ICS 67.200.10
CCS X 14

QB

中华人民共和国轻工行业标准

QB/T XXXX—202X

虾青素油及其制品

Astaxanthin oil and its products

（报批稿）

202X-XX-XX 发布　　202X-XX-XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部　　发 布

工业和信息化部标准报批公示

前　言

本文件按照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》的规定起草。

本文件由中国轻工业联合会提出。

本文件由全国食品工业标准化技术委员会（SAC/TC 64）归口。

本文件起草单位：大连医诺生物股份有限公司、中国生物发酵产业协会、国珍健康科技（北京）有限公司、云南爱尔康生物技术有限公司、北京大北农科技集团股份有限公司、淮安香兰金土地生物技术有限公司、昆明白鸥微藻技术有限公司、江苏海飞生物科技有限公司、云南云彩金可生物技术有限公司、浙江天和诚生物科技股份有限公司、云南爱尔发生物技术股份有限公司、广电计量检测（合肥）有限公司、大连工业大学、中国海洋大学、济宁市食品药品检验检测研究院、大连市食品检验检测院、浙江大学、浙江科技学院、福建师范大学、浙江工业职业技术学院、山东省食品药品检验研究院、河北工程大学。

本文件主要起草人：卢涛、朱雪梅、关丹、周一丹、张丽梅、孔祥武、高慧、王玉婷、刘雪连、朱春峰、沼泽彻、韩洪军、侯翔燕、俞士中、罗骁、孙晓君、田洪芸、王鹏、毛建卫、杜明、勇艳华、蔡路昀、王洁、杨欣伟、王珍珍、沙如意、乔乐克、王震宇、李焱、卢彦琦。

本文件为首次发布。

工业和信息化部标准报批公示

虾青素油及其制品

1 范围

本文件界定了虾青素油及其制品的术语和定义，规定了技术要求、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存要求，描述了相应的试验方法。

本文件适用于以雨生红球藻（Haematococcus pluvialis）藻体及孢子或雨生红球藻粉为原料，经破壁、提取等工序制得的虾青素油及虾青素油制品的生产、检验和销售。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
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 4789.38 食品安全国家标准 食品微生物学检验 大肠埃希氏菌计数
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 5009.11 食品安全国家标准 食品中总砷及无机砷的测定
GB 5009.12 食品安全国家标准 食品中铅的测定
GB 5009.27 食品安全国家标准 食品中苯并（a）芘的测定
GB 5009.227 食品安全国家标准 食品中过氧化值的测定
GB 5009.229 食品安全国家标准 食品中酸价的测定
GB 5009.273 食品安全国家标准 水产品中微囊藻毒素的测定
GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
GB 7718 食品安全国家标准预包装食品标签通则
GB 28050 食品安全国家标准 预包装食品营养标签通则
GB/T 30893 雨生红球藻粉

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

虾青素油制品 astaxanthin oil products

工业和信息化部标准报批公示

以虾青素油为原料，添加或不添加辅料、食品添加剂，制得的产品。

4 要求

4.1 原辅料要求

4.1.1 雨生红球藻藻体及孢子

应新鲜、无变质。

4.1.2 雨生红球藻粉

应符合GB/T 30893的规定。

4.1.3 其他原辅料

应符合相应的食品安全标准和/或相关规定。

4.2 感官要求

应符合表1要求。

表 1 感官要求

项 目	要 求	
	虾青素油	虾青素油制品
色 泽	红色至暗红色	具有本品固有色泽
状 态	油 状	固态或半固态或液态
气 味	具有本品固有气味，无异味	
杂 质	无正常视力可见的外来杂质	

4.3 理化指标

应符合表2要求。

表 2 理化指标

项 目	指 标	
	虾青素油	虾青素油制品
总虾青素（以全反式虾青素计）/（%） ≥	5.0	1.0
全反式虾青素/（%） ≥	3.5	0.5
水分/（g/100g） ≤	2.0	固态5.0、半固态30、液态70.0
灰分/（g/100g） ≤	5.0	7.0
酸价（KOH）/（mg/g） ≤	4.0	—
过氧化值/（g/100 g） ≤	0.25	—

