

QB

中华人民共和国轻工行业标准

QB/T XXXXX—XXXX

代替 XX/T

玉米黄质及其制品

Zeaxanthin and its products

(点击此处添加与国际标准一致性程度的标识)

草案版次选择

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

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。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

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归口。

本文件起草单位：略。

本文件主要起草人：略。

本文件为首次发布。

玉米黄质及其制品

1 范围

本文件规定了玉米黄质及其制品的质量要求（感官、理化和食品安全）、检验规则、标志、包装、运输和贮存的内容。

本文件适用于作为新食品原料使用的玉米黄质（原国家卫生计生委公告2017年第7号）及其制品（玉米黄质油剂和粉剂产品）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 1886.382 食品安全国家标准 食品添加剂 叶黄素
- GB/T 191 包装储运图示标志
- GB 2760 食品安全国家标准 食品添加剂使用标准
- 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 4789.10 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 4789.30 食品安全国家标准 食品微生物学检验 单核细胞增生李斯特氏菌检验
- GB 5009.3 食品安全国家标准 食品中水分的测定
- 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 5009.15 食品安全国家标准 食品中镉的测定
- GB 5009.16 食品安全国家标准 食品中总汞及有机汞的测定
- GB 5009.251 食品安全国家标准 食品中1, 2-丙二醇的测定
- 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

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

玉米黄质 Zeaxanthin

以万寿菊花来源的万寿菊油树脂为原料，经皂化、离心、过滤、干燥等工艺制成的天然提取的玉米黄质（(3R,3'R)-二羟基-β-胡萝卜素）粉末。

3.2

玉米黄质制品 Zeaxanthin products

以玉米黄质为原料，通过微囊化和/或其他稀释工艺生产，经加工工艺所必需的原料和/或食品添加剂制得的玉米黄质油剂或粉剂产品。

4 产品分类

- 4.1 按产品性质分为玉米黄质和玉米黄质制品。
- 4.2 玉米黄质制品按产品形态分为玉米黄质油剂和玉米黄质粉剂。

5 要求

5.1 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
	玉米黄质	玉米黄质制品		
		油剂	粉剂	
状态	粉末	粘性液体	自由流动颗粒或粉末	取适量样品,置于清洁、干燥的白瓷盘或小烧杯中,在自然光线下观察其色泽和状态。
色泽	橙红色至红色	暗红色	浅红色至暗红色	
气味	本品特有的气味,无异嗅			

5.2 鉴别试验

本产品的分子式为(3R,3'R)-二羟基-β-胡萝卜素,通过手性柱将(3R,3'R)-二羟基-β-胡萝卜素与(3R,3'S)-二羟基-β-胡萝卜素分离。如产品中有(3R,3'S)-二羟基-β-胡萝卜素,其限度应低于(3R,3'R)-二羟基-β-胡萝卜素含量的2%,鉴别方法按“附录A”执行。

5.3 理化要求

应符合表2的规定。

表2 理化要求

项目	要求			检测方法
	玉米黄质	玉米黄质制品		
		油剂	粉剂	
(3R,3'R)-二羟基-β-胡萝卜素含量 (g/100g)	≥ 50	≥ 90%标示值*		/
水分 (g/100g)	≤ 5.0 (第二法 减压干燥法)	—	≤ 8.0 (第一法 直接干燥法)	GB 5009.3
水溶液色泽强度	—	—	A (1%, 1cm) ≥ 50	附录B中B.2方法
水中分散性	—	—	符合规定	附录B中B.3方法

注: *包括玉米黄质顺式异构体含量。

5.4 食品安全要求

5.4.1 溶剂残留

玉米黄质溶剂残留要求应符合表3的规定。

表3 溶剂残留要求

项目	限量	检测方法
正己烷 (mg/kg)	≤ 25	GB 1886.382
丙二醇 (mg/kg)	≤ 1000	GB 5009.251

5.4.2 污染物限量

应符合表4的规定。

表4 污染物要求

项目	限量	检测方法
铅 (Pb)	≤1.0 mg/kg	GB 5009.12
镉 (Cd)	≤0.5 mg/kg	GB 5009.15
总汞 (Hg)	≤0.1 mg/kg	GB 5009.17
总砷 (以As计)	≤1.0 mg/kg	GB 5009.11

