

团 体 标 准

T/CCCMHP1E 1.XX—2025

植物提取物 竹叶提取物

Plant Extract—Bamboo Leaf Extract

（征求意见稿）

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

2024 - XX - XX 发布

2024 - XX - XX 实施

中国医药保健品进出口商会 发 布

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》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国医药保健品进出口商会提出并归口。

本文件起草单位：劲牌持正堂药业有限公司、湖南金叶原浆酒业有限公司、浙江圣氏生物科技有限公司。

本文件主要起草人：张继斌、陈志元、张帆、王玉、黄林恋、戴明泽、杨豪、高亮、章兴。

植物提取物 竹叶提取物

1 范围

本文件规定了竹叶提取物的技术要求、检验方法、检验规则、包装、标签、运输、贮存和保质期要求。

本文件适用于毛环竹的干燥叶，经水提取、离心、树脂纯化、浓缩、干燥等工序制成的提取物。

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 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 4789.4 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 4789.38 食品安全国家标准 食品微生物学检验 大肠埃希氏菌计数

GB 4806.1 食品安全国家标准 食品接触材料及制品通用安全要求

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/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

《中华人民共和国药典（2020年版）》第四部 通则 0861 残留溶剂测定法

《中华人民共和国药典（2020年版）》第四部 通则 0982 粒度和粒度分布测定法

《中华人民共和国药典（2020年版）》第四部 通则 2321 铅、镉、砷、汞、铜测定法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 技术要求

4.1 工艺要求

4.1.1 植物原料

禾本科刚竹属毛环竹(*Phyllostachys meyeri* McClure)的干燥叶。

4.1.2 工艺过程

原料→提取→离心→树脂纯化→浓缩→干燥→产品。

4.2 产品要求

4.2.1 感官要求

应符合表1的规定。

表1 感官要求

项目	要求
色泽	黄色至棕黄色粉末，色泽均匀

项目	要求
滋味与气味	具有竹叶特有的气味，味微苦
外观	均匀粉末，无肉眼可见异物

4.2.2 理化要求

应符合表2的规定。

表2 理化要求

项目	指标
鉴别	供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。
总黄酮（以芦丁计）/%	≥24.0
荭草苷、异荭草苷、牡荆苷和异牡荆苷之和/%	≥3.0
粒度（80目筛通过率）/%	≥90.0
水分/%	≤5.0
灰分/%	≤5.0
铅（Pb）/（mg/kg）	≤2.0
镉（Cd）/（mg/kg）	≤0.3
砷（As）/（mg/kg）	≤1.0
汞（Hg）/（mg/kg）	≤0.1
残留溶剂（乙醇）/（mg/kg）	≤2000

