

微波法改进糖类物质的鉴定反应

陈金娥, 樊卫国, 张海容

(忻州师范学院生化分析技术研究所, 山西 忻州 034000)

摘要: 在微波辐射条件下, 对比研究了单糖(果糖、葡萄糖)、低聚糖(蔗糖、麦芽糖)及多糖(淀粉)与 Tollens 试剂、Benedict 试剂和 Fehling 试剂的反应现象。实验表明, 与传统水浴加热法相比, 还原性糖类物质果糖、葡萄糖、麦芽糖与 Tollens 试剂、Benedict 试剂和 Fehling 试剂反应的时间缩短、反应现象更加明显, 操作简便易行。

关键词: 微波; 糖类物质; Tollens 反应; Benedict 反应; Fehling 反应

中图分类号: O65; Q53 文献标识码: A 文章编号: 1001-9286(2007)10-0090-03

Improvement of the Identification of Saccharide Compounds by Microwave

CHEN Jin-E, FAN Wei-guo and ZHANG Hai-rong

(Lab of Biochemical Analysis, Xinzhou Normal University, Xinzhou, Shanxi 034000, China)

Abstract: The reaction phenomenon of monosaccharides (fructose and glucose) and oligose (sucrose and maltose) and polyose starch with Tollens reagent, Benedict reagent and Fehling reagent were comparatively studied in the condition of microwave. The results demonstrated that the reaction time shortened greatly compared with traditional water bathing heating method and the improved method was simple to operate with more visible reaction phenomenon.

Key words: microwave; saccharide compounds; Tollens reaction; Benedict reaction; Fehling reaction

微波技术已成功运用在有机化学合成、无机材料化学、分析化学、高分子化学领域^[1]。利用微波技术进行有机合成反应与传统加热方法相比具有以下特点^[2]: 微波辐射不但可以加快反应速度、提高反应的转化率, 通常并不改变产物的成分。通过微波辐射, 反应物从分子内迅速升温, 反应速率可提高几倍、几十倍甚至上千倍。微波法由于克服了传统的有机合成方法存在的反应时间长、耗能高、副反应、操作繁杂等局限, 受到广大科学工作者的青睐; 同时由于微波为强电磁波, 产生的微波等离子中常存在热力学得不到的高能态原子、分子和离子, 因而可使一些热力学上不可能发生的反应得以进行, 成为当前化学研究的一个热点。

本文尝试将微波技术应用于基础有机化学糖类物质的鉴定中, 通过 3 种典型试剂(Tollens 试剂、Benedict 试剂、Fehling 试剂)与糖类物质反应, 比传统水浴加热法时间大大缩短, 现象明显, 对改进传统有机化合物的鉴定方法有一定的参考价值。

1 材料与方法

1.1 试剂

硝酸银: 分析纯, 天津市化学试剂二厂; 氢氧化钠: 分析纯, 天津市北辰方正试剂厂; 氨水: 分析纯, 太原市端正特化学试剂有限公司; 柠檬酸钾: 分析纯, 中国上海试剂一厂; 无水碳酸钠: 分析纯, 天津市德思化学试剂有限公司; 硫酸铜: 分析纯, 天津市化学试剂三厂; 果糖: 分析纯, 天津市北辰方正试剂厂; 麦芽糖: 生化试剂, 中国医药公司北京采购供应站; 蔗糖: 分析纯, 天津市化学试剂一厂; 淀粉: 分析纯, 北京化工厂; 葡萄糖: 分析纯, 北京红星化工厂; 酒石酸钾钠: 分析纯, 北京化工厂。

1.2 仪器

SL-N 电子天平, 上海咪名桥精密科学仪器有限公司; WD900 型烧烤微波炉, 天津 LG 电子科技有限公司; HH-2 数显恒温水浴锅, 江西金坛市荣华仪器制造有限公司。

