

ICS 号
中国标准文献分类号

文山三七产业联盟团体标准

T/SIAW XXX - 2021

趁鲜清洗三七粉质量标准

Quality standard of *notoginseng* power with fresh cleaning process

2021 -XX-XX 发布

2021 -XX-XX 实施

文山三七产业联盟 发布

目 次

前 言..... I

1 范围..... 1

2 规范性引用文件..... 1

3 术语和定义..... 1

4 要求..... 1

5 试验方法..... 4

6 检验规则..... 5

7 标志、包装、运输和贮存..... 5

附录 A（规范性附录）三七粉鉴别方法..... 7

附录 B（规范性附录）三七总皂苷含量测定方法..... 9

前 言

本标准按照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。

本标准由云南天士力三七药业有限公司提出。

本标准由文山三七产业联盟归口。

本标准起草单位：云南天士力三七药业有限公司、天士力医药集团股份有限公司、创新中药关键技术国家重点实验室、天津大学、中国标准化研究院、浙江理工大学、文山市华信三七科技有限公司、云南刘源生三七药业有限公司、云南美康中药饮片有限公司、文山三七数字本草检验中心有限公司。

本标准主要起草人：朱永宏、韦美牂、高文远、闫凯境、边红彪、梁宗锁、章顺楠、张学敏、周水平、高明海、陈霞、汪洋、何毅、杨悦武、陆文亮、徐铁、孙艳、韩民、郑建芬、白晓丽、孙巍、郭卫华、李叶丽、张雪松、毛腊梅、张磊、刘朋。

趁鲜清洗三七粉质量标准

1 范围

本标准规定了趁鲜清洗三七粉的原料要求、工艺要求、质量要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于鲜三七经清洗、修剪、干燥、取三七主根粉碎等工艺制成的产品。

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 5749 生活用水标准

DG 5326 文山州三七种植技术规程

《中华人民共和国药典》

3 术语和定义

3.1

三七 notoginseng

种植三年以上的五加科植物三七*Panax notoginseng* (Burk.) F. H. Chen的干燥根和根茎。

3.2

趁鲜清洗三七粉 notoginseng power with fresh cleaning process

鲜三七趁鲜清洗、修剪、干燥后的三七主根经粉碎后的加工炮制品。

3.3

主根 main root

三七地下部位的主根。

3.4

根茎 rhizome

习称“剪口”，三七主根和茎干连接的部位。

3.5

支根 branch root

习称“筋条”，三七主根上的侧根。

4 要求

4.1 原料要求

本品原料为按照DG5326规程种植三年以上五加科植物三七*Panax notoginseng* (Burk.) F. H. Chen的干燥主根。

4.2 采收与加工

种植三年以上的三七于秋季采挖，拣除受病虫害侵害的三七及杂质，趁鲜整株清洗，除去支根及根茎，三七主根低温干燥（不超过60℃），真空包装。加工用水质量应符合GB5749规定，干燥三七主根应符合《中华人民共和国药典》“三七”的规定。

4.3 炮制

取干燥三七主根，粉碎，即得。

4.4 感官指标

本品感官要求应符合表1规定。

表1 感官要求

项目	指标
色泽	灰黄色粉末
滋味、气味	气微，味苦回甜
性状	粉质细腻
杂质	无肉眼可见的外来物质

4.5 鉴别

4.5.1 显微鉴别

本品粉末灰黄色。淀粉粒甚多，单粒圆形、半圆形或圆多角形，直径4~30μm；复粒由2~10余分粒组成。树脂道碎片含黄色分泌物。梯纹导管、网纹导管及螺纹导管直径15~55μm。草酸钙簇晶少见，直径50~80μm。

4.5.2 薄层鉴别

供试品的薄层色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，应呈现相同颜色的斑点；置紫外光灯（365nm）下检视，应呈现相同的荧光斑点。

4.5.3 高效液相色谱特征图谱鉴别

供试品高效液相色谱图中，应呈现与对照品色谱峰保留时间一致的三七皂苷R₁、人参皂苷Rg₁、人参皂苷Re、人参皂苷Rb₁、人参皂苷Rd 5个主要色谱峰，其中人参皂苷Rg₁和人参皂苷Rb₁是峰面积最大的两个色谱峰。

