

叶黄素酯微囊粉

1 范围

本标准规定了叶黄素酯微囊粉的要求、试验方法、检验规则及标签、包装、运输、贮存。

本标准适用于以叶黄素酯为原料，添加阿拉伯胶、低聚麦芽糖、中链甘油三酯、抗坏血酸钠，经过乳化、喷雾等工艺制程的叶黄素酯微囊粉的验收和检验。

2 要求

2.1 原料要求

- 2.1.1 叶黄素酯：应符合中华人民共和国卫生部公告 2008 年第 12 号的规定。
- 2.1.2 阿拉伯胶：应符合 GB 29949 的规定。
- 2.1.3 低聚麦芽糖：应符合 GB/T 20881 的规定。
- 2.1.4 中链甘油三酯：应符合 GB 2716 的规定。
- 2.1.5 抗坏血酸钠：应符合 GB 1886.44 的规定。
- 2.1.6 不得使用任何经转基因改造的原料品种。
- 2.1.7 不应使用经辐照处理过的原料。
- 2.1.8 食品添加剂和营养强化剂质量应符合相应的安全标准和有关规定。
- 2.1.9 食品添加剂和营养强化剂的使用应符合 GB 2760 和 GB 14880 的规定。

2.2 感官要求

应符合表 1 的规定。

表 1 感官要求

项 目	要 求	检验方法
色 泽	橙红色至棕红色。	取适量在自然光下观察色泽和组织状态。
组织状态	干燥均匀的粉末或颗粒。	
滋、气味	具有该产品固有气味和滋味，无异味。	
杂 质	无肉眼可见杂质。	在 250ml 的锥形瓶中加入 150ml 25-35℃ 的蒸馏水，加入 1g 样品，以磁力搅拌器搅拌 10 分钟，观察溶解状态。
冲调性	水中分散并完全溶解。	

2.3 理化指标

应符合表 2 的规定。

表 2 理化指标

项 目	指 标	检测方法
叶黄素二棕榈酸酯/ (%)	≥ 5.0	附录A
玉米黄质酯/ (%)	< 2.0	附录 A

表2（续）

项 目		指 标	检测方法
水分/（%）		≤ 4.0	GB5009.3
颗粒度/（目）		95%通过40目	50g样品用40目过筛
溶剂残留	正己烷	< 1 ppm	GB 5009.262
	乙醇	< 1 ppm	

2.4 污染物限量

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
总汞（以Hg计）/（mg/kg）	≤ 0.1	GB 5009.17
总砷（以As计）/（mg/kg）	≤ 2.0	GB 5009.11

2.5 微生物限量

应符合表4的规定。

表4 微生物限量

项 目	指标	检测方法
菌落总数/（CFU/g）	≤ 3000	GB 4789.2
大肠菌群/（CFU/g）	< 10	GB 4789.3平板计数法
肠杆菌科/（CFU/g）	≤ 10	GB 4789.41
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
克罗诺杆菌/100g	不得检出	GB 4789.40

2.6 农药残留及溶剂残留限量

应符合相应的国家标准和/或有关要求。

2.7 净含量要求

应符合《定量包装商品计量监督管理办法》的规定。按JJF 1070检验。

3 检验规则

3.1 组批与抽样

同一班次，同一批投料生产的产品为一个批次。随机抽取样品，或按合同要求进行组批与抽样。

3.2 供应商出厂检验

供应商应逐批检验，并出具检验报告单，报告单的内容至少应包含本标准规定的理化指标和微生物指标项目。首批进货需进行全项检验，检验项目为本标准规定的全部项目，接受第三方检测报告。

3.3 入厂必检项目

按公司《检验计划》执行。首批进货需进行全项检验，全项检验为本标准规定的全部项目。供应商每年最少提供一次第三方型式检验报告。

3.4 判定规则

检验结果符合本标准时，判定为合格产品，检验结果如不符合本标准要求时，可在同一批产品中加倍取样，复检不合格项目，以复检结果为准。但微生物指标不得复检。

4 标签、包装、运输、贮存

4.1 标签

应符合 GB 7718 及相应的国家安全标准和/或有关规定。

4.2 包装

产品采用符合国家食品安全要求的包装材料包装。

4.3 运输、贮存

运输工具与贮存场所应清洁、干燥、阴凉、通风，防止日晒、雨淋，严禁与有毒、有害、有异味、易挥发、易腐蚀等物品一同贮存、运输。

4.4 保质期

在规定的条件下保质期为 24 个月。

附录 A

叶黄素二棕榈酸酯、玉米黄质酯的测定

A.1 方法提要

采用高效液相色谱对类胡萝卜素组成进行分离与测定，再以分光光度计对总酯含量进行测定，从而计算出类胡萝卜素各组份的含量。

A.2 类胡萝卜素组成的测定

A.2.1 试剂和溶液

正己烷 (AR);
乙酸乙酯 (AR);
石油醚 (AR);
异丙醇 (AR);
纯化水;
氯化钠 (AR);
氢氧化钾 (AR);
甲醇 (AR);
氢氧化钾甲醇溶液: 0.4g/mL。

