

雨生红球藻制品

点击此处添加标准分类号

点击此处添加与国际标准一致性标识

(本稿完成日期: 2022年02月)

2022-XX-XX 发布

2022-XX-XX 实施

云南龙布瑞生物科技有限公司 发布

前 言

我公司生产的雨生红球藻制品(虾青素油)是以雨生红球藻藻粉为主要原料,经过破壁、溶剂提取、纯化和浓缩制成的虾青素油树脂,再加入或不加入植物油(红花籽油、橄榄油等)进行稀释制成;雨生红球藻制品(虾青素微囊粉)是以雨生红球藻藻粉添加或不添加食品辅料及食品添加剂,经过乳化、喷雾干燥等工艺制成。根据《中华人民共和国标准化法》和《中华人民共和国食品安全法》的规定,特制定本标准,作为企业组织生产、检验、贸易和仲裁的依据。

本标准的安全性指标按照GB 2762-2017《食品安全国家标准 食品中污染物的限量》、GB 19643-2016《食品安全国家标准 藻类及其制品》的规定制定,其中铅指标严于食品安全国家标准。

本标准由云南龙布瑞生物科技有限公司提出,起草并解释。

本标准主要起草人: 崔延辉、杨祖刚、何丽亚、田晓艳、周全勇

雨生红球藻制品

1 范围

本标准规定了雨生红球藻制品的技术要求、检验规则、标志与标签、包装、运输、贮存。
本标准适用于以雨生红球藻藻粉为主要原料,经过破壁、溶剂提取、纯化和浓缩制成的虾青素油树脂,再加入或不加入植物油(红花籽油、橄榄油等)进行稀释制成的雨生红球藻虾青素油;以雨生红球藻藻粉添加或不添加食品辅料及食品添加剂经乳化、喷雾干燥等工艺制成的雨生红球藻虾青素微囊粉。

2 规范性引用文件

本标准所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。凡是未注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

3 产品分类与命名

根据工艺不同,产品分为:雨生红球藻虾青素油、雨生红球藻虾青素微囊粉。

3.1.1 雨生红球藻虾青素油:

以雨生红球藻藻粉为主要原料,经过破壁、溶剂提取、纯化和浓缩形成虾青素油树脂,再加入或不加入植物油(红花籽油、橄榄油等)进行稀释制成的雨生红球藻虾青素油。

3.1.2 雨生红球藻虾青素微囊粉:

以雨生红球藻藻粉为主要原料,经过破壁、溶剂提取、纯化和浓缩形成虾青素油树脂,添加或不添加食品辅料及食品添加剂经乳化、喷雾干燥等工艺制成的雨生红球藻虾青素微囊粉。

4 技术要求

4.1 原辅料要求

4.1.1 雨生红球藻: 应符合《中华人民共和国卫生部公告》2010年第17号中雨生红球藻的规定。

4.1.2 橄榄油: 应符合GB/T 23347的规定。

4.1.3 红花籽油: 应符合GB/T 22465的规定。

4.1.4 生产加工用水: 应符合GB 5749的规定。

4.1.5 其他原辅料: 应符合相应的食品标准及有关规定。

4.2 感官要求

应符合表1的规定。

表1 感官要求

项 目	雨生红球藻虾青素油		雨生红球藻虾青素微囊粉	检验方法
	指 标			
组织状态	油状液体	粉末或颗粒	取适量样品放入干净的白瓷盘中,置于自然光线下观察色泽及杂质,嗅其气味,尝其滋味	
色泽	红色或暗红色			
气味和滋味	具有相应产品固有的正常气味和滋味			
杂质	无肉眼可见外来杂质			

4.3 理化指标

应符合表2的规定。

表2 理化指标

项 目	雨生红球藻虾青素油	雨生红球藻虾青素微囊粉	检验方法
	指 标		
总虾青素含量(以全反式虾青素计), g/100g	≥ 2.0	0.2	附录A规定
全反式虾青素含量, g/100g	≥ 1.0	0.1	附录A规定
水分, (%)	≤ 6.0	8.0	GB 5009.3
灰分, (%)	≤ 6.0	7.0	GB 5009.4

