

蜂胶黄酮的乙醇分级提取及其抗氧化活性比较
Graded ethanol method extraction and the antioxidant activity
comparison of flavonoids from crude propolis

姜红宇¹ 盘雪¹ 李目武¹ 王宗成^{1,2}

JIANG Hong-yu¹ PAN Xue¹ LI Mu-wu¹ WANG Zong-cheng^{1,2}

(1. 湖南科技学院湖南省银杏工程技术研究中心, 湖南 永州 425100; 2. 中南大学化学化工学院, 湖南 长沙 410083)

(1. Hunan Provincial Engineering Research Center for Ginkgo Biloba, Hunan University of Science and Engineering, Yongzhou, Hunan 425100, China; 2. College of Chemistry & Chemical Engineering, Central South University, Changsha, Hunan 410083, China)

摘要:为确定粗蜂胶中活性成分所在极性范围,选择乙醇分级提取永州粗蜂胶中的活性成分,以黄酮含量为指标,比较不同提取条件下蜂胶黄酮的含量差异,并测定不同提取条件下获得的提取物的抗氧化活性。结果表明:用 40%~60% 乙醇提取得到的蜂胶黄酮质量和含量较多;乙醇分级提取的提取物中蜂胶黄酮的含量可达到 41.2%,黄酮得率可达 25.81%;50%,60% 乙醇提取的蜂胶黄酮抗氧化能力较强,活性高于 Vc;30% 乙醇提取蜂胶黄酮抗氧化能力最差,说明粗蜂胶中含有不同类型的蜂胶黄酮,提取活性较高的蜂胶黄酮,可以选择水提取水溶性黄酮和 40%~70% 乙醇提取中等极性黄酮。

关键词:蜂胶;黄酮;乙醇分级;抗氧化活性

Abstract: The active ingredients of crude propolis from Yongzhou were extracted by graded ethanol method and investigated the scope of their activity. With flavonoids content as index, content and the antioxidant activity of them in the crude propolis from different extraction conditions was evaluated. The results showed that the quality and content of flavonoids in the crude propolis extracted with 40%~60% ethanol were higher. The content of flavonoids in the extracts by graded ethanol method reached 41.2% and the extraction yield of flavonoids was 25.81%. The antioxidant activity of flavonoids

of crude propolis extracted with 50% and 60% ethanol were better than Vc, but the one in the crude propolis extracted with 30% ethanol was the worst. It illustrated the crude propolis contained different types of flavonoids. To obtain high active flavonoids of crude propolis, water should be chosen as extraction solvent to water-soluble flavonoids and 40%~70% ethanol should be chosen as extraction solvent to medium polarity flavonoids.

Keywords: propolis; flavonoids; graded ethanol; antioxidant activity

蜂胶是蜜蜂用于维持整个群体健康的有效物质,一个 5~6 万只的蜂群一年只能生产蜂胶 70~110 g,被誉为“紫色黄金”^[1]。蜂胶主要有黄酮类化合物、萜类化合物、酚类化合物、有机酸类化合物、醛与酮类化合物、酯与醇类化合物等^[2-4]。蜂胶被称为“黄酮类化合物的宝库”^[5],蜂胶黄酮类化合物与蜂胶的大部分生理及药理学活性,如抗菌、抗病毒、抗氧化、抗高血压、降血糖、增强免疫力、抗癌、促进细胞再生、美容养颜、镇痛等作用密切相关^[6-9]。因此,关于蜂胶黄酮提取分离的研究颇多^[10-13]。付英娟^[11]采用不同溶剂对陕西产蜂胶进行了黄酮提取,其最佳超声波辅助提取条件为乙醇浓度 79.51%,提取时间 19.31 min,提取功率 538.28 W,液料比 39.48:1;马士巧等^[12]采用不同极性溶剂提取东北黑蜂胶中的活性成分,并研究了其抗氧化活性,发现用甲醇和乙醇提取得到的黄酮、多酚和三萜都较高,且抗氧化活性也都较强;张云香等^[13]采用水和 3 个不同浓度的乙醇溶液对泰山产蜂胶进行黄酮提取,发现 70% 乙醇提取效果最好。然而,这些研究都是采用一种特定的溶剂进行提取,未见分级提取的研究和不同蜂胶黄酮活性物质的极性大小与活性强弱间关系的研究。为了筛查永州粗蜂胶中活性成分的极性差异以及根据活性强弱选择合适方法提取分离高活性的蜂胶黄酮,本研究在前人研究的基础上,选择水和 9 个不同