4.6 理化指标

本品理化指标应符合表2规定。

表2 理化指标

项目	指标
----	----

总皂苷 (R _{g1} + R _{b1} + R ₁ , %)	≥	6.0
水分 (%)	≤	9.0
总灰分 (%)	≤	5.0
酸不溶性灰分 (%)	≤	2.0
醇溶性浸出物 (%)	≥	16.0
粒度 (粒径小于75μm的颗粒, %)	≥	95
注: R _{g1} (C ₄₂ H ₇₂ O ₁₄) 和R _{b1} (C ₅₄ H ₉₂ O ₂₃) 为人参皂苷, R ₁ (C ₄₇ H ₈₀ O ₁₈) 为三七皂苷		

4.7 卫生指标

4.7.1 重金属限量指标

本品重金属限量指标应符合表3规定。

表3 重金属限量指标

项目	指标
铅 (以Pb计, mg/kg)	≤ 1.0
镉 (以Cd计, mg/kg)	≤ 0.5
砷 (以As计, mg/kg)	≤ 2.0
汞 (以Hg计, mg/kg)	≤ 0.1
铜 (以Cu计, mg/kg)	≤ 10.0

4.7.2 农药限量指标

本品农药残留限量指标应符合《中华人民共和国药典》四部通则0212规定。

4.7.3 微生物限量指标

本品微生物限量指标应符合表4规定。

表4 微生物限量指标

项目	指标
需氧菌总数 (cfu/g)	≤ 10 ⁵
霉菌和酵母菌总数 (cfu/g)	≤ 10 ³
耐胆盐革兰阴性菌 (cfu/g)	≤ 10 ³
沙门氏菌 (/10g)	不得检出
大肠埃希菌 (/g)	不得检出
注: 规定的需氧菌总数、霉菌和酵母菌总数、耐胆盐革兰阴性菌标准解释如下: 10 ¹ cfu: 可接受的最大菌数为50; 10 ² cfu: 可接受的最大菌数为500; 10 ³ cfu: 可接受的最大菌数为5000; 以此类推。	