5.4.3 微生物限量

应符合表5的规定。

表5 微生物要求

项目	限量	检测方法
菌落总数/ (CFU/g)	≤ 1000	GB 4789.2
大肠菌群/ (MPN/g)	≤ 3.0	GB 4789.3
霉菌/ (CFU/g)	≤ 100	GB 4789.15
酵母/ (CFU/g)	≤ 100	GB 4789.15
沙门氏菌/25 g	不得检出	GB 4789.4
金黄色葡萄球菌/25 g	不得检出	GB 4789.10
单核细胞增生李斯特氏菌/25 g	不得检出	GB 4789.30

注：样品采集处理按GB 4789.1执行。

5.4.4 食品添加剂

玉米黄质制品中食品添加剂使用应符合GB 2760的规定。

6 检验规则

6.1 组批规则

在原料及生产工艺相同的情况下，同一天或同一班组生产的相同规格的产品为一个检验批。按批号抽样。

6.2 抽样方法

同一组批中随机抽取检验样品，取样量为全检量的三倍，样品分为两份，一份用于检验，另一份留样备查。

6.3 出厂检验

6.3.1 每批次产品应进行出厂检验。检验合格后方可出厂。

6.3.2 出厂检验项目包括：

——玉米黄质：感官要求，玉米黄质（以(3R,3'R)-二羟基-β-胡萝卜素计）含量和水分；

——玉米黄质制品：

——玉米黄质油剂：感官要求，玉米黄质（以(3R,3'R)-二羟基-β-胡萝卜素计）含量；

——玉米黄质粉剂：感官要求，玉米黄质（以(3R,3'R)-二羟基-β-胡萝卜素计）含量、水分、水溶液色泽强度和水中分散性。

6.4 型式检验

型式检验项目为本文件5要求中规定的全部项目，一般情况下，型式检验每半年进行一次，有下列情况之一时应进行型式检验：

- a) 原辅材料有较大变化时;
- b) 更改关键工艺或设备时;
- c) 新试制的产品或正常生产的产品停产 3 个月以后, 重新恢复生产时;
- d) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时;
- e) 国家行政监管部门提出进行型式检验要求时;
- f) 对质量有争议, 需要仲裁时。

6.5 判定规则

6.5.1 抽取样品经检验, 检验项目全部符合要求, 判定该批产品符合本文件。

6.5.2 检验项目如有一项不符合要求, 应重新自同批产品中抽取两倍量样品进行复检, 以复检结果为准。若仍有一项不符合要求, 判定该批产品不符合本文件。

6.5.3 检测结果如有两项及以上指标不符合要求, 判定该批产品不符合本文件。

7 标识、包装、运输和贮存

7.1 标识

产品标签应符合GB 7718及国家其他相关规定, 并应标示(3R,3'R)-二羟基-β-胡萝卜素含量。应标注“食用量: ≤4毫克/天(以(3R,3'R)-二羟基-β-胡萝卜素计)”和使用范围“不包括婴幼儿食品”。

7.1.1 运输包装标识应符合 GB/T 191 的规定。

7.2 包装

包装容器应整洁、卫生、无破损, 并符合相关规定。

7.3 运输

7.3.1 运输工具应清洁。

7.3.2 不应与有毒、有害、有腐蚀性、有碱性或含有异味的物品混装、混运, 避免受潮、受压、暴晒。装卸时, 应轻拿轻放, 不应直接钩扎包装。

7.4 贮存

7.4.1 应贮存在避光、通风、干燥、清洁的仓库内, 严防暴晒雨淋, 严禁火种。贮存温度建议低于 15℃。

7.4.2 不应与有毒、有害、有腐蚀性、有碱性或含有异味的物品放在一起。

附录 A

(规范性)

(3R, 3' R)-二羟基-β-胡萝卜素鉴别方法

A.1 仪器和设备

A.1.1 高效液相色谱仪:配有紫外检测器或者相当性能的检测器。

A.1.2 分析天平:精确到0.1 mg。

A.1.3 氮吹仪。

A.1.4 超声波清洗器。

A.1.5 恒温水浴锅。

A.1.6 移液枪。

A.1.7 0.45 μm微孔滤膜:聚四氟乙烯(PTFE)材质。

A.2 试剂

A.2.1 正庚烷:色谱纯。

A.2.2 异丙醇:色谱纯。

A.2.3 二氯甲烷。

A.2.4 无水乙醇。

A.2.5 正己烷。

A.2.6 丙酮。

A.2.7 甲苯。

A.2.8 提取液1:以正己烷:乙醇:丙酮:甲苯=100:60:70:70的体积比混合的溶液。

A.2.9 提取液2:以正庚烷:异丙醇=95:5的体积比配制所得的溶液

A.2.10 (3R,3'S)-二羟基-β-胡萝卜素对照品,纯度不小于90%。

A.3 液相色谱参考条件

参考色谱条件如下:

