

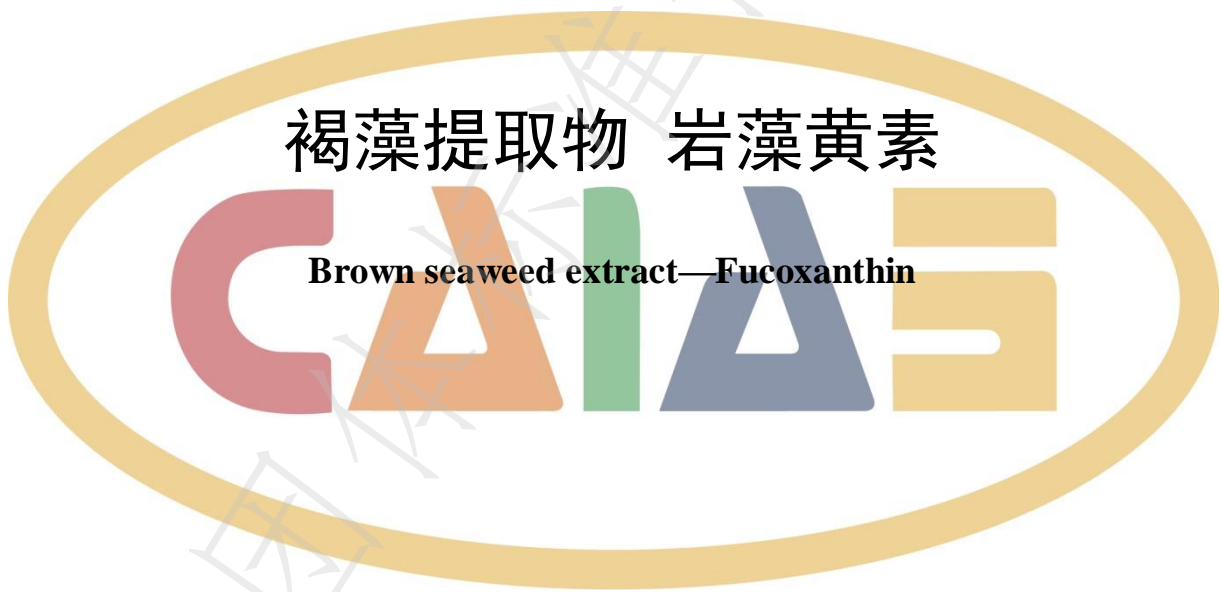
ICS 67. 220. 20

X 41

**T/CAIAS**

**团 体 标 准**

T/CAIAS 001—2021



2021-01-01发布

2021-01-01实施

中国藻业协会发布



## 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。

本文件由山东洁晶集团股份有限公司提出。

本文件由中国藻业协会归口。

本文件起草单位：山东洁晶集团股份有限公司、大连海洋大学、宁波大学。

本文件主要起草人：林成彬、严小军、赵丽、任丹丹、何云海、汪秋宽、张金荣、丁相霞、申健、周成旭。

本文件自发布之日起实施，有效期限三年，到期复审。





# 褐藻提取物 岩藻黄素

## 1 范围

本文件界定了褐藻提取物岩藻黄素的化学名称、分子式、结构式、相对分子质量，并规定了要求、试验方法、检验规则、标签、标志、包装、运输、储存。

本文件适用于以羊栖菜、海带、裙带菜等大型褐藻为原料，经过清洗、提取、分离、干燥、添加或不添加食用植物油、包装等加工过程制成的岩藻黄素产品。

## 2 规范性引用文件

下列文件中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 2716 食品安全国家标准 植物油
- GB 2762 食品安全国家标准 食品中污染物限量
- GB 5009.3 食品安全国家标准 食品中水分的测定
- GB 5009.236 食品安全国家标准 动植物油脂水分及挥发物的测定
- GB 5749 生活饮用水卫生标准
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB 31640 食品安全国家标准 食用酒精

