

ICS 67.220.20
分类号: X69
备案号: 21441-2007

QB

中华人民共和国轻工行业标准

QB/T 2847—2007

功能性红曲米（粉）

Functional red kojic rice (powder)

2007-05-29 发布

2007-12-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准的附录 A 和附录 B 为规范性附录。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国食品工业标准化技术委员会工业发酵分委会归口。

本标准由中国食品发酵工业研究院、北京联合大学、义乌章舸生物工程有限公司、武汉佳成生物制品有限公司、杭州双马生物工程有限公司、东方红航天生物技术有限公司等单位负责起草。

本标准主要起草人：张蔚、文镜、丁予章、姚继承、冯建平、谢申猛。

本标准首次发布。

功能性红曲米（粉）

1 范围

本标准规定了功能性红曲米（粉）的定义、分类、要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于功能性红曲米（粉）的生产、检验和销售。

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。

GB/T 191 包装储运图示标志

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 霉菌和酵母计数

GB 4926 食品添加剂 红曲米

GB/T 5009.3 食品中水分的测定

GB/T 5009.11 食品中总砷的测定方法

GB/T 5009.12 食品中铅的测定方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB 7718 预包装食品标签通则

JJF 1070 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 定义

下列定义适用于本标准。

3.1

功能性红曲米（粉） functional red kojic rice(podwer)

以大米为原料，用红曲霉（*Monascus anka Nakazawa et Sato*）发酵生成的含发酵自然产生的莫拉可林K等生物活性物质的红曲。

4 分类

按形态分为红曲米和红曲粉。

5 要求

5.1 感官指标

应符合表1的规定。

表1 感官指标

项目	指 标	
	红曲米	红曲粉
外观	淡红色至暗紫红色、质地脆、无霉变，无明显肉眼可见的杂质	棕红色至暗紫红色、无霉变，无明显肉眼可见的杂质粉末
断面	红色、粉红、浅粉红色，有时带白心	—
香味	具有红曲米（粉）固有的曲香，略带苦味	

5.2 理化指标

应符合表2的规定。

表2 理化指标

项 目	指 标
水分/ (%)	≤ 10
莫拉可林K (Monacolin K)，以绝干计/ (%)	≥ 0.4

注：功能性红曲粉还有细度指标，具体目数根据客户的要求而定。

5.3 卫生指标

应符合表3的规定。

表3 卫生指标

项 目	指 标
砷（以As计）/ (mg/kg)	≤ 4.0
铅（以Pb计）/ (mg/kg)	≤ 10.0
菌落总数/ (cfu/g)	≤ 5000
大肠菌群/ (MPN/100g)	≤ 30
霉菌/ (cfu/g)	≤ 25
酵母/ (个/g)	≤ 25
橘霉素(以绝干计)/ (μg/kg)	≤ 50
致病菌（指肠道致病菌及致病球菌）	不应检出

5.4 净含量

按国家质量监督检验检疫总局令第75号执行。

6 试验方法

试验中所用的水，在未特殊注明时均为符合实验室用规格 GB/T 6682 三级及以上的蒸馏水（或去离子水），所用试剂，在未特殊注明时均指分析纯。

6.1 感官指标

取 100g 样品于白纸上，用肉眼观看其颜色、霉变颗粒（粉）及其杂质；用小刀切开红曲米，观察其断面；取 10g 左右样品置手中，用鼻子闻其气味（曲香）；取两三颗红曲米（或少部分粉末）置于舌尖，咬碎颗粒，待粉末湿润后，用力咽，感觉喉中有一丝苦味。

6.2 水分

按 GB/T 5009.3 的方法测定。

6.3 砷

按 GB/T 5009.11 的方法测定。

6.4 铅

按 GB/T 5009.12 的方法测定。

6.5 莫拉可林 K 含量

按附录 A 的方法测定。

6.6 菌落总数

按 GB/T 4789.2 的方法测定。

6.7 大肠杆菌

按 GB/T 4789.3 的方法测定。

6.8 霉菌、酵母菌

按 GB/T 4789.15 的方法测定。

6.9 橘霉素

按附录 B 的方法测定。

6.10 致病菌

按 GB/T 4789.4、GB/T 4789.5、GB/T 4789.10 的方法测定。

6.11 净含量

按 JJF 1070 的方法测定。

7 检验规则

7.1 组批

同一天包装出厂，具有相同规格、等级质量和批号，并具有同样质量证明书的产品为一批。

7.2 抽样

按表 4 要求随机抽取样本。用取样器插入每件（袋）1/2~1/3 处采取样品，每件不少于 100g，样品量不足 250g 时可按比例加取。仔细混匀，四分法缩分，分别装于两个洁净并干燥的广口瓶中，贴上标签，注明：产品名称、规格等级、生产日期/批号、数量、取样日期、地点和取样人员。一瓶送化验室检验；一瓶封存三个月备用。

