

# Q/SYHW

## 海南省食品安全企业标准

Q/SYHW 0012S—2021

### 食用螺旋藻粉

海南省食品安全企业标准  
备案专用章  
备案号: 4600935-2021  
有效期: 2021年3月26日  
至 2024年3月25日

2021-03-01 发布

2021-03-30 实施

三亚海王海洋生物科技有限公司 发布

## 前 言

本标准附录A为规范性附录。

本标准由三亚海王海洋生物科技有限公司提出。

本标准由三亚海王海洋生物科技有限公司起草。

本标准主要起草人：甫杰、吴娟梅。

本标准为首次发布。

# 食用螺旋藻粉

## 1 范围

本标准规定了食用螺旋藻粉的技术要求、生产加工过程中的卫生要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输、贮存和保质期的要求。

本标准适用于大规模人工培养的钝顶螺旋藻 (*Spirulina platensis*) 或极大螺旋藻 (*Spirulina maxima*)，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等生产工艺制成的食品工业用的食用螺旋藻干粉的生产控制、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/T 4789.21 食品卫生微生物学检验 冷冻饮品、饮料检验
- GB 4806.7 食品安全国家标准 食品接触用塑料材料及制品
- 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 5749 生活饮用水卫生标准
- GB 7718 食品安全国家标准 预包装食品标签通则
- GB 9683 复合食品包装袋卫生标准
- GB 14881 食品安全国家标准 食品生产通用卫生规范 ✓
- JJF1070 定量包装商品净含量计量检验规则
- 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》

## 3 技术要求

### 3.1 原料要求

- 3.1.1 螺旋藻泥: 泥浆状、蓝绿色或墨绿色, 无污染, 无内限可见外来异物。  
3.1.2 产用水: 应符合 GB 5749 的要求。

### 3.2 感官要求

应符合表 1 的要求。

表 1 感官要求

项 目	要 求	检验方法
色 泽	蓝绿色至墨绿色	取本品5~10克, 放在白色磁盘中, 置于明亮处, 用肉眼检查无异物, 并观察其色泽, 用嗅觉及味觉鉴别被测样品的气味、味道; 取少许试样, 加10倍蒸馏水摇匀, 取一滴于载玻片上, 置于200倍显微镜下观察杂质
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	

### 3.3 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。

### 3.4 标志性成分指标

应符合表 2 规定。

表 2 标志性成分指标

项 目	指 标	检验方法
$\beta$ -胡萝卜素, g/kg $\geq$	0.20	按附录 A1 $\beta$ -胡萝卜素的测定
藻蓝蛋白, % $\geq$	5.00	按附录 A 2 藻蓝蛋白的测定

### 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 $\leq$	7.0	GB 5009.3 第一法
总灰分, g/100g $\leq$	7.0	GB 5009.4
蛋白质, g/100g $\geq$	55.0	GB 5009.5
铅 (以 Pb 计), mg/kg $\leq$	1.9	GB 5009.12
砷 (以 As 计), mg/kg $\leq$	1.0	GB 5009.11
汞 (以 Hg 计), mg/kg $\leq$	0.3	GB 5009.17
镉 (以 Cd 计), mg/kg $\leq$	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	采样方案及限量				检验方法
	n	c	m	M	
菌落总数, CFU/g ≤	30000				GB 4789.2
霉菌和酵母, CFU/g ≤	50				GB 4789.15
大肠菌群, MPN/g ≤	0.92				GB 4789.3 MPN 计数法
沙门氏菌 ≤	0/25g				GB 4789.4
金黄色葡萄球菌 ≤	0/25g				GB 4789.10
副溶血性弧菌, MPN/g	5	1	100 MPN/g	1000 MPN/g	GB/T 4789.7
注: 样品的采样及处理按 GB 4789.1 执行。					

### 3.7 净含量

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

### 4 生产加工过程中的卫生要求

应符合GB 14881的要求。

### 5 检验规则

#### 5.1 组批

在规定时间内, 干燥条件相同的条件下, 以同一批原料、同一生产日期、同一生产班次生产的包装完好的同一规格产品为一组批。

#### 5.2 抽样

每批产品按 1/1000 随机原则抽样, 每次抽样不少于 10 个最小销售包装, 从每个最小销售包装中, 在无菌条件下抽取样品 200 克, 封口送检, 5 个样品用于微生物检验, 3 个样品用于感官和理化指标检验, 余下为留样。