## 3 主成分的化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

### 3.1 化学名称

岩藻黄素，又称岩藻黄质或褐藻黄素，英文名 Fucoxanthin。

### 3.2 分子式

分子式为 $C_{42}H_{58}O_6$ 。

### 3.3 结构式

褐藻中提取的岩藻黄素结构以全反式为主，全反式岩藻黄素结构式见图1。

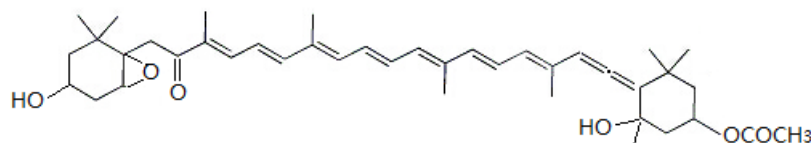


图1 全反式岩藻黄素结构式

## 3.4 相对分子质量

658.91（按 2014 年国际相对原子质量）。

## 4 要求

## 4.1 原辅料要求

## 4.1.1 褐藻

所用褐藻原料无腐烂、变质、泥沙等。

## 4.1.2 生产用水

应符合GB 5749的规定。

## 4.1.3 酒精

应符合GB 31640的规定。

## 4.1.4 植物油

应符合GB 2716的规定。

## 4.2 感官要求

应符合表 1 的规定。

表 1 感官要求

项目	要求	
	粉状	油液
色泽	橙红色至红棕色	红色至红棕色
状态	粉末	均匀油状物
气味	略带海藻腥味	
杂质	无肉眼可见外来杂质	

## 4.3 理化指标

应符合表 2 的规定。

表 2 理化指标

项目	指标				
	粉状			油液	
岩藻黄素含量 (g/100g)	粗品	精品	高精品	低浓度	高浓度
		≥30	≥50	≥80	≥1.0
水分 (g/100g)	≤8.0			≤1.0	

## 4.4 污染物

应符合GB 2762的规定。

## 5 试验方法

### 5.1 鉴别

按本标准附录 A 的规定执行。

### 5.2 感官检验

粉状样品取 3g~5g (油液样品取 1mL~2mL) 置于洁净的垫有白色滤纸的平皿中, 在光线充足、无异味或其他干扰的环境下, 按 4.2 的要求逐项进行检查。

### 5.3 岩藻黄素含量

按本标准附录B的规定执行。

### 5.4 水分

粉状产品按 GB 5009.3 的规定执行, 油液产品按 GB 5009.236 的规定执行。

### 5.5 污染物

按 GB 2762 规定的检验方法执行。

## 6 检验规则

### 6.1 组批规则

在原料及生产条件基本相同的情况下, 同一天或同一班次生产的产品为一批。按批号抽样。

### 6.2 抽样方法

采用随机抽样的方式, 同一批产品抽取2份试样, 每份样品量应能满足检测需求。

### 6.3 检验分类

#### 6.3.1 出厂检验

每批产品应进行出厂检验, 出厂检验由生产单位质量检验部门执行, 检验项目为感官、岩藻黄素含量、水分。检验合格签发检验合格证, 产品凭检验合格证明入库或者出厂。

#### 6.3.2 型式检验

有下列情况之一时应进行型式检验, 检验项目为本文件中规定的全部项目:

- a) 停产6个月以上, 恢复生产时;
- b) 原料产地变化或改变生产工艺, 可能影响产品质量时;
- c) 国家行政主管机构提出进行型式检验要求时;
- d) 出厂检验与上次型式检验有较大差异时;
- e) 正常生产时, 每年至少二次的周期性检验;
- f) 对质量有争议, 需要仲裁时。

