

REDUCTION OF GAFFEINE IN GREEN TEA BY GORN GOB

MISS WHALIDA SANGNIN

A THESE SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT
OF THE REQUIREMENTS FOR
THE DEGREE OF MASTER OF ENGINEERING (GHENGAL ENGINEERING)
FAGULTY OF ENGINEERING
KING MONGKUT'S UNIVERSITY OF TECHNOLOGY THONGURI
2011





### Reduction of Caffeine in Green Tea by Corn Cob

Miss Chalida Sangnin B.Eng. (Petrochemicals and Polymeric Materials Engineering)

A Thesis Submited in Partial Fulfillment of the Requirement for the Degree of Master of Engineering (Chemical Engineering) Faculty of Engineering King Mongkut's University of Technology Thonburi 2011



Thesis Committee

Chairman of Thesis Committee

(Assoc. Prof. Ubonrat Siripatrawan, Ph.D.)

Annual Sunjul Member and Thesis Advisor

(Assoc. Prof. Anawar Sungpet, Ph.D.)

Member

(Assoc. Prof. Suwassa Pongamphai, D.Eng.)

Member

(Assoc. Prof. Wiwat Ryenglertpanyakul, Dr.rer.nat)

Thesis Title

Reduction of Caffeine in Green Tea by Corn Cob

Thesis Credits

12

Candidate

Miss Chalida Sangnin

Thesis Advisor

Assoc. Prof. Dr. Ánawat Sungpet

Program
Field of Study

Master of Engineering

Field of Study Department Chemical Engineering
Chemical Engineering

Faculty

Engineering

B.E.

2554

#### Abstract

E46295

Major components in green tea are total polyphenol and caffeine. However, caffeine is reported to cause anxiety and insomnia, among other harmful effects. Conventional processes for producing decaffeinated green tea are either expensive or harmful due to chemical residues. This work resulted in an alternative method for reducing caffeine content in brew green tea. Caffeine was adsorbed by using natural corn cob, modified corn cob in Na<sup>+</sup>-forms and Ca<sup>2+</sup>-forms as adsorbents. The adsorption was performed by brewing green tea and corn cob at 80 °C without tea bag and with tea bag. The results showed that the modified corn cob in Na<sup>+</sup>-forms and Ca<sup>2+</sup>-forms adsorbed caffeine and total polyphenol more than natural corn cob did. The highest reduction percent was achieved during the initial adsorption without tea bag. After 1 minute, the reduction percents of caffeine were 61% and 59% while total polyphenol was reduced by 58% and 64% for Na<sup>+</sup>-forms and Ca<sup>2+</sup>-forms corn cob, respectively. The adsorption in tea bag provided the higher caffeine reduction. Caffeine was not detected after brewing for 1 minute. The average reduction percents for the 3 to 10 minute were 32%, 71% and 62% for unmodified, Na+-form and Ca2+-form corn cobs respectively. Those of total polyphenol were 35%, 73% and 67% for unmodified, Na<sup>+</sup> form and Ca<sup>2+</sup> form corn cobs respectively. Without adsorbent, tannin concentration was higher than undesirable concentration of 200 mg/L after 7 minutes of brewing, whereas the adsorbents helped lowering an amount of tannin. When the green tea leaf to corn cob mass ratio was 2:2, adsorption capacities of caffeine and tannin reached the maximum values faster than that of polyphenols.

Keywords: Green tea / Corn cob / Caffeine / Total polyphenol / Adsorption

หัวข้อวิทยานิพนธ์

การลดกาเฟอีนในน้ำชาเขียวโดยซังข้าวโพด

หน่วยกิต

12

ผู้เขียน

นางสาวชลิคา แสงนิล

อาจารย์ที่ปรึกษา

รศ.คร.อนวัช สังข์เพ็ชร

หลักสูตร

วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชา

วิศวกรรมเคมี

ภาควิชา

วิศวกรรมเคมี

คณะ

วิศวกรรมศาสตร์

พ.ศ.