#### 5.3 出厂检验

产品出厂前, 应由检验部门按本标准逐批进行检验合格后方可出厂。出厂检验检验项目为: 感官要求、净含量、水分、菌落总数、大肠菌群、蛋白质、标签等。

#### 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距时;
- d) 长期停产 6 个月以上, 恢复生产时;
- e) 食品安全监督机构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、贮存

### 6.1 标签、标志

产品签应符合GB 7718规定;运输包装标志应符合GB/T 191的要求。

### 6.2 包装

产品内包装为材料为符合GB 9683的复合食品包装袋或符合GB 4806.7的食品包装用塑料袋,外包装用纸桶、木桶或纸箱,包装规格根据客户要求的规格包装。

### 6.3 运输

运输工具必须清洁、干燥、无异味、无污染;运输时应防雨、防潮、防曝晒;装卸时轻放轻卸,不得与有毒、有害、有异味或其他可能影响产品品质的物品混装、混运。

### 6.4 贮存

产品应储存于避光、干燥、通风的仓库内,仓库周围应无异气污染,仓库内应保持清洁卫生,有防尘、防蝇、防鼠等设施。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。

### 6.5 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)**  
**标志性成分的检测方法**

**A.1 β-胡萝卜素的测定**

**A.1.1 试剂和材料**

- A.1.1.1 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。
- A.1.1.2 无水硫酸钠( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ),分析纯
- A.1.1.3 抗坏血酸( $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$ ),分析纯
- A.1.1.4 石油醚:沸程 $30^\circ\text{C}\sim 60^\circ\text{C}$ ,分析纯
- A.1.1.5 甲醇( $\text{CH}_4\text{O}$ ),色谱纯
- A.1.1.6 乙腈( $\text{C}_2\text{H}_3\text{N}$ ),色谱纯
- A.1.1.7 甲基叔丁基醚 $[\text{CH}_3\text{OC}(\text{CH}_3)_3]$ ,色谱纯
- A.1.1.8 二氯甲烷( $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ ),色谱纯
- A.1.1.9 无水乙醇( $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$ ),优级纯
- A.1.1.10 水,符合GB/T6682规定的一级水
- A.1.1.11 碘溶液( $\text{I}_2$ ): $0.5\text{ mol/L}$ 浓度
- A.1.1.12 2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚( $\text{C}_{15}\text{H}_{24}\text{O}$ , BHT)

**A.1.2 仪器和设备**

- A.1.2.1 匀浆机
- A.1.2.2 高速粉碎机
- A.1.2.3 恒温振荡水浴箱(控温精度 $\pm 1^\circ\text{C}$ )
- A.1.2.4 旋转蒸发器
- A.1.2.5 氮吹仪
- A.1.2.6 紫外-可见分光光度计
- A.1.2.7 高效液相色谱仪(带紫外检测器)

**A.1.3 对照品溶液制备**

**A.1.3.1 β-胡萝卜素标准储备液( $500\mu\text{g/mL}$ )**

准确称取β-胡萝卜素标准品25mg(精确到0.1mg),加入0.125gBHT,用二氯甲烷溶解,转移至50mL棕色容量瓶中定容至刻度。

**A.1.3.2 β-胡萝卜素标准中间液( $100\mu\text{g/mL}$ )**

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

**A.1.3.3 β-胡萝卜素标准工作液**

从β-胡萝卜素标准中间液中分别准确移取0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、10.00 mL溶液至6个100 mL棕色容量瓶。用二氯甲烷定容至刻度,得到浓度为 $0.5\mu\text{g/mL}$ 、 $1.0\mu\text{g/mL}$ 、 $2.0\mu\text{g/mL}$ 、 $3.0\mu\text{g/mL}$ 、 $4.0\mu\text{g/mL}$ 、 $10\mu\text{g/mL}$ 的系列标准工作液。

## A. 1. 3. 4 碘乙醇溶液(0.05 mol/L)

吸取5mL碘溶液,用乙醇稀释至50 mL,混匀。

A. 1. 3. 5 异构化 $\beta$ -胡萝卜素溶液

取 10 mL  $\beta$ -胡萝卜素标准储备液于烧杯中,加入 20  $\mu$ L 碘乙醇溶液,摇匀后于日光下或距离 40 W 日光灯 30 cm 处照射 15 min,用二氯甲烷稀释至 50 mL。摇匀后过 0.45  $\mu$ m 滤膜,备 HPLC 色谱分析用。

