

论著

西洋参类保健食品中总皂苷与人参皂苷 Re、Rb1 等功效成分含量相关性研究

刘利亚 王娅芳 张卫国 黄培林

(贵州省疾病预防控制中心, 贵州 贵阳 550004)

摘要: 目的 通过比色法和液相色谱法两种方法, 分别测定以西洋参为原料的保健食品中总皂苷与其人参皂苷组分的含量, 经过统计分析找出其相关性, 以便为以液相色谱法测定部分功效成分而换算出其总皂苷含量提供依据。方法 总皂苷和人参皂苷相关组分测定分别按《保健食品检验与评价技术规范》(2003 版)之 23、11 规定要求进行处理和分析。结果 西洋参类保健食品人参皂苷各组分中含量较高的 Rb1、Re 之和与总皂苷含量有相关性, 相关方程为 $y = 1.56x$ 。结论 用液相色谱法测定样品中 Rb1、Re 含量后, 通过相关系数计算总皂苷含量具有可行性, 可用于以西洋参为原料的保健食品中总皂苷含量的测定和产品质量控制。

关键词: 保健食品; 西洋参; 总皂苷; 人参皂苷 Re、Rb1; 含量; 相关性; 液相色谱法; 功效成分

中图分类号: TS2 **文献标识码:** A **文章编号:** 1004-8456(2010)04-0315-04

Correlation of Tribulosides and the Functional Components of Ginsenoside Re and Rb1 in American Ginseng Health Food

LIU Li-ya, WANG Ya-fang, ZHANG Wei-guo, HUANG Pei-lin

(Guizhou Center for Disease Control and Prevention, Guizhou Guiyang 550004, China)

Abstract: Objective To determine the tribulosides and ginsenoside of the raw material in American ginseng health food determined by colorimetry and liquid chromatography, and to identify their correlation through statistical analysis, so as to provide the basis for the tribulosides content converted from part functional components determined by liquid chromatography. **Method** Analyzing tribulosides and ginsenoside according to the requirement in *Technical Norms for Health Food Inspection and Evaluation* (2003) 23 and 11. **Results** Rb1 and Re were the higher components in ginsenoside of American ginseng health food and the sum of Rb1 and Re was correlated with the content of tribulosides, the correlative equation was as follow $y = 1.56x$. **Conclusion** It is feasible to get the content of tribulosides from Rb1 and Re determined by liquid chromatography and calculated by a correlation coefficient, which can be used to determine the content of tribulosides in American ginseng health food and for quality control.

Key words: Health Food; American Ginseng; Tribulosides; Ginsenoside Re, Rb1; Content; Correlation; Liquid Chromatography; Functional Components

西洋参主要有补肺阴、清火、养胃生津之功效, 可用于肺虚咳血, 潮热及肺胃津亏、气虚等症治疗。保健食品中多以西洋参根部为原料经粉碎或提取后制成西洋参含片、西洋参茶或西洋参胶囊, 目前我国西洋参类保健食品的功能表达是以总皂苷含量来体现, 其中人参皂苷 Rg1、Re、Rg2、Rb1、Rc、Rb2、Rd 等皂苷类成分是西洋参中主要活性物质, 其质量分数占总皂苷的 90% 以上^[14]。现有比色法测定总皂苷含量存在专属性差、测定结果干扰因素多等缺陷, 本

试验旨在用液相色谱法测定人参皂苷 Rg1、Re、Rg2、Rb1、Rc、Rb2、Rd 含量, 同时用分光光度法测定总皂苷含量, 通过 SPSS 统计软件统计分析探索其各成分之间与总皂苷含量相关性, 以期通过液相色谱法测定人参皂苷部分功效成分后通过相关方程换算成总皂苷含量, 并能保证测定结果的准确可靠。

1 仪器与试药

1.1 仪器

LC-10ATvp 高效液相色谱仪(日本岛津), SPT-10Avp 紫外检测器(日本岛津); 721 分光光度计(上海菁华科技仪器有限公司); BSA224S-CW 型电子分析天平(北京赛多利斯仪器系统有限公司); 水浴锅。

