

微波辅助萃取蜂胶中黄酮类化合物的研究

吴玉敏¹, 何锦风², 蒲彪¹, 魏雅萍¹

(1. 四川农业大学, 四川 雅安 625014) (2. 中国人民解放军总后勤部军需装备研究所, 北京 100010)

摘要: 利用微波辅助萃取法提取蜂胶中的黄酮类化合物, 考察了微波提取条件(溶剂浓度、微波功率、提取时间、料液比)对蜂胶中黄酮提取率的影响, 采用分光光度法测定提取液中黄酮的含量。结果表明: 乙醇浓度为 80%, 微波提取功率为 80 W, 提取时间为 1.5 min, 料液比为 1:4 时, 提取效果最佳。微波辅助法与传统提取法相比, 具有提取效率高, 时间短, 节省溶剂用量等特点。

关键词: 微波辅助萃取; 蜂胶; 黄酮类化合物

中图分类号: R284.2; 文献标识码: A; 文章编号: 1673-9078(2007)05-0050-03

Study on Microwave-assisted Extraction of Total Flavones from Propolis

WU Yu-min¹, HE Jin-feng², PU Biao¹, WEI Ya-ping¹

(1. Sichuan Agricultural University, Ya'an 625014, China)

(2. Military Supplies Equip Institute of General Logistics Department of PLA, Beijing 100010, China)

Abstract: Microwave-assisted extraction (MSE) of total flavones from propolis was studied in this paper. The influences of some factors, including ethanol content, microwave irradiation power, the extraction time and the solid-liquid ratio, on the extraction yield of those compounds were determined. The extracts were analyzed by spectrophotometer. Results indicated that the optimal extraction solvent, irradiation power, extraction time and the solid-liquid ratio were ethanol, 80%, 80 W, 1.5 min and 1:4, under which the highest extraction yield was obtained. Compared with traditional extraction methods, MSE was better for the extraction of total flavones from propolis due to the shorter extraction time and higher yield.

Key words: microwave-assisted extraction; propolis; total flavones

蜂胶(propolis)是蜜蜂采集杨树等植物的新生枝芽和愈伤组织的分泌物, 并与其上腭腺和蜡腺的分泌物混合而成的一种粘性物质, 是蜜蜂用来抵御病虫害和病原微生物入侵巢房的防卫物质。其功效主要与所含黄酮类化合物有关^[1]。虽然, 目前关于蜂胶黄酮的提取工艺已有报道, 但本研究与众不同之处, 主要是采取了微波辅助间歇式萃取法, 即避免了萃取液始终处于被辐射状态, 而使有效成分分解。实验结果表明, 该法具有萃取时间短, 萃取效率高, 操作安全、简便等优点。

1 材料与方法

1.1 试剂与仪器

1.1.1 原料

粗蜂胶, 由四川省乐山市锡诚集团提供。

1.1.2 化学试剂

芦丁标准品, 生化试剂, 成都科龙化工试剂厂生产; 95%的乙醇、三氯化铝、醋酸钾、冰醋酸, 以上

收稿日期: 2007-01-22

作者简介: 吴玉敏(1981-), 女, 硕士研究生, 研究方向为军用食品

均为分析纯, 由食品实验室提供。

1.1.3 仪器设备

7200 分光光度计, 上海尤尼柯仪器有限公司; 电热恒温箱培养箱(DNP-9162型), 上海精宏实验设备有限公司; 格兰仕家用微波炉, 最大功率 800 W, 分 5 个档, 分别为 80 W、240 W、400 W、640 W、800 W。

1.2 蜂胶黄酮微波辅助提取工艺

粗蜂胶→冷冻→粉碎→乙醇浸润→间歇式微波处理→恒温成熟→过滤→抽滤 2 次→蒸干→黄酮成品

1.3 标准曲线

以芦丁为标准对照品作标准曲线, 在 410 nm 波长下测定吸光度, 方法参见文献^[2], 得到芦丁标准曲线的回归方程: $A=0.0574X+0.011$, $r=0.9958$

式中: A 为吸光度; X 为浓度($\mu\text{g/ml}$)。

2 结果与讨论

2.1 微波条件的选择

首先, 进行单因素实验确定提取时微波功率、微波处理时间、溶剂浓度和料液比等因素对蜂胶总黄酮提取率的影响, 并由此设计正交实验, 计算分析提取

蜂胶总黄酮的最佳工艺条件。

2.1.1 微波功率对蜂胶黄酮得率的影响

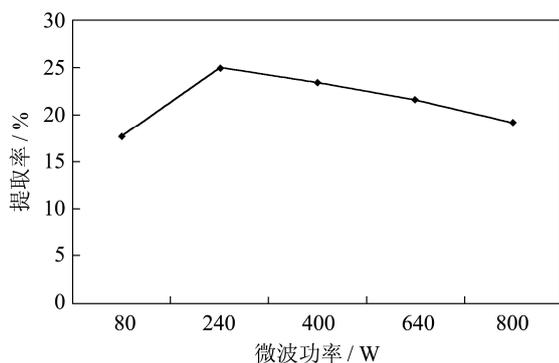


图1 微波功率对提取率的影响

如图1所示,微波功率对提取率的影响较大,但是在较高功率的条件下提取率会下降,这可能是由于在这样的微波条件下,部分黄酮被分解的缘故,因此为了达到最佳的提取效果,应该选择适当的微波功率。