### 6.3.3 判定规则

所有指标全部符合本文件的规定时，则判该批产品合格。

## 7 标签、标志、包装、运输、储存

### 7.1 标签、标志

标识应清晰、易懂、醒目，标明产品名称、生产者或经销者的名称、地址、批号、生产日期、贮存条件、保质期、净重、产品标准代号等。

### 7.2 包装

与产品接触的包装材料应洁净、无毒、无异味，宜采用真空或充氮气包装，材料应符合相关食品安全标准的规定。

### 7.3 运输

7.3.1 粉状产品宜在4℃以下低温避光运输，油液产品可在常温下避光运输。

7.3.2 运输工具应清洁、卫生，无异味，运输中防止受潮、日晒、虫害、有害物质的污染，不应靠近或接触腐蚀性物质，不应与气味浓郁物品混运。

7.3.3 搬运产品时应轻拿轻放，严禁摔扔、撞击、挤压。

### 7.4 储存

7.4.1 粉状产品宜在4℃以下避光储存，油液产品可在常温条件下避光贮存。

7.4.2 储存库应清洁、卫生，无异味，有防鼠防虫设施。不得与有毒、有害、有腐蚀性、易挥发的物品或其他影响产品质量的物品一起存放。

7.4.3 不同品种、等级、批次的产品应分垛存放，标识清楚，并与墙壁、地面、天花板保持适当的距离，堆放高度以纸箱受压不变形为宜。



## 附录 A

### (规范性附录)

### 产品鉴别试验方法

#### A.1 原理

根据岩藻黄素和玉米黄素等色素组分对吸附剂的吸附能力不同，在展开剂中迁移速度不同，通过不同的比移值（ $R_f$ ）区分目标物质中的岩藻黄素，并排除玉米黄素等类胡萝卜素的干扰。

#### A.2 试剂

A.2.1 除另有说明外，所用试剂均为分析纯，水为GB/T 6682中规定的一级水。

A.2.2 无水乙醇。

A.2.3 丙酮。

A.2.4 正己烷。

A.2.5 展开剂：正己烷-丙酮混合溶液（6.5:3.5）：根据层析缸用量大小，分别按照体积比6.5:3.5移取正己烷、丙酮于烧杯中，混匀备用，现用现配。

A.2.6 岩藻黄素标准品，纯度 $\geq 98\%$ 。

A.2.7 玉米黄素标准品，纯度 $\geq 85\%$ 。

#### A.3 仪器

A.3.1 硅胶G薄层板。

A.3.2 层析缸：规格与色谱板相适应。

A.3.3 分析天平：感量0.0001g。

#### A.4 鉴别方法

##### A.4.1 试样溶液

取试样0.1g，置于5mL微量试管中加无水乙醇1mL，使之完全溶解，避光保存。

##### A.4.2 对照品溶液

取岩藻黄素标准品、玉米黄素标准品各1mg，分别置于5mL微量试管中，加无水乙醇1mL使之完全溶解，配制成浓度为1mg/mL的溶液，避光保存。

##### A.4.3 色谱操作

分别吸取对照品溶液、试样溶液各5 $\mu$ L，点样于硅胶G薄层板上。以正己烷-丙酮混合溶液（A.2.5）为展开剂，将点好的薄层板放入层析缸中，薄层板浸入展开剂的深度以不淹没原点为宜，密闭。待展开距离约8cm时，取出薄层板，标记溶剂前沿位置，并标记原点位置。整个实验过程要求在1h内完成。

##### A.4.4 结果判定

A.4.4.1 置可见光下检视，与岩藻黄素标准品进行对照，试样色谱相应的位置上显示相同颜色的斑点，呈黄色或黄棕色。与玉米黄素标准品对照色谱相应的位置上无斑点。

A.4.4.2 岩藻黄素 $R_f$ 值应在0.40-0.49之间，而玉米黄素 $R_f$ 值大于0.5。

A.4.4.3 比移值Rf的计算

比移值Rf按式（A.1）计算，结果保留小数点后两位。

$$Rf = \frac{L_1}{L_0} \dots\dots\dots A.1$$

式中：

$L_1$ ——原点到试样（或标准品）色斑中心的距离，单位为厘米（cm）；

$L_0$ ——原点到展开剂前沿的距离，单位为厘米（cm）；

Rf——试样（或标准品）的比移值。

A.4.5 判定依据

试样结果应符合A.4.4的规定，且试样比移值和岩藻黄素标准品比移值相差范围应在3%以内。



## 附录 B (规范性附录)

### 岩藻黄素含量的检测 高效液相色谱法

#### B.1 原理

岩藻黄素在波长450nm附近有最大吸收峰,且浓度与峰面积成正比。样品中岩藻黄素经乙醇提取,采用高效液相色谱,在450nm处用紫外可见检测器,外标法定量。

#### B.2 试剂

B.2.1 除另有说明外,所用试剂均为分析纯,水为GB/T 6682中规定的一级水。

B.2.2 乙腈,色谱纯。

B.2.3 无水乙醇。

B.2.4 岩藻黄素标准品:纯度 $\geq 98\%$ 。

B.2.5 岩藻黄素标准储备溶液(200 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ):称取0.002g(精确至0.00001g),用乙腈溶解并定容至10mL棕色容量瓶中,摇匀,置于4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱中避光储存。

