

# 黔产刺梨果中总多酚的含量测定及其干燥方式考察

刘丹, 江帆\*, 丁小艳, 蔡晓静

(贵州师范大学 贵州省山地环境信息系统与生态环境保护重点实验室, 贵阳 550001)

**[摘要]** 目的:以刺梨果总多酚为考察指标,对贵州省不同来源和不同干燥方式刺梨果的品质进行研究,为其规范化种植、干燥、储存提供科学数据。**方法:**采用UV测定总多酚含量,以没食子酸为指标成分,通过单因素试验优选显色条件。测定26批不同来源样品中总多酚的含量,考察3种干燥方式对总多酚含量的影响,通过聚类分析法对测定结果进行系统处理和解析。**结果:**没食子酸在 $2.5 \sim 5.4 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 线性关系良好( $r=0.9997$ ),平均加样回收率102.93% (RSD 3.3%)。26批样品中总多酚质量分数平均值10.06%,其中实验室采集自制样品平均含量为10.77% ( $n=22$ ),4批市售样品均值6.14% ( $n=4$ )。60℃烘干、冷冻干燥和40℃减压干燥的样品中总多酚质量分数分别下降了33.57%, 23.96%和24.38%。**结论:**建立的刺梨果中总多酚的含量测定方法简便、重复性好,可为提升地方标准提供参考。不同干燥方式对刺梨果中总多酚含量的影响存在一定差异,冷冻干燥和40℃减压干燥效果相对较佳。

**[关键词]** 刺梨果; 总多酚; 紫外分光光度法; 干燥方式; 没食子酸

**[中图分类号]** R283.6; R284.1; R284.2; S131+.3 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2016)23-0020-04

**[doi]** 10.13422/j.cnki.syfjx.2016230020

**[网络出版地址]** <http://www.cnki.net/kcms/detail/11.3495.R.20160920.0915.016.html>

**[网络出版时间]** 2016-09-20 9:15

## Determination of Total Polyphenols from *Rosa roxburghii* Fruit in Guizhou and Investigation Its Drying Methods

LIU Dan, JIANG Fan\*, DING Xiao-yan, CAI Xiao-jing

(Guizhou Provincial Key Laboratory of Information System of Mountainous Area and Protection of Ecological Environment, Guizhou Normal University, Guiyang 550001, China)

**[Abstract]** **Objective:** Taking total polyphenols as index, to study on the quality of *Rosa roxburghii* fruit with different sources and different drying methods. **Method:** UV was used to determine the content of total polyphenols in 26 batches of samples with gallic acid as index component, single factor tests were adopted to optimize detecting conditions. Three kinds of drying ways were evaluated, cluster analysis was used to process and analyze the data. **Result:** Gallic acid had good linearity in the range of  $2.5 \sim 5.4 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$  ( $r=0.9997$ ), the average recovery rate was 102.93% with RSD of 3.3%. The average value of total polyphenols content in 26 batches of samples was 10.06%, 22 batches of samples, which collected by us, had the average value of total polyphenols content at 10.77%; the rest 4 batches samples, which brought from market, had the average value of total polyphenols content at 6.14%. Compared with raw products, total polyphenols content in samples under oven drying at 60℃, decompression drying at 40℃ and freeze drying decreased by 33.57%, 24.38% and 23.96%, respectively. **Conclusion:** This determination is simple and reproducible. Drying ways have different effect on total polyphenols content in *R. roxburghii* fruit, decompression drying at 40℃ and freeze drying have small effect

**[收稿日期]** 20160330(013)

**[基金项目]** 黔科合重大专项(字[2013]6006-4号);贵阳市白云区科技计划项目(白科合同[2013]8号)

**[第一作者]** 刘丹,在读硕士,从事药用植物研究, Tel:18286180985, E-mail:1210709498@qq.com

**[通讯作者]** \*江帆,研究员,主任药师,从事药品功能食品质量研究及开发, Tel:13809416556, E-mail:1780867902@qq.com

on the loss of total polyphenols.

