

棉籽中游离棉酚的含量测定

黄永林, 阮俊, 杨雄辉, 黄贤清

(广西壮族自治区广西植物研究所, 广西桂林 541006)
中国科学院

摘要: 用紫外分光光度法测定棉籽中游离棉酚的含量。脱除棉酚的棉籽乙醚提取物经石油醚和 75%乙醇分离和纯化后, 用 0.5% 对氨基苯磺酸显色来检测棉籽中游离棉酚的含量, 结果表明, 该方法具有简便、重现性好、回收率高达 97% 以上等优点, 可作为棉籽中游离棉酚质量控制方法。

关键词: 棉籽; 棉酚; 游离棉酚; 紫外分光光度法

中图分类号: Q946-33 **文献标识码:** A **文章编号:** 1000-3142(2001)04-0371-03

Determination of the content of free gossypol in the cottonseeds

HUANG Yong-lin, RUAN Jun, YANG Xiong-hui, HUANG Xian-qing

(Guangxi Institute of Botany, Guangxi Zhuangzu Autonomous Region and The Chinese Academy of Sciences, Guilin 541006, China)

Abstract: An ultraviolet spectrophotometry method had been developed for the determination of free gossypol in the cottonseeds. After the diethyl ether extract of degossypol cottonseeds was isolated and purified by petroleum ether and 75% ethyl alcohol, it can be used to the determination of the content of free gossypol in the cottonseeds by revealing colour with 0.5% sulfanilic acid. It is a simple, good reproducibility and high recovery rate (over 97%) method for the quality control of free gossypol in the cottonseeds.

Key words: cottonseed; gossypol; free gossypol; ultraviolet spectrophotometry

游离棉酚是棉籽中的一种有毒化学物质, 它能够影响人的生育功能, 急性中毒常出现皮肤和胃灼烧、恶心、呕吐、腹泻、头痛, 危急时下肢麻痹、昏迷、抽搐、便血, 乃至因呼吸、循环系统衰竭而死亡^[1]。因此, 在棉籽的深加工前及深加工过程中需要严格控制棉籽中游离棉酚的含量, 在生产过程中很有必要探索出一种快速、准确、简便的方法来检测棉籽中的游离棉酚, 以便能及时、准确、有效地监控原料以

及产品的质量。关于棉酚的检测方法, 据我们对棉籽、棉酚、游离棉酚查新资料显示以往有红外光谱法、高效液相法、气相色谱法、紫外分光光度法等方法^[2-5], 而关于棉籽中游离棉酚的检测未见报道。在棉籽加工的大生产中, 我们考虑到仪器、溶剂、试剂及操作条件等因素, 选择了紫外分光光度法进行棉籽中棉酚的含量测定。本研究通过选取提取溶剂、减少预处理步骤、系统转溶等方法来减少被测成份

收稿日期: 2001-02-20

作者简介: 黄永林(1974-), 男, 广西全州人, 药学专业, 助理工程师, 从事植物化学研究工作。

的损失,选用稳定性好、显色效果佳、无颜色干扰的对氨基苯磺酸作显色剂。该方法简便、准确、回收率高、适用性强。

1 仪器和试剂

1.1 仪器

日本岛津 210A 型紫外光谱仪,梅特勒 AT200 电子天平,恒温水浴锅,常规玻璃仪器

1.2 试剂与样品

1.2.1 棉酚标准品 购自 Sigma 公司,石油醚(60~90 °C)、乙醚、对氨基苯磺酸、95%乙醇均为分析纯,75%乙醇(自制,用 95%乙醇加蒸馏水稀释而成)。

1.2.2 0.5% 对氨基苯磺酸水溶液的配制 称取无水对氨基苯磺酸结晶 0.5 g(0.001)溶于约 50 mL 蒸馏水中,置 60~70 °C 水浴中加热使之溶解,冷却后移入 100 mL 容量瓶中加水稀释至刻度置于冰箱中备用^[5]。

1.2.3 棉酚标准液的配制 准确称取 0.005 0 g 棉酚标准品,加入少量 95%乙醇,使其溶解,移入 50 mL 容量瓶中,加 95%乙醇稀释至刻度,此溶液相当于 100 μg/mL 棉酚,置于冰箱备用。

2 样品处理

精确称取用甲醇脱除棉酚后不同批号的棉籽 5 g 于索氏提取器中,用乙醚回流提取 6 h,回收乙醚至尽,残留物加入 75%乙醇与石油醚各 25 mL,振荡提取 30 min,使其完全溶解,转入分液漏斗,静置分层,取乙醇液置 25 mL 容量瓶中,加 75%乙醇稀释至刻度待用。

