



# 中国医药保健品进出口商会团体标准

T/CCCMHPIE XXX—2017

---

## 植物提取物国际商务标准 苹果提取物

Plant extract international business standard

Apple Extract

20XX-0X-XX 发布

201X-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 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。

本标准由中国医药保健品进出口商会国际商务标准化技术委员会负责解释。

本标准负责起草单位：天津市尖峰天然产物研究开发有限公司、浙江天草生物科技股份有限公司、北京绿色金可生物技术有限公司、西安天美生物科技股份有限公司。

本标准主要起草人：吴巍、邢新锋、侯翔燕、姚军芳、薛迎春、强妮。

# 苹果提取物

## 1 范围

本标准规定了苹果提取物的技术要求、检验方法、检验规则、包装、运输和贮存要求。

本标准适用于以苹果为原料经提取分离制成的苹果提取物。

## 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 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 4789.4 食品安全国家标准 食品微生物学检验 沙门氏菌检验

GB 4789.15 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

《中华人民共和国药典（2015 版）》第四部通则 0982 粒度和粒度分布测定法

《中华人民共和国药典（2015 版）》第四部通则 0832 水分测定法 第二法

《中华人民共和国药典（2015 版）》第四部通则 2302 灰分测定法 总灰分测定法

《中华人民共和国药典（2015 版）》第四部通则 0821 重金属检查法 第二法

《中华人民共和国药典（2015 版）》第四部通则 2321 铅、镉、砷、汞、铜测定法

《中华人民共和国药典（2015 版）》第四部通则 0861 残留溶剂测定法 第二法

## 3 技术要求

### 3.1 工艺要求

#### 3.1.1 植物原料

为蔷薇科苹果亚科苹果属植物苹果(*Malus pumila Mill.*) 果实或果实的浓缩果汁。

#### 3.1.2 工艺过程

将苹果果实榨汁或用水按一定比例稀释苹果果实的浓缩果汁，上大孔吸附树脂吸附、乙醇溶液洗脱，洗脱液回收乙醇，干燥，即得。

### 3.2 产品要求

#### 3.2.1 感官要求

应符合表 1 的要求。

表 1 感官要求

项 目	要 求
色 泽	浅黄至红棕色粉末、色泽均匀
滋味与气味	气微，味微而苦涩
外观	均匀粉末，无肉眼可见异物

## 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	供试品特征图谱中应有与对照特征图谱相对保留时间相同的峰
多酚含量/%（按干燥品计）	≥50.0
粒度（80 目筛）/%	≥95.0
水分/%	≤5.0
灰分/%	≤3.0
重金属及有害元素	
重金属（以 Pb 计）/(mg/kg)	≤20
砷（As）/(mg/kg)	≤2.0
铅（Pb）/(mg/kg)	≤3.0
镉（Cd）/(mg/kg)	≤1.0
汞（Hg）/(mg/kg)	≤0.5
残留溶剂	
甲醇/(mg/kg)	≤50
乙醇/(mg/kg)	≤1000

## 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
菌落总数/(CFU/g)	≤1000
霉菌及酵母菌数/(CFU/g)	≤100
大肠埃希氏菌	不得检出
沙门氏菌	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，供试品图谱中应呈现与对照品色谱峰保留时间相同的色谱峰，同时各特征色谱峰的相对保留时间也应符合方法规定。

#### 4.2.2 多酚

按第 A.3 章中规定的方法进行测定。

#### 4.2.3 粒度

按《中华人民共和国药典（2015 版）》第四部通则 0982 粒度和粒度分布测定法第二法（筛分法）进行测定。

#### 4.2.4 水分

按《中华人民共和国药典（2015 版）》第四部通则 0832 水分测定法 第二法进行测定。

#### 4.2.5 灰分测定

按《中华人民共和国药典（2015版）》第四部通则 2302 灰分测定法 总灰分测定法进行测定。

#### 4.2.6 重金属及有害元素

按《中华人民共和国药典（2015版）》第四部通则0821 重金属检查法 第二法、《中华人民共和国药典（2015版）》第四部通则 2321 铅、镉、砷、汞、铜测定法进行测定。

