

中国医药保健品进出口商会团体标准

T/CCCMHPIE 1.2—2016

植物提取物 槟榔多糖多酚

Plant extract—Areca polysaccharide and polyphenol



2017-06-21 发布

2017-07-01 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 给出的规则起草。

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：海南省惠民槟榔工程技术研究中心、海南绿槟榔科技发展有限公司、海南绿槟榔南药开发有限公司。

本标准主要起草人：许启泰、邓建平、朱晓瑜、张岩松、康文艺、邢建华、陈洪。





植物提取物 槟榔多糖多酚

1 范围

本标准规定了槟榔多糖多酚的技术要求、检验方法、检验规则、包装、运输、贮存和保质期要求。
本标准适用于以槟榔果实为原料,经清洗、破碎、提取、过滤、浓缩,干燥后制得的槟榔多糖多酚。

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,仅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 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—2010 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 4789.38 食品安全国家标准 食品微生物学检验 大肠埃希氏菌计数
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—2010 食品安全国家标准 食品中水分的测定
GB 5009.4—2010 食品安全国家标准 食品中灰分的测定
GB 5009.11—2014 食品安全国家标准 食品中总砷及无机砷的测定
GB 5009.12—2010 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 5009.74 食品安全国家标准 食品添加剂中重金属限量试验
GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 技术要求

3.1 工艺要求

3.1.1 植物原料

棕榈科槟榔属植物槟榔 *Areca catechu* L. 的成熟果实。

3.1.2 工艺过程

槟榔→清洗→破碎→提取→过滤→浓缩→干燥→产品

3.2 产品要求

3.2.1 感官要求

应符合表1的规定。

表 1 感官要求

项 目	要 求
色 泽	淡黄色至棕褐色、色泽均匀
滋味与气味	具有本品应有的气味、味微涩
外观	干燥均匀的粉末,无肉眼可见杂质

3.2.2 理化要求

应符合表 2 的规定。

表 2 理化要求

项 目	指 标
鉴别	样品与标准品色谱特征一致,且比移值相符合
总多酚(以没食子酸计)/%	≥ 10.0
总糖(以葡萄糖计)/%	≥ 45.0
生物碱(以氢溴酸槟榔碱计)/%	≤ 4.0
水分/%	≤ 7.0
灰分/%	≤ 10.0
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg)	≤ 10
砷(As)/(mg/kg)	≤ 1.0
铅(Pb)/(mg/kg)	≤ 3.0
镉(Cd)/(mg/kg)	≤ 1.0
汞(Hg)/(mg/kg)	≤ 0.1

3.2.3 微生物要求

应符合表 3 的规定。

表 3 微生物要求

项 目	指 标
细菌总数/(CFU/g)	≤ 1000
霉菌及酵母菌数/(CFU/g)	≤ 100
大肠菌群/(MPN/g)	≤ 3.0
大肠杆菌	不得检出
沙门氏菌	不得检出
金黄色葡萄球菌	不得检出

3.2.4 其他污染物

其他污染物限量要求,依据不同要求,应符合我国相关法规的规定。对于出口产品,应符合出口目的国相关法规的规定。

4 检验方法

4.1 感官检验

启开试样后,立即嗅其气味;另取试样适量置于白色瓷盘中,在自然光线下,观察其色泽、外观,并检

查有无异物。

4.2 理化指标

4.2.1 鉴别

按第 A.2 章中规定的方法进行测定,样品与标准品色谱特征一致,且比移值相符合。

4.2.2 总多酚

按第 A.3 章中规定的方法进行测定。

4.2.3 总糖

按第 A.4 章中规定的方法进行测定。

4.2.4 生物碱

按第 A.5 章中规定的方法进行测定。

4.2.5 水分测定

按 GB 5009.3—2010 中的第一法进行测定。

4.2.6 灰分测定

按 GB 5009.4—2010 中的方法进行测定。

4.2.7 重金属(以 Pb 计)

