

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

三七叶饮片质量标准

Quality specification of notoginseng leaf decoction pieces

2021 -XX-XX 发布

2021 -XX-XX 实

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 3

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）薄层色谱鉴别方法..... 7

附录 B（规范性附录）人参皂苷 Rb₃ 含量测定方法 8

前 言

本文件按照GB/T1.1-2020《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。

本文件由云南天士力三七药业有限公司提出。

本文件由文山三七产业联盟归口。

本文件起草单位：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、中国标准化研究院、天津大学、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。

本文件主要起草人：朱永宏、韦美牂、高文远、梁宗锁、闫凯境、边红彪、章顺楠、张学敏、周水平、高明海、陈霞、汪洋、何毅、杨悦武、陆文亮、韩民、郑建芬、白晓丽、李瑞明、罗学军、孙巍、李叶丽、张雪松、毛腊梅、刘朋。

三七叶饮片质量标准

1 范围

本文件规定了三七叶的原料要求、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。

本文件适用于用作中药饮片的三七叶的质量控制和检验。

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。

DB53/T 055.5 三七茎叶质量标准

DB53/T 055.13 三七茎叶产地加工规程

《广西中药材标准》1990年版

《上海市中药饮片炮制规范》2018年版

《重庆市中药饮片炮制规范及标准》2006年版

《中华人民共和国药典》

3 术语和定义

3.1

三七茎叶 notoginseng stem and leaf

生长二年及二年以上五加科植物三七*Panax notoginseng* (Burk.) F. H. Chen的地上茎及掌状复叶的总称。

3.2

三七叶饮片 notoginseng leaf decoction pieces

以三七茎叶为原料炮制而成的药用饮片。

4 要求

4.1 原料要求

三七叶饮片原料为生长二年及二年以上五加科植物三七的地上茎叶部位，应无霉变、无虫蛀。

采收后的三七新鲜茎叶按照DB53/T 055.13规定的加工规程，经拣选，扎把，清洗，干燥，制得三七茎叶，质量标准应符合DB53/T 055.5的规定。

4.2 炮制

取三七茎叶，除去杂质及部分茎，保留不大于10cm的茎，再切制成10-15cm的段。

4.3 感官指标

三七叶饮片感官指标应符合表 1 规定。

表 1 感官指标

项 目	指 标
色泽	黄绿色
滋味、气味	味苦回甘，气微
性状	本品呈 10~15cm 长不规则的段。叶片多已皱缩卷曲、破碎，偶带有少量茎，完整者展开后呈掌状复叶，由小叶 3~7 枚组成，带有叶柄，总叶柄长 5~10cm，具纵棱。小叶片呈长圆状倒卵形或椭圆形，长 3~12cm，宽 1.5~4cm，中央数片较大，两侧 2 片较小，顶端长尖，基部圆形或偏斜，边缘有锯齿，齿端或两齿之间有刺状毛，两面沿叶脉有小刺状毛。质脆易碎
杂质	无正常视力可见的外来杂质

4.4 鉴别

4.4.1 显微鉴别

三七叶饮片粉末黄绿色。上下表皮细胞壁深弯曲，气孔不等式。梯纹、螺纹及网纹导管直径10~15μm。树脂道碎片易见，含黄色分泌物。

4.4.2 理化鉴别

三七叶饮片供试品水溶液振摇后产生泡沫为液体量的1/3以上，静置10分钟，不完全消失。

4.4.3 薄层色谱鉴别

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。

4.5 理化指标

三七叶饮片理化指标应符合表2规定。

表2 理化指标

项 目	指 标
水分 (%)	≤13.0
总灰分 (%)	≤9.0
醇溶性浸出物 (%)	≥13.0
人参皂苷Rb ₃ (%)	≥1.0

4.6 卫生指标

4.6.1 重金属限量指标

三七叶饮片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)	≤5.0
镉 (以Cd计, mg/kg)	≤1.0
砷 (以As计, mg/kg)	≤2.0
汞 (以Hg计, mg/kg)	≤0.2
铜 (以Cu计, mg/kg)	≤20

4.6.2 农药限量指标

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。

4.6.3 二氧化硫限量指标

二氧化硫残留量不得过150mg/kg。

5 试验方法

5.1 感官指标

取适量样品置于洁净的白色搪瓷盘中，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

5.2.1 显微鉴别

照《中华人民共和国药典》四部通则 2001 显微鉴别法测定，取少量三七叶粉末(过五

号筛) 于载玻片上, 滴加 2~3 滴水合氯醛试液, 用酒精灯内焰加热透化, 重复滴加几次试液使粉末充分透化。再滴加几滴水合氯醛试液, 盖上盖玻片, 滤纸擦去盖玻片以外的残液, 再置于显微镜下观察。

