

ICS 67.080.01
CCS X 80

T/NXFSA

宁夏食品安全协会团体标准

T/NXFSA 021—2022

枸杞提取物 枸杞红素油

2022-05-01 发布

2022-05-01 实施

宁夏食品安全协会 发布

前 言

本文件按照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》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利，本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由宁夏农林科学院枸杞科学研究所提出。

本文件由宁夏食品安全协会归口。

本文件起草单位：宁夏农林科学院枸杞科学研究所、宁夏中杞生物科技有限公司、百瑞源枸杞股份有限公司、宁夏沃福百瑞枸杞产业股份有限公司、中宁县枸杞产业发展服务中心、宁夏农产品质量标准与检测技术研究所、宁夏中宁枸杞产业创新研究院有限公司。

本文件主要起草人：闫亚美、曹有龙、米佳、禄璐、罗青、安巍、何月红、张曦燕、石志刚、何军、李晓莺、尹跃、金波、刘兰英、曾乐、贾占魁、潘嘉钰、郭荣、郝万亮、张锋锋、苟春林、余君伟。

枸杞提取物 枸杞红素油

1 范围

本文件规定了枸杞红素油的术语和定义、质量要求、食品添加剂、生产加工过程的卫生要求、试验方法、检验规则、包装、标志、运输及贮存。

本文件适用于以枸杞的干燥果实为原料，经预处理后，用超临界二氧化碳或亚临界丁烷萃取制得的枸杞提取物 枸杞红素油。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 2716 食品安全国家标准 植物油
- GB 2760 食品安全国家标准 食品添加剂使用标准
- GB 5009.11 食品安全国家标准 食品中砷的测定
- GB 5009.12 食品安全国家标准 食品中铅的测定
- GB 5009.22 食品安全国家标准 食品中黄曲霉毒素B族和G族的测定
- GB 5009.27 食品安全国家标准 食品中苯并（a）芘的测定
- GB 5009.227 食品安全国家标准 食品中过氧化值的测定
- GB 5009.229 食品安全国家标准 食品中酸价的测定
- GB 5009.262 食品安全国家标准 食品中溶剂残留量的测定
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB 7718 食品安全国家标准 预包装食品标签通则
- GB 8955 食品安全国家标准 食用植物油及其制品生产卫生规范
- GB 28050 食品安全国家标准 预包装食品营养标签通则

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

枸杞红素油 the Goji berry carotenoids oil

以枸杞全果为原料，经萃取制得的含有枸杞红素和枸杞籽油的产品。

4 质量要求

4.1 原料要求

枸杞干果成熟适度、干燥、无污染、无杂质，并应符合相关的标准要求。

4.2 产品要求

4.2.1 感官要求

应符合表1的规定。

表1 感官要求

项 目	要 求
色 泽	深红色
滋味气味	具有产品应有的滋味气味
组织状态	具有产品应有的状态，无正常视力可见外来异物

4.3 理化指标

应符合表2的规定。

表2 理化指标

项 目	指 标
玉米黄素双棕榈酸酯，g/100g	≥ 1
总类胡萝卜素，g/100g	≥ 2
酸价（KOH），mg/g	≤ 10
过氧化值，g/100g	≤ 0.25
溶剂残留量，mg/kg	≤ 10
铅（以Pb计），mg/kg	≤ 0.1
总砷（以As计），mg/kg	≤ 0.1
黄曲霉毒素B ₁ ， μ g/kg	≤ 10
苯并（a）芘， μ g/kg	≤ 10

