

ICS 67.180.20

X 31

备案号：

QB

中华人民共和国轻工行业标准

QB/T XXXXX—XXXX

玛咖粉

Maca Powder

征求意见稿

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。
本标准由中国轻工业联合会提出。
本标准由全国特殊膳食标准化技术委员会归口。
本标准起草单位：
本标准主要起草人：

引 言

玛咖为内含玛咖酰胺、玛咖烯等特征化学成分的十字花科(*Cruciferae*)独行菜属(*Lepidium*)的一年生或两年生草本植物的根茎；质地坚实，气香特异，味微甘辛辣，根茎表皮颜色为黄色、紫色、黑色、青色、白色等，果实形状呈类球形；生长区域一般宜在海拔 3000 米以上。玛咖粉是由玛咖根茎为原料经切片、干燥、粉碎、灭菌等步骤制成的粉状产品。

原卫生部发布《关于批准玛咖粉作为新资源食品的公告（2011年 第13号）》，批准玛咖粉作为新资源食品。

玛咖粉

1 范围

本标准规定了玛咖粉的术语和定义，产品分类，要求，试验方法，检验规则和标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于玛咖粉的生产、检验和销售。

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/T 191 包装储运图示标志
- GB 2762 食品安全国家标准 食品中污染物限量
- GB 2763 食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量
- 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 5009.5 食品安全国家标准 食品中蛋白质的测定
- GB 5009.88 食品安全国家标准 食品中膳食纤维的测定
- GB/T 6682-2008 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 29921 食品安全国家标准 食品中致病菌限量

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

玛咖 maca (*Lepidium meyenii*)

十字花科独行菜属一年或两年生草本植物。

注：可食用部分为其膨大的根茎，富含芥子油苷、玛咖酰胺、蛋白质和膳食纤维等。

3.2

玛咖粉 maca powder (*Lepidium meyenii* Walp)

以玛咖为原料，经切片、干燥、粉碎、灭菌等步骤制成的粉状产品。

4 产品分类

按芥子油苷、玛咖酰胺含量将产品分为特级、一级、二级三类产品。

5 要求

5.1 感官要求

淡黄色粉末，玛咖特有气味和滋味。无正常视力可见异物。

5.2 理化要求

应符合表1的规定。

表1 理化要求

项 目	要 求		
	特级	一级	二级
芥子油苷, g/kg \geq	6.0	2.0	0.8
玛咖酰胺, g/kg \geq	1.2	0.8	0.2
蛋白质, g/100g \geq	10.0		
膳食纤维, g/100g \geq	10.0		
水分, g/100g \leq	9.0		
灰分, g/100g \leq	5.0		
注：除水分指标外，均以干基计。			

5.3 食品安全要求

5.3.1 农药残留限量

农药残留限量应符合GB 2763的规定。

5.3.2 污染物限量

污染物限量应符合GB 2762的规定。

5.3.3 微生物限量

微生物限量应符合GB 29921的规定。

6 试验方法

6.1 一般要求

除另有说明外，所有试剂均为分析纯，水为GB/T 6682-2008规定二级水。

6.2 感官检验

取适量样品，在自然光的光线下，用肉眼观察样品的颜色和形态，有无杂质。取少量样品，闻其气味，放入口中，仔细品其滋味，做好记录。多个样品时，应在品尝下一个样品前，用清水漱口。

6.3 芥子油苷含量

6.3.1 范围

本方法中，苜蓿基芥子油苷检出限为0.4 ng，当进样量相当于0.002 g时，检出浓度为0.2 mg/g。

6.3.2 原理

用80% 甲醇水溶液提取试样中芥子油苷，然后在葡聚糖凝胶阴离子交换树脂上纯化，并酶解脱去硫酸根。采用反相液相色谱分离，紫外检测器检测，外标法定量。

6.3.3 试剂和材料

6.2.3.1 乙腈 色谱纯。

6.2.3.2 甲醇。

6.2.3.3 硫酸酯酶溶液：*Helix pomatia* H1型（EC 3.1.6.1），每毫升硫酸酯酶溶液的活性单位不低于0.5 U，硫酸酯酶溶液应即配即用。

