

T/CASME

中国中小商业企业协会团体标准

T/CASME XXX—2023

大麻药药材质量标准及检测方法

(征求意见稿)

2023-XX-XX 发布

2023-XX-XX 实施

中国中小商业企业协会 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由武汉翼博济生生物科技有限公司提出。

本文件由中国中小商业企业协会归口。

本文件起草单位：×××。

本文件主要起草人：×××。

大麻药药材质量标准及检测方法

1 范围

本文件规定了大麻药药材质量标准及检测方法的术语和定义、基源、性状、质量标准、检测方法、检测规则、标签、包装、储藏等。

本文件适用于大麻药药材的质量判定及检测方法，文件起草成员均可自愿采用。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 5009.268 食品安全国家标准 食品中多元素的测定

GB/T 191 包装储运图示标志

SB/T 11094 中药材仓储管理规范

SB/T 11182 中药材包装技术规范

T/CATCM 004 中药材及饮片防霉变储藏规范通则

《中华人民共和国药典》（2015年版）四部

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

大麻药药材

大麻药(Radix Dolichosae)系镰扁豆 Dolichosae tenuicaulis (Baker) Craib 和丽江镰扁豆 Dolichos appendiculatus Hand. -Mazz, 为豆科扁豆属植物, 药用其根和叶。又名托也腾(《中华本草》), 镰叶山扁豆(《全国中草药汇编》), 大豆荚、大九荚(《文山中草药》), 麻里麻、麻三段、豆叶百步还阳(《云南中草药》)。大麻药药材是指用大麻药的根和叶作为药材时所使用的植物材料。

4 基源

大麻药应为豆科扁豆属植物镰扁豆 Dolichos tenuicaulis (Baker) Craib 和丽江镰扁豆 Dolichos appendiculatus Hand. -Mazz 的干燥根和叶(见附录A.1、A.2)。大麻药应生长在海拔1800~2500m的高原地带, 年照时数在1935~2838h之间, 雨量充沛。大麻药主产于云南、甘肃、海南、广东等地区, 尤以云南居多。

5 性状

大麻药呈类圆柱形或纺锤形, 长12~30cm, 直径1~5cm。顶端有芦头, 有的具侧根, 外皮棕色, 具纵纹及横纹。质绵韧, 不易折断, 断面白色, 粉质, 具纤维(见附录A.3)。无臭, 折断时有呛人的粉尘, 味苦而麻, 麻味持久。

6 质量标准

6.1 显微特征

6.1.1 大麻药药材根横切面特征

大麻药药材根横切面类圆形，次生构造不发达。后表皮细胞壁微木栓化，其外侧可见残存的表皮。皮层较厚，外侧可见数列壁微增厚的细胞，内皮层凯氏点清晰。外韧型维管束，木质部呈星状，导管多径向外排列，周围多聚生纤维，韧皮部位于木质部弧角间（见附录 A.4）。

6.1.2 大麻药药材粉末特征

大麻药药材粉末为淡黄白色。淀粉粒众多，多为单粒，层纹不明显，脐点呈条状、三叉状、星状，复粒由 2~9 个分粒组成，直径 2.5~42 μm。导管木化，多见具缘纹孔导管，纹孔细密，排列较整齐，网纹导管较少，导管直径 43~180 μm。纤维单个散在或成束，细长，微木化或非木化，大部分纤维孔沟及纹孔明显；少部分纤维孔沟及纹孔不明显，内形成狭缝状胞腔；少数纤维端壁有分叉，偶见晶鞘纤维。木栓细胞鲜黄色，呈多角形，壁成波状弯曲。木薄壁细胞少见，纹孔较少，有的壁成波状弯曲。偶见不规则型棕色块（见附录 A.5）。

