

Q/SPC

云南施普瑞生物工程有限公司螺旋藻养殖厂企业标准

Q/SPC 0001S—2021

富硒螺旋藻

云南省食品安全企业标准备案章
备案号: 53070050 S-2021
备案日期: 2021年10月08日

云南
备案
备案

2021-09-26 发布

2021-10-08 实施

云南施普瑞生物工程有限公司程海螺旋藻养
殖厂 发布

前 言

我公司生产的富硒螺旋藻，是选用颤藻科钝顶螺旋藻为藻种，以云南省永胜县程海湖湖水配制成螺旋藻培养基的基础上添加适量亚硒酸钠，通过螺旋藻光合自养将亚硒酸钠富集并转化为有机态硒，再经采收、漂洗、干燥等工艺制成的螺旋藻干粉。根据《中华人民共和国标准化法》、《中华人民共和国食品安全法》的规定，制定本企业标准，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照 GB19643-2016《食品安全国家标准 藻类及其制品》制定,其余指标参照 DB53/T 186《地理标志产品 程海螺旋藻》制定，硒含量根据产品实际而制定。

本标准由云南施普瑞生物工程有限公司程海螺旋藻养殖厂提出起草并解释。

本标准主要起草人：王琳、余绍蕾、杜伟春、左仕陆。

富硒螺旋藻

1 范围

本标准规定了富硒螺旋藻产品的定义、技术要求、检验规则和标志、包装、运输及贮存。

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 术语和定义

富硒螺旋藻 rich selenium spirulina

选用颤藻科钝顶螺旋藻为藻种，以云南省永胜县程海湖湖水配制成螺旋藻培养基的基础上添加适量亚硒酸钠，通过螺旋藻光合自养将亚硒酸钠富集并转化为有机态硒，再经采收、漂洗、干燥等工艺制成的螺旋藻干粉。

4 技术要求

4.1 原辅料要求

4.1.1 钝顶螺旋藻：符合云南省地方标准 DB53/T 186 的规定。

4.1.2 生产加工用水：应符合 GB5749 的规定。

4.1.3 其它原辅料：其他原辅料：应符合相应的食品安全标准及相关规定，不得使用非食品原料和辅料。

4.2 基本要求

质量指标应符合云南省地方标准DB53/T 186的规定。

4.3 硒含量要求

应符合表1要求。

表 1 硒含量指标

项 目	指 标	检验方法
总硒(Se)/(μg/100g)	1000~300000	GB5009.93
有机硒占总硒质量百分比, w/%	≥ 90	附表A

4.4 净含量

净含量应符合《定量包装商品计量监督管理办法》的规定，按照 JJF 1070 规定的方法进行测定。

4.5 食品添加剂

4.5.1 食品添加剂质量应符合相应的安全标准和有关规定。

4.5.2 食品添加剂的品种、使用范围、使用量应符合 GB2760 的规定。

5 检验规则

5.1 组批

同一次投料，同一工艺生产的统一规格的产品为一批。

5.2 抽样

每批产品中随机抽取10个定量包装产品，抽样总量不低于800g的样品，分为两份，一份用于检验，一份作为留样。

5.3 出厂检验

产品须经出厂检验合格并附有产品质量合格证明后方可出厂销售。出厂检验项目为感官、蛋白质、类胡萝卜素、叶绿素、蓝藻素、总硒、有机硒、水分、灰分、菌落总数、大肠菌数、净含量。

5.4 型式检验

正常情况下，每半年进行一次，检验项目为本标准规定的所有项目，有下列情况之一时，亦应进行。

- a) 产品停产半年以上，再恢复生产时；
- b) 出厂检验结果与上次型式检验结果差异较大时
- c) 国家食品安全监管部门提出检验要求时。

5.5 判定规则

检验结果中安全指标若有一项不合格，则判该批号产品为不合格品；其余指标若有不合格时，用留样对不合格项目进行复检，以复检结果为准。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 标志

包装标志应符合 GB 7718 的规定及 GB 28050 的规定。包装储运图示应符合 GB/T 191 的规定。

6.2 包装和容器

包装材料和容器应符合相应食品安全标准和有关规定，封口严密，包装牢固。

6.3 运输、贮存

运输过程中，应防尘，防晒、防雨，保持清洁卫生，不得与其它有毒，有害、易污染的物品混装混运。贮存产品的场所应清洁、干燥、通风，严防受热，并有防鼠、防蝇、防虫、防尘设施，堆放应离地、离墙，不得与有毒、有害、有异味、易挥发、易腐蚀的物品或其它杂物混存，防止暴晒雨淋。

附录 A
(规范性附录)
检验方法

A.1 一般规定

本标准除另有规定外,所用试剂的纯度均为分析纯,所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品,应按GB/T601、GB/T602、GB/T603的规定制备,试验用水应符合GB/T6682中三级水的规定。试验中所用溶液在未注明用何种溶剂配制时,均指水溶液。

