

T

中国医药保健品进出口商会团体标准

T/CCCMHPIE XXX-2019

植物提取物 显齿蛇葡萄提取物

Plant extract—*Ampelopsis grossedentata* extract

2019-XX-XX 发布

2019-XX-XX 实施

中国医药保健品进出口商会 发布

前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009和GB/T 20004.1-2016的要求起草。

本标准由中国医药保健品进出口商会提出。

本标准由中华人民共和国商务部归口。

本标准起草单位：广东省测试分析研究所、张家界茅岩莓有限公司、张家界久瑞生物科技有限公司、广东中测食品化妆品安全评价中心有限公司。

本标准主要起草人：黄日升、张命龙、彭密军、李兴旺、陈学勇、陈智勇、王志宏、杨秋玲。

植物提取物 显齿蛇葡萄提取物

1 范围

本标准规定了显齿蛇葡萄提取物的技术要求、安全卫生要求、试验方法、检验规则、包装、标签标识、运输、贮存及保质期。

本标准适用于以葡萄科植物显齿蛇葡萄 (*Ampelopsis grossedentata* (Handel-Mazzetti) W. T. Wang) 的干燥嫩枝叶为原料经乙醇溶液提取、浓缩、干燥制得的显齿蛇葡萄提取物。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，所注日期的版本适用于本文件。凡是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/T 191 包装储运图示标志

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 食品卫生微生物学检验 大肠菌群测定

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 4806.1 食品安全国家标准 食品接触材料及制品通用安全要求

GB 5009.3 食品安全国家标准 食品中水分的测定

GB 5009.4 食品安全国家标准 食品中灰分的测定

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 5009.17 食品安全国家标准 食品中总汞及有机汞的测定

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 7718 食品安全国家标准 预包装食品标签通则

GB 9685 食品接触材料及制品用添加剂使用标准

GB/T 8313-2018 茶叶中茶多酚和儿茶素类含量的检测方法/茶叶中茶多酚的检测

GB 31640 食品安全国家标准 食用酒精

3 术语和定义

多酚是指具有多个酚基团的一类化合物，本标准所指的多酚主要包含二氢杨梅素、杨梅素、没食子酸，芦丁等化合物。

4 技术要求

4.1 原料要求

4.1.1 显齿蛇葡萄鲜嫩枝叶经低温烘干或晒干，去除杂质，存放于阴凉、干燥仓库。显齿蛇葡萄原料应符合国家相关卫生安全标准。

4.1.2 生产用水应符合GB 5749的规定。

4.1.3 提取过程中所用乙醇应符合GB 31640的规定。

4.2 工艺过程

原料 → 提取 → 过滤 → 浓缩 → 干燥 → 混合、包装 → 产品。

4.3 产品要求

4.3.1 感官要求

感官要求应符合表1的规定。

表1 感官要求

项 目	要 求
色泽	浅黄色至深褐色
滋味、气味	具有该产品特有的滋味和气味，无异味
状态	均一粉末状、无肉眼可见杂质

4.3.2 理化指标

理化指标应符合表2的规定。

表2 理化指标

项 目	指 标
鉴别	供试品色谱中，在与二氢杨梅素对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。
多酚（以干物质计）/%	≥45
水分/%	≤8.0
灰分/%	≤10.0
总砷（As）/（mg/kg）	≤6.5
铅（Pb）/（mg/kg）	≤5.0
镉（Cd）/（mg/kg）	≤1.0

总汞 (Hg) / (mg/kg)	≤0.1
-------------------	------

4.3.3 微生物指标

微生物指标应符合表3的规定。

表3 微生物指标

项 目	指 标
菌落总数/ (CFU/g)	≤1000
大肠菌群/ (MPN/g)	≤0.92
霉菌和酵母/ (CFU/g)	≤50
致病菌 (沙门氏菌、金黄色葡萄球菌) /25g	不得检出

