

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

总姜黄素

Plant extract---

Curcuminoids

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：宁波中药制药股份有限公司。

本标准主要起草人：方明、吴鼎爱、赵丽娟、左海兵、刘研。

植物提取物 总姜黄素

1 范围

本标准规定了总姜黄素的技术要求、检验方法、检验规则、包装、运输、贮存和保质期要求。

本标准适用于姜科植物姜黄 *Curcuma longa* L. 的干燥根茎，经提取、浓缩、纯化、干燥等工序制成的提取物。

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，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 4789.2-2010 食品安全国家标准 食品微生物学检验 菌落总数测定

GB 4789.4-2010 食品安全国家标准 食品微生物学检验 沙门氏菌检验

GB 4789.15-2010 食品安全国家标准 食品微生物学检验 霉菌和酵母计数

GB 4789.38-2012 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 4806.1-2016 食品安全国家标准 食品接触材料及制品通用安全要求

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

《中华人民共和国药典（2015版）》第四部 通则 0832 水分测定法

《中华人民共和国药典（2015版）》第四部 通则 0841 灰分测定法

《中华人民共和国药典（2015版）》第四部 通则 0861 残留溶剂测定法

《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 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 0502 薄层色谱法

3 技术要求

3.1 工艺要求

3.1.1 植物原料

姜科植物姜黄 *Curcuma longa* L. 的干燥根茎。

3.1.2 工艺过程

原料 → 粉碎 → 提取 → 浓缩 → 纯化 → 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	黄色至橙黄色粉末或结晶性粉末
滋味与气味	有姜黄特有的气味

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	供试品色谱图中，在与对照品色谱图中姜黄素、去甲氧基姜黄素、双去甲氧基姜黄素相应的位置上显相同颜色的斑点	
总姜黄素（按干燥品计）/%	≥90.0	
粒度（80 目筛）/%	≥95.0	
干燥失重/%	≤2.0	
灰分/%	≤2.0	
重金属及有害元素	铅（Pb）/(mg/kg)	≤2.0
	砷（As）/(mg/kg)	≤2.0
	镉（Cd）/(mg/kg)	≤1.0
	汞（Hg）/(mg/kg)	≤0.2
三类溶剂(乙酸乙酯、乙醇等)/mg/kg	≤3000	
二类溶剂（甲醇）/mg/kg	≤30	
其他一、二类溶剂 /mg/kg	不得检出	

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/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。

本品为黄色至橙黄色粉末或结晶性粉末，有姜黄特有的气味。

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，供试品色谱图中，在与对照品色谱图中姜黄素、去甲氧基姜黄素、双去甲氧基姜黄素相应的位置上显相同颜色的斑点。

4.2.2 总姜黄素

按第 A.3 章中规定的方法进行测定，特征图谱及参考保留时间参见附录 B。

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 干燥失重

按《中华人民共和国药典（2015 版）》第四部 通则 0831 干燥失重测定法进行测定。

4.2.5 灰分测定

按 GB 5009.4-2016 中的第一法进行测定。

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 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 4789.2-2010 中规定的方法进行检验。

4.3.2 霉菌及酵母菌数

按 GB 4789.15-2010 中规定的方法进行检验。

4.3.3 大肠埃希氏菌

按GB 4789.38-2012中规定的方法进行检验。

4.3.5 沙门氏菌

按GB 4789.4-2010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：性状、干燥失重、灰分、总姜黄素、重金属及有害元素、菌落总数、霉菌及酵母菌数、大肠埃希氏菌、沙门氏菌和残留溶剂。

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 9685 食品容器、包装材料用添加剂使用卫生标准的要求。

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、保质期和贮存条件。

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, 遮光贮存。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 60 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 层析缸：规格与薄层板相适应。

A.2.1.2 高效硅胶G薄层板。

A.2.1.3 无水乙醇。

A.2.1.4 三氯甲烷。

A.2.1.5 甲醇。

A.2.1.6 甲酸。

A.2.1.7 姜黄素、去甲氧基姜黄素、双去甲氧基姜黄素对照品。

A.2.2 鉴别方法

A.2.2.1 样品溶液

取本品适量，加无水乙醇配制成浓度 2mg/mL 的溶液。即得。

A.2.2.2 对照品溶液

取姜黄素、去甲氧基姜黄素、双去甲氧基姜黄素对照品适量，加无水乙醇制成每1mL含姜黄素0.5mg、去甲氧基姜黄素0.5mg、双去甲氧基姜黄素0.5mg的溶液，即得。

A.2.2.3 展开剂

三氯甲烷:甲醇:甲酸 = 96:4:0.7 (V/V/V)。

A.2.2.4 色谱操作

吸取上述四种溶液各10 μ L，分别点于硅胶板上，展开，取出，晾干，在紫外光（254或365nm）下检视。

A. 2. 2. 4 测定

供试品色谱图中在与对照品色谱图中姜黄素、去甲氧基姜黄素、双去甲氧基姜黄素相应的位置上显相同颜色的斑点。

A.3 总姜黄素

A. 3. 1 方法提要

样品经无水乙醇溶液溶解后，采用高效液相色谱法测定，以双去甲氧基姜黄素、去甲氧基姜黄素、姜黄素为对照品按照外标法测定总姜黄素的含量。

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 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 无水乙醇。

