

# Q/YHB

## 云南红宝生物科技股份有限公司企业标准

Q/YHB 0006 S—2025

### 雨生红球藻固体饮料

2025-09-05 发布

2025-09-10 实施

云南红宝生物科技股份有限公司

发布

## 前 言

我公司生产的雨生红球藻固体饮料是以雨生红球藻为主要原料，添加或不添加部分辅料，经制粒、整粒、分装、外包装等工艺加工制成。根据相关法律法规的规定特制定本标准，作为企业组织生产、检验、贸易、仲裁的依据。

本标准的安全性指标按GB 2762-2022《食品安全国家标准 食品中污染物限量》、GB 2763-2019《食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》、GB 7101《固体饮料卫生标准》的规定制定，其中铅限量严于食品安全国家标准，其余指标根据产品的实际制定。

本标准的附录 A 为规范性附录。

本标准由云南红宝生物科技股份有限公司提出，起草并解释。

本标准主要起草人：徐青山、谭映华、彭浩风、骆其君、兰玉倩、关丽华。

# 雨生红球藻固体饮料

## 1 范围

本标准规定了雨生红球藻固体饮料的技术要求、试验方法、检验规则、包装、标志、运输和贮存。

本标准适用于以雨生红球藻为主要原料，添加或不添加部分辅料，经制粒、整粒、分装、外包装等工艺加工制成的雨生红球藻固体饮料。

## 2 规范性引用文件

本标准所引用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。

## 3 技术要求

### 3.1 原辅料要求

3.1.1 雨生红球藻：应符合卫生部关于雨生红球藻为新资源食品的公告（中华人民共和国卫生部 2010 年第 17 号公告）的规定。

3.1.2 生产用水：应符合 GB 5749 的要求。

3.1.3 其他原辅料：应符合相应食品标准及有关规定，不得使用非食品原料和辅料。

### 3.2 感官要求

应符合表1的规定

表1 感官要求

项目	要求	检验方法
色泽	具有该产品特有的颜色和色泽	取样品置于洁净的白瓷盘中，在自然光下，目视、鼻嗅、口尝
形态	具有该产品应有的形态	
滋味、气味	具有相应产品应有的滋味、气味、无异味	
杂质	无肉眼可见外来杂质	

### 3.3 理化指标

应符合表2的规定

表2 理化指标

项 目	指 标	检验方法	
水分, g/100g	≤	5.0	GB 5009.3
灰分, %	≤	6.0	GB 5009.4
蛋白质, %	≥	4.0	GB 5009.5
虾青素, %	≥	1.0	附录A
砷 (以As计), mg/kg	≤	0.5	GB/T 5009.11
汞 (以Hg计), mg/kg	≤	0.3	GB/T 5009.17

### 3.4 污染物限量

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的要求。

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

### 3.5 微生物指标

应符合表4的规定。

表4 微生物指标

项 目	指 标	检验方法	
菌落总数, CFU/g	≤	30000	GB 4798.2
大肠杆菌, MPN/100g	≤	90	GB 4798.3
致病菌 (沙门氏菌、志贺氏菌、金黄色葡萄球菌)	不得检出		

### 3.6 农药残留限量

农药残留限量应符合 GB 2763 的规定。

### 3.7 净含量

应符合《定量包装商品计量监督管理办法》的要求: 按JJF 1070规定的方法检验。

### 3.8 食品添加剂

食品添加剂的使用应符合 GB 2760 的规定。

### 3.9 食品生产过程的卫生要求

应符合 GB 14881 的规定。

## 4 检验规则

### 4.1 组批

以同一批投料、同一工艺生产的同一规格的产品为一批。

## 4.2 抽样

抽取同一批次保质期内的产品抽样基数不得低于 200 个最小包装，总质量不低于 30kg，抽取样品不少于 30 个最小包装，重量不低于 2kg，样品分为 2 份，1 份检验，1 份备查。

## 4.3 型式检验

型式检验每半年进行一次，型式检验项目为本标准技术要求的全部项目，有下列情况之一时应进行。

- a) 当原料、生产工艺、生产设备发生较大变化时；
- b) 停产半年以上再恢复生产时；
- c) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时；
- d) 国家食品安全监督部门提出型式检验要求时。