基金项目:湖南省高校科技创新团队支持计划资助(编号:2012-318);湖南科技学院湘南优势植物资源综合利用湖南省重点实验室开放基金资助(编号:ZNZW17C03);永州市科技计划资助项目[编号:永科发(2016)27 号-11];湖南科技学院科研重点项目(编号:17XKY009);湖南科技学院生物工程重点学科资助

作者简介:姜红宇,男,湖南科技学院讲师,博士。

通信作者:王宗成(1983—),男,湖南科技学院讲师,硕士。

E-mail: wangzongche@163.com

收稿日期:2017-06-03

浓度的乙醇分级提取永州粗蜂胶中的活性成分,以黄酮含量为指标,比较不同提取条件下蜂胶黄酮含量及其抗氧化活性的差异,通过不同溶剂提取的永州粗蜂胶中黄酮质量、含量和抗氧化活性差异分析永州粗蜂胶中黄酮性质,以期对蜂胶黄酮开发应用提供理论依据。

1 材料与方法

1.1 原料与仪器

1.1.1 原料与试剂

粗蜂胶:产地湖南永州,冷冻 24 h 后粉碎,过 20 目筛,置于干燥箱中备用;

芦丁标准品:98.0%,北京方程生物科技有限公司;

乙醇、亚硝酸钠、硝酸铝、氢氧化钠:分析纯,天津市福晨化学试剂厂。

1.1.2 仪器设备

电子天平:TE124S 型,赛多利斯科学仪器(北京)有限公司;分光光度计:UV2800S 型,上海舜宇恒平科学仪器有限公司;

旋转蒸发仪:RE-201D 型,上海亚荣生化仪器厂。

1.2 试验方法

1.2.1 标准曲线的绘制 参考文献[14],配置 0.1 mg/mL 芦丁标准溶液,以不加入芦丁标准溶液为空白对照,在 $\lambda=510\text{ nm}$ 处分别测定 0.01~0.06 mg/mL 芦丁标准溶液的吸光度,绘制标准曲线,得回归方程为: $A=16.853C+0.040\ 2$, $R^2=0.996\ 7$,说明具有良好的线性关系。

1.2.2 蜂胶黄酮的分级提取与含量测定 精密称取10.00 g 粗蜂胶于 250 mL 平底烧瓶中,按 1:20(g/mL)的料液比加入蒸馏水,置于集热式磁力搅拌器中 70℃提取 1 h 后,取出平底烧瓶,趁热倒入烧杯中用保鲜膜密封,置于阴凉处 24 h^[13]。样品分为 3 层,上层为蜂蜡,中间为水提取液,下层为处理后蜂胶。用玻璃棒将上层蜂蜡取出,在 25℃烘箱中烘干并进行称重。将水提取液转移到已经称重的平底烧瓶中,于 60℃下减压浓缩除去溶剂,再于 25℃烘箱中烘干,称重作为样品 1。

将下层处理后蜂胶用 20%的乙醇溶液转移至已经称重的平底烧瓶中,乙醇溶液用量为处理后蜂胶的 1:20(g/mL),70℃回流提取 1 h 后取出,用保鲜膜密封,沉降后分为 2 层,上层为乙醇提取液,下层为处理后蜂胶。将上层乙醇提取液转移到已经称重的平底烧瓶中,于 60℃下减压浓缩除去溶剂,再于 25℃烘箱中烘干,称重作为样品 2。同理,分别用 30%,40%,50%,60%,70%,80%,90%的乙醇溶液和无水乙醇,制备样品 3、样品 4、样品 5、样品 6、样品 7、样品 8、样品 9 和样品 10。提取完 10 个样品后,原平底烧瓶中残余物在 25℃烘箱中烘干并进行称重。

将样品 1~10 号,分别溶于 50%乙醇中,并定容至 100 mL,从中取出 5 mL 用 50%乙醇稀释至 50 mL,作为样品溶液测定吸光度,依据回归方程计算黄酮含量。测定后,发现样品 8~10 号,由于浓度过低,直接取非稀释液测定吸光度,计算黄酮含量。