A.2 有机硒占总硒质量分数的测定

A.2.1 试剂和材料

A.2.1.1 盐酸 ($\rho = 1.19\text{g/mL}$)。

A.2.1.2 盐酸 (1+1): 吸取50mL盐酸 (A.2.1.1) 缓慢加入40mL水中, 冷却后用水定容至100mL。

A.2.1.3 盐酸 (2+98): 吸取2mL盐酸 (A.2.1.1) 缓慢加入80mL水中, 冷却后用水定容至100mL。

A.2.1.4 氢氧化钠 (5g/L): 称取5.0g氢氧化钠溶于水中, 冷却后用水定容至1000mL。

A.2.1.5 硼氢化钠 (10g/L): 称取10.0g氢氧化钠溶于氢氧化钠 (A.2.1.4) 中, 用氢氧化钠 (A.2.1.4) 定容至1000mL。

A.2.1.6 铁氰化钾 (100g/L): 称取10.0g铁氰化钾溶于水中, 用水定容至100mL, 摇匀。

A.2.1.7 硒标准储备液 (1000 $\mu\text{g/mL}$): 元素标准溶液按GB/T602方法配制, 或直接使用市售有证国家标准溶液。

A.2.1.8 硒标准应用液 (1.0 $\mu\text{g/mL}$): 由硒标准储备液 (A.2.1.7) 以盐酸 (A.2.1.3) 逐级稀释而成。

A.2.1.9 环己烷。

A.2.1.10 正辛烷。

A.2.1.11 氩气: 纯度 $\geq 99.99\%$ 。

A.2.2 仪器和设备

A.2.2.1 原子荧光光度计, 附硒空心阴极灯。

A.2.2.2 恒温水浴振荡器。

A.2.2.3 电热板。

A.2.3 无机硒测定的测定

A. 2. 3. 1 试样处理

称取约2.5g试样（精确至0.0001g）置于25mL具塞刻度试管中，加入盐酸（A. 2. 1. 2）20.00mL，并用盐酸（A. 2. 1. 2）定容至25mL，混匀，置于60℃恒温水浴中200r/min振荡浸提18h，取出冷却至室温，在经过脱脂棉过滤。将滤液倒入分液漏斗中，加入5mL环己烷（A. 2. 1. 9）萃取，收集水相于烧杯中。准确吸取4.00 mL水相于10mL具塞试管中，置于沸水浴中20min，取出冷却至室温，分别加入1.0 mL铁氰化钾（A. 2. 1. 6）、3滴正辛醇（A. 2. 1. 10），用水定容至10mL，摇匀待测。

A. 2. 3. 2 空白实验

除不称取试样外，均按照上述步骤A. 2. 3. 1进行。

A. 2. 3. 3 标准溶液制备

分别吸取硒标准应用液（A. 2. 1. 8）0.00mL、0.050mL、0.200mL、0.400mL、0.60mL、1.00mL于50mL容量瓶中，分别加入10 mL盐酸（A. 2. 1. 1）、5.0 mL铁氰化钾（A. 2. 1. 6）、3滴正辛醇（A. 2. 1. 10），用水稀释并定容至刻度，摇匀待测。此硒标准系列溶液的质量浓度分别为0 μg/L、1.00 μg/L、4.00 μg/L、8.00 μg/L、12.0 μg/L、20.0 μg/L。

A. 2. 4 测定

A. 2. 4. 1 标准曲线

以盐酸（A. 2. 1. 3）为载流，硼氢化钠（A. 2. 1. 5）为还原剂，测定空白溶液的荧光强度后，按顺序由低到高分别测定硒系列标准工作溶液的荧光强度，根据荧光强度和对应的元素浓度绘制硒标准曲线。

A. 2. 4. 2 待测试液测定

按顺序依次对空白实验溶液、试样待测溶液进行测定。若测定结果超出标准曲线的线性范围，应将试样稀释后再测定。

A. 2. 5 结果计算

A. 2. 5. 1 无机硒含量按式(A. 1)计算：

$$X_1 = \frac{(c_1 - c_0) \times f \times 1000}{m \times 1000 \times 1000} \dots\dots\dots (A. 1)$$

式中：

X_1 ——试样中无机硒的含量，mg/kg；

C_1 ——试样提取液测定浓度，ng/mL；

C_0 ——试剂空白测定浓度，ng/mL；

m ——试样质量，g；

f —— $f=25 \text{ mL} \times 10 \text{ mL} / 4 \text{ mL}$

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3位有效数字。

A. 2. 5. 2 有机硒含量按式(A. 2)计算：

$$X_2 = X - X_1 \dots\dots\dots (A. 2)$$

附录 A
(规范性附录)
检验方法

A.1 一般规定

本标准除另有规定外,所用试剂的纯度均为分析纯,所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品,应按GB/T601、GB/T602、GB/T603的规定制备,试验用水应符合GB/T6682中三级水的规定。试验中所用溶液在未注明用何种溶剂配制时,均指水溶液。