4.4 安全指标

4.4.1 污染物限量

应符合表3要求。

表3 污染物指标

项 目	指 标	
	虾青素油	虾青素油制品
铅（以Pb计）/（mg/kg） ≤	0.08	1.0
无机砷（以As计）/（mg/kg） ≤	0.1	0.5
苯并[a]芘/（μg/kg） ≤	10	—
微囊藻毒素（LR亚型/RR亚型/YR亚型）/（μg/kg） ≤	1.0	—

4.4.2 微生物限量

应符合表4要求。

表4 微生物指标

项 目	指 标	
	虾青素油	虾青素油制品
菌落总数/（CFU/g） ≤	10^3	
大肠菌群/（CFU/g） ≤	10	
霉菌和酵母/（CFU/g） ≤	100	
金黄色葡萄球菌/（/25 g）	不得检出	
大肠埃希氏菌/（CFU/g） ≤	10	
沙门氏菌/（/25 g）	不得检出	

5 试验方法

5.1 一般要求

本方法中所用的水，在未注明其它要求时，应符合GB/T 6682中二级水的规格，所用试剂，在未注明其它规格时，均指分析纯。分析中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品，在没有注明其它要求时，均按GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603的规定制备。

5.2 感官

取试样适量，置于清洁、干燥的白瓷盘或50mL烧杯中，在自然光线下，目测其色泽与状态，有无杂质，闻其气味。

5.3 总虾青素、全反式虾青素含量

按照附录A进行测定。

5.4 水分

5.4.1 虾青素油按照 GB 5009.3-2016 中规定的卡尔·费休法进行测定。

5.4.2 虾青素油制品按照 GB 5009.3-2016 中规定的直接干燥法进行测定。

5.5 灰分

按照GB 5009.4规定的方法进行测定。

5.6 酸价

按照GB 5009.229-2016中规定的冷溶剂自动电位滴定法进行测定。

5.7 过氧化值

按照GB 5009.227-2016中规定的电位滴定法进行测定。

5.8 微囊藻毒素

按照GB 5009.273进行测定。

5.9 铅

按照GB 5009.12进行测定。

5.10 无机砷

按照GB 5009.11进行测定。

5.11 苯并[a]芘

按照GB 5009.27进行测定。

5.12 菌落总数

按照GB 4789.2进行测定。

5.13 大肠菌群

按照GB 4789.3平板计数法进行测定。

5.14 霉菌和酵母

按照GB 4789.15平板计数法进行测定。

5.15 金黄色葡萄球菌

按照GB 4789.10定性检验法进行测定。

5.16 大肠埃希氏菌

按照GB 4789.38平板计数法进行测定。

5.17 沙门氏菌

按照GB 4789.4进行测定。

6 检验规则

6.1 组批

同原料、同配方、同工艺、同一种规格的产品为一批。

6.2 抽样

工业和信息化部标准报批公示

同一组批中随机抽取检验样品，一般取样量为全检量的三倍，样品检验数量不低于500 g，样品分为2份，1份用于检验，1份留样备查。

6.3 检验分类

检验分出厂检验和型式检验。

6.4 出厂检验

6.4.1 每批产品应经企业质检部门按本文件检验合格并附合格证后方可出厂。

6.4.2 出厂检验项目为：感官、总虾青素含量、全反式虾青素含量、水分、灰分、菌落总数、大肠菌群。

6.5 型式检验

6.5.1 检验项目为本文件要求中规定的全部项目。一般情况下，型式检验半年进行一次。

6.5.2 有下列情况之一时，亦应进行型式检验：

——原辅材料有较大变化时；

——更改关键工艺或设备时；

——新试制的产品或正常生产的产品停产 3 个月后，重新恢复生产时；

——出厂检验与上次型式检验结果有较大差异时；