3 方法与结果

3.1 标准曲线的制备

精密吸取 0.0、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00 mL (相当于 0、20.0、40.0、60.0、80.0、100.0 μg 棉酚)棉酚标准液于编号为 0~5 号 25 mL 容量瓶中,各加入 95%乙醇至 4.0 mL,0.5%对氨基苯磺酸 2.0 mL,置 70 °C 水浴中加热 15 min,取出冷却至室温,加 75%乙醇稀释至刻度,摇匀,放置 30 min,用 1 cm 比色皿,以“0”号液调零,在 448 nm 处测定吸光度 A 值,吸光度 A 值对标准液浓度进行回归计算,得回归方程: $y=0.42x-6.48 \times 10^{-4}$ ($r=0.9998$)。线

性良好。

3.2 回收率考察

在数份已知棉酚含量的棉籽样品中,分别精确加入棉酚标准品 1.00 mg,然后按样品处理方法进行处理,显色,检测吸光度 A 值,计算游离棉酚总量。其中:回收率(%)= $\frac{X_1-X_2}{W} \times 100\%$; X_1 :测出棉酚量; X_2 :试样棉籽中棉酚量; W :试样棉籽中加入棉酚量,结果见表 1。

表 1 棉酚的回收率
Table 1 Recoveries of gossypol

加入量 Added (mg)	测得量 Found (mg)	回收率 Recovery rate(%)	平均回收率 Average recovery rate(%)
1.0	0.98	98.0	
1.0	0.96	96.0	
1.0	0.97	97.0	97.8
1.0	1.02	102.0	
1.0	0.96	96.0	

3.3 样品测定

取不同批次脱除棉酚后的棉籽,按样品处理方法进行处理,制成待测液,取待测液 1 mL 置于 25 mL 容量瓶中,按标准曲线方法显色测吸光度 A 值,代入回归方程计算棉酚含量,结果见表 2。

表 2 不同棉籽样品中棉酚含量分析结果
Table 2 Content of gossypol in different cottonseeds

棉籽批号 No. of cottonseed	紫外吸收值 A Value of UV absorption(A)	棉酚含量(%) Content of gossypol(%)
001011	0.020	2.12
001012	0.029	3.15
001013	0.060	6.71
001014	0.034	3.72

4 讨论

根据有关资料显示,用 0.5%对氨基苯磺酸显色来测定棉油中的游离棉酚,具有省时、稳定性好、干扰少、回收率高(98.0%~99.2%)、误差少等优点^[5]。因此,参照此方法测定棉籽中棉酚含量可行。但棉籽与棉油不同,棉籽中具有杂质较多,游离棉酚提取困难,故我们选用极性小、沸点低、棉酚溶解性好的乙醚作为提取溶剂,采用索氏提取器为提取器具,这样提取出来的游离棉酚杂质较少,然后再通过极性较大的 75%乙醇水溶液与石油醚混合溶剂系统转溶,以至达到尽可能除尽杂质的目的。

实验检测数据表明,用乙醚为提取溶剂,0.5%对氨基苯磺酸为显示剂,紫外分光光度法检测棉籽中的棉酚含量的方法具有稳定性好、简便、回收率高(平均 97.8%)等优点,可适用于中小型企业棉籽深加工中作为棉籽中棉酚含量的监测方法。

参考文献:

- [1] 尚瑛达. 浅谈棉籽油中棉酚及其测定[J]. 粮油食品科技, 2000, 8(2): 32-35.
- [2] 马建发. 红外光谱法测定棉籽及棉粕中棉酚的含量[J]. 中草药, 1991, 22(3): 110-109.
- [3] 张延伸, 房玉水, 邓峰, 等. 用高效液相色谱法(HPLC)测定棉籽蛋白中的游离和总棉酚[J]. 营养学报, 1995, 17(4): 419-423.
- [4] 黄天宝. 棉籽饼中残留棉酚的反相高效液相分谱分析[J]. 分析化学, 1989, 1(11): 1025-1027.
- [5] 张恕愚, 蒋建军, 陈学诚, 等. 乙醇提取对氨基苯磺酸显色测定游离棉酚含量的方法研究报告[J]. 河北粮油科技, 1992, (1): 42-47.

欢迎订阅《广西热带农业》

本刊是由广西热带作物学会和广西亚热带作物研究所主办的农业技术期刊。主要刊登各类果树、经济作物、名优蔬菜、饲料植物、食用菌以及畜禽、水产等农业范畴内以种植、养殖、引种、推广、病虫害防治、保鲜加工、资源保护、开发利用及市场信息等为内容的科技文章。具有内容丰富, 科学实用, 可读性强之特色, 让广大读者开卷有益, 学以致用。

本刊为大 16 开本, 季刊, 公开发行, 2002 年改为邮发, 邮发代号: 48-117, 全国各地邮局(所)均可订阅。全年订价 14.00 元整。

编辑部地址: 广西南宁市邕武路 22 号

邮编: 530001 电话: (0771) 3348689