[Key words] *Rosa roxburghii* fruit; total polyphenols; ultraviolet spectrophotometry; drying method; gallic acid

刺梨系蔷薇科蔷薇属植物,又称茨梨、缙丝花等<sup>[1]</sup>,在贵州分布最广,药食同源,目前已有大量种植。刺梨作为强天然抗氧化活性剂<sup>[2-3]</sup>,具有提高免疫功能、延缓衰老、抗氧化、抗动脉粥样硬化<sup>[4]</sup>、防癌<sup>[5]</sup>、解毒镇静<sup>[6]</sup>等作用。课题组前期研究发现,除黄酮等类物质外,刺梨总多酚与其抗氧化活性也存在明显正相关性,且总多酚质量分数高达 10% 以上。本实验拟建立刺梨果中总多酚的含量测定方法,并对不同来源和产地刺梨多酚含量进行评价,考察不同干燥方式对刺梨果总多酚含量的影响,为该有效部位的资源开发和炮制加工提供数据支持,为刺梨的质量标准提升提供参考。

## 1 材料

Cary 100 型紫外-可见分光光度计(美国瓦里安中国有限公司),ALC-210.4 型电子天平[赛多利斯科学仪器(北京)有限公司],TDZ5-WS 型医用离心机(长沙平凡仪器仪表有限公司),GZX-GFC-101-2-BS 型电热恒温鼓风干燥箱(上海博泰实验设备有限公司),LGJ-12 型冷冻干燥机(北京松原华兴科技发展有限公司)。刺梨果于各地采样及市场购买,经贵阳中医学院江维克教授鉴定为蔷薇科植物缙丝花 *Rosa roxburghii* 的果实;Folin-Ciocalteu 试剂(F-C 试剂,自制),没食子酸对照品(中国食品药品检定研究院,批号 110831-201204),水为去离子水,试剂均为分析纯。

## 2 方法与结果

**2.1 样品的处理** 市场购买的样品为干品,粉碎过 1 号筛,存于干燥器中备用。采集的样品为鲜果,祛籽后切成片,60 ℃ 烘箱干燥后粉碎过 1 号筛,存于干燥器中备用。将样品量充足的 8 批刺梨果分成鲜果冷藏,40 ℃ 真空干燥 12 h,冷冻干燥 16 h 和 60 ℃ 烘箱干燥 15 h 共 4 种方式进行处理,干燥后粉碎过 1 号筛,置于干燥器中备用。

**2.2 对照品溶液的制备** 精密称取没食子酸对照品 50.0 mg 于 50 mL 量瓶中,加水溶解并定容,得 0.899 g·L<sup>-1</sup> 储备液。精密吸取该储备液 5 mL 于 50 mL 量瓶中,加水定容至刻度,得 89.9 mg·L<sup>-1</sup> 对照品溶液,备用。

### 2.3 供试液的制备

**2.3.1 不同产地和来源样品** 精密称取刺梨果样

品约 0.2 g,于具塞锥形瓶中,加入 60% 乙醇 15 mL,置于超声波清洗器中提取 1 h,离心(3 000 r·min<sup>-1</sup>, 15 min,下同),取上清液,即得。

**2.3.2 不同干燥方式样品** 分别用研钵将适量鲜果研碎,精密称取约 2.5 g 置于具塞锥形瓶中,加入 60% 乙醇 50 mL,置于超声波清洗器中提取 1 h,离心,取上清液,备用。取不同干燥方式刺梨果粉样品同 2.3.1 项下方法制备供试液。

### 2.4 显色条件考察

**2.4.1 检测波长** 精密吸取没食子酸对照品溶液 1.0 mL 和刺梨果总多酚供试液 0.06 mL,分别加水至 2 mL,加入 F-C 试剂 2.5 mL 和 7% 碳酸钠溶液 5 mL,加水定容至 25 mL,水浴温度 40 ℃ 反应 60 min,迅速冷却至室温,于 400~900 nm 全波长扫描,结果表明对照品溶液和供试液分别在 766,765 nm 处有最大吸收,故选择检测波长 765 nm。

