

# 《白芍提取物国际商务标准》

## 编制说明

### 一、工作简况

本标准的制定工作，是由中国医药保健品进出口商会提出并归口，中国医药保健品进出口商会标准化技术委员会负责解释。本标准由陕西嘉禾生物科技股份有限公司负责起草，湖南朗林生物资源股份有限公司、陕西嘉禾药业有限公司、西北农林科技大学参与起草。标准主要起草人为张瑜、徐莹莹、童旭日、高锦明、崔鹏、易宇阳、汤江江、肖红、王前刚、王涛。

### 二、标准制订的目的及意义

白芍提取物为毛茛科植物芍药 *Paeonia lactiflora* Pall. 的干燥根为原料经乙醇水混合液提取、浓缩，干燥而成。已广泛用于医药、保健食品等多种行业。其提取物中芍药苷具有养血敛阴、柔肝止痛、平阴抑阳药，主治血虚证、四肢拘挛作痛、肝阳上亢之头晕目眩等。

白芍药材目前已被《中国药典》2020 版一部、《美国药典》2023 年版、《英国药典》2023 年版，《欧洲药典》第 11 版、《日本药典》2018 年版收录。白芍提取物目前被《美国药典》2023 年版收录，其他法定标准没有收录。目前多数植物提取物企业生产的白芍提取物执行的都是本企业的内部企业标准。因此，白芍提取物由于其质量指标没有统一标准可遵循，导致白芍提取物质量存在差异，影响出口声誉。因此，建立白芍提取物国际商务标准，进一步规范国内白芍提取物生产、销售具有重要的现实意义。

### 三、国内外有关法律法规和其他标准的关系

白芍提取物标准目前被《美国药典》2023 年版膳食补充剂中收载，在《中国药典》2020 版一部、《英国药典》2023 年版，《欧洲药典》第 11 版、《日本药典》2018 年版收录中未被收载。

### 四、标准的制订与起草原则

本标准遵循中国医药保健品进出口商会提供的相关规则编写。参照《中国药典》2020 版一部、《日本药典》2018 年版和相关国家标准以及产品特性、市场要求制定本标准。

表1 白芍提取物技术指标依据及检验方法依据

| 项 目 | 指 标                                 | 指标制定依据 | 检验方法依据                                 |
|-----|-------------------------------------|--------|----------------------------------------|
| 性状  | 浅棕色至黄棕色、色泽均匀，具有本品特有的气味，均匀粉末，无肉眼可见异物 | 产品特性   | 取本品嗅其气味；另取试样适量置于白色瓷盘中观察其色泽、外观，并检查有无异物。 |

|                |                                                      |                        |                                                           |
|----------------|------------------------------------------------------|------------------------|-----------------------------------------------------------|
| 薄层色谱法鉴别        | 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。 | 《中国药典》2020 版白芍鉴别项下薄层色谱 | 《中国药典》2020 版四部通则 0502 薄层色谱法                               |
| 芍药苷含量（按干燥品计）/% | ≥10.0                                                | 市场要求                   | 《中国药典》2020 版四部通则 0512 高效液相色谱法                             |
| 粒度(80 目筛)/%    | ≥95                                                  | 市场要求                   | 《中国药典》2020 版四部通则 0982 粒度和粒度分布测定法（第二法 筛分法）                 |
| 水分/%           | ≤5.0                                                 | 市场要求                   | GB 5009.3-2016 的第一法                                       |
| 灰分/%           | ≤5.0                                                 | 产品特性                   | GB 5009.4-2016 的第一法                                       |
| 铅（Pb）/mg/kg    | ≤2.0                                                 | GB 16740-2014          | GB 5009.268-2016食品安全国家标准 食品中多元素的测定 第一法电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS） |
| 砷（As）/mg/kg    | ≤1.0                                                 | GB 16740-2014          |                                                           |
| 汞（Hg）/mg/kg    | ≤0.3                                                 | GB 16740-2014          |                                                           |
| 镉（Cd）/mg/kg    | ≤0.3                                                 | WM-T2-2004             |                                                           |
| 铜（Cu）/mg/kg    | ≤20                                                  | WM-T2-2004             |                                                           |
| 菌落总数/CFU/g     | ≤3×10 <sup>4</sup>                                   | GB 16740-2014          | GB 4789.2-2022 食品安全国家标准 食品微生物学检验 菌落总数测定                   |
| 霉菌和酵母/CFU/g    | ≤50                                                  | GB 16740-2014          | GB 4789.15-2016 食品安全国家标准 食品微生物学检验 霉菌和酵母计数                 |
| 大肠菌群 MPN/g     | ≤0.92                                                | GB 16740-2014          | GB 4789.3-2016 食品安全国家标准 食品微生物学检验 大肠菌群计数 第一法               |
| 沙门氏菌           | ≤0/25g                                               | GB 16740-2014          | GB 4789.4-2016 食品安全国家标准 食品微生物学检验 沙门氏菌检验                   |
| 金黄色葡萄球菌        | ≤0/25g                                               | GB 16740-2014          | GB 4789.10-2016 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               |
| 乙醇/mg/kg       | ≤5000                                                | 产品特性                   | 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 第二法                |

## 五、确定各项技术内容

样品来源：陕西嘉禾生物科技股份有限公司(以下简称嘉禾生物)、湖南朗林生物资源股份有限公

司(以下简称湖南朗林)、陕西嘉禾药业有限公司(以下简称嘉禾药业)、崇阳县荣信生物科技有限公司(以下简称崇阳荣信)、长沙旭禾生物科技有限公司(以下简称长沙旭禾)、湖南佳沐生物科技有限公司(以下简称湖南佳沐)、四川禾益康生物科技有限公司(以下简称四川禾益康)、湖南绿蔓生物科技股份有限公司(以下简称湖南绿蔓)、赣州禾绿康健生物技术有限公司(以下简称禾绿康健), 9 家生产商共 15 个样品。对照品芍药苷, 白芍对照药材, 赤芍对照药材, 川赤芍对照药材均自中国食品药品检定研究院购买。

表 2 白芍提取物(10%芍药苷) 样品来源表

| 样品提供单位 | 规 格 批 号           |
|--------|-------------------|
| 嘉禾生物   | 批号: CBS-C-A306500 |
|        | 批号: CBS-C-A302009 |
|        | 批号: CBS-C-A301005 |
| 湖南朗林   | 批号: N2023072001   |
|        | 批号: N2023061501   |
|        | 批号: N2023070301   |
| 嘉禾药业   | 批号: CBS-C-C306432 |
|        | 批号: CBS-C-C302012 |
|        | 批号: CBS-C-C301008 |
| 崇阳荣信   | 批号: J230906RX     |
| 长沙旭禾   | 批号: PLE-230601    |
| 佳沐生物   | 批号: TXK-20230621  |
| 四川禾益康  | 批号: 20230629      |
| 湖南绿蔓   | 批号: PRE-230520    |
| 禾绿康健   | 批号: E23090601     |

## 1 工艺要求

本品的原料为毛茛科植物芍药 *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。其制法为: 经乙醇水混合液提取、过滤、浓缩、干燥等工序制成的提取物。

## 2 性状

取本品嗅其气味、尝其滋味; 另取试样适量置于白色瓷盘中观察其色泽、外观, 并检查有无异物。

表 3 白芍提取物性状检验结果

| 样品来源  | 批 号           | 性 状                           |
|-------|---------------|-------------------------------|
| 嘉禾生物  | CBS-C-A306500 | 黄棕色粉末、色泽均匀，味苦，特异性气味，均匀，无可见异物  |
| 嘉禾生物  | CBS-C-A302009 | 黄棕色粉末、色泽均匀，味苦，特异性气味，均匀，无可见异物  |
| 嘉禾生物  | CBS-C-A301005 | 黄棕色粉末、色泽均匀，味苦，特异性气味，均匀，无可见异物  |
| 湖南朗林  | N2023072001   | 黄棕色粉末、色泽均匀，味苦，特异性气味，均匀，无可见异物  |
| 湖南朗林  | N2023061501   | 黄棕色粉末、色泽均匀，味苦，特异性气味，均匀，无可见异物  |
| 湖南朗林  | N2023070301   | 黄棕色粉末、色泽均匀，味苦，特异性气味，均匀，无可见异物  |
| 嘉禾药业  | CBS-C-C306432 | 黄棕色粉末、色泽均匀，味苦，特异性气味，均匀，无可见异物  |
| 嘉禾药业  | CBS-C-C302012 | 黄棕色粉末、色泽均匀，味苦，特异性气味，均匀，无可见异物  |
| 嘉禾药业  | CBS-C-C301008 | 黄棕色粉末、色泽均匀，味苦，特异性气味，均匀，无可见异物  |
| 崇阳荣信  | J230906RX     | 黄棕色粉末、色泽均匀，味苦，特异性气味，均匀，无可见异物  |
| 长沙旭禾  | PLE-230601    | 黄棕色粉末、色泽均匀，味苦，特异性气味，均匀，无可见异物  |
| 佳沐生物  | TXK-20230621  | 黄棕色粉末、色泽均匀，味苦，特异性气味，均匀，无可见异物  |
| 四川禾益康 | 20230629      | 黄棕色粉末、色泽均匀，味苦，特异性气味，均匀，无可见异物  |
| 湖南绿蔓  | PRE-230520    | 黄棕色粉末、色泽均匀，味苦，特异性气味，均匀，无可见异物  |
| 禾绿康健  | E23090601     | 浅黄棕色粉末、色泽均匀，味苦，特异性气味，均匀，无可见异物 |

