

# 板栗苞中栲胶提取工艺的研究

王丽卫<sup>1</sup>, 孙健<sup>2</sup>, 王岩<sup>3</sup>, 赵兵<sup>1\*</sup>

(1. 中国科学院过程工程研究所生化工程国家重点实验室, 北京 100190; 2. 广西医科大学基础医学院, 南宁 530021;  
3. 北京工商大学食品学院, 北京 100048)

**摘要:** **目的** 以板栗苞为原料, 研究板栗苞提取栲胶的最佳工艺。**方法** 在粉碎粒度、丙酮溶液浓度、料液比和超声功率单因素实验基础上, 以栲胶提取率为响应值, 设计4因素3水平的均匀实验, 通过均匀设计偏最小二乘回归建模分析, 得出最优指标时各个因素组合参数, 并采用铬皮粉法对最优条件下提取的栲胶进行分析。**结果** 板栗苞中栲胶提取的最佳工艺为: 粉碎粒度100目, 50%丙酮溶液, 料液比1:18, 超声功率400 W, 在此条件下, 栲胶提取率为31.28%, 单宁含量为63.68%, pH值为3.81, 总色值为22。**结论** 以板栗苞为原料提取的栲胶达到了椴栲胶冷溶合格品的指标, 说明板栗苞提取栲胶的工艺可行性。

**关键词:** 板栗苞; 栲胶; 均匀实验; 铬皮粉法

## Study on tannin extract from chestnut (*Castanea mollissima* Blume) shell

WANG Li-Wei<sup>1</sup>, SUN Jian<sup>2</sup>, WANG Yan<sup>3</sup>, ZHAO Bing<sup>1\*</sup>

(1. National Key Laboratory of Biochemical Engineering, Institute of Process Engineering, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100190, China; 2. School of Preclinical Medicine, Guangxi Medical University, Nanning 530021, China;  
3. School of Food and Chemical Engineering, Beijing Technology and Business University, Beijing 100048, China)

**ABSTRACT: Objective** To obtain the optimum extraction parameters of tannin extract from chestnut shell. **Methods** Based on single-factor test, uniform experimental design with 4-factor and 3-level was adopted to study the effects of particle size, concentration of acetone solution, solid-liquid ratio and ultrasonic power on the extraction rate of tannin extract. Using partial least squares regression analysis, the optimal extraction parameters were obtained. Component of tannin extract was also analyzed by hide powder method. **Results** The optimum conditions of tannin extract from chestnut shell were as follows: particle size was 100 meshes, 50% acetone solution, solid-liquid ratio was 1:18 and ultrasonic power was 400 W. Under this condition, the extraction rate of tannin extract was 31.28%, the content of tannin was 63.68%, the pH value was 3.81 and the total color value was 22. **Conclusion** The tannin extract from chestnut shell has reached the standard of cold-soluble valonea extraction, which illustrated the feasibility of using chestnut shell as a kind of material for tannin extract.

**KEY WORDS:** chestnut shell; tannin extract; uniform experiment; hide powder method

## 1 引言

板栗(*Castanea mollissima*)属壳斗科栗属坚果类

植物, 我国板栗分布多达26个省(市、自治区), 年产量已超过70万吨, 占世界产量的75%。栗苞, 即板栗刺壳, 是板栗采摘后留下的废弃物, 随着板栗产量

\*通讯作者: 赵兵, 博士, 研究员, 主要研究方向为植物细胞工程及植物资源生物炼制。E-mail: bzhaob@ipe.ac.cn

\*Corresponding author: ZHAO Bing, Ph.D, Researcher, National Key Laboratory of Biochemical Engineering, Institute of Process Engineering, Chinese Academy of Sciences, No. 1, Beiertiao, Zhongguancun, Haidian District, Beijing 100190, China. E-mail: bzhaob@ipe.ac.cn

的不断增加, 栗苞数量也随之急剧增加。传统的栗苞处理方法是燃烧和自然腐烂, 造成环境污染和资源浪费<sup>[1,2]</sup>。

栗苞含有丰富的单宁<sup>[3]</sup>, 是提取栲胶的优质原料。栲胶是一种植物性鞣料(又称天然单宁)提取液的浓缩物, 有膏状物和固体两种产品, 主要用于制革、染料、塑料、日用化学品、地质钻探和有机化工等行业<sup>[4-8]</sup>, 此外, 栲胶还有较好的抗氧化活性<sup>[9,10]</sup>和抑菌活性<sup>[11,12]</sup>。为了更好地对栗苞进行开发利用, 促进节能减排, 本文对板栗苞中栲胶的提取工艺进行研究, 探索板栗苞栲胶工业生产的可能性和应用前景。