## A. 1. 4 供试品溶液制备

## A. 1. 4. 1 预处理

精确称取 1g~5g(精确至 0.001g)螺旋藻粉,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。

## A. 1. 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。

## A. 1. 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 5.0mL 二氯甲烷,盖上瓶塞,充分溶解提取物。经 0.45  $\mu$ m 膜过滤后,弃出初始约 1mL 滤液后收集至进样瓶中,备用。

## A. 1. 5 色谱条件

a) 色谱柱: C30 柱,柱长 150mm,内径 4.6mm,粒径 5  $\mu$ 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A.1 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  $\mu$ L。



### A.1.6 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, $\beta$ -胡萝卜素根据全反式 $\beta$ -胡萝卜素响应因子进行计算。

### A.1.7 全反式 $\beta$ -胡萝卜素色谱纯度的计算

#### A.1.7.1 $\beta$ -胡萝卜素异构体保留时间的确认

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

#### A.1.8 全反式 $\beta$ -胡萝卜素标准液色谱纯度的计算

取 $\beta$ -胡萝卜素标准工作液(3  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ),按照色谱条件进行HPLC分析,重复进样6次。计算全反式 $\beta$ -胡萝卜素色谱峰的峰面积、全反式与上述各顺式结构的峰面积总和,全反式 $\beta$ -胡萝卜素色谱纯度(CP)按公式计算。

$$CP = \frac{\bar{A}_{\text{all-E}}}{\bar{A}_{\text{sum}}} \times 100\%$$

CP——全反式 $\beta$ -胡萝卜素色谱纯度, %;

$\bar{A}_{\text{all-E}}$ ——全反式 $\beta$ -胡萝卜素色谱峰峰面积平均值,单位为峰面积(AU);

$\bar{A}_{\text{sum}}$ ——全反式 $\beta$ -胡萝卜素及各顺式结构峰面积总和平均值,单位为峰面积(AU)。

#### A.1.8.1 结果计算

计算全反式 $\beta$ -胡萝卜素响应因子

将 $\beta$ -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 $\beta$ -胡萝卜素各异构体峰面积。

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

$$RF = \frac{\bar{A}_{\text{all-E}}}{\rho \times CP}$$

式中:

RF——全反式 $\beta$ -胡萝卜素响应因子,单位为峰面积毫升每微克( $\text{AU} \cdot \text{mL} / \mu\text{g}$ );

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

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

CP——全反式 $\beta$ -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:

$$X_{\beta} = \frac{(A_{all-E} + A_{9Z} + A_{13Z} \times 1.2 + A_{15Z} \times 1.4 + A_{xZ}) \times V \times 100}{RF \times m}$$

式中:

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

$A_{all-E}$ ——试样待测液中全反式β-胡萝卜素峰面积,单位为峰面积(AU);

$A_{9Z}$ ——试样待测液中9-顺式-β-胡萝卜素的峰面积,单位为峰面积(AU);

$A_{13Z}$ ——试样待测液中13-顺式-β-胡萝卜素的峰面积,单位为峰面积(AU);

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,单位为峰面积(AU);

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,单位为峰面积(AU);

$V$ ——试样液定容体积,单位为毫升(mL);

