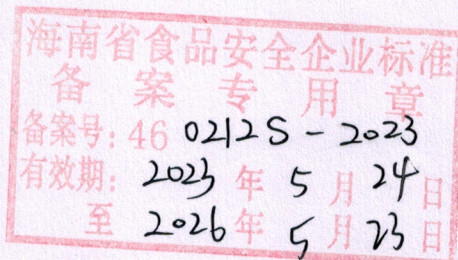


Q/HYB

海南食品安全企业标准

Q/HYB 0006S—2023

再泰牌螺旋藻片



2023-05-01 发布

2023-05-30 实施

海南葫芦娃医疗保健生物科技有限公司 发布

前 言

本标准按照《中华人民共和国食品安全法》和 GB/T 1.1《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。

本标准由海南葫芦娃医疗保健生物科技有限公司提出。

本标准由海南葫芦娃医疗保健生物科技有限公司起草。

本标准附录 A、附录 B、附录 C 为规范性附录。

本标准主要编写人：刘景萍、胡俊斌、何彦博、羊诚德。

本标准为首次发布。

再泰牌螺旋藻片

1 范围

本标准规定了再泰牌螺旋藻片的技术要求、生产加工过程中的卫生要求，检验规则以及标签、标志、包装、运输、贮存和保质期的要求。

本标准适用于以螺旋藻粉为原料，添加碳酸钙、羧甲淀粉钠、微晶纤维素、二氧化硅，经过筛、混合、压片、包装等生产工艺制成的，其标志性成分为β-胡萝卜素、藻蓝蛋白，具有有助于增强免疫力功能的保健食品再泰牌螺旋藻片的生产控制、检验、贮运等环节。

2 规范性引用文件

下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。

- GB/T 191 包装储运图示标志
- GB 4789.1 食品安全国家标准 食品微生物学检验 总则
- 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 4789.7 食品安全国家标准 食品微生物学检验 副溶血性弧菌检验
- 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 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 5009.5 食品安全国家标准 食品中蛋白质的测定
- 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 5009.15 食品安全国家标准 食品中镉的测定
- GB 5009.17 食品安全国家标准 食品中总汞及有机汞的测定
- GB/T 6543 运输包装用单瓦楞纸箱和双瓦楞纸箱
- GB 7718 食品安全国家标准 预包装食品标签通则
- GB 17405 保健食品良好生产规范
- YBB00122002 口服固体药用高密度聚乙烯瓶
- YBB00122005 固体药用纸袋装硅胶干燥剂
- YBB00152005 药用聚酯/铝/聚乙烯封口垫片
- 国家质量监督检验检疫总局令第75号《定量包装商品计量监督管理办法》
- 卫生部《保健食品标识规定》（卫监发（1996）第38号）
- 《中华人民共和国药典》

3 技术要求

3.1 原辅料要求

- 3.1.1 螺旋藻粉：应符合附录 A 的规定。
- 3.1.2 碳酸钙：应符合 GB 1886.214 的规定。
- 3.1.3 羧甲淀粉钠：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
- 3.1.4 微晶纤维素：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
- 3.1.5 二氧化硅：应符合 GB 25576 的规定。

3.2 标志性成分指标

应符合表 1 的规定。

表1 标志性成分指标

项 目	指 标	检验方法
β-胡萝卜素, mg/100g	≥ 20.0	附录 B
藻蓝蛋白, g/100g	≥ 5.0	《保健食品原料目录 螺旋藻》中藻蓝蛋白的测定

3.3 保健功能

有助于增强免疫力。

3.4 感官要求

应符合表2的要求。

表2 感官要求

项 目	要 求	检验方法
色 泽	深绿色至墨绿色	取适量试样置于白色瓷盘中，在自然光线下观察其色泽、状态，嗅其气味，用温开水漱口，品其滋味
滋味、气味	略带海藻腥味，无其他不良异味	
状 态	片剂，片形完整，边缘整齐，无裂片、无碎片；无正常视力可见的外来异物	

3.5 理化指标

应符合表 3 的规定。

表3 理化指标

项 目	指 标	检验方法
水分, g/100g	≤ 9.0	GB 5009.3
灰分, g/100g	≤ 10.0	GB 5009.4
蛋白质, g/100g	≥ 40.0	GB 5009.5
崩解时限, min	≤ 60	《中华人民共和国药典》

表3 理化指标 (续表)