2.1.2 微波处理时间对蜂胶黄酮得率的影响

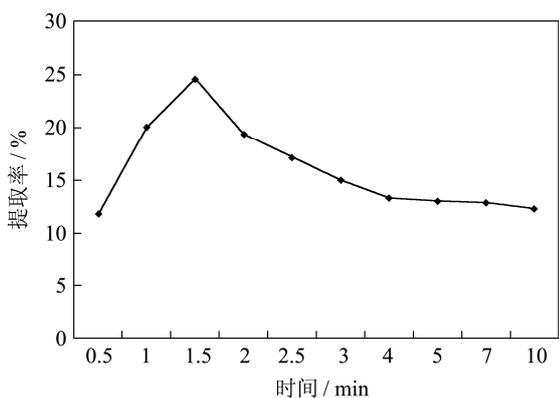


图2 微波处理时间对提取率的影响

如图2所示,随着时间的增加,提取率明显增加,但是由于时间过长会引起蜂胶胶质的变化,故而影响黄酮的浸出。

2.1.3 乙醇浓度对蜂胶黄酮得率的影响

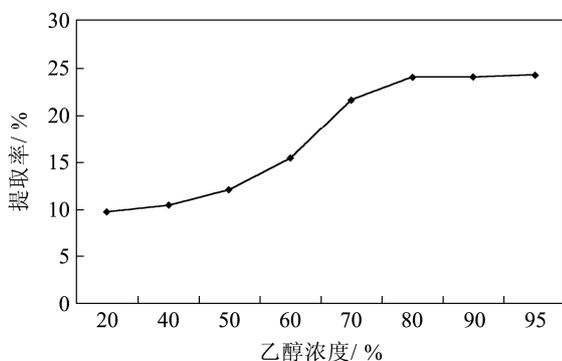


图3 乙醇浓度对提取率的影响

如图3所示,用乙醇提取蜂胶黄酮,随着浓度的增加提取率慢慢上升,浓度在60%以后陡然上升,浓

度在70%以上效果最好,但随着浓度的继续上升,提取率变化不明显。

2.1.4 料液比对蜂胶黄酮得率的影响

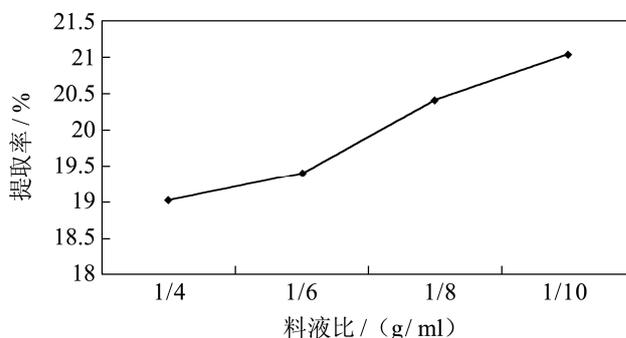


图4 料液比对提取率的影响

如图4所示,随着溶剂用量的增加,提取率虽然有所增加,但并不明显,故在考虑正交实验的时候可以不用考虑料液比的因素。

2.2 正交试验

根据单因素试验结果,采用3因素3水平进行正交试验,因素与水平见表1,结果见表2。

表1 因素水平表

水平	A.微波功率/W	B.处理时间/min	C.乙醇浓度/%
1	80	1	70
2	240	1.5	75
3	400	2	80

表2 正交实验结果

实验号	A	B	C	空列	提取率/%
1	1	1	1	1	15.95
2	1	2	2	2	25.81
3	1	3	3	3	25.10
4	2	1	2	3	22.41
5	2	2	3	1	26.55
6	2	3	1	2	13.45
7	3	1	3	2	27.71
8	3	2	1	3	18.07
9	3	3	2	1	21.08
K ₁	66.86	66.07	47.47	63.58	Σ=196.13
K ₂	62.41	70.43	69.30	66.97	
K ₃	66.86	59.63	79.36	65.58	
k ₁	22.29	22.02	15.83	21.19	
k ₂	20.80	23.48	23.10	22.32	
k ₃	22.29	19.88	26.45	21.86	
R	1.49	3.60	10.62	1.13	

注: 每组实验重复3次。

(下转第55页)