

团 体 标 准

T/CCCMHP1E 1.XX—2024

植物提取物 白芍提取物

Plant Extract—White Peony 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。

2022 – XX – XX 发布

2022 – 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：陕西嘉禾生物科技股份有限公司、湖南朗林生物资源股份有限公司、西北农林科技大学药学院、陕西嘉禾药业有限公司。

本文件主要起草人：张瑜、徐莹莹、童旭日、高锦明、崔鹏、易宇阳、汤江江、肖红、王前刚、王涛。

植物提取物 白芍提取物

1 范围

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

本文件适用于以白芍的干燥根为原料经乙醇水混合液提取、浓缩，喷雾干燥而成的白芍提取物。

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 4789.10 食品安全国家标准 食品微生物学检验 金黄色葡萄球菌检验
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 5009.268 食品安全国家标准 食品中多元素的测定
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

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

毛茛科植物芍药(*Paeonia lactiflora* Pall.)的干燥根，除去头尾和细根，置沸水中煮后除去外皮或去皮后再煮，晒干。

4.1.2 工艺过程

原料→粉碎→提取→过滤→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
----	----

项目	要求
色泽	浅棕色至黄棕色、色泽均匀
滋味与气味	味苦，具有本品特有的气味
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，在与芍药苷色谱相应的位置上显示相同颜色斑点，在与对照药材色谱相应的位置上显示相同颜色斑点。
指标成分含量	芍药苷（以干燥品计）/%	≥10.0
粒度（80目筛通过率）/%		≥95.0
水分/%		≤5.0
灰分/%		≤5.0
重金属及有害元素	铅（Pb）/（mg/kg）	≤2.0
	镉（Cd）/（mg/kg）	≤0.3
	砷（As）/（mg/kg）	≤1.0
	汞（Hg）/（mg/kg）	≤0.3
	铜（Cu）/（mg/kg）	≤20
残留溶剂（乙醇）/（mg/kg）		≤5000

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）	≤3×10 ⁴
霉菌和酵母/（CFU/g）	≤50
大肠杆菌/（MPN/g）	≤0.92
沙门菌/25g	≤0/25g
金黄色葡萄球菌/25g	≤0/25g

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，尝其滋味；另取试样适量置于白色瓷盘中，在自然光线下，观察其色泽、外观，并检查有无异物。

5.2 理化检验

5.2.1 鉴别

按A.2中规定的方法进行测定，供试品色谱中，在与芍药苷色谱相应的位置上显示相同颜色斑点，在与对照药材色谱相应的位置上显示相同颜色斑点。

5.2.2 芍药苷

按A.3中规定的方法进行测定。

5.2.3 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。

5.2.4 水分

按GB 5009.3的第一法进行测定。

5.2.5 灰分

按GB 5009.4的第一法进行测定。

5.2.6 铅、镉、砷、汞、铜

按GB 5009.268的第一法规定的方法测定。

5.2.7 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 大肠菌群

按GB 4789.3中规定的第一法进行测定。

5.3.4 沙门菌

按GB 4789.4中规定的方法测定。

5.3.5 金黄色葡萄球菌

按GB 4789.10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：外观、芍药苷、水分、灰分、菌落总数、霉菌和酵母、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标准时, 判该批产品为不合格品。

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、贮存条件。

7.3 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。

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 超声波清洗器。

A.2.1.2 层析缸:规格与薄层板相适应。

A.2.2 试剂和材料

A.2.2.1 甲醇。

A.2.2.2 乙酸乙酯。

A.2.2.3 乙醇。

A.2.2.4 甲酸。

A.2.2.5 三氯甲烷。

A.2.2.6 硫酸。

A.2.2.7 水。

A.2.2.8 对照药材:白芍。

A.2.2.9 对照品:芍药苷, CAS 号 23180-57-6, 纯度 $\geq 90.0\%$;

A.2.2.10 显色剂:5%香草醛硫酸溶液(取香草醛 0.5g,加硫酸 10mL 使溶解,临用新配)。

A.2.3 色谱系统

A.2.3.1 薄层板:硅胶 G 薄层板。

A.2.3.2 展开剂:三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-甲酸(40:5:10:0.2, 体积比)。

A.2.4 操作方法

A.2.4.1 对照药材溶液的制备

称取对照药材粉末约0.1g于50mL的锥形瓶中,加入70%乙醇约2mL,超声处理(功率240W,频率45kHz)60min,用0.45 μ m微孔滤膜过滤,即得。

A.2.4.2 对照品溶液的制备

取芍药苷对照品适量,精密称定,置量瓶中,加70%乙醇制成每1mL含0.2mg的溶液,即得。

A.2.4.3 供试品溶液的制备

取供试品约0.1g于50mL的锥形瓶中,加入70%乙醇4mL,超声处理(功率240W,频率45kHz)60min,用0.45 μ m微孔滤膜过滤,即得。

A.2.4.4 测定方法

分别吸取对照药材溶液、对照品溶液和供试品溶液各10 μ L,分别点于同一硅胶G薄层板上,在上述展开剂中预平衡15min,然后上行展开,展距约8cm,取出,挥发溶剂至干,喷显色剂,在105 $^{\circ}$ C加热至斑点清晰,于可见光下检视。

