

Q/LBR

云南龙布瑞生物科技有限公司企业标准

Q/LBR 0001 S—2022

雨生红球藻制品

云南省食品安全企业标准备案章
备案号: 53030021 S- 2022
备案日期: 2022年 04月 18日

云
备
备案

2022 - 04 - 18 发布

2022 - 04 - 18 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脂(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)是以雨生红球藻虾青素油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,特制订本标准,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:翟运辉、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、运输和贮存要求。

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脂(红花籽油、橄榄油等)进行稀释制成的雨生红球藻虾青素油；以雨生红球藻虾青素油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 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脂(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，经过乳化、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，（%）	≤ 5.0	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备时；
- 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

检验结果中，微生物指标若有任一项不合格，则判该批产品为不合格品；其余指标若有不合格项目，用留样复检，以复检结果为准。

6 标签、标志、包装、运输、贮存

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。标签应标明不适宜人群、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、易污染的货物混装混运。

6.4 贮存

原料、辅料、半成品、成品应分开放置，应贮存在清洁、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。

全企

年

附 录 A
(规范性附录)
总虾青素的测定、全反式虾素含量的测定

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。虾青素酯经胆固醇酯酶酶解后，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 胆固醇酯酶溶液的配制

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 0.45 μ m 微孔滤膜，有机相和水相

真空泵（抽滤用）

冷冻离心机： ≥ 8000 r/min

涡旋振荡器

恒温箱

氮吹仪

分散破壁机

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，5 μ m；

柱温：25 $^{\circ}$ C

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 相为叔丁基甲基醚

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），放于事先准备好的装有 2mm 钢珠的分撒杯中，并加入丙酮至刚好淹没钢珠，在 5000-6000Hz 频率下分散震荡 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，量取上 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，量取上 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，剩下胶皮把虾青素油清洗干净，晾干称重，记下重量 M 皮，可用于换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 玻璃具塞离心管中，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 分钟轻轻地缓慢地倒置混合一次。反应后，往管中加入 1g 无水硫酸钠，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 X_1 计，数值以%表示，按公式计算：

$$X_1\% = \frac{(1.3 \times A_{13\text{-顺}} + A_{\text{全反式}} + 1.1 \times A_{9\text{-顺}}) \times C_{\text{标液}} \times V_{\text{试液}} \times 10^{-3}}{A_{\text{标液}} \times m_{\text{样品}}} \times 100\%$$

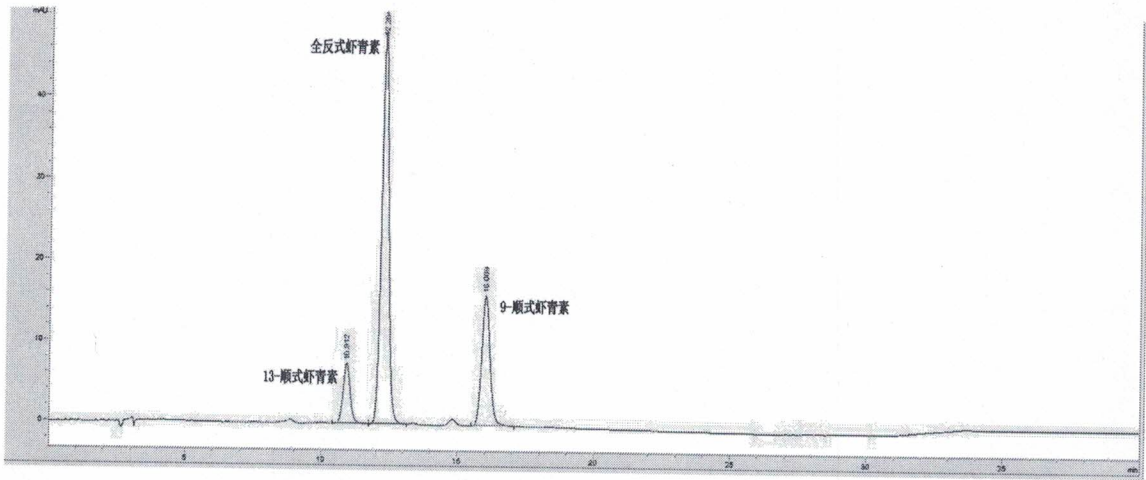
全反式虾青素含量以 X_2 计，数值以%表示，按公式计算：

$$X_2\% = \frac{(A_{\text{全反式}} \times C_{\text{标液}} \times V_{\text{试液}} \times 10^{-3})}{A_{\text{标液}} \times m_{\text{样品}}} \times 100\%$$

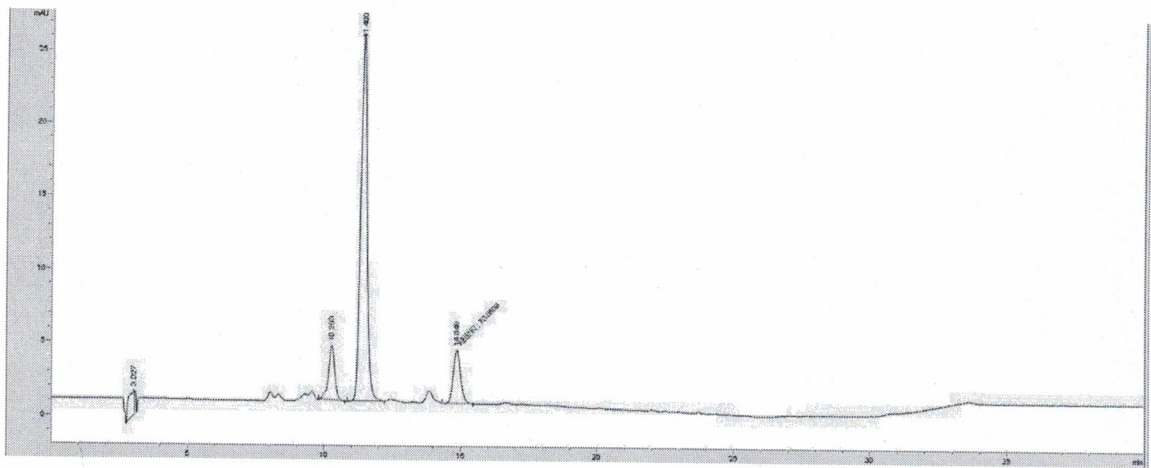
A. 8 允许差

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



对照品图谱



样品图谱

章

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。

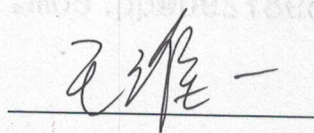
二、按照本备案标准生产的食品不含有未经许可的食品（包括原料）、食品添加剂和法律、法规禁止使用的食品（包括原料）、食品添加剂。

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》。

云南布瑞生物科技有限公司

备案单位（盖章）

2022年4月12日



备案单位主要负责人（签字）

2022年4月12日