#### 4.2.7 残留溶剂

按《中华人民共和国药典（2015版）》第四部通则0861残留溶剂测定法进行测定。

### 4.3 微生物指标

#### 4.3.1 菌落总数

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 大肠埃希氏菌

按GB 4789.38中规定的方法进行检验。

#### 4.3.5 沙门氏菌

按GB 4789.4中规定的方法进行检验。

### 5 检验规则

#### 5.1 组批

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 产品须逐批检验，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：外观、鉴别、多酚含量、粒度、水分、灰分、重金属及有害元素、残留溶剂、菌落总数、霉菌及酵母菌数、大肠埃希氏菌、沙门氏菌。

#### 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

### 6.1 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。

### 6.2 标签

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、贮存条件。

### 6.3 运输

运输时必须轻装轻卸，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、干燥的仓库中。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，保质期为 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

## A.2.1 方法提要

样品经50%乙醇经超声溶解后，采用高效液相色谱法测定。

## A.2.2 仪器和用具

A.2.2.1 分析天平，感量为0.01mg。

A.2.2.2 高效液相色谱仪（附紫外检测器）。

A.2.2.3 超声波清洗器

A.2.2.4 0.45 $\mu$ m微孔滤膜，有机相。

## A.2.3 试剂和溶液

A.2.3.1 乙醇，分析纯。

A.2.3.2 乙腈，色谱纯。

A.2.3.3 醋酸，分析纯。

A.2.3.4 水。

A.2.3.5 绿原酸、原花青素B2、表儿茶素、根皮苷对照品。

## A.2.4 色谱条件及系统适用性

## A.2.4.1 色谱条件

a) 色谱柱：十八烷基键合硅胶色谱柱（250 $\times$ 4.6 mm，5 $\mu$ m）。

b) 流动相：A 相：2%冰醋酸；B 相：乙腈—水—冰醋酸（80:19.6:0.4，v/v/v）。梯度条件见表 A.1。

表 A.1 梯度条件

时间 (min)	流动相 A (%，v/v)	B (%，v/v)
0 – 20	0	7.5
20 – 35	92.5 → 91	7.5 → 9
35 – 40	91 → 85	9 → 15
40 – 45	85 → 70	15 → 30
45 – 50	70	30
50 – 55	70 → 60	30 → 40
55 – 60	60	40
60 – 62	60 → 45	40 → 55

c) 检测波长：280nm。

d) 流速：1.0mL/min。

e) 温度：30℃

#### A.2.4.2 系统适用性

理论塔板数按绿原酸峰计算应不低于13000。

#### A.2.5 操作方法

##### A.2.5.1 对照品溶液的制备

取绿原酸、原花青素 B2、表儿茶素、根皮苷对照品适量，精密称定，置 100mL 棕色容量瓶中，加 50%乙醇制成每 1mL 分别约含 0.5、0.1、0.25、0.25mg 的溶液。

##### A.2.5.2 供试品溶液的制备

取供试品适量，精密称定，置 10mL 棕色容量瓶中，加 50%乙醇制成每 1mL 约含 5mg 的溶液。。

##### A.2.5.3 测定方法

分别精密吸取对照品溶液、供试品溶液各 10 $\mu$ L 分别注入液相色谱仪，并记录色谱图。供试品特征图谱中应有与绿原酸、原花青素 B2、表儿茶素和根皮苷对照品色谱峰保留时间相同的色谱峰。以绿原酸为参照峰 S，计算各特征峰的相对保留时间，规定值为：1.00（峰 S），1.39（峰 2，原花青素 B2），1.69（峰 3，表儿茶素），1.72（峰 4），1.95（峰 5），2.08（峰 6，根皮苷）。