6.2 纯净度

6.2.1 大麻药水分、灰分、浸出物的要求

根据《中华人民共和国药典》（2015 年版）四部通则 0212 药材和饮片检定通则，大麻药水分不得过 8.0%；总灰分限度不得过 12.0%，酸不溶性灰分限度不得过 3.0%；水溶性浸出物限度不低于 15.0%，醇溶性浸出物限度不低于 18.0%。

6.2.2 重金属与有害元素的要求

6.2.2.1 重金属检测要求

重金属限量值范围应遵守： $Pb \leq 5.0 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ ； $Cd \leq 0.3 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ ； $As \leq 2.0 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ ； $Hg \leq 0.2 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ ； $Cu \leq 20.0 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ （对应元素的元素名称及元素符号见表 1）。

表 1 铅、镉、砷、汞、铜的元素符号

序号	元素名称	元素符号
1	铅	Pb
2	镉	Cd
3	砷	As
4	汞	Hg
5	铜	Cu

6.2.2.2 黄曲霉毒素检测要求

每 1kg 药材里黄曲霉毒素 $B_1 \leq 5 \mu\text{g}$ ，黄曲霉毒素 $B_1+B_2+G_1+G_2 \leq 10 \mu\text{g}$ 。

7 检测方法

7.1 感官检测方法

用目测、口尝、鼻嗅等方法检测。

7.2 显微特征

7.2.1 大麻药药材粉末特征检测方法

取大麻药粉末过 65 目筛，挑取少许置载玻片上，滴加水合氯醛，透化后加间苯三酚染色，盖上盖玻片，至显微镜 (10×10, 10×20) 下观察。

7.3 纯净度

7.3.1 大麻药水分、灰分、浸出物的检测方法

a) 水分测定参照《中华人民共和国药典》（2015 年版）四部通则 0832 水分测定法第二法（烘干法）；

- b) 灰分测定参照《中华人民共和国药典》（2015年版）四部通则2302灰分测定法项下总灰分测定法、酸不溶性灰分测定法；
- c) 浸出物测定参照《中华人民共和国药典》（2015年版）四部通则2201浸出物测定法项下冷浸法、醇溶性浸出物测定法（以50%乙醇为溶剂）。

7.3.2 大麻药中重金属与有害元素的检测方法

7.3.2.1 重金属的检测方法

7.3.2.1.1 按GB 5009.268规定的测定方法，采用电感耦合等离子体质谱仪（ICP-MS）对大麻药中的铅、镉、砷、汞、铜进行检测。

7.3.2.1.2 标准品溶液的制备：

a) 标准工作溶液：吸取铅、镉、砷、铜标准贮备液，用硝酸溶液（5+95）逐级稀释配成标准工作溶液系列。取汞贮备液，用汞标准稳定剂逐级稀释配成标准工作溶液系列（各元素标准系列质量浓度见表2）。

表2 铅、镉、砷、汞、铜的标准溶液

序号	元素	单位	标准系列质量浓度					
			系列1	系列2	系列3	系列4	系列5	系列6
1	Pb	$\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$	0	1.00	5.00	10.0	30.0	50.0
2	Cd	$\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$	0	1.00	5.00	10.0	30.0	50.0
3	As	$\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$	0	1.00	5.00	10.0	30.0	50.0
4	Hg	$\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$	0	0.100	0.500	1.0	1.50	2.00
5	Cu	$\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$	0	10.0	50.0	100	300	500

b) 内标使用液：取内标单元素贮备液适量，用硝酸溶液（5+95）制成适宜浓度。

7.3.2.1.3 供试品溶液的制备：精密称取大麻药样品0.50g（过65目筛），加10ml硝酸进行微波消解（微波消解仪操作条件见表3）。用水定容至50ml容量瓶，混匀备用，同时做空白试验。

表3 微波消解仪操作条件

步骤	控制温度/℃	升温 t/min	恒温 t/min
1	120	5	5
2	150	5	10
3	190	5	20

7.3.2.1.4 将混合标准溶液注入ICP-MS中，以待测元素与内标元素响应信号的比值Y为纵坐标，待测元素的浓度X为横坐标，绘制标准曲线（铅、镉、砷、汞、铜的线性回归方程见表4）。