## 2 材料与方法

### 2.1 材料与仪器

板栗苞干样(购于河北省青龙县); 铬皮粉(分析纯, 中国林科院林产化工研究所); 高岭土(化学纯, 国药集团化学试剂公司); 氯化钠(分析纯, 北京化学试剂公司); 明胶(化学纯, 国药集团化学试剂公司); 丙酮(分析纯, 北京化工厂)。

超声提取仪(CTXNNW-2B, 北京弘祥隆生物技术开发有限公司); 离心机(TDL-5-A, 上海安亭科学仪器制造厂); 旋转蒸发仪(RE-52AA, 上海亚荣生化仪器厂); 电热恒温鼓风干燥箱(DGG-9140A, 上海森信实验仪器有限公司); 电热恒温水槽(DK-8D, 上海一恒科技有限公司); pH计(FE20, 梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司); 比较测色仪(WSL-2, 上海易测仪器设备有限公司)。

### 2.2 试验方法

#### 2.2.1 板栗苞中栲胶提取的单因素实验

##### (1) 粒度对栲胶提取率的影响

分别精确称取过 20、40、60、80 和 100 目筛的板栗苞粉碎样品 10 g, 加入 120 mL 60%的丙酮溶液,

500 W 超声提取 30 min, 将提取液离心, 残渣再按照上述方法进行提取, 合并 2 次提取液, 浓缩、烘干, 研究粒度对栲胶提取率的影响。

##### (2) 丙酮浓度对栲胶提取率的影响

精确称取 10 g 过 80 目筛的板栗苞样品 5 份, 分别加入 30%、40%、50%、60%、70%的丙酮溶液 120 mL, 500 W 超声提取 30 min, 将提取液离心, 残渣再按照上述方法进行提取, 合并 2 次提取液, 浓缩、烘干, 研究丙酮浓度对栲胶提取率的影响。

##### (3) 料液比对栲胶提取率的影响

精确称取 10 g 过 80 目筛的板栗苞样品 5 份, 分别加入 100、120、150、180 和 200 mL 60%的丙酮溶液, 500 W 超声提取 30 min, 将提取液离心, 残渣再按照上述方法进行提取, 合并 2 次提取液, 浓缩、烘干, 研究料液比对栲胶提取率的影响。

##### (4) 超声功率对栲胶提取率的影响

精确称取 10 g 过 80 目筛的板栗苞样品 5 份, 均加入 150 mL 60%的丙酮溶液, 分别在 300、400、500、600 和 700 W 超声提取 30 min, 将提取液离心, 残渣再按照上述方法进行提取, 合并 2 次提取液, 浓缩、烘干, 研究超声功率对栲胶提取率的影响。

#### 2.2.2 栲胶提取优化试验

在单因素实验的基础上, 以栲胶提取率为响应值, 设计 4 因素 3 水平的均匀实验。栲胶提取率计算公式见公式(1), 均匀实验因素水平如表 1 所示。

$$\text{栲胶提取率}(\%) = \frac{\text{提取物的质量}(\text{g})}{\text{板栗苞的质量}(\text{g}) \times (1 - \text{含水量}\%)} \times 100\% \quad (1)$$

#### 2.2.3 栲胶成分分析

栲胶中成分的分析采用铬皮粉法, 具体参照 LY/T 1082-93《中华人民共和国林业行业标准 栲胶检验方法》<sup>[13]</sup>。

表 1 均匀实验因素水平表  
Table 1 Factors and levels of uniform experiment

水平	因素			
	粒度(目)	丙酮浓度(%)	料液比(g/mL)	超声功率(W)
1	60	50	1:12	400
2	80	60	1:15	500
3	100	70	1:18	600

### 3 结果与分析

#### 3.1 单因素试验结果

##### 3.1.1 粒度对栲胶提取率的影响

粒度对栲胶提取率的影响见图 1。由图 1 可以看出, 随着板栗苞粉碎粒度的增加, 栲胶提取率也随之提高, 当粒度为 80 目时, 提取率已达到较高水平, 为 19.45%, 这可能是由于粉碎粒度的增加提高了物料与提取溶剂的接触面积, 从而使得提取率升高。本实验选择 80 目为后续均匀实验的中值。

