

分析检测

虫草类保健品中甘露醇含量的测定

王晓波

(国际康富来保健品有限公司, 顺德 528305)

甘露醇作为虫草类保健品中主要的保健功效成份指标, 其含量测定是依据《药典》九五版二部“甘露醇”项下方法检测, 是采用间接碘法来定量测定高碘酸与甘露醇的氧化还原反应。在实际操作中发现, 当供试品溶液中甘露醇的含量高过一定的界限, 其测定结果与实际值相比, 将有不同程度的负偏差。本文通过深入剖析实验的原理, 分析造成负偏差的原因, 从而找到解决问题的具体办法, 可供生产企业及监督检查部门参考。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

50%乙醇, 高碘酸钠, 硫酸, 16.5%碘化钾试液, 0.05mol/L 硫代硫酸钠溶液, 0.5%淀粉指示液, 甘露醇 均为优级纯试剂。

实验室常用设备。

1.2 供试品溶液制备

若样品为液体(例如虫草鸡精), 可直接作供试品溶液。

若样品为固体(例如虫草胶囊), 其供试品溶液的制备: 取样品 5g, 精密称重, 置 100ml 圆底烧瓶中, 精密加入 50%乙醇 50ml, 密塞, 称定重量(准确至 0.01g), 置水浴上回流 2h, 冷却后, 取下烧瓶, 称定重量, 用 50%乙醇补足减轻重量, 摇匀。用干燥滤纸滤过, 弃去初滤液, 取续滤液作为供试品溶液。

1.3 样品测定

取供试品溶液 10ml, 置 250ml 容量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀; 精密量取 10ml, 置碘瓶中, 精密加入高碘酸钠溶液[取硫酸溶液(1→20)90ml 与高碘酸钠溶液(2.3→1000)110ml 混合制成] 50ml, 置水浴上加热 15min, 放冷。加碘化钾试液 10ml, 密塞, 在冷暗处放置 5min, 用硫代硫酸钠溶液(0.05mol/L)滴定, 至近终点时, 加淀粉指示液 1ml, 继续滴定至蓝色消失, 并将滴定结果用空白试验校正。每 1ml 的硫代硫酸钠(0.05mol/L)相当于 0.9109mg 甘露醇(C₆H₁₄O₆)。

1.4 计算:

$$\text{甘露醇 \%} = \frac{\frac{C}{0.05} \times 0.9109 \times (V_c - V_1)}{\frac{G}{250} \times 10 \times 1000} \times 100\%$$

C——硫代硫酸钠摩尔浓度;

V_c——空白硫代硫酸钠滴定量 ml;

V₁——供试品硫代硫酸钠滴定量 ml;

G——供试品溶液容量 ml 或每 ml 供试品溶液含固体样品的重量 g。

分别称取 1.00、2.00、3.00、4.00g 甘露醇配制成 1%、2%、3%、4%的甘露醇溶液作为供试样品, 其测定数据如下表所列。

表 1 不同浓度甘露醇溶液测定值与实际值比较

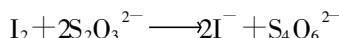
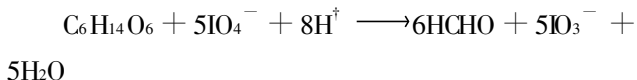
供试样品序号	甘露醇百分含量实际值 (%)	G (ml)	V ₁ (ml)	V _c - V ₁ (ml)	甘露醇百分含量测定值 (%)
1	1	10	20.50	2.05	0.98
2	2	10	18.35	4.20	2.00
3	3	10	16.95	5.60	2.67
4	4	10	16.90	5.65	2.70

C=0.1048mol/L, V_c=22.55ml

从上表得知, 样 1、样 2 的测定值与实际值基本相符; 样 3、样 4 两测定值彼此很接近, 与实际值相比, 却存在着不同程度的负偏差。为什么会负偏差? 造成负偏差的原因究竟何在?

2 负偏差原因分析

此测定方法的实验原理是利用高碘酸将甘露醇氧化成甲醛, 产生的碘酸和过量的高碘酸对碘化钾作用, 游离出来的单质碘用硫代硫酸钠滴定, 和空白试验值之差求出含量。其反应式如下:



从上述反应式可知, 1mol 甘露醇将 5mol IO_4^- 变成 IO_3^- , 所以和空白试验之差要 $5 \times (4\text{I}_2 - 3\text{I}_2)$ 对应 1mol 甘露醇, 又 I_2 对应 $2\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, 所以 1mol 甘露醇对应 10mol $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 。甘露醇的分子量为 182.17。故每 1ml 的硫代硫酸钠 (0.05mol/L) 相当于 0.9109mg 甘露醇; 氧化 1mol 甘露醇需 5mol 的高碘酸钠。高碘酸钠的分子量为 213.89。

a. 1.2.2 实验中定量加入的高碘酸钠的量为:

$$\frac{2.3}{1000} \times 110 \times \frac{50}{200} / 213.89 = 2.957 \times 10^{-4} \text{ mol}$$

b. 与 a 中的高碘酸钠完全反应的甘露醇的最大量为:

$$\frac{2.957 \times 10^{-4}}{5} = 5.914 \times 10^{-5} \text{ mol}$$

c. b 中的甘露醇相当于供试品溶液甘露醇的百分含量为:

$$\frac{5.914 \times 10^{-5} \times 182.17}{10} \times 250 / 10 \times 100\% = 2.69\%$$

从上述计算得知, 采用此法检测, 要求供试品溶液中甘露醇的百分含量不得高于 2.69% 这个界限, 否则势必存在负偏差。这也是样 3、样 4 两测定值都

接近 2.69%, 却不可能再高的原因。

3 结论

采用此法或者是原理相同的类似方法测定虫草类保健品中甘露醇的含量时, 由于高碘酸钠是定量加入的, 因此供试品溶液中甘露醇的含量必有一个相对应的可检测范围。如果当供试品溶液中甘露醇的含量超出最高检测限量, 那么其测定结果将必定存在着负偏差, 是不可取的。在这种情况下, 要想得到准确的检测结果, 就必须根据供试品溶液中甘露醇的实际含量, 相应地改变测定步骤, 很明显可以通过以下三条途径来达到: a. 适量地减少取样量; b. 适量地增大稀释倍数; c. 适量地提高高碘酸钠的浓度。

参考文献

- 1 中华人民共和国卫生部药典委员会编. 中华人民共和国卫生部药典. 北京: 化学工业出版社, 1995
- 2 宁正祥主编. 食品成分分析手册. 北京: 中国轻工业出版社, 1998
- 3 华东化工学院分析化学教研组、成都科学技术大学分析化学教研组编. 分析化学. 北京: 人民教育出版社, 1983