表 4 袋装样品抽样表

批量范围/箱	抽取样本数/箱	抽取单位包装数/袋
<100	4	1
100~250	6	1
251~500	10	1
>500	20	1

7.3 检验分类

7.3.1 出厂检验

7.3.1.1 产品出厂前，应由生产企业的质量检验部门负责按本标准规定逐批进行检验。检验合格并签发质量合格证明的产品，方可出厂。

7.3.1.2 出厂检验项目为感官指标、水分、莫拉可林 K、菌落总数、大肠菌群、包装、标签和净含量。

7.3.2 型式检验

7.3.2.1 型式检验项目为本标准要求中规定的全部项目。

7.3.2.2 产品在正常生产情况下，型式检验每季度一次，遇有下列情况之一时，也需进行检验。

- 如原料、配方或工艺有较大改变时；
- 更改关键工艺和设备；
- 试制新产品或产品长期停产，又恢复生产时；
- 出厂检验结果与平常记录有较大差别时；
- 国家质量监督部门提出型式检验的要求时。

7.4 判定规则

7.4.1 检验结果中如有一项指标不符合标准要求时，应重新自同批产品中抽取两倍量样品进行复验，以复验结果为准。

7.4.2 若复验结果中，水分、砷、铅、菌落总数、橘霉素、致病性菌、莫拉可林 K（根据客户要求含量）有一项不合格时，则判该批产品为不合格。

7.4.3 若复验结果中，其他指标仍有二项不合格时，则判该产品为不合格。

8 标志、包装、运输、贮存

8.1 包装储运图示标志应符合 GB/T 191 规定。

8.2 产品包装上应有标签并符合 GB 7718 的通用要求，此外，还应标明“莫拉可林 K”含量。

8.3 包装物材料符合食品卫生要求。

8.4 产品在存贮运输过程中，严禁与有毒、有害、有腐蚀性及其他污染物混装、混运。

8.5 在运输过程上应防雨、防潮、防止日光曝晒。装卸时应轻拿轻放，堆放整齐，严禁倾倒重压。

8.6 产品应存放在清洁、阴凉、干燥、通风的库房中，有防虫、防鼠设施。

8.7 本品在常温下，保质期至少 24 个月。

附录 A (规范性附录)

功能红曲中莫拉可林 K (Monacolin K) 含量的测定

A.1 原理

将红曲米粉碎，使用 75%乙醇超声提取其中的洛伐他汀，离心去除不溶残渣，取上清液用反相高效液相色谱分离出内酯（闭环）及酸式（开环）洛伐他汀，并用紫外检测器在 238nm 波长下检测。利用被测组分与标准品的保留时间定性，利用被测组分峰面积与标准品的峰面积之比进行定量。

A.2 试剂

A.2.1 甲醇：色谱纯。

A.2.2 无水乙醇：分析纯。

A.2.3 磷酸：分析纯。

A.2.4 氢氧化钠：分析纯。

A.2.5 洛伐他汀标准储备液

准确称取莫拉可林 K 或洛伐他汀（内酯）标准品 40.0mg，以 75%乙醇定容 100mL。此溶液浓度为 400 μ g/mL。

A.2.6 洛伐他汀标准工作液

准确量取洛伐他汀标准储备液 1mL，以 75%乙醇定容 10mL。此溶液浓度为 40 μ g/mL。

A.3 仪器设备

A.3.1 高效液相色谱仪。

A.3.2 紫外检测器。

A.3.3 低速离心机。

A.3.4 超纯水系统。

A.3.5 超声波清洗器。

A.3.6 精密分析天平。

A.4 分析步骤

A.4.1 试样处理

将红曲米粉碎（40 目，粉状）并充分混合均匀。准确称取 400.0mg~600.0mg 试样于 50mL 容量瓶中。加入 30mL 75%乙醇（体积分数），摇匀，室温下超声 50min。加 75%乙醇至接近刻度，再超声 10min，之后冷却至室温，用 75%乙醇定容至 50mL。以 3500r/min 的旋转速度离心 10min。取上清液经 0.45 μ m 微孔滤膜过滤，滤液待用。

