

• 药物分析 •

紫云英蜜中总糖及酸度的测定

蒋崇辉, 杨 杰 (衡阳市中心医院, 湖南 衡阳 421001)

[摘要] 目的 探讨紫云英蜜总糖含量和酸度的测定方法。方法 利用紫外分光光度法测定总糖的含量; 电位滴定法测定酸度。结果 紫云英蜜总糖含量为 541 mg/g 在 26.2 ~ 131 μ g 范围内呈良好的线性关系, $r = 0.998$ 平均回收率为 102.1%, $RSD = 2.79\%$ 。测定紫云英蜜酸度时, 避免了因指示剂使用而带来的误差, 提高了测定准确度, RSD 为 0.98% ~ 2.12%。结论 该方法简便准确, 可靠, 可作为紫云英蜜的质量分析方法。

[关键词] 紫云英蜜; 总糖; 紫外分光光度法; 酸度; 电位滴定

[中图分类号] R927.2 **[文献标志码]** A **[文章编号]** 1006-0111(2010)04-0291-03

Determination of total sugar and acidity in milk vetch honey

JIANG Chong-hui YANG Jie (The center hospital of Hengyang, Hengyang 421001, China)

[Abstract] **Objective** To establish the method for the quantitative determination of total sugar and acidity in milk vetch honey. **Methods** Ultraviolet spectrophotometry was used to determine the content of total sugar in honey. Potentiometric titration was used to analyze the total acidity in the honey. **Results** The total sugar in honey was 541 mg/g which showed a good linear relationship in the range of 26.2 ~ 131 μ g ($r = 0.998$). The average recovery was 102.1% and RSD was 2.79%. Potentiometric titration was used to control the response end point to avoid indicator errors when the total acidity was determined. The accuracy was improved and RSD was 0.92% ~ 2.27%. **Conclusion** The method is simple, convenient and reliable which could be used for the quality control.

[Key words] milk vetch honey; total sugar; UV-spectrophotometer; acidity; potentiometric titration

紫云英蜜又名红花草蜜或草子蜜, 具有大自然清新宜人的草香味, 甜而不腻, 鲜洁清甜, 色泽为浅琥珀色。本品有清热解毒、祛风明目、补中润燥、消肿利尿之特殊功效。蜂蜜中的糖类物质具有增强免疫力、抗癌、增强消化系统功能等^[1]作用, 近年来受到广泛关注。总糖含量和酸度是评价蜂蜜及其制品优劣的理化指标之一^[2]。为了更好的评价紫云英蜜的产品品质, 我们采用改进的苯酚-硫酸法^[3], 对紫云英蜜中总糖进行测定。由于许多紫云英蜜颜色较深, 按照进出口蜂蜜检验方法 (SN/T0852) 标准, 以酚酞作为指示剂, 按常规滴定分析方法测定其酸度时, 无法准确观察滴定终点时颜色变化, 导致误差增大。我们用电位滴定法测定紫云英蜜中的酸度, 取得了较好的效果。

1 仪器与试剂

1.1 仪器 UV-2401 PC 型紫外分光光度计 (岛津), 电位计 (湖南, HHS-3C 型 pH 计), 磁力搅拌器 (北京, 赛多利斯), BS110S 分析天平 (北京, 赛多利

斯)。

1.2 试剂 D-葡萄糖对照品 (中国药品生物制品检定所 110833-200503), 硫酸, 苯酚 (以上试剂均为分析纯), 蒸馏水, 市售紫云英蜜, 显色液 (将 50 mL 浓硫酸缓缓加入 10 mL 水中冷却至室温, 加 0.6 g 苯酚搅拌使其溶解), 0.1 mol/L 氢氧化钠标准溶液, 邻苯二甲酸氢钾基准试剂, 邻苯二甲酸氢钾标准缓冲液 (pH = 4.03), 混合磷酸盐标准缓冲液 (pH = 6.86)。