#### B.3 仪器

B.3.1 高效液相色谱仪:配紫外可见检测器。

B.3.2 分析天平:感量0.00001g、0.0001g。

B.3.3 移液枪:200 $\mu\text{L}$ 、1mL、5mL。

B.3.4 容量瓶:棕色,10mL、100mL。

B.3.5 滤膜:0.45 $\mu\text{m}$ 。

#### B.4 测定步骤

##### B.4.1 样品溶液的配制

###### B.4.1.1 粉状样品溶液的配制

根据样品目标含量的不同,准确称取待测样0.02g~0.04g(精确至0.0001g),加入少量无水乙醇(B.2.3),超声使之完全溶解,用无水乙醇定容至100mL棕色容量瓶中,超声脱气、经滤膜(B.3.5)过滤至液相进样瓶中待测。

###### B.4.1.2 油液样品溶液的配制

根据样品目标含量的不同,准确称取待测样0.04g~0.08g(精确至0.0001g),加入少量无水乙醇,超声使之完全溶解,用无水乙醇定容至10mL棕色容量瓶中,超声脱气、经滤膜过滤至液相进样瓶中待测。

##### B.4.2 标准溶液的配制

将岩藻黄素标准储备溶液(B.2.5)用乙腈逐级稀释,配制成浓度为0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、200 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的岩藻黄素标准溶液。分别取上述溶液经滤膜过滤至液相瓶中待测。

##### B.4.3 色谱条件

- a) 色谱柱: C<sub>18</sub>色谱柱, 4.6mm×150mm, 5μm或性能相当者;
- b) 柱温: 25°C;
- c) 流速: 0.8mL/min;
- d) 流动相: 乙腈: 纯水体积比8: 2;
- e) 检测器波长: 450nm;
- f) 进样体积: 10μL。

#### B.4.4 色谱分析

分别取标准溶液 (B.4.2) 和样品溶液 (B.4.1) 注入高效液相色谱仪, 以标准溶液的峰面积对质量浓度绘制标准工作曲线, 根据岩藻黄素的保留时间定性, 以样品溶液的峰面积对照标准曲线进行定量, 色谱图参见图B.1。

#### B.5 计算

样品中岩藻黄素含量按式 (B.1) 计算, 结果保留三位有效数字。

$$X=(C \times V \times 10^{-6} / m) \times f \times 100 \quad \dots\dots\dots B.1$$

式中:

- X—— 样品中岩藻黄素含量, 单位为克每100克 (g/100g);
- C—— 样品制备液中岩藻黄素浓度, 单位为微克每毫升 (μg/mL);
- V—— 样品制备液最终定容体积, 单位为毫升 (mL);
- m—— 样品的质量, 单位为克 (g);
- f—— 样品的稀释倍数。

#### B.6 重复性

每个试样应取两个平行样进行测定, 取其算术平均值为结果。  
在重复条件下获得的两次独立测定结果的相对偏差不大于10%。

#### B.7 岩藻黄素标准溶液及加标样品液相色谱图

- B.7.1 岩藻黄素系列标准溶液液相色谱图见图B.1。
- B.7.2 岩藻黄素粉状样品 200mg/kg加标水平色谱图见图B.2。
- B.7.3 岩藻黄素油液样品 20mg/kg加标水平色谱图见图B.3。

#### B.8 方法的定量限、回收率和精密度

##### B.8.1 定量限

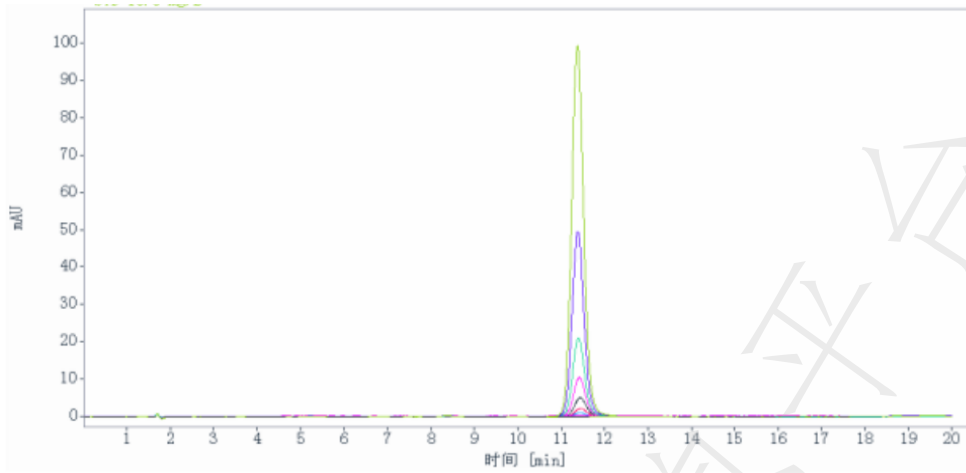
粉状样品中岩藻黄素的定量限为100mg/kg, 油液样品中岩藻黄素的定量限为20mg/kg。