铅 (以 Pb 计), mg/kg	≤	1.9	GB 5009.12
总砷 (以 As 计), mg/kg	≤	1.0	GB 5009.11
总汞 (以 Hg 计), mg/kg	≤	0.3	GB 5009.17
镉 (以 Cd 计), mg/kg	≤	0.2	GB 5009.15

3.6 微生物限量

应符合表4的规定。

表4 微生物限量

项 目	指 标				检验方法
菌落总数, CFU/g	≤	25000			GB 4789.2
大肠菌群, MPN/g	≤	0.92			GB 4789.3 “MPN 计数法”
霉菌和酵母, CFU/g	≤	50			GB 4789.15
金黄色葡萄球菌	≤	0/25g			GB 4789.10
沙门氏菌	≤	0/25g			GB 4789.4
副溶血性弧菌, MPN/g	采样量为 25g				GB 4789.7
	n	c	m	M	
	5	1	100 MPN/g	1000MPN/g	
注: 样品的采样及处理按 GB 4789.1 执行。					

3.7 重量差异指标

应符合《中华人民共和国药典》中“制剂通则”项下片剂的规定。

4 生产加工过程的卫生要求

应符合 GB 17405 的要求。

5 检验规则

5.1 原辅料检验

原辅料入库前应由厂质量监督检验部门按要求标准检验,合格后方可入库使用。

5.2 组批

以同一批投料、同一生产线生产、同一生产班次生产的包装完好的同一规格产品为一组批。

5.3 抽样

每批产品按包装盒件数的 1% 随机抽样,不足 1 千件者按 1 千件计。每批产品抽样数量不少于 500g,抽样数量的 1/2 用于感官、理化指标和标志性成分指标检验, 1/4 用于微生物指标检验, 1/4 用于留样。

5.3 出厂检验

产品应由生产企业的质量检验部门检验合格并附合格证方可出厂，产品出厂检验项目为感官要求、标志性成分指标（ β -胡萝卜素、藻蓝蛋白）、水分、崩解时限、蛋白质、菌落总数、大肠菌群、霉菌和酵母及重量差异指标。

5.4 型式检验

型式检验是对产品质量进行的全面考核，正常生产时每年进行一次，检验项目包括本标准技术要求中的全部项目。有下列情况之一时亦应进行型式检验。

- a) 产品正式投入生产时；
- b) 主要原辅料来源有较大改变或更换主要生产设备，可能影响产品质量时；
- c) 出厂检验与上一次型式检验结果有较大差异时；
- d) 长期停产6个月以上，恢复生产时；
- e) 食品安全监管部门提出进行型式检验的要求时。

5.5 判定规则

所检项目检验结果全部符合本标准规定时，判该批产品为合格品。微生物指标不符合本标准要求时，判该批产品为不合格品，不得复检。除微生物指标外，其它项目检验结果不符合本标准要求时，可以在原批次产品中双倍抽样复检一次，判定以复检结果为准。复检后仍有一项或一项以上不符合标准，则判该批产品为不合格品。

6 标签、标志、包装、运输和贮存

6.1 标签、标志

产品标签应符合 GB 7718、GB 16740、《保健食品标识规定》的规定；产品运输包装标志应符合 GB/T 191 的要求。

6.2 包装

产品包装用瓶应符合 YBB00122002 的规定，封口垫片应符合 YBB00152005 的规定，干燥剂应符合 YBB00122005 的规定。产品规格为 0.3g/片，包装规格为 240 片/瓶，或按市场要求规格包装；外包装箱应符合 GB/T 6543 的规定。

