

树脂柱净化比色法测定人参皂甙及绞股蓝皂甙

金传玉 江苏省卫生防疫站 (210009)

测定营养品中人参皂甙和绞股蓝皂甙, 样品预处理通常应用正丁醇提取法。^{〔1〕} 笔者用大孔树脂混合柱进行吸附、解吸纯化样品, 用分光光度法测定含量,^{〔2,3〕} 方法简便、快速、节省试剂, 重现性好, 结果可靠。可用于市售营养品中人参皂甙及绞股蓝皂甙的含量测定。

1 原理

人参皂甙与香草醛作用, 在酸性条件下加热生成红色物质, 绞股蓝皂甙与此反应相同, 以人参皂甙 Re 为标准品, 用分光光度法测定吸光度, 测定皂甙含量。

2 材料与方法

2.1 仪器与试剂

721 分光光度计

树脂交换柱 (定做) 如图示

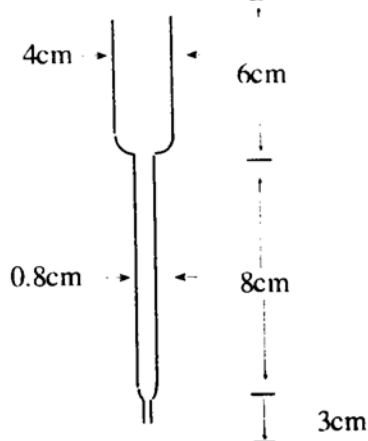


图 树脂交换柱

D101 和 DA201 树脂 天津骨胶厂生产

50g/L 香草醛冰醋酸试液 取 5g 香草醛 (分析纯) 溶于 100mL 冰醋酸中, 贮于棕色瓶中。

人参皂甙标准溶液 精确称取人参皂甙 Re 5mg 于 10mL 容量瓶中, 加甲醇溶解, 稀释至刻度, 摇匀。此液每 mL 相当 0.5mg 人参皂甙 Re。

2.2 方法

2.2.1 树脂处理 将市售树脂 D101 和 DA201 分别过 40 目筛, 然后等量 (w/w) 混合, 加蒸馏水浸泡, 轻轻搅拌, 倾泻法洗数次, 洗去杂物和破碎树脂, 再加 95% 乙醇浸泡 0.5h, 倾去乙醇后, 用蒸馏水浸泡数次, 至无乙醇味。

2.2.2 装柱 交换柱底部垫少许脱脂棉, 将处理好的树脂带水装入柱中, 约 7cm 长 (相当于树脂 2g 左右), 用 10mL 蒸馏水淋洗 2 次。

2.2.3 样品处理 固体样品、半固体样品, 称取 10.0 ~ 20.0g, 以水溶解后转入 100mL 容量瓶中, 加水至刻度, 摇匀备用。

液体样品, 摇匀后直接取样。

吸取上述样品制备液 2.0 ~ 5.0mL (视其含量而定) 于交换柱中, 流完后, 用水淋洗, 每次 10mL, 洗至流出液近无色, 再用 10% 乙醇淋洗, 每次 10mL, 洗至流出液近无色, 弃去洗液并除去交换柱尾部液体。

用 95% 乙醇 25mL 分数次洗脱, 收集洗脱液于 25mL 容量瓶中, 定容至 25mL, 摇匀。同时作树脂空白。

2.2.4 测定 吸取乙醇洗脱液 1.0 ~ 2.0mL 于 10mL 具塞比色管中, 另精密吸取标准溶液 0.50, 100, 150, 200 μ L (相当 0.25, 50, 75, 100 μ g 人参皂甙 Re) 分别置于 10mL 具塞比色管中, 和样品管一并置于沸水浴中挥干, 取出冷却后, 分别加入香草醛冰醋酸试液 0.2mL, 高氯酸 0.8mL, 摇匀、密塞, 置 60 $^{\circ}$ C 水浴中加热 15min, 取出, 冷却, 再加入冰醋酸 5mL, 摇匀, 标准曲线以试剂空白校零, 样品以树脂空白校零, 于 550nm 波长, 1cm 比色杯, 测定吸光度, 与标准曲线比较计算样品含量。