**2.4.2 试剂用量** 取没食子酸对照品溶液 1.0 mL,共 5 份,分别加入 F-C 试剂 1.0,1.5,2.0,2.5,3.0 mL,混匀,其他条件同 2.4.1 项,于 765 nm 处测定吸光度 A,结果发现加入 F-C 试剂 2.5 mL 时 A 达最大值,而后 A 略微有些下降。

**2.4.3 Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 溶液加入量** 取没食子酸对照品溶液 1.0 mL,分别加入 7% 碳酸钠溶液 3,4,5,6,7,8 mL,其他条件同 2.4.1 项,于 765 nm 处测定 A,结果发现当碳酸钠溶液加入量为 5 mL 时,显色稳定。

**2.4.4 显色时间** 取没食子酸对照品溶液 1.0 mL,显色时间分别为 0,10,20,30,40,50,60,80 min,其他条件同 2.4.1 项,于 765 nm 处测定 A,结果发现反应 40~80 min 时,A 达最大值且显色稳定,故选择显色时间 40 min。

**2.4.5 反应温度** 取没食子酸对照品溶液 1.0 mL,水浴温度分别为 40,50,60,70,80 ℃,其他条件同 2.4.1 项,于 765 nm 处测定 A,温度为 70 ℃ 时 A 最大,到 80 ℃ 时下降明显,可能是 >70 ℃ 的高温会导致多酚类物质分解,故选择反应温度 70 ℃。

**2.5 方法学评价** 分别取没食子酸对照品溶液 0.7,0.9,1.1,1.3,1.5 mL 置于 25 mL 量瓶中,加入 F-C 试剂 2.5 mL,充分摇匀,加入 7% 碳酸钠溶液 5 mL,70 ℃ 水浴反应 40 min,空白组以水代替样品,在 765 nm 处测定 A,以没食子酸质量浓度为横坐标,A

为纵坐标,得回归方程  $Y = 0.1322X + 0.0401$  ( $r = 0.9997$ ),线性范围  $2.5 \sim 5.4 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 。精密吸取同一供试品溶液 1 mL,按上述方法测定,分别于显色 40,60,80,100,120,140,160 min 后在 765 nm 处测定 A,结果 RSD 1.2%,说明供试品溶液在 160 min 内稳定性良好。取干燥的同一刺梨果样品 6 份,按 2.3.1 项下方法制备供试液,按上述方法测定,计算 A 的 RSD 4.6%。精密吸取同一供试品溶液 1 mL,按上述方法测定 6 次,计算 A 的 RSD 0.6%。加样回收率试验表明平均回收率 102.93%,RSD 3.3%。

## 2.6 样品测定与分析

### 2.6.1 不同产地和来源样品

取不同产地、来源的烘箱干燥刺梨果样品,按 2.3.1 项下方法制备供试品溶液( $n = 3$ ),按 2.5 项下方法测定,按总多酚含量均以干品计,见表 1。结果 26 批黔产刺梨果中总多酚质量分数平均值 10.06%,范围 5.03% ~ 13.21%。对不同产地和来源的刺梨果中总多酚含量进行聚类分析,见图 1。26 批样品可分为 2 类,其中样品 3,11,10,13 为第 A 类,其余为 B 类。A 类中总多酚质量分数相对于其他产地的样品要低得多,这些样品均来自市场购买,可能由于储存年限不详,采摘过程、处理过程及储藏方式不同影响了总多酚含量。B 类样品均为实验室采集,总多酚质量分数最低为 8.92%,最高达 13.21%,可见不同产地之间也存在差异,但均高于市售的刺梨果,可能是因为采

表 1 不同产地和来源刺梨果中总多酚的质量分数

Table 1 Contents of total polyphenols in *Rosa roxburghii* fruit from different origins and sources