4.3.4 其他污染物

其他污染物限量要求,依据不同用途,应符合我国相关法规要求;对于出口产品,应符合出口目的国的相关法规要求。

4.4 生产加工过程的安全卫生要求

应符合国家相关法律、法规、规章要求、符合国家有关标准规定的安全卫生要求。

5 试验方法

5.1 感官指标

启开试样后,立即嗅其气味;另取试样适量于白色瓷盘中,在自然光线下,观察其色泽、外观,并检查有无异物。

5.2 理化指标

5.2.1 鉴别

按第 A.2 章中规定的方法测定。

5.2.2 多酚

按第 A.3 章中规定的方法测定。

5.2.3 水分

按 GB 5009.3 规定的方法测定。

5.2.4 灰分

按 GB 5009.4 规定的方法测定。

5.2.5 总砷

按 GB 5009.11 规定的方法测定。

5.2.6 铅

按 GB 5009.12 规定的方法测定。

5.2.7 镉

按 GB 5009.15 规定的方法测定。

5.2.8 总汞

按 GB 5009.17 规定的方法测定。

5.3 微生物指标

5.3.1 菌落总数

按 GB 4789.2 规定的方法检验。

5.3.2 大肠菌群

按 GB 4789.3 第一法 规定的方法检验。

5.3.3 霉菌和酵母

按 GB 4789.15 规定的方法检验。

5.3.4 致病菌

按 GB 4789.4、GB 4789.10 第一法 规定的方法检验。

6 检验规则

6.1 组批

本产品同一批投料、同一班次、同一生产线生产的具有均一性的成品为一批。

6.2 取样

取样时以批为单位，每批随机取样件数不少于3件，不足3件时每件取样。用取样器伸入袋内物料10cm以下抽取样品100g左右，迅速混合后四分法取其中的两份各100g，分别装入两个洁净干燥的容器中，贴上标签，注明厂名、产品名称、产品批号和取样日期。其中一份作检验分析用，另一份密封保存为留样。

6.3 原料入库检验

原料进库前必须经质检部门检验，发现不合格或无检验合格证明又无化验单的，拒绝入库。

6.4 出厂检验

6.4.1 应逐批检验，并出具检验报告。检验合格后，方可出厂。

6.4.2 出厂检验项目为感官指标、二氢杨梅素、水分、灰分、菌落总数、大肠菌群、霉菌、酵母。

6.5 型式检验

有下列情况之一时，应进行型式检验。检验项目为本标准规定的全部项目。

a) 每年进行一次；

b) 当原料、关键设备或工艺出现较大变化，可能影响产品质量时；

- c) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时;
- e) 半年以上停产后恢复生产时;
- d) 食品安全监管部门提出进行型式检验要求时。

6.6 判定规则

- 6.6.1 所检项目的检验结果全部符合本标准规定时，判断该批次产品合格。
- 6.6.2 检验时如有感官指标或有1~2项理化指标不符合标准时，应加倍抽样，重新进行检验，如仍有一项指标不合格，则该批产品判为不合格。
- 6.6.3 微生物指标中如有一项不合格，则该批产品为不合格，不再复检。

7 包装、标签标识、运输、贮存和保质期

7.1 包装

包装材料应符合GB 4806.1 食品安全国家标准 食品接触材料及制品通用安全要求和GB 9685 食品接触材料及制品用添加剂使用标准的要求。

7.2 标签标识

7.2.1 标签应符合GB 7718的规定，标明产品名称、批号、规格、净重、执行标准号、生产日期及生产批号、保质期、储运条件、生产企业名称、地址、电话等。

7.2.2 包装储运图示标识应GB/T 191的规定。

7.3 运输

运输工具必须清洁干净，运输产品时应避免日晒、雨淋。不得与有毒、有害、有异味或影响产品质量的物品混装运输。

7.4 贮存

产品应密封贮存在阴凉、干燥、通风良好及达到相应条件的场所内，不得与有毒、有害、有异味、易挥发、易腐蚀的物品同处贮存。

7.5 保质期

本产品在上述运输和贮存条件，保质期为24个月。

附录 A

(规范性附录)

检验方法

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 GB/T 6682 规定的三级水。试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 鉴别