1.2.3 蜂胶黄酮的抗氧化活性测定

- (1) 还原能力:参考文献[15]。
- (2) 清除 DPPH 自由基能力:参考文献[16]。
- (3) 清除 ABTS 自由基能力:参考文献[17]。

2 结果与分析

2.1 不同样品的蜂胶黄酮的乙醇分级提取试验结果

由表 1 可知,蜂胶在水中析出蜂蜡后,在水中的溶解量最少,随着乙醇浓度的升高,溶解量先增大后减少,在 50%的乙醇中溶解质量最多(14.52%),整个分级提取过程中,累积溶解百分数(除去蜂蜡)达到 76.75%,说明永州粗蜂胶在水和乙醇中可溶性成分非常高,且蜂蜡含量较低,为 13.37%。

由表 1 可知,水提取液中提取到的黄酮质量比 20%和 30%乙醇提取液中的略高,随着乙醇浓度的升高,提取到的黄酮质量先增加后减少,在 50%乙醇提取液中得到的黄酮质量最高,随后减少,说明黄酮基本提取完全。在水提取、40%乙醇提取、50%乙醇提取和 60%乙醇提取过程中得到的黄酮含量较高,分别为 59.9%,41.8%,50.8%,63.4%,说明永州粗蜂胶中含有一些水溶性黄酮,因此水提取得到的蜂胶黄酮质量和含量较高,与马士巧等^[12]报道的东北黑蜂胶水提取物中总酚含量高、黄酮含量低,以及张云香^[13]报道的泰山蜂胶水提黄酮含量较低还是有差异的。另外,在 40%~60%乙醇提取过程中得到的蜂胶黄酮质量和含量较高,含有大量中等极性的黄酮。整个分级提取过程中,累积提取得到的黄酮达到 2.66 g,提取到的总蜂胶黄酮占全部提取物的 34.64%,但是 80%乙醇、90%乙醇和无水乙醇提取得到的黄酮质量较少,杂质较多,从成本上考虑得到的提取物可以舍弃,将其他提取物合并计算,得到的黄酮可达 2.58 g,提取到的蜂胶黄酮占提取物中的含量可达到 41.18%,此时所得提取物中蜂胶黄酮含量明显高于梁巧桐^[18]报道用 70%乙醇冷浸再乙酸乙酯萃取湖南衡阳产蜂胶得到的蜂胶浸膏中黄酮含量(30.7%)。整个分级提取过程中,从粗蜂胶中累积提取得到的黄酮得率为 26.59%,从数据可知用水、20%~70%乙醇从粗蜂胶提取得到的黄酮得率较高,用 80%乙醇、90%乙醇和无水乙醇提取黄酮得率较低,从成本上考虑后者得到的提取物可以舍弃,此时黄酮得率可达到 25.81%,明显高于安砚波等^[19]报道用 72.48%乙醇超声辅助提取山东产蜂胶的得率(13.07%)。说明采用乙醇分级提取法提取永州粗蜂胶黄酮具有较好的提取分离效果,得到的蜂胶黄酮纯度较高、得率较高。

2.2 蜂胶黄酮的抗氧化活性

2.2.1 还原能力 由表 2 可知,随蜂胶黄酮浓度和 V_c 浓度的增加,还原能力增强,呈现量效关系,其中 50%乙醇提取和 60%乙醇提取黄酮还原能力较强,且显著高于 V_c ($P<0.05$);水提取黄酮、40%乙醇提取黄酮、70%乙醇提取黄酮比 V_c 还原能力稍弱;30%乙醇提取黄酮还原能力最差。说明粗蜂胶中含有不同类型的蜂胶黄酮,提取活性较高的蜂胶黄酮,可以选择水提取水溶性黄酮,还可以选择 40%~70%乙醇提取中等极性黄酮;80%、90%乙醇和无水乙醇提取的黄酮还原能力相近且较差。