1.2 试药

收稿日期: 2009-12-11

基金项目: 贵州省疾病预防控制中心青年课题基金

作者简介: 刘利亚 男 主管技师 研究方向为食品及环境卫生
检验及质量控制 E-mail: liuliya7588@sina.com

人参皂苷 Re、Rg1、Rb1、Rc、Rb2、Rd、Rg2 对照品均购自中国药品生物制品检定所;流动相乙腈为色谱纯,水为超纯水,其余试剂为分析纯。

1.3 样品

西洋参含片、西洋参茶、西洋参胶囊等样品自行购买,样品信息见表 1。

表 1 西洋参样品信息

序号	性状	组分	测定值(g)	标示量
1	西洋参胶囊	西洋参	4.82	2.5~5.0 g
2	西洋参切片(散装)	西洋参	7.38	
3	西洋参胶囊	西洋参	5.84	5~6 g
4	西洋参茶	西洋参	6.59	≥6 g
5	西洋参胶囊	西洋参	6.69	6.5 g
6	西洋参胶囊	西洋参	4.60	4.2 g
7	西洋参切片(散装)	西洋参	7.42	
8	西洋参胶囊	西洋参粉	7.17	6.72 g
9	西洋参含片(无糖型)	西洋参、山梨醇、硬脂酸镁	1.62	1.5 g
10	西洋参胶囊	西洋参	4.15	3.65 g
11	西洋参茶	花旗参、葡萄糖	2.11	2.0 g
12	西洋参含片	西洋参、蔗糖、淀粉、糊精、硬脂酸镁、滑石粉、Vc	5.67	5.39 g
13	西洋参胶囊	西洋参、麦芽糊精	1.44	1.38 g
14	氨基酸西洋参胶囊	西洋参提取物、复合氨基酸、淀粉	4.72	4.23 g
15	西洋参含片	西洋参、葡萄糖、淀粉、硬脂酸镁	1.33	1.0 g
16	西洋参含片	西洋参提取物、甘露醇、蔗糖、玉米淀粉、硬脂酸镁	1.73	1610 mg
17	珍珠西洋参胶囊	西洋参、珍珠粉	5.24	4.90 g
18	西洋参含片	西洋参、甘露醇、柠檬酸、苹果酸、糊精	1.23	≥1.09 g
19	西洋参含片	葡萄糖、西洋参、蔗糖	1.78	1.5~1.8 g
20	西洋参茶	西洋参、糊精	0.55	305 mg
21	西洋参切片(散装)	西洋参	7.26	
22	西洋参含片	西洋参、葡萄糖、蔗糖、可溶性淀粉	1.32	≥0.8 g
23	西洋参含片	西洋参、蔗糖、乳糖、微晶纤维素、硬脂酸镁	2.22	2.1 g
24	蝠蛾西洋参胶囊	蝙蝠蛾拟青霉菌丝体粉、西洋参	1.96	2000 mg
25	西洋参胶囊	西洋参	2.77	2.68 g
26	西洋参含片	西洋参、木糖醇、阿斯巴甜	1.72	1.6 g
27	西洋参含片	西洋参、葡萄糖	4.88	≥3.0 g
28	西洋参含片	西洋参、葡萄糖	1.34	1.28 g
29	西洋参茶	西洋参	2.38	2.32 g
30	西洋参含片	西洋参、葡萄糖、硬脂酸镁	1.03	912 mg
31	西洋参含片	西洋参、乳糖、甘露糖、淀粉	0.41	350 mg

2 方法

2.1 前处理方法

按照《保健食品检验与评价技术规范》(2003 版)^[5]之 23 规定要求对样品进行前处理,将样品经超声提取后一式两份过柱层析,挥干后其中一份用香草醛冰醋酸显色比色测定总皂苷,另一份用甲醇溶解定溶后测定人参皂苷 Re、Rg1、Rb1、Rc、Rb2、Rd、Rg2。

2.2 液相测定条件

色谱柱 Lichrospher ODS C₁₈(250 mm×4.6 mm, 5 μm, 江苏汉邦);流速 1.0 ml/min;检测波长 203 nm;柱温 35 °C。流动相:乙腈-水梯度洗脱,淋洗条件见表 2。

2.3 样品测定

分别按照《保健食品检验与评价技术规范》(2003 版)^[5]之 23、11 规定要求进行样品含量测定。

2.4 统计方法

用 SPSS 13.0 统计软件分别对人参皂苷 Rb1、Rb2、Rc、Rd、Rg1、Rg2、Re 或各相关组分之合对总皂苷之间相关性用 Kendall's 检验进行相关分析,同样对各组分或相关组分之和对总皂苷之间的关系按进入概率小于 0.05,移出概率大于 0.1 条件进行回归分析,以 Stepwise 法、在回归系数 95% CI 内进行统计分析。

3 结果

3.1 样品测定结果

分别用两种方法对市面上销售的以西洋参为原料的含片、茶、胶囊等 31 种保健食品进行总皂苷和人参皂苷 Re、Rg1、Rb1、Rc、Rb2、Rd、Rg2 的含量测定,测定结果见表 3。

表 2 样品测定洗脱条件

时间(min)	0	20	55	65	75	80
乙腈(%)	16	18	40	40	100	16
水(%)	84	82	60	60	0	84

表 3 31 种以西洋参为原料的保健食品样品中总皂苷和人参皂苷含量测定结果(%)

