

宁夏食品安全协会团体标准

T/NXFSA 022—2022

黑果枸杞提取物 花色苷

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、宁夏沃福百瑞枸杞产业股份有限公司、宁夏中杞生物科技有限公司、百瑞源枸杞股份有限公司、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、宁夏瀚瀚生物科技产业有限公司、新疆黑果枸杞生物科技有限公司。

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、何昕孺、金波、刘兰英、潘嘉钰、郭荣、曾乐、贾占魁、郝万亮、张锋锋、苟春林、余君伟、李想、陈晓燕。

黑果枸杞提取物 花色苷

1 范围

本文件规定了黑果枸杞提取物 花色苷的术语和定义、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。

本文件适用于以黑果枸杞的干燥果实为原料，经提取、树脂精制后，干燥而成的黑果枸杞提取物 花色苷。

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 2760 食品安全国家标准 食品添加剂使用标准
- GB 5009.3 食品安全国家标准 食品中水分的测定
- GB 5009.12 食品安全国家标准 食品中铅的测定
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB 7101 食品安全国家标准 饮料
- GB 7718 食品安全国家标准 预包装食品标签通则
- GB 12695 食品安全国家标准 饮料生产卫生规范
- GB 28050 食品安全国家标准 预包装食品营养标签通则
- GB 29921 食品安全国家标准 预包装食品中致病菌限量

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

花色苷 the anthocyanins

以黑果枸杞为原料，经提取、精制、干燥而成的花色苷产品。

4 质量要求

4.1 原料要求

黑果枸杞成熟适度、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 的要求。

表1 感官要求

项 目	要 求
色 泽	紫黑色
滋味气味	具有产品应有的滋味气味
组织状态	均匀粉末，无结块，无正常视力可见外来异物

4.2.2 理化指标

应符合表 2 规定。

表2 理化指标

项 目	指 标
花色苷, g/100g	≥13
总多酚（以没食子酸计）, g/100g	≥25
水分, g/100g	≤5.0
铅（以Pb计）, mg/kg	≤1.0

4.2.3 微生物指标要求

4.2.3.1 致病菌按照 GB 29921 饮料的规定执行。

4.2.3.2 其他微生物指标按照 GB 7101 固体饮料的规定执行。

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 12695 的规定。

7 试验方法

7.1 感官检验

按 GB 7101 规定的方法检验。

7.2 花色苷

按附录 A 中规定的方法检验。

7.3 总多酚

按附录 B 中规定的方法检验。

7.4 水分

按 GB 5009.3 规定的方法检验。

7.5 铅

按 GB 5009.12 规定的方法检验。

7.6 致病菌

按 GB 29921 规定的方法检验。

7.7 微生物

按 GB 7101 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、水分、菌落总数、大肠菌群。

8.3 型式检验

型式检验包括本标准中规定的全部项目。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载运。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、有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)
花色苷含量测定方法

A.1 原理

花色苷的色调和色度随pH值的不同而发生改变，而干扰物质特征光谱不随pH的改变而改变。当pH为1.0时，花色苷以红色的2-苯基苯并吡喃的形式存在，当pH为4.5时，花色苷以无色的甲醇假碱的形式存在。结合朗伯-比尔定律可得出，在两个不同的pH值下，花色苷溶液的吸光度的差值与花色苷的含量成比例，用示差法可以计算出花色苷的总含量（以矢车菊素-3-O-葡萄糖苷计，分子量为449.2 g/mol）。

A.2 仪器和设备

A.2.1 分析天平，感量为0.1 mg。

A.2.2 紫外可见分光光度计。

A.2.3 酸度计。

A.3 试剂和溶液

A.3.1 水：GB/T 6682三级。

A.3.2 无水乙醇（ C_2H_6O ）：分析纯。

A.3.3 浓盐酸（ HCl ）：分析纯。

A.3.4 氯化钾（ KCl ）：分析纯。

A.3.5 醋酸（ CH_3COOH ）：分析纯。

A.3.6 醋酸钠（ CH_3COONa ）：分析纯。

A.3.7 配置酸性乙醇溶液：准确量取无水乙醇（A.3.2）70 mL，用水（A.3.1）定容至100 mL，并量取0.5 mL浓盐酸（A.3.3）加入其中，摇匀。

A.3.8 配制pH=1的盐酸-氯化钾溶液：准确量取浓盐酸（A.3.3）1.7 mL用水（A.3.1）稀释定容至100 mL配成盐酸溶液，准确称量氯化钾（A.3.4）1.49 g用水（A.3.1）溶解并定容至100 mL配成氯化钾溶液；量取盐酸溶液67 mL，加入氯化钾溶液25 mL，摇匀即得。

A.3.9 配制pH=4.5的醋酸-醋酸钠缓冲溶液：用分析天平（A.2.1）称取醋酸钠（A.3.6）1.8 g用少量水（A.3.1）溶解，量取0.49 mL醋酸（A.3.5）加入醋酸钠溶液中，用水定容至100 mL。

