

ICS(XX)
X(XX)

T/GZCX

团 体 标 准

T/ GZCX 000-2023

刺梨及其制品中单宁含量测定

Determination of tannun content in Roxburgh Rose and its products

2023-XX-XX 发布

2023-XX-XX 实施

贵州省刺梨行业协会 发布

前 言

本文件依据 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》的规定起草。

本文件由贵州省天然产物化学研究中心提出。

本文件由贵州省刺梨行业协会归口。

本文件起草单位：贵州省天然产物化学研究中心、贵州省信息科技学院、贵州明安实业有限公司、贵州省刺梨行业协会。

本文件主要起草人：杨艳、韦勇、杨宏、王瑜、李立郎、李齐激、朱荣金、赵显鼎、郑周飞、龙久铃。

本文件为首次发布。

刺梨及其制品中单宁含量的测定

1 范围

本标准规定了刺梨及其制品中单宁含量检测的紫外分光光度法。

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单宁含量的测定。

本标准方法的检出限为 $0.8 \text{ mg} / 100 \text{ g}$ ，定量限： $5.1 \text{ mg} / 100 \text{ g}$ 。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件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文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法。

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

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

在碱性条件下利用单宁的还原性，可以将磷钨酸钼酸还原成蓝色，蓝色深浅与单宁含量成正相关，在 765 nm 下测定吸光度值，与标准系列比较定量。

5 试剂和材料

除非另有规定，仅使用分析纯试剂，试验用水应符合 GB/T 6682 中规定的三级水。

5.1 单宁酸（ $C_{76}H_{52}O_{46}$, CAS: 1401-55-4）标准品（UV） $\geq 98\%$ 。

5.2 无水乙醇（ C_2H_6O ）。

5.3 碳酸钠（ Na_2CO_3 ）。

5.4 85 % 乙醇溶液。

5.5 Folin-Denis试剂。

5.6 单宁标准品的配制：准确称取 0.1 g（精确至 0.001 g）单宁标准品于 100 mL容量瓶中，并用超纯水定容至刻度，得到 1000 mg/L标准储备液，放入 4 °C冰箱中备用。

5.7 单宁标准品系列浓度：分别移取 0 、 10 、 20 、 30 、 40 、 50 μ L 单宁标准储备液至 10 mL 容量瓶中，分别加入 5.0 mL 超纯水，待加入试剂以后，然后加水定容至刻度。浓度分别为：0、1 mg/mL、2 mg/mL、3 mg/mL、4 mg/mL、5 mg/mL。

6 仪器和设备

6.1 可见分光光度计。

6.2 分析天平，感量为 0.001 g。

6.3 超声波提取器。

6.4 涡旋振荡器。

6.5 离心机，4000 r/min。

6.6 高速破壁机。

7 测定步骤

7.1 样品处理

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

7.2 试样提取

7.2.1 固态试样：

取 7.1 样品 2 g，精密称定（精确到 0.0001 g），置 50 mL 具塞离心管内，加 5 mL 水浸润样品，

加 85 %乙醇溶液 40 mL 超声处理 90 分钟，超声过程中振摇数次，保持固相完全分散。超声结束后离心（8000 rpm、4 °C）10 分钟，滤过，用水洗涤沉淀物，合并洗液及滤液，加水定容至 50 mL 容量瓶，即得。

7.2.2 液态试样：

刺梨原汁、刺梨浓缩汁等液体样品，精密量取 样品 10 mL，置 50 mL 具塞离心管内，加 85 % 乙醇溶液 40 mL 超声处理 90 分钟。超声结束后离心（8000 rpm 、4 °C）10 分钟，滤过，用水洗涤沉淀物，合并洗液及滤液，加水定容至 50 mL 容量瓶，即得。

7.3 标准工作曲线

准确量取单宁酸标准系列浓度溶液（5.7）1.0 mL 于 25 mL 刻度试管中，加 1.0 mol/L Folin-Phenol 试剂 1.0 mL，摇匀后静置 5 分钟，再加入 12 % 碳酸钠溶液（5.2.3）3.0 mL，加水定容至刻度线，30 °C 水浴加热 90 分钟，在 765 nm 处测定吸光度。以 25 mL 溶液中单宁酸质量（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 mL，置于 25 mL 刻度试管中，加入 1.0 mol/L Folin-Phenol 试剂 1.0 mL，再加入 12 % 的碳酸钠溶液（5.2.3）3.0 mL，加水定容至刻度线，30 °C 水浴加热 90 分钟，在 765 nm 处测定吸光度。若样品多酚含量较高（吸光度不在 0.2~0.8 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

试样中总酚含量（以没食子酸计）以百分含量（%）表示，按公式（1）进行计算。

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

式中：

x——试样中总酚含量（以没食子酸计）；

m——由标准曲线查出的样品中没食子酸质量，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

样品中总酚含量（以没食子酸计）以百分含量（%）表示，按式

（2）计算：

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

式中：

x——试样中总酚含量（以没食子酸计）；

m——由标准曲线查出的样品中没食子酸质量，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 %。