No.	产地	来源	质量分数/%	No.	产地	来源	质量分数/%
1	清镇	采样	9.24	14	谷脚-1	采样	11.01
2	罗甸-1	采样	11.37	15	谷脚-2	采样	12.18
3	罗甸-2	市场购买	6.69	16	谷脚-3	采样	12.03
4	兴义	采样	10.66	17	谷脚-4	采样	11.59
5	镇宁	采样	10.12	18	茅栗	采样	11.32
6	黔西	采样	9.34	19	三岔-1	采样	9.99
7	惠水	采样	9.79	20	三岔-2	采样	8.92
8	织金	采样	12.14	21	三岔-3	采样	10.57
9	关岭-1	采样	10.25	22	三岔-4	采样	11.14
10	关岭-2	市场购买	6.39	23	南白	采样(野生)	11.43
11	扎佐	市场购买	6.46	24	三合-1	采样(野生)	13.21
12	乌当	采样	9.29	25	三合-2	采样	10.27
13	花溪	市场购买	5.03	26	洗马	采样	11.03

集样品得到了及时处理并储存在有益的环境中,对多酚类物质影响较小。

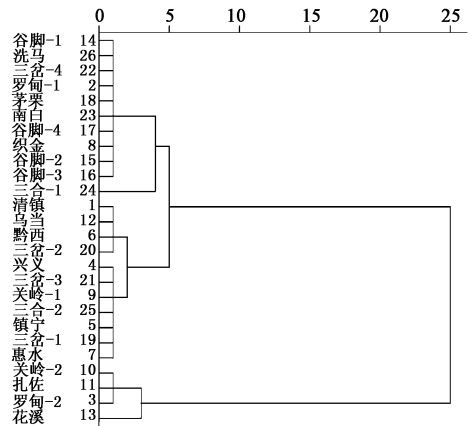


图 1 不同刺梨果中总多酚含量的聚类分析

Fig. 1 Cluster analysis of total polyphenols content in *Rosa roxburghii* fruit samples

### 2.6.2 不同干燥方式样品

不同干燥方式的刺梨果中总多酚含量测定结果见图 2。鲜果、减压干燥、冷冻干燥及烘干的样品中总多酚质量分数平均值分别为 16.65%,12.59%,12.66%,11.06%。说明不同干燥方式对刺梨果总多酚的含量产生了一定影响。经干燥处理的刺梨果与鲜果相比总多酚含量都有所下降,烘干、冷冻干燥和减压干燥的刺梨果中总多酚质量分数分别下降了 33.57%,23.96% 和 24.38%。其中 60 °C 烘箱干燥对刺梨果中多酚类物质的破坏最大。建议若需要干燥后较长时间储存,考虑减压干燥和冷冻干燥 2 种方式。

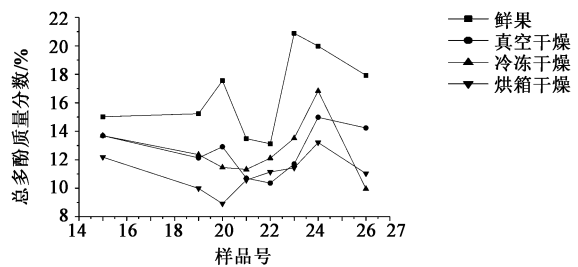


图 2 不同干燥方式对 8 批刺梨果中总多酚含量的影响

Fig. 2 Effect of different drying methods on total polyphenols content in 8 batches of *Rosa roxburghii* fruit

## 3 讨论

刺梨作为贵州省重点开发的特色资源之一,2013 年被再次列入省重大科技专项。课题组前期已对刺梨基地土壤营养成分及有害元素污染状况<sup>[7-8]</sup>、刺梨中维生素 C<sup>[9]</sup> 和三萜类<sup>[10]</sup> 等活性物质进行了研究,为刺梨资源的安全种植及科学应用提供了重要数据支持。本文针对刺梨在现行标准——

