辽宁省沈阳市食品安全企业标准备案
2101 0019 S- 2019 号

Q/HGLM

沈阳皇冠蓝莓生物科技有限公司

Q/HGLM 0002S—2019

蓝莓提取物固体饮料

已[illegible]的企业[illegible]
相关[illegible]
地方标准[illegible]。

2019-01-1 发布　　2019-01-22 实施

沈阳皇冠蓝莓生物科技有限公司　发布

前　言

本标准由沈阳皇冠蓝莓生物科技有限公司研发中心提出。
本标准由沈阳皇冠蓝莓生物科技有限公司负责起草。
本标准主要起草人：郑彦杰、王维生、李斌、孟宪军。
本标准的附录 A、附录 B、附录 C为规范性资料。
本标准于2019年1月1日首次发布。

蓝莓提取物固体饮料

1 范围

本标准规定了蓝莓提取物固体饮料的技术要求、检验方法、检验规则、标志、包装、运输与贮存。

本标准适用于以蓝莓果为原料经乙醇提取、过滤、浓缩、层析、冷冻干燥而成的花色苷含量大于等于35%的蓝莓提取物固体饮料。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB7718 食品标签通用标准

GB/T27658 蓝莓

GB5749-2006 生活饮用水卫生标准

GB/T 191 包装储运图示标志

GB/T 2760 食品添加剂使用卫生标准

GB/T 4789.2 食品卫生微生物学检验 菌落总数测定

GB/T 4789.3 食品卫生微生物学检验 大肠菌群测定

GB/T 4789.4 食品卫生微生物学检验 沙门氏菌检验

GB/T 4789.5 食品卫生微生物学检验 志贺氏菌检验

GB/T 4789.10 食品卫生微生物学检验 金黄色葡萄球菌检验

GB/T 4789.15 食品卫生微生物学检验 霉菌和酵母菌计数

GB/T 5009.3 食品中水分的测定

GB/T 5009.4 食品中灰分的测定方法

GB/T 5009.11 食品中总砷及无机砷的测定

GB/T 5009.12 食品中铅的测定

GB/T 5009.19 食品中六六六、滴滴涕残留量的测定方法

GB/T 5009.22 黄曲霉毒素 B_1 的测定

GB/T 10343 食用酒精（乙醇）国家标准

GB/T 14187 包装容器纸筒纸桶

GB/T 17325 食品卫生检验方法微生物检测方法

GB/T 17332 食品中有机氯和拟除虫菊酯类农药多种残留的测定

定量包装商品计量监督管理办法［国家质检总局令（2005）第 75 号］

3 产品规格

产品规格应符合表 1

表 1

产品名称	含量规格	包装规格（mg）
35% 蓝莓提取物固体饮料	花色苷含量≥35%	500
注：除以上规格外，可根据用户对含量要求进行配比。		

4 技术要求

4.1 原料要求

4.1.1 植物基源

本品原料为蓝莓。

4.1.2 原料标准

原料无可见异物，无腐烂、无霉变，花色苷含量≥0.3%。

4.1.3 溶媒标准

生活用水:符合GB5749 生活饮用水卫生标准。

乙醇:符合GB/T 10343 食用酒精（乙醇）国家标准。

4.2 感官指标

4.2.1 35%规格的蓝莓提取物固体饮料的感官指标应符合表 2 规定。

表 2

项　　目	要　　求
色　　泽	深紫色
气　　味	气　香
滋　　味	味　涩
形　　态	均匀、无可见异物的精细粉末

4.3 净含量负偏差

产品含量负偏差≤0.3%。

4.4 理化指标

理化指标应符合表 5 规定。

表 5

项　　目	指　　标
产品名称	35%蓝莓提取物固体饮料
鉴　别	TLC
水 溶 性	≥ 70%
指标成分含量（花色苷，%）	≥ 35
粒度(80目筛的通过率，%)	≥ 95

堆密度(g/100ml)	松密度	35～50
	紧密度	50～80
水 分(%)		≤ 5.0
灰 分(%)		≤ 5.0
铅（Pb，mg/kg）		≤ 1.0
砷盐（以 As 计，mg/kg）		≤ 0.5
农药残留	六六六（mg/kg）	≤ 0.2
	滴滴涕（mg/kg）	≤ 0.1
	五氯硝基苯（mg/kg）	≤ 0.01
黄曲霉毒素 B_1（μg/kg）		≤ 5