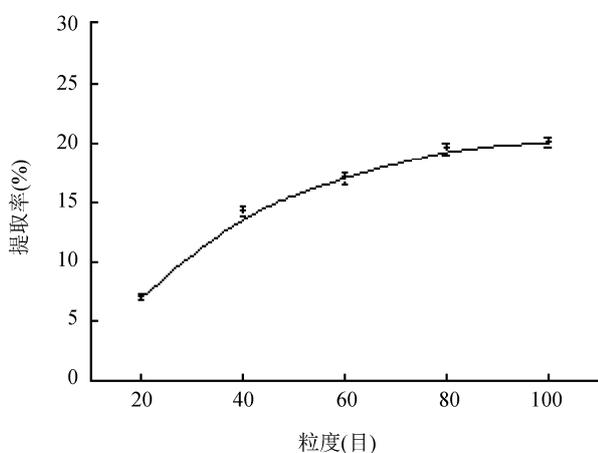


图 1 粒度对栲胶提取率的影响图( $n=6$ )

Fig. 1 Effect of particle size on the extraction rate of tannin extract ( $n=6$ )

##### 3.1.2 丙酮浓度对栲胶提取率的影响

丙酮浓度对栲胶提取率的影响见图 2。由图 2 可以看出, 随着丙酮浓度由 30% 增加到 70%, 栲胶的提取率仅增加了 5%, 说明丙酮浓度对栲胶提取率的影响不大, 当丙酮浓度为 60% 时, 栲胶提取率趋于稳定, 因此, 选择 60% 的丙酮浓度为均匀实验设计的中值。

##### 3.1.3 料液比对栲胶提取率的影响

料液比对栲胶提取率的影响结果见图 3。由图 3 可知, 料液比对栲胶提取率的影响较为明显。栲胶提取率随着料液比的增大而显著提高, 当料液比在 1:10~1:15 g/mL 时, 栲胶提取率急剧增加, 当料液比高于 1:15 g/mL 时, 栲胶提取率增加缓慢, 分析原因, 可能是料液比影响栲胶的浸出, 料液比低时, 不利于栲胶的扩散, 达到一定料液比之后, 栲胶和

提取溶剂充分接触, 栲胶扩散将不再受影响, 考虑到节约能源及后续处理工艺, 因此, 选择 1:15 g/mL 为最适料液比。

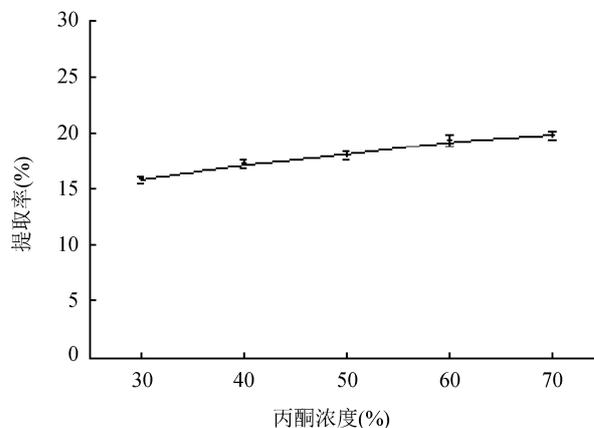


图 2 丙酮浓度对栲胶提取率的影响图( $n=6$ )

Fig. 2 Effect of acetone concentration on the extraction rate of tannin extract ( $n=6$ )

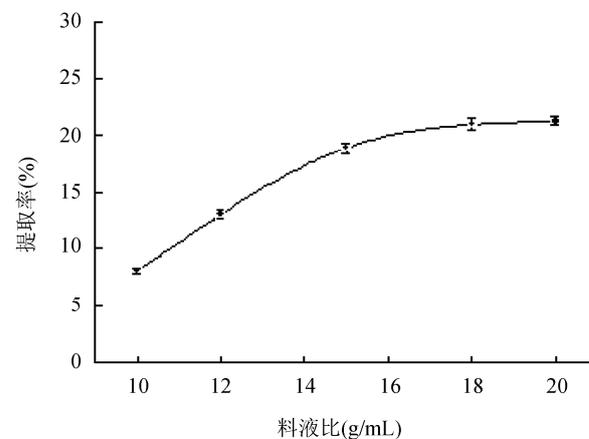


图 3 料液比对栲胶提取率的影响图( $n=6$ )