2554

#### บทคัดย่อ

E46295

องค์ประกอบที่สำคัญของชาเขียวคือ โพลีฟีนอล และคาเฟอีน อย่างไรก็ตาม มีรายงานเกี๋ยวกับผลของ คาเฟอีนที่ก่อให้เกิดอาการวิตกกังวลและอาการนอนไม่หลับ กระบวนการทั่วไปในการผลิตชาเขียวที่ มีกาเฟอีนต่ำมีค่าใช้จ่ายที่สูงและเป็นอันตรายเนื่องจากทำให้เกิดการตกค้างของสารเคมี งานวิจัยนี้จึง เป็นทางเลือกหนึ่งสำหรับการลดปริมาณกาเฟอีนในการชงชาเขียว กาเฟอีนจะถูกคูดซับโดยใช้ซัง ข้าวโพดที่ไม่ผ่านการปรับสภาพ, ซังข้าวโพดผ่านการปรับสภาพด้วยวิธีทางเคมีที่อยู่ในรูป  $\mathrm{Na}^{ ext{-}}$ ไอออน และ  $\operatorname{Ca}^{2^+}$  ไอออน เป็นตัวคูคซับ การคูคซับทำ โดยการต้มชาเขียวและซังข้าว โพคที่อุณหภูมิ 80องศาเซลเซียส โดยไม่ใช้ถุงชาและมีการใช้ถุงชา จากผลการทดลองพบว่าซังข้าวโพดที่อยู่ในรูป  $\mathrm{Na}^{\perp}$ ไอออน และ Ca<sup>2+</sup> ไอออนสามารถคูคซับคาเฟอีน และ โพลีฟีนอลไค้สูงกว่าซังข้าวโพคที่ไม่ผ่านการ ปรับสภาพ ในการทดลองโดยไม่ใช้ถุงชานั้น เปอร์เซ็นต์การลดลงมีค่าสูงสุดในช่วงแรกของการดูด ซับ โดยการลดลงของคาเฟอีนที่เวลา 1 นาทีมีค่าเท่ากับ 61% และ 59% ในขณะที่โพลีฟีนอลลดลง เท่ากับ 58% และ 64% โดยการใช้ซังข้าวโพคที่อยู่ในรูป  $\mathrm{Na}^+$  ไอออน และ  $\mathrm{Ca}^{2^+}$  ไอออนเป็นตัวคูคซับ ตามลำคับ สำหรับการคูดซับในถุงชานั้น คาเฟอีนลดลงได้มากขึ้น โคยไม่สามารถตรวจพบปริมาณ คาเฟอีนที่เวลาการชงชา 1 นาที การลดลงโดยเฉลี่ยของคาเฟอีนที่ช่วงเวลาการของคูคซับ 3-10 นาที คือ 32%, 71% และ 62% ของซังข้าวโพคที่ไม่ผ่านการปรับสภาพ, ซังข้าวโพคที่อยู่ในรูป  $\mathbf{Na}^{+}$ ไอออน และ Ca<sup>2+</sup> ไอออนเป็นตัวดูดซับ ตามลำดับ ในขณะที่การลดลงของโพลีฟีนอล คือ 35%, 73% และ 67% ความเข้มข้นของแทนนินในน้ำชาเขียวที่ไม่มีตัวคูดซับมีค่าเกินกว่า 200 mg/L ที่เวลาในการชง 7

E 46295

นาที แต่จะลดลงน้อยกว่านั้นเมื่อมีการใช้ตัวดูดซับ สำหรับการใช้อัตราส่วนระหว่างใบชาเขียว และซัง ข้างโพคที่ 2:2 (กรัม:กรัม) พบว่ากวามจุการดูดซับกาเฟอ็นและแทนนินต่อกรัมตัวดูดซับมีค่าเข้าถึง ค่าสูงสุดได้เร็วกว่าโพลีฟีนอล

คำสำคัญ: ชาเขียว / ซังข้าวโพค / คาเฟอีน / โพลิฟีนอล / การดูคซับ

#### **ACKNOWLEDGEMENTS**

This thesis would not appear in its present form without the kind assistance and support of the following many people. First, I wish to express gratitude to my advisor, Assoc .Prof. Dr. Anawat Sungpet for offered assistance, support and guidance, as encouragement throughout this thesis. I also would like to express my sincere thanks to Assoc. Prof. Dr. Wiwat Ruenglertpanyakul, Assoc. Prof. Dr. Suwassa Pongamphai and Assoc.Prof. Ubonrat Siripatrawan for their comments, recommendations and valuable ideas to broaden my knowledge.

