

ICS 65.020  
B 39  
备案号: 51661-2016

# DB22

## 吉 林 省 地 方 标 准

DB 22/T 2478—2016

---

### 人 参 中 人 参 总 皂 苷 的 测 定 重 量 法

Determination of ginsenosides in ginseng-gravimetric method

2016 - 05 - 31 发布

2016 - 07 - 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 20001.4-2015 给出的规则起草。

本标准由吉林省农业委员会提出并归口。

本标准起草单位：中国农业科学院特产研究所、北京理工大学、吉林省参茸办公室、吉林省扶余市三岔河镇农业技术推广站。

本标准主要起草人：王英平、逢世峰、肖盛元、张辉、毕鸿涵、赵景辉、崔丽丽、许世泉、张瑞。



# 人参中人参总皂苷的测定 重量法

## 1 范围

本标准规定了重量法测定人参总皂苷的方法。  
本标准适用于人参、人参浸膏、人参提取物粉中人参总皂苷含量测定。  
本标准方法定量限是 0.3%。

## 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

NY/T 2301 参业 名词术语

## 3 术语和定义

NY/T 2301 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**人参 ginseng**

五加科人参属多年生草本植物人参（*Panax ginseng* C. A. Mey.）的根

#### 3.1.1

**鲜人参 fresh ginseng**

采收期从人工栽培土壤中采挖出来未经加工的人参。

#### 3.1.2

**干人参 dry ginseng**

新鲜的人参根经晾晒、蒸制或利用其他公认方法制备并干燥而成。该类产品可分为生晒参、红参、大力参等类型。

### 3.2

**人参浸膏 ginseng concrete**

人参经水、乙醇、乙醇-水或公认的方法提取、沉降、浓缩而成的膏状产品。

### 3.3

## 人参提取物粉 ginseng extract powder

人参经水、乙醇、乙醇-水或公认的方法提取、浓缩、干燥而制成的粉末状产品。

### 4 原理

试样经氨水-水-甲醇溶液提取，二氯甲烷脱脂，固相萃取净化，重量法定量。

### 5 试剂与材料

除非另有说明，所用试剂均为分析纯，水为GB/T 6682中规定的二级水。

- 5.1 反相聚合物 NM 200 或相当者。
- 5.2 二氯甲烷 ( $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ )。
- 5.3 甲醇 ( $\text{CH}_3\text{OH}$ )。
- 5.4 氨水 ( $\text{NH}_3\cdot\text{H}_2\text{O}$ )：浓度 25%。
- 5.5 80%甲醇溶液：量取 80 mL 甲醇，加水定容至 100 mL。
- 5.6 氨水-水-甲醇溶液 (4+21+75)：分别量取 4 mL 氨水、21 mL 水和 75 mL 甲醇，将三者充分混匀。

### 6 仪器设备

- 6.1 分析天平：感量  $\pm 0.0001$  g。
- 6.2 铝制称量皿：150mL。
- 6.3 粉碎机：粒度可达 250  $\mu\text{m}$ 。
- 6.4 分析筛：250  $\mu\text{m}$ 。
- 6.5 固相萃取小柱：规格 25 mL，直径 2 cm，长度 11 cm，配有筛板。
- 6.6 烘箱：恒温 105 $^{\circ}\text{C}$ 。
- 6.7 离心机：10000 r/min。
- 6.8 分液漏斗：250 mL。
- 6.9 注射器针头：4.5~5 号。

### 7 试样的制备

#### 7.1 人参

##### 7.1.1 鲜人参

取不少于 350 g 鲜人参，切片，60 $^{\circ}\text{C}$  烘干至含水量 9% 以下，粉碎，过 250  $\mu\text{m}$  筛，筛上残留物不得超过 5%，将筛上物和筛下物充分混匀密封。

##### 7.1.2 干人参

取不少于 100 g 人参干样，含水量低于 9%，粉碎，过 250  $\mu\text{m}$  筛，筛上残留物不得超过 5%，将筛上物和筛下物充分混匀密封。

#### 7.2 人参提取物粉

取不少于 15 g 样品，密封。

### 7.3 人参浸膏

取不少于 100 g 样品，密封，冷藏。

## 8 分析步骤

### 8.1 固相萃取小柱装填

取固相萃取小柱，在柱底加一层筛板，倒入 10 mL 反相聚合物（干重约 1.6 g），在上层加一层筛板，用 50 mL 甲醇冲洗固相萃取小柱，使用前，用 200 mL 水将甲醇替换，控制流速每分钟 3~5 mL，如流速过慢，可加压。然后在固相萃取小柱安装注射器针头，控制流速每分钟 0.3~0.5 mL，待上样。

### 8.2 样品处理

#### 8.2.1 人参

##### 8.2.1.1 提取

称取 5 g 样品，精确到 1 mg，用滤纸包好，将滤纸筒置于索氏提取器中，加入氨水-水-甲醇溶液，95℃ 回流提取 8 h。

##### 8.2.1.2 脱脂

收集提取溶液至蒸发皿中，水浴蒸干，共加入 50 mL 水分次洗涤残渣，合并洗涤液至分液漏斗中，用 50 mL 二氯甲烷萃取 1 次，静置至分界面清晰，弃去下层二氯甲烷，收集水层至蒸发皿中，水浴蒸干。