1.3 实验方法

基金项目: 山西省自然科学基金资助课题 No 20051028)、山西省高等学校科技开发项目(20041245)。

收稿日期: 2007-05-31

作者简介: 陈金娥(1957-), 女, 本科, 实验师, 研究方向: 食品分析教学与研究。

通讯作者: 张海容, Tel/fax: 0350-3048913。

1.3.1 试液的配制^[3]

质量分数为 2% 的糖溶液: 分别称取各种糖 1 g, 用 49 g 二次水溶解, 备用。

费林试剂: 试剂甲: 溶解 7 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 晶体于 100 mL 二次水中, 制成溶液。试剂乙: 称量 34.6 g 酒石酸钾钠、14 g 氢氧化钠溶解于 100 mL 二次水中, 制成溶液。

本尼迪克特试剂: 称取 17.3 g 柠檬酸钾和 10 g 无水碳酸钠溶解于 80 mL 二次水中; 再称取 1.64 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 晶体, 用 10 mL 二次水溶解, 慢慢倒入柠檬酸钾和碳酸钠溶液中。转移溶液到 100 mL 容量瓶中, 最后用二次水定容到 100 mL。

托伦试剂: 移取 5% 溶液 100 mL, 加入 10% 氢氧化钠溶液 2~3 滴, 产生棕色沉淀, 再慢慢加入 2% 氨水, 直至沉淀全部溶解为止。

1.3.2 微波条件下糖类物质的鉴定

取 5 支已经编号的试管, 分别加入一定体积的上述试剂和 5 滴 2% 糖溶液, 放入水浴或微波炉中(在不同微波功率下反应), 记录出现明显实验现象所需时间。

2 结果与分析

按照实验方法 1.3.2, 对比传统的水浴加热法与微波辐射条件下 Tollens 反应、Benedict 反应和 Fehling 反应所需时间。

2.1 水浴加热法与微波辐射条件下反应所需时间

在水浴加热条件下, 各种糖发生 Tollens 反应、Benedict 反应和 Fehling 反应所需要的时间见表 1。

表 1 3 种反应所需要的时间 (s)

糖类化合物	Tollens 反应时间	Benedict 反应时间	Fehling 反应时间
2% 葡萄糖	38.7	127.8	66.4
2% 果糖	34.1	63.3	61.1
2% 麦芽糖	65.0	299.2	175.9
2% 蔗糖	/	/	/
2% 淀粉	/	/	/

葡萄糖含有醛基, 是典型的还原糖, 因此, 现象比较明显; 果糖在碱性溶液中, 通过差向异构化或醇醛缩合反应^[4], 可与 Tollens 试剂、Benedict 试剂和 Fehling 试剂反应; 而麦芽糖是一个低聚糖, 由 α - 葡萄糖的甙羟基和另一个葡萄糖分子中的第 4 个碳原子上的羟基缩水而形成的 α -1,4 糖甙键, 其中一个葡萄糖还含甙羟基, 在水溶液中存在开链结构, 具有单糖的性质。多糖淀粉虽分子链末端含有甙羟基, 但因分子量大于 30000(直链淀粉), 不具有还原性。

2.2 Tollens 反应

取 25 支试管, 分为 5 组、编号, 分别加入 3 mL Tollens 试剂和 5 滴 2% 糖溶液, 放入微波炉中, 在不同功率下反应, 记录反应所需时间, 结果见表 2。还原糖出现银镜的时间与微波功率关系见图 1。

表 2 5 种糖类物质与 Tollens 试剂反应所需时间^{*}

项目	微波功率 (W)				
	180	360	540	720	900
2% 葡萄糖	27	9	7	7	7
2% 果糖	26	8	7	7	7
2% 麦芽糖	28	9	8	7	7
2% 蔗糖	/	/	/	/	/
2% 淀粉	/	/	/	/	/