6.3 运输

运输工具应保持清洁，不得与有毒、有害、有异味或影响产品质量的物品混装运输。运输时防止挤压、碰撞、爆晒、雨淋，装卸时应轻搬、轻放。

6.4 贮存

产品应密封，置干燥处保存，不得与有毒、有害、有异味、易挥发、易腐蚀或其他可能影响产品品质的物品同库储存。

7 保质期

在符合本标准规定的条件下，产品保质期为 24 个月。

附 录 A
(规范性附录)
螺旋藻粉质量要求

A.1 螺旋藻粉质量要求

应符合表A.1 的规定。

表A.1 螺旋藻粉质量要求

项 目	指 标			
来源	螺旋藻为钝顶螺旋藻 (<i>Arthrospira platensis</i>) 和极大螺旋藻 (<i>Arthrospira maxima</i>) 经人工培养、采收、清洗的藻泥, 经过喷雾干燥, 或者其他干燥方法并经杀菌获得的干粉。			
色泽	蓝绿色至墨绿色			
滋味、气味	无异味, 略带藻腥味			
状态	均匀干燥疏松粉末, 无结块, 无正常视力可见外来杂质			
鉴别	取少量样品于水中, 充分震荡搅拌使藻粉颗粒分散, 显微镜视野中应呈分散、绿色的 S 形、L 形、C 形或螺旋形的藻丝体, 不得有明显异物。			
β -胡萝卜素, g/kg	≥	0.7		
藻蓝蛋白, g/100g	≥	8.0		
水分, g/100g	≤	7.0		
总灰分, g/100g	≤	7.0		
蛋白质, g/100g	≥	55.0		
铅 (以 Pb 计), mg/kg	≤	2.0		
砷 (以 As 计), mg/kg	≤	1.0		
汞 (以 Hg 计), mg/kg	≤	0.3		
镉 (以 Cd 计), mg/kg	≤	0.2		
菌落总数, CFU/g	≤	30000		
霉菌和酵母, CFU/g	≤	50		
大肠菌群, MPN/g	≤	0.92		
沙门氏菌	≤	0/25g		
金黄色葡萄球菌	≤	0/25g		
副溶血性弧菌, MPN/g	采样量为 25g			
	n	c	m	M
	5	1	100 MPN/g	1000 MPN/g

附 录 B
(规范性附录)
β-胡萝卜素的测定

B.1 β-胡萝卜素的测定

B.2 试剂和材料

- B.2.1 β-胡萝卜素对照品, 购自中国食品药品检定研究院, 供 HPLC 法测定, 含量为 29.8%
- B.2.2 氢氧化钾溶液: 称固体氢氧化钾500g, 加入500mL水溶解。临用前配制
- B.2.3 无水硫酸钠(Na_2SO_4), 分析纯
- B.2.4 抗坏血酸($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$), 分析纯
- B.2.5 石油醚: 沸程 $30^\circ\text{C}\sim 60^\circ\text{C}$, 分析纯
- B.2.6 甲醇(CH_4O), 色谱纯
- B.2.7 乙腈($\text{C}_2\text{H}_5\text{N}$), 色谱纯
- B.2.8 甲基叔丁基醚[$\text{CH}_3\text{OC}(\text{CH}_3)_3$], 色谱纯
- B.2.9 二氯甲烷(CH_2Cl_2), 色谱纯
- B.2.10 无水乙醇($\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$), 优级纯
- B.2.11 水, 符合GB/T6682规定的一级水
- B.2.12 碘溶液(I_2): 0.5 mol/L浓度
- B.2.13 2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚($\text{C}_{15}\text{H}_{24}\text{O}$, BHT)

B.3 仪器和设备

- B.3.1 分析天平(感量0.0001g)
- B.3.2 分光光度计
- B.3.3 高速粉碎机
- B.3.4 恒温振荡水浴箱(控温精度 $\pm 1^\circ\text{C}$)
- B.3.5 旋转蒸发器
- B.3.6 氮吹仪
- B.3.7 高效液相色谱仪(带紫外检测器)

B.4 分析步骤

B.4.1 对照品溶液制备

B.4.1.1 β-胡萝卜素标准储备液(500 μg/ml)

准确称取β-胡萝卜素标准品84mg(约相当于β-胡萝卜素25mg), 加入0.125g BHT, 用二氯甲烷溶解, 转移至50ml棕色容量瓶中定容至刻度。

B.4.1.2 β-胡萝卜素标准中间液(100 μg/ml)

从β-胡萝卜素标准储备液中准确移取10.0ml溶液于50ml棕色容量瓶中, 用二氯甲烷定容至刻度。

B.4.1.3 β-胡萝卜素标准工作液

从β-胡萝卜素标准中间液中准确移取5.00ml溶液至100ml棕色容量瓶。用甲醇定容至刻度, 得到浓度为5.0 μg/ml的标准工作液。

B. 4. 2 碘乙醇溶液(0.05mol/L)

吸取5ml碘溶液，用乙醇稀释至50ml，混匀。

B. 4. 3 异构化 β -胡萝卜素溶液

取10ml β -胡萝卜素标准储备液于烧杯中，加入20 μ l碘乙醇溶液，摇匀后于日光下或距离40W日光灯30cm处照射15min，用甲醇稀释至50mL。摇匀后过0.45 μ m滤膜，备HPLC色谱分析用。