4.2.3 微生物要求

应符合表3的规定。

表3 微生物要求

项目	指标
菌落总数/（CFU/g）	≤1000
霉菌和酵母/（CFU/g）	≤100
大肠埃希菌/（CFU/g）	不得检出
沙门菌/25g	不得检出

4.2.4 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。

5 检验方法

5.1 感官检验

启开试样后，立即嗅其气味。另取试样适量于白色瓷盘中，在自然光线下，观察其色泽、外观，并检查有无异物。用温开水漱口，品其滋味。

5.2 理化检验

5.2.1 鉴别

按A.2中规定的方法进行测定，薄层色谱图见附录B。

5.2.2 总黄酮（以芦丁计）

按A.3中规定的方法进行测定。

5.2.3 荭草苷、异荭草苷、牡荆苷和异牡荆苷

按A.4中规定的方法进行测定，液相色谱图及参考保留时间见附录B。

5.2.4 粒度

按《中华人民共和国药典（2020年版）》第四部 通则 0982 粒度和粒度分布测定法第二法（筛分法）进行测定。

5.2.5 水分

按GB 5009.3的第一法进行测定。

5.2.6 灰分

按GB 5009.4的第一法进行测定。

5.2.7 铅、镉、砷、汞

按《中华人民共和国药典（2020年版）》第四部 通则 2321 铅、镉、砷、汞、铜测定法进行测定。

5.2.8 残留溶剂

按《中华人民共和国药典（2020年版）》第四部 通则 0861 残留溶剂测定法进行测定。

5.3 微生物检验

5.3.1 菌落总数

按GB 4789.2中规定的方法测定。

5.3.2 霉菌和酵母

按GB 4789.15中规定的方法测定。

5.3.3 大肠埃希菌

按GB 4789.38中规定的方法进行测定。

5.3.4 沙门菌

按GB 4789.4中规定的方法测定。

6 检验规则

6.1 组批

同一批投料生产的产品，以同一生产日期为一检验批次。

6.2 出厂检验

6.2.1 产品应逐批检验，检验合格并签发合格证后产品方可出厂。

6.2.2 出厂检验项目：感官要求，总黄酮（以芦丁计），荭草苷、异荭草苷、牡荆苷和异牡荆苷之和，粒度，水分，灰分，菌落总数，大肠埃希菌。

6.3 型式检验

6.3.1 型式检验项目包括本文件中规定的全部项目。

6.3.2 正常生产时每年应进行一次型式检验。

6.3.3 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。

6.4 判定规则

- 6.4.1 检验结果全部项目符合本文件规定时, 判该批产品为合格品。
- 6.4.2 检验结果不符合本文件要求时, 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本文件要求时, 判该批产品为不合格品。微生物指标不符合本文件不再复检。

7 包装、标签、运输、贮存和保质期

7.1 包装

包装材料应符合GB 4806.1食品安全国家标准 食品接触材料及制品通用安全要求。

7.2 标签

包装标签上应标明: 产品名称、批号、规格、净含量、执行标准、生产厂名、厂址、产地、生产日期、保质期和贮存条件。

7.3 运输

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

7.4 贮存

产品应贮存于阴凉、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。

7.5 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) 检验方法

A.1 一般规定

本文件所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和符合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 鉴别

A.2.1 仪器和设备

A.2.1.1 电子天平(万分之一)。

A.2.1.2 超声波清洗机。

A.2.1.3 电热恒温水浴锅。

A.2.2 试剂和材料

A.2.2.1 乙酸乙酯:分析纯。

A.2.2.2 丁酮:分析纯。

A.2.2.3 甲酸:分析纯。

A.2.2.4 乙醇:分析纯。

A.2.2.5 三氯化铝:分析纯。

A.2.2.6 纯净水。

A.2.2.7 对照品:荭草苷(CAS号28608-75-5)。

A.2.2.8 对照品:异荭草苷(CAS号4261-42-1)。

A.2.2.9 对照品:牡荆苷(CAS号3681-93-4)。

A.2.2.10 对照品:异牡荆苷(CAS号29702-25-8)。

A.2.3 色谱系统

A.2.3.1 薄层板:硅胶G。

A.2.3.2 展开剂:乙酸乙酯-丁酮-甲酸-水(12:6:1:1.5,体积比)。

A.2.4 操作方法

A.2.4.1 对照品溶液的制备

取荭草苷、异荭草苷、牡荆苷、异牡荆苷对照品,分别加入乙醇制成每1mL含0.15mg的溶液,即得。

A.2.4.2 供试品溶液的制备

取竹叶提取物粉末0.25g,加纯净水10mL,超声(250W,53kHz)使溶解,分别加入30mL、20mL乙酸乙酯振摇提取两次,合并乙酸乙酯提取液,蒸干,残渣加乙醇1mL使溶解,即得。

A.2.4.3 测定方法

分别吸取对照品溶液和供试品溶液各1μL,分别点于同一硅胶G薄层板上,以乙酸乙酯-丁酮-甲酸-水(12:6:1:1.5)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以1%三氯化铝乙醇溶液,热风吹干,置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