#### A.3 多酚含量的测定方法

### A.3.1 方法提要

样品经纯化水溶解后，采用紫外-可见分光光度计法测定，以多点回归曲线法测定多酚的含量。

### A.3.2 仪器和用具

A.3.2.1 分析天平，感量为0.01mg。

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，分析纯。

A.3.3.2 钨酸钠，分析纯。

A.3.3.3 钼酸钠，分析纯。

A.3.3.4 硫酸锂，分析纯。

A.3.3.5 溴酸钾，分析纯。

A.3.3.6 溴化钾，分析纯

A.3.3.7 磷酸，分析纯。

A.3.3.8 盐酸，分析纯。

A.3.3.9 水。

A.3.3.10 碳酸钠溶液：称取20.0g无水碳酸钠，用水溶解于100mL容量瓶中，超声溶解，冷却至室温，用水定容至刻度，摇匀即得。

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10小时，放冷，再加硫酸锂150g、水50mL和溴滴定液1滴，加热煮沸15分钟，冷却，加水稀释至1000mL，滤过，滤液作为贮备液，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）。临用前取贮备液2.5mL，加水稀释至10mL，摇匀，即得。

A.3.3.13 对照品：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 对照品溶液的制备

精密称取没食子酸约10mg，置于100mL棕色容量瓶中，加入水，超声溶解，冷却至室温，用水定容至刻度，摇匀，配成的对照品溶液中没食子酸浓度约为0.1mg/mL。

### A.3.4.2 供试品溶液制备

精密称取供试品约20-30mg，置100mL棕色容量瓶中，加入水适量，超声使其完全溶解，冷却至室温，以水定容至刻度，摇匀即得。

### 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 精密吸取对照品溶液 0.20mL、0.40mL、0.60mL、0.80mL 和 1.0mL 分别置于 10mL 的棕色容量瓶中，各加入 3-4mL 的水，摇匀；

A.3.4.3.1.2 加入 0.5mL 福林酚试液，摇匀；在 1-8 分钟内，各加入 1.5mL Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 溶液，摇匀。用水定容至刻度，摇匀，分别得到没食子酸浓度约为 0.002mg/mL，0.004mg/mL，0.006mg/mL，0.008mg/mL，0.010mg/mL 的对照品溶液，将各容量瓶置于 30℃ 水浴中保持 2 小时。

A.3.4.3.1.3 同时配制空白溶液：加入 3-4mL 水于 10mL 棕色容量瓶中，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，于 760nm（10 分钟内）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.3.4.3.2 样品分析：精密吸取 0.2mL 供试品溶液，置 10mL 棕色容量瓶中，各加入 3-4mL 水，摇匀，照标准曲线测定项下的 A.3.4.3.1.2~A.3.4.3.1.3 方法制备供试品和空白溶液，以空白溶液调零，于 760nm（10 分钟内）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多酚浓度  $C_1$ 。

A.3.5.2 苹果提取物中多酚以质量分数  $w_1$  计，数值以%表示，按公式（A.1）计算：

$$w_1 = \frac{C_1 \times V_1}{m_1(1-d_1)} \times 100\% \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

