstract: The camellia saponin was extracted from the camellia cake and its decontamination effects on dirty cloth were studied. The camellia extracts could well remove sebum dirt in the cloth and its decontamination effect can be enhanced when blended with other surfactants. So the cake extracting solution was an ideal nature material for preparation of environmental-friendly liquid detergent.

Key words: camellia cake; extraction; camellia saponin; detergency; formula

油茶(*Camellia oleifera*)是我国南方重要的木本油料树种, 也是世界四大食用木本油料植物之一^[1]。我国现有油茶栽培面积4500万亩, 常年产油茶籽60余万t, 产茶油15万t。其中以湖南、江西两省的产量最高, 占全国产量的60%以上。此外, 广西、贵州、福建、浙江、湖北、广东、云南、安徽等省均有一定面积的栽培。我国栽种的品种主要是普通油茶, 其次是小果油茶、广宁油茶、腾冲红花油茶、博白大果油茶等10余种。

利用油茶籽制取的茶籽油中不饱和脂肪酸含量一般在90%以上^[2], 是一种具有保健功能的高级食用油。在制取茶籽油时会产生约60%的油茶籽粕^[3]。油茶籽粕组成一般为: 粗蛋白15%, 粗脂肪5%, 糖类40%, 粗纤维6%, 油茶皂素10%~14%, 总灰分6%, 单宁2%, 咖啡碱0.95%, 水分14%^[4]。由于油茶皂素、单宁的存在导致油茶籽粕具苦涩味, 加上纤维素含量高, 无法直接作饲料, 只得廉价出售。

油茶籽粕中的油茶皂素是一种优良的非离子型表面活性剂, 具有乳化、分散、湿润、发泡等性能。油茶皂素与人工合成的表面活性剂相比, 具有发泡性能

好, 泡沫稳定性强, 起泡力不受水的硬度变化的影响的特点^[6]。《本草纲目》里也有记载: “茶籽捣仁洗衣除油腻”。对蛋白质、纤维素无损伤, 特别对丝、毛、羽绒的洗涤效果良好^[7]。为此, 本文研究了油茶籽粕提取液中油油茶皂素的去污力, 初步设计了油茶皂素洗衣液配方, 通过对国标污布的洗涤实验及稳定性实验, 优化出具有较高去污力的洗衣液, 以期为工业生产提供依据。

1 材料与方法

1.1 材料、仪器设备与试剂

1.1.1 材料

油茶籽粕-由湖南农业大学康奕达油茶产品研究中心提供。

1.1.2 仪器与设备

增力电动搅拌器, 数显恒温水浴锅, 电子天平, 高效液相色谱仪(Agilent 1100 Series), 去污试验机(QW-II), 分光光度计, 白度仪, 数字式粘度计(SNB-1)。

1.1.3 试剂

甲醇(色谱级)、油茶皂素标准品、表面活性剂1、表面活性剂2、十二烷基苯磺酸钠(LAS)、脂肪醇聚氧乙烯醚(AEO-9)、椰子油脂肪酸二乙醇酰胺(6501)、硅酸钠、氯化钠、乙二酸四乙酸二钠(EDTA)、荧光增白剂、乙醇、防腐剂、香精。

收稿日期: 2010-09-28

基金项目: 湖南省科技厅重大专项(04NK1008)

作者简介: 王柯(1984-), 女, 硕士研究生, 从事油脂与植物蛋白工程方向研究

通讯作者: 周建平(1955-), 男, 教授, 硕士生导师

1.2 试验方法

1.2.1 油茶籽粕提取液中油茶皂素含量的测定

油茶皂素含量的测定采用高效液相色谱法。测定条件为: Agilent 1100 Series液相色谱仪, C₁₈色谱柱(ZORBAX SB-C18 4.6×250 mm), 流动相: 色谱级甲醇, 流速为1 mL/min, 柱温: 25 °C, 检测波长: 215 nm。