A.3 总黄酮（以芦丁计）测定

A.3.1 方法提要

样品经40%乙醇溶解后，采用紫外-可见分光光度法测定，以芦丁为对照品按外标法测定总黄酮的含量。

A.3.2 仪器和设备

A.3.2.1 紫外可见分光光度计。

A.3.2.2 电子天平（十万分之一）。

A.3.2.3 超声波清洗器。

A.3.2.4 电热恒温水浴锅。

A.3.3 试剂和溶液

A.3.3.1 对照品：芦丁（CAS 号 153-18-4）。

A.3.3.2 无水乙醇：分析纯。

A.3.3.3 亚硝酸钠：分析纯。

A.3.3.4 硝酸铝：分析纯。

A.3.3.5 氢氧化钠：分析纯。

A.3.3.6 纯净水。

A.3.3.7 5%亚硝酸钠溶液：称取 5g 亚硝酸钠，加纯净水溶解并定容至 100mL。

A.3.3.8 10%硝酸铝溶液：称取硝酸铝 10g，加纯净水溶解并定容至 100mL。

A.3.3.9 4%氢氧化钠溶液：称取氢氧化钠 40g，加纯净水溶解并定容至 1000mL。

A.3.4 操作方法

A.3.4.1 对照品溶液的制备

取芦丁对照品25mg（精确到0.01mg），精密称定，置50mL量瓶中，加入乙醇超声（250W，53kHz）溶解并定容至刻度，摇匀，即得。

A.3.4.2 供试品溶液的制备

取竹叶提取物约100mg，精密称定，置50mL量瓶中，加入40%乙醇40mL，超声（250W，53kHz）溶解10min，超声过程中注意摇动，使其完全溶解，冷却后40%乙醇定容，摇匀，即得。

A.3.4.3 标准曲线的绘制

精密吸取芦丁对照品溶液0.00mL、0.50mL、1.00mL、1.50mL、2.00mL、2.50mL、3.00mL、3.50mL分别置于25mL容量瓶中，各加水至6.0mL，加5%亚硝酸钠溶液1mL，摇匀，放置6min；再加10%硝酸铝溶液1mL，摇匀，放置6min；加4%氢氧化钠试液10mL，再加水至刻度，摇匀，放置15min。以相应试剂为空白，照紫外-可见分光光度法，在500nm的波长处测定吸光度，以吸光度为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

A.3.4.4 供试品测定

精密量取供试品溶液2mL，置25mL容量瓶中，按标准曲线制备项下方法，自“加水至6.0mL”起，依法测定吸光度，从标准曲线上读出供试品溶液所含芦丁的浓度（mg/L），计算，即得。

A.3.5 结果计算

供试品中总黄酮含量以质量分数 w 计，数值以%表示，按公式（A.1）计算。

$$w = \frac{C \times V}{m \times (1 - d) \times 1000} \times 100\% \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

w ——供试品中总黄酮(以芦丁计)的质量分数, %;

C ——由标准曲线读得供试品溶液所含芦丁的浓度, 单位为毫克每升(mg/L);

V ——供试品溶液的稀释体积, 单位为毫升(mL);

m ——供试品的称样量, 单位为毫克(mg);

d ——供试品的水分, %;

1000——单位转换值。

A.4 荭草苷、异荭草苷、牡荆苷和异牡荆苷测定

A.4.1 方法提要

供试品经50%乙醇溶液溶解后, 采用高效液相色谱法测定, 以荭草苷、异荭草苷、牡荆苷和异牡荆苷为对照品按外标法测定荭草苷、异荭草苷、牡荆苷和异牡荆苷的含量。

A.4.2 仪器和设备

A.4.2.1 高效液相色谱仪(附紫外检测器)。

A.4.2.2 电子天平(十万分之一)。

A.4.2.3 超声波清洗器。

A.4.3 试剂和材料

A.4.3.1 对照品: 荭草苷(CAS号28608-75-5)。

A.4.3.2 对照品: 异荭草苷(CAS号4261-42-1)。

A.4.3.3 对照品: 牡荆苷(CAS号3681-93-4)。

A.4.3.4 对照品: 异牡荆苷(CAS号29702-25-8)。

A.4.3.5 乙腈: 色谱纯。

A.4.3.6 磷酸: 色谱纯。

A.4.3.7 甲醇: 分析纯。

A.4.3.8 乙醇: 分析纯。

A.4.3.9 纯化水。

A.4.4 色谱条件与系统适用性

以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 以乙腈-0.5%磷酸溶液(14:86)为流动相; 检测波长为360nm。理论塔板数按异荭草苷峰计算应不低于5000。