2.2.2 清除 DPPH 自由基能力 由表 3 可知,随蜂胶黄酮浓度和 V_C浓度的增加,清除 DPPH 自由基能力增强,呈现量效关系;50%乙醇提取和 60%乙醇提取的黄酮清除 DPPH 自由基的能力显著性高于 V_C的(P<0.05),且 50%乙醇提取的黄酮清除 DPPH 自由基能力最强;70%乙醇提取的黄酮和 V_C清除 DPPH 自由基能力相差不大;水提取的黄酮、40%乙醇提取黄酮比 V_C清除 DPPH 自由基能力稍弱;30%乙醇提取的黄酮清除 DPPH 自由基能力最差。说明粗蜂胶中含有不同类型的蜂胶黄酮,提取活性较高的蜂胶黄酮,可以选择水提取水溶性黄酮,还可以选择 40%~70%乙醇提取中等极性黄酮;80%乙醇、90%乙醇和无水乙醇提取的黄酮清除

DPPH 自由基能力相近且较差。

2.2.3 清除 ABTS 自由基能力 由表 4 可知,随蜂胶黄酮浓度和 V_C浓度的增加,清除 ABTS 自由基能力增强,且呈现量效关系;50%乙醇提取的黄酮清除 ABTS 自由基的能力显著高于 V_C的(P<0.05);水提取的、40%乙醇提取、60%乙醇提取的和 70%乙醇提取的黄酮清除 ABTS 自由基的能力与 V_C的相近;30%乙醇提取的黄酮清除 ABTS 自由基能力最差。说明粗蜂胶中含有不同类型的蜂胶黄酮,提取活性较高的蜂胶黄酮,可以选择水提取水溶性黄酮,还可以选择 40%~70%乙醇提取中等极性黄酮;80%乙醇、90%乙醇和无水乙醇提取的黄酮清除 ABTS 自由基能力相近且较差。

表 1 不同浓度乙醇提取的蜂胶黄酮结果[†]

Table 1 The experiments results of extraction of flavonoids from crude propolis with different concentrations of ethanol

样品	样品质量/g	溶解质量/g	溶解百分数/%	提取到黄酮质量/mg	提取物中黄酮含量/%	黄酮得率/%
样品 1	8.663±0.015 (1.337±0.011 ^a)	0.420±0.021	4.20±0.21	251.6±12.1	59.90±2.9	2.52±0.12
样品 2	8.243±0.015	0.627±0.018	6.27±0.08	228.8±9.3	36.50±1.5	2.29±0.09
样品 3	7.616±0.023	0.852±0.024	8.52±0.14	199.9±7.2	23.50±0.8	2.00±0.07
样品 4	6.764±0.026	1.157±0.037	11.57±0.17	483.1±23.5	41.80±2.0	4.83±0.24
样品 5	5.607±0.016	1.452±0.051	14.52±0.21	737.4±34.6	50.80±2.4	7.37±0.35
样品 6	4.155±0.025	0.807±0.017	8.07±0.008 0	512.1±16.8	63.40±2.1	5.12±0.17
样品 7	3.348±0.027	0.949±0.023	9.49±0.14	168.3±11.0	17.74±1.2	1.68±0.11
样品 8	2.399±0.031	0.470±0.018	4.70±0.18	38.4±7.4	8.17±1.6	0.38±0.07
样品 9	1.929±0.018	0.503±0.019	5.03±0.09	25.2±8.3	5.01±1.7	0.25±0.08
样品 10	1.426±0.019	0.438±0.013	4.38±0.12	14.9±5.7	3.39±1.3	0.15±0.06
总和	/	7.675±0.157 ^b	76.75±1.57	2 658.7±87.3	34.64±1.1 ^c	26.59±0.87

† a:水提取过程中上层析出的蜂蜡质量;b:不含蜂蜡的溶解质量;c:乙醇分级提取到的总蜂胶黄酮占全部提取物中的含量。

表 2 不同浓度的蜂胶黄酮样品及 V_C的还原能力[†]

Table 2 The reduction ability of different concentrations of flavonoids sample from crude propolis and V_C