1.2.2 去污力测定

调节水硬度为250 mg/L, 洗涤温度30 °C, 洗涤时间20 min, 洗衣液浓度0.2%, 测验方法按GB/T13174-91进行。

1.2.3 洗涤剂稳定性测验

将配制好的洗衣液分成3份, 分别密封于塑料瓶中。第一份置于40 °C±2 °C的烘箱中, 放置24 h取出, 检查是否出现分层现象。第二份置于-5 °C±2 °C的冰箱中, 放置24 h取出, 自然恢复至室温, 检查分层及沉淀现象。第三份置室温下自然存放, 定期观察所发生的变化。

1.2.4 油茶籽粕提取液的制备方法

油茶皂素可溶于热水, 且在稀碱性水溶液中溶解性显著增加。由于油茶籽粕的细胞结构已被破坏, 在油茶籽粕中加入2倍量热水, 匀速搅拌一段时间即可将油茶皂素提取出来。

1.2.5 油茶皂素提取条件的研究

1.2.5.1 pH值对提取率的影响

按油茶籽粕:水=1:2的比例往油茶籽粕中加入热水, 搅拌均匀并调节pH分别为7.0、7.5、8.0、8.5, 在70 °C条件下搅拌1小时, 然后离心分离, 测定清液中油茶皂素的含量。

1.2.5.2 提取温度对提取率的影响

按1:2比例往油茶籽粕中加入热水, 搅匀后调节pH 7.5, 分别在50、60、70、80 °C条件下搅拌1 h, 离心分离后测定清液中油茶皂素的含量。

1.2.5.3 提取时间对提取率的影响

按油茶籽粕:水=1:2比例往油茶籽粕中加入热水, 调节pH 7.5, 在70 °C条件下分别搅拌1、2、3、4 h, 测定溶液中的油茶皂素含量。

1.2.5.4 油茶皂素提取条件的正交实验设计

根据以上单因素实验, 确定pH值、提取温度、提取时间三个因素为分析对象, 以油茶皂素含量作为衡量指标设计L₉(3⁴)正交试验方案, 因素水平见表1。

表1 L₉(3⁴) 正交试验设计因素水平表

Table 1 Factor and level for L₉(3⁴) orthogonal test

水平	因素		
	A(pH值)	B(提取温度/°C)	C(提取时间/h)
1	7.0	50	1
2	7.5	60	2
3	8.0	70	3

1.2.6 油茶籽粕提取液的去污力及与其他表面活性剂复配效果研究

为了比较油茶籽粕提取液及其与LAS复配后去污力强弱, 用3%的油茶皂素水溶液与3%的LAS溶液分别以2:0、1:1、0:2混合, 按照国标要求分别洗涤碳黑、蛋白、皮脂三种污布, 洗涤条件确定为水硬度250 mg/kg, 立式去污试验机200 r/min, 控制温度30 °C洗涤20 min。比较洗涤前后白度值的变化, 计算去污率。

$$\text{去污值}(F) = \frac{W_{\text{洗前}} - W_{\text{洗后}}}{W_{\text{染前}} - W_{\text{洗后}}}, \quad \text{去污比值}(R) = \frac{F_{\text{样}}}{F_{\text{标}}}$$

1.2.7 以油茶籽粕提取液为基本成分的洗衣液配方的初步确定

在表面活性剂中, 选取性能好, 价格较低的表面活性剂LAS、活性剂1、AEO-9作为实验对象, 配合油茶籽粕提取液, 确定实验配方见表2。在配方中均加入适量的6501、硅酸钠、荧光增白剂、乙醇、防腐剂、EDTA和香精。

表2 洗衣液试验配方

Table 2 The recipe of liquid detergent containing camellia

原料名称	extracts					
	1	2	3	4	5	6
阴离子(活性剂1+LAS)	6	6	8	6	6	6
非离子(AEO-9)	8	10	10	10	10	10
油茶皂素水溶液	70	50	30	50	50	
氯化钠	1	1	1		1	1
活性剂2	1	1	1	1		

