



近红外光谱仪快测天冬水分和浸出物 ——斯菲提克

实验操作：斯菲提克研发部全体

2024年2月21日

目录
CONTENT

1

天冬收集和前处理

2

天冬水分和浸出物检测

3

天冬检测参考资料

实验时间

- 1、天冬收集和前处理， 2023年11-12月。
- 2、天冬水分和浸出物检测， 2023年12月。
- 3、天冬参考文献和资料， 2023年11-12月。

SPTC

近红外

天冬检测全过程，最重要
设备是斯菲提克近红外。

型号：SPTC2500



SPTC

电子分析天平

天冬检测，称量设备：

电子分析天平。

型号：ES-E120A



SPTC

烘箱

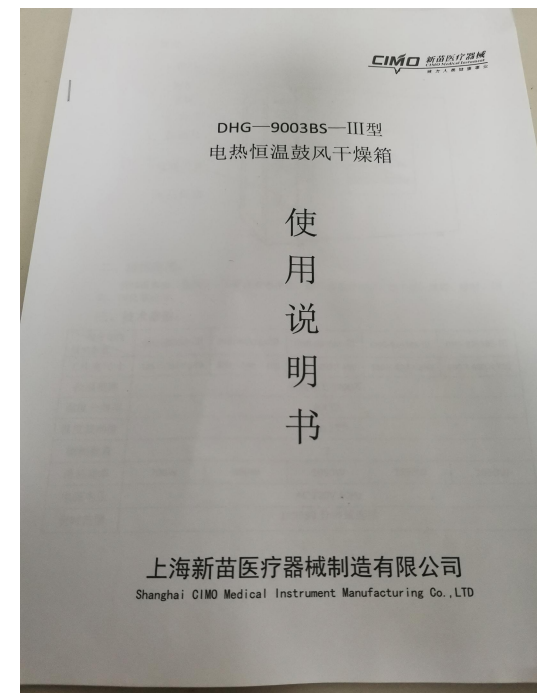
天冬检测，烘干设备，
NÜVE烘箱。

型号：KD 200



设备

天冬检测，烘干设备，
电热恒温鼓风干燥箱。
型号：DHG-9003BS



SPTC

1、天冬收集和前处理 (清洗, 剪根, 风干表面水分, 切片)

(1)鲜天冬剪根



(2)鲜天冬 风干表面水分



(3) 鲜天冬 风扇吹干表面水分



(4)鲜天冬 切片

SPTC

2.1、天冬水分和浸出物检测 (60目过筛, 称样, 浸泡, 沸腾)



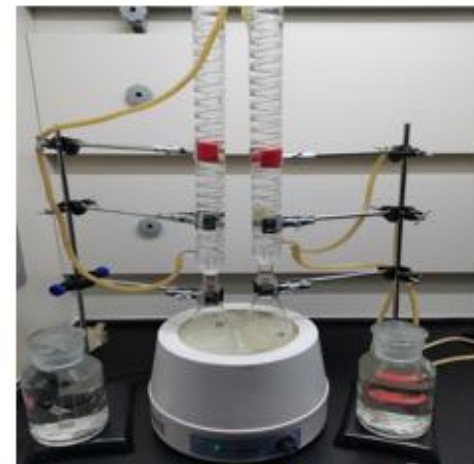
(9)天冬粉 过60目筛



(10)天冬粉 筛上物——圆筛里
天冬粉 筛下物——金属框里



(11) 天冬粉 60目筛下物
称样2g 和 50%乙醇100ml
浸泡1小时



(12)天冬粉 沸腾1小时

SPTC

2.2、天冬水分和浸出物检测 (冷却 补重 离心 过滤, 水浴蒸干, 烘干 称量等)



(13)沸后冷却 补重
4000r/min离心5min,
过滤



(14)滤液25ml至坩埚 (蒸发皿),
97℃及其以上水浴, 蒸干50%的酒精



(15) 滤液蒸干, 剩余浸出物
(坩埚里的浅黄色物质),
105℃烘箱烘3小时,
冷却称量即可



(16)烘箱不够, 用风扇风干, 再60度烘干
(出现问题, 分析问题, 想办法, 解决问题)