《贵州省中药材、民族药材质量标准》(2003 年版)中缺少含量测定指标的现状,选择刺梨果为研究对象,建立了刺梨果中总多酚的含量测定方法,该方法简便准确、重复性好,可为刺梨果质量标准的改进提供参考。

本文比较了 3 种干燥条件对刺梨鲜果中总多酚含量变化的影响,结果显示 40 ℃ 减压干燥与冷冻干燥结果相当,总多酚下降率分别为 24.38% 和 23.96%,而 60 ℃ 烘箱干燥下降率则达 33.57%。提示 3 种干燥条件对刺梨果总多酚含量均有较大影响,但总多酚含量在 40 ℃ 以下趋于稳定。通过测定 26 批样品中总多酚的含量,发现实验室采集自制样品与农贸市场购买的样品中总多酚含量差异较大,可能是由于市售刺梨果处理过程的不规范性和储存年限的未知性导致总多酚含量偏低,提示总多酚含量的下降还与存储时间等条件有关。刺梨总多酚含量较高,而多酚类物质具有预防 2 型糖尿病、调节脂代谢等生理活性<sup>[11-14]</sup>,故该资源的开发利用研究值得关注。后续将对干燥时间、压力、温度和长期稳定性等进行多因素试验设计,以期获取更多详细的实验数据,为刺梨总多酚的深入研究提供借鉴。

[参考文献]

[1] 罗桃,田林华,梁红燕,等.贵州省黔南州刺梨产业发展现状综述[J].中国林副特产,2014(5):97-98.  
[2] 杨江涛,杨娟,杨江冰,等.刺梨多糖对衰老小鼠体内抗氧化能力的影响[J].营养学报,2008,30(4):407-409.  
[3] 张汇慧,吴彩娥,范龚健,等.刺梨黄酮的精制及其抗氧化活性比较[J].南京林业大学学报:自然科学版,

2015,39(3):101-105.

[4] 汪俊军,刘小传,刘效林,等.刺梨汁对金黄地鼠的抗动脉粥样硬化作用[J].中国动脉硬化杂志,2001,9(1):17-22.  
[5] 王廷超.抗癌抗衰话刺梨[J].癌症康复,2003(4):28.  
[6] 唐玲,陈月玲,王电,等.刺梨产品研究现状和发展前景[J].食品工业,2013,34(1):175-178.  
[7] 丁小艳,杨皓,陈海龙,等.喀斯特山区刺梨种植基地的土壤养分状况[J].贵州农业科学,2015,43(5):120-124.  
[8] Wang Y, Ding X Y, Yang H, et al. A study on heavy metals pollution in soil and fruits of *Rosa roxburghii* Tratt from the planting bases located in the karst areas of Guizhou province [J]. Adv Mater Res, 2014, doi: 10.4028/www.scientific.net/AMR.1010-1012.88.  
[9] 蔡晓静,潘丽丽,李慧娟,等.刺梨的炮制及其炮制品中维生素 C 测定法[J].贵州师范大学学报:自然科学版,2011,29(4):6-10.  
[10] 代甜甜,杨小生.刺梨化学成分及药理活性研究进展[J].贵阳中医学院学报,2015,37(4):93-97.  
[11] 黄康,王征.绿原酸防治 2 型糖尿病作用机制的研究进展[J].中国食物与营养,2013,19(9):66-69.  
[12] 詹继红,郭银雪.刺梨干粉对 CKD3-4 期脾肾气虚夹湿型患者氧化应激相关指标的影响[J].中国实验方剂学杂志,2014,20(23):224-226.  
[13] 代甜甜,李齐激,南莹,等.刺梨抗氧化活性部位的化学成分[J].中国实验方剂学杂志,2015,21(21):62-65.  
[14] 王振宇,周丽萍,刘瑜.苹果多酚对小鼠脂肪代谢的影响[J].食品科学,2010,31(9):288-291.

[责任编辑 刘德文]