

ICS 67.050
X 04
备案号: 35803-2013

DB22

吉林省地方标准

DB 22/T 1670—2012

人参中木质素含量的测定 分光光度法

Determination of Lignin content in Panax ginseng——

Spectrophotometric method

2012 - 12 - 17 发布

2013 - 01 - 01 实施

吉林省质量技术监督局

发布

本标准仅供内部使用 不得翻印

本标准仅供内部使用 不得翻印

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：刘思洁、方赤光、李青、张博、杨大鹏、杨明远。

本标准仅供内部使用
不得翻印

本标准仅供内部使用
不得翻印

本标准仅供内部使用 不得翻印

本标准仅供内部使用 不得翻印

人参中木质素含量的测定 分光光度法

1 范围

本标准规定了人参中木质素含量紫外分光光度的测定方法。
本标准适用于人参中木质素含量的测定。

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

样品通过酸解纤维素和加热去糖等处理后通过紫外分光光度计对样品溶液测定吸光值，对木质素的含量进行重量法校正，得到木质素的准确质量。

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 硫酸。
- 4.2 乙酰溴。
- 4.3 冰乙酸。
- 4.4 乙酸。
- 4.5 高氯酸。
- 4.6 氢氧化钠 [$c(\text{NaOH}) = 2 \text{ mol/L}$]。
- 4.7 72% 硫酸：量取 652 mL 硫酸溶于水中定容至 1 000 mL。
- 4.8 25% 乙酰溴-乙酸溶液：量取 25 mL 乙酰溴溶于乙酸中定容至 100 mL。

5 仪器

- 5.1 紫外可见分光光度计。
- 5.2 电子分析天平：感量 0.1 mg。
- 5.3 电热恒温水浴锅。
- 5.4 粉碎机。
- 5.5 烘箱。
- 5.6 G4 砂芯漏斗。
- 5.7 筛子：100 目。

5.8 抽滤器。

6 试料制备

人参样品经粉碎机粉碎后过100目筛子，取混合均匀后的供试样品，作为供试试样。

7 分析步骤

7.1 样品前处理

Klason法：准确称取人参粉末0.5 g，置于烧杯中，加入72% H₂SO₄ (4.7) 30 mL，充分混匀，室温放置2h后将该混合液移至三角烧瓶中，加水500 mL，沸水浴回流2h，用已恒重的G4砂芯漏斗抽除过滤，将盛有木质素的漏斗放到烘箱中105 °C±5 °C烘至恒重。

紫外分光光度法：准确称取人参粉末6.0 mg，置于25 mL试管中，加入25%乙酰溴-乙酸溶液 (4.8) 5 mL和高氯酸0.2 mL，将试管管口用封口膜封住，于80°C±2°C恒温水浴40 min，将样液全部转移到装有10 mL 2 mol/L NaOH (4.6) 和25 mL冰乙酸混合液的容量瓶内，充分振荡混匀后用冰乙酸定容至100 mL。

7.2 测定

以冰乙酸为空白溶液，用紫外分光光度计在268 nm下对样品溶液测定吸光值。每个人参样品重复测定6次，取其平均值。

8 结果计算

$$X = \frac{Abs \times V}{m \times A_{s\ standard} \times 1000} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X—试样中木质素的含量，单位为克每100克 (g/100g)；

Abs——试样中木质素吸光度；

V——样液最终定容体积，单位为毫升 (mL)；

m——紫外分光光度法试样的质量，单位为克 (g)；

A_{standard}——人参中木质素标准吸光率，计算方法见公式 (2)。

计算结果保留两位有效数字。

$$A_{s\ standard} = \frac{Abs \times V}{m \times K_{lignin}} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

A_{standard} —— 试样中木质素标准吸光率；

Abs——试样中木质素吸光度；

V——样液最终定容体积，单位为毫升 (mL)；

K_{lignin}——klason法测得试样中木质素的含量，单位为克每100克 (g/100g)，计算方法见公式 (3)。

以六次测定的吸光率平均值作为人参中木质素标准吸光率 (A_{standard})。

$$K_{\text{lignin}} = \frac{m_3 - m_2}{m_1} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中：

K_{lignin} —klason法测得试样中木质素的含量，单位为克每100克（g/100g）；

m_1 —klason法试样的质量，单位为克（g）；

m_2 —砂芯漏斗的质量，单位为克（g）；

m_3 —含有木质素恒重后砂芯漏斗的质量，单位为克（g）。

9 精密度

9.1 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%。

9.2 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%。

10 线性范围和定量限

本方法的线性范围为1.0 g/100g~10.0 g/100g，定量限为1.0 g/100 g。