观察结果为：15 批白芍提取物为浅黄棕色至黄棕色粉末，色泽均匀，味苦，特异性气味，均匀，无可见异物，本标准规定白芍提取物的性状要求描述为：本品为浅棕色至黄棕色、色泽均匀，味苦，具有本品特有的气味，均匀粉末，无肉眼可见异物。

### 3 理化指标

#### 3.1 薄层色谱法鉴别（通则 Y03--薄层色谱法）

##### 3.1.1 仪器试剂

**对照药材溶液：**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 60 分钟，用 0.45 μm 微孔滤膜过滤，即得。

**对照品溶液：**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。

**供试品溶液：**取供试品约 0.1g 于 50ml 的锥形瓶中，加入 70%乙醇 4ml，超声 60 分钟，用 0.45 μm 微孔滤膜过滤，即得。

##### 色谱系统

**薄层板：**硅胶 G 薄层板。

**展开剂：**三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-甲酸（40：5：10：0.2， V/V/V/V）

**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）。

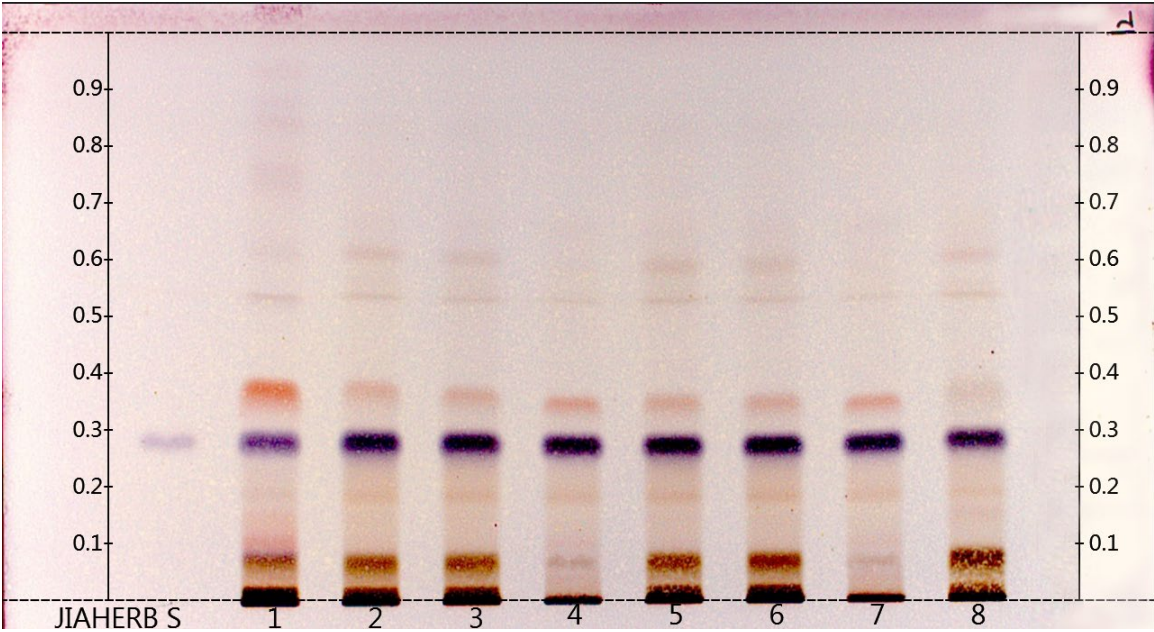
3.1.2 操作步骤

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

3.1.3 测定

喷以显色剂：供试品溶液色谱图中在与芍药苷对照品色谱相应的位置上，显相同颜色斑点，见图 1~2。

图 1 白芍提取物薄层色谱图



S.芍药苷 110736-202246（96.7% 10.44mg/50ml 中检院） 15μL

1.白芍对照药材 120905-202011 10μL

（来源：中检院 拉丁名：Paeonia lactiflora Pall.）

2.白芍提取物 CBS-C-C302012（嘉禾药业） 5μL

3.白芍提取物 CBS-C-C301008（嘉禾药业） 5μL

4.白芍提取物 CBS-C-C306432（嘉禾药业） 5μL

5.白芍提取物 CBS-C-A302009（嘉禾生物） 5μL

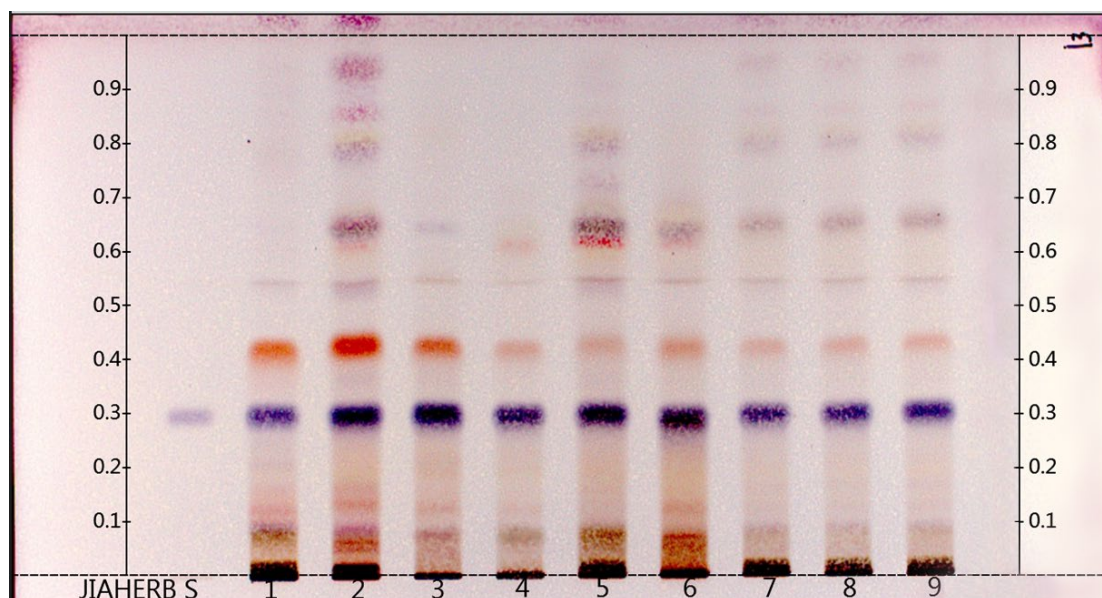
6.白芍提取物 CBS-C-A301005（嘉禾生物） 5μL

7.白芍提取物 CBS-C-A306500（嘉禾生物） 5μL

8.白芍提取物 TXK-20230621（佳沐生物）

5 $\mu$ L

图2 白芍提取物薄层色谱图



S.芍药苷 110736-202246（96.7% 10.44mg/50ml 中检院） 15 $\mu$ L

1.白芍对照药材 120905-202011

10 $\mu$ L

（来源：中检院 拉丁名：Paeonia lactiflora Pall.）

2.白芍提取物 E23090601（禾绿康健）

5 $\mu$ L

3.白芍提取物 230629（四川禾益康）

5 $\mu$ L

4.白芍提取物 PRE-230520（湖南绿蔓）

5 $\mu$ L

5.白芍提取物 J230906RX（10% 崇阳荣信）

5 $\mu$ L

6.白芍提取物 PLE-230601（长沙旭禾）

5 $\mu$ L

7.白芍提取物 N2023061501（湖南朗林）

5 $\mu$ L

8.白芍提取物 N2023070301（湖南朗林）

5 $\mu$ L

9.白芍提取物 N2023072001（湖南朗林）

5 $\mu$ L

白芍提取物薄层色谱图 1~2 可见，喷以显色剂，不同来源的白芍提取物供试品色谱中，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。因此，将供试品色谱中，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订入本标准。

