

《三七叶饮片质量标准》编制说明

一、任务来源

本标准由云南天士力三七药业有限公司提出，文山三七产业联盟归口管理，计划制定时间为 2021 年 3 月至 2021 年 10 月。

二、目的和意义

三七，主产于云南文山州，为五加科人参属植物。《本草纲目拾遗》记载：人参补气第一，三七补血第一，味同而功亦等，故称人参三七，为中药之最珍贵者。三七的名贵众所周知，然而其主要开发利用的部位为其根和根茎，三七茎叶却常常被弃而不用。相对于多年生的三七根资源，三七茎叶资源的开发利用已成为三七研究的重要课题，三七茎叶潜在价值不容小觑。

经药理研究证实三七叶主要药理成分及作用与三七(根茎、主根、须根)药理作用相似。三七叶中的化学成分同样包含皂苷类、黄酮类、多糖及矿物质微量元素等成分，只是成分的品种及含量不同。以皂苷为例，三七叶中含有的皂苷主要是人参二醇类，其中 Rb₃ 含量较高，占总皂苷的 17.2%，也含有少量人参三醇类皂苷。因此，三七叶同样具有抗心肌缺血、抗心律失常、降血脂等作用。此外，还对神经系统有镇静与镇痛作用、对免疫系统具有免疫促进作用、对代谢系统具有延缓衰老作用。因镇静镇痛效果良好，从中提取的三七叶总皂苷开发的七叶神安系列产品，有益气安神，活血止血作用，用于心气不足，心血瘀阻所致的心悸、失眠、胸痛、胸闷。目前全国有大于 20 家企业生产七叶神安系列产品，年销售额预计在 4 亿左右。其他以三七叶为原料的相关产品还有田七花叶颗粒、七叶益心胶囊、七叶心康胶囊、七叶通脉胶囊等。同时，三七茎叶作为普通食品食用有着相当长的历史。2017 年，云南省卫生计生委正式批复同意将三七花、三七茎叶作为普通地方特色食品原料进行管理，并起草了三七花、三七茎叶食品安全地方标准，这才大大促进了三七茎叶产品的开发研制。

虽然三七叶具有显著的临床应用价值，但是却未被中国药典收录，这使得三七叶的药用价值不能被充分挖掘，基于三七叶的新药和新食品开发一直未能引起充分重视。文山三七的产量占到全国总产量的 95% 以上，三七茎叶理论产量

15000 吨以上，由于价值不高，每年上千吨的三七茎叶利用率甚至达不到 5%，严重阻碍了各企业对三七叶开发利用的激情与信心。

由于目前三七叶没有相应的饮片国家标准或行业标准，因此，研究和制定三七叶饮片质量团体标准，使其能够作为药用原料大规模进入中药领域，对于提升三七资源的综合开发利用、补充三七产业发展的标准化技术体系、促进云南生物医药和大健康产业发展具有重要意义。

三、 工作简况

1. 标准主要起草人任务分工

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。

表 1 标准起草人员及分工

序号	姓名	单位	项目分工
1	朱永宏	云南天士力三七药业有限公司	项目管理 组织策划
2	韦美膺	云南天士力三七药业有限公司	沟通协调 组织策划
3	高文远	天津大学	技术顾问
4	梁宗锁	浙江理工大学	技术顾问
5	闫凯境	天士力医药集团股份有限公司	资源协调
6	边红彪	中国标准化研究院	技术支持 资料撰写
7	章顺楠	天士力医药集团股份有限公司	技术支持
8	张学敏	天士力医药集团股份有限公司	技术支持
9	周水平	天士力医药集团股份有限公司	技术支持
10	高明海	文山市华信三七科技有限公司	技术支持
11	陈霞	云南刘源生三七药业有限公司	技术支持
12	汪洋	云南美康中药饮片有限公司	技术支持

13	何毅	天士力医药集团股份有限公司	技术研究
14	杨悦武	天士力医药集团股份有限公司	技术研究
15	陆文亮	数字本草检测科技有限公司	技术支持
16	韩民	天士力医药集团股份有限公司	技术研究 资料撰写
17	郑建芬	云南天士力三七药业有限公司	技术研究 资料撰写
18	白晓丽	天士力医药集团股份有限公司	技术研究 资料撰写
19	李瑞明	天士力医药集团股份有限公司	技术研究 资料撰写
20	罗学军	天士力医药集团股份有限公司	技术研究 资料撰写
21	孙巍	天士力医药集团股份有限公司	技术研究
22	李叶丽	文山市华信三七科技有限公司	技术研究
23	张雪松	云南刘源生三七药业有限公司	技术研究
24	毛腊梅	云南美康中药饮片有限公司	技术研究
25	刘朋	天士力医药集团股份有限公司	资源协调