按 GB 5009.74 中的方法进行测定。

4.2.8 砷

按 GB 5009.11—2014 中的第一法进行测定。

4.2.9 铅

按 GB 5009.12—2010 中的第一法进行测定。

4.2.10 镉

按 GB 5009.15 中的方法进行测定。

4.2.11 汞

按 GB 5009.17 中规定的方法进行测定。

4.3 微生物指标

4.3.1 菌落总数检验

按 GB 4789.2 中规定的方法进行检验。

4.3.2 霉菌及酵母菌数

按 GB 4789.15 中规定的方法进行检验。

4.3.3 大肠菌群检验

按 GB 4789.3—2010 中规定的第一法 MPN 计数法进行检验。

4.3.4 大肠杆菌检验

按 GB 4789.38 中规定的方法进行检验。

4.3.5 沙门氏菌检验

按 GB 4789.4 中规定的方法进行检验。

4.3.6 金黄色葡萄球菌

按 GB4789.10 中规定的方法进行检验。

5 检验规则

5.1 组批

同品种、同等级、同一批投料生产的产品,以同一生产日期为一检验批次。

5.2 出厂检验

5.2.1 产品应逐批检验,检验合格并签发合格证后产品方可出厂。

5.2.2 出厂检验项目:水分、总糖含量、总多酚含量、菌落总数、霉菌及酵母菌数和大肠菌群。

5.3 型式检验

5.3.1 型式检验项目包括本标准中规定的全部项目。

5.3.2 正常生产时,每年应进行一次型式检验。

5.3.3 有下列情况之一时须进行型式检验。

- a) 原料来源变动较大时;
- b) 正式投产后,如配方、生产工艺有较大变化,可能影响产品质量时;
- c) 出厂检验与上一次型式检验结果有较大差异时;
- d) 产品停产 6 个月以上,恢复生产时;
- e) 食品安全监督部门提出进行型式检验的要求时。

5.4 判定规则

5.4.1 检验结果全部项目符合本标准规定时,判该批产品为合格品。

5.4.2 检验结果不符合本标准要求时,可以在原批次产品中双倍抽样复检一次,判定以复检结果为准。复检后仍有一项或一项以上不符合标准时,判该批产品为不合格品。

6 包装、标签、运输、贮存和保质期

6.1 包装

包装材料应符合 GB 4806.1 的要求。

6.2 标签

6.2.1 包装标签上应标明:产品名称、批号、规格、净含量、执行标准、生产厂名、厂址、产地、生产日期、保质期和贮存条件。

6.2.2 外包装箱体上应标明:防潮、防晒、勿重压、朝上(朝下)等字样或标志。标签内容清晰可见,标签应粘贴牢固。

6.3 运输

运输时应轻装轻卸,不得与有毒、有害、有异味、易污染物品混装载运,严防挤压、雨淋、暴晒。

6.4 贮存

产品应贮存于阴凉、清洁和干燥的仓库中。堆码距墙壁和地面 20cm 以上、并有垫隔物。避免与有毒、有害、易腐、易污染等物品一起堆放。

6.5 保质期

在符合规定的贮运条件、包装完整、未经开启封口的情况下,保质期不超过 36 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 鉴别试验

A.2.1 仪器和材料

A.2.1.1 超声波清洗器。

A.2.1.2 加热回流装置。

A.2.1.3 电热套。

A.2.1.4 层析缸:规格与色谱板相适应。

A.2.1.5 硅胶 G 薄层板。

A.2.1.6 乙醚。

A.2.1.7 甲醇。

A.2.1.8 环己烷。

A.2.1.9 碘。

A.2.1.10 乙酸乙酯。

A.2.1.11 氨水。

A.2.1.12 碳酸钠。

A.2.1.13 碳酸氢钠。

A.2.1.14 槟榔对照药材。

A.2.1.15 碳酸盐缓冲溶液:取碳酸钠 1.91g 和碳酸氢钠 0.56g,加水使溶解成 100mL,即得。

A.2.2 鉴别方法

A.2.2.1 样品溶液

取本品粉末 2.5g,置 50mL 容量瓶中,加适量甲醇,超声(150W)处理 20min,用甲醇定容,过滤。

A.2.2.2 对照药材溶液

取槟榔对照药材 1.0g,加乙醚 50mL,再加入碳酸盐缓冲溶液 5mL,放置 30min,时时振摇,加热回流 30min,分取乙醚液,挥干,残渣加甲醇 1mL 溶解,置具塞离心管中,静置 1h,离心,取上清液作为对照药材溶液。

