

ICS(XX)
X(XX)

T/GZCX

团 体 标 准

T/ GZCX 000-2023

植物提取物 刺梨提取物

Plant extract—Rosa roxburghii extract

2023-XX-XX 发布

2023-XX-XX 实施

贵州省刺梨行业协会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 和 GB/T 20004.1—2016 给出的规则起草。

本标准由贵州省天然产物研究中心提出。

本标准由贵州省刺梨行业协会归口。

本标准起草单位：贵州省天然产物研究中心、贵州省中国科学院天然产物化学重点实验室、贵州赛斯刺梨大健康产业有限公司、贵州明安实业有限公司、贵州威凌生物科技有限公司、国药集团贵州大健康产业发展有限公司、国药集团同济堂（贵州）制药有限公司、贵州省刺梨行业协会。

本标准主要起草人：李齐激、王瑜、李立郎、杨小生、杨娟、李稳新、朱荣金、赵显鼎、郑周飞、张朝举、孙宜春、漆正方、刘正芬。

植物提取物 刺梨提取物

Plant extract—*Rosa roxburghii* extract

1 范围

本标准规定了刺梨提取物的技术要求、检验方法、检验规则、包装、运输、贮存和保质期要求。

本标准适用于以蔷薇科植物刺梨 *Rosa roxburghii* Tratt. 的新鲜果实经水和乙醇提取、浓缩、喷雾干燥或真空干燥工艺制得的提取物。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB 4789.2 食品安全国家标准 食品微生物学检验 菌落总数测定

GB 4789.3 食品安全国家标准 食品微生物学检验 大肠菌群计数

GB 4789.4 食品安全国家标准 食品微生物学检验 沙门氏菌检验

GB 4789.15 食品安全国家标准 食品微生物学检验 霉菌和酵母计数

GB 5009.3 食品安全国家标准 食品中水分的测定

GB 5009.4 食品安全国家标准 食品中灰分的测定

GB 5009.11 食品安全国家标准 食品中总砷及无机砷的测定

GB 5009.12 食品安全国家标准 食品中铅的测定

GB 5009.15 食品安全国家标准 食品中镉的测定

GB 5009.17 食品安全国家标准 食品中总汞及有机汞的测定

3 技术要求

3.1 工艺要求

3.1.1 植物原料

以蔷薇科植物刺梨 *Rosa roxburghii* Tratt. 的新鲜果实为植物原料，多于秋季采摘，洗净即得。

3.1.2 工艺过程

植物新鲜果实原料→水和乙醇提取→浓缩→喷雾干燥（或真空干燥）→产品

3.2 产品要求

3.2.1 感官要求

应符合表 1 的规定。

表 1 感官要求

项 目	要 求
色泽	浅黄色至棕黄色
滋味与气味	刺梨特殊气味
外观	均匀粉末，无肉眼可见外来异物

3.2.2 理化指标要求

应符合表 2 的规定。

表 2 理化指标

项 目		指 标
刺梨总三萜含量/%		≥ 15.0
灰分/%		≤ 10.0
水分/%		≤ 5.0
粒度（100 目筛通过率）/%		≥ 95
堆密度	松密度 /(g/mL)	0.25 ~ 0.45
	紧密度 /(g/mL)	0.40 ~ 0.70
铅（Pb）/(mg/kg)		≤ 2.0
砷（As）/(mg/kg)		≤ 1.0
汞（Hg）/(mg/kg)		≤ 0.1
镉（Cd）/(mg/kg)		≤ 0.2

3.2.3 微生物要求

应符合表 3 的规定。

表 3 微生物指标

项 目	指 标
菌落总数 /(CFU/g)	≤ 1000
霉菌及酵母菌数 /(CFU/g)	≤ 100
大肠菌群 /(MPN/g)	≤ 3.0
沙门氏菌	不得检出

3.2.4 其他污染物

其他污染物限量要求，依据不同要求，应符合我国相关法规的规定。对于出口产品，应符合出口目的国相关法规的规定。

4 检验方法

4.1 感官检验

取适量样品置于清洁、干燥的白瓷盘中，在自然光线下，观察其色泽、外观，嗅其气味，检查有无异物。

4.2 理化检验

4.2.1 刺梨总三萜含量

按第 A.2 章中规定的方法进行测定。

4.2.2 灰分

按 GB 5009.4 中规定的方法进行测定。

4.2.3 水分

按 GB 5009.3 中规定的方法进行测定。

4.2.4 粒度

按第 A.3 章中规定的方法进行测定。

4.2.5 堆密度

按第 A.4 章中规定的方法进行测定。

4.2.6 铅 (Pb)