4.7.4 黄曲霉毒素限量指标

本品黄曲霉毒素限度指标应符合表5规定。

表5 黄曲霉毒素限量指标

项目	指标
黄曲霉毒素B ₁ (μg/kg)	≤ 5
黄曲霉毒素G ₁ 、G ₂ 、B ₁ 、B ₂ 的总和 (μg/kg)	≤ 10

4.7.5 二氧化硫限量指标

本品二氧化硫残留量不得过50mg/kg。

4.8 装量

除另有规定外，本品装量应符合《中华人民共和国药典》四部通则 0115 项下规定。

5 试验方法

5.1 感官指标

将被测样品打开包装，置于白色搪瓷盘中，在自然光线下，观察色泽、性状、杂质；品尝其滋味，嗅其气味。

5.2 鉴别方法

显微鉴别、薄层鉴别和高效液相色谱特征图谱鉴别分别按附录A规定的方法测定。

5.3 理化指标

5.3.1 总皂苷含量测定

总皂苷含量按附录B规定的方法测定。

5.3.2 水分测定

水分按《中华人民共和国药典》四部通则0832第二法规定的方法测定。

5.3.3 总灰分和酸不溶性灰分测定

总灰分和酸不溶性灰分按《中华人民共和国药典》四部通则2302规定的方法测定。

5.3.4 醇溶性浸出物测定

醇溶性浸出物按《中华人民共和国药典》四部通则2201规定的方法测定，用甲醇做溶剂。

5.3.5 粒度测定

粒度按《中华人民共和国药典》四部通则0982第二法规定的方法测定。

5.4 卫生指标

5.4.1 重金属含量测定

铅、镉、砷、汞、铜含量按《中华人民共和国药典》四部通则2321规定的方法测定。

5.4.2 农药残留量测定

农药残留量按《中华人民共和国药典》四部通则2341规定的方法测定。

5.4.3 微生物测定

微生物指标按《中华人民共和国药典》四部通则1105和1106规定的方法测定。

5.4.4 黄曲霉毒素含量测定

黄曲霉毒素含量按《中华人民共和国药典》四部通则2351规定的方法测定

5.4.5 二氧化硫残留量测定

二氧化硫残留量按《中华人民共和国药典》四部通则2331规定的方法测定。

5.5 装量

装量按《中华人民共和国药典》四部通则0942规定的方法测定。

6 检验规则

6.1 批次

以同一产地、同一连续生产周期生产的产品为一个批次。

6.2 抽样方法

试样的抽样方法按《中华人民共和国药典》四部通则0211药材和饮片取样法规定的方法执行。

6.3 检验分类

6.3.1 出厂检验

产品出厂前按本标准检验，检验项目包括感官指标、鉴别、理化指标和卫生指标。

6.3.2 型式检验

型式检验项目为要求中的全部内容，正常生产时每年进行一次，在下列情况之一时应进行。

- a) 新产品试制时；
- b) 原料来源、设备有变化时；
- c) 停产半年以上再恢复生产时；
- d) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时；
- e) 国家食品药品安全监督机构提出要求时。

6.4 判定规则

检验结果全部符合本标准要求时，判该批产品为合格；检验结果中如总皂苷及卫生指标出现不合格项时，判该批产品不合格，且不得复验；其他指标若有不合格项，可从原批产品中加倍抽样进行复验，以复验结果为准。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 标志

包装上应标注品名、产地、规格、净重、毛重、生产者、生产日期或批号、执行标准、贮存方法等信息。

7.2 包装

包装物应洁净、干燥、密封、防潮、无污染，符合国家有关卫生要求。

7.3 运输

不得与农药、化肥等其他有毒、有害物质和可能污染其品质的货物混装运输。运载容器应具有较好的通气性，以保持干燥，应防雨、防潮。堆放及装卸应轻拿、轻放，避免包装破损。

7.4 贮存

产品应在阴凉、干燥、通风、清洁、无鼠害、无污染的条件下贮存。

附录 A
(规范性附录)
三七粉鉴别方法

A. 1 仪器与试剂

A. 1. 1 仪器

显微镜、三用紫外分析仪、水浴锅、高效液相色谱仪。

A. 1. 2 试剂

显微鉴别、薄层鉴别用水合氯醛、正丁醇、甲醇、三氯甲烷、乙酸乙酯、硫酸均为分析纯。

高效液相色谱特征图谱鉴别用甲醇、乙腈为色谱纯，水为二纯水。

三七皂苷 R_1 对照品、人参皂苷 R_{g1} 对照品、人参皂苷 R_e 对照品、人参皂苷 R_{b1} 对照品及人参皂苷 R_d 对照品购自中国食品药品检定研究院。

