

文章编号:1002-4026(2005)02-0041-03

熟地黄炮制过程中还原糖的快速测定

史建国,马耀宏,杨俊慧,杨艳,孟庆军,张利群,蒋红彬

(山东省科学院中日友好生物技术研究中心,山东 济南 250014)

摘要:采用还原糖测定仪测定熟地黄中还原糖(还原性成分)含量。结果表明,还原糖测定仪标准偏差(S) = 0.14、变异系数(CV) = 0.006(n = 8),回收率为99.9%。同常规费林氏滴定法相比,还原糖测定仪不受样品中颜色的干扰,而且快速、简单,精密度、准确度较高。

关键词:熟地黄;还原糖;费林试剂;还原糖测定仪

中图分类号: Q53:TP212.3 **文献标识码:** A

熟地黄是中医上常用的补肝肾、益精血之品。传统评价熟地黄常用“黑如漆、亮如油、甜如饴”感官标准^[1]。如何建立熟地黄科学的质量评价标准,一直是科技工作者研究的重要内容。其中,糖类是熟地黄中最重要的有效成分,还原糖及还原性物质含量是评价其质量的主要参数之一。国内目前大多采用手工费林试剂方法测定熟地黄中的还原糖,但由于熟地黄“黑如漆”的颜色,往往使滴定终点难以判断,测定结果准确性受到影响。对于用仪器自动测定熟地黄中还原糖和还原性物质研究目前还未见报道。

本研究采用还原糖测定仪测定熟地黄中还原糖和还原性物质,并同手工滴定法比较,结果表明:还原糖测定仪具有快速、准确、简单等特点,测定时间仅需3分钟,是目前熟地黄中还原糖和还原性物质含量的一种理想测定技术。

1 材料与方 法

1.1 材 料

1.1.1 测试材料 熟地黄(济南市中山药店售)。

1.1.2 试剂 费林甲液:硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)35.0g,1%次甲基兰5mL溶液,定容1000mL。

费林乙液:氢氧化钠(NaOH)126.4g,酒石酸钾钠($\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6\text{KNa} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)117.0g,亚铁氰化钾($\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)9.4g,定容至1000mL。

1%标准葡萄糖溶液:准确称取10.0g烘干的无水葡萄糖,定容1000mL。

0.3%标准葡萄糖溶液:准确称取3.0g烘干无水葡萄糖,定容1000mL。

1.1.3 样品处理方法 准确称取50.0g粉碎60目熟地黄样品,加入2000mL烧杯内,加水1000mL,在电炉上边加热边搅拌,沸腾1.5h。用滤纸过滤后定容于1000mL容量瓶中。

1.2 方 法

1.2.1 费林试剂滴定法

空白试验:取费林甲乙液各5mL于250mL三角瓶中加水10mL,并预先加入20mL 0.1%标准葡萄糖溶液,

收稿日期:2005-01-20

作者简介:史建国(1960-),博士,研究员,从事生化分析及生物传感器的研究。

混合后在电炉上加热,使溶液在 2min 内沸腾,以每分钟 20 滴的速度滴定至兰色刚好消失,记录体积。

样品滴定:取费林试液各 5mL,加入样品及适量 0.1%标准葡萄糖溶液,使其接近终点,以下操作如空白试验。用 0.1%标准葡萄糖溶液滴定(以不超过 1mL 为宜,否则应另取样重做)。根据滴定液的体积计算还原糖含量。