6.2.3.4 葡聚糖凝胶悬浮液：称取10 g DEAE Sephadex A 25葡聚糖凝胶，浸泡在过量的2 mol/L醋酸溶液中，静置沉淀，再加入2 mol/L醋酸溶液，直到液体体积是沉淀体积的2倍，于4 °C冰箱中存放，待用。

6.2.3.5 0.02 mol/L醋酸钠溶液：称取0.272 g醋酸钠（ $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ），加入800 mL水溶解，用醋酸调节溶液的pH值至4.0，加水定容至1 L。

6.2.3.6 标准品：用金莲葡糖硫苷钾盐（ $M_r=447.54$ ，CAS号：5115-71-9）作标准对照品。结构式如图1所示。

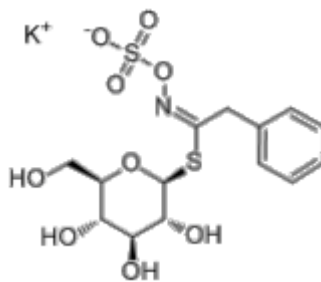


图 1 金莲葡糖硫苷钾盐的结构式

6.2.3.7 0.45 μm水溶性微孔滤膜。

6.3.4 仪器和设备

6.2.4.1 聚丙烯离子交换微柱：底部筛板为100目。

6.2.4.2 离心机：配50 mL转头，具备4000 g的相对离心力。

6.2.4.3 高效液相色谱仪：具备梯度洗脱，柱温可控制在30 °C，配紫外检测器。

6.2.4.4 分析天平，感量为0.0001 g。

6.3.5 分析步骤

6.3.5.1 离子交换微柱的制备

每一个试样提取液准备一支离子交换微柱，下部填充筛板垂直置于试管架上。取2 mL充分混匀的葡聚糖凝胶悬浮液至每一离子交换微柱中，注意不要使悬浮液粘附在柱壁。静置待液体排干后，取2 mL水冲洗树脂，排干水待用。

6.3.5.2 试样的制备

6.2.5.2.1 试样中芥子油苷的提取

准确称取0.2 g待测试样（精确到0.0001 g），至离心管中，按如下步骤进行样品处理：将离心管80 °C水浴1 min，加入15 mL 80%甲醇溶液（80 °C预热），80 °C水浴30 min，其间震荡一次，然后取出离心管0 °C冷却保存待用。试样置于3000 rpm离心10 min，取上清液待用。

6.2.5.2.2 离子交换柱处理

将2 mL上清液缓缓加入已制备好的离子交换微柱中，注意不能搅动树脂表面。打开柱开关，待交换柱内液体排干后，加入2 mL 0.02 mol/L醋酸钠溶液进行洗涤，待液体排干后，重复洗涤一次，液体排干后再加入75 μL硫酸酯酶溶液至离子交换微柱，室温条件下反应16 h后，分别用1.5 mL水冲洗离子交换微柱3次，收集洗脱液并定容至5 mL。经0.45 μm的微孔滤膜过滤，待进样。洗脱液在-18°C暗处可存放1周。

6.3.5.3 标样的制备

称取适量芥子油苷标准品，用80%甲醇充分溶解，配制成梯度溶液，按照6.2.5.2.2中离子交换微柱处理后待进样。

6.3.5.4 参考色谱条件

- 色谱柱：C18柱，5 μm（3.9 mm×150 mm），或性能相当的色谱柱。
- 流动相：A：水，B：乙腈；
- 流速：1.0 mL/min；
- 柱温 30 °C；
- 紫外检测器检测波长 229 nm。
- 洗脱梯度：洗脱梯度见下表 2。