A.4 操作方法

A.4.1 试样溶液的制备

用分析天平（A.2.1）准确称取试样5 mg（精确至0.1mg），用酸性乙醇（A.3.7）溶解定容至25 mL棕色容量瓶中，摇匀后待测。

A.4.2 测定

A.4.2.1 取两支10 mL的刻度试管，分别记为A管和B管，于A管和B管中分别加入A.4.1中的试样溶液1 mL，A管继续加盐酸-氯化钾（A.3.8）溶液9 mL，B管继续加醋酸-醋酸钠缓冲液（A.3.9）9 mL，此时A管的pH约为1，B管的pH约为4.5。

A.4.2.2 分别测定A试管溶液和B试管溶液在530 nm和700 nm处的吸光值。

A.5 结果计算

黑果枸杞提取物中的总花色苷含量，按式 (A.1) 计算：

$$w = \frac{[(A_{530} - A_{700}) - (A'_{530} - A'_{700})] \times V \times M}{\varepsilon \times L \times m} \times 100 \dots \dots \dots (A.1)$$

式中：

w — 试样中的花色苷含量，单位为克每百克 (g/100g)；

A_{530} — A管溶液在波长530 nm处的吸光度值；

A_{700} — A管溶液在波长700 nm处的吸光度值；

A'_{530} — B管溶液在波长530 nm处的吸光度值；

A'_{700} — B管溶液在波长700 nm处的吸光度值；

V — 试样溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

M — 矢车菊-3-0-葡萄糖苷的分子质量 = 449.2 g/mol；

ε — 消光系数 = 29600 L/(mol · cm)；

L — 光程，1 cm；

m — 试样的称样质量，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。

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%。

附 录 B
(规范性附录)
总多酚含量测定方法

B.1 原理

福林酚试剂氧化样品中多酚的-OH基团并显蓝色，最大吸收波长为765 nm，采用紫外可见分光光度计进行测定，采用多点回归曲线法测定总多酚含量。

B.2 仪器和设备

B.2.1 分析天平，感量为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 水：GB/T 6682三级。

B.3.2 福林酚：分析纯。

B.3.3 无水碳酸钠 (Na_2CO_3)：分析纯。

B.3.4 12%碳酸钠溶液：用分析天平 (B.2.1) 称取12.0 g无水碳酸钠 (B.3.3)，用水 (B.3.1) 溶解并定容于100 mL容量瓶中。

B.3.5 没食子酸标准物质 ($\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_5$ ，CAS号：149-91-7)，纯度 $\geq 98\%$ 。

B.3.6 没食子酸储备液 (0.1 g/L)：用分析天平 (B.2.1) 准确称量没食子酸 (B.3.5) 25 mg (精确至0.1 mg)，用水 (B.3.1) 溶解后定容于250 mL容量瓶中。

B.3.7 没食子酸工作液：准确移取没食子酸储备液 (B.3.6) 0.25 mL、0.50 mL、0.75 mL、1.00 mL、1.25 mL和1.50 mL分别置于25 mL容量瓶中，用水 (B.3.1) 定容至刻度，得到质量浓度为 1 mg/L、2 mg/L、3 mg/L、4 mg/L、5 mg/L和6 mg/L的标准工作液。

B.4 操作方法**B.4.1 供试液的制备**

用分析天平 (B.2.1) 称取试样 10 mg 左右 (精确至 0.1 mg)，用水 (B.3.1) 溶解定容于 25 mL 棕色容量瓶中，摇匀后吸取 1.00 mL 置于 25 mL 棕色容量瓶中，用水 (B.3.1) 稀释至刻度，待测。

B.4.2 标准曲线的制作

准确移取没食子酸标准工作液 (B.3.7)、水 (B.3.1) 各 1 mL 分别于刻度试管中，在每个试管内分别加入福林酚试剂 1 mL，摇匀后反应 3 min ~8 min，再加入 12% Na_2CO_3 溶液 (B.3.4) 2 mL，摇匀，室温下避光放置 2 h，以水溶液反应管的溶液调零，用 1 cm 比色皿在 765 nm 波长下检测标准工作液的吸光度值。以没食子酸工作液 (B.3.7) 的浓度为横坐标，对应的吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。

B.4.3 试样溶液的测定

准确移取试样溶液 (B.4.1)、水 (B.3.1) 各 1 mL 于刻度试管中，在每个试管内分别加入福林酚试剂 1 mL，摇匀后反应 3 min ~8 min，再加入 12% Na_2CO_3 溶液 (B.3.4) 2 mL，摇匀，室温下避光放置 2 h，以水溶液反应管的溶液调零，用 1 cm 比色皿在 765 nm 波长下检测试样吸光度值。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

黑果枸杞提取物中的总多酚含量，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 — 试样中总多酚含量，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多酚浓度，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%。