A.2.1 试剂、标准品

A.2.1.1 无水乙醇。

A.2.1.2 三氯甲烷。

A.2.1.3 乙酸乙酯。

A.2.1.4 甲酸。

A.2.1.5 二氢杨梅素 (Dihydromyricetin, CAS 号 27200-12-0) 对照品,纯度 \geq 98% (HPLC)。

A.2.1.6 GF254 型硅胶板。

A.2.2 仪器和用具

A.2.2.1 分析天平,感量为 0.1mg。

A.2.2.2 超声波清洗仪。

A.2.2.3 层析缸。

A.2.2.4 紫外分析仪。

A.2.3 操作步骤

A.2.3.1 对照品溶液配制

取二氢杨梅素对照品适量,加甲醇溶解,配制成 5mg/mL 对照品溶液。

A.2.3.2 供试样品制备

取本品粉末约 0.2g,置于具塞比色管中,加入无水乙醇 10ml,充分摇匀,超声 10min。放冷,过

滤，取滤液，即得。

A. 2. 3. 3 薄层色谱操作

分别吸取供试样品和对照品溶液各 3 μ L，分别点于同一硅胶板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲酸（10:10:1，V/V/V）为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（254nm）下检视。

A. 2. 3. 4 测定

供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

A. 3 多酚的测定

A. 3. 1 原理

显齿蛇葡萄提取物加入 70%甲醇，充分混匀，经超声和加热处理，将其中的多酚类物质完全溶解至溶剂中。用福林酚（Folin-Ciocalteu）试剂氧化多酚类物质中-OH 基团，并呈现蓝色，最大吸收波长为 765nm，用没食子酸做校正标定多酚含量。

A. 3. 2 试剂、标准品

A. 3. 2. 1 甲醇。

A. 3. 2. 2 碳酸钠（Na₂CO₃）。

A. 3. 2. 3 甲醇水溶液（体积比）：70%+30%。

A. 3. 2. 4 福林酚（Folin-Ciocalteu）试剂。

A. 3. 2. 5 没食子酸对照品，相对分子量 188.14。

A. 3. 2. 6 10%福林酚试剂（现用现配）：将 10mL 福林酚试剂加水定容至 100mL，摇匀。

A. 3. 2. 7 7.5%Na₂CO₃：称取 37.50gNa₂CO₃，加入适量水溶解，放冷后补充至 500mL。

A. 3. 2. 8 100 μ g/mL 没食子酸标准储备液：精密称取没食子酸对照品 10.0mg 于 100mL 容量瓶，加入 70%甲醇溶解，摇匀后定容至 100mL（现配现用）。

A. 3. 3 仪器和设备

A. 3. 3. 1 分析天平，感量 0.1mg。

A. 3. 3. 2 电热恒温水浴锅，精度 $\pm 1^{\circ}$ C。

A. 3. 3. 3 超声波清洗仪。

A.3.3.4 可见分光光度计。

A.3.4 操作步骤

A.3.4.1 标准曲线的制作

分别吸取没食子酸标准储备液 0.2mL、0.3mL、0.4mL、0.5mL、0.6mL、0.8mL 于 6 支 10mL 具塞试管内，依次加入水 0.8mL、0.70mL、0.6mL、0.5mL、0.4mL、0.2mL，充分摇匀，向每只管内加入 10% 福林酚试剂 5.0mL，摇匀，反应 5min。之后每管加入 7.5%Na₂CO₃ 4.0mL，摇匀后室温静置 1h。以试剂空白（水）调零，用 10mm 光径的比色皿，于分光光度计 765nm 波长下测定吸光值。按没食子酸的浓度与吸光值的关系，制作标准曲线。

A.3.4.2 样品中多酚的提取

精确称取粉碎均匀的显齿蛇葡萄提取物样品 0.1~0.3g 于 100mL 容量瓶中，加入 70% 甲醇溶液 80mL，振荡均匀，70℃ 水浴 10min。取出，冷却后补足溶液体积至 100mL。摇匀，静置至上清液变澄清，取上清液待测。此溶液为样品待测液。

A.3.4.3 多酚的测定

吸取样品待测液 0.1mL 于 10mL 比色管，加水 0.9mL，按照“A.3.4.1”项方法操作。以试剂空白（水）调零，用 10mm 光径的比色皿，于分光光度计 765nm 波长下测定吸光值。与没食子酸作对照，在标准曲线中求出多酚含量。

A.3.4.4 计算

多酚含量以质量分数 W 计，数值以%表示，按公式 (E.1) 式计算。

$$W = \frac{C \times V \times d}{m \times 10^6} \times 100\% \dots\dots\dots (E.1)$$

式中： C ——从标准曲线中计算样品中多酚的浓度（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

V ——样品定容体积（mL）；

d ——稀释因子；

m ——样品质量（g）。

A.3.4.5 精密度

在重复性条件下，获得的两次独立测试结果的绝对值不超过算术平均值的 5%。