## 4.4 出厂检验

产品出厂前必须经公司质量检验部门检验合格，并签发合格证书方可出厂。出厂检验项目按本标准所规定的执行。

## 4.5 判定规则

检验结果中微生物指标有任何一项不合格时，判该产品为不合格品。其余项目不合格时，可以用留样进行复检，以复检结果为准。

# 5 标志、包装、运输、贮存

## 5.1 标志

5.1.1 包装用材料应符合 GB 7718、GB 28050 的规定。

5.1.2 包装储运图示标志应符合 GB/T 191 的规定。

## 5.2 包装

包装用材料应符合相关产品质量标准及食品卫生要求，封口严密，包装牢固。

## 5.3 运输

运输工具应清洁卫生。产品不得与有毒、有害、易腐蚀、有异味的物品混装、混运。运输过程中不得挤压、曝晒、雨淋、受潮。

## 5.4 贮存

原料、辅料、半成品、成品应分开放置，产品应贮存于清洁、卫生、阴凉、干燥、通风、无异味的仓库内，产品应离地离墙20cm以上，禁止与有毒、有害、有异味、有易腐蚀性、易污染的物品混贮混放。

## 附录 A (规范性)

### 雨生红球藻粉中总虾青素及全反式虾青素的测定 液相色谱法

#### A. 1 原理

试样经二氯甲烷与甲醇混合溶液提取，胆固醇酯酶酶解，使其中的虾青素酯转化成游离态的虾青素，液相色谱-紫外检测器或二极管阵列检测器测定，内标法定量。

#### A. 2 试剂和材料

除另有说明，所有试剂均为分析纯。

##### A. 2.1 试剂

A. 2.1.1 水：应符合 GB/T6682 一级水的规定。

A. 2.1.2 二氯甲烷（：色谱纯。

A. 2.1.3 甲醇（CH<sub>3</sub>OH）：色谱纯。

A. 2.1.4 二甲基亚砷：色谱纯。

A. 2.1.5 丙酮（CH<sub>3</sub>COCH<sub>3</sub>）：色谱纯。

A. 2.1.6 叔丁基甲基醚：色谱纯。

A. 2.1.7 磷酸：含量≥85%，优级纯。

A. 2.1.8 石油醚：沸点 60

A. 2.1.9 胆固醇酯酶：500U。

A. 2.1.10 盐酸（HCl）：含量 36%~38%。

A. 2.1.11 三羟甲基氨基甲烷,Tris)。

A. 2.1.12 碘。

A. 2.1.13 硫代硫酸钠

A. 2.1.14 无水碳酸钠

A. 2.1.15 十水硫酸钠

##### A. 2.2 标准物质

A. 2.2.1 全反式虾青素标准物质/标准样品，CAS 号：472-61-7)：纯度≥95%。

A. 2.2.2 β-阿朴胡萝卜素醛标准物质/标准样品，CAS 号：1107-26-2)：纯度≥90%。

##### A. 2.3 溶液配制

A. 2.3.1 0.01g/mL 碘-二氯甲烷溶液：称取碘 0.10g，用二氯甲烷溶解并稀释至 10mL，混匀。

A. 2.3.2 0.1mol/L 硫代硫酸钠溶液：称取硫代硫酸钠 1.30g，加入无水碳酸钠 0.01g，溶于 50mL 水中，缓缓煮沸 10min，冷却后混匀。

A. 2.3.3 二氯甲烷-甲醇溶液：量取二氯甲烷 250mL 和甲醇 750mL，混匀。

A. 2.3.4 0.5 mol/L 盐酸溶液: 移取盐酸 8.4mL, 缓缓注入适量水中, 冷却至室温后用水定容至 100mL, 混匀。

A. 2.3.5 0.05 mol/L Tris-HCl 缓冲溶液: 准确称取 Tris 1.51g, 加入约 200mL 水溶解, 用盐酸溶液(A. 2.3.4) 调节 pH 为 6.8~7.0, 再用水定容至 250mL, 混匀。

