

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
苦荞麦提取物**

**Plant extract-----
Fagopyrum tataricum extract**

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：劲牌生物医药有限公司、湖南华诚生物资源股份有限公司、湖北福顺和生物科技有限公司。

本标准主要起草人：张继斌、陈志元、孙代华、黄华学、黄俊、宋谷良、尧伟、胡娇。

植物提取物 苦荞麦提取物

1 范围

本标准规定了苦荞麦提取物的技术要求、检验方法、检验规则、包装、运输、贮存和保质期要求。

本标准适用于苦荞麦的干燥种子，经乙醇水提取、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 4789.2-2016 食品安全国家标准 食品微生物学检验 菌落总数测定

GB 4789.4-2016 食品安全国家标准 食品微生物学检验 沙门氏菌检验

GB 4789.15-2016 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 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定

GB 5009.4-2016 食品安全国家标准 食品中灰分的测定

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 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

3 技术要求

3.1 工艺要求

3.1.1 植物原料

蓼科植物苦荞麦 *Fagopyrum tataricum* 的干燥种子。

3.1.2 工艺过程

原料 → 提取 → 过滤 → 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	黄褐色粉末，色泽均匀
滋味与气味	具有苦荞麦特有的气味，味苦
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	供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。
总黄酮（以芦丁计）（以干燥品计）/%	≥70.0
芦丁（以干燥品计）/%	≥60.0
粒度（80目筛通过率）/%	≥90.0
水分/%	≤10.0
灰分/%	≤5.0
铅（Pb）/（mg/kg）	≤2.0
镉（Cd）/（mg/kg）	≤1.0
砷（As）/（mg/kg）	≤2.0
汞（Hg）/（mg/kg）	≤0.1
残留溶剂（乙醇）/（mg/kg）	≤2000

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/ (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

其它污染物限量要求，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 理化检验

4.2.1 鉴别

按第A.2章中规定的方法进行测定，供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

4.2.2 总黄酮

按第 A.3 章中规定的方法进行测定。

4.2.3 芦丁

按第 A.4 章中规定的方法进行测定，液相色谱图及参考保留时间参见附录 B。

4.2.4 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。

4.2.5 水分

按 GB 5009.3-2016 中的第一法进行测定。

4.2.6 灰分

按 GB 5009.4-2016 中的第一法进行测定。

4.2.7 铅

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。

4.2.8 镉

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。

4.2.9 砷

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。

4.2.10 汞

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。

4.2.11 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 微生物检验

4.3.1 菌落总数

按 GB 4789.2-2016 中规定的方法进行检验。

4.3.2 霉菌及酵母菌

按 GB 4789.15-2016 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。

4.3.4 沙门氏菌

按 GB 4789.4-2016 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：感官、总黄酮、芦丁、粒度、水分、灰分、菌落总数、大肠埃希氏菌。

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) 出厂检验与上次型式检验结果有较大差异时；
- d) 产品停产6个月以上，重新恢复生产时；
- 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 食品安全管理国家标准 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。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 仪器和设备