4.5 微生物指标

各不同规格产品微生物指标应符合表 6 规定。

表 6

项 目	指 标
大肠菌群（MPN/kg）	不得检出
细菌总数（cfu/g）	≤ 1000
金黄色葡萄球菌	不得检出
沙门氏菌	不得检出
志贺氏菌	不得检出
霉 菌(cfu/g)	≤25
酵母（cfu/g）	≤25

5 检验方法

5.1 感官检验

取样品适量置于白色瓷盘中用感器判断其色泽、气味、滋味、组织和检查有无异物。

5.2 净含量负偏差

按定量包装商品计量监督管理办法［国家质检总局令（2005）第 75 号］进行测定。

5.3 理化要求

5.3.1 鉴别

按附录A中规定的方法进行测定，供试品特征谱图应与对照品特征谱图相应位置基本一致，显相同颜色的斑点。

5.3.2 花色苷含量

按附录A中规定的方法进行测定。

5.3.3 粒度

按附录B 中规定的试验方法进行测定。

5.3.4 堆密度

按附录C 中规定的试验方法进行测定。

5.3.5 水分

GB/T 5009.3 食品中水分的测定方法进行测定。

5.3.6 灰分

GB/T 5009.4 食品中灰分的测定方法

5.3.7 铅

按 GB/T 5009.12 食品中铅的测定方法进行测定。

5.3.8 砷

按 GB/T 5009.11 食品中总砷的测定方法进行测定。

5.3.9 六六六、滴滴涕

按 GB/T 5009.19 规定的方法进行测定。

5.3.10 五氯硝基苯

按GB/T 17332 食品中有机氯和拟除虫菊酯类农药多种残留的测定方法测定。

5.3.11 黄曲霉毒素 B_1

按 GB/T 5009.22 规定的方法进行测定。

5.4 微生物指标

5.4.1 大肠菌群

按GB/T 4789.3 食品卫生微生物学检验大肠菌群测定方法测定。

5.4.2 菌落总数

按GB/T 4789.2 食品卫生微生物学检验菌落总数测定方法测定。

5.4.3 沙门氏菌

按GB/T 4789.4 食品卫生微生物学检验沙门氏菌检验方法测定。

5.4.4 志贺氏菌

按GB/T 4789.5 食品卫生微生物学检验志贺氏菌检验方法测定。

5.4.5 霉菌

按GB/T 4789.15 食品卫生微生物学检验霉菌和酵母菌计数方法测定。

5.4.6 酵母菌

按GB/T 4789.15 食品卫生微生物学检验霉菌和酵母菌计数方法测定。

6 检验规则

6.1 组批

以均匀总混成品为一批。

6.2 取样

随机抽取检验量3倍的样品。

6.3 检验类别

检验分出厂检验和型式检验。

6.3.1 出厂检验

产品出厂前必须经厂质量检验部门检验合格并签发质量合格证明书的产品方可出厂销售。检验项目包括产品感官指标、粒度、堆密度、水分、灰分、花色苷鉴别、花色苷含量和细菌总数。

6.3.2 型式检验

6.3.2.1 型式检验项目包括本标准中的全部内容。

6.3.2.2 型式检验每半年进行一次，有下列情况之一时亦应进行检验：

a）原料来源有较大变化时；

b）改进关键工艺时；

c）更换设备或停产后，重新恢复生产时；

d）出厂检验与上次型式检验结果有较大差异时；

e）产品质量发生争议时.

6.4 判定规则

6.4.1 当检验结果有一项不符合本标准要求时，应从同批产品中重新抽取两倍量的样品进行复检，以复检结果为准。若复检仍有一项指标不合格时，则判该批产品为不合格。

6.4.2 微生物指标中有任何一项不符合本标准，即判为不合格，不再复检。

7 标志、包装、运输与贮存

7.1 标志

执行 GB/T191 包装储运图示标志、GB7718 食品标签通用标准规定。

7.2 包装

包装材料应符合GB/T 14187 包装容器纸桶国家标准要求。使用前应对所用包装材料进行严格的卫生检查。桶装后，应加封封口签。如用户有特殊要求,则按照用户要求进行包装。

7.3 运输与贮存

7.3.1 运输工具应清洁、卫生，不得与有毒、有害、有腐蚀性或有异味的物品混装混运。

7.3.2 搬运时应轻装轻卸，运输时防止挤压、曝晒、雨淋。

7.3.3 产品不得与有毒、有害、有腐蚀性或有异味的物品混合存放，存放中需保证产品离墙面，地面20 cm 以上。

7.3.4 产品应贮存于避光、阴凉、干燥密闭的仓库中。

7.3.5 在符合上述条件下，产品保质期为24个月。

附　录　A（规范性附录）
花色苷的鉴别和纯度测定方法

A.1 一般规定

本标准所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和符合GB/T 6682 规定的实验用水。实验中所用溶液在未注明用何种溶剂配制时，均指水溶液。