3 结果与讨论

3.1 精密度试验 对西洋参大补膏等四种样品分别进行 7 ~ 8 次测定, 结果见表 1。

3.2 回收率试验 对西洋参补膏, 绞股蓝口服液等样品作回收试验, 测得回收率为 94% ~ 104%, 平均回收率 99.7%。用树脂柱纯化样品的测定结果的精密度、回收率、重现性均较满意。

3.3 与正丁醇提取法比较, 结果见表 2。

表 1 精密度试验						mg/kg
名 称	测定次数	标示量	测得值	平均值	SD	RSD(%)
西洋参大补膏	7	400 ~ 600	499 ~ 532	515	12.9	2.5
洋参××蟹膏	7	400 ~ 600	452 ~ 530	489	34.3	7.0
西洋参口服液	8	400 ~ 600	402 ~ 469	434	28.9	6.6
绞股蓝口服液	8	无	1833 ~ 2094	2004	102.1	5.1

表 2 二种纯化方法样品测定结果					mg/kg
方 法	西洋参补膏	西洋参大补膏	西洋参口服液	绞骨蓝口服液	
正丁醇提取法	778,768,820,826	531,518,525	438,465,430	2054,2028	
	$\bar{x}$ 798	$\bar{x}$ 525	$\bar{x}$ 444	$\bar{x}$ 2041	
树 脂 柱 法	782 791	515 ⁽¹⁾	434 ⁽¹⁾	2004 ⁽¹⁾	
	$\bar{x}$ 787				

(1) 为 7 ~ 8 次平均值,见表 1

表 2 可见,二种预处理方法测定样品含量,结果基本一致,但正丁醇提取法操作麻烦,常产生乳化现象,费时费力,重现性较差,若操作不当,结果往往偏高;且正丁醇价格比乙醇贵 4 倍多,其气味对操作者刺激性大,有损健康。树脂柱法仅用蒸馏水和 95% 乙醇,易操作,既省又快,对人体也无毒害。

3.4 二种树脂可单独应用,但以等量混合使用效果佳。

3.5 树脂可反复使用,每次用过后,将树脂倒出,用蒸馏水洗数次至无乙醇味,无悬浮破碎颗粒,即可重新装柱使用。

3.6 2g 树脂可吸附人参总皂甙(或绞股蓝总皂甙) 4500 μ g 左右,可满足一般营养品的含量测定。

4 参考文献

- 1 李兆荣.绞股蓝皂甙的药效及分离和测定方法.中成药. 1990,12(2):46
- 2 俞旭平.绞股蓝愈伤组织中皂甙含量的初步研究.中草药. 1991,22(10):468
- 3 章观德,等.人参的分析.药学学报. 1980, 15(3):175 ~ 180

食品中酚类化合物的简易检测法

高志贤 王红勇 解放军卫生监测中心 (300050)

酚类化合物是城镇工业废水中的主要污染物,受污染的水域中,由于生物的蓄积作用使水产品、粮食、蔬菜中含有一定量的酚,通过食物链对人体产生有害影响。^{〔1〕}国内外已有不少酚类化合物的检测方法,常见的有薄层色谱法、^{〔2〕}有机相酶电极法、^{〔3〕}气相色谱法、及 4-氨基安替比林法等。这些方法,有的需要昂贵的实验仪器,有的实验操作比较繁琐。为了适应现场检测及食品卫生装备的需要,我们经过多次实验,吸取各种方法的优点,研究出一种操作简单、快速、灵敏,适合基层及现场监测需要的检测方法。

树脂柱净化比色法测定
人参皂甙及绞股蓝皂甙——金传玉

1 材料与方法

1.1 原理

在 pH=9.8 的碱性条件下,酚被铁氰化钾氧化,与 4-氨基安替比林生成红色物质,其颜色深浅与酚的含量成正比,利用 LJ-II 光电比色计比色,计算出酚类化合物的含量。

1.2 试剂与仪器

4-氨基安替比林粉剂
铁氰化钾粉剂
氯仿