A.3 芍药苷

A.3.1 方法提要

样品经甲醇溶液溶解后,采用高效液相色谱法测定,以芍药苷为对照品按外标法测定芍药苷的含量。

A.3.2 仪器和材料

A.3.2.1 分析天平,感量为0.01mg。

A.3.2.2 高效液相色谱仪。

A.3.2.3 超声波清洗器。

A.3.3 试剂和溶液

A.3.3.1 甲醇(分析纯)。

A.3.3.2 水(三级水)。

A.3.3.3 乙腈(色谱纯)。

A.3.3.4 磷酸(分析纯)。

A.3.3.5 对照品:芍药苷, CAS 号 23180-57-6, 纯度 $\geq 90.0\%$ 。

A.3.4 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-0.1%磷酸溶液(14:86, 体积比)为流动相;检测波长为230nm。理论板数按芍药苷峰计算应不低于2000。

A.3.5 操作方法

A.3.5.1 对照品溶液的制备

取芍药苷对照品适量,精密称定,置量瓶中,加甲醇制成每1mL含0.2mg的溶液,即得。

A.3.5.2 供试品溶液的制备

取本品适量(相当于芍药苷10mg),精密称定,置50mL量瓶中,加甲醇约40mL,超声(250W, 40kHz)处理30min,放置至室温,并用甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

A.3.5.3 测定方法

分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10 μ L,注入液相色谱仪,测定,记录色谱图。

A.3.6 结果计算

供试品中芍药苷含量以质量分数 w_i 计,数值以%表示,按公式(A.1)计算。

$$w_i = \frac{C_0 \times A_i \times V \times P}{A_0 \times m \times (1 - d)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

w_i ——供试品中芍药苷的质量分数, %;

C_0 ——对照品溶液中芍药苷浓度, 单位为毫克每毫升(mg/mL);

A_i ——供试品溶液中芍药苷的峰面积;

A_0 ——对照品溶液中芍药苷的峰面积;

V ——供试品溶液的稀释体积, 单位为毫升(mL);

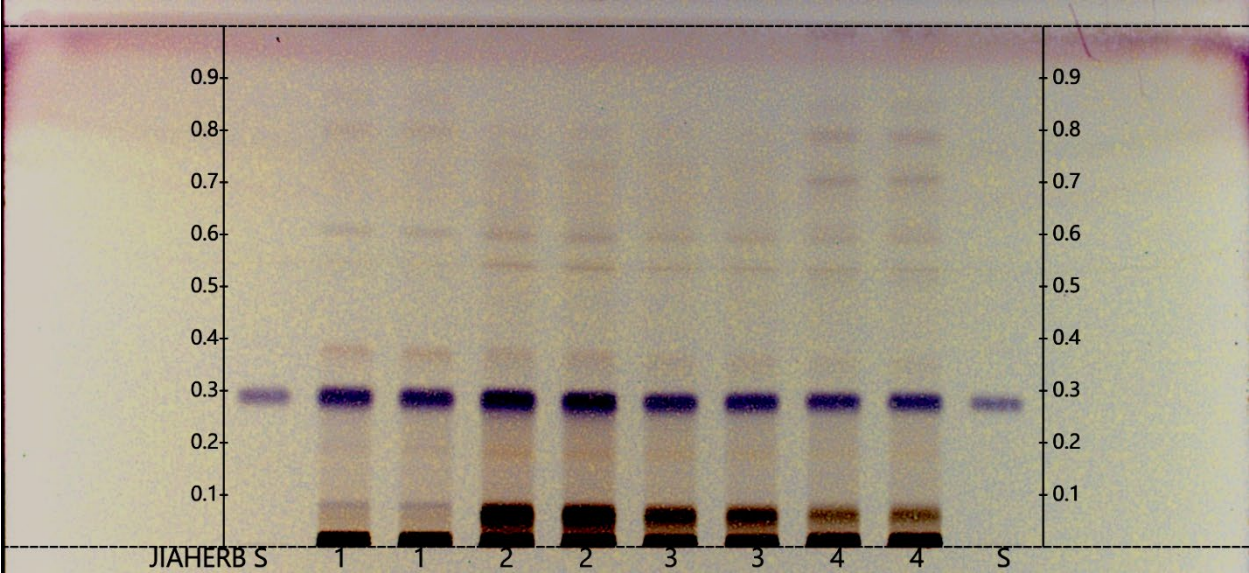
P ——对照品芍药苷的纯度, %;

m ——供试品的称样量，单位为毫克（mg）；

d ——供试品的水分，%。

附 录 B
(资料性)
TLC 色谱图

B.1 白芍提取物鉴别图谱见图 B.1。



说明：S—芍药苷对照品，1—白芍对照药材，2、3、4—白芍提取物。

图B.1 TLC 鉴别图谱