A. 2.3.6 2 U/mL 的胆固醇酯酶溶液: 将 500U 胆固醇酯酶加入到 250mL Tris-HCl 缓冲溶液 (A. 2.3.5) 中溶解, 置-18℃冰箱中保存, 有效期 2 周。

A. 2.3.7 1%磷酸溶液: 移取磷酸 5mL, 用水定容至 500mL, 混匀。

#### A. 2.4 标准溶液配制

A. 2.4.1 全反式虾青素标准储备液 (20 μg/mL): 准确称取全反式虾青素标准品 (A. 2.2.1) 约 10mg, 用丙酮溶解并定容于 500mL 容量瓶中, 充氮密封, -18℃避光保存, 有效期 1 个月。

A. 2.4.2 β-阿朴胡萝卜素醛内标储备液 (30 μg/mL): 准确称取 β-阿朴胡萝卜素醛标准品 (A. 2.2.2) 约 15mg, 用丙酮溶解并定容于 500mL 容量瓶中, 充氮密封, -18℃避光保存, 有效期 6 个月。

A. 2.4.3 β-阿朴胡萝卜素醛内标工作液 (3 μg/mL): 准确量取 β-阿朴胡萝卜素醛内标储备液 (A. 2.4.2) 适量, 用丙酮稀释配制成质量浓度为 3 μg/mL 的 β-阿朴胡萝卜素醛内标工作液, 充氮密封, 4℃避光保存, 有效期 1 个月。

A. 2.4.4 虾青素同分异构体标液: 准确移取全反式虾青素标准储备液 (A. 2.4.1) 2mL 于 10mL 具塞试管中, 加入 3mL 二氯甲烷, 混匀, 加入 50 μL 0.01g/mL 碘-二氯甲烷溶液 (A. 2.3.1), 充分涡旋, 密封置于自然光下反应 10min, 然后加入 1mL 0.1mol/L 硫代硫酸钠溶液 (A. 2.3.2) 充分振荡以脱除多余的碘后, 静置分层取下相, 氮气吹干后加入 1mL 丙酮溶解, 现配现用。虾青素同分异构体标准溶液色谱图见附录 B 中图 B. 1。

#### A. 2.5 材料

A. 2.5.1 具塞聚丙烯离心管: 50mL。

A. 2.5.2 滤网: 80 目 (孔径 0.18mm), 不锈钢材质, 剪为 110mmx110mm 大小。

A. 2.5.3 棕色容量瓶: 10mL、25mL、50mL。

A. 2.5.4 离心管: 15mL。

A. 2.5.5 玻璃匀浆器: 20mL。

A. 2.5.6 针式滤器: 有机相, 0.22 μm。

#### A. 3 仪器和设备

A. 3.1 液相色谱仪: 配紫外检测器或二极管阵列检测器。

A. 3.2 分析天平: 感量 0.1mg、0.01mg。

A. 3.3 离心机: 转速不低于 4000r/min。

A. 3.4 旋涡混合器。

A. 3.5 氮吹仪。

A. 3.6 恒温水浴锅。

A. 3.7 试管分散机：配 25mL 破壁试管。

## A. 4 测定步骤

### A. 4.1 提取

#### A. 4.1.1 机械破壁

准确称取雨生红球藻粉 50mg（精确至 0.1mg），置于破壁试管中，加入 1mm 小钢珠至 10mL 刻度线，再加入二氯甲烷-甲醇溶液（A. 2.3.3）5mL，用试管分散机在 6000r/min 条件下研磨 6min 使细胞壁破碎完全，将提取液连同钢珠一并倒在滤网上，过滤于 50mL 容量瓶中。用二氯甲烷-甲醇溶液（A. 2.3.3）5mL 冲洗破壁试管，将洗液倒在钢珠上冲洗，洗液合并于上述 50mL 容量瓶中，重复上述步骤 3 次以上，直到滴下的滤液没有颜色，用二氯甲烷-甲醇溶液（A. 2.3.3）定容至刻度。从上述容量瓶中移取 5mL 溶液于 15mL 离心管中，4000r/min 离心 5min，准确移取 2.5mL 上清液于另-50mL 容量瓶中，用丙酮定容至刻度。