2. 主要工作过程

表 2 标准制定过程

时间	工作内容	阶段成果
2020.05-2020.10	前期准备	联合不少于 5 家生产企业、 第三方检验机构及三七种植 企业，确定本标准编制工作 的整体框架和详细计划
2020.11-2021.02	技术研究	确定标准技术指标
2021.03-2021.05	立项	提交团体标准项目建议书和 标准草案，通过专家审评，

		发布立项公示
2021.06	起草	完成团体标准草案编制说明
2021.07-2021.08	征求意见	公开征求意见，形成团体标准送审稿、编制说明和征求意见汇总处理表
2021.09	审查	专家审查，形成函审结论，形成标准报批稿
2021.10	批准、发布	审查通过，发文或公告予以发布

四、 标准编制原则和确定标准主要内容的论据

1. 标准编制原则

标准起草小组通过企业调研、样品采集、资料查询、指标测定、数据分析等研究过程，按标准制定的科学性、合理性、实用性、可操作性的要求，起草编制了《三七叶饮片质量标准》团体标准（征求意见稿）。

2. 确定标准主要内容的论据

本文件规定了三七叶作为中药饮片的原料要求、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，适用于三七叶的质量控制和检验。

本文件的主要技术内容包括了三七叶质量控制的关键技术指标，主要有三七茎叶原料要求、炮制工艺、专属性鉴别方法、理化指标（标志性成分含量、水分、灰分、浸出物）、安全性指标（农药残留量、重金属含量、二氧化硫）等指标要求以及相应的检验方法。

本文件的技术内容结合长期的三七叶产地生产经验，既能满足云南地方标准对于三七叶的生产工艺要求，又可以满足中国药典对于中药饮片的质量要求，确保三七叶饮片的临床有效性和安全性。

2.1 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DB 53/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DB 53/T 055.5的规定。

2.2 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。

对 12 批三七茎叶中的人参皂苷 Rb₃ 和总皂苷进行检测，结果发现人参皂苷 Rb₃ 和总皂苷主要分布于叶部，分别占比 98.20%和 94.96%，在茎部仅少量存在，与文献报道一致。去掉一部分茎可以提高三七叶饮片质量。切制时保留不大于 10cm 的茎，相比去除全部茎更易操作，再切制成 10-15cm 的段，满足工业投产和医疗机构煎煮要求，同时利于通过形状检查对三七叶饮片作初步鉴定。

2.3 感官指标

三七叶饮片感官指标应符合表 3 规定。

表 3 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

2.4 鉴别

2.4.1 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。

3批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10~15 μm 。树脂道碎片易见，含黄色分泌物。见图1-图3。



图 1 20191101 批三七叶饮片显微鉴别结果

(从左至右依次为：表皮细胞、导管及树脂道碎片)

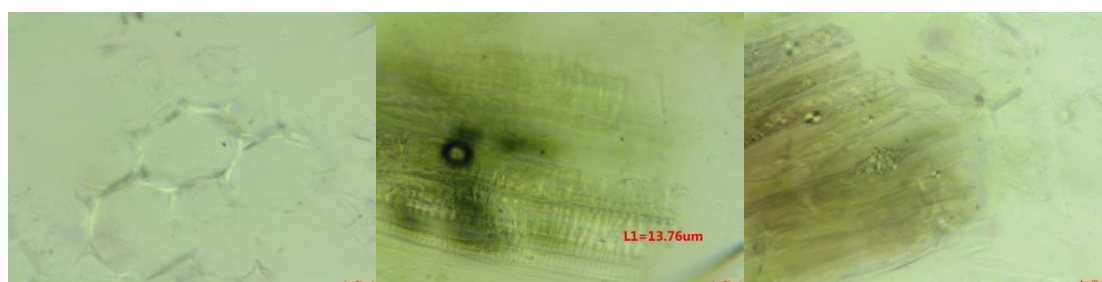


图 2 20191102 批三七叶饮片显微鉴别结果

(从左至右依次为：表皮细胞、导管及树脂道碎片)