1.2.2 还原糖测定仪法

还原糖测定仪由山东省科学院中日友好生物技术研究中心提供^[3]。

操作步骤:接通电源(220V),进入待机状态。

(1) 开机:按“开/关”键,自动启动准备程序。

(2) 定标:按定标键,自动进入定标程序。试剂泵完成后,用微量注射器将标准品注入反应池,完成后仪器自动定标,并打印。

(3) 测定:按测定键,自动进入测定程序。试剂泵完成后,用微量注射器将标准品注入反应池,完成后仪器自动定标,并打印。

(4) 测定:按测定键,自动进入测定程序。试剂泵完成后,用微量注射器将待测标准品注入反应池,完成后打印。按测定键可重复进行测定。

2 结果与分析

2.1 精密度试验

同时采用还原糖测定仪和手工费林试剂法测定熟地黄样品中还原糖含量,每一样品进行 8 次平行测定。结果见表 1。

表 1 精密度试验结果

| 项目 | 费林试剂滴定方法(%) | | | | | | | | 还原糖测定仪法(%) | | | | | | | |
|--------|-------------|------|------|------|------|------|------|------|------------|------|------|------|------|------|------|------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 |
| 测定值 | 25.0 | 26.3 | 20.6 | 19.8 | 24.5 | 27.2 | 17.8 | 22.0 | 23.2 | 23.2 | 23.2 | 23.0 | 23.0 | 23.2 | 23.0 | 22.8 |
| 平准值 | 22.9 | | | | | | | | 23.1 | | | | | | | |
| 标准偏差 s | 3.14 | | | | | | | | 0.14 | | | | | | | |
| 变异系数 | 0.13 | | | | | | | | 0.006 | | | | | | | |

2.2 回收率试验

分别取 50mL 熟地黄待测液于 100mL 容量瓶中。同时准确称取 500.0mg 无水葡萄糖标准样品加入各容量瓶中,然后加蒸馏水定容至 100mL。配置成加样样品。用两种方法对加样样品进行测定,计算加入葡萄糖的回收率。结果见表 2。

表 2 回收率试验结果

| 项目 | 斐林试剂法(g/100mL) | | | | | 还原糖测定仪法(g/100mL) | | | | |
|-------|----------------|------|------|------|------|------------------|------|------|------|------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| 测定结果 | 1.00 | 0.94 | 0.92 | 0.98 | 1.10 | 1.08 | 1.07 | 1.08 | 1.07 | 1.05 |
| 添加前浓度 | 0.57 | | | | | 0.575 | | | | |
| 添加量 | 0.5 | | | | | 0.5 | | | | |
| 回收率 | 82% | | | | | 99.9% | | | | |

由表 2 可知费林试剂法的回收率为 82.0%;还原糖测定仪法的回收率为 99.9%,这说明还原糖测定仪

法准确度高,分析测定结果可靠性强。

3 讨论

还原糖测定仪法标准偏差(S)、变异系数(CV)均小于直接滴定法,其回收率高于直接滴定法,说明还原糖测定仪法数据的稳定性好、重现性好,测定结果的精密度、准确度高。这是因为还原糖测定仪恒定了费林试剂滴定法测定还原糖的温度、搅拌力度、蒸发量、滴定速度等手工滴定中很难控制的参数^[4],同时滴定终点不受颜色等杂质的干扰。手工费林试剂法测定还原糖时,其滴定终点受熟地黄颜色的影响,滴定终点难以判断,因此测定误差较大。还原糖测定仪操作简单,测定快速准确,测试成本低。熟地黄中还原糖测定仪方法的进一步推广应用,必将对该产品建立科学质量评价体系,使中药进一步走向世界提供更加有利的技术支持。

参考文献:

- [1] 孙秀梅,张兆旺.谈地黄炮制的现代研究[J].长春中医学院学报,1994,9(10):48-49.
- [2] 鄢盛华.间接原子吸收法测定食品中还原糖含量[J].中国公共卫生,1994,10(7):314.
- [3] 史建国,马耀宏,孟庆军,等.还原糖测定仪测定烟叶中还原糖的研究[J].烟草研究与管理,2003(1):30-31.
- [4] 赵巍.影响食品中还原糖测定的因素[J].辽宁化工,2001,30(10):64-65.

The rapid determination of reducing sugar in the proceeding of prepared *Rhizoma Rehmannia*

SHI Jian-guo, MA Yao-hong, YANG Jun-hui, YANG Yan, MEN Qing-jun, ZHANG Li-qun, JIANG Hong-bin
(Biotechnology Research Center of Shandong Academy of Sciences, Jinan 250014, China)

Abstract: The reducing sugar in the prepared *Rhizoma Rehmannia* was determined with an reducing sugar analyzer. The results show that the analyzer's standard deviation(S) is 0.14, the coefficient of variation(CV) is 0.006(n=8), and the recovery rate is 99.9%. Compared with the conventional Fehling's titration, the analyzer is more convenient, rapid and accurate for determination of reducing sugar with less interference of the black sample.

Key words: prepared *Rhizoma Rehmannia*; reducing sugar; fehling's reagent; reducing sugar analyzer