

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1600—2008

水果、蔬菜及其制品中单宁含量的测定 分光光度法

Determination of tannin content in fruit, vegetable and derived product—
Spectrophotometry method

MACY INSTRUMENT
专业光度计系列生产厂家
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

2008-05-16 发布

2008-07-01 实施



中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准由中华人民共和国农业部提出并归口。

本标准起草单位：农业部果品及苗木质量监督检验测试中心(兴城)、中国农业科学院果树研究所。

本标准主要起草人：聂继云、李静、沈贵银、杨振峰、王孝娣、李海飞、王祯旭。



水果、蔬菜及其制品中单宁含量的测定

分光光度法

1 范围

本标准规定了用紫外可见分光光度法测定水果蔬菜及其制品中单宁含量的方法。

本标准适用于水果、蔬菜及葡萄酒中单宁含量的测定。

本标准方法检出限为 0.01 mg/kg, 线性范围为 0 mg/L~5.0 mg/L。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过在本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 8855 新鲜水果和蔬菜的取样方法

3 原理

以没食子酸为主的单宁类化合物在碱性溶液中可将钨钼酸还原成蓝色化合物,该化合物在 765 nm 处有最大吸收,其吸收值与单宁含量呈正比,以没食子酸为标准物质,标准曲线法定量。

4 试剂

除非另有说明,所用水均为蒸馏水,所用试剂均为分析纯试剂。

4.1 钨酸钠—钼酸钠混合溶液:称取 50.0 g 钨酸钠,12.5 g 钼酸钠,用 350 mL 水溶解到 1 000 mL 回流瓶中,加入 25 mL 磷酸及 50 mL 盐酸,充分混匀,小火加热回流 2 h,再加入 75 g 硫酸锂,25 mL 蒸馏水,数滴溴水,然后继续沸腾 15 min(至溴水完全挥发为止),冷却后,转入 500 mL 容量瓶定容,过滤,置棕色瓶中保存,使用时稀释 1 倍。原液在室温下可保存半年。

4.2 75 g/L 碳酸钠溶液:称取 37.5 g 无水碳酸钠溶于 250 mL 温水中,混匀,冷却,稀释至 500 mL,过滤到储液瓶中备用。

4.3 没食子酸标准储备液:准确称取 0.110 0 g 一水合没食子酸,溶解并定容至 100 mL,此溶液没食子酸质量浓度为 1 000 mg/L。在冰箱中 2℃~3℃下可保存 5 d。

4.4 没食子酸标准使用液:分别吸取 1 000 mg/L 没食子酸标准储备液 0.0 mL、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、4.00 mL 和 5.00 mL 至 100 mL 容量瓶中,定容,溶液质量浓度为 0.0 mg/L、10.0 mg/L、20.0 mg/L、30.0 mg/L、40.0 mg/L 和 50.0 mg/L。

5 仪器

5.1 紫外可见分光光度计。

5.2 组织捣碎机。

5.3 恒温水浴锅。

5.4 电子天平:精度为 0.01 g 和 0.001 g。

5.5 离心机:11 500 r/min。

6 分析步骤

6.1 试样的制备

将果蔬样品取可食部分,用干净纱布擦去样本表面的附着物,采用对角线分割法,取对角部分,切碎,充分混匀,按四分法取样,于组织捣碎机中匀浆备用。

6.2 单宁的提取

称取果实匀浆 2.0 g~5.0 g,用 80 mL 水洗入 100 mL 容量瓶中,放入沸水浴中提取 30 min,取出,冷却,定容,吸取 2.0 mL 样品提取液,8 000 r/min 离心 4 min,上清液备用;葡萄酒直接吸取 2.0 mL~5.0 mL 稀释至 100 mL,备用。

6.3 标准曲线的绘制

吸取 0.00 mg/L、10.0 mg/L、20.0 mg/L、30.0 mg/L、40.0 mg/L、50.0 mg/L 没食子酸标准使用液(4.4)各 1.0 mL,分别加 5.0 mL 水,1.0 mL 钨酸钠—钼酸钠混合溶液(4.1)和 3.0 mL 碳酸钠溶液(4.2),混匀,没食子酸标准溶液浓度分别为 0.0 mg/L、1.0 mg/L、2.0 mg/L、3.0 mg/L、4.0 mg/L、5.0 mg/L,显色,放置 2 h,以标准曲线 0.0 mg/L 为空白,在 765 nm 波长下测定标准溶液的吸光度,以没食子酸浓度为横坐标,吸光度值为纵坐标,绘制标准曲线。

6.4 样品的测定

吸取 1.0 mL 试样提取液(6.2),分别加入 5.0 mL 水,1.0 mL 钨酸钠—钼酸钠混合溶液(4.1)和 3.0 mL 碳酸钠溶液(4.2),显色,放置 2 h 后,以标准曲线 0.0 mg/L 为空白,在 765 nm 波长下测定样品溶液的吸光度,根据标准曲线求出试样溶液的单宁浓度,以没食子酸计。如果吸光度值超过 5.0 mg/L 没食子酸的吸光度时,将样品提取液稀释后重新测定。

7 结果计算

试样中单宁(以没食子酸计)含量按式(1)进行计算。

$$\omega = \frac{\rho \times 10 \times A}{m} \quad (1)$$

式中:

ω ——试样中单宁含量,单位为毫克每千克(mg/kg)或(mg/L);

ρ ——试样测定液中没食子酸的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

10——试样测定液定容体积,单位为毫升(mL);

A——样品稀释倍数;

m——试样质量或体积,单位为克(g)或毫升(mL)。

计算结果保留三位有效数字。

8 精密度

将没食子酸标准溶液在 200 mg/kg~4 000 mg/kg 范围添加到水果、蔬菜和葡萄酒中,进行方法的精密度试验,方法的添加回收率在 80%~120%。在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不得超过算术平均值的 15%。