### 3.2 芍药苷含量测定（通则 Y04--高效液相色谱法）

#### 3.2.1 仪器和设备

分析天平，感量为 0.01mg。

高效液相色谱仪。

超声波清洗器。

### 3.2.2 试剂和材料

甲醇（分析纯）。

水（三级水）。

乙腈（色谱纯）。

磷酸（分析纯）。

对照品如下：

——芍药苷，CAS 号 23180-57-6，纯度 $\geq 90.0\%$ ；

### 3.2.3 参考色谱条件与系统适用性

色谱柱： $C_{18}$ (250mm $\times$ 4.6mm, 5 $\mu$ m)

检测波长：230nm

流速：1.0ml/min

流动相：乙腈-0.1%磷酸溶液（14：86，V/V）

柱温：30℃

进样量：10 $\mu$ l

系统适应性：理论塔板数以芍药苷计不得低于 2000。

### 3.2.4 溶液制备

#### 3.2.4.1 对照品溶液制备

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。

#### 3.2.4.2 供试品溶液制备

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 30 分钟，放置至室温，并用甲醇稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

### 3.2.5 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，按公式计算。

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

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，%。

3.2.6 系统适应性试验

取 3.2.4.1 项下制备的芍药苷对照品溶液（浓度 0.2mg/mL），重复进样 6 次，分别计算峰面积及保留时间的 RSD 值，保留时间和峰面积的 RSD 值应不高于 1.5%。理论塔板数，以芍药苷计应不低于 2000。见表 4。

表 4 系统适应性试验结果

| 进样次序  | 1       | 2       | 3       | 4       | 5       | 6       | RSD   |
|-------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|-------|
| 保留时间  | 16.547  | 16.560  | 16.560  | 16.540  | 16.520  | 16.493  | 0.16% |
| 峰面积   | 16.6236 | 16.5979 | 16.6610 | 16.5032 | 16.8043 | 17.0005 | 1.06% |
| 理论塔板数 | 14844   | 14946   | 14899   | 14816   | 14796   | 15060   | /     |

3.2.7 精密度试验

3.2.7.1 重复性试验

取白芍提取物（批号 CBS-C-A161469）同一天内按 3.2.4.2 项下制备的 6 份供试品溶液，按 3.2.3 项下色谱条件测定，分别用两份对照品计算样品中芍药苷含量，12 个平行测定结果的 RSD 为 1.36% < 1.5%，方法重复性符合要求。见表 5。

表 5 重复性试验结果

| 进样序次              | 1#    | 2#    | 3#    | 4#    | 5#    | 6#    |
|-------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 含量(%)对照 1         | 10.56 | 10.34 | 10.57 | 10.51 | 10.22 | 10.32 |
| 含量(%)对照 2         | 10.57 | 10.35 | 10.58 | 10.52 | 10.23 | 10.30 |
| RSD%(n=12): 1.36% |       |       |       |       |       |       |

3.2.7.2 中间精密度试验

在规定的测试条件下，两个检验员采用分别采用 Waters2695-2998 高效液相色谱系统和 DIONEX UltiMate3000 高效液相色谱系统分别对同一白芍提取物样品做 4 个平行测定，计算样品中芍药苷含量。两个人测定含量平均值分别为 10.46%和 10.29，相对平均偏差 0.82%<1.5%，符合要求。8 个平行测定结果的 RSD 为 1.32%<1.5%，方法中间精密度符合要求。见表 6。

表 6 中间精密度试验结果

| 进样序次             |          | 1#    | 2#    | 3#    | 4#    | 平均值   |
|------------------|----------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 人员 1             | 芍药苷含量(%) | 10.49 | 10.37 | 10.50 | 10.46 | 10.46 |
| 人员 2             | 芍药苷含量(%) | 10.43 | 10.12 | 10.39 | 10.21 | 10.29 |
| RSD%(n=8): 1.32% |          |       |       |       |       |       |

3.2.8 线性关系试验

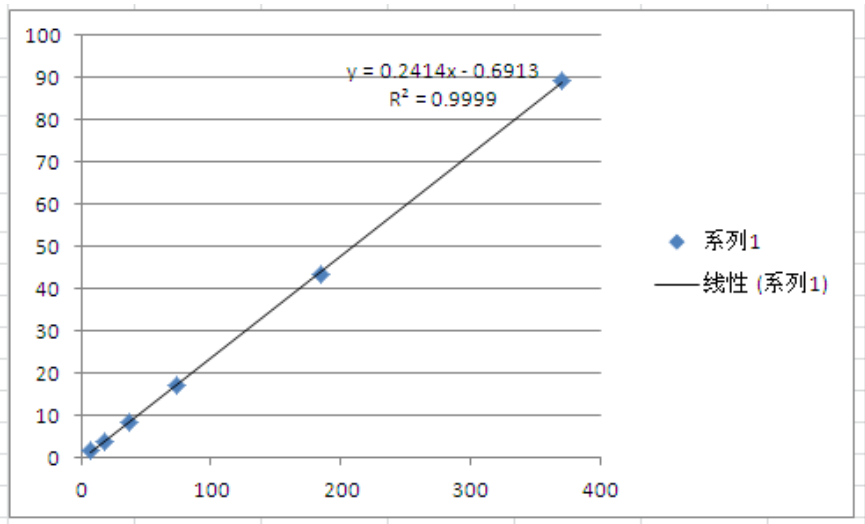
称取芍药苷对照品约 10mg 于 25ml 的量瓶中，加甲醇超声溶解后稀释至刻度，作为对照品储备液。分别精密吸取上述对照品储备液 0.2ml、0.5ml、1.0ml、2.0ml、5.0ml、10.0ml 于 10ml 的量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀，即得 8μg/ml、20μg/ml、40μg/ml、80μg/ml、200μg/ml、400μg/ml 的系列对照品溶液。将上述 6 个浓度芍药苷系列对照品溶液在测量条件下测定芍药苷的峰面积，以浓度(μg/ml)为横坐标、峰面积为纵坐标求得回归方程：Y=0.2283X-0.6910，R²=0.99986。结果表明芍药苷在 7.41~370.45ug/ml 范围内与峰面积呈良好的线性关系，见表 7。

表 7 芍药苷标准曲线试验结果

|                  |        |        |        |         |         |         |
|------------------|--------|--------|--------|---------|---------|---------|
| 对照品浓度<br>(μg/mL) | 7.41   | 18.52  | 37.05  | 74.09   | 185.23  | 370.45  |
| 峰面积              | 1.5702 | 3.8487 | 8.2067 | 16.9881 | 43.3595 | 89.0798 |

以芍药苷对照品的浓度(μg/mL)为横坐标，峰面积为纵坐标，求得回归方程：Y=0.2414X-0.6913，R²=0.9999。结果表明芍药苷在 7.41~370.45μg/mL 范围内与峰面积呈良好的线性关系。标准曲线如图3。

图3 芍药苷标准曲线



3.2.9 稳定性试验

取同一均匀的白芍提取物样品溶液，分别在放置0小时、2小时、4小时、6小时、12小时、24小时后，进样检测，记录峰面积，结果见表6。结果显示样品溶液在放置24小时内，样品溶液 6 个峰面积

RSD为1.36%<1.5%，表明本品溶液在24小时内稳定。见表8。

表 8 稳定性试验结果

| 时间(小时) | 0       | 2       | 4       | 6       | 12      | 24      | RSD<br>(%, n=6) |
|--------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|-----------------|
| 芍药苷峰面积 | 1054941 | 1062303 | 1062406 | 1066388 | 1072308 | 1096449 | 1.36            |

3.2.10 准确度试验

分别称取 9 份白芍提取物样品(10%规格，分三组，样品称样量分别约为 15mg，20mg，25mg)，置 50mL 容量瓶中，加适量甲醇，备用。另取芍药苷对照品 24.80mg 置 25ml 容量瓶中，加甲醇溶解并定容(浓度为 0.992mg/ml)，分别吸取该对照品溶液 2.5mL(芍药苷量 2.3461mg)、2.0ml(芍药苷量 1.8769mg)、1.5ml(芍药苷量 1.4076mg)各三份，分三组加入已称取样品的 9 个容量瓶中，混匀，加入约 30ml 甲醇，超声 30 分钟溶解后，放置至室温，用甲醇稀释至刻度，过滤，进样测定，计算各芍药苷的回收率，9 组检测回收率为 95.9%~101.1%，在 95%~102%范围内，方法准确度符合要求。结果见表 9。

