

团体标准

T/GDFDTAEC 02—2021

保健食品中总皂苷的测定-分光光度法

Determination of total ginsenosides in health food by Spectrophotometry

(送审稿)

2021 - XX - XX 发布

2021 - XX - XX 实施

广东省食品药品评审认证技术协会 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本标准由广东省科学院测试分析研究所（中国广州分析测试中心）、完美（中国）有限公司提出。

本标准由广东省食品药品评审认证技术协会归口。

本标准起草单位：广东省科学院测试分析研究所（中国广州分析测试中心）、完美（中国）有限公司、华测检测认证集团股份有限公司、广州金至检测技术有限公司、广州汇标检测技术中心、无限极（中国）有限公司

本标准主要起草人：XXX、XXX、XXX

本标准为首次发布。

保健食品中总皂苷的测定-分光光度法

1 范围

本标准规定了保健食品及其原料中总皂苷的分光光度测定方法。

本标准适用于保健食品及其原料中总皂苷含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法原理

试样用水饱和正丁醇提取总皂苷类成分，经氨试液除杂后，试样中的皂苷类成分在高氯酸的作用下与香草醛反应，产生特征的紫红色，采用分光光度法测定 560 nm 波长处的吸光度，进行定量。

5 试剂和材料

注：除非另有说明，本方法所用试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的三级水。

5.1 正丁醇 ($\text{CH}_3(\text{CH}_2)_2\text{CH}_2\text{OH}$)。

5.2 无水乙醚 ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$)。

5.3 甲醇 (CH_3OH)。

5.4 氨水 ($\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$)。

5.5 高氯酸 (HClO_4)。

5.6 冰乙酸 (CH_3COOH)。

5.7 香草醛 ($\text{C}_8\text{H}_8\text{O}_3$)。

5.8 氯化钠 (NaCl)。

5.9 香草醛溶液(5%)：称取 5.0g 香草醛，加冰乙酸溶解并定容至 100mL，混匀。

5.10 水饱和正丁醇溶液：取正丁醇适量，加入适量水，充分振摇，静置使分层，上层液体即为水饱和正丁醇。

- 5.11 氨试液(40%)：量取 400mL 氨水，用水稀释至 1L，混匀。
- 5.12 标准品：人参皂苷 Re ($C_{48}H_{82}O_{18}$ ，CAS 号：52286-59-6)。
- 5.13 人参皂苷 Re 标准储备液(0.2 mg/mL)：准确称取 10.0 mg 人参皂苷 Re 标准品（精确至 0.1 mg）于 50 mL 容量瓶中，用甲醇溶解并定容至刻度，摇匀。

6 仪器设备

- 6.1 可见分光光度计。
- 6.2 离心机。
- 6.3 分析天平（精密度 0.0001g）。
- 6.4 超声提取器。
- 6.5 温控氮吹。
- 6.6 涡旋振荡器。

7 分析步骤

7.1 试样制备

7.1.1 固体试样

称取已粉碎混合均匀（过 50 目筛）的待测试样 1g（精确至 0.001 g），置于 50mL 离心管中。加入 25mL 水饱和正丁醇（5.10），涡旋混匀，超声 30 min 后，4000 转离心 10min，转移上层液至分液漏斗。重复上述提取步骤两次，每次超声 10min，合并正丁醇液。再以氨试液（5.11）洗涤两次，每次 50mL，上层液转移至 100mL 容量瓶中，用正丁醇（5.1）定容至刻度，备用。

注：如样品油脂含量高，可用无水乙醚去油后再用水饱和正丁醇提取。

7.1.2 液体试样

含乙醇的液体试样，吸取混合均匀的待测试样 10.0 mL 置水浴上挥尽乙醇后，用水转移至分液漏斗中并加水至约 25mL；非乙醇类的液体试样，直接移取 10mL 试样至分液漏斗中并加水至约 25mL。依次加入 25mL、20mL、20mL 水饱和正丁醇溶液（5.10）分三次萃取（如发生乳化现象，加入少量 NaCl 加速分层），合并正丁醇液。再以氨试液（5.11）洗涤两次，每次 50mL，上层液转移至 100mL 容量瓶中，用正丁醇（5.1）定容至刻度，备用。

注：如样品油脂含量高，可用无水乙醚去油后再用水饱和正丁醇提取。

7.2 样品测定

7.2.1 标准曲线的制作

吸取人参皂苷 Re 标准溶液（5.13）0 mL、0.2 mL、0.4 mL、0.6 mL、0.8 mL、1.0 mL 于 10 mL 具塞比色管中，置氮吹仪上 80°C 挥干溶剂，加入 0.2 mL 香草醛冰乙酸溶液（5.9），再加入 0.8 mL 高氯酸（5.5），混匀，使残渣全部溶解，置 60°C±1°C 水浴中准确加热 10 min，取出，冰浴冷却至室温后，

加入 5.0 mL 冰乙酸 (5.6)，摇匀。在 30min 内，用 1cm 比色皿于 560nm 波长处，用空白管作参比测定各管的吸光度值。

7.2.2 试样溶液的测定

精确移取适量正丁醇液（含待测组分约 0.04mg ~0.2mg）至 10mL 比色管中，置氮吹仪上 80°C 吹干溶剂。从“置氮吹仪上 80°C 吹干溶剂……”起，与标准溶液同法测定吸光度值。

7.2.3 样品空白

取同体积试样溶液于 10 mL 具塞比色管中，置氮吹仪上 80°C 挥干溶剂，加入 0.2 mL 冰乙酸 (5.6)，其余步骤同 7.2.2 试样溶液测定。

8 分析结果表述

试样中总皂苷的含量按式 (1) 计算：

$$X = \frac{c \times V \times 100}{V_0 \times m \times 1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X ——试样中总皂苷的含量(以人参皂苷Re计)，单位为克每百克(g/100g)或克每百毫升(g/100mL)；

c ——经试样背景校正后，由标准曲线算得被测液中人参皂苷Re质量，单位为毫克(mg)；

V ——被测定样液的定容体积，单位为毫升(mL)；

V_0 ——被测定样液的显色体积，单位为毫升(mL)；

m ——试样的称样质量，单位为克(g)；

100——单位转换。

9 精密度

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%。