

• 实验技术与方法 •

“松果菊维 C”胶囊中松果菊的鉴别试验方法

魏润蕴

(卫生部食品卫生监督检验所, 北京 100021)

松果菊是从国外引进的草本植物, 原产于美国、加拿大。“松果菊维 C”胶囊中主要成分为松果菊全草提取物的浓缩物, 含有多羟基酚类有效成分和菊糖, 其保健作用是提高免疫力。本文探讨了该保健品中有效成分的薄层色谱鉴别方法。在有效成分尚不明确的情况下, 薄层色谱是鉴别产品真伪的有效方法。

1 材料与方 法

1.1 试剂 硅胶 G(青岛海洋化工厂); 羧甲基纤维素钠(CMC-Na)水溶液(0.5%, 配制后需静置 2 周以上, 取上清液或经 2 000 r/min 离心后的上清液), XAD-4 树脂(美国 Sigma 化学化司), 正丁醇, 乙醇, 乙醚, 冰乙酸(均为分析纯), 松果菊植物(厂家提供)。

1.2 仪器 蒸发皿, 层析柱(1.5×20 cm), 薄层涂布器(0.3 mm), 玻璃板(5×20 cm), 展开槽(内长 25 cm、宽 6 cm、高 4 cm), 紫外光灯(365 nm), 10 μL 微量注射器。

1.3 实验步骤

1.3.1 提取

试样 称取 0.5 g 研磨均匀的试样, 置于 50 mL 具塞锥形瓶中, 加入 20 mL 70% 乙醇溶液, 振摇提取 30 min 后, 用滤纸滤入蒸发皿中于水浴上挥发溶剂至约 1 mL。

松果菊植物对照品 称取 0.5 g 松果菊植物粉末, 加入 20 mL 70% 乙醇, 回流提取约 1 h, 过滤于蒸发皿中, 置水浴上挥发溶剂至约 1 mL。

1.3.2 柱净化 将试样及对照品提取物各加 20 mL 水稀释后通过 XAD-4 柱净化, 装入的 XAD-4 柱高 3 cm, 试样溶液通过柱后用 30 mL 水洗柱, 再用 30 mL 70% 乙醇洗脱, 将洗脱液置水浴上浓缩至干, 加入 1 mL 70% 乙醇溶解残渣, 吸出移入一具塞试管中供薄层色谱测定用。

1.3.3 薄层色谱分析

硅胶 G 薄层板的制备 称取 4 g 硅胶 G, 加入 10 mL CMC-Na 溶液研磨至粘稠状后铺成 0.3 mm 厚的薄层板 3 块。室温干燥后置 105℃活化 1 h, 置干燥器中备用。

点样 在距薄层板底部 2.5 cm 的基线上点 3 个点; 对照品 2 μL、样液 2 μL、对照品加样液各 2 μL。

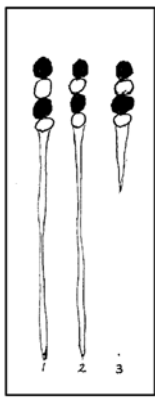
展开 在展开槽内倒入 10 mL 展开剂正丁醇-冰乙酸-乙醚-水(5+5+0.1+1), 饱和 15~30 min 后展开薄层板至 10 cm, 取出通风挥干溶剂。

观察 将薄层板置 365 nm 紫外光灯下观察, 试样应与松果菊对照品在相同位置上显相同颜色的荧光。

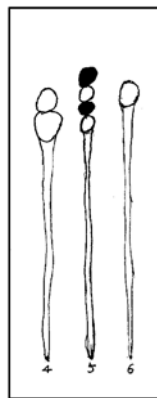
2 结果与讨论

松果菊的薄层色谱图 所测定的试样“松果菊维 C”胶囊中均检出松果菊, 试样与松果菊对照品在相同位置上显出相同的四个蓝白、蓝紫相间的荧光点, 见色谱图中 1, 2, 3 点。

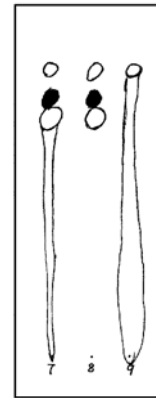
水溶性杂质的影响 因松果菊含有菊糖和一些水溶性杂质影响测定, 如不净化直接将试样提取液点于薄层板上则如色谱图中 4, 6 点所示, 虽也点样液 2 μL, 但对照品仅分出 2 个大荧光点, 试样分不出荧光点。柱净化是不可缺少的分析步骤。



1. 样液 2 μL;
 2. 样液加对照品各 2 μL;
 3. 对照品 2 μL;
- 蓝紫色荧光



4. 对照品(未净化) 2 μL
 5. 试样(柱净化) 2 μL;
 6. 试样(未净化) 2 μL;
- 蓝白色荧光



7. 对照品(柱净化) 10 μL
8. 对照品(柱净化) 20 μL
9. 试样(柱净化) 20 μL;

图 松果菊薄层色谱图

2.3 点样量的影响 如果将点样量增加至 10~20 μL, 则如色谱图中点 7, 8 所示, 对照品分不出 4 个荧光点, 试样点只能分出 1 个荧光点和 1 条长荧光带, 虽然试样都是经过 XAD-4 柱净化的, 原点上杂质量多仍影响分离效果。

2.4 空气湿度的影响 控制的办法是在展开槽盖内侧贴上水饱和的滤纸条, 展开槽内溶剂需饱和 15~30 min。

2.5 本实验中使用的 XAD-4 树脂经多次再生后使用, 效果仍然很好。

中图分类号: S567.2 文献标识码: B 文章编号: 1004-8456(2000)01-0011-02

电感耦合等离子发射光谱法同时测定茶叶中的七种微量元素

杨 君 张耀亭

(天津市卫生防病中心, 天津 300011)

茶叶中微量元素的测定比较常见的有分光光度法, 原子吸收光谱法和离子选择电极法等,^[1] 这些方法往往灵敏度较低, 对于多元素的测定需要几种方法联用、费时费力。本文采用电感耦合等离子发射光谱法(ICP)同时测定了茶叶中的七种微量元素, 具有灵敏度高、线性范围宽、元素之间相互干扰少、稳定性好等优点。分析速度快、多种元素同时测定只需 1 min 左右, 方法的相对标准偏差小于 2.6%。

1 材料与方方法

1.1 仪器 ICP-61 型发射光谱仪(美国热电公司产, 带有 IBM 微机控制。功率: 1.1 kw; Ar 冷却气: 15 L/min; Ar 载气: 0.6 L/min; 观察高度: 16 mm; 狭缝宽度: 20 μm; 被测元素波长: Mg 279.5 nm, Ca 317.9 nm, Fe 259.9 nm, Cu 324.7 nm, Zn 213.8 nm, Ni 231.6 nm, Sr 407.7 nm。内标元素波长: Cd 228.8 nm。

1.2 试剂 盐酸(GR)、硝酸(GR)。

标准储备液 称取光谱纯镁、铁、铜、锌、镉各 1.00 g, 分别用 30 mL 1+1 盐酸加热溶解定容至 1 000 mL, 此溶液中各元素浓度为 1.00 mg/mL。在 50 mL 水中加入 20 mL 盐酸(GR) 溶解 2.498 g 碳酸钙(GR), 定容至 1 000 mL, 此溶液钙浓度为 1.00 mg/mL。称取光谱纯镍粉 1.00 g, 溶于少量硝酸(GR) 加热蒸至近干, 用少量硝酸(GR) 将残液全量转移至 1 000 mL 容量瓶中并稀释至刻度, 此溶液镍浓度为 1.00 mg/mL。称取 2.415