表 9 芍药苷回收率结果

| 序号 | 称样量<br>(mg) | 样品中白芍<br>苷的量(mg) | 对照品加入量(mg) | 测得量(mg) | 回收率(%)  |
|----|-------------|------------------|------------|---------|---------|
| 1  | 15. 81      | 1. 6537          | 2. 3461    | 3. 9798 | 99. 15  |
| 2  | 13. 22      | 1. 3828          | 2. 3461    | 3. 6322 | 95. 88  |
| 3  | 18. 08      | 1. 8912          | 2. 3461    | 4. 2621 | 101. 06 |
| 4  | 21. 73      | 2. 2730          | 1. 8769    | 4. 1421 | 99. 59  |
| 5  | 23. 42      | 2. 4497          | 1. 8769    | 4. 2674 | 96. 85  |
| 6  | 21. 53      | 2. 2520          | 1. 8769    | 4. 0870 | 97. 77  |
| 7  | 26. 74      | 2. 7970          | 1. 4076    | 4. 2021 | 99. 80  |
| 8  | 24. 52      | 2. 5648          | 1. 4076    | 3. 9746 | 100. 16 |
| 9  | 25. 66      | 2. 6840          | 1. 4076    | 4. 0461 | 96. 76  |

回收率的计算：（测得量-样品中芍药苷的量）/（对照品加入量）×100%

3.2.11 超声提取时间对含量测定的影响

取同一均匀的白芍提取物样品(含量约为 10%)6 份，各约 20mg，置 50ml 容量瓶中，加入 40ml 甲醇，每两个一组，分别超声提取 20 分钟、30 分钟、40 分钟后，用甲醇稀释至刻度，检测含量，结果显示，超声提取时间在 20 分钟到 40 分钟，检测结果稳定，6 个检测结果 RSD 为 1.38%<1.5%，符合方法稳定性要求。见表 10。

表 10 超声提取时间的影响

| 超声时间 | 20 分钟 | 30 分钟 | 40 分钟 |
|------|-------|-------|-------|
|------|-------|-------|-------|

|                  |       |       |       |
|------------------|-------|-------|-------|
|                  | 10.29 | 10.27 | 10.42 |
| 芍药苷含量(%)         | 10.44 | 10.66 | 10.50 |
| RSD%(n=6): 1.38% |       |       |       |

表 13 显示，超声时间在 20 分钟到 40 分钟，检测结果稳定。因此，本标准方法选用超声 30 分钟。

3.2.12 不同溶剂对含量测定的影响

取同一均匀的白芍提取物样品(含量约为 10%)6 份，分别用稀乙醇、50%甲醇、甲醇进行溶解，在规定测试条件下分析，分别测定样品中芍药苷的含量，结果见表 7。结果显示，三种样品采用不同溶剂溶解后 RSD 为 1.65%<1.5%，表明，三种溶剂中样品溶解性都比较好，检测结果一致。结果见表 11 和图 4-6。

| 表 11 不同溶剂对含量测定的影响 |           |        |       |
|-------------------|-----------|--------|-------|
| 稀乙醇溶解结果           | 50%甲醇溶解结果 | 甲醇溶解结果 | RSD   |
| 10.18%            | 10.50%    | 10.52% | 1.65% |
| 10.14%            | 10.18%    | 10.26% |       |

图 4 稀乙醇溶解色谱图

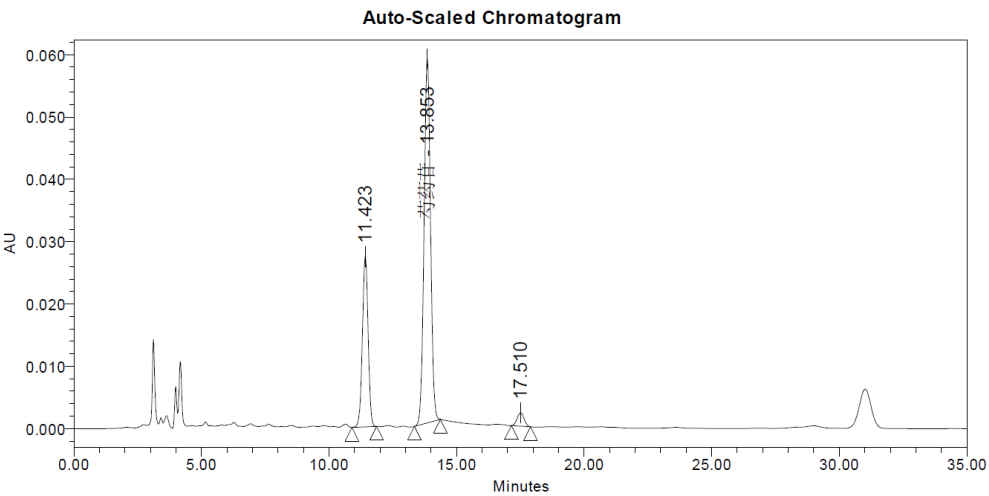


图 5 50%甲醇溶解色谱图

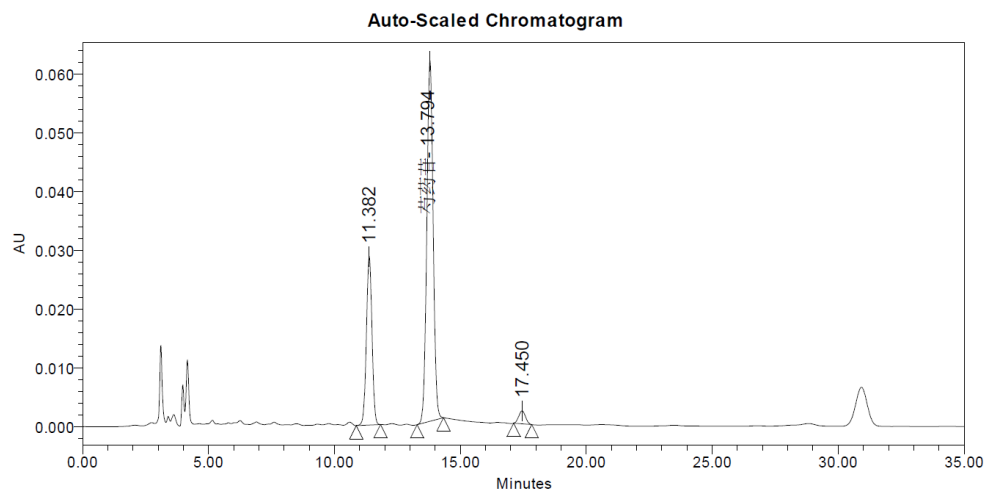


图 6 甲醇溶解色谱图

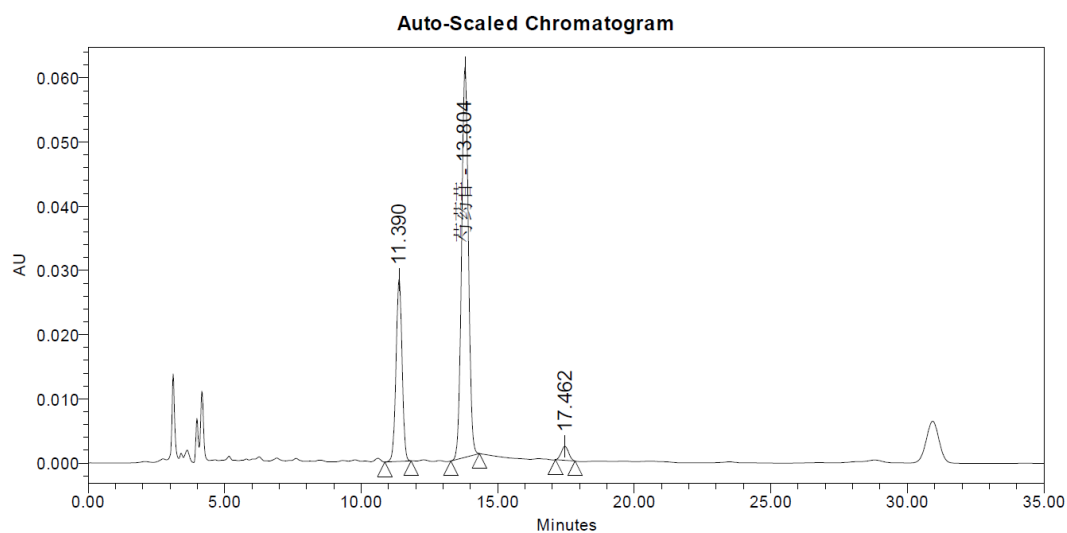


表 11 显示，用不同溶剂溶解样品，样品溶解性都比较好，检测结果一致。从样品溶解和提取工艺方面考虑，选择使用甲醇溶解样品。

### 3.2.13 不同色谱柱的耐用性试验

取白芍提取物(CBS-C-A161469，芍药苷含量约为 10% )按 3.2.4.2 项下制备的 2 份供试品溶液，分别采用不同色谱柱，按 3.2.3 项下色谱条件分别测定样品的含量，检测结果见表 12，不同色谱柱分离效果见图 7~9。