2 方法与结果

2.1 总糖的测定

2.1.1 样品的处理 精密称取紫云英蜜适量于 25 mL 容量瓶中, 加蒸馏水定容, 振摇使溶解。滤过, 取续滤液 0.5 mL 于 100 mL 容量瓶中, 加蒸馏水定容。从中取 1.00 mL 至 10 mL 具塞试管中, 备用。

2.1.2 对照品溶液的配制 精密称取 D-葡萄糖对照品 0.0131 g 于 50 mL 容量瓶中, 加蒸馏水定容, 即得对照品储备液, 浓度为 $C = 262 \mu\text{g/mL}$ 。

2.1.3 检测波长及保温温度的选择 照 2.1.1 方法制备样品, 以蒸馏水为空白, 分别加入显色剂 5 mL 摇匀, 于 50、60、70、80 $^{\circ}\text{C}$ 沸水中保温 30 min 取

[作者简介] 蒋崇辉 (1971-), 男, 本科. Tel: 13973425715. E-mail: jiangzong5715@163.com.

出,置冰水内冷却 30 min,在 200 ~ 800 nm 范围进行紫外扫描,结果样品在 483 nm 处有最大吸收,但样品的吸光度随保温温度的变化存在较大的差异,在接近沸水时,吸光度的变化趋于平坦,可能是由于保温温度低于沸水时,显色不完全而使吸光度值偏低,结果见图 1。故确定其检测波长为 483 nm,显色温度为沸水。

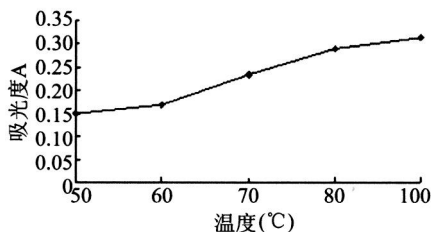


图 1 显色温度对紫云英蜜样品吸光度值的影响

2.1.4 保温时间的考察 照 2.1.1 方法制备样品,以蒸馏水为空白,加入显色剂 5 ml 摇匀,分别考察样品在沸水中保温 20、30、40、50、60、70、80 min 的吸光度,结果保温 50 min 时样品吸光度值最大,见图 2。在实验中发现显色剂配置时间过久,会使样品吸光度测定值偏低,建议显色剂应现配现用。

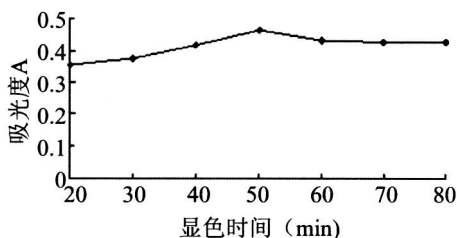


图 2 显色时间对紫云英蜜样品吸光度值的影响

2.1.5 标准曲线的制备 精密吸取对照品储备液 0.00、0.10、0.20、0.30、0.40、0.50 ml 于 10 ml 具塞试管中,分别补水至 1.00 ml 然后加入显色剂 5.00 ml 摇匀,置沸水中保温 50 min 后取出,室温放置 30 min,于 483 nm 处测定吸光度值。以终浓度为横坐标,吸光度值为纵坐标,进行线性回归,结果显示总糖在 26.2~131 μg 呈良好的线性关系,回归方程为 $Y = 0.0343X + 0.0206$, $r = 0.998$ 。

2.1.6 精密度与稳定性 精密称取样品 0.5 g 于 25 ml 容量瓶中,照样品处理方法制备样品,再从中取 1.00 ml 至 10 ml 具塞试管中,以蒸馏水为空白,照“标准曲线的制备”项下自“加入显色剂 5.00 ml”起,同法操作,测定其吸光度。该样品吸光度重复测定 5 次,结果其吸光度 RSD 值为 0.71%,说明仪器

的精密度良好。以此样品分别于室温放置 30、35、40、45、50、55、60 min 测定其吸光度。其吸光度 RSD 值为 0.68%,说明样品在室温放置 60 min 内基本稳定。