——国家质量监督机构按有关规定需要抽检时。

6.6 判定规则

6.6.1 样品经检验，所有项目全部合格，则判该批产品为合格品。

6.6.2 检测项目中有 2 项或 2 项以下不合格，则应重新自该批产品中加倍取样复验，以复验结果为准。

6.6.3 检测项目中有 2 项以上不合格，则判定该批产品为不合格，不应复验。

6.6.4 微生物指标有 1 项不合格，则判定该批产品为不合格，不应复验。

7 标志、标签、包装、运输、贮存

7.1 标志、标签

7.1.1 销售包装标签应符合 GB 7718 或 GB 28050 的规定。

7.1.2 包装储运图示应符合 GB/T 191 的规定。

7.2 包装

7.2.1 包装材料应符合相应的国家标准或行业标准。

7.2.2 包装物和容器应整洁、卫生、无破损。

7.3 运输

运输工具应清洁卫生，不应与有毒、有害、有腐蚀性、有异味的物品混装、混匀，运输过程中应有遮盖物，避免受潮、曝晒。

7.4 贮存

产品应在清洁、阴凉、干燥、通风、设有防虫害、防鼠害装置的仓库内贮存，远离有毒有害、有腐蚀性物品，不应与有异味物品混贮。

附 录 A
（规范性）
检测方法

警示：使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

A.1 原理

虾青素油经丙酮溶解，再经胆固醇酯酶完全酶解后，使虾青素油中的虾青素酯转化成游离态的虾青素，采用液相色谱法进行定性分析，内标法定量。

A.2 试剂和材料

A.2.1 试剂

A.2.1.1 水：一级水。

A.2.1.2 三羟甲基氨基甲烷（Tris）。

A.2.1.3 丙酮。

A.2.1.4 石油醚：30 ℃～60 ℃。

A.2.1.5 十水硫酸钠。

A.2.1.6 无水硫酸钠。

A.2.1.7 磷酸：优级纯。

A.2.1.8 甲醇：色谱纯。

A.2.1.9 甲基叔丁基醚：色谱纯。

A.2.1.10 盐酸溶液：c（HCl）=1 mol/L。

A.2.1.11 胆固醇酯酶（CAS No.：9026-00-0，EC 3.1.1.13）：酶活≥10 U/mg 或其他同等品。

A.2.2 试剂的制备

A.2.2.1 Tris-HCl 缓冲溶液（0.05 mol/L，pH 7.0）：称取 Tris 0.606 g（精确至 0.000 1 g），加 75 mL 水溶解，用盐酸溶液调 pH 值至 7.0，并加水定容至 100 mL，2 ℃～7 ℃保存，有效期为 3 个月。

A.2.2.2 磷酸溶液（1 %，体积比）：量取磷酸 5 mL，加水溶解并定容至 500 mL。

A.2.2.3 胆固醇酯酶溶液：称取胆固醇酯酶适量，用 Tris-HCl 缓冲溶液溶解，制成浓度为 4 U/mL，宜现用现配。

A.2.3 标准品

A.2.3.1 全反式-β-阿林-8'-胡萝卜醛（分子式：$C_{30}H_{40}O$，CAS No.：1107-26-2）：纯度≥96 %。

A.2.3.2 虾青素酯（USP Astaxanthin Esters from Haematococcus pluvialis RS）：含有 13-顺式虾青素、全反式虾青素和 9-顺式虾青素的脂肪酸酯，总虾青素含量以酶解后游离虾青素计，含量≥10 %，或其他同等品。

A.2.4 标准溶液的制备

A.2.4.1 内标溶液（10 μg/mL）：称取全反式-β-阿林-8'-胡萝卜醛 10 mg（精确至 0.000 1 g），加丙

酮溶解并定容至 100 mL 棕色容量瓶中，作为内标储备液，充氮密封，-20 ℃避光冻存，有效期为 6 个月。准确移取该储备液 10 mL，加丙酮溶解并定容至 100 mL，作为内标溶液，充氮密封，-20 ℃避光冻存，有效期为 3 个月。