表2 洗脱梯度

时间 (min)	流量 (mL/min)	泵 A (%)	泵 B (%)
0	1	100	0
1	1	100	0
21	1	0	100
26	1	100	0
31	1	100	0

- 进样量：10 μL。

6.3.5.5 洗脱梯度色谱检测

按6.2.5.4的参考色谱条件进行样品测定。

6.3.6 结果计算

玛咖粉干重中芥子油苷含量按式（1）计算：

$$X_1 = \frac{2.5 \times C_1 \times V_1}{m_1 \times (100 - W_1) \times 1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X_1 —— 玛咖粉干重中芥子油苷含量，单位为克每千克（g/kg）；

C_1 —— 样品中脱硫酸代葡萄糖苷浓度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；

W_1 —— 玛咖粉中水分含量，单位为克每一百克（g/100 g）；

m_1 —— 试样质量，单位为千克（kg）；

V_1 —— 提取溶液体积，单位为毫升（mL）；

2.5 —— 稀释倍数。

计算结果保留至小数点后两位。

6.3.7 精密度

以重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

6.4 玛咖酰胺含量

6.4.1 范围

本方法选择了玛咖中主要的五种玛咖酰胺进行检测，分别为间甲氧基-苄基-亚麻酰胺、苄基-亚麻酰胺、间甲氧基-苄基-亚油酰胺、苄基-亚油酰胺、苄基-十六烷酰胺，五种玛咖酰胺的检出限分别为0.4 ng、0.3 ng、0.8 ng、0.7 ng、1.7 ng，当进样量相当于0.002 g时，检出浓度分别为0.2 mg/kg，0.15 mg/kg，0.4 mg/kg，0.35 mg/kg和0.85 mg/kg。

6.4.2 原理

玛咖粉中玛咖酰胺用甲醇进行超声辅助提取，旋蒸干燥后乙腈定容，注入高效液相色谱仪，采用反相液相色谱分离，紫外检测器检测，外标法定量。

6.4.3 试剂和材料

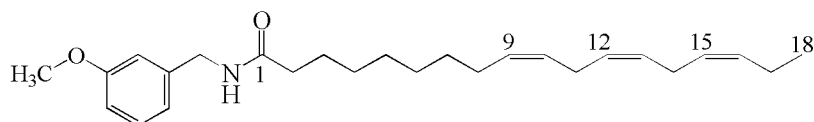
6.4.3.1 甲醇。

6.4.3.2 乙腈，色谱纯。

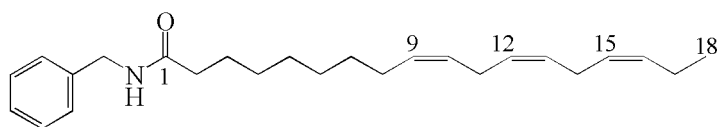
6.4.3.3 三氯乙酸。

6.4.3.4 标准品：

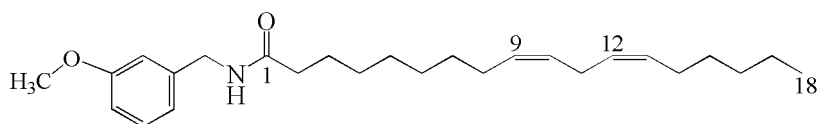
五种玛咖酰胺的标准品（纯度>95%）：（1）间甲氧基-苄基-亚麻酰胺，CAS号：883715-23-9、（2）苄基-亚麻酰胺，CAS号：883715-18-2、（3）间甲氧基-苄基-亚油酰胺，CAS号：883715-22-8、（4）苄基-亚油酰胺，CAS号：18286-71-0、（5）苄基-十六烷酰胺，CAS号：74058-71-2。其化学结构式及名称如图 2所示：



