

T/GZCX

团 体 标 准

T/GZCX 018-2022

刺梨及其制品中总黄酮含量的测定

2022-11-22 发布

2022-12-01 实施

贵州省刺梨行业协会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》给出的规则起草。

本标准由国药集团贵州大健康产业发展有限公司提出。

本标准由贵州省刺梨行业协会归口。

本标准起草单位：国药集团贵州大健康产业发展有限公司、国药集团同济堂（贵州）制药有限公司、贵州初好农业科技开发有限公司、贵州金维宝生物技术有限公司、贵州天赐贵宝食品有限公司、贵州明安实业有限公司、中志浩刺梨产业开发(贵州)有限公司。

本标准主要起草人：漆正方、孙宜春、钱品、陈杉、闫福泉、朱荣金、蔡志林、王鹏娇、王智旺。

本标准为首次发布。

刺梨及其制品中总黄酮含量的测定

1 范围

本标准规定了刺梨及其制品中总黄酮含量（以芦丁计）测定的紫外分光光度法。

本标准适用于刺梨鲜果、刺梨干果、刺梨果脯、刺梨冻干粉、刺梨喷干粉、刺梨原汁、刺梨浓缩汁等刺梨及其制品中总黄酮含量的测定。

本标准总黄酮的检出限：0.63 mg/100g；定量限：7.0 mg/100g。

2 规范性引用文件

本标准中引用的文件对于本标准的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本标准。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和实验方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1 刺梨鲜果

新鲜、未经过加工的刺梨成熟果实。

3.2 刺梨干果

以刺梨果实为原料，经脱水，未经糖渍，添加或不添加食品添

加剂制成的刺梨制品。

3.3 刺梨果脯

以刺梨果实、白砂糖或其他甜味剂为主要原料，添加或不添加食品添加剂，经预处理、糖渍、干燥或不干燥等工艺制成的刺梨制品。

3.4 刺梨冻干粉

通过真空冷冻干燥方法制成的刺梨粉末制品。

3.5 刺梨喷干粉

以刺梨果实、刺梨原汁或刺梨浓缩汁，经喷雾干燥制成的刺梨粉末制品。

3.6 刺梨原汁

以刺梨果实为原料，经清洗、物理破碎、机械压榨、过滤或不过滤、灭菌后取得的清汁或浊汁制品。

3.7 刺梨浓缩汁

以刺梨果实为原料，经清洗、物理破碎、机械压榨等工艺后，再经浓缩工艺除去一定水分后制得的制品。

4 方法原理

黄酮类化合物是具有苯并吡喃环结构的一类天然化合物的总称。溶于乙醇的黄酮类化合物在弱碱性条件下，与铝盐络合反应后生成有色物质，可在 420 nm 波长附近产生最大吸收。在一定浓度范围内，其吸光度与黄酮类化合物的含量成正比。与芦丁标准品比较，可定量测定黄酮类化合物的含量。

5 试剂和材料

5.1 试剂

除另有规定外，仅使用分析纯试剂和 GB/T 6682 规定的一级水。

5.1.1 芦丁 ($C_{27}H_{30}O_{16}$, CAS 号: 153-18-4) 标准品, 纯度 $\geq 98.0\%$ 。

5.1.2 无水乙醇 (C_2H_6O)。

5.1.3 硝酸铝 [$Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$]。

5.1.4 醋酸钾 ($C_2H_3KO_2$)。

5.2 试剂配制

5.2.1 芦丁对照品溶液 (1 mg/mL)：精密称取 50 mg (精确至 0.1 mg) 芦丁标准品，加少量无水乙醇溶解，转移至 50 mL 容量瓶中，加无水乙醇定容至刻度，摇匀。

5.2.2 硝酸铝溶液 (100 g/L)：称取 $Al(NO_3)_3 \cdot 9(H_2O)$ 17.60 g (精确至 0.01 g)，加少量水溶解，转移至 100 mL 容量瓶中，加水定容至刻度，摇匀。