注: 所需时间为样品的试管放入微波炉内, 按“开始”按钮后至银镜覆盖整个试管壁, 即出现完整银镜所花费的时间。

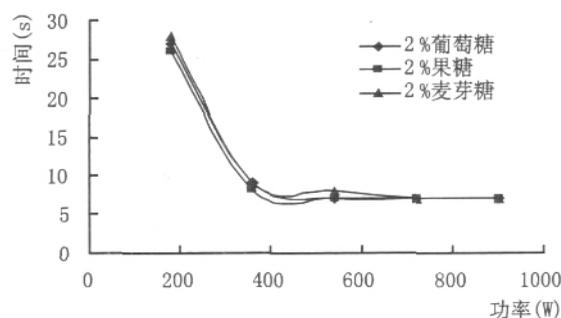


图 1 还原糖出现银镜时间与微波功率关系

由图 1 可知, 果糖、麦芽糖、葡萄糖呈现一致的变化规律: 即随微波功率增大, 反应所需时间迅速下降, 微波功率达 400 W 时, 3 种还原糖出现银镜的时间缩短到 7~8 s; 超过 400 W 时, 随微波功率增大, 还原糖出现银镜的时间基本保持不变; 与传统的水浴加热相比, 果糖、麦芽糖、葡萄糖出现银镜的时间分别缩短 4.9 倍、8.1 倍和 5.5 倍。

2.3 Benedict 反应

分别加入 2 mL Benedict 试剂和 5 滴 2% 糖溶液, 放入微波炉中, 在不同微波功率下反应, 记录试管出现明显砖红色所需时间, 结果见表 3。还原糖出现砖红色时间与微波功率的关系见图 2。

表 3 5 种糖类物质与 Benedict 试剂反应所需时间

项目	微波功率 (W)				
	180	360	540	720	900
2% 果糖	44	15	12	12	12
2% 麦芽糖	65	39	25	25	25
2% 葡萄糖	55	28	20	20	19
2% 蔗糖	/	/	/	/	/
2% 淀粉	/	/	/	/	/

由图 2 可知, 果糖、麦芽糖、葡萄糖出现砖红色的变化规律是随微波功率增大, 反应所需时间迅速下降。当微波功率超过 500 W 时, 随微波功率增大, 3 种糖类物

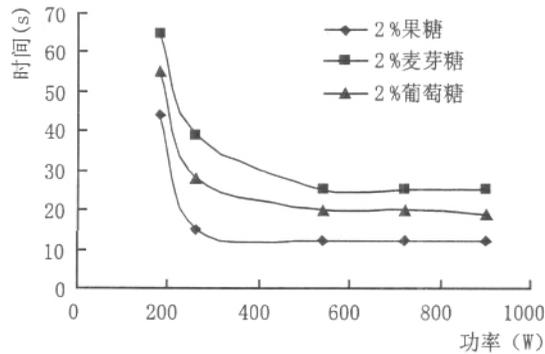


图2 还原糖出现砖红色时间与微波功率的关系

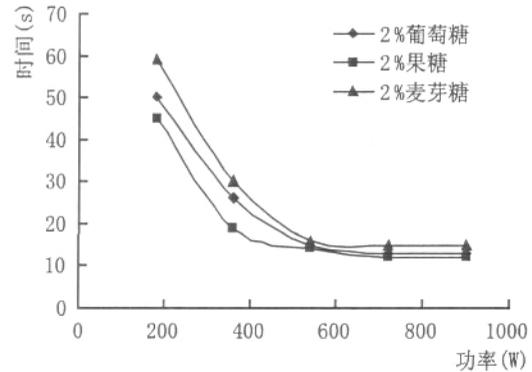


图3 还原糖出现砖红色时间与微波功率关系

质各自出现砖红色的时间基本不变;但与 Tollens 反应不同的是麦芽糖所需时间较长,约 25 s;葡萄糖 20 s,果糖最短,仅需 12 s。微波功率超过 500 W 时,与传统的水浴加热相比,果糖、麦芽糖、葡萄糖出现银镜的时间分别缩短 5.3 倍、12 倍和 6.4 倍。