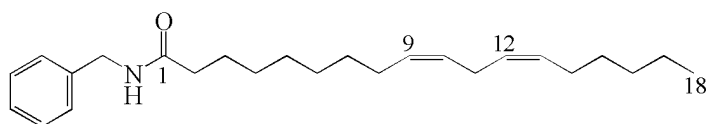
(1) 间甲氧基-苄基-亚麻酰胺



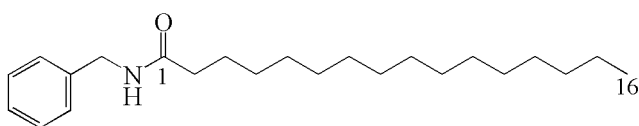
(2) 苄基-亚麻酰胺



(3) 间甲氧基-苄基-亚油酰胺



(4) 苄基-亚油酰胺



(5) 苄基-十六烷酰胺

图 2 5 种玛咖酰胺的结构式

注：上述5种玛咖酰胺标准品结构稳定，在零下20℃可常年保存，配置成标准溶液后零下20℃密闭保存也可保存3~6个月。

6.4.4 仪器和设备

6.4.4.1 高效液相色谱仪，配置紫外检测器。

6.4.4.2 超声清洗机，≥200 W 功率。

6.4.4.3 旋转蒸发仪。

6.4.4.4 离心机，可放置 50 mL 离心管。

6.4.4.5 分析天平，感量为 0.0001 g。

6.4.5 分析步骤

6.4.5.1 样品处理

样品粉碎过60目筛（粒径≤0.38 mm），准确称取1 g玛咖粉，精确到0.0001 g，于玻璃三角瓶中，加入20 mL甲醇后用封口膜封口，置于超声清洗机中，100 W，30℃，超声提取30min。超声完成后摇匀，将提取液和玛咖渣转移至离心管中，5000 rpm离心10 min。将上清液倒入100 mL圆底烧瓶中，旋蒸干后加

入4 mL乙腈，充分摇匀溶解提取物后吸取至5 mL容量瓶，再加0.8 mL乙腈至圆底烧瓶摇匀后吸取至上述容量瓶，取适量乙腈定容至5 mL

注：因玛咖样品中酰胺含量差异较大，定容体积应依据检测结果进行调整。

6.4.5.2 测定

6.4.5.3 参考色谱条件

- a) 色谱柱：C18 柱，规格为 4.6 mm × 250 mm, 5 μm，或性能相当的色谱柱。
- b) 流动相：梯度洗脱，A 流动相为水（0.005%三氯乙酸），B 流动相为乙腈（0.005%三氯乙酸）。
- c) 流速：1.0 mL/min。
- d) 紫外检测波长：210 nm。
- e) 洗脱梯度：对 C18 柱洗脱梯度见表 3。

表 3 液相色谱检测玛咖酰胺梯度洗脱程序

时间 (min)	流量 (mL/min)	泵 A (%)	泵 B (%)
0	1	70	30
15	1	0	100
20	1	0	100
21.2	1	70	30
24	1	70	30

- f) 进样量：10 μL。

6.4.5.4 标准溶液的制备及测定

间甲氧基-苜基-亚麻酰胺、苜基-亚麻酰胺、间甲氧基-苜基-亚油酰胺、苜基-亚油酰胺标准品用色谱级乙腈分别配制浓度为 1 mg/mL 标准母液，苜基-十六烷酰胺用甲醇配制浓度为 1 mg/mL 标准母液。将 5 种标准母液按比例混合稀释分别得到表 4 中混标 1、2、3、4、5 五种梯度浓度的混合标准溶液，以此为标准品，按 6.3.5.3 规定的色谱参考条件测定 5 种玛咖酰胺的总含量。绘制标准曲线。

表 4 玛咖酰胺标准曲线浓度梯度

混标溶液	间甲氧基-苜基-亚麻酰胺	苜基-亚麻酰胺	间甲氧基-苜基-亚油酰胺	苜基-亚油酰胺	苜基-十六烷酰胺
混标 1 (μg/mL)	10	1	10	1	10
混标 2 (μg/mL)	50	5	50	5	50
混标 3 (μg/mL)	100	10	100	10	100
混标 4 (μg/mL)	200	20	200	20	200
混标 5 (μg/mL)	300	30	300	30	300