A. 2 检测方法

A. 2. 1 显微鉴别

本品粉末灰黄色。将粉末过四或五号筛，挑取少许置载玻片上，滴加水合氯醛试液，盖上盖玻片。必要时，按上法加热透化，置显微镜下观察。

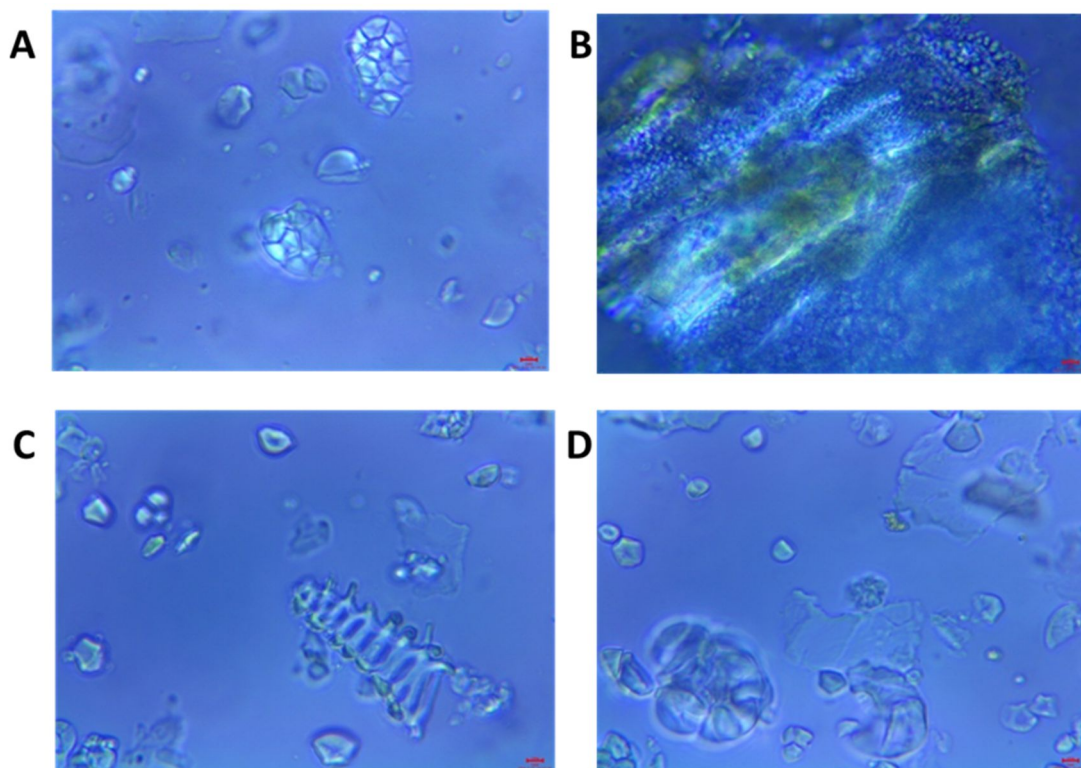


图 A. 1 三七粉显微特征图

A: 淀粉粒, B: 树脂道, C: 螺纹导管, D: 草酸钙簇晶

A. 2. 2 薄层鉴别

取本品粉末 0.5g，加水 5 滴，搅匀，再加以水饱和的正丁醇 5ml，密塞，振摇 10 分钟，放置 2 小时，离心，取上清液，加 3 倍量以正丁醇饱和的水，摇匀，放置使分层（必要时离心），取正丁醇层，蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取人参皂苷 Rb_1 对照品、人参皂苷 Re 对照品、人参皂苷 Rg_1 对照品及三七皂苷 R_1 对照品，加甲醇制成每 1ml 各含 0.5mg 的混合溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（《中华人民共和国药典》四部通则 0502）试验，吸取上述两种溶液各 1 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水（15: 40: 22: 10）10℃以下放置的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以硫酸溶液（1→10），在 105℃加热至斑点显色清晰。

