

ICS 67.050
X 04
备案号: 35802-2013

DB22

吉 林 省 地 方 标 准

DB 22/T 1668—2012

人参食品中人参总皂苷的测定 分光光度法

Determination of total ginseng saponin component in Ginseng foods——

Spectrophotometric method

2012 - 12 - 17 发布

2013 - 01 - 01 实施

吉林省质量技术监督局

发布

前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009 和GB/T 20001.4-2001 给出的规则起草。

本标准由吉林省卫生厅提出并归口。

本标准起草单位：吉林省卫生监测检验中心。

本标准起草人：李青、范明、刘思洁、石矛、张博、郭金芝。

人参食品中人参总皂苷的测定 分光光度法

1 范围

本标准规定了人参食品中人参总皂苷含量的分光光度测定方法。
本标准适用于人参食品中人参总皂苷的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

试料中的人参总皂苷经溶剂提取，层析柱净化和富集，在酸性条件下人参皂苷与香草醛发生显色反应，用分光光度法比色定量。

4 试剂与材料

除另有规定外，所用试剂均为分析纯，实验用水符合GB/T 6682规定的三级水要求。

- 4.1 甲醇（CH₃OH）。
- 4.2 无水乙醇（CH₃CH₂OH）。
- 4.3 高氯酸（HClO₄）。
- 4.4 冰醋酸（CH₃COOH）。
- 4.5 70%乙醇溶液：取 70 mL 无水乙醇加水定容至 100 mL。
- 4.6 大孔吸附树脂。
- 4.7 中性氧化铝：层析用粒径为 148 μm~200 μm。
- 4.8 人参皂苷 Re 标准品（C₄₈H₈₂O₁₈，CAS 号：257-814-6）：纯度≥98%。
- 4.9 标准储备液：准确称取人参皂苷 Re 标准品（4.8）10mg，精确到 0.00001g，配成 1 mg/mL 标准储备液，置 4 °C 冰箱保存 6 个月。
- 4.10 标准工作液：取标准储备液溶液 0 μL、20 μL、40 μL、60 μL、80 μL、100 μL（相当于 0 μg、20 μg、40 μg、60 μg、80 μg、100 μg）分别置于 10 mL 比色管中，在 60 °C 水浴上挥干，备用。
- 4.11 香草醛溶液：取 0.5 g 香草醛（C₈H₈O₃）加冰醋酸溶解并定容至 100 mL。

5 仪器

- 5.1 分光光度计。
- 5.2 分析天平：感量为 0.00001 g。

5.3 高速分散器。

5.4 离心机：转速 \geq 5000r/min。

5.5 超声波提取仪：28 kHz。

5.6 层析柱：装载 8 mL 柱容积的大孔吸附树脂（4.6）和 1cm 中性氧化铝，最佳承载量约为 50 μ g~100 μ g。

5.7 恒温水浴箱。

6 分析步骤

6.1 提取

6.1.1 固体试料

6.1.1.1 水溶性试料

称取混合均匀试料（根据试料含人参皂苷量确定取样量），精确到0.001 g，加水溶解，并定容至 250 mL。

6.1.1.2 非水溶性试料

6.1.1.2.1 普通固体试料

取500 g试料，粉碎并过740 μ m孔筛，充分混匀，称取试料（根据试料含人参皂苷量确定取样量），精确到0.001 g，置于50 mL离心管中，分别加水溶液30 mL、40 mL、20 mL，分别在高速分散器上（10000 r/min）匀质2 min，再以5000 r/min离心5 min；上清液依次转移至250 mL容量瓶中，加水至刻度备用。

6.1.1.2.2 糖份含量高试料

取500 g样品，切碎后充分混匀，称取试料（根据试料含人参皂苷量确定取样量），精确到0.001 g，置于50 mL离心管中，分别加水溶液40 mL、40 mL、20 mL，分别在高速分散器上（10000 r/min）匀质2 min，再以5000 r/min离心5 min；上清液依次转移至250 mL容量瓶中，加水至刻度，取10mL提取液于125 mL的分液漏斗中，加水饱和的正丁醇溶液萃取3次，每次10 mL，合并正丁醇层，在沸水浴上挥干，水溶解并定容至10 mL，备用。

6.1.1.2.3 油脂含量高试料

取500 g样品，切碎后充分混匀，称取试料（根据试料含人参皂苷量确定取样量），精确到0.001 g，置于250 mL具塞三角烧瓶中，分别加入100 mL、50 mL和50 mL石油醚，在超声波提取仪中分别提取10min，弃去石油醚，残渣挥去石油醚后转移至50 mL离心管中，分别加水溶液40mL、40 mL、20 mL，分别在高速分散器上（10000 r/min）匀质2min，再以5000 r/min离心5 min；上清液依次转移至250 mL容量瓶中，加水至刻度备用。

6.1.2 液体试料

6.1.2.1 含乙醇类的液体试料

准确吸取一定体积的试料（根据试料含人参皂苷量确定取样量），于蒸发皿中沸水浴挥干，用水浴溶解残渣，转移至250 mL容量瓶中，加水至刻度备用。

6.1.2.2 非乙醇类的液体试料

准确吸取一定体积的试料（根据试料含人参皂苷量确定取样量），于250 mL容量瓶中，加水至刻度备用。

6.2 净化

用15 mL层析管，内装8 mL 大孔吸附树脂，加上1 cm中性氧化铝。先用25 mL70%乙醇洗柱，弃去洗脱液，再用25 mL水洗柱，弃去洗脱液，精确加入1.0 mL已处理好的试料溶液，用25 mL水洗柱，弃去淋洗液，用25 mL70%乙醇洗脱人参皂苷，收集洗脱液于10 mL比色管中，置于60 °C氮吹仪上吹干，备用。

6.3 标准工作曲线绘制

向标准工作液中（4.10）准确加入香草醛溶液0.2 mL，混匀，使残渣溶解，再加0.8 mL高氯酸，混匀，60 °C水浴上加热10 min，取出，冰浴冷却后，加入冰乙酸定容至5.0 mL，摇匀后，以1 cm比色皿于560 nm波长处进行比色，得出吸光度值，以浓度为横坐标，以吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。

6.4 测定

在上述（6.2）试料管中，从“准确加入香草醛溶液 0.2 mL，混匀，（6.3）”起依法操作，由标准曲线计算出待测样液中人参皂苷的含量。

6.5 空白试验

除不加试料外，按6.1~6.4操作步骤进行测定。

7 结果计算

$$X = \frac{A \times V_1}{m \times V_2 \times 1000 \times 1000} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X —试料中人参皂苷含量，单位为克每100克（g/100 g 或g/100 mL）；

A —从标准曲线上计算出测定液人参皂苷的质量，单位为微克（ μg ）；

V_1 —试料制备的总体积，单位为毫升（mL）；

V_2 —测定用试料制备液体积，单位为毫升（mL）；

m —试料质量或试料体积，单位为克或毫升（g或 mL）。

计算结果保留两位有效数字。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下，获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

8.2 再现性

在再现性条件下，获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

9 线性范围和检出限

本方法的线性范围为0 μg ~100.0 μg , 检出限为0.0075 g/100 g或0.0075 g/100 mL。