浓度/ (μg·mL ⁻¹)	吸光度					
	样品 1	样品 2	样品 3	样品 4	样品 5	样品 6
5	0.162±0.007 ^c	0.148±0.006 ^d	0.094±0.003 ^c	0.194±0.009 ^c	0.244±0.011 ^a	0.231±0.011 ^a
10	0.223±0.008 ^c	0.193±0.007 ^d	0.121±0.005 ^c	0.246±0.011 ^c	0.351±0.016 ^a	0.335±0.013 ^a
15	0.304±0.013 ^c	0.253±0.011 ^d	0.148±0.006 ^c	0.292±0.013 ^c	0.435±0.018 ^a	0.427±0.019 ^a
20	0.408±0.018 ^c	0.306±0.013 ^d	0.207±0.009 ^c	0.364±0.015 ^c	0.476±0.021 ^a	0.442±0.019 ^a
25	0.472±0.023 ^c	0.355±0.016 ^d	0.262±0.011 ^c	0.429±0.018 ^c	0.534±0.025 ^a	0.511±0.022 ^a
30	0.517±0.021 ^c	0.408±0.018 ^d	0.324±0.014 ^c	0.483±0.022 ^c	0.567±0.026 ^a	0.547±0.021 ^a
35	0.559±0.024 ^c	0.459±0.019 ^d	0.367±0.013 ^c	0.518±0.022 ^c	0.623±0.028 ^a	0.594±0.021 ^a

浓度/ (μg·mL ⁻¹)	吸光度					
	样品 7	样品 8	样品 9	样品 10	V _C	
5	0.207±0.009 ^c	0.167±0.007 ^d	0.158±0.007 ^d	0.164±0.006 ^d	0.223±0.009 ^b	
10	0.268±0.012 ^c	0.225±0.010 ^d	0.209±0.009 ^d	0.216±0.009 ^d	0.319±0.014 ^b	
15	0.323±0.013 ^c	0.262±0.011 ^d	0.247±0.012 ^d	0.249±0.010 ^d	0.397±0.018 ^b	
20	0.385±0.017 ^c	0.328±0.014 ^d	0.301±0.012 ^d	0.317±0.015 ^d	0.442±0.021 ^b	
25	0.437±0.019 ^c	0.384±0.016 ^d	0.352±0.014 ^d	0.364±0.015 ^d	0.491±0.023 ^b	
30	0.509±0.019 ^c	0.434±0.018 ^d	0.383±0.014 ^d	0.404±0.018 ^d	0.524±0.024 ^b	
35	0.553±0.023 ^c	0.471±0.018 ^d	0.415±0.014 ^d	0.445±0.015 ^d	0.565±0.024 ^b	

† 同列中不同字母表示有显著性差异(P<0.05)。

表 3 不同浓度的蜂胶黄酮样品及 V_C对 DPPH 自由基的清除能力[†]

Table 3 The DPPH free-scavenging capacity of different concentrations of flavonoids sample from crude propolis and V_C

						%
浓度/($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)	样品 1	样品 2	样品 3	样品 4	样品 5	样品 6
5	21.5±0.9 ^c	13.2±0.5 ^d	10.3±0.4 ^f	18.6±0.8 ^e	28.2±1.1 ^a	26.5±1.0 ^a
10	29.1±1.2 ^c	21.4±0.8 ^d	17.7±0.7 ^f	29.8±1.3 ^e	39.4±1.7 ^a	37.2±1.5 ^a
15	35.3±1.6 ^c	30.8±1.1 ^d	21.6±0.8 ^f	42.2±1.9 ^e	51.8±2.1 ^a	50.1±2.0 ^a
20	44.5±1.9 ^c	38.9±1.6 ^d	28.5±1.2 ^f	53.7±1.7 ^e	63.9±2.8 ^a	61.6±2.5 ^a
30	62.5±2.9 ^c	52.5±2.1 ^d	35.8±1.3 ^f	69.6±2.7 ^e	76.5±3.2 ^a	74.9±3.1 ^a
40	70.5±2.6 ^c	63.7±2.4 ^d	44.6±1.7 ^f	80.2±3.0 ^e	86.7±2.8 ^a	85.7±2.7 ^a
50	83.6±3.3 ^c	75.5±1.9 ^d	51.3±1.5 ^f	87.8±3.2 ^e	92.5±2.8 ^a	90.5±3.4 ^a
浓度/($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)	样品 7	样品 8	样品 9	样品 10	V _C	
5	19.5±0.7 ^b	12.7±0.6 ^e	10.7±0.4 ^e	11.3±0.3 ^e	18.8±0.7 ^b	
10	31.2±1.1 ^b	21.1±0.8 ^e	18.5±0.7 ^e	19.7±0.9 ^e	33.8±1.4 ^b	
15	44.8±1.9 ^b	27.4±1.1 ^e	25.4±1.2 ^e	26.6±1.1 ^e	47.0±2.1 ^b	
20	56.4±2.2 ^b	33.8±1.4 ^e	31.8±1.3 ^e	32.5±1.5 ^e	59.6±2.6 ^b	
30	71.2±2.3 ^b	46.6±1.1 ^e	37.6±1.4 ^e	44.8±1.8 ^e	74.4±2.8 ^b	
40	80.9±2.4 ^b	58.5±2.2 ^e	48.5±1.9 ^e	53.6±1.8 ^e	83.7±3.2 ^b	
50	88.6±2.7 ^b	69.8±2.7 ^e	62.3±1.8 ^e	65.3±2.5 ^e	90.1±3.4 ^b	