4.4 污染物限量

应符合GB 2762的规定;严于食品安全国家标准的指标应符合表3的规定。

表3 污染物限量

项 目	指 标	检验方法
铅(以Pb计), mg/kg	≤ 0.8	GB 5009.12

4.5 微生物限量

4.5.1 致病菌限量应符合GB 29921的规定。

4.5.2 即食藻类制品微生物限量应符合GB 19643的规定。

4.6 净含量

应符合《定量包装商品计量监督管理办法》的规定,并按JJF 1070规定的方法测定。

4.7 食品添加剂

食品添加剂的质量应符合相应的安全标准和相关规定,食品添加剂的使用应符合GB 2760的规定。

4.8 生产加工过程的卫生要求

应符合GB 14881的规定。

5 检验规则

5.1 组批

以同一品种的原料、同一生产日期、同一生产线、同一工艺所生产的同一规格产品为一批。

5.2 抽样

从每批次产品中随机抽样，雨生红球藻虾青素油取300g作为检验样品，分为两份，一份检验，一份留样备检。雨生红球藻虾青素微囊粉取500g作为检验样品，分为两份，一份检验，一份留样备检。

5.3 出厂检验

每批产品出厂前须经本厂质量检验部门检验合格，签发合格证后方可出厂，出厂检验项目按照有关规定执行。

5.4 型式检验

型式检验每年进行一次，其项目为本标准规定的全部项目，有下列情况之一时，亦应进行型式检验：

- a) 产品定型投产时；
- b) 停产半年以上重新恢复生产时；
- c) 原辅料产地、供应商发生改变或更新主要生产设各时；
- d) 检验结果与上次型式检验结果差异较大时和质检部门认为有必要时；
- e) 国家质量监督管理部门提出要求时。

5.5 判定规则

产品经检验全部指标符合标准要求时，判定为合格品。若有不合格项时，可在同批产品中加倍取样对不合格项进行复检，以复检结果为准。微生物指标不得复检。

6 标签、标志、包装、运输、贮存、召回

6.1 标签、标志

标签应符合GB 7718、GB 28050的规定，外包装图示标志应符合GB/T 191要求。标签应标明适宜人群、每日最大食用限量等。

6.2 包装

包装材料和包装容器应符合相应食品安全标准及有关规定，封口严密，包装牢固。

6.3 运输

运输工具应清洁、卫生、无异味、无污染。运输过程中应防止挤压、防雨、防潮、防晒，卸装时应轻搬、轻放。运输时严禁与有毒、有害、有异味、有腐蚀性、易污染的物品混装混运。

6.4 贮存

原料、辅料、半成品、成品应分开放置，应贮存于清洁、卫生、阴凉、干燥、通风、无异味的库房内。产品堆码应离墙离地，禁止与有毒、有害、有异味、有腐蚀性、易污染的物品混贮、混放。

6.5 召回

产品在市场销售中，产品出现质量问题时，应按《食品召回管理规定》执行。

附录 A
(规范性附录)
总虾青素的测定、全反式虾青素含量的测定

A.1 范围

本文件适用于使用高效液相色谱仪对雨生红球藻制品中虾青素含量的测定。

A.2 方法提要

虾青素油主要含有虾青素单酯、虾青素二酯和游离虾青素。虾青素经胆固醇酯酶解后，都转化成游离虾青素。虾青素含量以游离虾青素计。

A.3 试剂和溶液

- 甲醇，色谱纯
- 叔丁基甲基醚，色谱纯
- 丙酮，色谱纯
- 磷酸，优级纯
- 三羟甲基氨基甲烷
- 胆固醇酯酶
- 石油醚（60-90℃）
- 超纯水
- 十水硫酸钠
- 无水硫酸钠
- 盐酸
- 对照品

A.4 胆固醇酯酶的配制

A.4.1 0.05mol/L Tris-HCl (pH7.0) 缓冲溶液的配制：

精确称取三羟甲基氨基甲烷 0.606g，用 75ml 超纯水溶解，用 1mol/L 盐酸调节 pH7.0，用水稀释至 100ml。

A.4.2 胆固醇酯酶溶液的配制：

精确称取胆固醇酯酶适量到 25ml 容量瓶中，用 0.05mol/L Tris-HCl (pH7.0) 缓冲溶液溶解，配成浓度为 4 个酶活单位/ml 的酶溶液，现配现用。

A.5 色谱条件

A.5.1 仪器用具

- 分析天平，感量为 0.01mg。
- 超声波清洗仪
- 高效液相色谱仪（附紫外检测器）
- 抽滤装置及 0.45μm 微孔滤膜，有机相和水相
- 真空泵（抽滤用）
- 冷冻离心机：≥8000r/min
- 涡旋振荡器
- 恒温箱
- 氮吹仪
- 分散破碎机
- 棕色容量瓶 100ml，50ml，10ml
- 烧杯 100ml，50ml
- 注射器