#### A. 4.1.2 溶剂萃取

准确称取雨生红球藻粉 50mg（精确至 0.1mg），置于 15mL 具塞试管中，加入二甲基亚砜 5mL，置于恒温水浴锅中，60℃避光水浴 15min，超声提取 5min，4000r/min 离心 3min，将上清液转移至 50mL 容量瓶中。离心管中再加入二甲基亚砜 5mL，超声提取 5min，4000r/min 离心 3min，合并于上述容量瓶中，重复上述步骤 1 次以上，直到提取液没有颜色，用二甲基亚砜定容至刻度。准确移取 2.5mL 上清液于另-50mL 容量瓶中，用丙酮定容至刻度。

### A. 4.2 酶解

准确移取 A. 4.1 制备的提取液 1mL 于 15mL 离心管中，准确加入  $\beta$ -阿朴胡萝卜素醛内标工作液（A. 2.4.3）1mL，混匀，再加入胆固醇酯酶溶液（A. 2.3.6）2mL，涡旋混匀，置于恒温水浴锅中，25℃避光反应 60min，期间每隔 10min~15min 混匀 1 次。反应后取出，加入石油醚 2mL、十水硫酸钠 1g，涡旋混合 30s，静置分层，将上层有机相转移至另一个 15mL 离心管中，按上述方法再用石油醚重复萃取 2 次，合并石油醚层，常温氮气吹干，准确加入丙酮 1mL 溶解残留物，用针式滤器过滤至进样小瓶中，供液相色谱分析。

注：若在 20min~30min 的出峰处存在杂峰，说明酶液可能失活，需要重新配制胆固醇酯酶溶液（A. 2.3.6）进行测定。

### A. 4.3 测定

#### A. 4.3.1 色谱条件

A. 4.3.1.1 色谱柱：色谱柱，250mmx4.6mm，5  $\mu$ m，或相当者。

A. 4.3.1.2 柱温：25℃。

- A. 4.3.1.3 检测器：检测波长为 474nm。
- A. 4.3.1.4 进样量：20 $\mu$ L。
- A. 4.3.1.5 流速：1.0mL/min。
- A. 4.3.1.6 流动相：梯度洗脱程序见表 A. 1。

表 A. 1 流动相梯度洗脱程序

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

注：A-甲醇，B-叔丁基甲基醚，C-1%磷酸溶液。

#### A. 4.3.2 标准曲线绘制

准确移取适量 20  $\mu$ g/mL 全反式虾青素标准储备溶液 (A. 2.4.1) 和 30  $\mu$ g/mL  $\beta$ -阿朴胡萝卜素醛内标储备液 (A. 2.4.2)，用丙酮配制成内标物质量浓度为 3  $\mu$ g/mL，全反式虾青素质量浓度分别为 0.1 $\mu$ g/mL、0.5 $\mu$ g/mL、1.0 $\mu$ g/mL、2.0 $\mu$ g/mL、5.0 $\mu$ g/mL、10.0 $\mu$ g/mL 的标准工作液，供液相色谱测定。以全反式虾青素的峰面积与  $\beta$ -阿朴胡萝卜素醛内标的峰面积之比为纵坐标，以相应的全反式虾青素质量浓度为横坐标绘制标准曲线。全反式虾青素标准和  $\beta$ -阿朴胡萝卜素醛内标液相色谱图见图 B. 2。

#### A. 4.3.3 定性方法

分别注入 20  $\mu$ L 全反式虾青素标准工作液、虾青素同分异构体标液 (A. 2.4.4) 和试样溶液 (A. 4.2)，按 A. 4.3.1 列出的色谱条件进行液相色谱分析测定，根据虾青素同分异构体色谱图中 13-顺式虾青素、全反式虾青素和 9-顺式虾青素三种虾青素同分异构体组分的保留时间定性。典型样品的液相色谱图见 B. 3。