A.2.2.3 色谱操作

分别吸取对照药材溶液、供试品溶液各 5 μ L,点于硅胶 G 板上,在环己烷—乙酸乙酯—浓氨试液(7.5:7.5:0.2,体积比)展开剂中展开约 8cm,取出晾干。置碘蒸气中熏至斑点清晰,置可见光下检视。

A.2.2.4 比移值 R_f 的计算

比移值 R_f 按式(A.1)计算:

$$R_f = \frac{L_1}{L_0} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

L_1 ——原点 to 样品(或标准品)色斑中心的距离,cm;

L_0 ——原点到展开剂前沿的距离,cm;

计算结果保留小数点后一位有效数字。

A.3 总多酚含量的测定方法

A.3.1 方法提要

样品经水溶解后,采用紫外—可见分光光度法测定,以多点回归曲线法测定总多酚的含量。

A.3.2 仪器和材料

A.3.2.1 分析天平,感量为 0.1mg。

A.3.2.2 紫外—可见分光光度计。

A.3.2.3 超声波清洗器。

A.3.3 试剂和溶液

A.3.3.1 无水碳酸钠。

A.3.3.2 钨酸钠。

A.3.3.3 钼酸钠。

A.3.3.4 硫酸锂。

A.3.3.5 溴酸钾。

A.3.3.6 溴化钾。

A.3.3.7 磷酸。

A.3.3.8 盐酸。

A.3.3.9 水。

A.3.3.10 碳酸钠溶液:取碳酸钠 37.5g,加水溶解后,转移至 500mL 容量瓶中,定容至刻度,摇匀。

A.3.3.11 溴滴定液:取溴酸钾 3.0g 与溴化钾 15g,加水适量使溶解成 1000mL,摇匀,即得。

A.3.3.12 福林酚试液(磷钼钨酸试液):取钨酸钠 100g、钼酸钠 25g,加水 700mL,85%磷酸 50mL 与盐酸 100mL,置磨口圆底烧瓶中,缓缓加热回流 10h,放冷,再加硫酸锂 150g、水 50mL 和溴滴定液 1 滴,加热煮沸 15min,冷却,加水稀释至 1000mL,滤过,滤液作为储备液,置棕色瓶中。本贮备液(应为黄绿色)不得显绿色(如放置后变为绿色,可加溴滴定液 1 滴,煮沸除去多余的溴即可)。临用前取储备液 2.5mL,加水稀释至 10mL,摇匀,即得。

A.3.3.13 标准品:没食子酸,CAS 号 149-91-5,纯度 $\geq 97.5\%$ 。

A.3.4 操作方法

A.3.4.1 标准品溶液的制备

精密称取没食子酸标准品约 20mg 加水溶解后转移至 100mL 容量瓶中,加水定容至刻度,摇匀,得没食子酸储备液。精密量取上述储备液 1.0mL、2.0mL、3.0mL、4.0mL、5.0mL,分别置 10mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀,得一系列不同浓度的没食子酸标准溶液。

A.3.4.2 供试品溶液制备

精密称取样品约 25mg,加水溶解后转移至 100mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。为供试品溶液。

A.3.4.3 测定方法

A.3.4.3.1 标准曲线测定

A.3.4.3.1.1 分别精密移取没食子酸标准溶液 1.0mL 于刻度试管内,并分别加入 5.0mL 福林酚试剂,摇匀。

A.3.4.3.1.2 反应 3min~8min 后,加入 4.0mL 7.5% Na_2CO_3 溶液,摇匀,室温下放置 60min。

A.3.4.3.1.3 空白溶液配制:精密量取水 1.0mL 于刻度试管内,加入 5.0mL 福林酚试剂,摇匀。依照 A.3.4.3.1.2 方法制备空白溶液。

A.3.4.3.1.4 以空白溶液调零,在 765nm 波长条件下用分光光度计测定吸光度。以吸光度为纵坐标,浓度为横坐标,绘制回归曲线,计算线性回归方程。

A.3.4.3.2 样品分析

精密量取供试品溶液 1.0mL 于刻度试管内,加入福林酚试剂 5.0mL,摇匀。照标准曲线测定项下的 A.3.4.3.1.2 方法制备供试品溶液。以空白溶液调零,于 765nm 波长处测定吸光度。