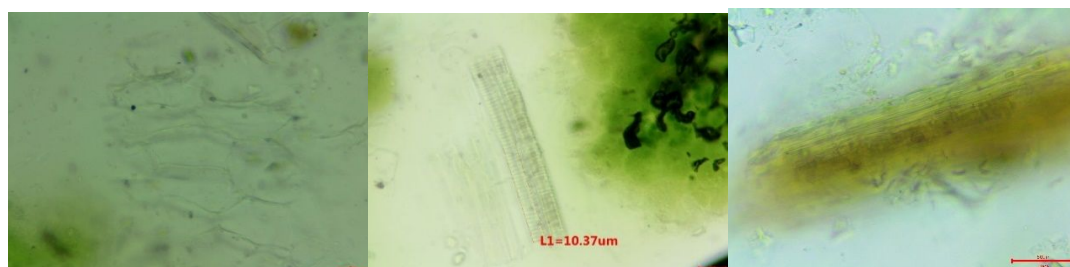


图 3 20191103 批三七叶饮片显微鉴别结果

(从左至右依次为：表皮细胞、导管及树脂道碎片)

2.4.2 理化鉴别

三七叶主要成份为三七茎叶皂苷属达玛烷型三萜皂苷，具有皂苷类成份典型的起泡反应。

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。

2.4.3 薄层色谱鉴别

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。

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。人参皂苷Rb₃对照品批号111686-201504, 购自中国食品药品检定研究院。

展开剂 三氯甲烷-甲醇-水 (13: 7: 2) 为展开剂。

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。

6批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。见图4。

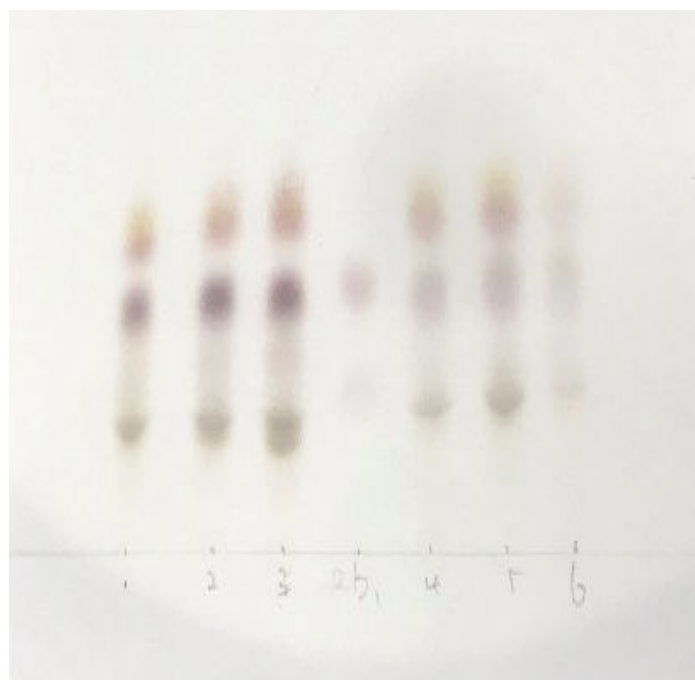


图 4: 薄层鉴别结果 (1-6 分别为批次 20191101, 20191102, 20191103, 20191104, 20191105, 20191106), Rb₁ 为人参皂苷 Rb₁ 对照品)