2.4 Fehling 反应

分别加入 1 mL 费林试剂甲、1 mL 费林试剂乙和 5 滴 2 %糖溶液,放入微波炉中,在不同功率下反应,记录反应时间。结果见表 4。图 3 为还原糖出现砖红色时间与微波功率的关系。

表4 5种糖类物质与Fehling试剂反应所需时间

项目	微波功率(W)				
	180	360	540	720	900
2 %葡萄糖	50	26	15	13	13
2 %果糖	45	19	14	12	12
2 %麦芽糖	59	30	16	15	15
2 %蔗糖	/	/	/	/	/
2 %淀粉	/	/	/	/	/

由图 3 可知,果糖、麦芽糖、葡萄糖出现砖红色的变化规律是随微波功率增大,反应所需时间不断缩短。当微波功率超过 500 W 时,随微波功率增大,3 种糖类物质出现砖红色的时间非常接近,13~15 s;麦芽糖需

15 s,葡萄糖 13 s,果糖 12 s。微波功率超过 500 W 时,与传统的水浴加热相比,果糖、麦芽糖、葡萄糖出现银镜的时间分别缩短 5.1 倍、12 倍和 5.1 倍。

3 讨论

在微波辐射条件下各反应的反应时间均大幅缩短,微波法比传统水浴加热法更加快速、简便;对非还原性糖类物质蔗糖和淀粉,在微波辐射条件下 Tollens 反应、Benedict 反应、Fehling 反应并未发生,与传统法结果一致,说明微波辐射并未改变上述糖类物质鉴定反应的性质。值得指出的是,在微波辐射条件下,Benedict 反应和 Fehling 反应,样品由部分变红到全部变红非常迅速,在目测的情况下存在一定的误差。

参考文献:

- [1] 万芳,易灵,柴岚岚,等.多元磷酸酯的微波合成[J].四川师范大学学报(自然科学版),2005,28(6):715-718.
- [2] 周金梅,林敏,徐炳渠,等.推荐一个基础有机化学新实验——微波辐射合成肉桂酸酯[J].大学化学,2005,20(3):43-44.
- [3] 兰州大学、复旦大学化学系有机化学教研组.?????? [M],北京:人民教育出版社,1978.75-90.
- [4] 天津大学有机化学教研室、华东石油学院有机化学教研室.有机化学[M].北京:人民教育出版社,1978.125-127.

(II)[J].分析化学,2001,29(8):907-909.

- [4] 郑怀礼,龙腾锐,祝艳.催化动力学褪色光度法测定痕量铜()的研究[J].光谱学与光谱分析,2004,24(1):114-117.
- [5] 张秀香,王旭珍,金海英.标准加入原子吸收法连续测定果酒中钙铁铜的含量[J].酿酒科技,2000,(2):75-76.
- [6] 孙淑清,曾铃,代丽双,等.火焰原子吸收光谱法测定葡萄中的铜含量[J].辽宁工学院学报,2005,25(6):418-420.
- [7] 林福兰.一种测定食品中痕量铜()的催化荧光新方法[J].食品科学,2003,24(9):116-119.
- [8] 曾晓燕,黄婉莹,吴雪群,等.散射光谱法测定微量铜的研究[J].江西化工,2005,(4):117-119.

(上接第 89 页)

光强度明显增强,且 $I = I_0$ 随 Cu(II)浓度的增加而增大,其 I 值与 Cu(II)浓度成正比,有良好的线性关系。方法选择性好,对白酒样品无需分离,可直接测定样品中 Cu(II)的含量。

参考文献:

- [1] 李祖碧,王加林,徐其亨.丁基罗丹明 B-铜钨杂多酸光度法测定微量铜[J].分析实验室,1997,16(6):6-9.
- [2] 赵霞,曹秋娥,朱洪友,等.一个新的 8-磺酰氨基喹啉衍生物与铜(II)的显色反应及其应用[J].化学试剂,2001,23(5):282-283.
- [3] 王旭珍,庞秀江,朱启秀,等.催化动力学光度法测定痕量铜