† 同列中不同字母表示有显著性差异(P<0.05)。

表 4 不同浓度的蜂胶黄酮样品及 V_C对 ABTS 自由基的清除能力[†]

Table 4 The ABTS free-scavenging capacity of different concentrations of flavonoids sample from crude propolis and V_C

						%
浓度/($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)	样品 1	样品 2	样品 3	样品 4	样品 5	样品 6
4	22.7±0.9 ^c	16.2±0.6 ^d	11.3±0.4 ^e	19.5±0.7 ^c	28.2±1.2 ^a	25.3±1.1 ^b
8	31.1±1.2 ^c	25.4±0.9 ^d	19.7±0.7 ^e	28.2±1.2 ^c	39.4±1.6 ^a	34.8±1.3 ^b
12	40.8±1.7 ^c	36.8±1.2 ^d	26.6±1.1 ^e	38.9±1.4 ^c	54.8±2.0 ^a	45.5±1.7 ^b
16	52.8±2.1 ^c	45.4±1.8 ^d	32.5±1.1 ^e	50.9±1.7 ^c	68.9±2.6 ^a	56.2±2.2 ^b
20	63.4±2.5 ^c	56.7±1.9 ^d	39.8±1.4 ^e	61.5±2.4 ^c	82.8±3.1 ^a	67.4±2.5 ^b
24	72.7±2.7 ^c	65.3±2.2 ^d	44.6±1.7 ^e	70.7±2.6 ^c	90.7±3.4 ^a	78.7±2.8 ^b
28	81.4±3.2 ^c	74.9±2.8 ^d	49.3±1.6 ^e	79.5±3.1 ^c	97.5±2.9 ^a	87.6±3.2 ^b
浓度/($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)	样品 7	样品 8	样品 9	样品 10	V _C	
4	23.5±1.0 ^c	14.3±0.5 ^e	12.5±0.3 ^e	13.6±0.5 ^e	18.5±0.7 ^b	
8	32.4±1.5 ^c	22.6±0.9 ^e	19.9±0.7 ^e	20.8±0.6 ^e	27.8±1.1 ^b	
12	42.6±1.6 ^c	31.7±0.8 ^e	27.2±0.9 ^e	29.1±1.0 ^e	40.8±1.4 ^b	
16	54.7±2.0 ^c	38.2±1.4 ^e	34.8±1.3 ^e	35.7±1.2 ^e	59.1±2.3 ^b	
20	65.2±2.3 ^c	44.5±1.8 ^e	42.2±1.7 ^e	43.4±1.5 ^e	70.3±2.7 ^b	
24	74.6±2.6 ^c	51.3±2.0 ^e	48.6±2.1 ^e	50.2±1.9 ^e	81.2±2.8 ^b	
28	84.8±2.8 ^c	58.4±2.2 ^e	55.2±2.3 ^e	57.7±2.4 ^e	92.1±2.9 ^b	

† 同列中不同字母表示有显著性差异(P<0.05)。

3 结论

采用乙醇分级提取永州粗蜂胶能得到纯度较高、得率较高的蜂胶黄酮,提取物中蜂胶黄酮的含量可达到 41.2%,黄酮得率可达到 25.81%,且可以按照极性大小进行分离,说明乙醇分级提取分离粗蜂胶黄酮具有可行性,且永州粗蜂胶中不但含有大量中等极性黄酮,还含有较多水溶性黄酮。但是分级提取前用热水溶解蜂蜡,并冷却析出除去了这部分不含黄酮的成分,蜂蜡是否具有辅助药效活性,还有待进一步研究。