A.5.2 色谱条件

- 色谱柱：C30 色谱柱，250mm*4.6mm，5μm；
- 柱温：25℃
- 检测器：检测波长：474nm
- 进样量：20 微升
- 流速：1.0ml/min

流动相：梯度洗脱程序见表1

表1 流动相梯度洗脱程序

时间/min	A/%	B/%	D/%
0	4	81	15
15	4	66	30
23	4	16	80
27	4	16	80
30	4	81	15
35	4	81	15

注：A相为1%磷酸水溶液，B相为甲醇，D相为叔丁基甲基胺

A.6 测定步骤

A.6.1 标准储备溶液

全反式虾青素标准储备液

准确称取全反式虾青素标准品约1mg，用色谱纯丙酮溶解并定容于50ml容量瓶中，此溶液浓度为20ug/ml*纯度，充氮密封，置-18℃冰箱中避光保存，有效期1个月。取1ml标准储备液于10ml容量瓶中，于色谱纯丙酮溶解并定容，此溶液浓度为2ug/ml备用。

A.6.2 分析样品配制

A.6.2.1 雨生红球藻粉及微囊粉

精确称取50-60mg藻粉（或微囊粉），放于事先准备好的带有2mm钢珠的分瓶杯中，并加入丙酮至刚好淹没钢珠，在5000-6000Hz频率下分散振荡10min后，用不锈钢滤网滤除钢珠，并用丙酮洗脱进入50ml棕色容量瓶中，定容摇匀，倒出溶液进入2个试管中，3000-5000r/min离心3-5min后，取出，取上清液1ml放入适宜棕色容量瓶中，使其该溶液浓度约为2ug/ml，定容摇匀备用。

A.6.2.2 虾青素油

精确称取20-30mg虾青素油，放于50ml棕色容量瓶中，用丙酮定容摇匀，量取1ml放入适宜棕色容量瓶中，使其该溶液浓度约为2ug/ml，定容摇匀备用。

A.6.2.3 虾青素软胶囊

精确称取2-3颗虾青素软胶囊总重，记下M总，用刀具切开胶囊外皮，用移液枪吸取20-30mg虾青素油，放于50ml棕色容量瓶中，用丙酮定容摇匀，量取1ml放入适宜棕色容量瓶中，使其该溶液

浓度约为2ug/ml，定容摇匀备用，剩下外皮把虾青素油清洗干，晾干称重，记下重量M皮，可用于核算每粒虾青素含虾青素几毫克。

A.6.3 酶反应及提取

精确吸取3.0ml供试液（注该供试品溶液浓度应约为2ug/ml）到10ml玻璃具盖离心管中，再加入3.0ml胆固醇酯酶溶液到离心管中，倒置混合均匀，将离心管置于37℃的恒温培养箱中反应45min，每10分钟轻轻地慢慢地倒置混合一次。反应后，往管中加入1g十水硫酸钠，2ml石油醚，涡旋混合30秒，然后置于离心机中在3000r/min下离心3min。新取一只10ml玻璃离心管，加入1g无水硫酸钠，然后用滴管吸取石油醚层，移入新的管中，注意不要吸取中间的乳化层。用石油醚重复萃取2-3次，直至无色。在室温条件下，用氮吹仪吹干石油醚，加入3ml丙酮，超声溶解，过滤，过滤的溶液即为供试品溶液。

A.6.4 进样检验

分别精密吸取对照品溶液、供试品溶液20微升，依次注入高效液相色谱仪，测定，计算含量。

A.7 结果计算

虾青素含量以游离虾青素的质量分数X₁计，数值以%表示，按公式计算：

$$X_1\% = \frac{(A_{11} - A_{12}) \times C_{11} \times V_{11} \times 10^{-3}}{A_{11} \times m_{11}} \times 100\%$$

全反式虾青素含量以X₂计，数值以%表示，按公式计算：

$$X_2\% = \frac{(A_{21} - A_{22}) \times C_{21} \times V_{21} \times 10^{-3}}{A_{21} \times m_{21}} \times 100\%$$

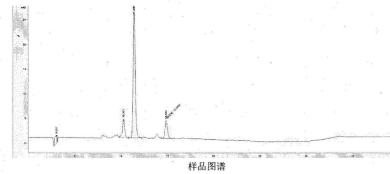
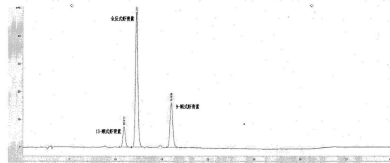
A.8 允许差

重复性条件下，两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的5%。

A.9 图谱

17

8



17

9