A.2 花色苷的鉴别

A.2.1 设备及仪器

A.2.1.1　天平（分度值 0.1mg）。
A.2.1.2　超声波清洗仪。
A.2.1.3　0.45μm微孔滤膜，有机相。
A.2.1.4　硅胶G薄层层析板。
A.2.1.5　薄层色谱层析展开缸。

A.2.2 试剂和溶液

A.2.2.1　甲醇，色谱纯。
A.2.2.2　甲酸，色谱纯。
A.2.2.3　丁醇，色谱纯。
A.2.2.4　水，GB/T 6682规定的三级水。
A.2.2.5　流动相：无水甲酸：水：丁醇（V:V:V）=16:19:65
A.2.2.6　标准品：
花色苷对照品矢车菊色素-3-0-葡萄糖苷(用于测定4种花色苷组分含量，购自法国EXTRASYNTHESE)或其他等同标准品。

A.2.3 操作和方法

将0.10g待测提取物溶解在25mL甲醇中，搅拌15min并过滤，标准品也按照此方法制成对照品溶液。根据薄层色谱法（通则0502）试验操作，吸取上述两种液体各5μl分别点于同一硅胶G薄层板上，置于层析缸中展开、取出、晾干。待测提取物色谱中，在于对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

A.3 花色苷的测定

A.3.1 设备及仪器

A.3.1.1　天平（分度值 0.1mg）。
A.3.1.2　超声波清洗仪。
A.3.1.3　0.45μm微孔滤膜，有机相。
A.3.1.4　高效液相色谱仪（附紫外检测器）

A.3.3 试剂和溶液

A.3.2.1　甲醇，色谱纯。
A.3.2.2　甲酸，色谱纯。
A.3.2.3　乙腈，色谱纯。
A.3.2.4　盐酸，分析纯。

A.3.2.5　水，GB/T 6682规定的三级水。

A.3.2.6　2%盐酸甲醇溶液（v/v）：

准确量取盐酸20mL加入800mL甲醇中，用甲醇定容至1000M1，摇匀即得。

A.3.2.7　标准品：

花色苷对照品矢车菊色素-3-0-葡萄糖苷(购自法国EXTRASYNTHESE)或其他等同标准品。

A.3.3 色谱条件及系统适用性

A.3.3.1　色谱条件

a）色谱柱：CXTH-C18，4.6 ×250mm，5μm或同类型色谱柱。

b）流动相：

流动相A：甲酸：水=8.5:91.5（v/v）；

流动相B:甲酸：乙腈：甲醇：水=8.5:22.5:22.5:41.5（v/v/v/v）；梯度条件见下表。

梯度洗脱条件

时间/min	A相/%	B相/%
0-6	82-82	18-18
6-24	82-73	18-27
24-66	73-56	27-44
66-70	56-40	44-60
70-80	40-0	60-100

c)检测波长：535nm。

d)流速：1.0mL/min。

A.3.3.2　系统适用性

A.3.3.3　操作方法

a）对照品溶液的制备

精密称取对照品矢车菊色素-3-0-葡萄糖苷约20mg（精确至0.01mg），置于10mL容量瓶中，加入2%盐酸-甲醇溶液（v/v）并稀释至刻度线，摇匀。准确移取10mL的上述溶液于20mL的容量瓶中，用8.5甲酸水溶液（v/v）定容。配成的对照品溶液中矢车菊色素-3-0-葡萄糖苷的浓度约为1.00mg/mL。按照此方法继续稀释对照品溶液，得到一系列溶度（0.80 mg/mL、0.60 mg/mL、0.40 mg/mL、0.20 mg/mL、0.10 mg/mL、0.05 mg/mL、0.01 mg/mL）的对照品稀释液。