5.2.2 理化鉴别

取三七叶饮片粉末1g, 加水10ml, 温浸30分钟(或冷浸振摇1小时), 滤过, 取滤液5ml 置具塞试管中, 用力振摇10分钟, 静置10分钟, 肉眼观察泡沫产生量。

5.2.3 薄层色谱鉴别

薄层色谱鉴别按附录 A 规定的方法测定。

5.3 理化指标

5.3.1 水分含量测定

水分含量按《中华人民共和国药典》四部通则0832第二法规定的方法测定。

5.3.2 总灰分测定

总灰分按《中华人民共和国药典》四部通则2302规定的方法测定。

5.3.3 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。

5.3.4 人参皂苷Rb₃含量测定

人参皂苷Rb₃含量按附录B规定的方法测定。

5.4 卫生指标

5.4.1 重金属含量测定

铅、铬、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 二氧化硫残留测定

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。

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

产品出厂前按本文件检验，检验项目包括感官指标、鉴别、理化各项指标和卫生指标。

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文件要求时，判该批产品为合格；检验结果中如人参皂苷 Rb_3 含量和卫生指标出现不合格项时，判该批产品不合格，且不准许复验；其他指标若有不合格项，可从原批产品中加倍抽样进行复检，以复检结果为准。

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、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、防污染。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，货架与墙壁的距离不得少于 1m，离地面距离不得少于 20cm，必要时应定期进行翻晒。

附录 A

（规范性）

薄层色谱鉴别方法

A.1 供试品溶液的制备

取三七叶饮片粉末 2g，置索氏提取器中，加甲醇 40ml，加热提取 1 小时，滤过。甲醇液回收至近干，加水 10ml 溶解提取物后移至分液漏斗中，用石油醚分 3 次萃取，每次 5ml，石油醚弃去。水层再用乙酸乙酯萃取 3 次，每次 5ml，乙酸乙酯层弃去。水层用正丁醇萃取 3 次，每次 10ml，水层弃去。正丁醇液置蒸发皿中挥干，残渣用甲醇 2ml 溶解作为供试品溶液。

A.2 对照品溶液的制备

取人参皂苷 Rb₁ 对照品，加甲醇制成每 1ml 含 2.5mg 作为对照品溶液。

A.3 展开剂

三氯甲烷-甲醇-水（13：7：2）为展开剂。

A.4 薄层色谱鉴别

照《中华人民共和国药典》四部通则 0502 薄层色谱法试验，吸取供试品溶液对照品溶液各 1 μ l，分别点样于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水（13：7：2，下层）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，于 105℃ 烘约 10 分钟，供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

附录 B

(规范性)

人参皂苷 Rb₃ 含量测定方法

B.1 仪器与试剂

B.1.1 仪器

电子天平、高效液相色谱仪、索氏提取器。

B.1.2 试剂

磷酸、乙腈为色谱纯，水为二纯水。

人参皂苷 Rb₃ 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

照高效液相色谱法（通则 0512）测定。以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈为流动相 A，以 0.2%磷酸溶液为流动相 B，按下表进行梯度洗脱（根据需要可以适当调节）；检测波长 203nm。理论板数按人参皂苷 Rb₃ 峰计算应不低于 6000。

表 B.1 色谱条件

时间（分钟）	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0~19	30→35	70→65
19~21	35→50	65→50
21~26	50	50

B.2.2 对照品溶液的制备

取人参皂苷 Rb₃ 对照品适量，精密称定，加乙醇制成每 1ml 含 0.5mg 的溶液，即得。

B.2.3 供试品溶液的制备

取三七叶饮片粉碎，取 0.2g，精密称定，置索氏提取器中，加甲醇 40ml，加热回流 3h，提取液挥干，加水 10ml 使溶解，加石油醚（30-60℃）萃取 3 次，每次 10ml，弃去醚液，水层加水饱和正丁醇萃取 3 次，每次 10ml，收集正丁醇层，水层弃去。正丁醇液水浴蒸干，残渣加甲醇溶解并定量转移至 10ml 量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，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 10ul，注入液相色谱仪，测定，即得。

B.3 人参皂苷含量计算公式

$$\text{人参皂苷 Rb}_3 \text{ 含量 (\%)} = \frac{\text{供试品峰面积} \times \text{对照品浓度 (mg/ml)}}{\text{对照品峰面积} \times \text{样品浓度 (g/ml)} \times (1 - \text{水分\%}) \times 1000(\text{mg/g})} \times 100\%$$