I would like to express my thanks to all staffs at Chemical Engineering Laboratory at King Mongkut's University of Technology Thonburi who always support and take care of me throughout this thesis. Finally, I had to be grateful to my friends and my family for their spirit and encouragement.

## **CONTENTS**

		PAGE
ENC	GLISH ABSTRACT	ii
	AI ABSTRACT	iii
ACK	KNOWLEDGEMENTS	v
	NTENTS	vi
	Γ OF TABLES	vii
	Γ OF FIGURES	xi
CH/	APTER	
	INTRODUCTION	1
	1.1 Background and research importance	1
	1.2 Objectives	2
	1.3 Scopes	2
	1.4 Expected benefits	2
	THEORY AND LITERATURE REVIEW	3
	2.1 Green Tea	3
	2.2 Chemical Components in Green Tea	5
	2.3 Corn cob	8
2	2.4 Principle of Adsorption	12
	2.5 Literature review	13
3.	EXPERIMENT	15
	3.1 Equipment and Materials	15
(	3.2 Experimental Procedures	16
4.	RESULTS AND DISCUSSION	20
4	4.1 Characterization of corn cobs	20
4	4.2 Adsorption of green tea using corn cobs without tea bag	21
4	4.3 Adsorption of green tea using corn cobs in tea bag	26
5. (	CONCLUSIONS	35
4	5.1 Conclusion	35
4	5.2 Recommendations	35
REF	ERENCES	36
APP	ENDIX	
	A. Calibration curve of spectrometer	39
	B. Calculations	43
	C. Results from Spectrophotometric Method	46
	D. Specifications of UV-visible Spectrophotometer	79
CUR	RICULUM VITAE	81

### LIST OF TABLES

TAB	LE	PAGE
2.1	Components of green tea leaves (Camellia sinensis var. assamica)	4
2.2	Contents of polyphenol depending on tea species and seasons (g per	
	100 g dried leaves)	5
2.3	Composition of corn cob	11
2.4	Comparison between physical adsorption and Chemical adsorption	13
3.1	Preparation of calibration curve	19
4.1	Mass loss of corn cobs in water at 80 ° C for 20 min	20
A.1	Data for calibration curve of caffeine	40
A.2	Data for calibration curve of polyphenols	41
A.3	Data for calibration curve of tannin	42
C.1	Show Ion exchange capacity of modified corn cobs	47
C.2	Show mass loss of corn cobs at 80 °C for 20 minutes	48
C.3.1	Show mass loss of the heat treated corn cob at 50 °C for 20 minutes	48
C.3.2	Show caffeine concentrations of adsorption using the heat treated	
	corn cob (50°C, 20 min) as the adsorbent at 80 °C for 20 minutes	48
C.3.3	Show total polyphenol concentrations of adsorption using the heat	
	treated corn cob (50°C, 20 min) as the adsorbent at 80°C for 20 min	49
C.4.1	Show caffeine concentrations of green tea at 80 °C for 1-20 minutes	49
C.4.2	Show total polyphenol concentrations of green tea at 80 °C for 1-20	
	minutes	50
C.4.3	Show caffeine concentrations of adsorption using the unmodified	
	corn cob as the adsorbent at 80 °C for 1-20 minutes	51
C.4.4	Show total polyphenol concentrations of adsorption using the	
	unmodified corn cob as the adsorbent at 80 °C for 1-20 minutes	52
C.4.5	Show caffeine concentrations of adsorption using the Na <sup>+</sup> corn cob	
	as the adsorbent at 80 °C for 1-20 minutes	52
C.4.6	Show total polyphenol concentrations of adsorption using the Na <sup>+</sup>	
	corn cob as the adsorbent at 80 °C for 1-20 minutes	53
C.4.7		
	corn cob as the adsorbent at 80 °C for 1-20 minutes	54
C.4.8	1 71	
	Corn cob as the adsorbent at 80 °C for 1-20 minutes	55
C.5.1	Show caffeine concentrations of green tea in tea bag at 80 °C for 1-	
	20 minutes	56
C.5.2	Show total polyphenol concentrations of green tea in tea bag at 80	
	°C for 1-20 minutes	57
C.5.3	Show tannin concentrations of green tea in tea bag at 80 °C for 1-20	
	minutes	58