A.4.5 操作方法

A.4.5.1 对照品溶液的制备

分别精密称取异荭草苷、荭草苷、牡荆苷、异牡荆苷12mg、6mg、3mg、3mg于50mL的容量瓶中, 加入50%甲醇溶液约40mL, 超声(250W, 53KHz)溶解10min后, 放置至室温, 用50%甲醇溶解定容至刻度, 摇匀, 即得。

A.4.5.2 供试品溶液的制备

精密称定供试品约100mg于10mL容量瓶中，加入50%乙醇约8mL，超声（250W，53KHz）溶解10min后，放置至室温，用50%乙醇溶解定容至刻度，摇匀后，滤过，即得。

A. 4. 5. 3 测定方法

分别精密吸取对照品溶液和供试品溶液各10μL，注入液相色谱仪进行测定，根据所得对照品溶液和供试品溶液色谱图中异荭草苷、荭草苷、牡荆苷、异牡荆苷峰面积计算供试品中待测组分异荭草苷、荭草苷、牡荆苷、异牡荆苷含量。

A. 4. 6 结果计算

供试品中异荭草苷、荭草苷、牡荆苷、异牡荆苷含量以质量分数 w 计，数值以%表示，按公式（A. 2）计算。

$$w = \frac{C_0 \times A_1 \times V}{m \times A_0 \times (1 - d) \times 1000} \times 100\% \dots\dots\dots (A. 2)$$

式中：

w ——供试品中异荭草苷、荭草苷、牡荆苷、异牡荆苷的质量分数，%；

C_0 ——对照品溶液中异荭草苷、荭草苷、牡荆苷、异牡荆苷浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