5.2.3 醋酸钾溶液 (98 g/L)：称取 $C_2H_3KO_2$ 9.80 g (精确至 0.01 g)，加少量水溶解，转移至 100 mL 容量瓶中，加水定容至刻度，摇匀。

6 仪器和设备

6.1 紫外分光光度计。

6.2 高速破壁机。

6.3 分析天平，感量为 0.0001 g。

6.4 超声波提取器。

6.5 离心机, 4000 r/min。

6.6 组织捣碎机。

7 分析步骤

7.1 试样制备

将刺梨鲜果 (3.1) 刺梨鲜果去皮、去籽, 组织捣碎机打浆, 混合均匀, 备用; 去除刺梨果干 (3.2) 和刺梨果脯 (3.3) 中可见杂质, 用高速破壁机粉碎, 将其制成粉状, 备用; 刺梨冻干粉 (3.4) 和刺梨喷干粉 (3.5) 研磨均匀备用。

7.2 试样提取

7.2.1 固态试样:

取 7.1 样品 0.5 ~ 2 g, 精密称定 (精确到 0.0001 g), 置烘干恒重具塞锥形瓶中, 加无水乙醇 50 mL, 称定重量, 置于超声波提取器中超声处理 1 小时 (每 20 分钟摇匀溶液一次), 放冷, 再称定重量, 用无水乙醇补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 续滤液离心 10 分钟, 取上清液, 即得。

7.2.2 液态试样:

刺梨原汁 (3.6)、刺梨浓缩汁 (3.7) 等液体样品, 精密量取样品 1~10 mL, 置烘干恒重具塞锥形瓶中, 加无水乙醇 50 mL, 称定重量, 置于超声波提取器中超声处理 1 小时 (每 20 分钟摇匀溶液一次), 放冷, 再称定重量, 用无水乙醇补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 续滤液离心 10 分钟, 取上清, 即得。

7.3 标准工作曲线

准确量取芦丁对照品溶液（5.2.1）0.0 mL、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、4.0 mL、5.0 mL 分别置于 50 mL 容量瓶中，依次加入硝酸铝溶液（5.2.2）1 mL，醋酸钾溶液（5.2.3）1 mL，摇匀后加水至刻度。静置 1 小时后，在 420 nm 处测定吸光度。以 50 mL 溶液中芦丁质量（mg）为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制标准曲线。

7.4 空白试验

与试样的测定平行进行，取相同量的所有试剂，采用相同的分析步骤，但不添加试样。

7.5 试样的测定

准确量取提取液（7.2）1.0 mL 置于 50 mL 容量瓶中，依次加入硝酸铝溶液（5.2.2）1 mL，醋酸钾溶液（5.2.3）1 mL，摇匀后加水至刻度。静置 1 小时后，在 420 nm 处测定吸光度。

若样品总黄酮含量较高（吸光度不在 0.1~0.8 之间），可适当稀释后再进行分析测定。

8 分析结果的表述

8.1 刺梨鲜果、刺梨干果等固态试样

试样中总黄酮含量（以芦丁计）以百分含量（%）表示，按公式（1）进行计算。

$$x = \frac{m \times d}{M \times 1000} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

x——试样中总黄酮含量（以芦丁计）；

m ——由标准曲线查出的样品中芦丁质量，单位为毫克（mg）；

M ——试样质量，单位为克（g）；

d ——样品稀释倍数；

计算结果保留小数点后两位。

8.2 刺梨原汁、刺梨浓缩汁等液态试样

样品中总黄酮含量（以芦丁计）以百分含量（%）表示，按式（2）计算：

$$x = \frac{m \times d}{v \times 1000} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中：

x ——试样中总黄酮含量（以芦丁计）；

m ——由标准曲线查出的样品中芦丁质量，单位为毫克（mg）；

v ——试样体积，单位为毫升（mL）；

d ——样品稀释倍数；

计算结果保留小数点后两位。

9 精密度

在重复条件下，获得的两次独立测定结果的绝对差值不超过算术平均值的 10%。