A.2.1.1 分析天平（十万分之一）。

A.2.1.2 超声波清洗器。

A.2.2 试剂和材料

A.2.2.1 芦丁对照品。

A.2.2.2 甲醇。

A.2.2.3 乙酸乙酯。

A.2.2.4 甲酸。

A.2.2.5 三氯化铝。

A.2.2.6 乙醇。

A.2.3 鉴别方法

A.2.3.1 供试品溶液

取本品粉末约35mg，置5mL容量瓶中，加适量甲醇，超声处理（功率250W，频率40kHz）10分钟，用甲醇定容，摇匀，滤过，作为供试品溶液。

A.2.3.2 对照品溶液

取芦丁对照品，加甲醇制成每1mL含4mg的溶液，作为对照品溶液。

A.2.3.3 色谱系统

薄层板：硅胶G薄层板。

展开剂：乙酸乙酯-甲酸-水（8:1:1）。

显色剂：三氯化铝试液（取三氯化铝1g，加乙醇使溶解成100mL，即得）。

A. 2. 3. 4 色谱操作

分别吸取供试品溶液、对照品溶液各5 μ l，点于同一硅胶G薄层板上，展开约12cm，取出，晾干，喷以三氯化铝试液，待乙醇挥干后，置紫外灯（365nm）下检视。

A. 3 总黄酮测定

A. 3. 1 方法概要

样品经60%乙醇溶解后，采用紫外-可见分光光度法测定，以芦丁为对照品按外标法测定总黄酮的含量。

A. 3. 2 仪器和设备

A. 3. 2. 1 紫外-可见分光光度计。

A. 3. 2. 2 电子天平（十万分之一）。

A. 3. 2. 3 超声波清洗器。

A. 3. 3 试剂和材料

A. 3. 3. 1 芦丁对照品。

A. 3. 3. 2 乙醇。

A. 3. 3. 3 甲醇。

A. 3. 3. 4 亚硝酸钠。

A. 3. 3. 5 硝酸铝。

A. 3. 3. 6 氢氧化钠。

A. 3. 3. 7 纯化水。

A. 3. 4 操作方法

A. 3. 4. 1 对照品溶液的制备

取芦丁对照品25mg，精密称定，置50mL量瓶中，加入甲醇约40mL，超声处理（功率250W，频

率 40kHz) 5 分钟, 放冷, 用甲醇定容至刻度, 摇匀。精密量取 25mL, 置 50mL 容量瓶中, 加水至刻度, 摇匀, 即得。

A. 3. 4. 2 供试品溶液的制备

取本品粉末约 30mg, 精密称定, 置 50mL 容量瓶中, 加入 60%乙醇溶液 40mL, 超声处理(功率 250W, 频率 40kHz) 10 分钟, 使其完全溶解, 放冷后用 60%乙醇溶液定容, 摇匀, 滤过, 即得。

A. 3. 4. 3 标准曲线的制备

精密量取对照品溶液 1mL、2mL、3mL、4mL、5mL、6mL, 分别置 25mL 量瓶中, 各加水至 6.0mL, 加 5%亚硝酸钠溶液 1mL, 摇匀, 放置 6 分钟; 再加 10%硝酸铝溶液 1mL, 摇匀, 放置 6 分钟; 加 4%氢氧化钠试液 10mL, 再加水至刻度, 摇匀, 放置 15 分钟。以相应试剂为空白, 照紫外-可见分光光度法, 在 500nm 波长处测定吸光度, 以吸光度为纵坐标, 浓度为横坐标, 绘制标准曲线。

A. 3. 4. 4 测定方法

精密量取供试品溶液 2mL, 置 25mL 容量瓶中, 按标准曲线制备项下方法, 自“各加水至 6.0mL”起, 依法测定吸光度, 从标准曲线上读出供试品溶液所含芦丁的浓度 (mg/L), 计算, 即得。

A. 3. 5 结果计算

供试品中总黄酮含量以质量分数 w 计, 数值以%表示, 按公式 (E. 1) 计算。

$$w = \frac{C \times V}{m \times 1000} \times 100\% \dots\dots\dots (E. 1)$$

式中: w —供试品中总黄酮(以芦丁计)质量分数, %;

C —由标准曲线读得供试品溶液所含芦丁的浓度, mg/L;

V —供试品溶液的稀释体积, mL;

m —供试品的称样量, mg。

A. 4 芦丁测定

A. 4. 1 方法概要

样品经60%乙醇溶液溶解后, 采用高效液相色谱法测定, 以芦丁为对照品按外标法测定芦丁的含量。

A. 4. 2 仪器和设备

A. 4. 2. 1 高效液相色谱仪（附紫外检测器）。

A. 4. 2. 2 电子天平（十万分之一）。

A. 4. 2. 3 超声波清洗器。

A. 4. 3 试剂和材料

A. 4. 3. 1 芦丁对照品。

A. 4. 3. 2 甲醇：色谱纯。

A. 4. 3. 3 磷酸：色谱纯。

A. 4. 3. 4 甲醇。

A. 4. 3. 5 乙醇。

A. 4. 3. 6 纯化水。

A. 4. 4 色谱条件与系统适用性试验

以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-0.4%磷酸（50:50，V/V）为流动相；检测波长为360nm；理论塔板数按芦丁峰计算应不低于2000。

A. 4. 5 操作方法

A. 4. 5. 1 对照品溶液的制备

精密称定芦丁对照品15mg于25mL的容量瓶中，加入甲醇溶液约20mL，超声处理（功率250W，频率40kHz）10分钟后，放置至室温，用甲醇溶解定容至刻度，摇匀，即得。

A. 4. 5. 2 供试品溶液的制备

精密称定样品粉末约30mg于50mL容量瓶中，加入60%乙醇约40mL，超声处理（功率250W，频率40kHz）10分钟后，放置至室温，用60%乙醇溶解定容至刻度，摇匀，滤过，即得。