2.1.7 重现性与加样回收率 精密称取样品 0.5 g 共 6 份,置 25 ml 容量瓶中,照样品处理方法制备样品,再从中取 1.00 ml 至 10 ml 具塞试管中,以蒸馏水为空白,照“标准曲线的制备”项下自“加入显色剂 5.00 ml”起,同法操作,测定其吸光度。结果测得样品总糖平均含量为 541.20 mg/g, RSD 为 2.25% ($n = 5$)。从 100 ml 容量瓶中精密吸取该样品 0.50 ml 于 10 ml 具塞试管中,加入对照品储备溶液 0.20 ml 再补加蒸馏水 0.30 ml 后,照“标准曲线的制备”项下自“加入显色剂 5.00 ml”起,同法操作,测定其吸光度。其平均回收率为 102.1%, RSD 为 2.79%。

2.1.8 总糖含量测定 分别精密称取不同批次的样品,按已确定的测定方法操作,测定紫云英蜜中总糖的含量,结果见表 1。

表 1 各批紫云英蜜含量测定结果

样品号	平均含量 (g/100 g)
1	37.0
2	39.2
3	75.3
4	55.8
5	67.4
6	42.7
7	54.1

2.2 酸度的测定^[5]

2.2.1 实验方法 准确称定 10 g 样品于 100 ml 烧杯中,加 20 ml 经煮沸冷却后的水,开动磁力搅拌器,用 0.1 mol/L 的氢氧化钠标准溶液滴定至 pH = 8.2 为终点,记录体积,样品的酸度按下式计算:

$$\text{酸度} (^\circ\text{T}) = \frac{C_{\text{NaOH}} V}{M} \times 100$$

式中: M 测定样品的质量; C_{NaOH} 氢氧化钠标准溶液的准确浓度; V 质量为 M 的样品所消耗的氢氧化钠标准溶液的体积。

2.2.2 结果

2.2.2.1 两种方法测定酸度结果的比较 取 20 批市售的蜂蜜及制品,用国标法(常规滴定法)和本法(电位滴定法)同时测定,结果见表 2。经显著性检验, $P > 0.05$ 两种方法无显著差异。

2.2.2.2 精密度实验 取酸度值低、中、高 3 份样品,用两种方法测定同一样品,分别重复测定 6 次,

应的发生。处方点评制度相对于临床药师直接参与制订用药方案来说,虽然属于回顾性监督,但经过统计分析、合理反馈,更大程度上促进了医生和药师的用药水平,从而保障用药安全,降低医疗费用,提高医疗服务水平。

【参考文献】

[1] Koda-Kimble MA, Young LY, Kradjan W. 临床药物治疗学·感染性疾病[M]. 第8版. 王红等译. 北京: 人民卫生出版社, 2007
[2] 中国药典 2005版. 二部[S]. 2005: 附录 179
[3] 姚峰, 齐潮霞, 原广平, 等. 硝苯地平控释片 3种剂量治疗稳定性心绞痛疗效比较[J]. 中国新药与临床杂志, 2004, 23(2): 93

[4] 陈新谦, 金有豫, 汤光. 新编药理学[M]. 第15版. 北京: 人民卫生出版社, 2003: 57, 89
[5] 姚丽, 施玉成, 孙俊. 泌尿系感染菌群及药敏分析[J]. 中国误诊学杂志, 2002, 2(8): 1192
[6] 宗希乙, 沈建平, 林建设. 400种中西药注射剂临床配伍应用检索表[M]. 北京: 中国医药科技出版社, 2007.
[7] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典临床用药须知·化学药和生物制品卷[M]. 北京: 人民卫生出版社, 2006: 242.
[8] 杨玲英. 处方点评制度的实践与体会[J]. 西北药学杂志, 2008, 23(4): 245.
[9] 朱家勤, 江警予, 毛德莉. 门诊处方点评及用药分析[J]. 中国医院药学杂志, 2008, 28(14): 1121.

