ICS 11.120
C 25

T

中国医药保健品进出口商会团体标准

T/CCCMHPIE 1.39—2018

植物提取物
水苏糖

Plant extract——

Stachyose

2018-07-01 发布　　2018-07-15 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西安天美生物科技股份有限公司。

本标准主要起草人：薛迎春、强妮、王菲、赵飞、山保卫。

水苏糖

1 范围

本标准规定了水苏糖的技术要求、检验方法、检验规则、包装、运输和贮存要求。

本标准适用于唇形科水苏属植物草石蚕的块茎经水提、浓缩和干燥等工序而制成的水苏糖。

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 4789.3 食品安全国家标准 食品微生物学检验 大肠菌群计数

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

GB5009.12 食品安全国家标准 铅的测定

GB5009.15 食品安全国家标准 镉的测定

GB5009.11 食品安全国家标准 总砷的测定

GB5009.17 食品安全国家标准 总汞的测定

GB/T 20884-2007 麦芽糊精

《中华人民共和国药典（2015 版）》第四部通则 0631 pH 值测定法

《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

3 技术要求

3.1 工艺要求

3.1.1 植物原料

唇形科水苏属植物草石蚕 *Stachys Sieboldii Miq.*的块茎。

3.1.2 工艺过程

原料 → 清洗 → 切片 → 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 的要求。

表 1 感官要求

项　　目	要　　求
色　泽	白色或淡黄色、色泽均匀
滋味与气味	甜味温和、纯正，无异味
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	供试品液相图谱中应有与对照品液相图谱相对保留时间相同的峰		
水苏糖（按干燥品计）/%	≥60.0	≥70.0	≥80.0
粒度（80 目筛）/%	≥95.0		
溶解度/%	≥98.0		
水分/%	≤5.0		
灰分/%	≤0.8		
pH 值	5.0-8.0		
重金属及有害元素 总砷（As）/(mg/kg) 铅（Pb）/(mg/kg) 镉（Cd）/(mg/kg) 汞（Hg）/(mg/kg)	 ≤0.5 ≤0.5 ≤1.0 ≤0.5		

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
大肠菌群/(MPN/g)	<3
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，在色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间与对照品溶液主峰的保留时间一致。

4.2.2 水苏糖

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 溶解度

按 GB/T 20884-2007 麦芽糊精中溶解度（重量法）进行测定。

4.2.5 水分测定

按 GB 5009.3 中的第一法进行测定。

4.2.6 灰分测定

按 GB 5009.4 中的第一法进行测定。

4.2.7 重金属及有害元素

铅按照 GB5009.12 中的铅测定法进行测定。

镉按照 GB5009.15 中的镉测定法进行测定。

汞按照 GB5009.17 中的总汞的测定法进行测定。

总砷按照 GB5009.11 中的总砷测定法进行测定。

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 大肠菌群

按GB 4789.3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、水分、灰分、pH 值、溶解度、水苏糖、重金属及有害元素、菌落总数、霉菌及酵母菌数、大肠菌群、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 仪器和材料

A.2.1.1 高效液相色谱仪（附蒸发光散射检测器）。

A.2.1.2 分析天平，感量为0.01mg。

A.2.1.3 超声波清洗器。

A.2.1.4 0.45μm微孔滤膜，有机相。

A.2.1.5 乙腈，色谱纯。

A.2.1.6 水苏糖对照品。

A.2.1.7 水。

A.2.2 鉴别方法

A.2.2.1 色谱条件

a) 色谱柱：Prevail Carbohydrate ES(250×4.6 mm，5μm) 。

b) 流动相：乙腈-水（65:35，v/v）。

c) 漂移管温度：45℃。

d) 气体流量：2.0L/min。

e) 流速：1.0mL/min。

f) 柱温：35℃。

A.2.2.2 对照品溶液

取水苏糖对照品适量，精密称定，置 25mL 容量瓶中，加 50%乙腈制成每 1mL 约含 1.0mg 的溶液。

A.2.2.3 供试品溶液

取供试品适量，精密称定，置 50mL 容量瓶中，加 50%乙腈制成每 1mL 约含 1.5mg 的溶液。

A.2.2.4 测定

吸取对照品溶液和供试品溶液各 10μL 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水苏糖对照品色谱峰保留时间相同的色谱峰。