A. 4. 5. 3 测定方法

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

A. 4. 6 结果计算

供试品中芦丁含量以质量分数w计，数值以%表示，公式按（E. 2）计算。

$$w = \frac{C \times A_1 \times V}{m \times A_0} \times 100\% \dots\dots\dots$$

式中：w—供试品中芦丁的质量分数，%；

C—对照品溶液中芦丁浓度，mg/L；

A₁—供试品溶液中芦丁的峰面积；

A₀—对照品溶液中芦丁的峰面积；

V—供试品溶液的稀释体积，L；

m—供试品的称样量，mg。

附录 B

(资料性附录)

液相色谱图及参考保留时间¹⁾

B.1 液相色谱图

B.1.1 芦丁对照品液相色谱图见图B.1。

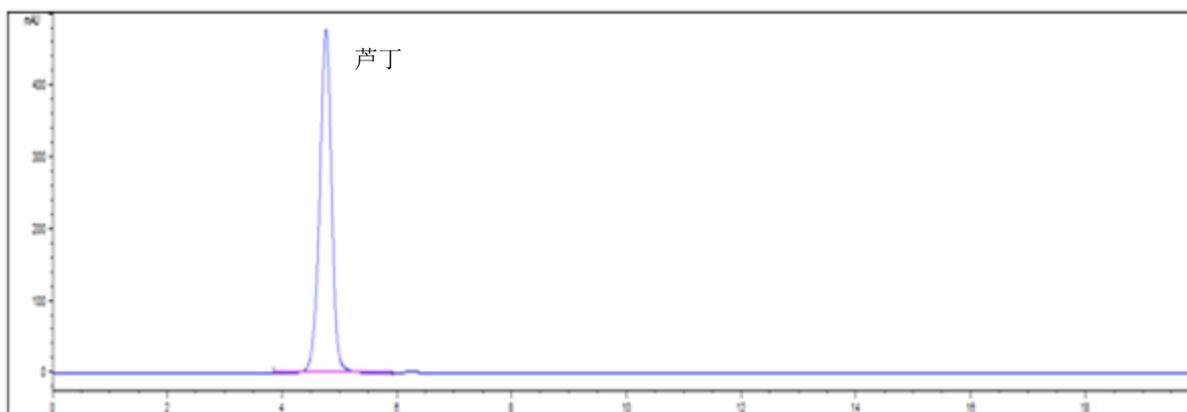


图 B.1 芦丁对照品液相色谱图

B.1.2 苦荞麦提取物液相色谱图见图B.2。

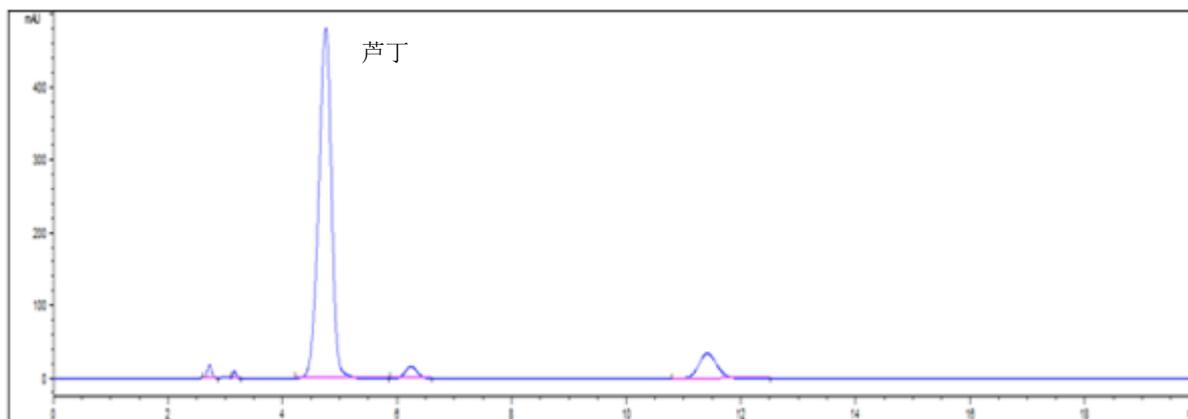


图 B.2 苦荞麦提取物液相色谱图

B.2 芦丁参考保留时间

表 B.1 芦丁参考保留时间

组分名称	保留时间 (min)
芦丁对照品	4.76
苦荞麦提取物	4.76

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。