Fig. 3 Effect of solid-liquid ratio on the extraction rate of tannin extract ( $n=6$ )

##### 3.1.4 超声功率对栲胶提取率的影响

超声功率对栲胶提取率的影响结果见图 4。由图 4 可知, 随着超声功率的增加, 栲胶提取率也随之提高, 当超声功率达到 500 W 时, 其提取率不再随功率的增加而增加。因此, 选择 500 W 为最适超声提取功率。

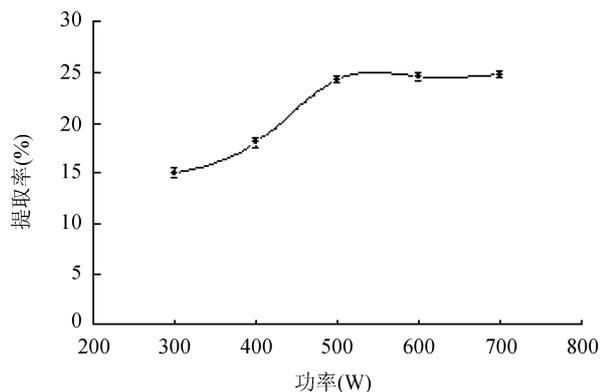
图4 超声功率对栲胶提取率的影响图( $n=6$ )

Fig. 4 Effect of ultrasonic power on the extraction rate of tannin extract ( $n=6$ )

### 3.2 均匀实验优化结果

板栗苞中栲胶的提取率结果如表2所示。

利用DPS软件分析各提取因素对栲胶提取率的影响,如图5所示。其中, $Y$ 为各因素对提取率的影响系数, $X$ 为各因素, $X_1$ , $X_2$ , $X_3$ 和 $X_4$ 依次为粉碎粒度、丙酮浓度、料液比和超声功率。 $X$ 轴以上表示该因素与栲胶提取率呈正相关, $X$ 轴以下表示该因素与栲胶提取率呈负相关;离 $X$ 轴越远,表示该因素对栲胶提取率的影响越大,反之,则影响较小。

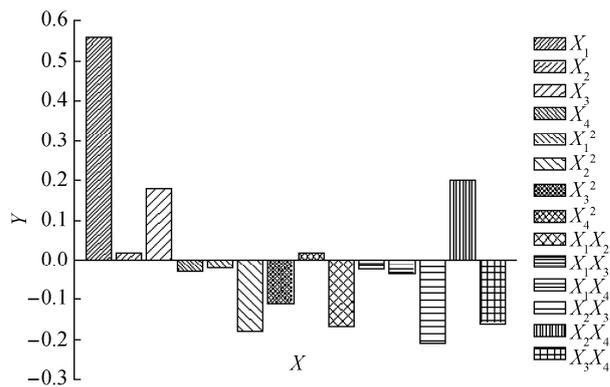


图5 各因素对栲胶提取率的影响图

Fig. 5 Effect of various factors on the extraction rate of tannin extract

由图5可以看出,粉碎粒度对栲胶提取率的影响最明显,各因素影响大小依次为:粉碎粒度( $X_1$ )>料液比( $X_3$ )>超声功率( $X_4$ )>丙酮浓度( $X_2$ )。其中,粉碎粒度对栲胶提取率呈正相关,板栗苞粉碎得越细,栲胶提取率越高;料液比对栲胶提取率也呈正相关,料液比越大,栲胶提取率越高;相对而言,超声功率和丙酮浓度对栲胶提取率的影响较小。

通过均匀设计偏最小二乘回归建模分析,得出最优指标时各个因素组合如下:粉碎粒度100目,50%丙酮溶液,料液比1:18,超声功率400W,在此条件下,进行板栗苞中栲胶的提取,栲胶提取率为31.28%。

表2 均匀实验结果

Table 2 Results of uniform experiment

No.	影响因素				提取率 (%)
	粉碎粒度(目)	丙酮浓度(%)	料液比(g/mL)	超声功率(W)	
N1	100	60	1:12	600	27.65
N2	60	50	1:15	600	20.30
N3	80	50	1:18	400	25.35
N4	100	60	1:18	500	30.37
N5	100	50	1:15	400	30.08
N6	100	70	1:15	500	27.84
N7	80	70	1:15	600	24.27
N8	60	50	1:12	500	19.65
N9	80	70	1:12	400	24.37
N10	60	60	1:12	400	20.63
N11	80	60	1:18	600	25.80
N12	60	70	1:18	500	20.30