2.5 理化指标

三七叶饮片理化指标应符合表4规定。

表4 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

2.5.1 水分

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。

测定20191101、20191102及20191103三批三七叶饮片水分，结果为10.28%、9.77%和9.99%。

2.5.2 总灰分

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。

2.5.3 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，用乙醇做溶剂。

2.5.4 人参皂苷Rb₃含量测定

人参皂苷Rb₃是三七叶主要有效成分之一，用高效液相色谱法进行了三七叶中人参皂苷Rb₃的含量测定。

2.5.4.1 检测方法

人参皂苷Rb₃含量按附录B规定的方法测定。

仪器 电子天平、高效液相色谱仪、索氏提取器。

试剂 磷酸、乙腈为色谱纯，水为二纯水。

对照品 人参皂苷Rb₃对照品批号111686-201504，购自中国食品药品检定研究院。

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5 流动相梯度

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

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。

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。

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。

人参皂苷Rb₃含量计算公式

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

2.5.4.2 方法学验证

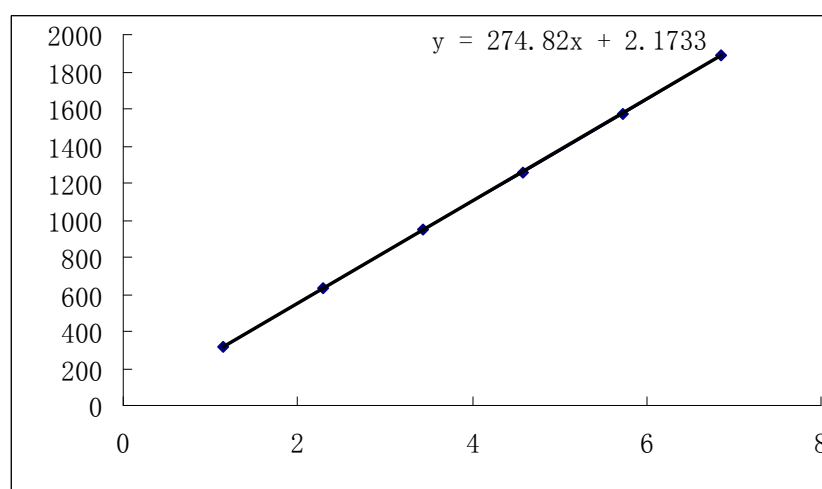
(1) 含量测定线性试验

对照品溶液的制备：精密称取人参皂苷 Rb₃ 对照品 5.72mg，置 10ml 容量瓶中，加乙醇使溶解，并用乙醇定容至刻度，摇匀，即得。人参皂苷 Rb₃ 对照品浓度为 0.572mg/ml。

标准曲线：分别吸取上述对照品溶液 2、4、6、8、10、12ul，分别注入高效液相色谱仪，记录色谱图。以人参皂苷 Rb₃ 进样量为横坐标，以峰面积数值为纵坐标，绘制人参皂苷 Rb₃ 的标准曲线。数值见表 6。

表 6 线性实验

进样量 (μg)	1.144	2.288	3.432	4.576	5.720	6.864
峰面积	317.7	628.5	947.8	1258.7	1572.9	1889.6



其相关系数 $R=0.9999$ ，回归方程 $Y=274.82X+2.1733$ 。由此可知：人参皂苷 Rb_3 进样量为 1.144-6.864μg 时，线性关系良好。

(2) 精密度试验

取 0.572mg/ml 的对照品溶液 10μl 重复连续进样 6 次，以峰面积计算，结果表明该方法精密度良好。结果见表 7

表 7 精密度试验

序号	1	2	3	4	5	6	RSD%
峰面积	1591.4	1588.4	1584.5	1586.0	1584.1	1586.4	0.17%

(3) 重现性实验

取三七叶 6 份，精密称定，按供试品溶液制备方法制备，摇匀，滤过，取续滤液，分别测定，结果表明该方法重现性良好。结果见表 8。

表 8 方法重现性试验

样品号	1	2	3	4	5	6	平均	RSD(%)
含量 (%)	1.60	1.63	1.63	1.64	1.63	1.61	1.623	0.93

(4) 溶液稳定性试验

取方法重现性中第一份样品，在室温条件下分别于 2、4、8、12、24h 时，分别精密吸取 10 μ l 注入高效液相色谱仪，记录色谱图，结果表明样品溶液在 24 小时内稳定，结果见表 9。

表 9 样品溶液稳定性

时间 (h)	0	2	4	8	12	24	RSD (%)
峰面积	888.7	872.5	879.7	914.5	881.4	895.3	1.67%

(5) 加样回收率试验

精密称取适量人参皂苷 Rb₃ 对照品，加甲醇制成每 1ml 含 0.551mg 的溶液，作为对照品储备液。精密称取三七叶样品约 0.1g，置索氏提取器中，精密加入对照品储备液 5ml 和甲醇 35ml，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。分别精密吸取上述溶液各 10 μ l，注入高效液相色谱仪，测定，计算回收率。结果见表 10。

表 10 加样回收率试验

序号	1	2	3	4	5	6
样品含量 (mg)	1.852	1.879	1.858	1.896	2.113	2.053
加入量 (mg)	2.755	2.755	2.755	2.755	2.755	2.755
测得总量 (mg)	4.547	4.563	4.599	4.629	4.892	4.795
测得量 (mg)	1.792	1.808	1.844	1.874	2.137	2.040
回收率 (%)	96.77	96.20	99.23	98.86	101.13	99.36
平均回收率 (%)	98.59					
RSD (%)	1.85					