表4 铅、镉、砷、汞、铜的线性回归方程

序号	元素	线性回归方程
1	铅	$Y=4990.6848+67385.7082X \quad R^2=0.9999$
2	镉	$Y=16.1537+3716.2348X \quad R^2=0.9988$
3	砷	$Y=41.0720+728.9543X \quad R^2=0.9995$
4	汞	$Y=71.4544+9240.5308X \quad R^2=0.9997$
5	铜	$Y=1458.2640+11081.7915X \quad R^2=0.9998$

7.3.2.1.5 测定：将空白溶液和样品溶液分别注入ICP-MS中，根据标准曲线计算待测元素浓度。

7.3.2.2 黄曲霉毒素的检测方法

7.3.2.2.1 参照《中华人民共和国药典》（2015年版）四部通则2351黄曲霉毒素测定法项下第二法，采用液相质谱仪（LC-MS）对大麻药中黄曲霉毒素进行测定，按表5中的条件进行梯度洗脱。

表 5 黄曲霉毒素梯度洗脱条件

T/min	流动相 A/%	流动相 B/%
0~4.5	65→15	35→85
4.5~6.0	15→0	85→100
6.0~6.5	0→65	100→35
6.5~10.0	65	35

7.3.2.2.2 色谱条件

- a) SHISEIDO C18 色谱柱 (2.1mm×150mm, 5 μ m);
- b) 流动相A: 10mmol·L⁻¹醋酸铵溶液;
- c) 流动相B: 甲醇;
- d) 柱温25℃;
- e) 流速0.3ml·min⁻¹。

7.3.2.2.3 对照品溶液的制备: 参照《中华人民共和国药典》(2015年版) 制备黄曲霉毒素B₁、B₂、G₁、G₂系列对照品溶液。

7.3.2.2.4 供试品溶液的制备: 取供试品粉末约15g (过65目筛), 按供试品溶液配制方法制备。

7.3.2.2.5 测定: 精密吸取供试品溶液5 μ L, 注入LC-MS, 测定峰面积, 根据标准曲线分别计算黄曲霉毒素B₁、B₂、G₁、G₂的浓度 (黄曲霉毒素B₁、B₂、G₁、G₂的线性回归方程见表6)。

表 6 黄曲霉毒素 B₁、B₂、G₁、G₂ 的线性回归方程

序号	对照品	线性回归方程
1	黄曲霉毒素 B ₁	Y=16743.8+175379X R ² =0.9985
2	黄曲霉毒素 B ₂	Y=-45442.4+177495X R ² =0.9908
3	黄曲霉毒素 G ₁	Y=11620.2+174497X R ² =0.9998
4	黄曲霉毒素 G ₂	Y=20504.8+176955X R ² =0.9944

8 检测规则

8.1 批次与取样

8.1.1 批次

以同一生产期限内同一生产单位生产的同一产品为同一批次, 每一检验批次质量要求见表7。

表 7 最大检验批和样品最小质量

最大检验批次质量 (kg)	样品最小质量 (g)		
	取样量	含量分析	其他项目分析
≤2000	≥500	≥100	≥300

8.1.2 取样

按《中华人民共和国药典》(2015年版) 四部通则0211药材和饮片取样法执行。

8.2 检验项目

本文件第5章、第6章规定的所有指标。

8.3 判定规则

全部指标合格，判定为合格。指标中水分可以多次复检，其他指标不符合要求时允许进行一次复检，经复检有任一指标不符合要求的直接判定为不合格。

9 标签、包装、储藏

9.1 标签

产品包装储运标签应符合GB/T 191要求，在每件包装上，必须注明产品名称、产地、规格、采收时间及采收人、加工时间及加工人、批号、数量、仓储负责人、日期、生产企业、地址等内容。标签要醒目、整齐，字迹应清晰、完整、准确（大麻药材包装标签样式见附录B）。

