



团体标准

T/HTCMA 068—2022

地黄中水苏糖的生产工艺技术规范

Technical regulation of extraction technology of Fructus solanum from Dihuang

2022-11-01 发布

2023-01-01 实施

河南省中药材协会发布

目 次

前 言	I
引 言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语与定义	1
4 历史沿革	2
5 生产工艺	2
6 主要设备及要求	3
7 地黄原料要求	4
8 水苏糖质量要求和质量检验	4
9 包装、贮藏和运输	6

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》、国家标准化管理委员会、民政部的《团体标准管理规定》、河南省中药材协会的《团体标准管理办法（试行）》及其它团体标准管理的规定起草。

本文件的全部技术内容为推荐性。

本文件由河南省农业科学院芝麻研究中心、颍河（焦作）中药生物工程有限责任公司提出。

本文件由河南省中药材协会、河南省农学会中药材专业委员会归口。

本文件由河南省农业科学院芝麻研究中心、颍河（焦作）中药生物工程有限责任公司起草。

本文件起草人员：梁慧珍、李海利、余永亮、杨红旗、杨青、谭政委、李春明、鲁丹丹、安素妨、董薇、李磊、许兰杰、张收良。

本文件知识产权属于河南省农业科学院芝麻研究中心，负责解释并组织实施。

引 言

水苏糖是天然存在的一种四糖，属于棉子糖属半乳糖苷类非还原性功能低聚糖。存在于 46 个科的 165 种植物中，如所有的唇形科植物、所有的豆科植物，玄参科的地黄、中药泽兰等中都含有水苏糖。水苏糖在人类的生命延续中起着重要作用。他能显著促进双歧杆菌增殖，是功能性食品市场非常常用的一种原料。

水苏糖具有良好的热稳定性、保湿型和吸湿性，易溶于水，渗透压接近于蔗糖。

本文件所列生产技术规范适用于地黄中水苏糖的提取、生产，其他品种中水苏糖的生产亦可进行参考。

地黄中水苏糖的提取工艺技术规范

1 范围

本文件规定了地黄中水苏糖的提取工艺技术规范的范围、规范性引用文件、术语与定义、历史沿革、生产工艺、主要设备及要求、地黄原料要求、水苏糖质量要求和质量检验、包装、贮藏和运输。

本文件适用于地黄中及其他天然植物中水苏糖的提取、制备加工技术。

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（包括所有修改单）适用于本文件。

GB/T 191 包装储运图示标志

GB/T 5009.4 食品安全国家标准食品中灰分的测定

GB/T 5009.11 食品安全国家标准食品中总砷及无机砷的测定

GB/T 5009.12 食品安全国家标准食品中铅的测定

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

SB/T 11182 中药材包装技术规范

QB/T 4260 水苏糖

《中华人民共和国药典》一部

3 术语与定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1 道地药材

道地药材是优质药材的专用名词，是指历史悠久、品种优良、产量较大、加工炮制规范、疗效突出，带有明显地域特点的中药材。

3.2 地黄

地黄为玄参科多年生草本植物，始载于《神农本草经》，列为上品，是常用的补益中药之一。依种植及加工炮制方法不同分为怀地黄、鲜地黄、生地黄和熟地黄。

3.3 怀地黄

按规范技术种植、采收的玄参科地黄属植物地黄根及其初加工产品鲜怀地黄、生怀地黄。产于焦作市温县、博爱、孟县、沁阳、武陟（旧时怀庆府）一带的地黄。

3.4 鲜怀地黄

采挖后除去芦头须根及泥沙的怀地黄块根。

3.5 生怀地黄

将鲜怀地黄缓缓烘或焙至约8成干的怀地黄产品。

3.6 水苏糖

水苏糖是天然存在的一种四糖，属于棉子糖属半乳糖苷类非还原性功能低聚糖。经加工提取、制备和精制而成的粉末状产品，其主要成分为由蔗糖的葡萄糖基一侧以 α -1, 6糖苷键结合了两个 α -半乳糖构成的四糖。他能显著促进双歧杆菌增殖，是功能性食品市场非常常用的一种原料。

4 历史沿革

怀地黄品种众多，分布广泛，主产于河南、内蒙古、河北、东北等地。但其在古怀庆府（现位于今河南焦作）一带的栽培历史最长，为地道产区，系著名四大怀药之一。

5 生产工艺

5.1 原料精选

应对原料进行挑选，剔除霉变、虫害和杂质。

5.2 浸泡

用纯化水浸泡不应低于24 h，确保充分吸收水分。水质应符合GB/T 6682—2016的要求。

5.3 榨汁

将浸泡好的地黄，用榨汁机进行榨汁，将汁液收集进行后续处理，地黄渣收集后弃去。

5.4 除渣过滤

将所榨的汁液进行过滤，过滤用60目不锈钢筛网，除去汁液中的细小残留药渣。过滤后的汁液转移到不锈钢加热罐内。

5.5 加热

将汁液加热到80℃以上，保温30 min，然后降温至室温，放置24 h。

5.6 沉降分离

抽取加热灭菌过后的药液至储罐内，弃去地黄渣和沉淀物。

5.7 脱色

按照药液量的0.2%的量加入活性炭进行脱色。活性炭加入后，充分搅拌均匀，然后静置8 h以上，进行脱色。

5.8 浓缩

将脱色后的药液分次打入浓缩器内进行浓缩，每次抽取药液至浓缩罐的2/3位置，开启真空泵，冷却水系统，浓缩时保持加热温度不超过75℃，真空表压力在-0.08 MPa及以上，冷却水出口温度不超过40℃。待药液浓缩到少于浓缩罐容量的1/3量时，应补充抽取药液继续进行浓缩，直至本批次药液全部抽取完毕。对浓缩后的浸膏进行浓度监控，并用密度计进行测量，相对密度在1.15~1.20之间（60℃测量），得到地黄浸膏。