2 结果与讨论

2.1 提取条件对油茶皂素含量的影响

各提取条件对油茶皂素含量的影响如图1。由图可知, 随着pH的增加, 提取率也增加, 当pH为8.0时提取率最高, 随后略有下降。由于油茶皂素不溶于冷水,

温度过低不利于提取。温度在70 ℃以上对提取有利。而提取时间对提取率的影响不大，可以从提高效率的角度考虑。

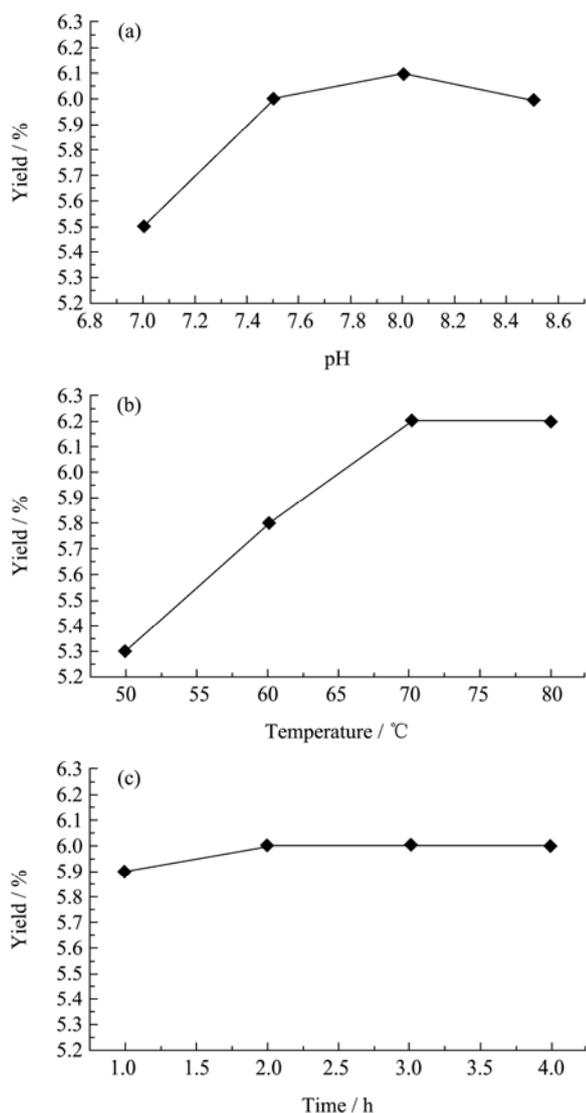


图1 提取条件对油茶皂素含量的影响

Fig.1 The effect of extraction condition on the yield of camellia saponin

2.2 油茶皂素最佳提取条件的确定

由表3的试验结果，通过极差分析R值大小，得知各因素影响提取率的主次顺序为A>B>C，即pH值>提取温度>提取时间，各试验参数的较优组合为A₃B₃C₂，即提取液pH值为8.0，提取温度70 ℃，提取时间2 h，由于提取时间为非重要因素，为了提高效率，可以确定为1 h。此时油茶籽粕提取液中含油茶皂素6.1%。

2.3 洗涤剂去污值测定结果

本试验配制的洗涤剂的去污值(F)见表4。

表3 L₉(3⁴)正交试验结果

Table 3 The results of L₉(3⁴) orthogonal test

序号	A pH值	B 提取温度	C 提取时间	D 空列	提取率/%
1	1	1	1	1	4.6
2	1	2	2	2	4.9
3	1	3	3	3	6.0
4	2	1	2	3	5.8
5	2	2	3	1	5.9
6	2	3	1	2	5.9
7	3	1	3	2	5.7
8	3	2	1	3	6.0
9	3	3	2	1	6.1
\bar{K}_1	5.167	5.367	5.5	5.533	
\bar{K}_2	5.867	5.6	5.6	5.5	
\bar{K}_3	5.933	6.0	5.867	5.933	
R	0.766	0.633	0.367	0.433	

表4 表面活性剂配比去污值

Table 4 The decontamination effect of the experimental detergents with different surfactant

配方	油茶皂素:LAS		
	2:0	1:1	0:2
碳黑布	4.04%	7.70%	31.37%
蛋白布	2.39%	29.56%	14.43%
皮脂布	12.52%	59.38%	41.61%

