

备案号：QB64/0345S-2023

Q/NKJH

宁夏农垦金禾生物科技有限公司企业标准

Q/NKJH 0001S—2023

葡萄籽提取物 原花青素

(Grape seed extract-Oligomeric proanthocyanidin)

2023-07-17 发布

2023-07-17 实施

宁夏农垦金禾生物科技有限公司 发布

前 言

本标准是按照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》编写。

本标准由宁夏农垦金禾生物科技有限公司提出。

本标准由宁夏农垦金禾生物科技有限公司负责起草。

本标准主要起草人：安荣艳、牛恒、王小峰、吴旭杰、李梅、李文新、白志鹏。

本标准有效期五年。

葡萄籽提取物 原花青素

1 范围

本标准规定了葡萄籽提取物的技术要求、检验方法、检验规则和标签、包装、运输、贮存、保质期要求。

本标准适用于以葡萄籽为原料经提取分离制成的葡萄籽提取物。

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，仅所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 191	包装储运图示标志
GB 4789.2	食品安全国家标准 食品微生物学检验 菌落总数测定
GB 4789.3	食品安全国家标准 食品微生物学检验 大肠菌群计数
GB 4789.4	食品安全国家标准 食品微生物学检验 沙门氏菌检验
GB 4789.10	食品安全国家标准 食品微生物学检验 金黄色葡萄球菌检验
GB 4789.15	食品安全国家标准 食品微生物学检验 霉菌和酵母计数
GB 5009.3	食品安全国家标准 食品中水分的测定
GB 5009.4	食品安全国家标准 食品中灰分的测定
GB 5009.12	食品安全国家标准 食品中铅的测定
GB 5009.96	食品安全国家标准 食品中赭曲霉毒素A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 7718	食品安全国家标准 预包装食品标签通则
GB 9683	复合食品包装袋卫生标准
GB 14881	食品安全国家标准 食品企业通用卫生规范
GB 28050	食品安全国家标准 预包装食品营养标签通则
JJF 1070	定量包装商品净含量计量检验规则

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 技术要求

4.1 工艺要求

4.1.1 原料要求

葡萄籽，由酿酒葡萄发酵后产生的皮渣中分离，除去杂质、晒干。

4.1.2 工艺过程

用水或乙醇溶液提取，提取液经过滤、浓缩、树脂吸附、解析，解析液浓缩、干燥，包装即得。

4.2 产品要求

4.2.1 感官指标

应符合表1的规定。

表 1 感官指标

项目	要求
色泽	浅棕黄色至红褐色
气味	气微，味微而苦涩
外观	形态呈粉末状，均匀、疏松、无结块、无外来异物

4.2.2 理化指标

应符合表2的规定。

表 2 理化指标

项 目	指 标	
水分 /%	≤6.0	
灰分 /%	≤2.0	
原花青素值/%	≥ 95.0	
多酚含量/%	≥70.0	
儿茶素和表儿茶素/%	≤ 19.0	
残留溶剂	甲醇 / (mg/kg)	≤50
	乙醇 / (mg/kg)	≤1000
铅（以Pb计，mg/kg）	≤1.0	
*鉴别：供试品色谱中主峰保留时间应与葡萄籽原花青素对照品一致		

4.2.3 微生物指标

应符合表3的规定。

表 3 微生物指标

项目	要求
细菌总数 / (CFU/g)	≤1000
霉菌及酵母菌数 / (CFU/g)	≤100
大肠埃希氏菌	不得检出
沙门氏菌	不得检出

金黄色葡萄球菌	不得检出
赭曲霉毒素 A	不得检出

4.2.4 卫生要求

按GB 14881和GB 12695 国家有关标准、规定执行。

4.2.5 净含量

符合JJF 1070的规定。

5 试验方法

5.1 感官检验

启开试样后，立即嗅其气和尝其味；另取试样适量置于白色瓷盘中观察其色泽、外观，并检查有无异物。

5.2 理化检验

5.2.1 鉴别

供试品溶液液相色谱图中应显示与葡萄籽原花青素对照品相应保留时间处一致的色谱峰，其中应体现原花青素二聚体 B1 的峰、原花青素二聚体 B2 的峰、(-)-表儿茶素 3'-O-没食子酸的峰，以及混合低聚原花青素形成的宽峰。