表 3 栲胶成分分析表  
Table 3 Component analysis of tannin extract

	水分(%)	总固物(%)	可溶物(%)	不溶物(%)	单宁(%)	非单宁(%)	pH	总色值
栲胶	5.90	94.10	90.68	9.32	63.68	27.00	3.81	22

### 3.3 栲胶成分分析

对均匀实验最优条件提取的栲胶进行分析, 结果如表 3 所示。

从单宁含量、pH 值和总色值等栲胶重要参数来看, 以板栗苞为原料提取的栲胶达到了橡栲胶冷溶合格品的指标<sup>[14]</sup>, 从单宁含量和总色值等参数来看, 达到了红根栲胶二级品的指标<sup>[15]</sup>和落叶松栲胶优等品的指标<sup>[16]</sup>, 说明利用板栗苞为原料生产栲胶具有一定的可行性, 为板栗苞栲胶在制革、矿业、建材和化工等行业的综合利用提供了重要依据。

## 4 讨 论

杨志斌等<sup>[17]</sup>以水作为溶剂, 80 °C, 浸提 1.5 h, 板栗苞中栲胶的提取率为 22%; 张国春等<sup>[18]</sup>在同样提取溶剂下, 浸提温度 65~90 °C, 浸提 1.5 h, 栲胶的提取率为 23.8%; 杜运平等<sup>[19]</sup>采用 40%乙醇, 80 °C, 浸提 2 h, 得到的栲胶中单宁含量为 49%; 谭文英等<sup>[20]</sup>通过正交实验优选出板栗壳中栲胶的最佳提取工艺条件为: 95 °C浸提 6 h, 乙醇用量为 30%; 本研究以丙酮为溶剂, 采用超声波辅助提取工艺, 栲胶提取率显著提高, 为 31.28%, 栲胶中单宁含量达到 63.68%, 说明不同提取方法对栲胶的提取率影响较大。

本工艺中采用的超声波辅助提取方法在提取过程中, 由于超声波的机械效应、空化效应和热效应, 通过增大介质分子的运动速度、增大介质的穿透力以提取板栗苞中的单宁成分, 具有提取效率高, 提取时间短, 提取温度低, 适应性广, 提取工艺成本低, 操作简单易行等优点, 该方法已经广泛应用于天然产物的提取领域。因此, 利用超声波辅助提取板栗苞栲胶的工艺可行性高, 原料易得, 不但扩大了生产栲胶的原料来源, 而且对板栗种植区大量废弃物—板栗苞进行综合利用。

利用本工艺提取的板栗苞栲胶的各项指标已经达到橡栲胶合格品的指标, 如果采用新鲜板栗苞作为原料应该可以大幅降低栲胶产品的色值并提高

其单宁含量。另外, 板栗苞提取完栲胶之后, 仍有 68%的残渣, 可用于天然色素和纤维素等的提取, 以实现板栗苞资源的综合开发。

### 参考文献

- [1] 谷瑶, 周丽珠, 常新民, 等. 栗栲胶的开发利用[J]. 广西林业科学, 2014, 43(2): 222-224.  
Gu Y, Zhou LZ, Chang XM, et al. Development and utilization on chinese chestnut shell tannin extract [J]. Guangxi Forest Sci, 2014, 43(2): 222-224.
- [2] 霍婷, 杨建华, 薛文通, 等. 板栗的综合开发与利用[J]. 食品工业科技, 2008, (7): 297-300.  
Huo T, Yang JH, Xue WT, et al. Comprehensive development and utilization of chestnut [J]. Sci Technol Food Ind, 2008, (7): 297-300.
- [3] Feng HM, Nonaka GI, Nishioka I. Hydrolysable tannins and related compounds from *Castanea mollissima* [J]. Phytochem, 1988, 27(4): 1185-1189.
- [4] 齐宁, 张贵才, 赵晓珂. 栲胶类油田化学剂的应用现状及前景[J]. 油气地质与采收率, 2004, 11(6): 72-74.  
Qi N, Zhang GC, Zhao XK. Application status and prospect of quebracho oilfield chemicals [J]. Petrol Geol Recov Effic, 2004, 11(6): 72-74.
- [5] 张利平. 栲胶法炭黑尾气脱硫的研究[J]. 化工管理, 2015, 17: 152.  
Zhang LP. Study on desulfurization of carbon black tail gas desulfurization by tannin extract method [J]. Chem Manage, 2015, 17: 152.
- [6] 王晓霞, 王梦嶝. 不同植物鞣剂鞣制皮革的耐光性[J]. 西部皮革, 2015, 37(10): 42-46.  
Wang XX, Wang MD. Lightfastness of different vegetable tanning agent on leather [J]. West Leather, 2015, 37(10): 42-46.
- [7] 杜运平, 秦清, 徐浩, 等. 板栗苞单宁提取物用于锗离子络合剂的研究[J]. 林产化学与工业, 2012, 32(2): 66-70.  
Du YP, Qin Q, Xu H, et al. Chestnut shell tannin extract used as complexing agent of germanium Ion [J]. Chem Ind Forest Prod, 2012, 32(2): 66-70.
- [8] 张文斌, 曹逸群, 张萌萌, 等. 单宁的理化性质及其应用研究