9.2 包装

9.2.1 产品包装应选择无毒、无害、安全、符合国家卫生要求的材料包装。

9.2.2 产品包装应符合SB/T 11182相关规定，应符合牢固、整洁、防潮、美观的要求。

9.3 储藏

9.3.1 仓库要求：清洁无异味，远离有毒、有异味、有污染的物品；通风、干燥、避光、配有除湿装置，并具有防虫、鼠、畜禽的措施。

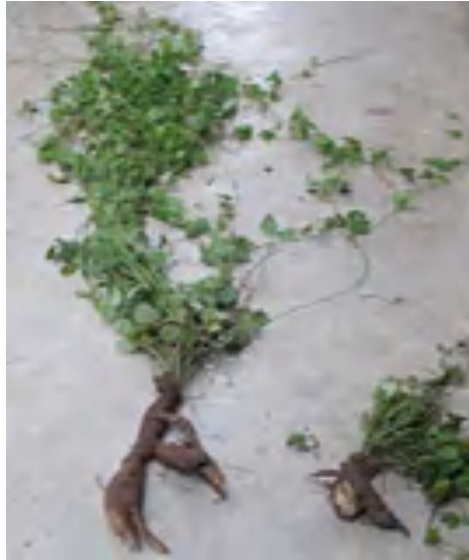
9.3.2 应专人管理，每隔15天检查一次，必要时应进行再次干燥。

9.3.3 贮藏管理应符合SB/T 11094、T/CATCM 004的规定。

附录 A
(资料性)
丽江镰扁豆植株和大麻药药材 实物图片

A.1 丽江镰扁豆植株

丽江镰扁豆植株见图 A. 1。



图A. 1 丽江镰扁豆植株

A.2 大麻药药材

大麻药药材见图 A. 2。



图 A. 2 大麻药药材