A.3 水苏糖

A.3.1 方法提要

样品经 50%乙腈溶解后，采用高效液相色谱法测定，以水苏糖为对照品按外标两点法对数方程计算水苏糖的含量。

A.3.2 仪器和材料

A.3.2.1 分析天平，感量为 0.01mg。

A.3.2.2 高效液相色谱仪。

A.3.2.3 超声波清洗器。

A.3.3 试剂和溶液

A.3.3.1 乙腈，色谱纯。

A.3.3.2 水。

A.3.3.3 对照品：水苏糖，CAS 号 54261-98-2，纯度≥98.0%。

A.3.4 色谱条件与系统适用性试验

以亲水性高分子凝胶为填充剂；以乙腈-水（65:35，v/v）为流动相；漂移管温度45℃；气体流量2.0L/min；流速1.0mL/min；柱温35℃；理论塔板数按水苏糖峰计算应不低于6000。

A.3.5 操作方法

A.3.5.1 对照品溶液的制备

精密称取 0.20000g 的水苏糖，置 10mL 量瓶中，用 50%的乙腈使溶解，并超声（250W，40KHz）处理 5 分钟，放冷，定容至刻度，此为标准储备液。吸取 0.5mL 标准储备液于 10mL 容量瓶中，加 50%的乙腈定容至刻度，制成使每 1mL 含 1.00mg 的水苏糖溶液，过 0.45 μm 有机相微孔膜，即得。

A.3.5.2 供试品溶液制备

取本品 0.10000g，精密称定，置 50mL 量瓶中，加 50%的乙腈适量，超声（250W，40KHz）处理 30 分钟，并用 50%乙腈稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

A.3.5.3 测定方法

分别精密吸取对照品溶液 10μL、20μL；供试品溶液 10μL，注入液相色谱仪，测定，记录色谱图。

A.3.6 结果计算

根据对照品的保留时间定性样品中水苏糖的色谱峰，求出峰面积，用外标两点法对数方程 $LnS=aLnC+b$ 计算供试品中水苏糖浓度×进样体积，即得。

供试品中水苏糖含量以质量分数 w_1 计，数值以%表示，按公式（E.1）计算。

$$w_1(\%) = \frac{C_1 \times V_1 \times P}{m_1} \times 100\% \quad \cdots\cdots（E.1）$$

式中： w_1——供试品中水苏糖的质量分数，%；

C_1——供试品中水苏糖的浓度（mg/mL）×进样体积（mL）；

V_1——供试品溶液稀释体积，mL；

P——对照品的纯度，%；

m_1——供试品的称样量，mg。

附录 B

（资料性附录）

液相图谱及参考保留时间

B.1 水苏糖 HPLC 液相图谱及参考保留时间

B.1.1 水苏糖HPLC液相图谱

水苏糖 HPLC 液相图谱见图 B1。

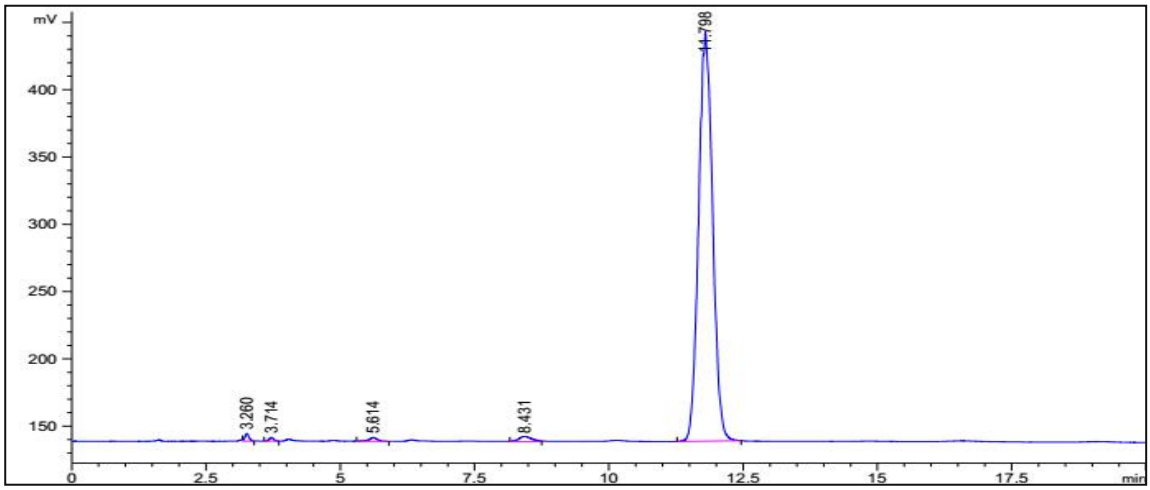


图 B1 水苏糖 HPLC 液相图谱

B.1.2 水苏糖 HPLC 参考保留时间

表 B1 水苏糖 HPLC 参考保留时间

组分名称	保留时间（min）
水苏糖	11.798

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。