5 食品添加剂

5.1 食品添加剂质量应符合相应的标准和有关规定。

5.2 食品添加剂的品种和使用量应符合 GB 2760 的规定。

6 生产加工过程中的卫生要求

食品生产加工过程中的卫生要求应符合 GB 8955 的规定。

7 试验方法

7.1 感官检验

按 GB 2716 规定的方法检验。

7.2 玉米黄素双棕榈酸酯

按附录 A 规定的方法检验。

7.3 总类胡萝卜素

按附录 B 规定的方法检验。

7.4 酸价

按 GB 5009.229 规定的方法检验。

7.5 过氧化值

按 GB 5009.227 规定的方法检验。

7.6 溶剂残留

按 GB 5009.262 规定的方法检验。

7.7 铅

按 GB 5009.12 规定的方法检验。

7.8 总砷

按 GB 5009.11 规定的方法检验。

7.9 黄曲霉毒素 B₁

按 GB 5009.22 规定的方法检验。

7.10 苯并(a)芘

按 GB 5009.27 规定的方法检验。

8 检验规则

8.1 组批

同一工艺、同一批投料生产，混合均匀的产品为一检验批次。

8.2 出厂检验

8.2.1 产品须逐批检验，检验合格并签发合格证后方可出厂。

8.2.2 出厂检验项目为净含量、感官要求、酸价、过氧化值。

8.3 型式检验

型式检验项目包括本文件中规定的全部项目。正常生产时每年应进行一次型式检验。有下列情况之一时亦应随时进行：

- a) 原料来源变动较大时；
- b) 正式投产后，如生产工艺有较大变化，可能影响产品质量时；
- c) 出厂检验与上一次型式检验结果有较大差异时；
- d) 停产6个月以上，恢复生产时；

e) 国家监管部门提出要求时。

8.4 判定规则

检验如有不合格项，可在原批次产品中双倍抽样复检，以复检结果为准。复检后仍有不合格项，判定该批产品为不合格品。

9 包装、标志、运输、贮存

9.1 包装

包装材料应避光，封装严密，无泄露，并应符合相关食品安全国家标准要求。

9.2 标志

应符合 GB 7718 和 GB 28050 的规定。

9.3 运输

应使用食品专用运输车，不得与有毒、有害和易污染物品混装混运，运输中应防止挤压、日晒、雨淋，搬运时应轻装轻卸。

9.4 贮存

应贮存于避光、阴凉、干燥的仓库中，禁止与有毒、有害、易污染的物品一起存放。产品码放应距墙壁和地面各20 cm以上。

附 录 A
(规范性附录)
玉米黄素双棕榈酸酯测定方法

A.1 原理

枸杞红素油用二氯甲烷溶解后，经液相色谱法C30色谱柱分离，紫外检测器在450 nm 处检测，外标法定量。

A.2 仪器和设备

- A.2.1 高效液相色谱仪：配有二元及以上梯度泵，附紫外检测器或其他等效检测器。
- A.2.2 超声波清洗机。
- A.2.3 恒温水浴锅。
- A.2.4 分析天平，感量0.1 mg。

A.3 试剂和材料

- A.3.1 水：GB/T 6682一级。
- A.3.2 甲醇 (CH₃OH)：色谱纯。
- A.3.3 乙腈 (CH₃CN)：色谱纯。
- A.3.4 甲基叔丁基醚 (C₅H₁₂O)：色谱纯。
- A.3.5 二氯甲烷 (CH₂Cl₂)：色谱纯。
- A.3.6 三乙胺 (C₆H₁₅N)：色谱纯。
- A.3.7 二丁基羟基甲苯 (C₁₅H₂₄O, BHT)：分析纯。
- A.3.8 玉米黄素双棕榈酸酯标准物质 (C₇₂H₁₁₆O₄, CAS号144-67-2)，纯度≥98%。
- A.3.9 0.22 μm 滤膜：有机系。
- A.3.10 玉米黄素双棕榈酸酯储备液 (0.1 g/L)：用分析天平 (A.2.4) 准确称取1 mg (精确至0.1 mg) 玉米黄素双棕榈酸酯 (A.3.8)，加0.1 mg BHT (A.3.7)，用二氯甲烷 (A.3.5) 溶解并定容至10 mL (棕色容量瓶)，摇匀。该标准储备液应充氮后在低于-20℃冰箱中避光保存，有效期6个月。
- A.3.11 玉米黄素双棕榈酸酯标准工作液：准确移取玉米黄素双棕榈酸酯储备液 (A.3.10) 0.05 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL分别置于5 mL棕色容量瓶中，用二氯甲烷 (A.3.5) 定容至刻度，摇匀，得到质量浓度为1 mg/L、5 mg/L、10 mg/L、20 mg/L、30 mg/L的标准工作液，临用前配置，用0.22 μm滤膜 (A.3.9) 过滤后待测。