按 GB 5009.12 中规定的方法进行测定。

4.2.7 砷 (As)

按 GB 5009.11 中规定的方法进行测定。

4.2.8 汞 (Hg)

按 GB 5009.17 中规定的方法进行测定。

4.2.9 镉 (Cd)

按 GB 5009.15 中规定的方法进行测定。

4.3 微生物检验

4.3.1 菌落总数

按 GB 4789.2 中规定的方法进行测定。

4.3.2 霉菌及酵母菌数

按 GB 4789.15 中规定的方法进行测定。

4.3.3 大肠菌群

按 GB 4789.3 中规定的方法进行测定。

4.3.4 沙门氏菌

按 GB 4789.4 中规定的方法进行测定。

5 检验规则

5.1 组批

同品种、同等级、同一批投料生产的产品，以同一生产日期为一

检验批次。

5.2 出厂检验

5.2.1 产品须逐批检验，检验合格并签发合格证后产品方可出厂。

5.2.2 出厂检验项目：色泽、滋味与气味、外观、水分、灰分、刺梨皂苷、重金属及有害元素、细菌菌数、霉菌和酵母菌、大肠菌群。

5.3 型式检验

5.3.1 型式检验项目包括本标准中规定的全部项目。

5.3.2 正常生产时每年应进行一次型式检验。

5.3.3 有下列情况之一时，应进行型式检验。

a) 原料来源变动较大时；

b) 正式投产后，如配方、生产工艺有较大变化，可能影响产品质量时；

c) 出厂检验与上一次型式检验结果有较大差异时；

d) 产品停产 6 个月以上,恢复生产时；

e) 食品安全监督部门提出进行型式检验的要求时。

5.4 判定规则

5.4.1 检验结果全部项目符合本标准规定时，判该批产品为合格品。

5.4.2 检验结果不符合本标准要求时，可以在原批次产品中双倍抽样复检一次，判定以复检结果为准。复检后仍有一项或一项以上不符合标准时，判该批产品为不合格品。

6 包装、标签、运输、贮存和保质期

6.1 包装

包装材料应符合 GB 4806.1 和 GB 9685 的要求。

6.2 标签

6.2.1 包装标签上应标明：产品名称、批号、规格、执行标准、生产厂家名、厂址、产地、生产日期、保质期、贮存条件。

6.2.2 外包装箱体上应标有：防潮、防晒、勿重压、朝上（朝下）等字样或标志。标签内容清晰可见，标签应粘贴牢固。

6.3 运输

运输时必须轻装轻卸，不得与有毒、有害、有异味、易污染物品混装载运，严防挤压、雨淋、暴晒。

6.4 贮存

产品应贮存于阴凉、清洁和干燥的仓库中。避免与有毒、有害、易腐、易污染等物品一起堆放。

6.5 保质期

在符合规定的贮运条件、包装完整、未经开启封口的情况下，保质期为 24 个月。

附录 A（规范性附录）检验方法

A.1 一般规定

本标准所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682 规定的实验用水。实验中所用溶液在未注明用何种溶剂配制时，均指水溶液。

A.2 刺梨总三萜检测方法

A.2.1 仪器

A.2.1.1 可见分光光度计

A.2.1.2 水浴锅

A.2.1.3 干燥箱

A.2.1.4 高速粉碎机

A.2.1.5 分析天平（精密度 0.0001 g、0.00001 g）

A.2.1.6 超声提取器（超声功率 ≥ 200 w）

A.2.2 试剂

A.2.2.1 高氯酸：分析纯

A.2.2.2 冰乙酸：分析纯

A.2.2.3 无水乙醇：分析纯

A.2.2.4 乙酸乙酯：分析纯

A.2.2.5 5% 香草醛-冰乙酸溶液：准确称取香草醛 0.5 g 于 10 mL 容量瓶中，加冰乙酸溶解并定容至刻度线。此溶液需现配现用。

A.2.2.6 对照品：熊果酸（CAS number: 77-52-1）。

A.2.2.7 对照品储备溶液：取熊果酸对照品约 10.0 mg，精密称定，

置 100 mL 容量瓶中，用无水乙醇溶解并稀释至刻度，摇匀，制成药 0.1 mg/mL 的熊果酸对照品储备液。

A.2.3 分析步骤

A.2.3.1 试样提取

取试样压碎或切成小块，准确称取制备试样 1.0 g（或含待测组分约 15 mg-25 mg），置于 150 mL 具塞锥形瓶中，精密加入 40 mL 75 % 乙醇，加热回流提取 2 h，滤过，重复 3 次，合并滤液，蒸干，用甲醇溶解，定容至 50 mL 容量瓶，即可。