色谱柱信息：

色谱柱 1：Aglient 5TC-C18(2) 5 $\mu$ m 250\*4.6mm

色谱柱 2：Hypersil ODS(C18) 5 $\mu$ m 150\*4.6mm

色谱柱 3：Hungpu T3 5 $\mu$ m DIM: 250\*4.6mm

表 12 不同色谱柱对含量测定的影响

| 称样量    | 色谱柱类型 | 含量(%) | RSD(%, n=6) |
|--------|-------|-------|-------------|
| 35.56g | 色谱柱 1 | 10.44 | 0.87        |
|        | 色谱柱 2 | 10.48 |             |
|        | 色谱柱 3 | 10.40 |             |
| 37.45g | 色谱柱 1 | 10.55 |             |
|        | 色谱柱 2 | 10.40 |             |
|        | 色谱柱 3 | 10.28 |             |

图 7 色谱柱 1 (Aglient 5TC-C18(2) 5 $\mu$ m 250\*4.6mm)色谱图

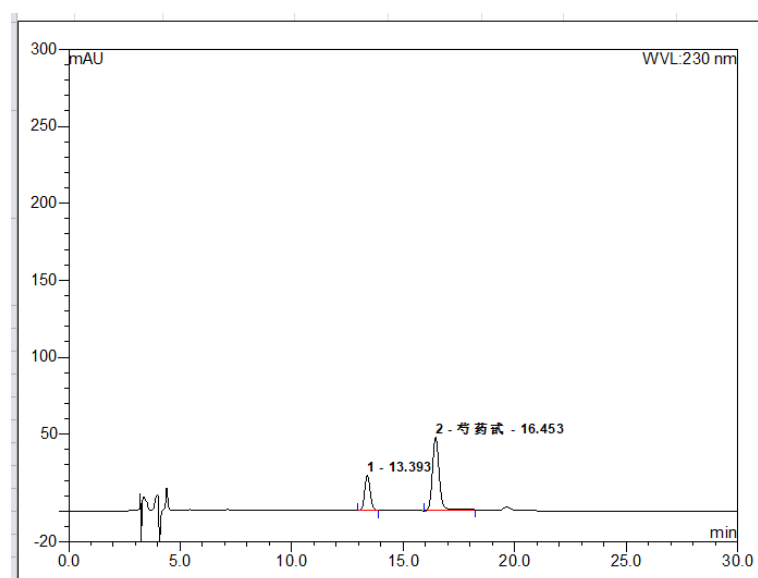


图 8 色谱柱 2(Hypersil ODS(C18) 5 $\mu$ m 150\*4.6mm)色谱图

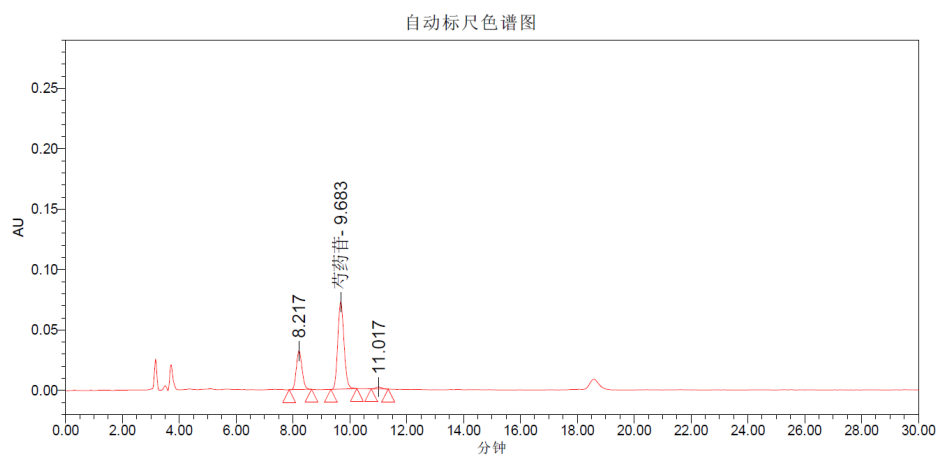


图 9 色谱柱 3(Hungpu T3 5 $\mu$ m DIM: 250\*4.6mm)色谱图

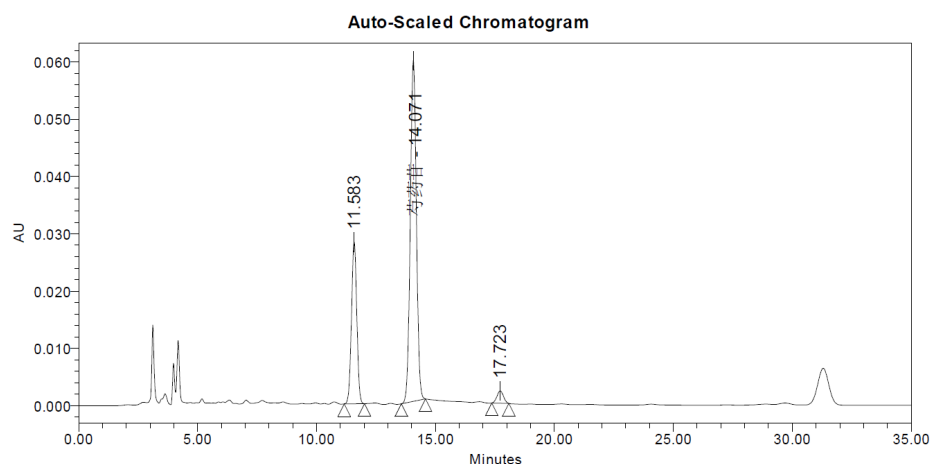


表 12 和图 7~9 显示，三种不同色谱柱测定结果一致，三种不同色谱柱均可有效分离芍药苷。因此，本标准方法中色谱柱选用十八烷基键合硅胶柱(150mm 或 250mm×4.6mm，5 $\mu$ m)。

### 3.2.14 专属性考察试验

取芍药苷对照品溶液(80  $\mu$ g/ml)和白芍提取物样品溶液各一份用二极管阵列检测器在 200-400nm 波长进行扫描，同时做试剂空白。结果如图 10，11，12 所示，如图所示，对照品、样品均在 230.9nm 波长下有最大吸收，试剂空白没有，符合方法专属性要求。

图 10 对照品溶液全波长扫描图

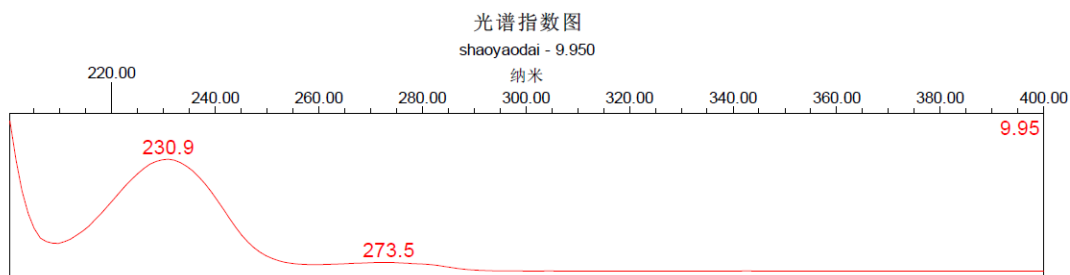


图 11 样品溶液全波长扫描图

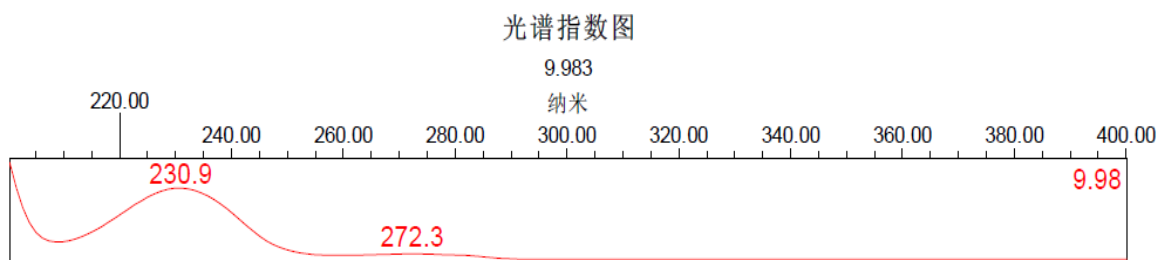
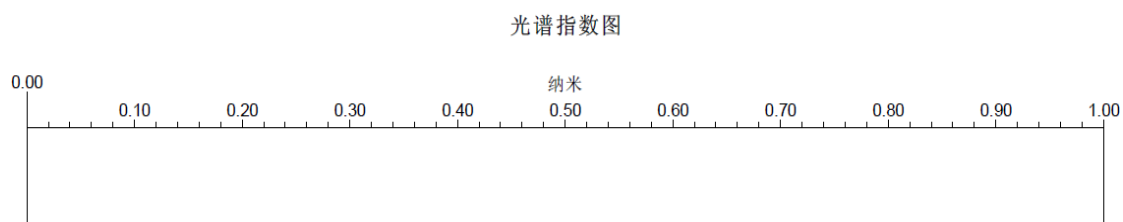