实验结果表明，油茶籽粕提取液对碳黑污布的效果不明显，对皮脂和蛋白污布去污力较显著。单独使用时去污力不如其他表面活性剂，但是和LAS复配使用时，去污力明显提高。

2.4 以油茶籽粕提取液为基本成分的洗衣液去污力试验结果

去污力比较实验结果见表5。

表5 去污力比较试验结果

Table 5 The results of decontamination effect

	去污比值						
	1	2	3	4	5	6	7*
碳黑污布R	1.16	1.32	1.37	1.28	1.27	1.27	1.38
皮脂污布R	1.40	1.43	1.30	1.42	1.42	1.19	1.20
蛋白污布R	1.17	1.21	1.23	1.21	1.22	1.19	1.19

注：7*为市售某品牌洗衣液。

对于碳黑污布，油茶皂素的影响不大，主要是AEO-9的影响，其次是阴离子表面活性剂影响。对于皮脂污布，油茶皂素的去污力及复配性能体现的非常明

显,去污力与油茶皂素的添加量正相关,且大大超过了市售某品牌洗衣液。对于蛋白污布,各配方区别不大,且去污值都在0.2左右的较低水平。有研究报道称,油茶籽粕提取液经接种发酵产生蛋白酶后,对蛋白污布的去污力显著上升。即高效又环保,具有广阔的市场前景,有待进一步开发。

2.5 以油茶籽粕提取液为基本成分的洗衣液的稳定性

试验结果见表6。配方2、配方4与配方5在表面活性剂相同的情况下,仅仅由于增稠剂的不同而使稳定性有显著差异。说明选用不同比例的增稠剂复配使用可取得较好的效果。NaCl是离子型表面活性剂的增稠剂,活性剂1水溶液的粘度对NaCl很敏感。活性剂2是一种非离子表面活性剂,对AEO-9具有增稠效果。

表6 洗涤剂稳定性实验结果

Table 6 The results of stability of detergents

配方序号	1	2	3	4	5	6	7*
现象	分层	不分层	不分层	分层	分层	不分层	不分层

配方3、配方2与配方1制成的洗涤剂的粘度依次降低。可能是由于油茶皂素具有较强的分散性,能使混合物趋于均一和分散,从而使油茶皂素洗衣液的粘度随着油茶皂素用量的增加而降低。考虑到洗衣液的稳定性,选取添加占液重50%的油茶皂素提取液较为合适。

3 小结与讨论

油茶籽粕提取液的提取工艺为:向油茶籽粕中添加2倍重量的水,调节pH 7.5,在70℃条件下搅拌提取1h,5000 r/min离心分离10 min。

筛选出较佳的油茶皂素洗衣液配方,即油茶籽粕提取液50%,LAS 2%,活性剂1 4%,AEO-9 10%,NaCl 1%,活性剂2 1%,以及适量的6501,硅酸钠,荧光增白剂,乙醇,防腐剂,EDTA与香精。

油茶籽粕提取液与LAS复配使用,对皮脂污布的去污力明显提高。可以在提高洗衣液去污力的同时降低人工合成表面活性剂的用量,有利于环保。

随着我国环境保护法的制定及绿色环保工程的实施,那些对环境有严重污染的合成洗涤剂会逐步退出市场,相反,更多绿色环保型产品将取代这一市场。油茶皂素来自天然,具有较强的去污和杀菌效果,易被降解为无害物质,因而具有开发成新型洗涤剂的优势,用油茶皂素配制的洗涤液一定具有广阔的市场前景。

参考文献

- [1] 郭玉芳.浅谈油茶的种植与管理[J].吉林农业,2010,5:94-113
- [2] 王江蓉,刘荣,张令夫,等.论茶籽油的营养价值与保健功能[J].江苏调味副食品,2009,26(4):30-44
- [3] 方柔,李伟飞,李竹君,等.油茶饼粕中油茶皂素的提取及其在洗涤剂中的应用初探[J].粮油加工,2009,10:91-93
- [4] 温柳娟,严志云.茶籽皂素的提取及应用研究[J].广州化工,2009,37(1):13-16
- [5] 唐明远,卢向阳,屈姝存,等.茶皂素的提取过程中的色素抑制研究[J].现代食品科技,2005,21(2):180-185
- [6] 张国运,曹丽云,吴建鹏,等.油茶皂素提取工艺及其应用研究进展[J].日用化学工业,2006,36(3):174-177
- [7] 刘红梅,周建平,郭华,等.油茶皂素提取纯化及含量检测研究综述[J].现代食品科技,2006,22(4):265-268