#### A. 4.3.4 定量方法

根据试样溶液中虾青素的含量情况，选定峰面积相近的全反式虾青素的标准工作液单点定量或多点校准定量，试样测定结果以三种虾青素同分异构体的总和计，内标法定量，同时标准工作液和样液的响应值均应在仪器检测的线性范围之内。

### A. 5 数据处理

### A. 5.1 总虾青素含量的计算

试样中总虾青素的含量按公式 (A. 1) 计算。

$$X = \frac{(1.3 \times A_{13-cis} + A_{trans} + 1.1 \times A_{9-cis}) \times A'_{is} \times C_s \times V \times f}{A_{is} \times A_s \times C'_{is} \times m \times 10} \quad (A.1)$$

式中:

X 试样中总虾青素含量的数值, 单位为克每百克(g/100g);

1.3 13-顺虾青素对全反式虾青素的校正因子;

- 试液中 13-顺虾青素的峰面积;

- 试液中全反式虾青素的峰面积;

1.1 9-顺虾青素对全反式虾青素的校正因子;

- 试液中 9-顺虾青素的峰面积;

- 标准溶液中  $\beta$ -阿朴胡萝卜素醛内标的峰面积;

C<sub>s</sub> 标准溶液中虾青素标准品质量浓度的数值, 单位为微克每毫升 ( $\mu\text{g/mL}$ );

V 试样复溶溶液体积的数值, 单位为毫升 (mL);

f 稀释倍数;

- 试液中  $\beta$ -阿朴胡萝卜素醛内标的峰面积;

A<sub>s</sub> 标准溶液中虾青素的峰面积; C'<sub>is</sub> 标准溶液中  $\beta$ -阿朴胡萝卜素醛内标质量浓度的数值, 单位为微克每毫升 ( $\mu\text{g/mL}$ );

m 试样质量的数值, 单位为毫克 (mg);

10 单位换算系数。

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, 保留三位有效数字。

### A. 5.2 全反式虾青素含量的计算

试样中全反式虾青素的含量按公式 (A. 2) 计算。

$$X = \frac{A_{trans} \times A'_{is} \times C_s \times C_{is} \times V \times f}{A_{is} \times A_s \times C'_{is} \times m \times 10} \quad (A.2)$$

式中:

X 试样中全反式虾青素的含量的数值, 单位为克每百克(g/100g)

- 试液中全反式虾青素的峰面积;

- 标准溶液中  $\beta$ -阿朴胡萝卜素醛内标的峰面积;

C<sub>s</sub> 标准溶液中虾青素标准品质量浓度的数值, 单位为微克每毫升 ( $\mu\text{g/mL}$ )

$C_{is}$  -试液中 $\beta$ -阿朴胡萝卜素醛内标质量浓度的数值,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ )

$V$  -试样复溶溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

$f$  稀释倍数;

-试液中 $\beta$ -阿朴胡萝卜素醛内标的峰面积;

$A_s$  -标准溶液中虾青素的峰面积;

$C'_{is}$ -标准溶液中 $\beta$ -阿朴胡萝卜素醛内标质量浓度的数值,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );

$m$  -试样质量的数值,单位为毫克(mg);

10 -单位换算系数。

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,保留三位有效数字。

## A. 6 方法的灵敏度和精密度

### A. 6.1 灵敏度

雨生红球藻粉中总虾青素及全反式虾青素的方法定量限为0.400g/100g。

### A. 6.2 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不应超过算术平均值的10%。

# 备案单位承诺书

本食品企业标准备案单位承诺：

一、本备案登记表中所填写的内容、所附的资料（包括研究和检验数据）均为真实，并符合《食品安全法》。如有不实之处，本单位愿承担全部法律责任。

二、按照本备案标准生产的食品不含有未经许可的食品（包括原料）、食品添加剂和法律、法规禁止使用的食品（包括原料）、食品添加剂。

三、本单位将按照备案标准组织生产，并保证所生产的食品符合《食品安全法》。

云南红宝生物科技股份有限公司

谭映华

备案单位（盖章）

备案单位主要负责人（签字）

谭映华

2025年09月05日

2025年09月05日