

保健食品中人参皂甙的测定方法

杨祖英 马 兰 卫生部食品卫生监督检验所 (100021)
苏 菊 黑龙江省卫生防疫站 (150036)

人参系五加科植物人参 *Panax ginseng* C A Meyer 的根。含有多个人参皂甙 (ginsenoside), 系三萜皂甙。多数为达玛烷型皂甙, 如人参皂甙 Ra_1 、 Ra_2 、 Rb_1 、 Rb_2 、 Rb_3 、 Rc 、 Rd 等; 少数为齐墩果酸型 (C 型) 皂甙, 如人参皂甙 Ro 。由于甙元不同, 达玛烷型皂甙又分为 20S- 原人参二醇类皂甙 (A 型) 和 20S- 原人参三醇类皂甙 (B 型)。其中 A 型和 B 型皂甙酸水解后, 分别得到人参二醇 (Panaxadiol) 和人参三醇 (Panaxatriol)。

除人参外, 五加科的三七、刺人参、刺五加和葫芦科的绞股蓝中亦含有人参皂甙。

人参作为滋补珍品, 已有二千多年的历史。它有“大补元气, 安神益智”之功效。目前含有人参的保健食品很多, 为鉴别其质量和真伪, 人参皂甙的测定非常重要。目前国内外测定人参皂甙的方法有薄层色谱法、比色法、高效液相色谱法等。本文介绍比色法。

1 材料与方法

1.1 试剂 Amberlite - XAD - 2 大孔树脂, 美国 Sigma 化学公司。正丁醇, 分析纯。乙醇, 分析纯。中性氧化铝, 层析用, 100 ~ 200 目。人参二醇, 购自中国药品生物制品检定所。香草醛溶液, 称取 5 g 香草醛, 加冰乙酸溶解并定容至 100 mL。高氯酸, 分析纯。冰乙酸, 分析纯。人参二醇标准溶液, 精确称取人参二醇标准品 0.010 g, 用甲醇溶解并定容至 10.0 mL, 即每毫升含人参二醇 1.0 mg。

1.2 仪器 比色计, UV - 201 型, 日本岛津公司生产。层析管, 10 mL 注射器。

1.3 实验步骤

试样处理 固体试样, 称取 1.0 g 左右的试样 (根据试样含人参量多少而定), 置于 100 mL 容量瓶中, 加少量水, 超声 30 min, 再用水定容至 100 mL, 摇匀, 放置 15 min, 吸取上清液 1.0 mL 进行柱层析。

液体试样 含乙醇的补酒类保健食品, 吸取 1.0 mL 试样放水浴挥干, 用水溶解残渣, 用此液进行柱层析。

非乙醇类的液体试样 吸取 1.0 mL 试样 (假如浓度高或颜色深, 需稀释一定体积后再吸取 1.0 mL) 进行柱层析。

柱层析 用 10 mL 注射器作层析管, 内装 1 g Amberlite - XAD - 2 大孔树脂, 上层加 1 cm 高的中性氧化铝。先用 35 mL 85 % 乙醇洗柱, 再用 35 mL 水洗柱, 弃去洗脱液, 精确加入 1.0 mL 已处理好的试样溶液, 先用 35 mL 水洗柱, 以洗去糖分等水溶性杂质, 再用 35 mL 85 % 乙醇洗脱人参皂甙, 收集洗脱液于蒸发皿中, 于水浴挥干。以此作比色用。

显色 在上述已挥干的蒸发皿中加入 0.2 mL 5 % 香草醛冰乙酸溶液, 转动蒸发皿, 使残渣都溶解, 再加 0.8 mL 高氯酸, 混匀后移入 5 mL 带塞刻度离心管中, 50 ~ 60 °C 水浴 10 min, 取出冰浴冷却后, 准确加入冰乙酸 5.0 mL, 摇匀后, 以 1 cm 比色管于 560 nm 波长处与标准管一起进行比色测定。

校正曲线 吸取人参二醇标准溶液 (1 mg/mL) 0, 20, 40, 60, 80, 100 μ L (相当于人参二醇 0, 20, 40, 60, 80, 100 μ g) 分别放入 10 mL 带塞离心管中, 放在水浴上挥干 (低于 60 °C), 或热风吹干 (勿使过热), 精确加入 0.2 mL 5 % 香草醛冰乙酸溶液与试样同样显色比色。以人参二醇量与吸光值画校正曲线, 进行回归处理。计算试样中人参皂甙量。