注：因玛咖样品中玛咖酰胺含量差异较大，标准曲线浓度范围可依据检测结果进行调整。

6.4.6 结果计算

试样中玛咖酰胺含量为五种玛咖酰胺含量的总和，每种玛咖酰胺的含量按式（2）进行计算。

$$X_i = \frac{C_i \times V_2}{m_2 \times (100 - W_2) \times 1000} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

X_i ——试样中某种玛咖酰胺的含量，单位为克每千克（g/kg）；

C_i ——样液中某种玛咖酰胺的浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）；

V_2 ——试样提取物定容的乙腈体积，单位为毫升（mL）；

m_2 ——试样质量，单位为克（g）；

W_2 ——试样含水量，单位为克每百克（g/100g）。

计算结果保留至小数点后两位。

6.4.7 精密度

以重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

6.5 蛋白质

按 GB 5009.5 测定，蛋白质换算系数为 6.25。

6.6 膳食纤维

按 GB 5009.88 测定总膳食纤维。

6.7 水分

按 GB 5009.3 测定。

6.8 灰分

按 GB 5009.4 测定。

7 检验规则

7.1 组批

以同批原料，采用相同工艺生产的，质量均一的产品为一批。

7.2 抽样

从整批产品中抽取样品时，应先从整批中抽取若干包装单位，然后再从抽出的包装单位中抽取均匀试样。

7.2.1 整批产品中包装单位的抽取

抽取包装单位的数量，根据式（3）计算：

$$A = \sqrt{\frac{N}{2}} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

A——应抽取的包装单位数，单位为袋；

N——批量的总包装单位数，单位为袋。

7.2.2 均匀试样的抽取

取样时，用清洁、干燥的取样工具插入包装袋的三分之二。每袋取样100g，将抽取的样品迅速混匀，用四分法缩分，然后分装于两个1000mL清洁干燥的磨口瓶中，密封。贴上标签，一瓶检测，一瓶封存备查。

7.3 出厂检验

7.3.1 成品出厂前应该经检验部门逐批检验，签发合格证后方可出厂。

7.3.2 出厂检验项目包括：

感官、芥子油苷、玛咖酰胺、水分、灰分。

7.4 型式检验

型式检验项目为本标准第5章规定的全部项目。一般情况下，型式检验每半年至少进行一次。有下列情况之一时，亦应进行型式检验。

- a) 原辅材料有较大变化时；
- b) 更改关键工艺或设备；
- c) 新试制的产品或正常生产的产品停产3个月以后，重新恢复生产时；
- d) 出厂检验与上次型式检验结果有较大差异时；
- e) 国家质量监督检验机构按有关规定需要抽检时。

7.5 判定规则

7.5.1 抽取样品经检验，所检项目全部合格，判该批产品为合格。

7.5.2 检验结果如有小于等于2项指标不合格，应重新自同批产品中抽取两倍量样品进行复验，以复检结果为准，若仍有不合格项，判该批产品为不合格。

7.5.3 检验结果如有3项及以上指标不合格，判该产品为不合格。

8 标志、包装、运输、贮存

8.1 标志

产品标签标示应符合GB 7718的规定，还应标注产品类型、不适宜人群和食用限量。包装储运图示按GB/T 191的规定执行。

8.2 包装

包装容器应整洁、卫生、无破损，并符合相关规定。

8.3 运输

运输工具应清洁卫生。不得与有毒、有害、有腐蚀性和含有异味的物品混装、混运，应避免受潮、受压、暴晒。

8.4 贮存

应储存在通风、干燥、清洁的仓库内，严防日晒雨淋，严禁火种。不得与有毒、有害、有腐蚀性和含有异味的物品放在一起。