A. 3. 3. 2 乙腈。

A. 3. 3. 3 水。

A. 3. 3. 4 冰醋酸。

A. 3. 3. 5 对照品：双去甲氧基姜黄素，CAS 号 33171-05-0，含量 98.5%；去甲氧基姜黄素，CAS 号 22608-11-3，含量 99.4%；姜黄素，CAS 号 458-37-7，含量 98.7%

A. 3. 4 色谱条件与系统适用性试验

十八烷基键合硅胶填充柱或同类型柱；4%冰醋酸-乙腈（52:48，V/V）为流动相；检测波长为 430nm；柱温 40℃；双去甲氧基姜黄素、去甲氧基姜黄素、姜黄素色谱峰的理论塔板数均不低于 4000。

A. 3. 5 操作方法

A. 3. 5. 1 对照品溶液的制备

精密称取双去甲氧基姜黄素、去甲氧基姜黄素、姜黄素对照品适量，加无水乙醇制成每1mL分别含2 μ g、10 μ g、40 μ g的对照品溶液，即得。

A. 3. 5. 2 供试品溶液制备

精密称定样品总姜黄素粉末20mg，置50mL容量瓶中，加无水乙醇适量，超声使溶解，并稀释至刻度，再移取5mL至50mL容量瓶中，用无水乙醇定容，0.45 μ m微孔滤膜过滤，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与供试品溶液各10 μ L，注入液相色谱仪，测定，记录色谱图。

A. 3. 6 结果计算

供试品中姜黄素、去甲氧基姜黄素、双去甲氧基姜黄素的含量以质量分数 w 计，数值以%表示，按公式 E.1 计算，然后计算总姜黄素的含量。

$$W = \frac{A_{\text{样}} \times W_{\text{对}} \times S_{\text{样}}}{A_{\text{对}} \times W_{\text{样}} \times S_{\text{对}} (1-d)} \times 100\% \quad (\text{E. 1})$$

式中：

- W — 供试品中各组分的质量分数，%；
- $A_{\text{样}}$ — 供试品峰面积；
- $W_{\text{样}}$ — 样品称样量，mg；
- $S_{\text{样}}$ — 样品稀释倍数；
- $A_{\text{对}}$ — 对照品峰面积；
- $W_{\text{对}}$ — 对照品称样量,mg；
- $S_{\text{对}}$ — 对照品稀释倍数；
- d —供试品的干燥失重，%。

总姜黄素含量=姜黄素含量+去甲氧基姜黄素含量+双去甲氧基姜黄素含量

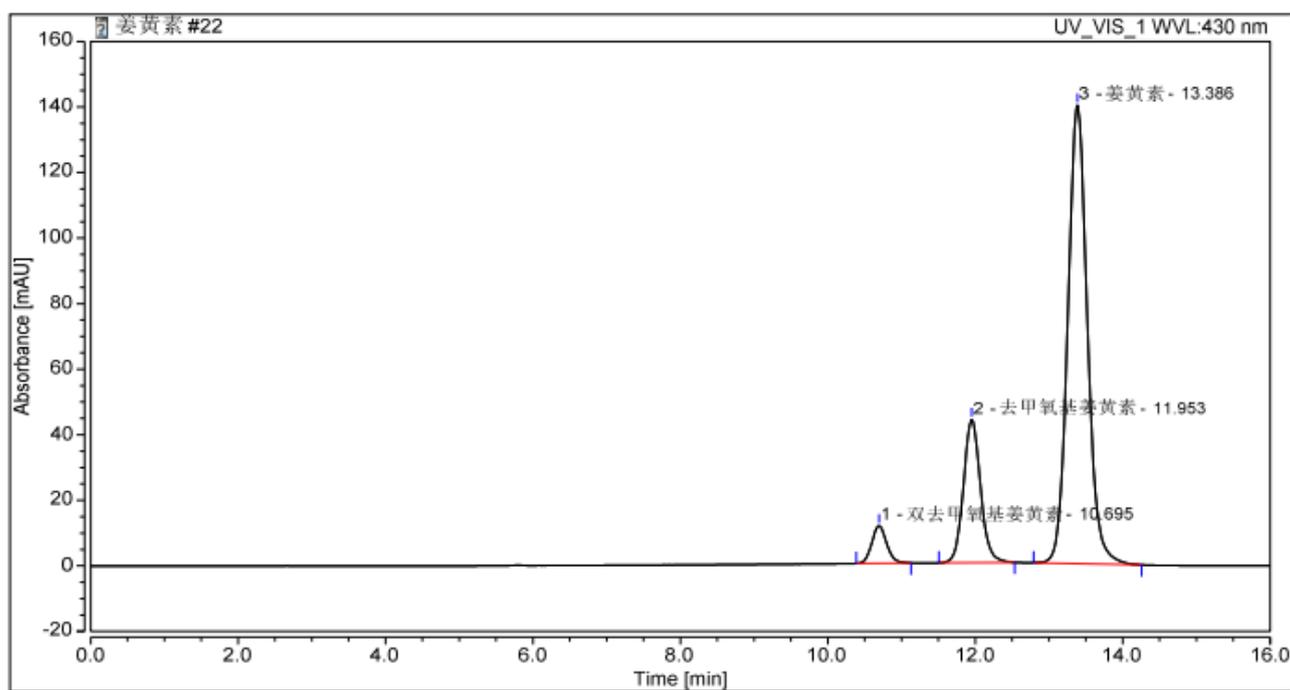
本品以干燥品计，含总姜黄素不得少于90.0%。

附录 B

(资料性附录)

特征图谱及参考保留时间¹⁾

B.1 总姜黄素 HPLC 特征图谱见图 B.1。



图B.1 总姜黄素HPLC特征图谱

B.2 总姜黄素 HPLC 参考保留时间见表 B.1。

表 B.1 总姜黄素 HPLC 参考保留时间

组分名称	保留时间 (min)
双去甲氧基姜黄素	10.695
去甲氧基姜黄素	11.953
姜黄素	13.386

1) 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。