序号	液相色谱法							分光光度法 总皂苷
	Rb1	Rb2	Rc	Rd	Rg1	Rg2	Re	
1	1.974	0.452	0.181	0.448	0.0603	0.321	0.905	4.82
2	3.253	0.801	0.247	0.462	0.103	0.502	1.273	7.38
3	2.486	0.642	0.158	0.361	0.074	0.413	1.124	5.84
4	2.742	0.611	0.319	0.631	0.067	0.381	1.194	6.59
5	3.082	0.646	0.192	0.391	0.084	0.528	1.106	6.69
6	1.907	0.519	0.143	0.192	0.068	0.249	1.054	4.60
7	3.123	0.668	0.421	0.619	0.072	0.472	1.304	7.42
8	3.276	0.677	0.213	0.571	0.084	0.481	1.153	7.17
9	0.622	0.218	0.112	0.053	0.154	0.081	0.222	1.62
10	2.242	0.033	0.211	0.518	0.103	0.025	0.334	4.15
11	0.774	0.044	0.192	0.368	0.054	0	0.472	2.11
12	2.491	0.052	0.584	0.921	0.133	0.032	0.893	5.67
13	0.581	0.021	0.184	0.233	0.044	0	0.223	1.44
14	2.154	0.062	0.331	0.707	0.143	0.023	0.833	4.72
15	0.483	0.032	0.161	0.254	0.047	0	0.222	1.33
16	0.715	0.351	0.103	0.022	0.091	0.084	0.193	1.73
17	2.232	0.556	0.221	0.347	0.093	0.342	0.925	5.24
18	0.504	0.021	0.163	0.181	0.037	0.034	0.174	1.23
19	0.533	0.407	0.121	0.031	0.124	0.092	0.394	1.78
20	0.243	0	0.062	0.103	0	0	0.074	0.55
21	3.033	0.675	0.414	0.421	0.083	0.457	1.455	7.26
22	0.543	0.151	0.044	0.091	0.027	0.072	0.273	1.32
23	0.933	0.031	0.253	0.337	0.062	0	0.374	2.22
24	0.921	0.024	0.147	0.202	0.081	0	0.282	1.96
25	1.091	0.062	0.331	0.422	0.123	0.027	0.443	2.77
26	0.703	0.043	0.211	0.252	0.052	0	0.284	1.72
27	2.232	0.071	0.344	0.737	0.151	0.023	0.833	4.88
28	0.591	0.145	0.045	0.084	0.019	0.091	0.231	1.34
29	1.002	0.214	0.135	0.199	0.023	0.151	0.418	2.38
30	0.432	0.096	0.058	0.061	0.012	0.065	0.206	1.03
31	0.187	0.039	0.012	0.033	0	0.028	0.066	0.41

3.2 各组分含量与总皂苷之间的相关性统计结果

按 2.4 项要求设定统计条件,结果显示: 人参皂苷各功效成分除 Rg1 外其余组分与总皂苷的相关性显著, 差异有统计学意义 ($P \leq 0.01$), 但只有 Rb1、Re 之和与总皂苷含量符合回归条件, 线性回归方程为 $y = 0.17 \times 1.59x$, 其中 y 为总皂苷含量, x 为 Rb1、Re 含量之和, $r = 0.999$, 回归系数 95% CI = 1.56 ~ 1.62。

4 讨论

西洋参制保健食品中其药理活性成分主要为总皂苷, 目前总皂苷的测定方法多出自《药典》且以重量法和比色法为主, 未解决糖对方法的干扰, 且不能区分其它植物苷类对测定结果的影响。例如西洋参、三七均是五加科人参属植物, 都含有皂苷, 但其药理作用和疗效有很大区别, 含量测定都用香草醛冰醋酸显色比色法, 总皂苷含量虽符合企业制定标准, 但不能有效保证产品相应的保健功效, 因此不可能保证产品质量, 故用现有的比色法测定总皂苷含量来判定产品质量存在很多不足。本实验通过液相

色谱法测定保健食品中 Rb1 和 Re 的成分含量, 并利用相关方程式计算产品的总皂苷含量, 即可有效避免糖类和其它植物苷类对测定结果的干扰, 依此来判定产品质量将更为科学。

本实验测定了以西洋参为原料的西洋参片、西洋参茶、西洋参胶囊等保健食品 31 份, 通过两种方法分别测定了 7 种主要人参皂苷成分含量和总皂苷含量, 在样品含量测定过程中, 两种检测方法使用相同的前处理过程, 这样就会使液相色谱法测定结果偏低, 但为了保证两种方法测定结果之间的可比性, 以便统计各组分对总皂苷之间的相关性, 本实验仍采用相同的前处理方法。结果表明人参皂苷 Rb1、Re、Rb2、Rd 在总皂苷中比重相对较高, 考虑含量较低的组分测定数据对结果统计产生误差相对较大, 故在统计时只考虑含量相对较高的组分来统计其对总皂苷的相关性和回归分析。通过对总皂苷的相关性和线性回归进行统计分析, 除 Rg1 外其余各组分含量对总皂苷均有非常显著的统计学意义 ($P < 0.001$), 但是 Rb1、Re 含量之和对总皂苷的相关性最好, 相关系数为 0.999。从回归分析统计结果可