5.2.2 水分

按 GB 5009.3 中规定的方法进行。

5.2.3 灰分

按 GB 5009.4 中规定的方法进行。

5.2.4 原花青素值

按附录中规定的检测方法进行测定。

5.2.5 多酚含量

按《中华人民共和国药典（2015年版）》第四部通则 0401 紫外可见分光光度法进行测定。

5.2.6 儿茶素和表儿茶素限量

按《中华人民共和国药典（2015年版）》第四部通则 0512 高效液相色谱法进行测定。

5.2.7 残留溶剂

按 GB 5009.262 中规定的方法进行。

5.2.8 铅

按 GB 5009.12 中规定的方法进行。

5.3 微生物检验

5.3.1 菌落总数

按 GB 4789.2 中规定的方法进行测定。

5.3.2 霉菌和酵母菌

按 GB 4789.15 中规定的方法进行测定。

5.3.3 大肠埃希氏菌

按 GB 4789.38 中规定的方法进行测定。

5.3.4 沙门氏菌

按 GB 4789.4 中规定的方法进行测定。

5.3.5 金黄色葡萄球菌

按 GB 4789.10 中规定的方法进行测定。

5.3.6 赭曲霉毒素 A

按 GB 5009.96 中规定的方法进行测定。

5.5 净含量

按 JJF 1070 规定的方法执行。

6 检验规则

6.1 组批

同品种、同等级、同一批投料生产的产品，以同一生产日期为一检验批次。

6.2 出厂检验

6.2.1 产品须逐批检验，检验合格并签发合格证后产品方可出厂。

6.2.2 出厂检验项目：外观、水分、灰分、儿茶素和表儿茶素、原花青素值、多酚含量、重金属和残留溶剂。

6.3 型式检验

6.3.1 型式检验项目包括本标准中规定的全部项目。

6.3.2 正常生产时每年应进行一次型式检验。

6.3.3 有下列情况之一时，应进行型式检验。

- a) 原料来源变动较大时；
- b) 正式投产后，如配方、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) 产品停产 6 个月以上，恢复生产时；
- e) 食品安全监督部门提出进行型式检验的要求时。

6.4 判定

6.4.1 检验结果全部项目符合本标准规定时，判该批产品为合格品。

6.4.2 检验结果不符合本标准的要求时，可以在原批次产品中双倍抽样复检一次，判定以复检结果为准。复检后仍有一项或一项以上不符合标准时，判该批产品为不合格品。

7. 标签、包装、运输、贮存和保质期

7.1 标签

7.1.1 包装标志上应标注：产品名称、批号、规格、净含量、执行标准、生产厂名、厂址、产地、生产日期、保质期、贮存条件。

7.1.2 外包装箱体上应标有：防潮、防晒、勿重压、朝上（朝下）等字样或标志。标志内容清晰可见，标志应粘贴牢固。

7.2 包装

包装材料应符合 GB 4806.1 食品安全国家标准 食品接触材料及制品通用安全要求。

7.3 运输

运输时必须轻装轻卸，不得与有毒、有害、有异味、易污染物品混装载运，严防挤压、雨淋、暴晒。

7.4 贮存

产品应贮存于阴凉、清洁和干燥的仓库中。堆码距墙壁和地面 20cm 以上、并有垫隔物。避免与有毒、有害、易腐、易污染等物品一起堆放。

7.5 保质期

产品保质期为 24 个月。

附录

原花青素测定

1 原理

原花青素本身无色,但经过用热酸处理后,可以生成深红色的花青素离子,用分光光度法测定原花青素在水解过程中生成的花青素离子,计算试样中原花青素含量。

2. 试剂和材料

2.1 试剂

- 2.1.1 甲醇,分析纯
- 2.1.2 正丁醇,分析纯
- 2.1.3 盐酸,分析纯。
- 2.1.4 硫酸铁铵,分析纯
- 2.1.5 原花青素标准品,纯度 95%