A.4 操作方法

A.4.1 试样溶液的制备

取试样于室温搅拌均匀，用分析天平 (A.2.4) 称取 30 mg (精确到 0.1 mg)，加 3 mg BHT (A.3.7)，用二氯甲烷 (A.3.5) 溶解并定容至 100 mL 棕色容量瓶中，摇匀后精密吸取 0.5 mL，置于 10 mL 棕色容量瓶中，用二氯甲烷 (A.3.5) 稀释至刻度，用 0.22 μm 滤膜 (A.3.9) 过滤后待测。

A.4.2 高效液相色谱条件

高效液相色谱仪 (A. 2. 1) 的色谱条件如下:

- a) 色谱柱: C30色谱柱 (4. 6 mm×250 mm, 粒径5 μm), 或其他等效的色谱柱;
- b) 流动相A: 甲醇 (A. 3. 2) +乙腈 (A. 3. 3) +水 (A. 3. 1) +三乙胺 (A. 3. 6) (81:14:5:0.08);
流动相B: 甲基叔丁基醚 (A. 3. 4) +二氯甲烷 (A. 3. 5) (1:1);
- c) 柱温: 25 °C;
- d) 流速: 1.0 mL/min;
- e) 进样量: 20 μL;
- f) 检测波长: 450 nm;
- g) 梯度洗脱条件如表A. 1。

表A. 1 梯度洗脱条件

时间/min	0	22	40	55	60	70
流动相 A%	84	83	45	25	84	84
流动相 B%	16	17	55	75	16	16

A. 4. 3 标准曲线的制作

按照 A. 4. 2 的测试条件, 将玉米黄素双棕榈酸酯标准工作液 (A. 3. 11) 注入高效液相色谱仪 (A. 2. 1) 中进行测试, 测定相应的峰面积, 以玉米黄素双棕榈酸酯标准工作液 (A. 3. 11) 的浓度为横坐标, 对应的峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线。

A. 4. 4 试样溶液的测定

按照 A. 4. 2 的测试条件, 将试样溶液 (A. 4. 1) 注入高效液相色谱仪 (A. 2. 1) 中进行测试, 测定相应的峰面积。试样溶液中目标物质的响应值应在仪器线性相应范围内, 否则应适当稀释。根据标准工作液色谱峰的保留时间和峰面积, 对试样溶液的色谱峰根据保留时间进行定性, 外标法定量。

A. 5 结果计算

试样中玉米黄素双棕榈酸酯的含量, 按式 (A. 1) 计算:

$$w = \frac{c \times V \times n}{m} \times 10^{-3} \times 100 \dots\dots\dots (A. 1)$$

式中:

- w — 试样中玉米黄素双棕榈酸酯含量, 单位为克每百克 (g/100g);
- c — 从标准工作曲线计算得到的试样溶液中玉米黄素双棕榈酸酯浓度, 单位为毫克每升 (mg/L);
- V — 试样溶液的定容体积, 单位为毫升 (mL);
- n — 稀释倍数;
- m — 试样的称样量, 单位为毫克 (mg);
- 10^{-3} — 换算系数;
- 100 — 换算系数。

计算结果以重复条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示, 计算结果保留小数点后两位有效数字。