(6) 含量测定

5批二年生三七叶和24批三年生三七叶中人参皂苷Rb₃含量见表11。

表11 不同生长年限三七叶中Rb₃含量

生长年限	批号	Rb ₃ 含量 (%)	平均含量 (%)
二年生	20191202	1.25	1.38
	20191203	1.18	
	20191204	1.17	
	20200102	1.49	
	20200201	0.99	
	20191101	1.51	
	20191102	1.23	
	20191103	1.80	
	20191104	1.71	
	20191105	1.90	
	20191106	0.78	
	20191201	1.25	
	20191205	1.38	
	20191206	1.57	
	20191207	0.73	
三年生	20200101	1.21	1.87
	20200401	0.91	
	20201001	2.61	
	20201002	2.37	
	20201003	2.95	
	20201101	2.26	
	20201102	2.47	
	20201103	1.94	
	20201104	2.71	
	20201201	2.43	
	20201202	2.24	
	20201203-1	1.67	
	20201203-2	2.92	

根据以上 29 批三七叶饮片人参皂苷 Rb_3 的含量测定数据，二年生平均含量为 1.38%，三年生平均含量为 1.87%。因此我们对三七叶药材人参皂苷 Rb_3 的含量限度限定为不低于 1.0%。

2.6 卫生指标

2.6.1 重金属限量指标

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。三七叶饮片重金属限量指标应符合表12规定。

表12 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

2.6.2 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。

2.6.3 二氧化硫限量指标

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。
二氧化硫残留量不得过150mg/kg。

五、与现行法律法规、强制性标准和其他有关标准的关系

1. 与法律法规和强制性标准的关系

本文件与我国的现行法律、法规和强制性标准是协调的，不存在任何抵触现象。

2. 与其他有关标准的关系

虽然三七叶具有显著的临床应用价值，但是却未被中国药典收录。目前仅收

录于广西中药材标准（1990 年）、上海市中药饮片炮制规范（2018）、重庆市中药饮片炮制规范及标准等 3 个地方药材标准中。云南省地方标准“三七茎叶质量标准（DB 53/T 055.5）”和云南省食品安全地方标准“干制三七茎叶（DBS 53/024）”为三七茎叶作为农产品和食品的生产提供了质量标准依据。上述标准中对于三七叶的药材基原、炮制工艺、鉴别方法、检查项目以及卫生安全指标的规定均不全面，不能满足 2020 版中国药典对于中药材饮片的质量要求。因此，建立一个全面的三七叶饮片质量标准对于规范三七叶的中药材市场具有重要意义。

表 13 三七叶中药材及食品安全标准信息汇总

	广西中药材标准 (1990)	上海市中药饮片炮制规范(2018)	重庆市中药饮片炮制规范及标准	云南省地方标准 DB 53/T 055.5	云南省食品安全地方标准 DBS 53/024
基原	三七叶饮片为五加科植物三七的干燥茎叶	三七叶饮片为五加科植物三七的干燥叶	三七叶饮片为五加科植物三七的干燥茎叶	三七叶饮片为五加科植物三七的干燥茎叶	三七叶饮片为三七地上部分除花序外的干燥品
性状	√	√	√	√	√
鉴别	显微鉴别、泡沫反应、TLC	显微鉴别	显微鉴别	显微鉴别、理化鉴别	无
检查	浸出物	无	无	总皂苷、总灰分、水分	人参皂苷 Rb ₃ 总灰分、水分
卫生指标	无	无	无	农残、重金属	农残、重金属
炮制	除去杂质，抢水洗净，切段，晒干	无	除去杂质、干燥	无	无
性味	√	√	√	无	无

归经					
功能主治	√	√	√	无	无
用法	√	√	√	无	√
贮藏	√	无	√	√	无

六、 重大分歧意见的处理经过和依据

本文件在制定过程中未出现重大分歧意见。

七、 贯彻标准的要求和措施建议

本文件建立了三七叶饮片质量标准，建议向三七企业、从业者、消费者积极推荐采用本文件，用以指导经营和消费活动实践。 同时，建议根据国家法律、法规和监管规定的变化情况，结合行业企业在标准实施过程中反馈的意见建议，适时对本文件进行修订完善。

《三七叶饮片质量标准》标准起草工作组

2021 年 6 月 24 日