A.4.2 定性用酸式（开环）洛伐他汀的制备

称取洛伐他汀（内酯）标准品 4mg，以 0.2mol/L 氢氧化钠溶液定容至 100mL，在 50 $^{\circ}$ C 条件下超声转化 1h，放置到室温后再放置 1h。

A.4.3 液相色谱参考条件

A.4.3.1 色谱柱：C18 柱 250mm \times 4.6mm。

A.4.3.2 柱温：室温 20 $^{\circ}$ C~25 $^{\circ}$ C。

A.4.3.3 紫外检测器：238nm 检测波长。

A.4.3.4 流动相：甲醇：水：磷酸=385：115：0.14（体积分数）。

A. 4. 3. 5 流速：1.0mL/min。

A. 4. 3. 6 进样量：20μL。

A. 4. 4 标准曲线制备

配制浓度为 0.1、1、10、30、75、150、300μg/mL 洛伐他汀标准溶液，分析时，用洗脱液平衡分析柱，基线稳定后将不同浓度的洛伐他汀标准液进行 HPLC 分析，测定峰面积，以峰面积为纵坐标，以洛伐他汀含量为横坐标作图，线性关系良好， r 在 0.9995 以上时，进行后续样品测定。

A. 4. 5 色谱分析

将处理好的样品提取液 20μL 进样，与标准溶液保留时间对照定性，用被组分内酯及酸式洛伐他汀峰面积之和与标准洛伐他汀（内酯）的峰面积之比进行定量。

A. 4. 6 计算

莫拉可林 K 按公式 A.1 计算：

$$X = \frac{(h_1 + h_2) \times c \times 50}{h_3 \times m} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

- X —— 试样中莫拉可林 K 的含量，单位为毫克每克 (mg/g)；
- h_1 —— 样品中内酯型洛伐他汀峰面积；
- h_2 —— 样品中酸式洛伐他汀峰面积；
- c —— 标准洛伐他汀（内酯）溶液浓度，单位为毫克每毫升 (mg/mL)；
- 50 —— 试样定容体积，单位为毫升 (mL)；
- h_3 —— 标准洛伐他汀（内酯）溶液峰面积；
- m —— 试样称取量，单位为克 (g)。

A. 4. 7 结果表示

检测结果保留小数点后两位有效数字。

A. 5 允许差

平行样测定相对误差 $\leq\pm 5\%$ 。

附录 B (规范性附录)

功能红曲中橘霉素 (Citrinin) 的测定方法

B.1 原理

将功能红曲原料粉碎，混合均匀。用 95% 甲醇提取试样中的橘霉素，浓缩后上中性吸附树脂柱初步吸附色素等杂质，经反相高效液相色谱分离。分离出的橘霉素用荧光检测器以 $\lambda_{\text{ex}}=331\text{nm}$ ， $\lambda_{\text{cm}}=500\text{nm}$ 波长检测。根据标准品在高效液相色谱流出曲线上的保留时间和峰面积定性、定量。

B.2 试剂

B.2.1 甲醇。

B.2.2 乙腈：色谱纯。

B.2.3 磷酸：分析纯。

B.2.4 中性吸附树脂。

B.2.5 橘霉素标准贮备液

准确称取一定量的橘霉素标准品 (SIGMA 或 FLUCAR)，以甲醇溶解定容，制成 $4\mu\text{g/mL}$ 的贮备液。

B.2.6 橘霉素标准工作液

准确吸取 0.1mL 橘霉素标准贮备液 (B.2.5)，以 70% 甲醇定容 100mL。此溶液浓度为 $0.004\mu\text{g/mL}$ ，置于 4℃ 冰箱保存备用。