# LIST OF TABLES (Cont.)

C.6.1	Show caffeine concentrations of adsorption in tea bag using the	
	unmodified corn cob as the adsorbent at 80 °C for 1-10 minutes (Green tea: corn cob 2:2)	59
C.6.2	,	
	using the unmodified corn cob as the adsorbent at 80 °C for 1-10	
	minutes (Green tea: corn cob 2:2)	59
C.6.3	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	
	unmodified corn cob as the adsorbent at 80 °C for 1-10 minutes	
	(Green tea: corn cob 2:2)	60
C.6.4		
	Na <sup>+</sup> corn cob as the adsorbent at 80 °C for 1-10 minutes (Green	
	tea: corn cob 2:2)	61
C.6.5	Show total polyphenol concentrations of adsorption in tea bag	
	using the Na <sup>+</sup> corn cob as the adsorbent at 80 °C for 1-10 minutes	
	(Green tea: corn cob 2:2)	62
C.6.6	Show tannin concentrations of adsorption in tea bag using the Na <sup>+</sup>	
	corn cob as the adsorbent at 80 °C for 1-10 minutes (Green tea:	
	corn cob 2:2)	62
C.6.7	Show caffeine concentrations of adsorption in tea bag using the	
	Ca <sup>2+</sup> corn cob as the adsorbent at 80 °C for 1-10 minutes (Green	
	tea: corn cob 2:2)	63
C.6.8	Show total polyphenol concentrations of adsorption in tea bag	
	using the Ca <sup>2+</sup> corn cob as the adsorbent at 80 °C for 1-10 minutes	
	(Green tea: corn cob 2:2)	64
C.6.9	Show tannin concentrations of adsorption in tea bag using the Ca <sup>2+</sup>	
	corn cob as the adsorbent at 80 °C for 1-10 minutes (Green tea:	
	corn cob 2:2)	64
C.7.1	Show caffeine concentrations of adsorption in tea bag using the	
	unmodified corn cob as the adsorbent at 80 °C for 1-10 minutes	
	(Green tea: corn cob 2:1)	65
C.7.2	Show total polyphenol concentrations of adsorption in tea bag	
	using the unmodified corn cob as the adsorbent at 80 °C for 1-10	
	minutes (Green tea: corn cob 2:1)	66
C.7.3	Show tannin concentrations of adsorption in tea bag using the	
	unmodified corn cob as the adsorbent at 80 °C for 1-10 minutes	(7
a <b>a</b> .	(Green tea: corn cob 2:1)	67
C.7.4	Show caffeine concentrations of adsorption in tea bag using the	
	Na <sup>+</sup> corn cob as the adsorbent at 80 °C for 1-10 minutes (Green	67
	tea: corn cob 2:1)	67