$w_1$ ——供试品中多酚组分的质量分数，%；

$C_1$ ——供试品溶液中多酚组分浓度，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；

$d_1$ ——供试品的水分，%。

## 附录 B

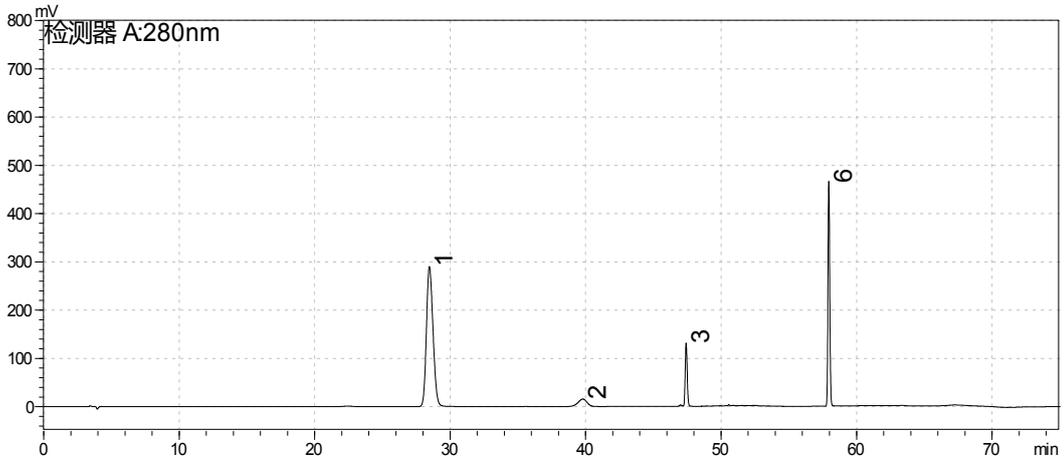
(资料性附录)

### 特征图谱及参考保留时间

#### B. 1 绿原酸、原花青素 B2、表儿茶素、根皮苷混合对照液相特征色谱图

##### B. 1. 1 绿原酸、原花青素B2、表儿茶素、根皮苷混合对照HPLC特征色谱图

绿原酸、原花青素B2、表儿茶素、根皮苷混合对照 HPLC特征图谱见图B1。



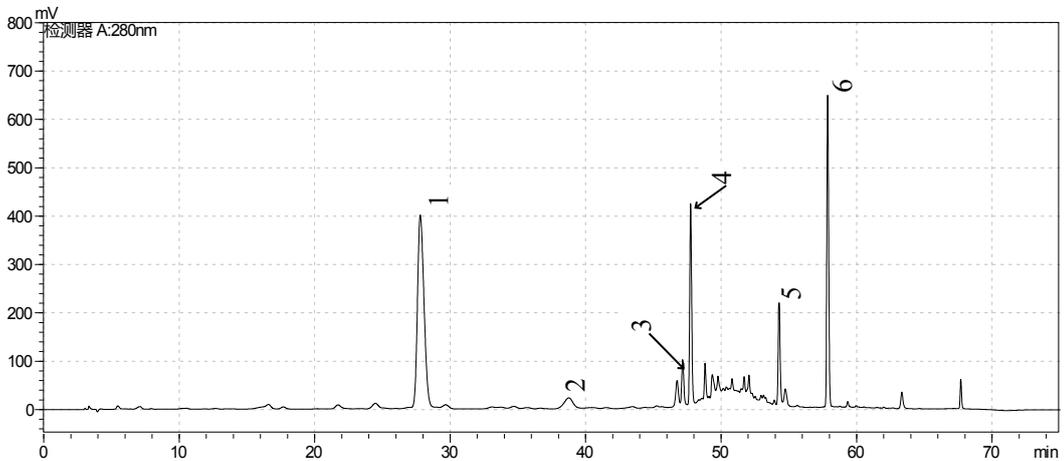
图B1 绿原酸、原花青素B2、表儿茶素、根皮苷混合对照HPLC特征图谱

1 绿原酸； 2 原花青素B2； 3 (-)-表儿茶素； 6 根皮苷

#### B. 2 苹果提取物液相特征色谱图

##### B. 2. 1 苹果提取物液相特征色谱图

苹果提取物 HPLC特征图谱见图B2。



图B2 苹果提取物HPLC特征图谱

1 绿原酸；      2 原花青素B2；      3 (-)-表儿茶素；      6 根皮苷

非商业性声明：上述所采用的设备、色谱柱、标准对照品等，涉及具体商业品牌、型号的，仅供参考，无商业目的，鼓励标准使用者尝试使用不同品牌、型号的设备、色谱柱及标准品。

---