图 12 试剂空白全波长扫描图



### 3.2.15 样品测定

取本品按3.2.4.2项下制备供试品溶液，按照3.2.3项下色谱条件测定，精密量取10 $\mu$ L，注入液相色谱仪，记录色谱图。另取芍药苷对照品按3.2.4.1项下制备的对照品溶液，同法测定，按3.2.5项下公式计算，即得。白芍提取物芍药苷含量测定结果见下表13。

表 13 白芍提取物芍药苷含量测定结果

| 样品来源  | 批 号           | 芍药苷含量(%) |
|-------|---------------|----------|
| 嘉禾生物  | CBS-C-A306500 | 11.96    |
| 嘉禾生物  | CBS-C-A302009 | 11.46    |
| 嘉禾生物  | CBS-C-A301005 | 10.73    |
| 湖南朗林  | N2023072001   | 11.34    |
| 湖南朗林  | N2023061501   | 10.98    |
| 湖南朗林  | N2023070301   | 11.34    |
| 嘉禾药业  | CBS-C-C306432 | 12.10    |
| 嘉禾药业  | CBS-C-C302012 | 11.55    |
| 嘉禾药业  | CBS-C-C301008 | 10.89    |
| 崇阳荣信  | J230906RX     | 11.84    |
| 长沙旭禾  | PLE-230601    | 10.97    |
| 佳沐生物  | TXK-20230621  | 12.06    |
| 四川禾益康 | 20230629      | 10.97    |
| 湖南绿蔓  | PRE-230520    | 10.36    |
| 禾绿康健  | E23090601     | 11.67    |

上述方法学验证表明，白芍提取物中芍药苷含量的高效液相色谱法其系统适应性、精密度、线性关系、准确度、耐用性、专属性等均符合要求，该方法稳定、可靠、可行，可以作为白芍提取物中芍药苷的含量测定方法，订入本标准。

上表可见，15 批白芍提取物中芍药苷含量按干燥品计算，均大于 10%，与规格含量相符，该规格能够满足大多数样品的要求。因此，将本品含芍药苷以干燥品计不少于 10%订入本标准。