5.9 喷雾干燥

喷雾前，确保浸膏温度在60℃以上，并经过100目筛网过滤。控制浸膏流速为200L~300L/h，进风温度130℃~150℃，出风温度90℃~110℃。将浸膏喷成干燥粉末。

5.10 内包外包

用食品级透明内膜袋进行内包，内包过程中，工人应带乳胶手套，并穿戴洁净服，封口严密。内包结束后进行装瓦楞纸箱或装纸板桶。

6 主要设备及要求

6.1 主要设备

清洗设备、不锈钢浸泡池、榨汁机、不锈钢过滤筛、药液储罐、加热罐、真空泵、真空浓缩器、喷雾干燥器、过滤器、分装机等。

6.2 设备要求

所有的设备以及管道，与物料直接接触的部分，应采用不锈钢或其他非铁质材质，以保证产品质量。仪器设备、仪表应定期检测、检定，并在有效期内使用。

7 地黄原料要求

7.1 地黄质量要求

地黄应符合《中华人民共和国药典》一部的要求。

7.2 地黄贮存要求

应保存在竹篾筐、木条筐或食品级塑料筐内，存放于干燥、阴凉、防鼠、防虫的库房内，离地离墙不低于20 cm，库房温度应控制在30℃以下，湿度应控制75%以下。

8 水苏糖质量要求和质量检验

8.1 质量要求

8.1.1 感官要求

白色或淡黄色粉末，甜味温和，纯正、无异味、无正常视力可见杂质。

8.1.2 理化指标

理化指标应符合 QB/T 4260 的要求。溶解度应达到 98%。灰分、总砷、无机砷和铅的指标应符合 GB/T 5009.4—2010、GB/T 5009.11—2014 和 GB/T 5009.12—2010 的要求。

8.1.3 质量检验

采用高效液相色谱法，按产品标准对成品进行抽样检验，合格后出具产品报告。

8.2 仪器

高效液相色谱仪(配有示差折光检测仪和柱恒温系统)、真空抽滤装置、超声波清洗器、0.45 μm有机相微孔膜和分析天平。

8.3 试剂

重蒸馏水或超纯水；乙腈（色谱纯）；50%乙腈水溶液：取乙腈水溶液50 mL，加水50 mL，混匀；水苏糖标准品:纯度≥98.5%；标准贮备液(40mg/mL)：称取0.2030 g水苏糖标准品，用50%(体积分数)乙腈水溶液溶解并定容至5 mL。

8.4 高效液相色谱条件

流动相：70%（体积分数）乙腈水溶液；色谱柱：氨基键合柱，4.6 mm×250 mm 5 μm；柱温：40℃；流速：1.0 mL/min；检测器温度为40℃；进样体积10 μL。

8.5 分析步骤

8.5.1 标液的配制 分别吸取 100 μL、200 μL、250 μL、300 μL 和 400 μL 标准贮备液，依顺序加入 900 μL、800 μL、750 μL、700 μL 和 600 μL 50%乙腈水溶液，分别配制成 4 mg/mL、8 mg/mL、10 mg/mL、12 mg/mL 和 16 mg/mL 的标准使用液，用 0.45 μm 的有机微孔滤膜过滤，滤液备用。

8.5.2 试样的制备 称取糖粉样品 1g，精确至 0.0001g，用乙腈水溶液溶解并定容至 100mL。用 0.45μm 的有机微孔滤膜过滤，滤液备用。

8.5.3 标准曲线绘制 将水苏糖标准液依次进样，测定其响应值，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制标准曲线，线性相关系数大于 0.99。

8.5.4 试样溶液水苏糖含量测定 将制备好的样品进样，根据标准品的保留时间定性样品中水苏糖的色谱峰，根据样品的峰面积，以外标法计算样品中水苏糖的浓度 c。

8.5.5 水苏糖含量计算 样品中水苏糖含量，按下列公式计算。

$$X = \frac{c \times 100}{m \times (100 - w)} \times 100$$

式中：

X—样品中水苏糖含量(以质量分数计)，%；

c—样品测定结果，单位为毫克每毫升 (mg/mL)；

m—所称样品的质量，单位为毫克(mg)；

w—样品水分(以质量分数计)，%。

计算结果保留一位小数。

9 包装、贮藏和运输

9.1 包装

包装材料应符合GB/T 191和SB/T 11182的要求，产品内包装材料为食品级聚乙烯透明塑料袋，外包装为瓦楞纸箱或纸板桶。

9.2 贮藏

产品应贮存在清洁、阴凉、干燥、通风、有防潮、防尘、防鼠、防蝇虫措施的仓库内。不得与有毒、有害、有腐蚀性、易挥发或有异味的物品同库贮存。周围环境无毒、无害、无异味、无污染。产品应离开地面、墙面堆放，距离应大于20 cm，码垛高度应以提取方便，不压坏为宜。

9.3 运输

运输工具或容器应具有较好的通气性，运输过程中应防止日晒、雨淋、受潮、发热。同时不与其他有毒、有害药材混装。