A.2.4.2　虾青素酯标准溶液：将虾青素酯标准品置于 50 ℃恒温水浴锅中加热 30 min，每隔 10 分钟振摇，混匀。称取混匀后的虾青素酯标准品 0.06 g（精确至 0.000 1g），加丙酮溶解并定容至 100 mL 棕色容量瓶中，作为虾青素酯标准储备液。准确量取虾青素酯标准储备液 2.0 mL，加丙酮稀释至 50 mL，作为虾青素酯标准溶液。宜现用现配。

A.3　仪器和设备

A.3.1　高效液相色谱仪：带紫外检测器或二极管阵列检测器。

A.3.2　棕色容量瓶。

A.3.3　离心管：10 mL。

A.3.4　恒温水浴锅：（50±1）℃。

A.3.5　超声波发生器。

A.3.6　pH计：精度为±0.01。

A.3.7　离心机：3000 rpm。

A.3.8　涡旋混合器。

A.3.9　氮吹仪。

A.3.10　分析天平：感量为0.000 1 g。

A.4　分析步骤

A.4.1　试样测试溶液的制备

A.4.1.1　试样的处理

A.4.1.1.1　虾青素油

将试样置于 50 ℃水浴锅中加热 30min，每隔 10 min 振摇，混匀。称取适量试样（含量为 10 %的虾青素油，称样量约为 60 mg。低浓度，称样量按比例增大。高浓度，称样量按比例减少），用丙酮溶解并定容至 100 mL 棕色容量瓶中，混匀，作为试样储备液。准确量取试样储备液 2.0 mL，用丙酮稀释并定容至 50 mL，混匀。

A.4.1.1.2　虾青素油制品

称取试样 0.1 g（精确至 0.000 1 g），加水 20 mL 溶解后，用丙酮稀释至 100 mL，混匀，作为试样储备液。准确量取试样储备液 5.0 mL 用丙酮稀释并定容至 50 mL，混匀。

A.4.1.2　试样测试溶液的制备

准确量取试样溶液 2.0 mL，置于 20 mL 离心管中，准确加入 1.0 mL 内标溶液、胆固醇酯酶溶液 3.0 mL，涡旋混匀，37 ℃水浴反应 45 min。向离心管中加入丙酮 1 mL、十水硫酸钠 1 g 和石油醚 2 mL，涡旋 1 min 后，离心 5 min。用吸管移取石油醚层置于已加入无水硫酸钠 1 g 的 10 mL 离心管中。在室温下用氮气吹干石油醚后，准确加入丙酮 2.0 mL，旋涡震荡溶解并过滤。

A.4.2　标准测试溶液的制备

准确量取虾青素酯标准溶液2.0 mL，按照试样测试溶液的制备方法进行配制。

A.4.3 仪器参考条件

A.4.3.1 色谱柱：C_{30}柱，柱长 250 mm，内径 4.6 mm，填料粒 5 μm，或相当者。
A.4.3.2 检测波长：474 nm。
A.4.3.3 柱温：25 ℃。
A.4.3.4 流速：1.0 mL/min。
A.4.3.5 进样量：20 μL。
A.4.3.6 流动相 A：磷酸溶液。
A.4.3.7 流动相 B：甲醇。
A.4.3.8 流动相 C：甲基叔丁基醚。

A.4.4 液相色谱梯度洗脱条件

液相色谱梯度洗脱条件见表A.1。

表 A.1 梯度洗脱条件

序号	时间/min	A/%	B/%	C/%
1	0	6	84	10
2	15.0	6	71	23
3	23.0	6	21	73
4	27.0	6	21	73
5	27.1	6	84	10
6	35.0	6	84	10

A.5 结果计算

A.5.1 总虾青素含量

总虾青素（以全反式虾青素计）含量以质量分数 ω_1计，按式（A.1）计算：

$$\omega_1 = \frac{[1.3A_1(13-cis)+A_1(all-trans)+1.1A_1(9-cis)]/A_1(I.S.)\times C_1\times P_1}{[1.3A_2(13-cis)+A_2(all-trans)+1.1A_2(9-cis)]/A_2(I.S.)\times C_2}\times 100\% \quad \cdots\cdots(A.1)$$