乙醇分级提取的不同蜂胶黄酮的抗氧化活性具有明显差异,且随蜂胶黄酮浓度的增加,抗氧化活性增强,呈现明显的量效关系。说明永州粗蜂胶中含有不同类型的蜂胶黄酮,提取活性较高的蜂胶黄酮,可以选择水提取水溶性黄酮和 40%~70%乙醇提取中等极性黄酮。由于不同地区蜂胶的抗氧化活性差异较大^[20],且未见乙醇分级提取得到的不同蜂胶黄酮样品的抗氧化活性差异报道,与其他文献抗氧化活性没有较好的可比性,此外黄酮类物质只是衡量物质抗氧化活性的一个指标,能不能将黄酮类物质含量作为唯一衡量抗

氧化的指标,值得进一步研究。

乙醇分级提取获得的不同蜂胶黄酮样品中黄酮质量、含量与抗氧化活性之间有一定的相关性,说明乙醇分级提取蜂胶黄酮从提取效果、分离效果和抗氧化活性上都具有一定优势。

参考文献

[1] 罗火林,刘星星,龚上佑,等. 不同地区蜂胶和树胶的红外谱图分析[J]. 光谱学与光谱分析, 2015, 35(11): 3 058-3 062.

[2] 张翠平,平舜,黄帅,等. 蜂胶的地理来源、植物来源及化学成分的研究[J]. 中国药学杂志, 2013, 48(22): 1 889-1 892.

[3] 田进军,薛艳,候振健. 伪三元相图法制备 O/W 型蜂胶微乳[J]. 食品与机械, 2011, 27(3): 127-129.

[4] 徐响,张红城,董捷. 蜂胶功效成分研究进展[J]. 食品工业科技, 2008, 29(9): 286-289.

[5] 房柱. 蜂胶——黄酮化合物的宝库[J]. 蜜蜂杂志, 1998(9): 11-12.

[6] 潘娅,郑德俊,周莉玲,等. 蜂胶生理活性与药理作用研究浅释[J]. 中华中医药学刊, 2004, 22(2): 381-382.

[7] SAWICKA D, CAR H, BORAWSKA M H, et al. The anticancer activity of propolis[J]. Folia Histochemica Et Cytobiologica, 2012, 50(1): 25-37.

[8] MASSARO C F, KATOULI M, GRKOVIC T, et al. Antistaphylococcal activity of C-methyl flavanones from propolis of Australian stingless bees (*Tetragonula carbonaria*) and fruit resins of *Corymbia torelliana* (Myrtaceae)[J]. Fitoterapia, 2014, 95(2): 247-257.

[9] AGÜERO M B, GONZALEZ M, LIMA B, et al. Argentinean

propolis from *Zuccagnia punctata* cav. (Caesalpinieae) exudates: phytochemical characterization and antifungal activity [J]. Journal of Agricultural & Food Chemistry, 2010, 58(1): 194-201.

[10] 张翠平,胡福良. 蜂胶中的黄酮类化合物[J]. 天然产物研究与开发, 2009, 21(6): 1 084-1 090.

[11] 付英娟. 蜂胶中有效成分的提取及应用研究[D]. 杨凌: 西北农林科技大学, 2007: 18-31.

[12] 马士巧,马海乐,潘忠礼,等. 黑蜂蜂胶不同极性提取物的体外抗氧化活性[J]. 中国食品学报, 2016, 16(8): 53-58.

[13] 张云香,杨志孝,安蔚,等. 不同溶剂对蜂胶黄酮提取率影响的研究[J]. 时珍国医国药, 2006, 17(1): 9-10.

[14] 王宗成,蒋玉仁,刘小文,等. 响应面优化生姜茎叶总黄酮提取工艺及其抗氧化活性研究[J]. 天然产物研究与开发, 2015, 27(9): 1 582-1 588.

[15] 欧阳凯,何先元,陈飞,等. 四齿四棱草总皂苷提取工艺优化及抗氧化性研究[J]. 食品与机械, 2016, 32(7): 141-145.