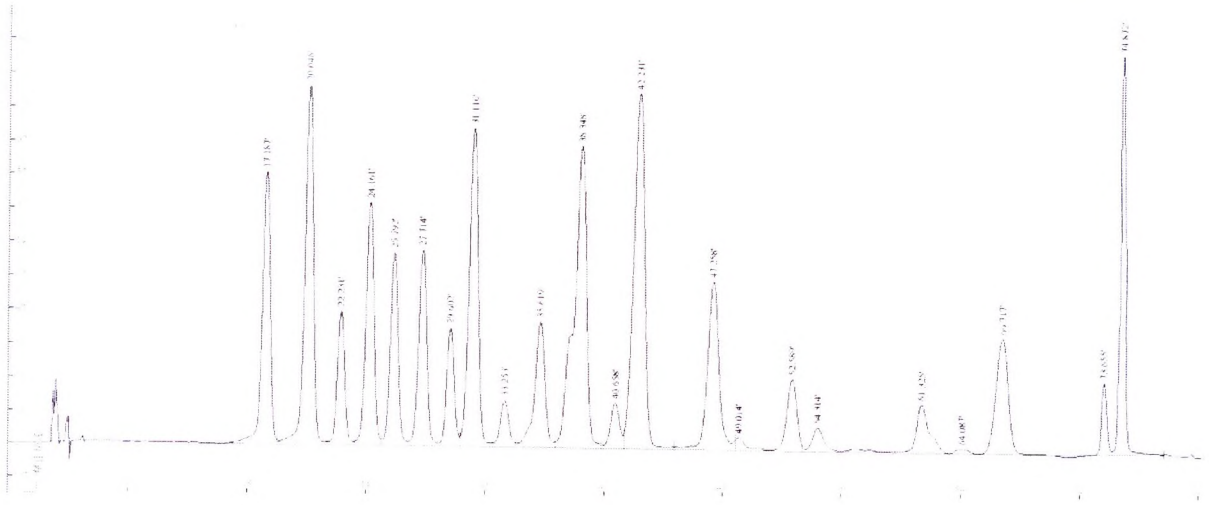
b）供试品溶液的制备

精密称取供试品约100mg（精确至0.01mg），置于20mL容量瓶中，加入2%盐酸-甲醇溶液（v/v）并稀释至刻度线，摇匀。准确移取5mL的上述溶液于25mL的容量瓶中，用8.5甲酸水溶液(v/v)定容。用0.45μm。微孔滤膜过滤，即得。

c）测定方法

分别精密吸取对照品溶液（1.00mg/mL、 0.80 mg/mL、0.60 mg/mL、0.40 mg/mL、0.20 mg/mL、0.10 mg/mL、0.05 mg/mL、0.01 mg/mL）、供试品溶液10μL，依次注入高效液相色谱仪，测定。

d）花色苷HPLC特征谱图



A.3.3.4　结果计算

a)绘制标准曲线

以对照品的浓度为纵坐标，对照品的峰面积为横坐标，绘制标准曲线，得到曲线方程公式（R^2≥0.999）。

b）结果计算

蓝莓提取物中花色苷含量以质量分数W计，数值以%表示，按上述方程公式计算。

附 录 B
（规范性附录）
粒度的测定方法

B.1 设备

B.1.1 分样筛（带筛盖与接收盘）

B.1.1.1 目数：80 目。

B.1.2 天平（分度值 0.1 g）。

B.2 仪器

B.2.1 取接收盘，将分样筛置接收盘上。

B.2.2 称取约 100 g提取物粉末(M_1, g)置分样筛内，将筛盖盖好。

B.2.3 将分样筛保持水平状态，左右往返轻轻筛动 5 分钟。

B.2.4 将接收盘内的提取物粉末称定重量（M_2, g）。

B.3 计算

$$通过率=\frac{M_2}{M_1}\times 100\%$$

附 录 C
（规范性附录）
堆密度的测定方法

堆密度：分为松密度和紧密度。

C.1 设备

C.1.1 天平（分度值 0.1 g）。

C.1.2 玻璃量筒（100 ml）。

C.2 操作程序

C.2.1 量筒的准备：取洁净干燥的称定重量（M_0, g）。

C.2.2 松密度的测定：将过 20 目筛的样品松缓地转入量筒中至 90±5 ml，称量量筒与样品的重量（M_1, g），精确到 0.1 g，并稍弄平粉末表面，读取固体粉末的体积（V_1, ml）。

C.2.3 紧密度的测定：将上述盛有样品的量筒放在台面上（铺有约 5 mm厚的橡胶），由 2 cm左右的高度自坠到台面上，反复此操作约 100 次，量得压紧后的粉末体积（V_0），继续上述操作约 30 次，量得粉末体积（V_2, ml）。当V_0与V_2相差小于 2 ml时，读取终体积（V_2, ml），否则重复上述操作，直到符合为止。

C.3 计算

$$松密度=\frac{M_1-M_0}{V_1}\times 100$$

$$紧密度=\frac{M_1-M_0}{V_2}\times 100$$