式中：

ω_1——试样测试溶液中虾青素的含量（以游离虾青素计）/%；

C_1——标准测试溶液的浓度，mg/mL；

C_2——试样测试溶液的浓度，mg/mL；

P_1——标准测试溶液中标识的总虾青素含量（以游离虾青素计）/%；

1.3——13-顺式虾青素的相对响应因子；

1.1——9-顺式虾青素的相对响应因子；

A_1（*13-cis*）——试样测试溶液中 13-顺式虾青素的峰面积；

A_1（*all-trans*）——试样测试溶液中全反式虾青素的峰面积；

A_1（*9-cis*）——试样测试溶液中 9-顺式虾青素的峰面积；

A_1（*I.S.*）——试样测试溶液中内标的峰面积；

A_2（*13-cis*）——标准测试溶液中 13-顺式虾青素的峰面积；

A_2（*all-trans*）——标准测试溶液中全反式虾青素的峰面积；

A_2（*9-cis*）——标准测试溶液中 9-顺式虾青素的峰面积；

A.5.2 全反式虾青素含量

全反式虾青素含量以质量分数 ω_2计，按式（A.2）计算：

$$\omega_2=\frac{[\omega_1\times A_1(\text{all-trans})]}{[1.3A_1(\text{13-cis})+A_1(\text{all-trans})+1.1A_1(\text{9-cis})]}\times 100\ \% \quad \cdots\cdots (A.2)$$

式中：

ω_1——试样测试液中总虾青素含量/%

ω_2——试样测试溶液中全反式虾青素的含量/%；

1.3——13-顺式虾青素的相对响应因子；

1.1——9-顺式虾青素的相对响应因子；

A_1（*13-cis*）——试样测试溶液中 13-顺式虾青素的峰面积；

A_1（*all-trans*）——试样测试溶液中全反式虾青素的峰面积。

A.5.3 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大于算术平均值的5 %。

A.6 定量限

本方法的定量限为0.02 g/100 g，检出限为0.005 g/100 g。

A.7 图谱

虾青素液相色谱图见附录B。

工业和信息化部标准报批公示

附　录　B
（资料性）
虾青素液相色谱图谱

虾青素液相色谱图谱见图B.1。

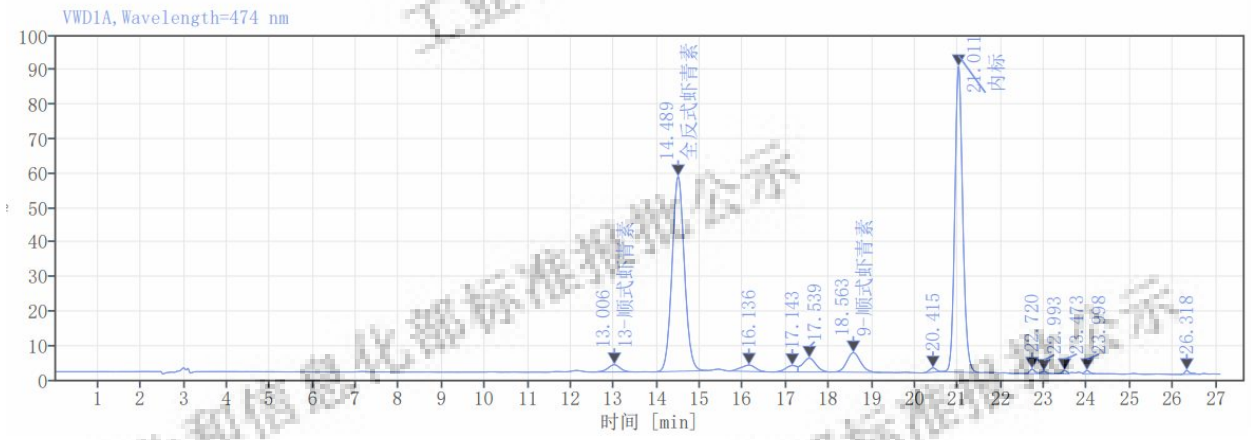

图 B.1 虾青素液相色谱图谱