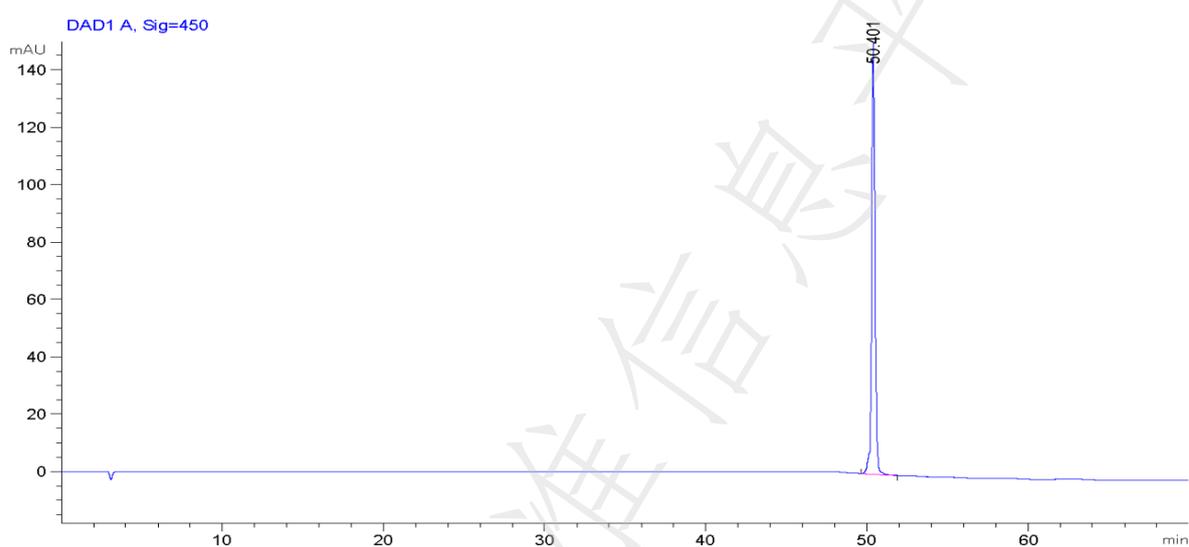
A. 6 精密度

在重复条件下获得的两次独立测定结果的相对误差不超过10%。

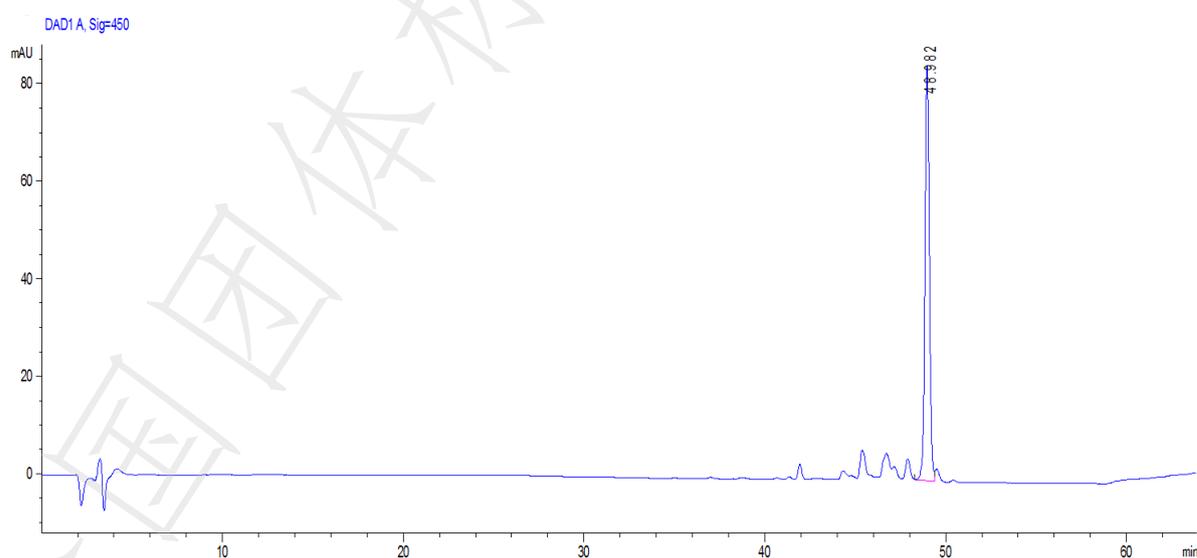
A.7 枸杞红素油的 HPLC 图谱

玉米黄素双棕榈酸酯对照品的HPLC图谱见图A. 1。

枸杞红素油中玉米黄素双棕榈酸酯的HPLC图谱见图A. 2。



图A.1 玉米黄素双棕榈酸酯标准物质的 HPLC 图谱



图A.2 枸杞红素油中玉米黄素双棕榈酸酯的 HPLC 图谱

附 录 B
(规范性附录)
总类胡萝卜素测定方法

B.1 原理

枸杞红素油经二氯甲烷溶解后，紫外检测器在460 nm 处检测，外标法进行定量。

B.2 仪器和设备

B.2.1 分析天平，感量0.1 mg。

B.2.2 紫外-可见分光光度计。

B.3 试剂和溶液

B.3.1 二氯甲烷 (C₂H₂Cl₂): 分析纯。

B.3.2 2,6-二叔丁基对甲酚 (C₁₅H₂₄O, BHT): 分析纯。

B.3.3 β 胡萝卜素标准物质 (C₄₀H₅₆, CAS号7235-40-7), 纯度≥95%。

B.3.4 β 胡萝卜素储备液 (1 g/L): 用分析天平 (B.2.1) 准确称取10 mg β-胡萝卜素 (B.3.3), 加1 mg BHT (B.3.2), 用二氯甲烷 (B.3.1) 溶解并定容至10 mL, 摇匀。该标准储备液应充氮后在低于-20℃ 冰箱中避光保存, 有效期6个月。

B.3.5 β 胡萝卜素标准工作液: 精密移取标准β 胡萝卜素储备液 (B.3.4) 0.02 mL、0.05 mL、0.10 mL、0.15 mL、0.20 mL分别置于5 mL棕色容量瓶中, 用二氯甲烷 (B.3.1) 定容至刻度, 摇匀, 配置成浓度为4 mg/L、10 mg/L、20 mg/L、30 mg/L、40 mg/L的标准工作液。