B.3 仪器设备

B.3.1 高效液相色谱仪。

B.3.2 色谱柱。

B.3.3 荧光检测器。

B.3.4 752 型分光光度计。

B.3.5 低速离心机。

B.3.6 超纯水系统。

B.3.7 超声波清洗器。

B.3.8 精密分析天平。

B.3.9 pH 计。

B.3.10 旋转蒸发器。

B.3.11 真空泵。

B.3.12 恒温水浴锅：温控精度 $\pm 0.5^\circ\text{C}$ 。

B.3.13 1cm×20cm 层析柱。

B.4 分析步骤

B.4.1 试样色价测定

按照 GB 4926 测定样品色价。

B.4.2 试样前处理

——将试样充分混合均匀，准确称取 0.1g~5.0g (按色价 50 相当 1g 上柱样品量折算取样量)，放于 50mL 容量瓶中；

——按称样量 1:10 (质量浓度) 比例加入 95% 甲醇提取液，混合均匀，超声提取 40min (工作频

率 40kHz);

——静置澄清, 上清液移至圆底烧瓶中;

——往沉淀中按 8:1 (体积分数) 比例加入 95% 甲醇, 超声提取 20min, 静置澄清后将上清液合并至圆底烧瓶中。沉淀同前法加入 95% 甲醇, 再超声提取 20min;

——转入离心管中, 以 3500r/min 的旋转速度离心 10min, 将上清液倒入圆底烧瓶中与前两次提取液合并;

——将圆底烧瓶中所合并的提取液在室温下 20℃~25℃ 减压浓缩, 将全部浓缩液取至 5mL 刻度试管中, 读取体积备用;

——取适量中性吸附树脂以 95% 甲醇洗涤 3 次, 再用蒸馏水洗涤 3 次, 装入 1cm×20cm 的柱子, 柱床高度为 10cm。用两个柱床体积的蒸馏水清洗平衡后备用;

——取 1/5 的样品浓缩液 (体积不要超过 1mL) 上柱, 以 70% 甲醇洗脱, 收集前 20mL 洗脱液, 混合均匀后以 0.45μm 孔径微空滤膜过滤, 滤液待进样。

B. 4. 3 液相色谱参考条件

B. 4. 3. 1 色谱柱: Eclipse XDB C18 反相色谱柱, 250mm×4.6mm, 粒度直径为 5μm。

B. 4. 3. 2 柱温: 28℃

B. 4. 3. 3 荧光检测器: λ_{ex}=331nm, λ_{em}=500nm。

B. 4. 3. 4 流动相: 乙腈: 水=50:50 (以磷酸调 pH 至 2.5)

B. 4. 3. 5 流速: 1.0ml/min。

B. 4. 3. 6 进样量: 20μL。

B. 4. 4 标准曲线制备

配制浓度为 0.0002、0.001、0.004、0.04、0.1μg/mL 橘霉素标准溶液, 在上述色谱条件下进行测定, 以峰面积对浓度作标准曲线, 线性关系良好, γ>0.9995。

B. 4. 5 样液色谱分析

处理好的试样提取液 20μL 进样, 经荧光检测器检测得到色谱图后, 外标法以标准橘霉素保留时间定性, 将试样提取液中色谱峰面积与标准样品色谱峰面积比较定量。

B. 4. 6 计算

橘霉素按公式 B.1 计算:

$$X = \frac{h_1 \times c \times 20 \times 5}{h_2 \times m} \times 1000 \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

X —— 试样中橘霉素含量, 单位为微克每千克 (μg/kg);

h₁ —— 试样中橘霉素色谱峰面积;

c —— 标准橘霉素溶液浓度, 单位为微克每毫升 (μg/mL);

20 —— 洗脱液体积, 单位为毫升 (mL);

5 —— 1/5 取样倍数;

h₂ —— 标准橘霉素色谱峰面积;

m —— 试样称取量, 单位为克 (g)。

检测结果保留小数点后两位有效数字。

B. 5 允许差

平行样测定相对误差 ≤ ±10%。



中 华 人 民 共 和 国
轻 工 行 业 标 准
功 能 性 红 曲 米 (粉)

QB/T 2847—2007

*

中国轻工业出版社出版发行

地址：北京东长安街6号

邮政编码：100740

发行电话：(010)65241695

网址：<http://www.chlip.com.cn>

Email：club@chlip.com.cn

轻工业标准化编辑出版委员会编辑

地址：北京西城区月坛北小街6号

邮政编码：100037

电话：(010)68049923

*

版权所有 侵权必究

书号：155019·3036

印数：1—200册 定价：16.00元