a) 色谱柱:ChiralPak AD-H, 250 mm × 4.6 mm, 粒度 5 μm。

b) 流动相:A:正庚烷,B:异丙醇。

c) 梯度洗脱程序见表 A.1。

d) 柱温:30 °C。

e) 流速:0.8 mL/min。

f) 检测波长:453 nm。

g) 进样量:50 μL

h) 运行时间:75 min。

表 A.1 梯度洗脱程序

时间 (min)	A-正庚烷 (%)	B-异丙醇 (%)
0.0	95	5
50.0	95	5
52.0	50	50
63.0	50	50

时间 (min)	A-正庚烷 (%)	B-异丙醇 (%)
65.0	95	5
75.0	95	5

A.4 分析步骤

A.4.1 (3R,3'S)-二羟基-β-胡萝卜素对照品溶液制备

准确称取5 mg内消旋玉米黄质对照品(A.2.10)于100 mL的容量瓶中,用异丙醇溶解并稀释至刻度,摇匀后作为储备液。吸取1.0 mL于25 mL的容量瓶中,用正庚烷稀释至刻度后,作为对照品溶液。

A.4.2 鉴别溶液制备

A.4.2.1 玉米黄质粉末和/或油剂的鉴别溶液

玉米黄质粉末样品溶液制备:准确称取0.0300 g玉米黄质粉末样品(精确至0.0001 g),置于100 mL的棕色容量瓶中。加入约30 mL提取液1,置于超声波清洗器超声处理片刻使样品溶解,用提取液1定容至刻度,摇匀。

玉米黄质油剂样品溶液制备:准确称取0.1000 g玉米黄质油剂样品(精确至0.0001 g),置于100 mL的棕色容量瓶中。加入约30 mL提取液1,置于超声波清洗器超声处理片刻使样品溶解,用提取液1定容至刻度,摇匀。

取上述玉米黄质粉末或油剂样品溶液1 mL于适配氮吹仪用的玻璃试管中,用氮吹仪吹干,用50 mL提取液2溶解残渣,将玻璃试管内的溶液过0.45 μm微孔滤膜后置于HPLC样品瓶中,即为玉米黄质粉末和/或油剂的鉴别溶液。

A.4.2.2 玉米黄质粉剂的鉴别溶液

准确称取0.2500 g玉米黄质粉剂样品(精确至0.0001 g),置于100 mL容量瓶中。加入5 mL的水,置于58~62°C水浴的超声波清洗器超声处理10 min,如果样品未完全分散,则延长处理时间。冷却至室温后,加入40 mL无水乙醇摇匀,然后加入二氯甲烷定容至刻度,摇匀,静置使固体物沉淀。

取上述样品溶液1.0 mL于适配氮吹仪用的玻璃试管中,用氮吹仪吹干,用50 mL提取液2溶解残渣,将玻璃试管内的溶液过0.45 μm微孔滤膜后置于HPLC样品瓶中,即为玉米黄质粉剂的鉴别溶液。

A.5 试样测定

在A.3参考色谱分析条件下,对正庚烷为空白液和(3R,3'S)-二羟基-β-胡萝卜素的对照品溶液(A.4.1)进行测定,记录色谱图。

在A.3参考色谱分析条件下,对样品鉴别溶液(A.4.2.1或A.4.2.2)进行测定,记录色谱图。

在A.3参考色谱分析条件下,对(3R,3'S)-二羟基-β-胡萝卜素的对照品溶液(A.4.1)进行测定,记录色谱图。比较样品溶液进样之前的对照品溶液和进样之后的对照品溶液的保留时间。这二个保留时间的相对偏差不得超过1%。

A.6 结果判断

(3R,3'R)-二羟基-β-胡萝卜素的出峰时间应在(3R,3'S)-二羟基-β-胡萝卜素出峰时间之后,相对于(3R,3'S)-二羟基-β-胡萝卜素的相对保留时间在1.08左右(色谱柱的批次或使用液相色谱仪的不同会带来数值上略有差异)。

要求主峰的相对保留时间在1.08左右,如果在(3R,3'S)-二羟基-β-胡萝卜素的保留时间有色谱峰,要求其峰面积不超过主峰面积的2%。

附 录 B
(规范性)
理化指标检验方法

B.1 一般规定

本标准所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和GB/T 6682中规定的一级水。试验中所用的所有溶液在未注明用何种溶液配制时，均指水溶液。