A.2.2 仪器及色谱条件

A.2.2.1 仪器

高效液相色谱: UV 检测器;
液相色谱处理机: 化学工作站;
色谱柱: 硅胶柱, 4.6mm×250mm×5μm;
旋转蒸发器;
离心机;
进样器: 50μL。

A.2.2.2 液相色谱条件

检测波长: 450 nm; 流速: 1.0 mL/min; 柱温: 室温; 进样量: 20μL ;
流动相: 正己烷: 乙酸乙酯=70: 30(V/V);
上述色谱条件是典型的, 可根据不同仪器特点, 对给定的参数作适当的调整, 以期获得最佳效果。

A.2.3 检测步骤

A.2.3.1 样品溶液的制备

1) 叶黄素酯油悬液

取约 100mg 样品于 100mL 圆底烧瓶中, 加入 30mL 异丙醇溶解, 再加入 2mL 0.4g/mL KOH-甲醇溶液, 55℃避光反应 30min, 迅速冷却至室温, 取 1mL 上层液用流动相稀释至 8mL, 加 5mL 水洗, 将下层水吸掉, 上层加 0.5g 无水硫酸钠除水, 0.45μm 滤膜过滤, 进色谱分析。叶黄素酯微囊粉

取 200mg 样品至 50mL 离心管中，加入 10mL 纯化水，使样品形成乳液（如有颗粒状不容物质，可加胰蛋白酶 0.1g，37℃保温 10min），加入 2g 氯化钠，然后加入 10mL 乙醇，振摇混匀，加入 20mL 石油醚，密封，剧烈振摇 1min，3000 转/min 离心 5min，取石油醚层至旋转蒸发瓶中，60℃减压蒸干。向上述旋转蒸发瓶中，加入 30mL 异丙醇溶解样品，加入 2mL 0.4g/mL KOH-甲醇溶液，55℃避光反应 30min，立即冷却至室温。取反应后的溶液 3mL 至 25mL 试管中，加入 2mL 正己烷，涡旋提取 1min，加入 10mL 水，涡旋 30s，静置分层，取正己烷层至 10mL 试管中（预先放入 1g 无水硫酸钠），涡旋 30s，0.45um 滤膜过滤，进色谱分析。

A. 2. 4 计算

类胡萝卜素组成 X_k (%) :

$$X_k = \frac{A_k}{\sum A_i} \times 100$$

式中：

A_k —组分 k 的峰面积（K 代表叶黄素、玉米黄质）；

$\sum A_i$ —所有组分峰面积之和。

A. 3 总类胡萝卜素含量的测定

A. 3. 1 试剂和溶液

正己烷（AR）；

四氢呋喃（AR）；

蒸馏水。

A. 3. 2 仪器

UV-Vis 分光光度计；

棕色容量瓶：100mL；

棕色容量瓶：25mL；

移液管：1mL；

超声仪。

A. 3. 3 步骤

A. 3. 3. 1 测定

1) 叶黄素酯油悬液

准确称取样品 0.1g 左右至 100mL 棕色容量瓶中，加正己烷溶解并定容，精密移取上述溶液 1mL 至 50mL 棕色容量瓶中，加正己烷稀释定容。445nm 下测定吸光值。（为了保证较高的准确度，控制溶液的体积使吸光度在 0.25 至 0.75 之间。）

2) 叶黄素酯微囊粉

准确称取试样适量（10%微囊粉称样量约为 0.06g，5%微囊粉称样量约为 0.12g）于 100mL 棕色容量瓶中，准确加 10mL 蒸馏水溶解，再加入 40mL 四氢呋喃超声溶清，无水乙醇定容。

用移液管移取上述试样液 2mL 于 50mL 容量瓶中，无水乙醇定容。

将测试液置于 1cm 比色皿中，以无水乙醇为空白，用紫外-可见分光光度计在波长 445nm 下测定其

吸光度 A。(为了保证较高的准确度,控制溶液的体积使吸光度在 0.25 至 0.75 之间。)

A.3.4 计算

总类胡萝卜素含量 T (mg/g):

$$T = \frac{(A - A_0) \times D}{139.4 \times m}$$

式中:

A—样品的吸光度;

A₀—空白的吸光度;

139.4 —吸光系数;

m—样品的质量, g;

D—样品稀释倍数。(注:针对叶黄素酯微囊粉稀释倍数应扣除加入的水量。)

叶黄素二棕榈酸酯的含量 P₁ (mg/g):

$$P_1 = X_1 / 100 \times T$$

玉米黄质酯的含量 P₂ (mg/g):

$$P_2 = X_2 / 100 \times T$$

式中:

P₁ —叶黄素二棕榈酸酯的含量, mg/g;

P₂ —玉米黄质酯的含量, mg/g;

X₁ —叶黄素液相组成(由 A.1.4.2 计算得)。

X₂ —玉米黄质液相组成(由 A.1.4.2 计算得)。

T—总类胡萝卜素含量(由 A.2.3.2 计算的), mg/g;

A.4 允许差

在重复性条件下,两次独立测定结果的绝对偏差不得超过算术平均值的 10%。

A.5 图谱