B. 4. 4 供试品溶液制备**B. 4. 4. 1 预处理**

取本品研细，精确称取2.0g(精确至0.0001g)，转至250ml锥形瓶中，加入1g抗坏血酸、75ml无水乙醇，于60 $^{\circ}$ C \pm 1 $^{\circ}$ C水浴振荡30min。

B. 4. 4. 2 皂化

加入25ml氢氧化钾溶液，盖上瓶塞。置于已预热至53 $^{\circ}$ C \pm 2 $^{\circ}$ C恒温振荡水浴箱中，皂化30min。取出，静置，冷却到室温。

B. 4. 4. 3 试样萃取

将皂化液转入500ml分液漏斗中，加入100ml石油醚，轻轻摇动，排气，盖好瓶塞，室温下振荡，10min后静置分层，将水相转入另一分液漏斗中按上述方法进行第二次提取。合并有机相，用水洗至近中性。弃水相，有机相通过无水硫酸钠过滤脱水。滤液收入500ml蒸发瓶中，于旋转蒸发器上40 $^{\circ}$ C \pm 2 $^{\circ}$ C减压浓缩，近干。用氮气吹干，用移液管准确加入50ml二氯甲烷，盖上瓶塞，充分溶解提取物，经0.45 μ m膜过滤后，再精密移取5ml，置于20ml棕色容量瓶，即得。

注：必要时可根据待测样液中胡萝卜素含量水平进行浓缩或稀释，使待测样液中 β -胡萝卜素浓度在0.5 μ g/mL~10 μ g/mL范围内。

B. 4. 5 色谱条件

a) 色谱柱：C₃₀柱，柱长150mm，内径4.6mm，粒径5 μ m，或等效柱；

b) 流动相：A相：甲醇:乙腈:水=73.5:24.5:2；

B相：甲基叔丁基醚；

表5 梯度程序

时间/min	0	15	18	19	20	22
A%	100	59	20	20	0	100
B%	0	41	80	80	100	0

c) 流速：1.0ml/min；

d) 检测波长：450nm；

e) 柱温：30 $^{\circ}$ C \pm 1 $^{\circ}$ C；

f) 进样体积：20 μ l。

B. 4. 6 测定

在相同色谱条件下，将待测液注入液相色谱仪中，以保留时间定性，根据峰面积采用外标法定量， β -胡萝卜素根据全反式 β -胡萝卜素响应因子进行计算。

B. 4. 7 β -胡萝卜素异构体保留时间的确认

分别取 β -胡萝卜素标准中间液(100 μ g/ml)和异构化 β -胡萝卜素溶液，按照色谱条件注入HPLC仪进行色谱分析。根据 β -胡萝卜素标准中间液的色谱图确认全反式 β -胡萝卜素的保留时间；对比 β -胡萝卜素标准中间液和异构化 β -胡萝卜素溶液色谱图中各峰面积变化，以及与全反式 β -胡萝卜素的位置关系确认顺式 β -胡萝卜素异构体的保留时间：全反式 β -胡萝卜素前较大的色谱峰为13-顺式- β -胡萝卜素，紧邻全反式 β -胡萝卜素后较大的色谱峰为9-顺式- β -胡萝卜素，13-顺式- β -胡萝卜素前是15-顺式- β -胡萝卜素，另外可能还有其他较小的顺式结构色谱峰。

B.4.8 结果计算

计算全反式β-胡萝卜素响应因子

将β-胡萝卜素混合标准工作液注入HPLC仪中(色谱图见图1),根据保留时间定性,测定β-胡萝卜素各异构体峰面积。

β-胡萝卜素根据标准工作液标定浓度、全反式β-胡萝卜素6次测定峰面积平均值、全反式β-胡萝卜素色谱纯度(CP),按公式计算全反式β-胡萝卜素响应因子。

$$f = \frac{A_{all-E}}{C_s \times CP} \quad (\text{式中: } A_{all-E} \text{—对照品溶液全反式}\beta\text{-胡萝卜素峰面积; } C_s \text{—对照品溶液浓度, } \mu\text{g/ml} \text{)。$$

式中:

f ——全反式β-胡萝卜素响应因子,单位为峰面积毫升每微克;

\bar{A}_{all-E} ——全反式β-胡萝卜素标准工作液色谱峰峰面积平均值,单位为峰面积;