# LIST OF TABLES (Cont.)

C.7.5	Show total polyphenol concentrations of adsorption in tea bag	
	using the Na <sup>+</sup> corn cob as the adsorbent at 80 °C for 1-10 minutes	(0
	(Green tea: corn cob 2:1)	68
C.7.6	Show tannin concentrations of adsorption in tea bag using the Na <sup>+</sup>	
	corn cob as the adsorbent at 80 °C for 1-10 minutes (Green tea:	60
	corn cob 2:1)	69
C.7.7	Show caffeine concentrations of adsorption in tea bag using the	
	Ca <sup>2+</sup> corn cob as the adsorbent at 80 °C for 1-10 minutes (Green	
	tea: corn cob 2:1)	70
C.7.8	Show total polyphenol concentrations of adsorption in tea bag	
	using the Ca <sup>2+</sup> corn cob as the adsorbent at 80 °C for 1-10 minutes	
	(Green tea: corn cob 2:1)	70
C.7.9	Show tannin concentrations of adsorption in tea bag using the Ca <sup>2+</sup>	
	corn cob as the adsorbent at 80 °C for 1-10 minutes (Green tea:	
	corn cob 2:1)	71
C.8.1	Show caffeine concentrations of adsorption in tea bag using the	
	unmodified corn cob as the adsorbent at 80 °C for 1-10 minutes	
	(Green tea: corn cob 2:0.5)	72
C.8.2	Show total polyphenol concentrations of adsorption in tea bag	
	using the unmodified corn cob as the adsorbent at 80 °C for 1-10	
	minutes (Green tea: corn cob 2:0.5)	72
C.8.3	Show tannin concentrations of adsorption in tea bag using the	
	unmodified corn cob as the adsorbent at 80 °C for 1-10 minutes	
	(Green tea: corn cob 2:0.5)	73
C.8.4	Show caffeine concentrations of adsorption in tea bag using the	
	Na <sup>+</sup> corn cob as the adsorbent at 80 °C for 1-10 minutes (Green	
	tea: corn cob 2:0.5)	74
C.8.5	Show total polyphenol concentrations of adsorption in tea bag	
	using the Na <sup>+</sup> corn cob as the adsorbent at 80 °C for 1-10 minutes	
	(Green tea: corn cob 2:0.5)	75
C.8.6	Show tannin concentrations of adsorption in tea bag using the Na <sup>+</sup>	
	corn cob as the adsorbent at 80 °C for 1-10 minutes (Green tea:	
	corn cob 2:0.5)	75
C.8.7	Show caffeine concentrations of adsorption in tea bag using the	
	Ca <sup>2+</sup> corn cob as the adsorbent at 80 °C for 1-10 minutes (Green	Sec. 100
	tea: corn cob 2:0.5)	76
C.8.8	Show total polyphenol concentrations of adsorption in tea bag	
	using the Ca <sup>2+</sup> corn cob as the adsorbent at 80 °C for 1-10 minutes	
	(Green tea: corn cob 2:0.5)	77

## LIST OF TABLES (Cont.)

C.8.9	Show tannin concentrations of adsorption in tea bag using the Ca <sup>2+</sup>	
	corn cob as the adsorbent at 80 °C for 1-10 minutes (Green tea:	
	corn cob 2:0.5)	78
D.1	Specifications of Hitachi Spectrophotometer (U-1900)	80

### LIST OF FIGURES

FIGU	JRE	PAGE
2.1	Chemical structures of catechins	6
2.2	Chemical structures of the tannins	7
2.3	The molecular structure of caffeine	8
2.4	Corn cob	9
2.5	The structure of cellulose	9
2.6	The structure of hemicellulose	10
2.7	The structure of lignin	11
4.1	Caffeine and total polyphenol concentrations of adsorption using	
	heat treated corn cobs as the adsorbent.	21
4.2	Caffeine concentrations in green tea solution of adsorption using	
	different type corn cobs as the adsorbent	23
4.3	Schematics of hypothetical interactions between caffeine and the	
	ions (water molecules are omitted for clarity)	24
4.4	Total polyphenol concentrations in green tea solution of adsorption	
	using different type corn cobs as the adsorbent	25
4.5	Tannin concentrations in green tea solution	26
4.6	Tannin concentrations in green tea solution of adsorption using	
	different type corn cobs as the adsorbent	27
4.7	Caffeine concentrations in green tea solution of adsorption using	
	different type corn cobs as the adsorbent	28
4.8	Total polyphenol concentrations in green tea solution of adsorption	
	using different type corn cobs as the adsorbent	29
4.9	Mass of adsorbate per unit mass of adsorbent using green tea to	
	corn cobs mass ratio of 2:2	31
4.10	Mass of adsorbate per unit mass of adsorbent using green tea to	
	corn cobs mass ratio of 2:1	33
4.11	Mass of adsorbate per unit mass of adsorbent using green tea to	
	corn cobs mass ratio of 2:0.5	34
A.1	Data for calibration curve of caffeine	40
A.2	Data for calibration curve of polyphenols	41
A.3	Data for calibration curve of tannin	42