[16] 刘安,罗松,李祁广,等. 不同工艺制备辣椒籽油的体外抗氧化活性比较[J]. 食品与机械, 2016, 32(6): 168-170.

[17] 陆俊,罗丹,张佳琦,等. 三叶木通不同部位多酚、黄酮含量及抗氧化活性比较[J]. 食品与机械, 2016, 32(8): 132-135.

[18] 梁巧楣. 蜂胶总黄酮的制备及含量测定[J]. 中国现代医学杂志, 2007, 17(17): 2 123-2 126.

[19] 安砚波,王浩. 响应面法优化蜂胶总黄酮的提取工艺[J]. 中国蜂业, 2016, 67(9): 46-49.

[20] 玄红专,胡福良. 不同地区蜂胶抗氧化活性与化学组分的研究进展[J]. 蜜蜂杂志, 2009, 29(2): 7-10.

(上接第 91 页)

大,脱水速度逐渐变慢,所需汽化潜热也相应减少,此时加热板的热辐射以及进气带入的热量会较明显地影响物料的温度,物料温度会逐渐上升。在试验中,利用冷库将进气冷却,可将物料的温度较好地维持在 $(-1.5\pm0.5)^{\circ}\text{C}$ 。

4 结论

冰温真空干燥工艺能够加快物料干燥速度,节省设备运行时间。但是干燥过程中的物料温度控制方法阻碍该真空干燥工艺的推广。通过本装置对冰温真空干燥装置控制系统的设计改进和多次调试运行,验证了该系统设计的可行性与合理性。

(1) 提出了温度—压力联合控制方案,可以保持整个干燥过程的真空压力在 $(1.1\pm0.1)\text{ kPa}$,物料温度在设定值的 $\pm0.5^{\circ}\text{C}$,符合冰温设备的控温精度要求。

(2) 设计的控制系统能使冷阱系统、真空系统、加热系统等协调、稳定地运行,并具备系统动态监控、数据采集、状态报警等多种功能。

(3) 该系统为后续冰温干燥食品品质方面的深入研究提供了平台,适用于果蔬、水产等多种物料,具备较强的通用性。

参考文献

[1] 石文星,彦启森,马灵芝,等. 冰温技术及其在食品工业中的应用[C]//2001 福建省冷藏技术研讨会论文集.[出版地不详]: 福

建省制冷学会, 2001: 39-44.

[2] 李林,申江,王晓东. 冰温贮藏技术研究[J]. 保鲜与加工, 2008(2): 38-41.

[3] 服部國彦. 提高食品新鲜度及口味的冰温技术[C]//第 3 届中国食品冷链链新设备、新技术论坛论文集. 北京: 中国制冷空调工业协会, 2007: 79-84.

[4] 徐成海,张志军,张世伟,等. 真空干燥现状与发展趋势分析[J]. 干燥技术与设备, 2009, 7(5): 207-213.

[5] 申江,李帅,齐含飞. 低温真空干燥对胡萝卜品质的影响[J]. 制冷学报, 2012, 33(2): 64-67.

[6] 庞文燕,万金庆,姚志勇,等. 不同干燥方式对青鱼片鲜度的影响[J]. 广东农业科学, 2013, 40(15): 124-126, 141.

[7] 陈青云,施文正,万金庆,等. 三种干燥方式对罗非鱼片风味物质的影响[J]. 食品工业科技, 2014, 35(16): 323-327.

[8] 胡俊,蒲彪,何锦凤. 真空冷冻干燥过程中节能措施探讨[J]. 食品与机械, 2007, 23(2): 122-125.

[9] 应月,李保国,董梅,等. 冰温技术在食品贮藏中的研究进展[J]. 制冷技术, 2009(2): 12-15.

[10] 姚志勇,万金庆,庞文燕,等. 冰温真空干燥过程中维持冰温的方法初探[J]. 食品工业科技, 2014, 35(9): 196-202.

[11] 万金庆,庞文燕,姚志勇,等. 一种冰温真空干燥装置及生鲜鱼片冰温真空干燥的方法: 中国, CN201310302006X[P]. 2013-11-27.

[12] 赵景波,阿伦,李杰臣. 西门子 S7-200PLC 实践与应用[M]. 北京: 机械工业出版社, 2012: 26-193.