A.2.3.2 测定

A.2.3.2.1 仪器条件

A.2.3.2.1.1 测定波长： 546 nm。

A.2.3.2.1.2 比色皿： 1 cm。

A.2.3.2.2 标准曲线制备

吸取熊果酸储备液 0.00 mL、 0.20 mL、 0.40 mL、 0.60 mL、 0.80 mL、 1.00 mL、 1.20 mL 于具塞比色管中，水浴蒸干溶剂。加入新配制的 5 % 香草醛-冰乙酸溶液 0.20 mL 和高氯酸 0.80 mL，轻轻振荡。于 70 ± 1 °C 水浴加热 15 min，取出，立即置冰水冷却 5 min，后稳定至室温。用移液管准确移取冰乙酸 5.00 mL 稀释，摇匀。以试剂空白作参比，在 30 min 内用紫外可见分光光度计在 546 nm 处测其吸光度值 A。以吸光度 A 为纵坐标，以齐墩果酸的质量(mg)为横坐标，绘制标准曲线，求出直线回归方程并计算相关系数。

A.2.3.2.3 试样溶液的测定

取 0.20 mL 供试液于具塞比色管,水浴蒸干溶剂。分别加入 0.20 mL 5 %香草醛-冰乙酸溶液和 0.80 mL 高氯酸,轻轻振荡,于 70 ± 1 °C 水浴加热 15 min,取出,立即置冰水冷却 5 min,后稳定至室温。用移液管准确移取冰乙酸 5.00mL 稀释,摇匀。以试剂空白作参比,在 30min 内用紫外分光光度计在 546nm 处测其吸光度 A。通过线性回归方程计算得到供试液中总三萜的质量。

A.2.4 分析结果表述

试样中总三萜的含量用质量分数 X 表示,单位为克每百克(g/100 g),按式(1)计算:

$$X = \frac{m_2 \times V_1}{m_1 \times V_2 \times 1000000} \times 100 \dots \dots \dots (1)$$

式中:

m₁—试样的质量,单位为克(g);

V₁—样品溶液定容的体积,单位为毫升(mL);

m₂—由标准曲线计算得出的待测液中总三萜的质量,单位为微克(μg);

V₂—测定用的样液体积,单位为毫升(mL)。

所得结果保留三位有效数字。

A.2.5 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10 %。

A.3 粒度的测定

A.3.1 仪器和用具

A.3.1.1 天平：感量 0.01 g。

A.3.1.2 分样筛（带筛盖与接收盒），100 目。

A.3.2 操作步骤

取接收盒，将分样筛放在接收盒上，称取约 10g 提取物粉末，精确至 0.01 g，置于分样筛内，将筛盖盖好。将分样筛保持水平状态，左右往返轻轻筛动 5 min，收集盒内的提取物粉末，称量。

A.3.3 结果计算

通过率以 W2 计，计算方法按式 (2)。

$$W2 = \frac{m2}{m1} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中：

m1 —过筛前试样的质量，g；

m2 —过筛后试样的质量，g。

A.4 堆密度的测定

A.4.1 仪器和用具

A.4.1.1 天平：感量 0.01g。

A.4.1.2 玻璃量筒，100mL。

A.4.2 操作程序

A.4.2.1 量筒的准备：取洁净、干燥的量筒，称量 (m3)。

A.4.2.2 松密度的测定：将通过 100 目筛的供试品缓缓地加入量筒中至 90 mL(±5 mL)处，缓缓抚平粉末表面，读取固体粉末的体积(V1)，称量量筒与供试品的质量 (m4)，精确到 0.01 g。

A.4.2.3 紧密度的测定：将上述盛有供试品的量筒放在试验台上（铺有约 5 mm 厚的橡胶垫），由 2 cm 左右的高度自由坠到台面上，反复此操作 100 次，量得压紧后的粉末体积（V0），继续上述操作 30 次，量得粉末体积（V2）。当 V0 与 V2 相差小于 2 mL 时，读取最终体积（V2），否则重复上述操作，直到符合为止。

A.4.3 结果计算

松密度以 W3 计，紧密度以 W4 计，单位均为 g/mL，分别按式（3）和式（4）计算

$$W3 = \frac{m4 - m3}{v1} \dots\dots\dots (2)$$

$$W4 = \frac{m4 - m3}{v2} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

m3 —量筒的质量，g；

m4 —供试品和量筒的质量，g；

v1—松散体积，mL；

v2—紧密体积，mL。