2.2 仪器和用具

- 2.2.1 分析天平,感量为 0.01mg
- 2.2.2 紫外-可见分光光度计
- 2.2.3 超声波清洗器
- 2.2.4 具盖安瓿瓶:10 mL
- 2.2.5 容量瓶:10 mL、50 mL、100 mL

3. 操作方法

3.1 试剂配制

- 3.1.1 盐酸-正丁醇溶液:取正丁醇 50 mL,于 100 mL 容量瓶中,准确量取盐酸 5 mL,用正丁醇定容,摇匀,备用。
- 3.1.2 2mol/L 盐酸溶液:准确量取盐酸 20 mL 于烧杯中,加 100 mL 水,摇匀,备用。
- 3.1.3 硫酸铁铵溶液:称取硫酸铁铵 2.0 g 于三角瓶中,加 2 mol/L 盐酸溶液,放置于沸水浴中,至其全部溶解后,取出放置至室温,将其转移至 100 mL 容量瓶中用 2 mol/L 盐酸溶液定容至刻度。

3.2 标准溶液配制

- 3.2.1 原花青素标准储备液(1.0 mg/mL):取原花青素标准品 10 mg,精密称定,置 10 mL 容量瓶中,加甲醇溶解并定容至刻度,即得浓度为 1.0 mg/mL 标准储备液,溶液现用现配。
- 3.2.2 原花青素标准系列工作液:准确量取原花青素储备液 0.0 mL、0.10 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.0 mL、1.5 mL、2.0 mL、2.5 mL 分别置于 10 mL 容量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,的浓度为 0 μ g/mL、10.0 μ g/mL、25.0 μ g/mL、50.0 μ g/mL、100 μ g/mL、150 μ g/mL、200 μ g/mL、250 μ g/mL 的标准系列工作溶液。

3.3 供试品溶液的制备

取样品(10~100) mg,精密称定,置 50 mL 容量瓶中,加入 30 mL 甲醇,超声处理(功率 250 W,频率 50 kHz) 20 min,放至室温后,加甲醇至刻度,摇匀,离心或放至澄清后取上清液作为供试品溶液。

4. 测定

4.1 标准曲线的绘制

准确吸取原花青素标准系列工作液各 1 mL，置于安瓿瓶中，精密加入盐酸-正丁醇溶液 6 mL，硫酸铁铵溶液 0.2 mL，混匀，用封口钳将其密封，置沸水中加热 40 min 后，取出，立即置冰水中冷却至室温，于 546 nm 波长处测吸光度，显色在 1 小时内稳定。

以吸光度为纵坐标，原花青素浓度为横坐标绘制标准曲线。

4.2 样品溶液的测定

精密吸取 3.3 项下的供试品溶液 1 mL，置于安瓿瓶中，然后按照标准曲线制作步骤执行。以相应试剂为空白。测定样品吸光度，用标准曲线计算试样中原花青素的含量。

5 分析结果表述

试样中原花青素的含量按式（1）计算：

$$X = \frac{c \times V \times V_2 \times 1000}{m \times V_1 \times 1000 \times 1000} \times 100 \quad (1)$$

式中：

X ——试样中原花青素的含量，单位为克每 100 克（g/100g）；

c ——反应混合物中原花青素的量，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）；

V ——待测样液总体积，单位为毫升（mL）；

V_1 ——样液反应体积，单位为毫升（mL）；

V_2 ——样液反应后总体积，单位为毫升（mL）；

m ——样液所代表的试样质量，单位为毫克（mg）

以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示，结果保留三位有效数字。测定结果须扣除空白值。