各批次的样品图谱见图 13-27。

图 13 白芍提取物(批号 CBS-C-A306500)色谱图

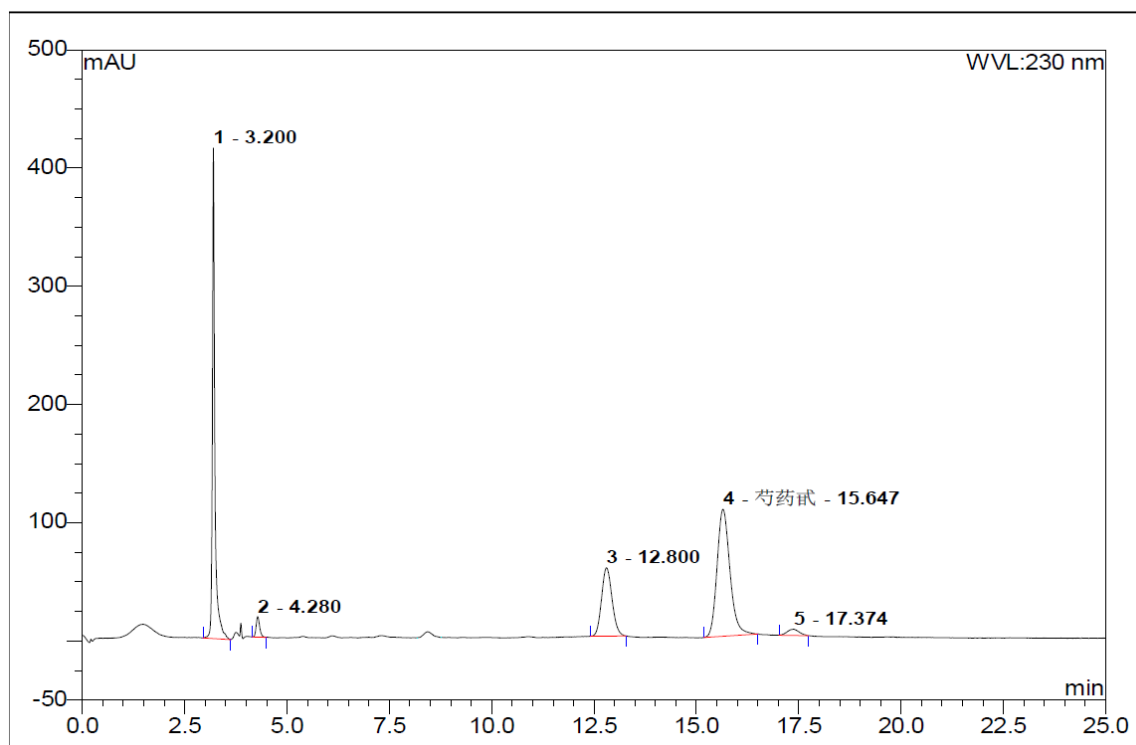


图 14 白芍提取物(批号 CBS-C-A302009)色谱图

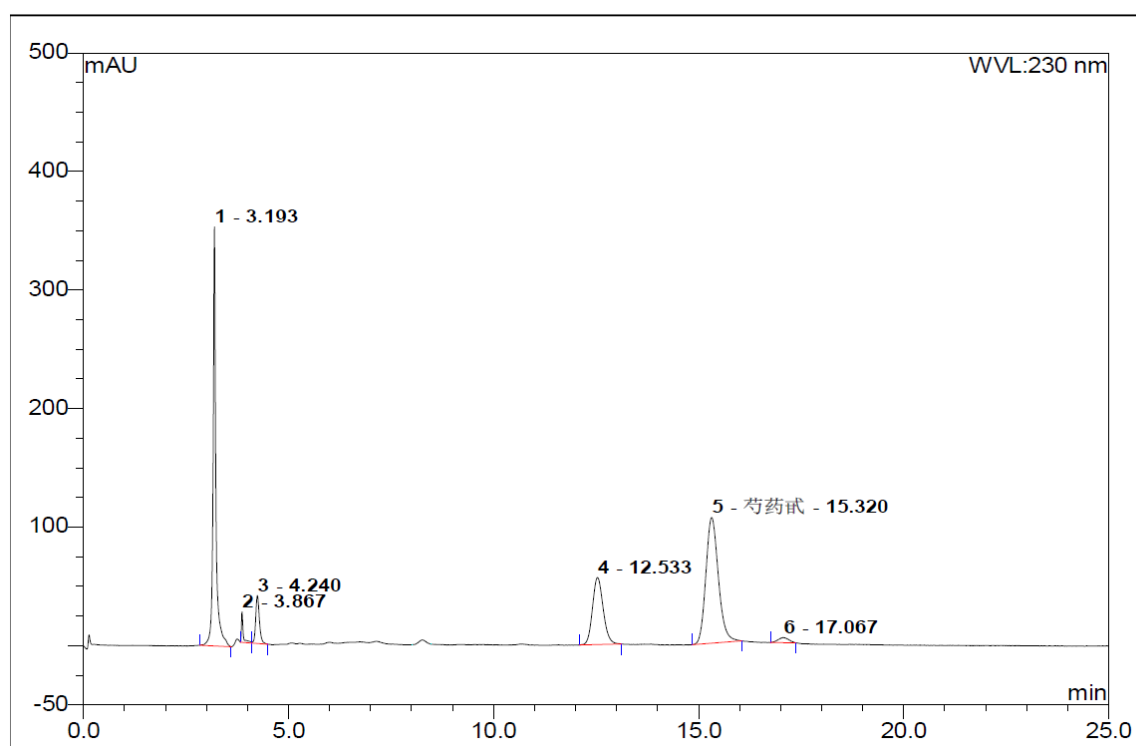


图 15 白芍提取物(批号 CBS-C-A301005)色谱图

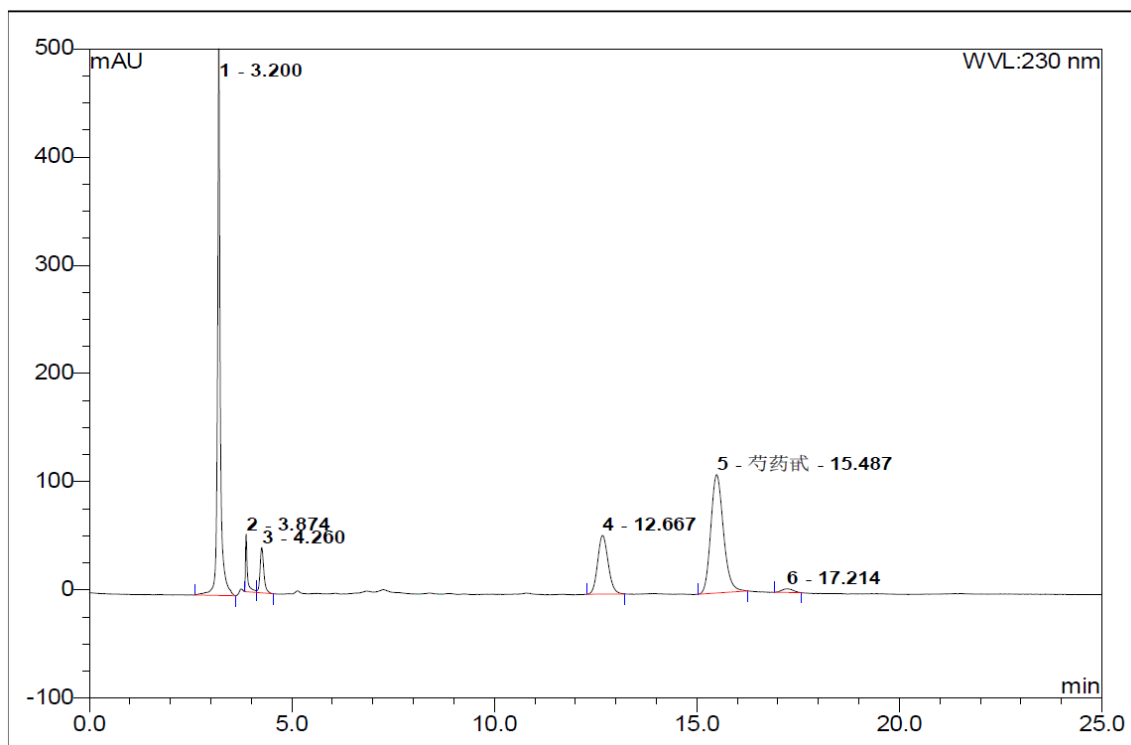


图 16 白芍提取物(批号 N2023072001)色谱图

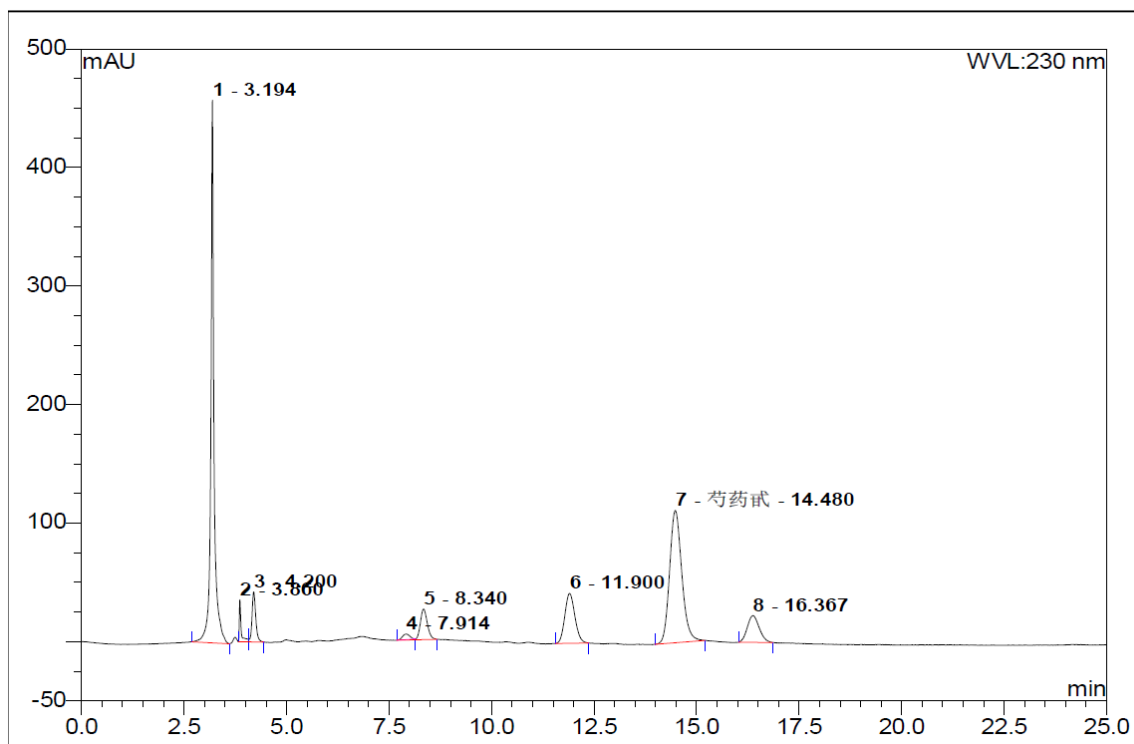