SPTC

2.3、天冬水分和浸出物，数据总结

2.3.1 鲜天冬片，水分为：70-83%。（105℃-3小时）

其中：70-80%（占80%），80-83%（占20%）

2.3.2 天冬粉，水分为：6.0-11.3%。（105℃-5小时）

其中：7.0-11.0%（占90%），6.0-7.0和11.0-11.3%（占10%）

2.3.2 天冬粉，浸出物为：68.0-97.0%。（乙醇沸腾-1小时）

其中：90.0-97.0%（占80%），68.0-90.0%（占20%）

SPTC

3、天冬检测参考资料

参考资料

3.1、DB51/T 3085-2023 川产道地药材生产技术规范 麦冬

3.2、T/QAS 012-2020 枸杞中浸出物含量的测定 热浸法

3.3、天冬水分、浸出物含量测定方法（附）

天冬水分、浸出物含量测定方法

一、样品前处理

(1) 天冬蒸煮

取大小基本一致鲜天冬分别在沸水中蒸或煮透，蒸制条件 120 度，1.01kpa 条件下 1 分钟；煮制条件煮沸 15~25 分钟左右。

(2) 天冬去皮

人工去皮。

(3) 天冬干燥

天冬的干燥方式主要为恒温烘干。烘干温度为 40~45℃，烘干时间一般为 24~48 小时，具样品大小而异。

二、水分的测定方法（烘干法）

精密称取天冬粉末（过 60 目筛）2~5g，平铺于干燥至恒重的称量瓶中，厚度不超过 5mm，精密称定，开启瓶盖在 105℃烘箱中干燥 5 小时，将瓶盖盖好，移置干燥器中，放冷 30 分钟，精密称定，再在 105℃干燥 1 小时，放冷，称重，至连续两次称重的差异不超过 5mg 为止。根据减失的重量，计算供试品中含水量 ω_2 （%）。

三、浸出物的测定

取天冬粉末（过 60 目筛）约 2g，精密称定，置 250mL 的锥形瓶中，精密加稀乙醇（50%）100mL，密塞，称定重量，静置 1 小时后，连接回流冷凝管，加热至沸腾，并保持微沸 1 小时。放冷后，取下锥形瓶，密塞，再称定重量，用稀乙醇补足减失的重量，摇匀，4000 r/min 离心 5min，过滤，精密量取滤液 25mL，置已干燥至恒重的蒸发皿中，在水浴上蒸干后，于 105℃干燥 3 小时，置干燥器中冷却 30 分钟，迅速精密称定重量，以干燥品计算供试品中醇溶性浸出物的含量 ω （%）。

试样中浸出物的含量 ω （%），按式（1）计算：

$$\omega = \frac{(m_2 - m_1) \times F}{m \times V_1} \times \frac{100}{100 - \omega_2}$$

式中：

m —试样的质量，单位为克（g）；

m_1 —蒸发皿质量，单位为克（g）；

m_2 —恒重后蒸发皿和浸出物的质量，单位为克（g）；

V —试样中加入的提取液水的体积，单位为毫升（mL）；

V_1 —称取滤液的体积，单位为毫升（mL）；

ω_2 —为样品水分，单位为%。

计算结果按GB/T 8170进行修约，保留小数点后一位。

IDS 65.020.01
025 G 23

DB51

四川省地方标准

DB51/T 3085—2023

川产道地药材生产技术规范 麦冬

2023-06-19 发布

2023-08-01 实施

四川省市场监督管理局 发布

KCS 65.020
B 05

T/QAS

青海省标准化协会团体标准

T/QAS 012—2020

枸杞中浸出物含量的测定 热浸法

2020-07-15 发布

2020-07-31 实施

青海省标准化协会 发布

SPTC

3.3、附参考资料：天冬水分、浸出物含量测定方法

天冬水分、浸出物含量测定方法

一、样品前处理

(1) 天冬蒸煮

取大小基本一致鲜天冬分别在沸水中蒸或煮透，蒸制条件 120 度，1.01kpa 条件下 1 分钟；煮制条件煮沸 15~25 分钟左右。

(2) 天冬去皮

人工去皮。

(3) 天冬干燥

天冬的干燥方式主要为恒温烘干。烘干温度为 40~45℃，烘干时间一般为 24~48 小时，具样品大小而异。

二、水分的测定方法（烘干法）

精密称取天冬粉末（过 60 目筛）2~5g，平铺于干燥至恒重的称量瓶中，厚度不超过 5mm，精密称定，开启瓶盖在 105℃烘箱中干燥 5 小时，将瓶盖盖好，移置干燥器中，放冷 30 分钟，精密称定，再在 105℃干燥 1 小时，放冷，称重，至连续两次称重的差异不超过 5mg 为止。根据减失的重量，计算供试品中含水量 ω_2 （%）。

三、浸出物的测定

取天冬粉末（过 60 目筛）约 2g，精密称定，置 250mL 的锥形瓶中，精密加稀乙醇（50%）100mL，密塞，称定重量，静置 1 小时后，连接回流冷凝管，加热至沸腾，并保持微沸 1 小时。放冷后，取下锥形瓶，密塞，再称定重量，用稀乙醇补足减失的重量，摇匀，4000 r/min 离心 5min，过滤，精密量取滤液 25mL，置已干燥至恒重的蒸发皿中，在水浴上蒸干后，于 105℃干燥 3 小时，置干燥器中冷却 30 分钟，迅速精密称定重量，以干燥品计算供试品中醇溶性浸出物的含量 ω （%）。

试样中浸出物的含量 ω /%，按式（1）计算：

$$\omega = \frac{(m_2 - m_1) \times V}{m \times V_1} \times \frac{100}{100 - \omega_2} \dots\dots\dots$$

式中：

- m —试样的质量，单位为克（g）。
 - m_1 —蒸发皿质量，单位为克（g）；
 - m_2 —恒重后蒸发皿跟浸出物的质量，单位为克（g）；
 - V —试样中加入的提取液水的体积，单位为毫升（mL）；
 - V_1 —移取滤液的体积，单位为毫升（mL）；
 - ω_2 —为样品水分，单位为%。
- 计算结果按GB/T 8170进行修约，保留小数点后一位。

SPTC

斯菲提克

感谢你的观看！

请提出你的宝贵意见