A.3.5 结果计算

A.3.5.1 根据没食子酸的线性回归方程,计算出被测定供试品溶液中的总多酚浓度 c_1 。

A.3.5.2 槟榔多糖多酚中总多酚以质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(A.2)计算:

$$w_1 = \frac{c_1 \times V_1 \times D}{m_1} \times 100\% \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

w_1 ——供试品中总多酚组分的质量分数,%;

c_1 ——供试品溶液中总多酚组分浓度,mg/mL;

V_1 ——供试品溶液的稀释体积,mL;

m_1 ——供试品的称样量,mg;

D ——稀释倍数。

A.4 总糖含量的测定方法

A.4.1 方法提要

样品经纯化水溶解后,加入苯酚、硫酸显色,其后采用紫外—可见分光光度计法测定,以多点回归曲线法测定总糖的含量。

A.4.2 仪器和用具

A.4.2.1 分析天平,感量为 0.01mg。

A.4.2.2 紫外—可见分光光度计。

A.4.2.3 恒温水浴锅。

A.4.3 试剂和溶液

A.4.3.1 硫酸。

A.4.3.2 苯酚。

A.4.3.3 葡萄糖。

A.4.3.4 水。

A.4.3.5 苯酚溶液:称取 5.0g 苯酚于 100mL 容量瓶中,加适量水溶解后,加水定容至刻度,摇匀即得。

A.4.4 操作方法

A.4.4.1 标准品溶液的制备

精密称取 105℃干燥至恒重的葡萄糖约 0.25g,置于 250mL 容量瓶中,加水溶解后,加水定容至刻度,摇匀,即得,标准品溶液中葡萄糖浓度约为 1mg/mL。

A.4.4.2 供试品溶液制备

精密称取供试品约 0.2g,加水溶解后转移至 100mL 容量瓶中,加水定容至刻度,摇匀。精密量取上述供试品溶液 5mL 置 100mL 容量瓶中,加水定容至刻度,摇匀,为供试品溶液。

A.4.4.3 测定方法

A.4.4.3.1 标准曲线测定

A.4.4.3.1.1 精密量取葡萄糖标准品溶液 1.0mL、2.0mL、4.0mL、6.0mL、8.0mL,分置 100mL 容量瓶中,加水定容至刻度,摇匀。

A.4.4.3.1.2 分别精密量取上述溶液 2mL,置 25mL 纳氏比色管中,准确加入 5% 苯酚液 1mL,浓硫酸 5mL,摇匀,于 80℃水浴中加热 20 min,迅速冷却至室温。

A.4.4.3.1.3 空白溶液配制:精密量取纯化水 2.0mL,置 25mL 纳氏比色管中,照 A.4.4.3.1.2 方法制备空白溶液。

A.4.4.3.1.4 以空白溶液调零,于490nm处测定吸光度,以吸光度为纵坐标,浓度为横坐标,绘制回归曲线,计算线性回归方程。

A.4.4.3.2 样品分析

精密量取供试品溶液2.0mL,置于25mL纳氏比色管中,照标准曲线测定项下的A.4.4.3.1.2方法制备供试品溶液,以空白溶液调零,于490nm处测定吸光度。

A.4.5 结果计算

A.4.5.1 根据葡萄糖的线性回归方程,计算出被测定供试品溶液中的总糖浓度 c_2 。

A.4.5.2 槟榔多糖多酚中总糖以质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(A.3)计算:

$$w_2 = \frac{c_2 \times V_2 \times D}{m_2} \times 100\% \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

w_2 ——供试品中总糖组分的质量分数,%;

c_2 ——供试品溶液中总糖组分浓度,mg/mL;

V_2 ——供试品溶液的稀释体积,mL;

m_2 ——供试品的称样量,mg;