- [J]. 西部皮革, 2014, 36(14): 24–29.
- Zhang WB, Cao YQ, Zhang MM, *et al.* Physicochemical properties and applications of tannins [J]. West Leather, 2014, 36(14): 24–29.
- [9] Vázquez G, Fontenla E, Santos J, *et al.* Antioxidant activity and phenolic content of chestnut (*Castanea sativa*) shell and eucalyptus (*Eucalyptus globulus*) bark extracts [J]. Ind Crop Prod, 2008, 28(3): 279–285.
- [10] Zhao S, Liu JY, Chen SY, *et al.* Antioxidant potential of polyphenols and tannins from burs of *Castanea mollissima* Blume [J]. Molecules, 2011, 16(10): 8590–8600.
- [11] 李云雁, 宋光森. 板栗壳提取物抑菌作用研究[J]. 林产化学与工业, 2004, 24(4): 61–64.
- Li YY, Song GS. Study on bacteriostasis of chestnut shell extract [J]. Chem Ind Forest Prod, 2004, 24(4): 61–64.
- [12] You TT, Zhou SK, Wen JL, *et al.* Chemical composition, properties, and antimicrobial activity of the water-soluble pigments from *Castanea mollissima* shells [J]. J Agric Food Chem, 2014, 62(8): 1936–1944.
- [13] LY/T 1082-93 栲胶检验方法[S].
- LY/T 1082-93 Test method for tannin extract [S].
- [14] LY/T 1091-2010 橡碗栲胶 [S].
- LY/T 1091-2010 Valonea extract [S].
- [15] LY/T 1089-93 红根栲胶[S].
- LY/T 1089-93 Red root extract [S].
- [16] LY/T 1085-2010 落叶松栲胶[S].
- LY/T 1085-2010 Larch extract [S].
- [17] 杨志斌, 辜忠春, 杨柳, 等. 板栗苞中栲胶提取的初步研究[J]. 湖北林业科技, 2006, (3): 34–36.
- Yang ZB, Gu ZC, Yang L, *et al.* Preliminary study in extraction of tara extract among shell of *Castanea Mollissima* [J]. Hubei Forest Sci Technol, 2006, (3): 34–36.
- [18] 张国春, 王书民, 任有良. 栗棚栲胶浸提的实验研究[J]. 安康学院学报, 2009, 21(6): 96–97.
- Zhang GC, Wang SM, Ren YL. An experimental study on tanning extract leaching from chestnut shell [J]. J Ankang Univ, 2009, 21(6): 96–97.
- [19] 杜运平, 秦清, 徐浩, 等. 板栗苞单宁纯化的研究[J]. 林产化学与工业, 2012, 32(2): 61–65.
- Du YP, Qin Q, Xu H, *et al.* Study on purification of chestnut shell tannin [J]. Chem Ind Forest Prod, 2012, 32(2): 61–65.
- [20] 谭文英, 方桂珍. 板栗壳中栲胶的提取工艺[J]. 东北林业大学学报, 2006, 34(2): 60–61.
- Tan WY, Fang GZ. Extraction technology of vegetable tannin extract from Chinese chestnut shell [J]. J Northeast Forest Univ, 2006, 34(2): 60–61.

(责任编辑: 李振飞)

## 作者简介



王丽卫, 博士, 助理研究员, 主要研究方向为天然产物分离纯化。  
E-mail: lwwang@ipe.ac.cn



赵兵, 博士, 研究员, 主要研究方向为植物细胞工程及植物资源生物炼制。  
E-mail: bzha@ipe.ac.cn