B.4 操作方法

B.4.1 试样溶液的制备

用分析天平 (B.2.1) 准确称取试样200 mg (精确至0.1mg), 加20 mg BHT (B.3.2), 用二氯甲烷 (B.3.1) 溶解并定容到50 mL, 摇匀后取0.5 mL置于10 mL棕色容量瓶中, 用二氯甲烷 (B.3.1) 稀释至刻度, 待测。

B.4.2 标准曲线的制作

将β 胡萝卜素工作液 (B.3.5) 分别置于1 cm比色皿中, 以二氯甲烷 (B.3.1) 做空白调零, 用紫外-可见分光光度计 (B.2.2) 在460 nm处测定吸光度值, 以标准工作液 (B.3.5) 的浓度为横坐标, 以吸光度值为纵坐标, 绘制标准曲线。

B.4.3 试样溶液的测定

将试样溶液 (B.4.1) 置于1 cm比色皿中, 以二氯甲烷 (B.3.1) 做空白调零, 用紫外-可见分光光度计在460 nm处测定吸光度值。试样溶液的吸光度值应在仪器线性相应范围内, 否则应适当稀释。

B.5 结果计算

试样中总类胡萝卜素的含量, 按式 (B.1) 计算:

$$w = \frac{c \times V \times n}{m} \times 10^{-3} \times 100 \dots\dots\dots (B. 1)$$

式中：

- w — 试样中总类胡萝卜素含量，单位为克每百克（g/100g）；
- c — 从标准工作曲线计算得到的试样溶液中总类胡萝卜素浓度，单位为毫克每升（mg/L）；
- V — 试样溶液的定容体积，单位为毫升（mL）；
- n — 稀释倍数；
- m — 试样的称样量，单位为毫克（mg）。
- 10^{-3} — 换算系数；
- 100 — 换算系数。

计算结果以重复条件下获得的两次独立测定结果的算数平均值表示，计算结果保留小数点后两位有效数字。

B.6 精密度

在重复条件下获得的两次独立测定结果的相对误差不超过10%。