B.2 水溶液色泽强度

准确称取0.1600 g（精确至0.0001 g）试样置于100 mL容量瓶中，加入50 mL蒸馏水超声处理。将容量瓶置于流动冷水中冷却，用蒸馏水定容至刻度，制得悬浮液 1。

量取1.0 mL悬浮液 1，用蒸馏水稀释至25 mL，制得悬浮液 2。以蒸馏水为空白对照，使用分光光度计，在1 cm 比色皿中于440 ~ 447 nm波长处测定悬浮液 2 的吸光度（测定最大吸光度值）。

计算公式：

$$A(1\%, 1\text{cm}) = \frac{A_{\max} \times 25}{B}$$

式中：

A_{\max} ：悬浮液 2 在最大吸收波长处的吸光度；

B：试样的称量质量，单位为 g；

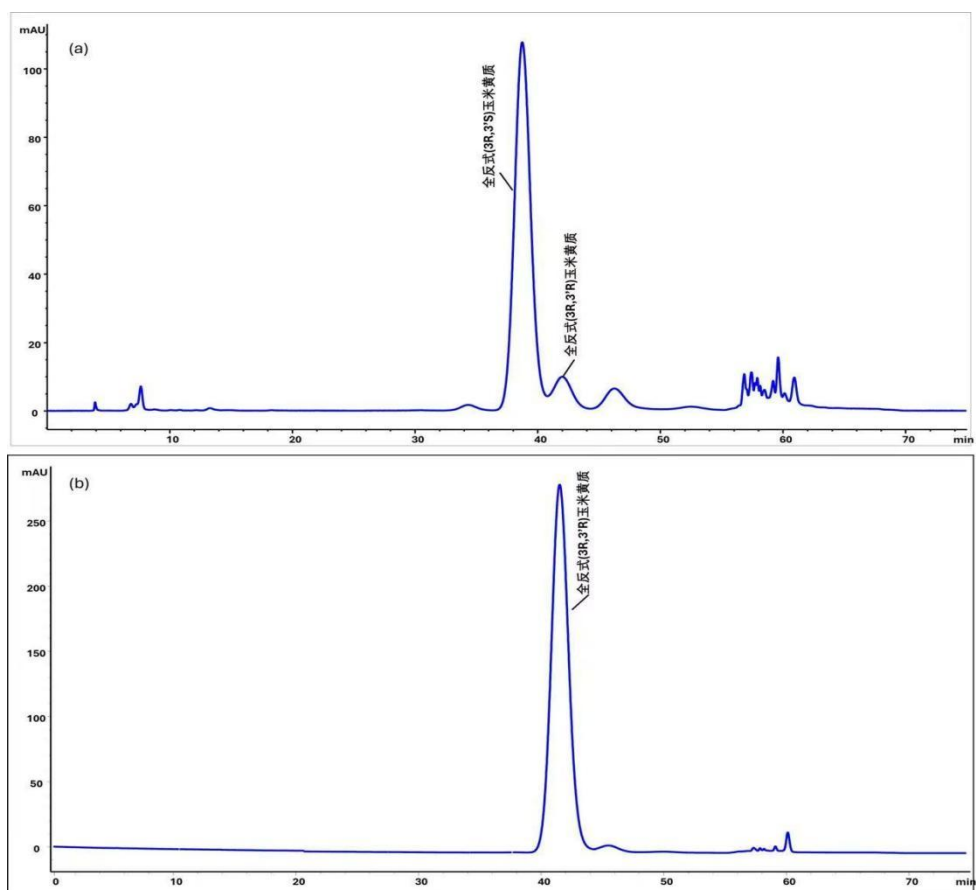
25：稀释倍数。

B.3 水中分散性

在小烧杯中加入温度为 15℃~20℃的蒸馏水 25 mL，加入约 700 mg 的样品，并在小烧杯中放入搅拌子，磁力搅拌 10 min。10 分钟后样品应完全分散。

附录 C

(资料性)

(3R,3'R)-二羟基- β -胡萝卜素和(3R,3'S)-二羟基- β -胡萝卜素对照品色谱图玉米黄质标准品和(3R,3'S)-二羟基- β -胡萝卜素对照品色谱见图 C.1。图 C.1 (3R,3'R)-二羟基- β -胡萝卜素和(3R,3'S)-二羟基- β -胡萝卜素对照品色谱图