以看出,在给定的条件下只有 Rb1、Re 含量之和与相应的总皂苷测定结果相关性符合要求,线性回归方程为 $y = 0.17 + 1.59x$, $r = 0.999$, 在该方程中, 0.17 系 x 为 0 时 y 的截距,在此可认为是化学法测定总皂苷的系统误差,1.59 为方程回归系数,其 95% CI = 1.56 ~ 1.62。考虑西洋参制保健食品总皂苷是产品标注的有效成分,且产品质量并无统一标准,多为企业标准自定限值,即总皂苷的含量不少于指定值为合格,为能最大限度地保证产品质量,故取其单侧 95% CI 下限值 1.56,并舍弃原方法测定所产生的系统误差值,即用液相色谱法测定以西洋参为原料的保健食品人参皂苷 Rb1、Re 的含量之和与分光光度法测定总皂苷含量的相关方程为 $y = 1.56x$ 。即用液相色谱法测定以西洋参为原料的保健食品人参皂苷 Rb1、Re 的含量之和乘以 1.56 即可换算出总皂苷含量。

本实验验证了以西洋参为原料的保健食品中人

参皂苷 Rb1、Re 的含量之和对总皂苷含量之间的关系,并确定了相关方程。同样亦可用相同方法来探索吉林人参和高丽参中各成分含量与总皂苷之间的相关性,为保证参制保健食品产品质量提供准确的检测依据。

参考文献

- [1] 孟祥颖,魏春雁. 西洋参茎叶皂苷提取方法的优选[J]. 人参研究, 1996, 6 (1) : 31-33.
- [2] 丁之恩,严平. 西洋参茎叶总皂苷的提取分离研究[J]. 经济林研究, 2000, 18 (1) : 58-59.
- [3] 邹建伟,杜东娜,李树殿. 引种西洋参会不会发生变异[J]. 人参研究, 2001, 13 (1) : 8-10.
- [4] 孟祥颖,任跃英,李向高,等. 西洋参中皂苷类成分的研究综述[J]. 特产研究, 2001, 3: 43.
- [5] 中华人民共和国卫生部. 保健食品中总皂甙的测定,保健食品检验与评价技术规范 理化部分(二)[S]. 2003.

论著

金黄色葡萄球菌在生乳与灭菌乳中生长状况分析

遇晓杰¹ 许晓曦² 闫军¹ 董锐¹ 薛成玉¹ 谢平会¹

(1. 黑龙江省疾病预防控制中心,黑龙江 哈尔滨 150030;

2. 东北农业大学食品学院,黑龙江 哈尔滨 150030)

摘要:目的 了解并比较金黄色葡萄球菌(*S. aureus*)在生乳与灭菌乳中的生长状况。方法 采用 GB/T 4789. 37—2008《食品微生物学检验 金黄色葡萄球菌检验》,测定不同温度下金黄色葡萄球菌在生乳和灭菌乳中的生长情况,利用 MicroFit 1.0 软件对所测数据进行分析,利用 SPSS 统计软件对该菌在生乳与灭菌乳中生长参数进行统计分析。结果 金黄色葡萄球菌在生乳中的最大生长速率明显低于在灭菌乳中的最大生长速率,二者的迟滞期、代时无明显差异。结论 金黄色葡萄球菌在生乳与灭菌乳中的生长情况差异显著,有统计学意义($P < 0.05$)。

关键词:金黄色葡萄球菌;生长;参数;生乳;灭菌乳

中图分类号:TS2 **文献标识码:**A **文章编号:**1004-8456(2010)04-0318-03

Analysis on the Growth of *Staphylococcus aureus* in Raw Milk and Sterilized Milk

YU Xiao-jie, XU Xiao-xi, YAN Jun, DONG Rui, XUE Cheng-yu, XIE Ping-hui

(Heilongjiang Center for Disease Control and Prevention, Heilongjiang Harbin 150030, China)

Abstract: **Objective** To investigate and compare the growth of *Staphylococcus aureus* (*S. aureus*) in raw milk and sterilized milk. **Method** The growth of *S. aureus* in raw milk and sterilized milk at different temperature was surveyed by using the third method of GB/T4789. 37—2008. The data were analyzed with MicroFit 1. 0 software, and the parameters on

收稿日期:2010-03-27

基金项目:黑龙江省卫生厅计划项目(2009-488)

作者简介:遇晓杰 女 主任医师 研究方向为食品安全 Email:yxjie2008@sina.com

通信作者:许晓曦 女 教授 研究方向为食品安全