A.3 大麻药药材（饮片）

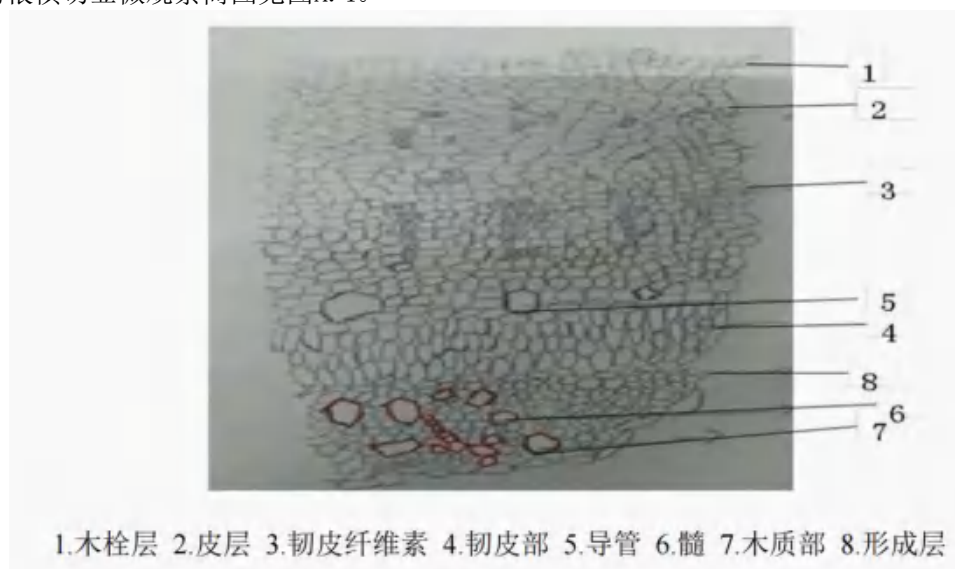
大麻药药材（饮片）见图 A. 3。



图A. 3 大麻药药材（饮片）

A.4 大麻药根横切显微观察简图

大麻药根横切显微观察简图见图A. 4。



图A. 4 大麻药根横切显微观察简图

A.5 大麻药粉末显微观察图

大麻药粉末显微观察图见图A. 5。

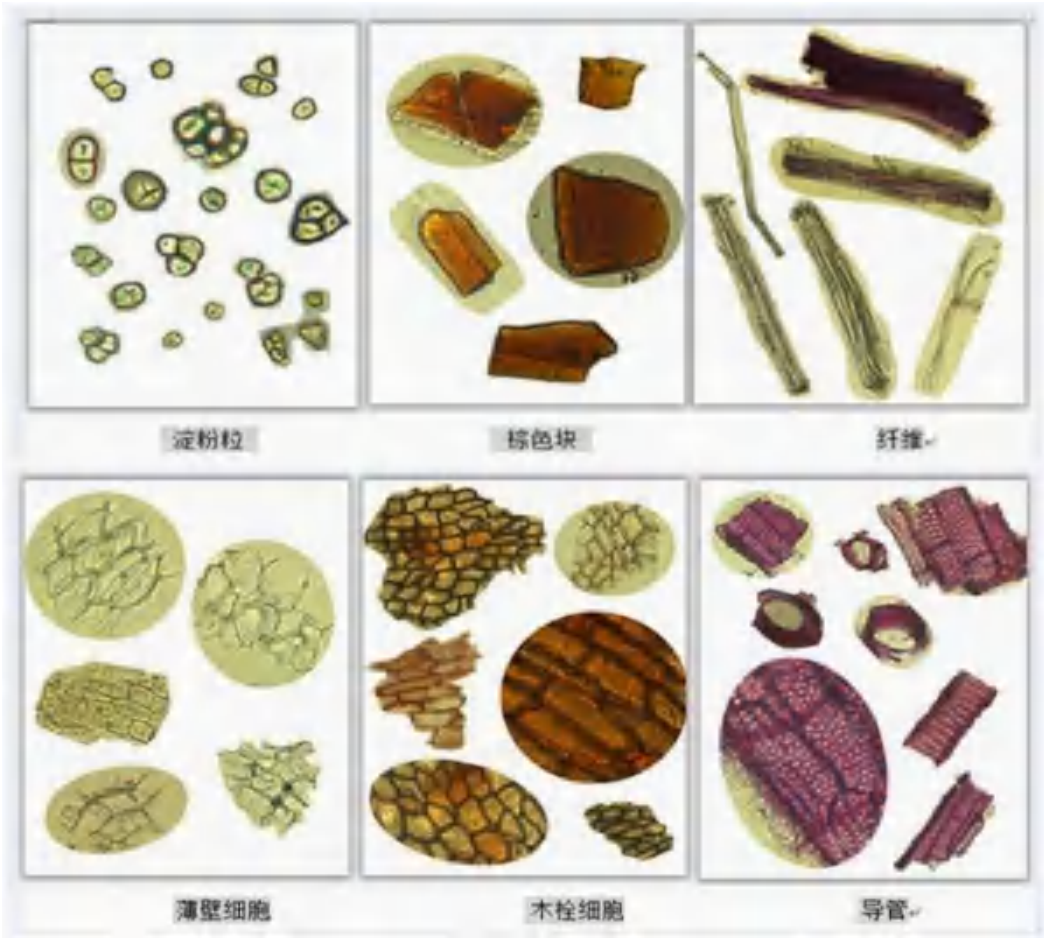


图 A. 5 大麻药粉末显微观察图

附录 B
(资料性)
大麻药材包装标签

B.1 大麻药材包装标签

大麻药材包装标签见表 B. 1。

表 B. 1 大麻药材包装标签

产品名称			
产地			
规格			
采收时间		采收人	
批号		数量	
加工时间		加工人	
批号		数量	
仓储负责人		日期	
生产企业		地址	