

## 二苯胺棉酚中棉酚的含量测定

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二苯胺棉酚中棉酚的含量。方法回收率平均达 93.6% 以上, 变异系数(CV)为 1.2%。该方法准确, 重现性好, 可作为二苯胺棉酚质量监控方法。

**关键词:** 棉酚; 二苯胺棉酚; 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(2002)04-0368-02

## Determination of the content of gossypol in the diphenylamine gossypol

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 was used to determine the content of gossypol in the diphenylamine gossypol. The results showed that the recovery was over 93.6% and CV was 1.2%. The method is proved to be reliable and reproducible. It can be used for the quality control of diphenylamine gossypol.

**Key words:** gossypol; diphenylamine gossypol; ultraviolet spectrophotometry

二苯胺棉酚是棉籽脱毒处理过程中产生的副产物, 同时也是下一步精制棉酚的原料, 为了保证产品的质量, 很有必要对二苯胺棉酚中的棉酚含量进行监测。据查新资料显示, 棉酚的检测方法有红外光谱法、高效液相色谱法、紫外分光光度法、苯胺比色法等方法<sup>(1~4)</sup>, 但对二苯胺棉酚中棉酚的检测方法还未见报道。二苯胺棉酚本身作为一种黄色物质, 不能直接用比色法来检测, 为了保证检测的准确性, 我们采用将二苯胺棉酚溶解, 转变为醋酸棉酚、棉酚、加 0.5% 对氨基苯磺酸显色来测定<sup>(5,6)</sup>。方法回收率高, 重现性好, 适用性强。

### 1 仪器与试剂

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; 棉酚对照品购自 Sigma 公司; 所用试剂均为分析纯。

### 2 样品处理

(1) 精确称取二苯胺棉酚 0.050 g, 用硫酸: 丙酮: 水 (4: 100: 2, V/V/V) 混合溶剂 0.5 mL 溶解, 加冰醋酸 0.2 mL 反应, 放置冰箱中过夜<sup>(6)</sup>。

(2) 将上步反应液中加入 15 mL 蒸馏水稀释, 转入分液漏斗, 加入乙醚萃取振摇 4 次 (每次 20 mL), 合并乙醚萃取液于分液漏斗中, 用蒸馏水洗涤至近中性, 水洗液各用乙醚萃取 1 次, 合并乙醚液。

(3) 取上述乙醚用 30 mL 0.4% NaHSO<sub>3</sub> 水溶液反复振摇、静置分层后, 取乙醚液层用蒸馏水洗涤数次, 直至乙醚液呈近中性, 将乙醚液转至 100 mL

收稿日期: 2001-05-24

作者简介: 黄永林 (1974-), 男, 广西桂林人, 助理工程师, 从事植物化学研究工作。

容量瓶中,加乙醚稀释至刻度。

(4) 精取上步乙醚液 10 mL,回收乙醚至尽,残留物用 50 mL 75%乙醇和 25 mL 石油醚提取振摇 30 min,使其完全溶解,转入分液漏斗,待分层清晰后,将乙醇层放入 50 mL 容量瓶中,加 75%乙醇稀释至刻度制成供试液。

### 3 方法与结果

#### 3.1 线性关系考察

精密称取棉酚对照品 0.050 g,加少量 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  $\mu\text{g}/\text{mL}$  棉酚)。分别精取 0.0、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00 mL 棉酚对照品溶液至编号为 1~6 号的 25 mL 容量瓶中,各加入 95%乙醇至 4.0 mL,0.5%对氨基苯磺酸溶液 2.0 mL,摇匀,置 70  $^{\circ}\text{C}$  水浴中加热 15 min,取出冷却至室温,加 75%乙醇至刻度,摇匀,放置 30 min,以“1”号液作调零液,分别于 448 nm 处测吸光度值,用吸光度值对浓度进行回归计算,回归方程为:  $y = 0.42x - 6.48 \times 10^{-4}$  ( $r = 0.9998$ ),线性良好。

**3.2 回收率考察:** 分别准确称取棉酚对照品 1.00 mg,加苯胺反应过夜(产物为二苯胺棉酚),然后按样品处理方法处理,显色,检测吸光度 A 值,计算游离棉酚含量。其中:回收率(%) =  $X_1/W \times 100\%$ ;  $X_1$ : 测出棉酚量; W: 加入棉酚对照品量,结果见表 1。

表 1 棉酚的回收率  
Table 1 Recovery rate of gossypol

加入量 Added (mg)	测得量 Found (mg)	回收率 Recovery rate(%)	平均回收率 Average reco- very rate(%)	CV (%)
1.00	0.94	94.0		
1.00	0.93	93.0		
1.00	0.94	94.0	93.6	1.2
1.00	0.92	92.0		
1.00	0.95	95.0		

**3.3 样品测定:** 精确称取二苯胺棉酚 0.050 g,按样品处理方法制成供试液,取 1 mL 按线性方程方法操作,测定吸光度值,计算含量,结果见表 2。

### 4 讨论

(1) 处理棉籽所获得的中间体(主要是二苯胺棉酚)是一种不溶于一般溶剂的物质,我们采用硫酸、丙酮、水按一定体积配比的混合溶剂溶解,结果溶解性能良好。

(2) 在样品的转溶、净化过程中,我们采用对棉酚溶解性好的极性较小的乙醚和难溶性水液系统来进行分配操作,尽可能避免了被测定成分的损失。

表 2 二苯胺棉酚中棉酚含量

Table 2 Content of gossypol in diphenylamine gossypol

编号 No.	棉酚含量(%) Content of gossypol (%)
001011	45.35
001012	44.88
001013	30.15
001014	32.52
001015	38.23

(3) 这一检测操作过程较复杂,时间较长,但检测结果准确,回收率高,重现性好,相对偏差较小。在未找到检测准确便捷的方法之前,用该方法来检测二苯胺棉酚中棉酚的含量是可取的。

#### 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棉酚和总棉酚[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, 9(1): 42-47.
- [6] 黎莲娘, 夏春芳. 从棉籽仁制取醋酸棉酚的研究[J]. 中草药通讯, 1979, 10(8): 1-3.