##### B.8.2 回收率

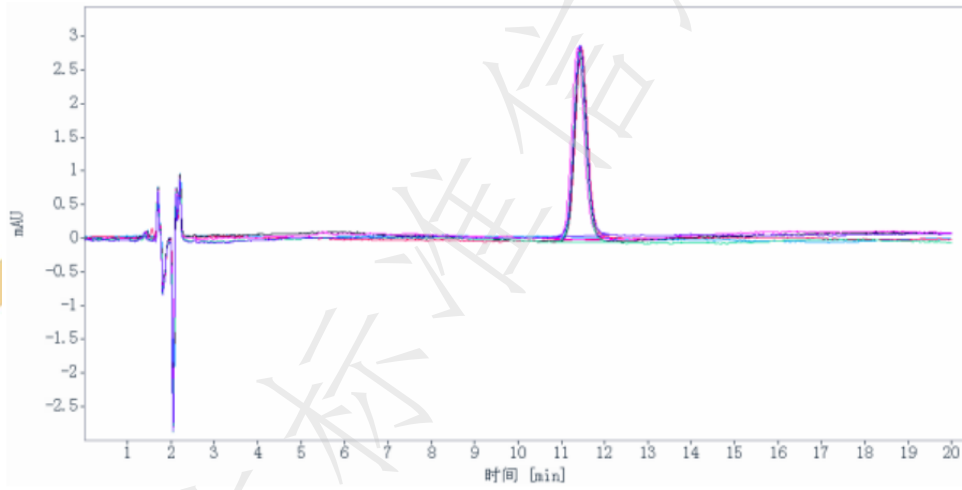
本方法添加浓度为20mg/kg~1000 mg/kg时, 回收率为90%~110%。

##### B.8.3 精密度

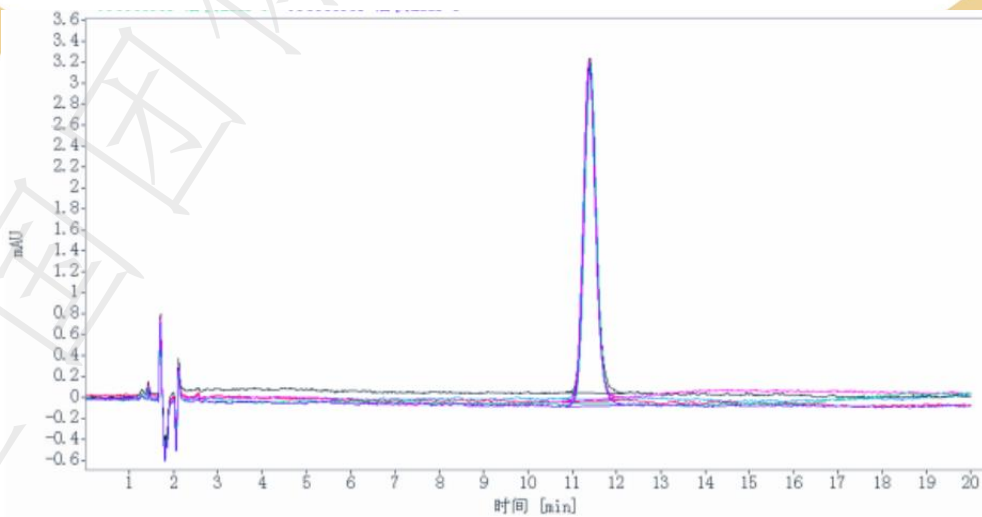
本方法的批内变异系数≤10%, 批间变异系数≤10%。



图B.1 岩藻黄素系列标准溶液液相色谱图



图B.2 岩藻黄素粉状样品200mg/kg加标水平色谱图



图B.3 岩藻黄素油液样品20mg/kg加标水平色谱图