D ——稀释倍数。

A.5 生物碱含量的测定方法

A.5.1 方法提要

样品经pH5.0醋酸—醋酸钠缓冲液溶解后,加溴甲酚绿溶液显色,三氯甲烷萃取后,采用紫外—可见分光光度计法测定,以多点回归曲线法测定生物碱的含量。

A.5.2 仪器和用具

A.5.2.1 分析天平,感量为0.01mg。

A.5.2.2 紫外—可见分光光度计。

A.5.2.3 分液漏斗。

A.5.3 试剂和溶液

A.5.3.1 醋酸。

A.5.3.2 醋酸钠。

A.5.3.3 溴甲酚绿。

A.5.3.4 三氯甲烷。

A.5.3.5 氢氧化钾。

A.5.3.6 无水硫酸钠。

A.5.3.7 无水乙醇。

A.5.3.8 氢溴酸槟榔碱,标准品。

A.5.3.9 水。

A.5.3.10 pH5.0醋酸—醋酸钠缓冲液:取醋酸钠5.4g,加水约50mL使溶解,用冰醋酸调节pH值至5.0,加水稀释至100mL,摇匀即得。

A.5.3.11 溴甲酚绿溶液:取溴甲酚绿0.4g,用pH5.0醋酸—醋酸钠缓冲液溶解稀释至500mL,摇匀即得。

A.5.4 操作方法

A.5.4.1 标准品溶液的制备

精密称取氢溴酸槟榔碱约12.5mg,加pH5.0醋酸—醋酸钠缓冲液溶解溶解后,转移至250mL容量瓶中,加pH5.0醋酸—醋酸钠缓冲液稀释至刻度,摇匀,即得氢溴酸槟榔碱标准溶液,标准品溶液中氢溴酸槟榔碱浓度约为0.05mg/mL。

A.5.4.2 供试品溶液制备

精密称取样品约 250mg, 用 pH5.0 的醋酸—醋酸钠缓冲液溶解后, 转移至 100mL 容量瓶中, 加 pH5.0 的醋酸—醋酸钠缓冲液稀释至刻度, 摇匀, 得供试品溶液。

A.5.4.3 标准曲线测定

A.5.4.3.1 准确量取氢溴酸槟榔碱标准溶液 0.5mL、1.0mL、1.5mL、2.0mL、2.5mL, 分别置不同分液漏斗中。

A.5.4.3.2 加入 pH5.0 醋酸—醋酸钠缓冲液至 5mL 和溴甲酚绿溶液 4mL, 轻轻摇匀。

A.5.4.3.3 分别加入三氯甲烷 10.0mL、5.0mL、5.0mL 萃取 3 次。每次振摇 2min, 静置 30min。分取三氯甲烷层, 置于放有无水硫酸钠 0.2g 的干燥具塞试管中, 振摇后静置。

A.5.4.3.4 空白溶液配制: 准确量取 pH5.0 醋酸—醋酸钠缓冲液 5mL, 加入溴甲酚绿溶液 4mL, 摇匀, 照 A.5.4.3.3 方法制备空白溶液。

A.5.4.3.5 以空白溶液调零, 于 414nm 处测定吸光度, 以吸光度为纵坐标, 浓度为横坐标, 绘制回归曲线, 计算线性回归方程。

A.5.4.4 样品分析

精密量取供试品溶液 1mL, 置分液漏斗中, 照标准曲线测定项下的 A.5.4.3.2~A.5.4.3.3 方法制备供试品溶液, 以空白溶液调零, 于 414nm 处测定吸光度。

A.5.5 结果计算

A.5.5.1 根据生物碱的线性回归方程, 计算出被测定供试品溶液中的生物碱浓度 c_3 。

A.5.5.2 槟榔提取物中生物碱以质量分数 w_3 计, 数值以 % 表示, 按式(A.4)计算:

$$w_3 = \frac{c_3 \times V_3 \times D}{m_3} \times 100\% \quad \text{..... (A.4)}$$

式中:

w_3 ——供试品中生物碱组分的质量分数, %;

c_3 ——供试品溶液中生物碱组分浓度, mg/mL;

V_3 ——供试品溶液的稀释体积, mL;

m_3 ——供试品的称样量, mg;

D ——稀释倍数。