A. 2. 3 高效液相色谱特征图谱鉴别

照【三七总皂苷含量测定】项下的色谱条件试验，分别精密吸取【三七总皂苷含量测定】项下对照品溶液与供试品溶液各 10 μ l，注入高效液相色谱仪，测定，即得。

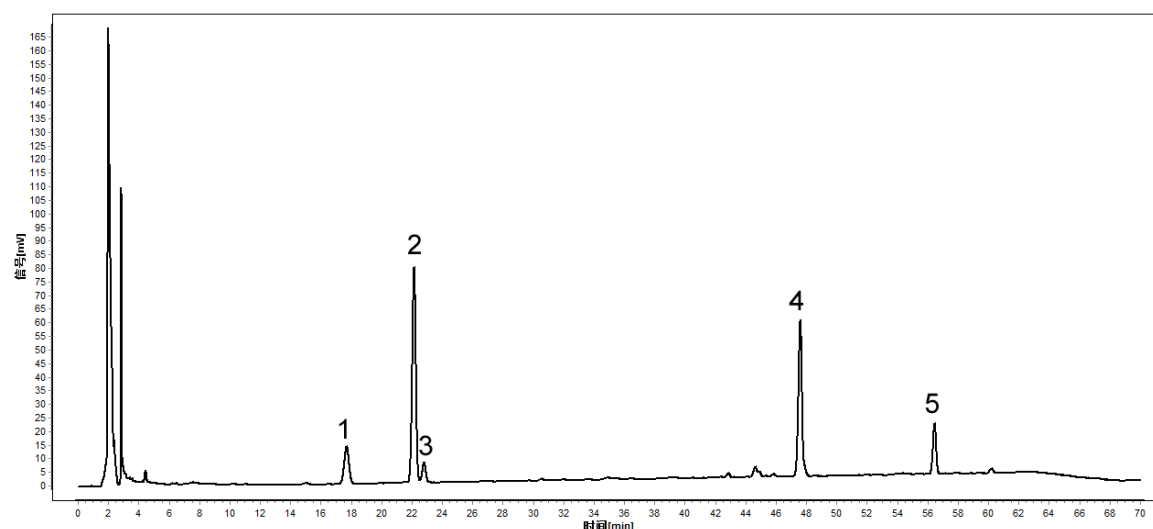


图 A.2 三七粉高效液相色谱特征谱图

峰 1: 三七皂苷 R_1 峰 2: 人参皂苷 Rg_1 峰 3: 人参皂苷 Re
峰 4: 人参皂苷 Rb_1 峰 5: 人参皂苷 Rd

附录 B
(规范性)
三七总皂苷含量测定方法

B.1 仪器与试剂**B.1.1 仪器**

电子天平、水浴锅、高效液相色谱仪。

B.1.2 试剂

甲醇、乙腈为色谱纯，水为二纯水。

三七皂苷 R_1 对照品、人参皂苷 R_{g1} 对照品、人参皂苷 R_e 对照品、人参皂苷 R_{b1} 对照品及人参皂苷 R_d 对照品购自中国食品药品检定研究院。

B.2 检测方法**B.2.1 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；以乙腈为流动相 A，以水为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；柱温：30℃，流速 1.0ml/min，检测波长为 203nm。理论板数按三七皂苷 R_1 峰计算应不低于 4000。

表 B.1 色谱条件

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~12	19	81
12~60	19→36	81→64
60~65	36→19	64→81
65~70	19	81

B.2.2 对照品溶液的制备

精密称取人参皂苷 R_{g1} 对照品、人参皂苷 R_{b1} 对照品、三七皂苷 R_1 对照品、人参皂苷 R_e 对照品以及人参皂苷 R_d 对照品适量（天平：十万分之一，称样量不得低于 5.0mg），加甲醇制成每 1ml 含人参皂苷 R_{g1} 0.4mg、人参皂苷 R_{b1} 0.4mg、三七皂苷 R_1 0.1mg、人参皂苷 R_e 0.1mg、人参皂苷 R_d 0.1mg 的混合溶液，即得。

B.2.3 供试品溶液的制备

取本品粉末 0.6g，精密称定，精密加入甲醇 50ml，称定重量，放置过夜，置 80℃水浴上保持微沸 2 小时，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，用 0.45μm 有机滤膜滤过，取续滤液于进样瓶中，即得。

B.2.4 测定法

分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10 μ l，注入高效液相色谱仪，测定，即得。

B.3 三七总皂苷含量计算公式

人参皂苷 R_{g1} ($C_{42}H_{72}O_{14}$)、人参皂苷 R_{b1} ($C_{54}H_{92}O_{23}$) 及三七皂苷 R_1 ($C_{47}H_{80}O_{18}$) 的含量分别按以下公式计算，三七总皂苷含量为人参皂苷 R_{g1} 含量、人参皂苷 R_{b1} 含量和三七皂苷 R_1 含量之和。

$$\text{人参皂苷 } R_{g1} \text{ 含量 (\%)} = \frac{\text{供试品峰面积} \times \text{对照品浓度 (mg/ml)}}{\text{对照品峰面积} \times \text{样品浓度 (g/ml)} \times (1 - \text{水分\%}) \times 1000(\text{mg/g})} \times 100\%$$

$$\text{人参皂苷 } R_{b1} \text{ 含量 (\%)} = \frac{\text{供试品峰面积} \times \text{对照品浓度 (mg/ml)}}{\text{对照品峰面积} \times \text{样品浓度 (g/ml)} \times (1 - \text{水分\%}) \times 1000(\text{mg/g})} \times 100\%$$

$$\text{三七皂苷 } R_1 \text{ 含量 (\%)} = \frac{\text{供试品峰面积} \times \text{对照品浓度 (mg/ml)}}{\text{对照品峰面积} \times \text{样品浓度 (g/ml)} \times (1 - \text{水分\%}) \times 1000(\text{mg/g})} \times 100\%$$