##### 8.2.1.3 固相萃取

共加入 15 mL 水分次洗涤残渣，合并洗涤液，10000 r/min 离心 10 min，上清液加入已处理的固相萃取小柱，重复上述操作 1 次，当样品全部流过固相萃取小柱，去掉注射器针头，用 300 mL 水洗脱样品，换 100 mL 80% 甲醇洗脱样品。

##### 8.2.1.4 称重

用已知重量的铝制称量皿收集醇洗液，水浴蒸干，转至烘箱中 105℃ 干燥 1~2 小时，至恒重。

#### 8.2.2 人参浸膏

##### 8.2.2.1 脱脂

称取 2.5 g 样品，精确到 1 mg，共加入 50 mL 水分次溶解样品并合并于分液漏斗中，用 50 mL 二氯甲烷萃取 1 次，静置至分界面清晰，弃去下层二氯甲烷，收集水层至蒸发皿中，水浴蒸干。

##### 8.2.2.2 固相萃取

共加入 15 mL 水分次洗涤残渣，合并洗涤液，10000 r/min 离心 10 分钟，上清液加入已处理的固相萃取小柱，重复上述操作 1 次，当样品全部流过固相萃取小柱，去掉注射器针头，用 300 mL 水洗脱样品，换 100 mL 80% 甲醇洗脱样品。

### 8.2.2.3 称重

用已知重量的铝制称量皿收集醇洗液，水浴蒸干，转至烘箱中 105℃ 干燥 1~2 小时，至恒重。

## 8.2.3 人参提取物粉

### 8.2.3.1 脱脂

称取 1.5 g 样品，精确到 1 mg，共加入 50 mL 水分次溶解样品并合并于分液漏斗中，用 50 mL 二氯甲烷萃取 1 次，静置至分界面清晰，弃去下层二氯甲烷，收集水层至蒸发皿中，水浴蒸干。

### 8.2.3.2 固相萃取

共加入 15 mL 水分次洗涤残渣，合并洗涤液，10000 r/min 离心 10 分钟，上清液加入已处理的固相萃取小柱，重复上述操作 1 次，当样品全部流过固相萃取小柱，去掉注射器针头，用 300 mL 水洗脱样品，换 100 mL 80% 甲醇洗脱样品。

### 8.2.3.3 称重

用已知重量的铝制称量皿收集醇洗液，水浴蒸干，转至烘箱中 105℃ 干燥 1~2 小时，至恒重。

## 9 结果计算

人参总皂苷的含量以  $x$  计，数值以 % 表示，按式 (1) 计算：

$$x = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$m_1$ ——铝制称量皿和残渣干燥后的质量，单位为克 (g)；

$m_2$ ——铝制称量皿的质量，单位为克 (g)；

$m$ ——试样的质量，单位为克 (g)。

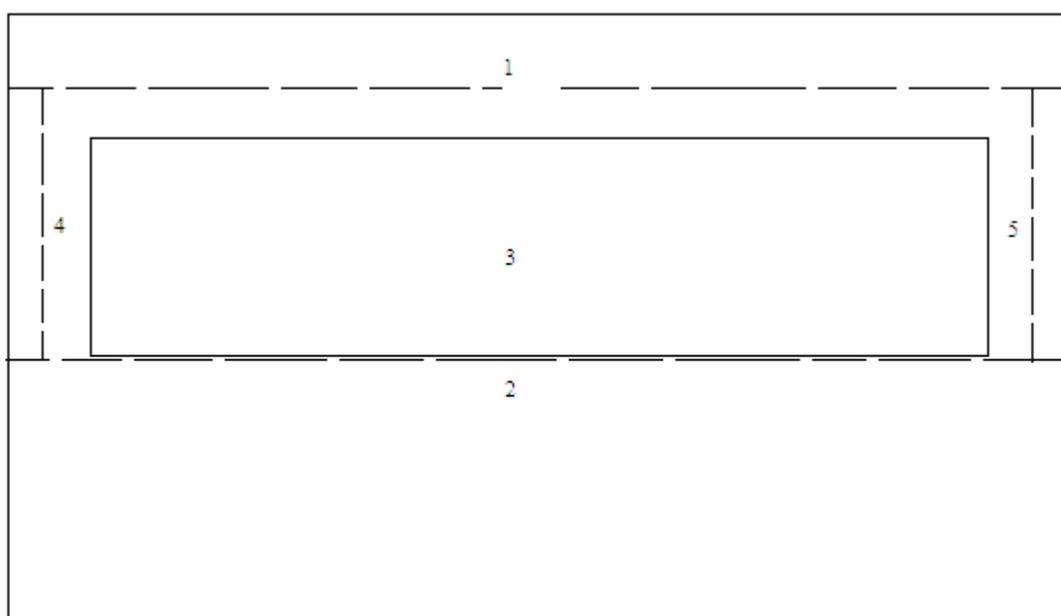
## 10 精密度

在重复条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算数平均值的5%。

附 录 A  
(资料性附录)  
滤纸筒包装方法图

滤纸筒包装方法见图A.1。

取长方形滤纸，沿虚线 1、虚线 2 对折，将 5 g 人参粉平铺于 3 所示区域，沿虚线 2 将人参粉盖在滤纸里，沿虚线 1 封口，沿虚线 4、虚线 5 对折封口，卷成卷，线绳系紧，即为滤纸筒。



图A.1 滤纸筒包装方法图