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

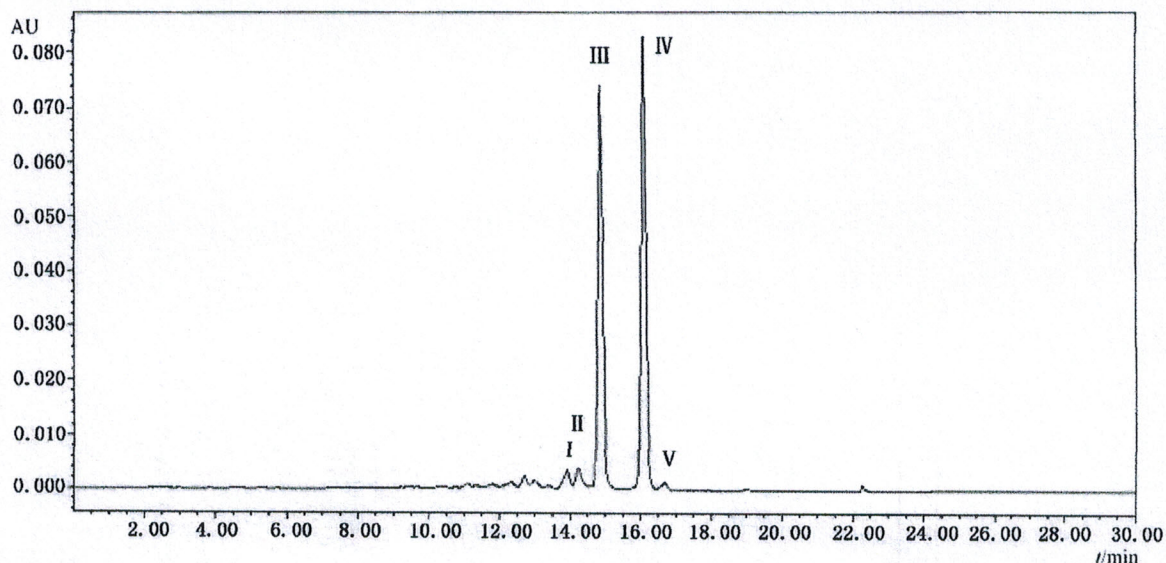
$RF$ ——全反式β-胡萝卜素响应因子,单位为峰面积毫升每微克( $\text{AU} \cdot \text{mL}/\mu\text{g}$ );

$m$ ——试样质量,单位为克(g)。

注1:由于β-胡萝卜素各异构体百分吸光系数不同(见附录D),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。

#### A.1.9 色谱图

图1  $\beta$ -胡萝卜素检测色谱图

说明:

I——15-顺式- $\beta$ -胡萝卜素;

II——13-顺式- $\beta$ -胡萝卜素;

III——全反式  $\alpha$ -胡萝卜素;

IV——全反式  $\beta$ -胡萝卜素;

V——9-顺式- $\beta$ -胡萝卜素。

## A.2 藻蓝蛋白的测定

### A.2.1 试剂

磷酸盐缓冲溶液:将 0.1 mol/L 磷酸二氢钾溶液与 0.1 mol/L 磷酸氢二钾溶液(45+55V/V) 混合, 溶液 pH 值为 7.0。

### A.2.2 仪器和设备

A.2.2.1 分光光度计

A.2.2.2 超声波振荡器

A.2.2.3 离心机 (3000 r/min)

A.2.2.4 低温冰箱 (-20 °C)

A.2.2.5 离心管 (50 mL)。

### A.2.3 供试品溶液制备

称取试样 0.25-0.5g (精确至 0.0001g)。用缓冲液 (2.1 项) 溶解, 超声振荡 5 min。定容于 250 mL 容量瓶中, 摇匀。将溶液全部转入 250 mL 广口塑料瓶, 置于 -20°C 冰箱内冷冻 12h (或放置过夜)。取出解冻, 摇匀。

## A.2.4 测定

取部分溶液于离心管中，在 3000r/min 转速下离心 15min 取上层清液.1 cm 比色皿，在分光光度计上分别测定 620 nm、652 nm、562 nm 处的吸光度，用缓冲液(2.1 项)做空白。

## A.2.5 结果计算

$$X_1 = 0.187A_{620} - 0.089A_{652}$$

$$X_2 = 0.196A_{652} - 0.041A_{620}$$

$$X_3 = 0.104A_{562} - 0.251X_1 - 0.088X_2$$

$$X_4 = \frac{(X_1 + X_2 + X_3) \times V \times 100}{m \times 1000}$$

$X_1$ ——测试液中藻蓝素的含量，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

$X_2$ ——测试液中异藻蓝素的含量，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

$X_3$ ——测试液中藻红素的含量，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

$A$ ——相应波长处(620nm, 652nm, 562nm)测得吸光值；

$X_4$ ——试样中藻蓝蛋白的质量分数，单位为克每100克(g/100g)；

$V$ ——样品定容体积，单位为毫升(mL)。

$m$ ——试样质量，单位为克(g)。

测定结果取平行试验结果的算术平均值，保留小数点后第二位。

平行试验允许误差(相对)不大于 4%。

注 2： 整个操作过程须注意避光，分光光度测定应在 15 min 内完成。