A.2 有机硒占总硒质量分数的测定

A.2.1 试剂和材料

A.2.1.1 盐酸 ($\rho=1.19\text{g/mL}$)。

A.2.1.2 盐酸 (1+1): 吸取50mL盐酸 (A.2.1.1) 缓慢加入40mL水中, 冷却后用水定容至100mL。

A.2.1.3 盐酸 (2+98): 吸取2mL盐酸 (A.2.1.1) 缓慢加入80mL水中, 冷却后用水定容至100mL。

A.2.1.4 氢氧化钠 (5g/L): 称取5.0g氢氧化钠溶于水中, 冷却后用水定容至1000mL。

A.2.1.5 硼氢化钠 (10g/L): 称取10.0g氢氧化钠溶于氢氧化钠 (A.2.1.4) 中, 用氢氧化钠 (A.2.1.4) 定容至1000mL。

A.2.1.6 铁氰化钾 (100g/L): 称取10.0g铁氰化钾溶于水中, 用水定容至100mL, 摇匀。

A.2.1.7 硒标准储备液 (1000 $\mu\text{g/mL}$): 元素标准溶液按GB/T602方法配制, 或直接使用市售有证国家标准溶液。

A.2.1.8 硒标准应用液 (1.0 $\mu\text{g/mL}$): 由硒标准储备液 (A.2.1.7) 以盐酸 (A.2.1.3) 逐级稀释而成。

A.2.1.9 环己烷。

A.2.1.10 正辛烷。

A.2.1.11 氩气: 纯度 $\geq 99.99\%$ 。

A.2.2 仪器和设备

A.2.2.1 原子荧光光度计, 附硒空心阴极灯。

A.2.2.2 恒温水浴振荡器。

A.2.2.3 电热板。

A.2.3 无机硒测定的测定

A. 2. 3. 1 试样处理

称取约2.5g试样（精确至0.0001g）置于25mL具塞刻度试管中，加入盐酸（A. 2. 1. 2）20.00mL，并用盐酸（A. 2. 1. 2）定容至25mL，混匀，置于60℃恒温水浴中200r/min振荡浸提18h，取出冷却至室温，在经过脱脂棉过滤。将滤液倒入分液漏斗中，加入5mL环己烷（A. 2. 1. 9）萃取，收集水相于烧杯中。准确吸取4.00 mL水相于10mL具塞试管中，置于沸水浴中20min，取出冷却至室温，分别加入1.0 mL铁氰化钾（A. 2. 1. 6）、3滴正辛醇（A. 2. 1. 10），用水定容至10mL，摇匀待测。

A. 2. 3. 2 空白实验

除不称取试样外，均按照上述步骤A. 2. 3. 1进行。

A. 2. 3. 3 标准溶液制备

分别吸取硒标准应用液（A. 2. 1. 8）0.00mL、0.050mL、0.200mL、0.400mL、0.60mL、1.00mL于50mL容量瓶中，分别加入10 mL盐酸（A. 2. 1. 1）、5.0 mL铁氰化钾（A. 2. 1. 6）、3滴正辛醇（A. 2. 1. 10），用水稀释并定容至刻度，摇匀待测。此硒标准系列溶液的质量浓度分别为0 μg/L、1.00 μg/L、4.00 μg/L、8.00 μg/L、12.0 μg/L、20.0 μg/L。

A. 2. 4 测定

A. 2. 4. 1 标准曲线

以盐酸（A. 2. 1. 3）为载流，硼氢化钠（A. 2. 1. 5）为还原剂，测定空白溶液的荧光强度后，按顺序由低到高分别测定硒系列标准工作溶液的荧光强度，根据荧光强度和对应的元素浓度绘制硒标准曲线。

A. 2. 4. 2 待测试液测定

按顺序依次对空白实验溶液、试样待测溶液进行测定。若测定结果超出标准曲线的线性范围，应将试样稀释后再测定。

A. 2. 5 结果计算

A. 2. 5. 1 无机硒含量按式(A. 1)计算:

$$X_1 = \frac{(c_1 - c_0) \times f \times 1000}{m \times 1000 \times 1000} \dots\dots\dots (A. 1)$$

式中:

X_1 ——试样中无机硒的含量, mg/kg;

C_1 ——试样提取液测定浓度, ng/mL;

C_0 ——试剂空白测定浓度, ng/mL;

m ——试样质量, g;

f —— $f=25 \text{ mL} \times 10 \text{ mL} / 4 \text{ mL}$

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3位有效数字。

A. 2. 5. 2 有机硒含量按式(A. 2)计算:

$$X_2 = X - X_1 \dots\dots\dots (A. 2)$$

式中:

X_2 ——试样中有机硒的含量, mg/kg;

X ——试样中总硒的含量, mg/kg;

X_1 ——试样中无机硒的含量, mg/kg。

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3位有效数字。

A. 2. 5. 3 有机硒占总硒含量的质量分数按式(A. 3)计算:

$$W_1 = \frac{X_2}{X} \times 100\% \dots\dots\dots (A. 3)$$

式中:

w_1 ——有机硒占总硒含量的质量分数, %;

X_2 ——试样中有机硒的含量, mg/kg;

X ——试样中总硒的含量, mg/kg。

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3位有效数字。

备案单位承诺书

本食品安全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》。

云南施普瑞生物工程股份有限公司
杨施娟 杨保强 杨保强
备案单位（盖章）

2021年09月25日

刘德林

备案单位主要负责人（签字）

2021年09月25日