计算 $x = \frac{A \times 2.5 \times V \times 100}{W \times 1\,000 \times 1\,000}$ 式中: x —试样中人参皂甙量, g/100g; A —从标准曲线得到的被测液中人参二醇量, μg ; V —试样稀释体积, mL; W —试样质量, g; 2.5 —Rb 组皂甙平均分子量与人参二醇分子量之比(为常数)。

2 结果

2.1 检测灵敏度与线性关系 本法最低检出限度为 10 mg/100g 试样人参皂甙。在人参二醇 20 ~ 100 μg 之间成线性关系, 相关系数为 0.999。回归方程为 $y = 120.03x + 3.61$ 从回归方程看, 线性关系好 ($r = 0.999$)。

2.2 方法的准确度 为观察方法的准确度与精密度, 我们从商店买一些人参, 研细后, 加入一定量的辅料, 混匀, 再按方法操作, 测得结果如下, 见表 1。

表 1 方法的准确度

检测号	1	2	3	4	5	6
人参皂甙 g/100 g	0.58	0.59	0.55	0.60	0.60	0.61
$\bar{x} = 0.59$	$s = 0.021$		$RSD = \pm 3.6\%$			

表 2 乙醇浓度对人参皂甙洗脱的影响

乙醇 %	70	80	85	95
回收率 %	75.9	88.6	96.5	98.0

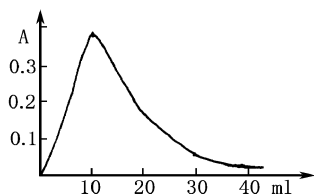


图 1 人参皂甙的流出曲线

3 讨论

3.1 洗脱条件的选择 以 100 μg 人参二醇为试样, 依法操作, 制备 4 个层析柱, 分析以 70%、80%、85%、95% 乙醇作为柱层析的洗脱剂, 以洗脱人参皂甙, 收集 35 mL 洗脱液, 测其人参二醇的回收率。见表 2。

3.2 人参皂甙的流出曲线 以 100 μg 人参二醇为试样, 依法操作, 连续收集 10 mL 4 管, 然后测定其吸光度。以吸光度为纵坐标, 以洗脱液量为横坐标作图, 可以看出收集 40 mL 洗脱液已能满足分析要求。

3.3 层析柱的处理 由于 Amberlite - XAD - 2 非离子型大孔树脂中, 包含一些有机杂质, 如果不处理, 会对结果产生影响, 所以在方法中, 大孔树脂先用乙醇浸泡一夜, 弃去一些混浊液, 然后烘干。装柱后, 先用 85% 乙醇、水淋洗活化, 同时也洗去一些附在树脂上的杂质。加入试样后, 先用水洗去糖分等水溶性杂质, 然后才用 85% 乙醇洗脱人参皂甙。

本刊加入 ChinaInfo 网络信息服务系统的声明

为了实现科技期刊编辑、出版发行工作的电子化, 推进科技信息交流的网络化进程, 我刊现已入网“ChinaInfo (中国信息) 网络资源系统《电子期刊》”, 所以, 向本刊投稿并录用的稿件文章, 将一律由编辑部统一纳入 ChinaInfo 信息服务系统, 进入因特网提供信息服务。凡有不同意将自己稿件纳入因特网送交流的作者, 请另投它刊。本刊所付稿酬包含刊物内容上网服务报酬, 不再另付。

ChinaInfo 系统是由国家科技部立项, 中国科技信息研究所组织实施, 万方数据网络中心编辑制作的开放式因特网网络信息资源系统, 《电子期刊》作为国家“九五”科技攻关项目, 是 ChinaInfo 系统中的重要信息服务栏目, 截止 98 年 10 月已有 120 种期刊的全文内容同步制作上网(网址: <http://www.chinainfo.gov.cn/periodical>), 将在近 1 ~ 2 年内增加至 500 种科技期刊。本刊内容将按照统一格式显示, 制作编入 ChinaInfo 系统电子期刊, 读者可上因特网进入 ChinaInfo 系统免费(一年后开始酌情收费) 查询检索本刊内容, 也欢迎各界朋友通过 ChinaInfo 系统向我刊提出宝贵意见、建议, 或征订本刊。

《中国食品卫生杂志》编辑部
1998 年 12 月