[收稿日期] 2009-12-01

[修回日期] 2010-04-06

(上接第 292页)

用酚酞作指示剂测定其酸度相对标准偏差为 1.22% ~ 3.98%, 用电位滴定法测定其酸度相对标准偏差为 0.92% ~ 2.27%。结果表明, 用电位滴定法的精密度优于用酚酞作指示剂, 结果见表 3。

表 2 两种方法测定样品中酸度的结果比较(°T)

样品号	国标法	本法	样品号	国标法	本法
1	1.61	1.60	11	0.58	0.59
2	1.29	1.30	12	1.86	1.85
3	0.54	0.52	13	0.73	0.72
4	0.64	0.63	14	1.59	1.56
5	0.84	0.84	15	0.75	0.74
6	0.91	0.90	16	0.78	0.77
7	1.46	1.44	17	0.81	0.82
8	1.86	1.85	18	0.93	0.94
9	1.58	1.56	19	0.86	0.87
10	1.56	1.56	20	0.77	0.77

表 3 二种方法测定紫云英蜜酸度精密度的比较

序号	酚酞指示剂			电位滴定法		
	低	中	高	低	中	高
1	0.56	1.34	1.64	0.54	1.32	1.62
2	0.53	1.33	1.59	0.52	1.30	1.59
3	0.54	1.29	1.63	0.54	1.27	1.61
4	0.51	1.27	1.61	0.52	1.29	1.60
5	0.55	1.25	1.60	0.53	1.25	1.58
6	0.57	1.27	1.63	0.55	1.27	1.59
均值	0.54	1.29	1.62	0.53	1.28	1.60
RSD(%)	3.98	2.79	1.22	2.27	1.95	0.92

3 讨论

紫云英蜜中总糖以单糖为主, 在对多糖和低聚糖进行测定时, 其含量过低, 且得到相应的多糖和低聚糖对照品较困难, 而且多糖组成不明或较复杂, 因此我们以测定其水解产物单糖来表示总糖的相对含

量。苯酚 硫酸法简单快速, 显色稳定, 精密度高, 准确度较好, 可以作为紫云英蜜总糖含量测定的有效方法^[6]。通过沸水浴加热来使其显色, 既保证了反应系统温度一致, 又很好地解决了总糖检测的重现性与准确度。本法的回收率、精密度、稳定性均较好, 且克服了其它成分的干扰, 是一简便、快速、准确的测定手段。

电位滴定法测定紫云英蜜的酸度, 排除了紫云英蜜本色对滴定终点指示剂颜色突变的干扰, 使深色的紫云英蜜及制品的酸度测定成为可能。该法误差非常小, 准确度高, 避免了人工滴定法由于要加入指示剂, 可能因加入量、指示终点与等当点、操作者对颜色判断差异等因素造成的误差。此方法的开发利用有利于快速测定大批量样品, 实验证明本法符合要求, 可广泛使用。

【参考文献】

[1] Murat K, Sevgi K, Sengul K, et al. Biological activities and chemical composition of three honeys of different types from Anatolia[J]. Food Chemistry, 2007, 100: 526
[2] 颜伟玉, 郑宇. 蜂蜜的理化指标测定[J]. 养蜂科技, 2006, 3: 39
[3] Santos B, Dorre E, Scigalski A, et al. Determination of sugars by 3,4-dinitrophenol reagent[J]. Microchemical Journal, 1995, 52: 113.
[4] 中华人民共和国国家出入境检验检疫局. SN/T0852-2000 进出口蜂蜜检验方法. 2005.
[5] 杨淑华, 张桂芳, 孙立波, 等. 电位滴定法测定乳及乳制品的酸度[J]. 预防医学论坛, 2005, 11(2): 205
[6] 李丹. 苯酚 硫酸法测定食品总糖方法的应用和改进[J]. 中国卫生检验杂志, 2003, 13(4): 506.

[收稿日期] 2010-05-07

[修回日期] 2010-06-20