C_s ——β-胡萝卜素标准工作液标定浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/ml}$);

CP ——全反式β-胡萝卜素的色谱纯度, %。

试样中β-胡萝卜素含量按下公式计算:

$$X_{\beta} = \frac{(A_{all-E} + A_{9z} + A_{13z} \times 1.2 + A_{15z} \times 1.4 + A_{xz}) \times V \times 100 \times 1000}{F \times m}$$

式中:

X_{β} ——试样中β-胡萝卜素的含量,单位为毫克每百克($\text{mg}/100\text{g}$);

A_{all-E} ——试样待测液中全反式β-胡萝卜素峰面积;

A_{9z} ——试样待测液中9-顺式-β-胡萝卜素的峰面积;

A_{13z} ——试样待测液中13-顺式-β-胡萝卜素的峰面积;

1.2——13-顺式-β-胡萝卜素的相对校正因子;

A_{15z} ——试样待测液中15-顺式-β-胡萝卜素的峰面积;

1.4——15-顺式-β-胡萝卜素的相对校正因子;

A_{xz} ——试样待测液中其他顺式β-胡萝卜素的峰面积;

V ——试样液定容体积,单位为毫升(ml);

F ——两份全反式β-胡萝卜素响应因子均值,单位为峰面积毫升每微克;

m ——试样质量,单位为克(g)。

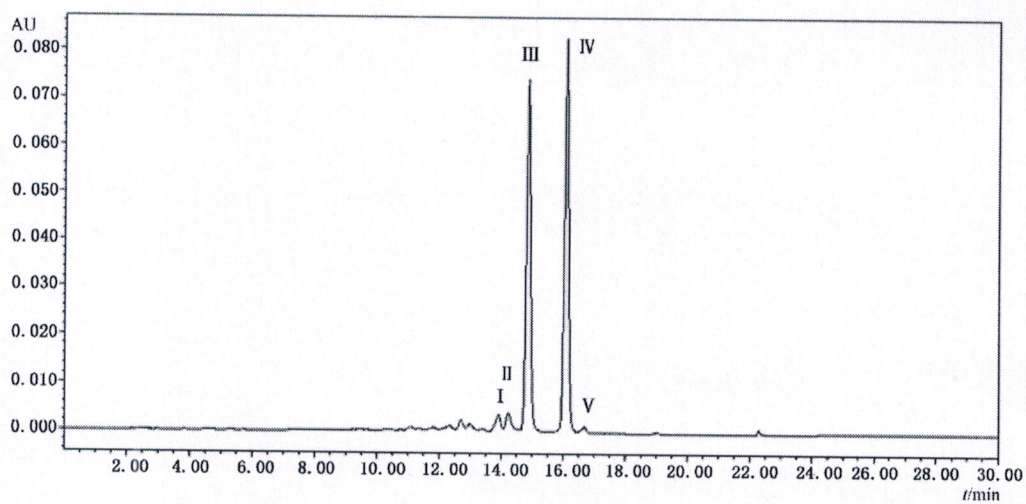
100——将结果表示为微克每百克($\mu\text{g}/100\text{g}$)的系数;

1000——将结果表示为毫克每百克($\text{mg}/100\text{g}$)的系数;

注1:由于β-胡萝卜素各异构体百分吸光系数不同(见附录C),所以在β-胡萝卜素计算过程中,需采用相对校正因子对结果进行校正。

注2:如果试样中其他顺式β-胡萝卜素含量较低,可不进行计算。

B.4.9 色谱图

图1 β -胡萝卜素检测色谱图

说明:

- I ——15-顺式- β -胡萝卜素;
- II ——13-顺式- β -胡萝卜素;
- III ——全反式 α -胡萝卜素;
- IV ——全反式 β -胡萝卜素;
- V ——9-顺式- β -胡萝卜素。

计算结果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, 结果保留三位有效数字。
在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

附 录 C
(规范性附录)
胡萝卜素百分吸光系数

以正己烷为溶剂， α -胡萝卜素及 β -胡萝卜素异构体的百分吸光系数见表 C.1。

表C.1 胡萝卜素百分吸光系数

组分	构型	λ_{\max}/nm	$E_{1\%}^{1\text{cm}}$
α -胡萝卜素	全反式	446	2725
β -胡萝卜素	全反式	450	2620
	9-顺式	445	2550
	13-顺式	443	2090
	15-顺式	447	1820