A_1 ——供试品溶液中异荭草苷、荭草苷、牡荆苷、异牡荆苷的峰面积；

A_0 ——对照品溶液中异荭草苷、荭草苷、牡荆苷、异牡荆苷的峰面积；

V ——供试品溶液的稀释体积，单位为毫升（mL）；

m ——供试品的称样量，单位为毫克（mg）；

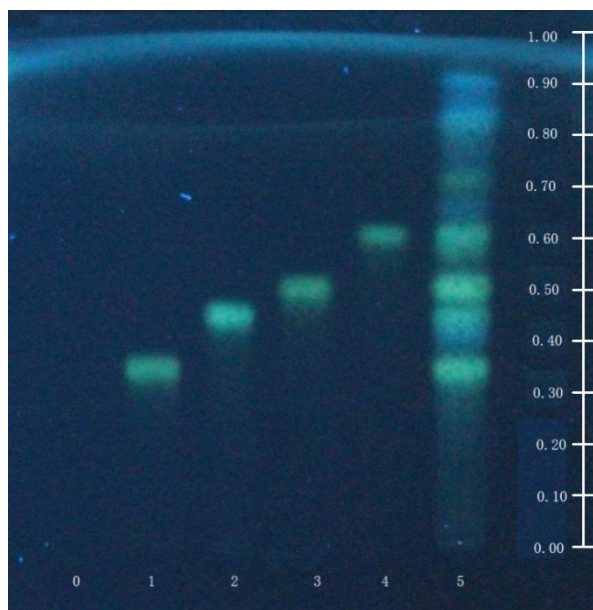
d ——供试品的水分，%；

1000——单位转换值。

附录 B (资料性) 色谱图及参考保留时间

B.1 薄层色谱图

B.1.1 竹叶提取物薄层色谱图见图B.1。

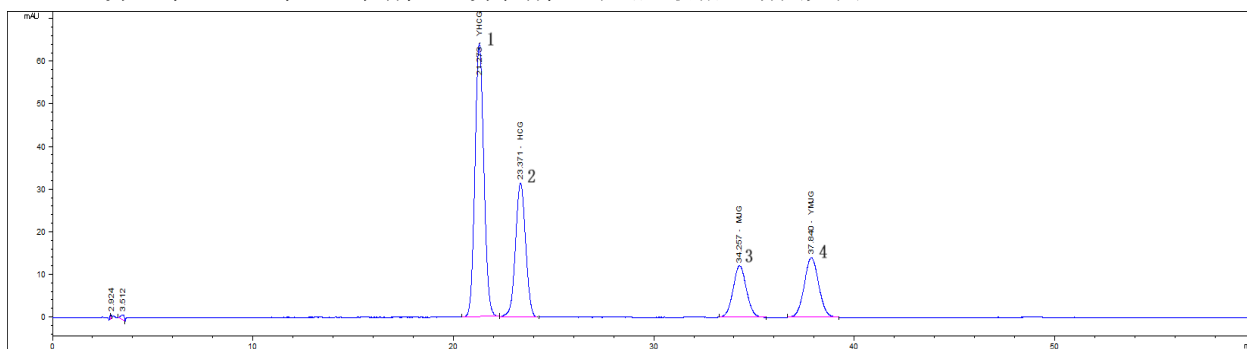


说明：0-空白；1-异荭草苷对照品；2-异牡荆苷对照品；3-荭草苷对照品；4-牡荆苷对照品；5-竹叶提取物。

图B.1 竹叶提取物薄层色谱图

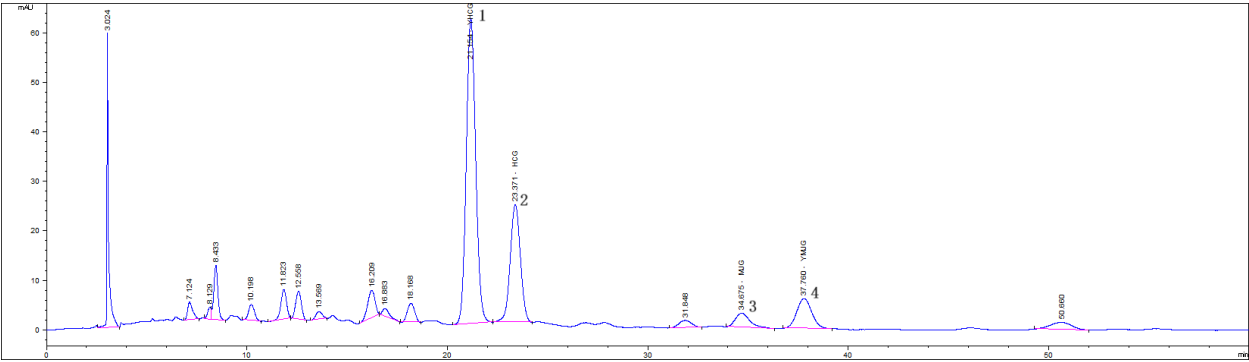
B.2 液相色谱图及参考保留时间

B.2.1 异荭草苷、荭草苷、牡荆苷、异牡荆苷对照品液相色谱图见图B.2。



图B.2 异荭草苷、荭草苷、牡荆苷、异牡荆苷对照品液相色谱图

B.2.2 竹叶提取物液相色谱图见图B.3。



图B. 3 竹叶提取物液相色谱图

B. 2. 3 异荭草苷、荭草苷、牡荆苷、异牡荆苷参考保留时间见表B. 1。

表B. 1 参考保留时间

峰号	1	2	3	4
组分名称	异荭草苷	荭草苷	牡荆苷	异牡荆苷
保留时间/min	21.3	23.4	34.2	37.8