图 17 白芍提取物(批号 N2023061501)色谱图

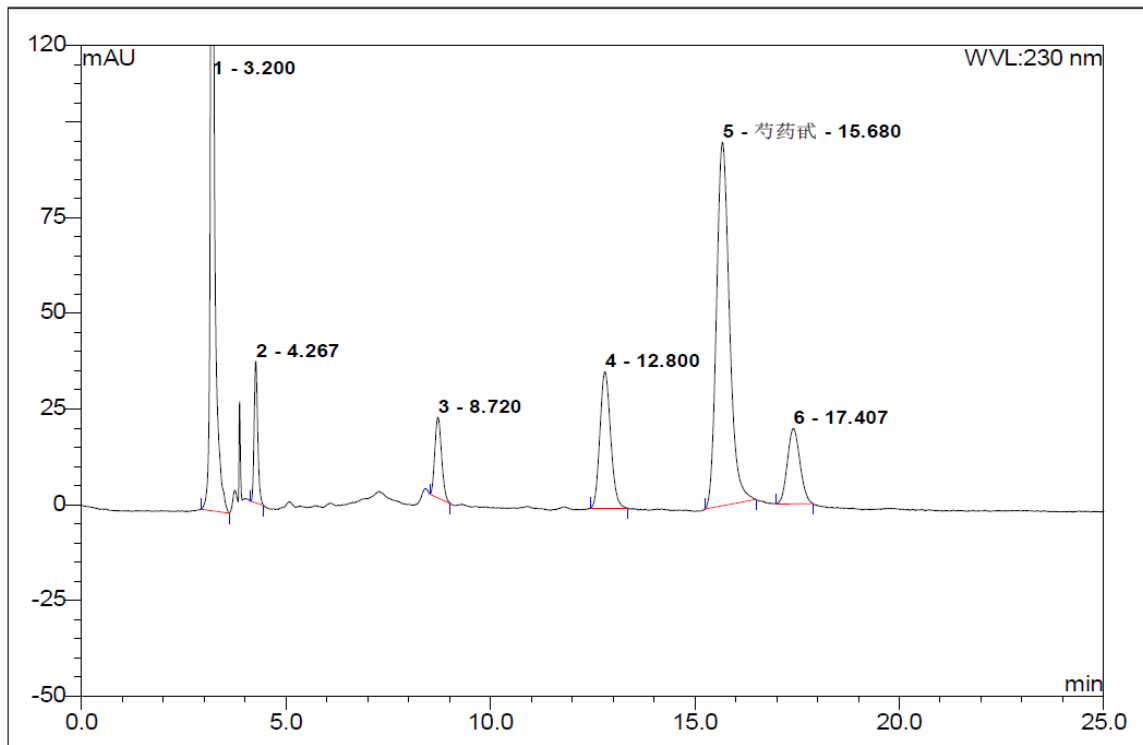


图 18 白芍提取物(批号 N2023070301)色谱图

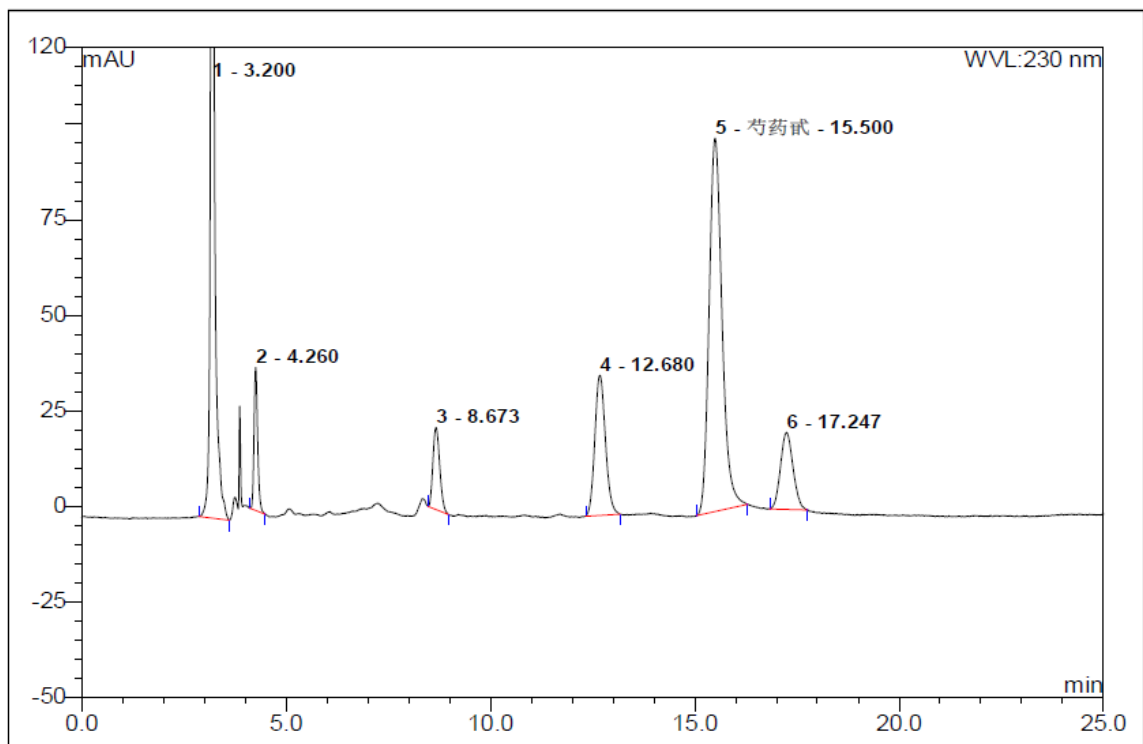


图 19 白芍提取物(批号 CBS-C-C306432)色谱图

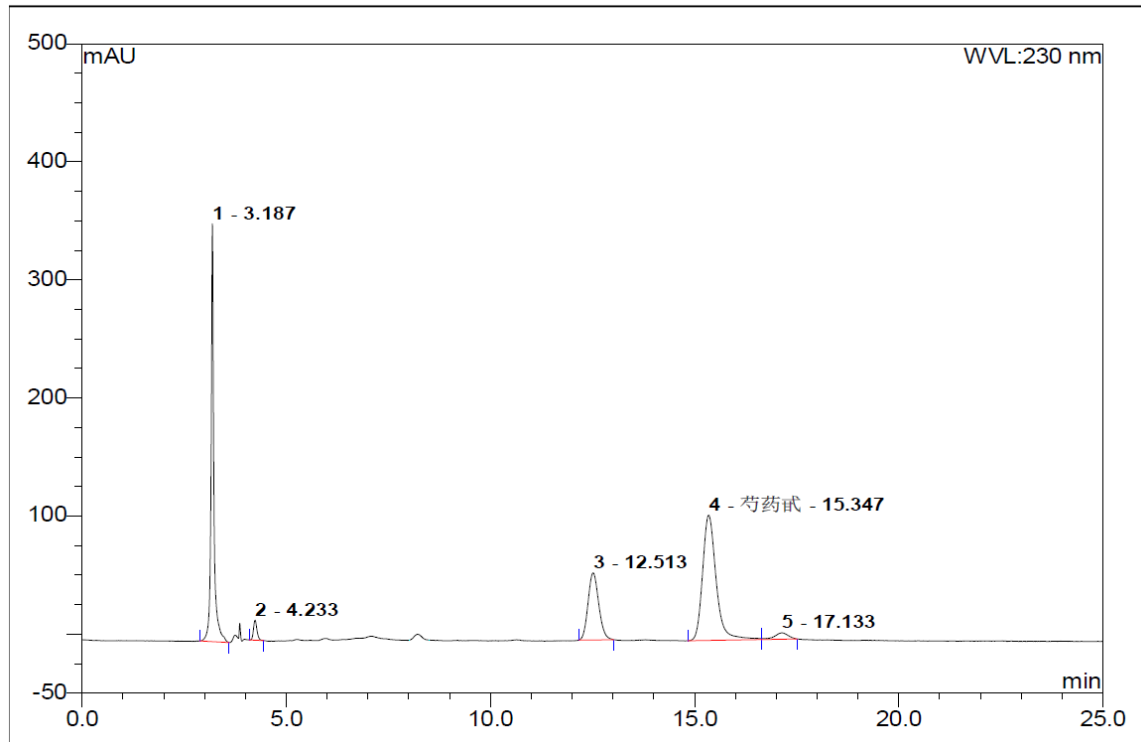


图 20 白芍提取物(批号 CBS-C-C302012)色谱图

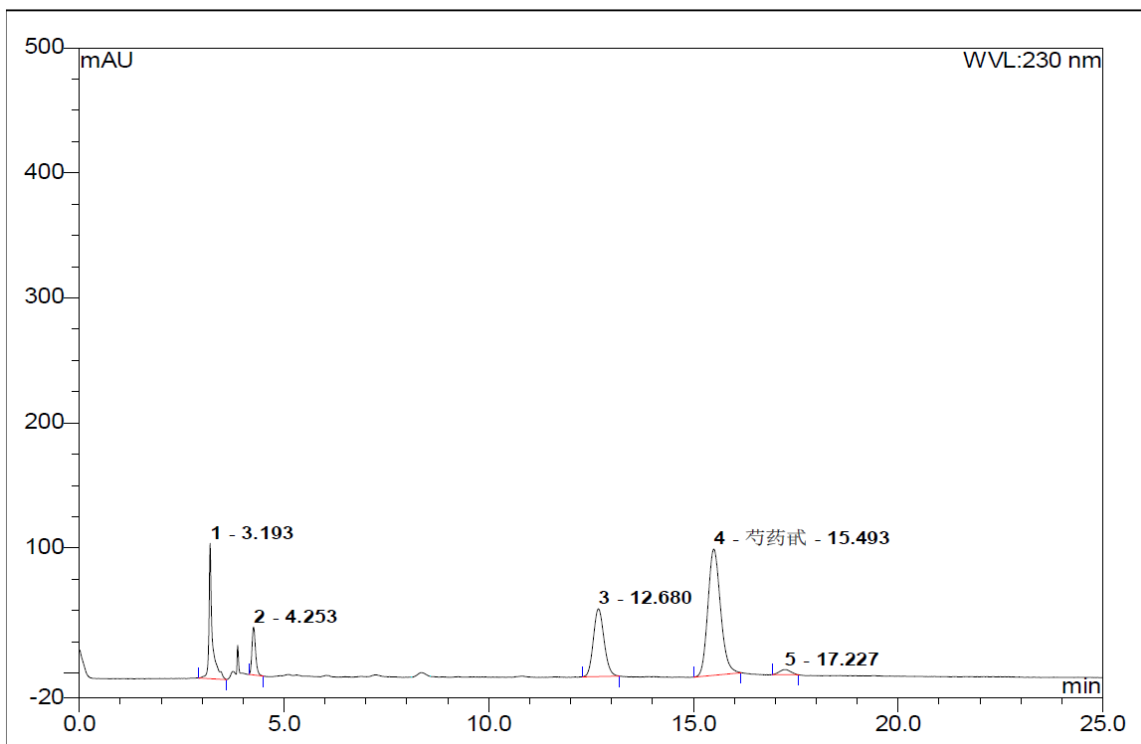


图 21 白芍提取物(批号 CBS-C-C301008)色谱图

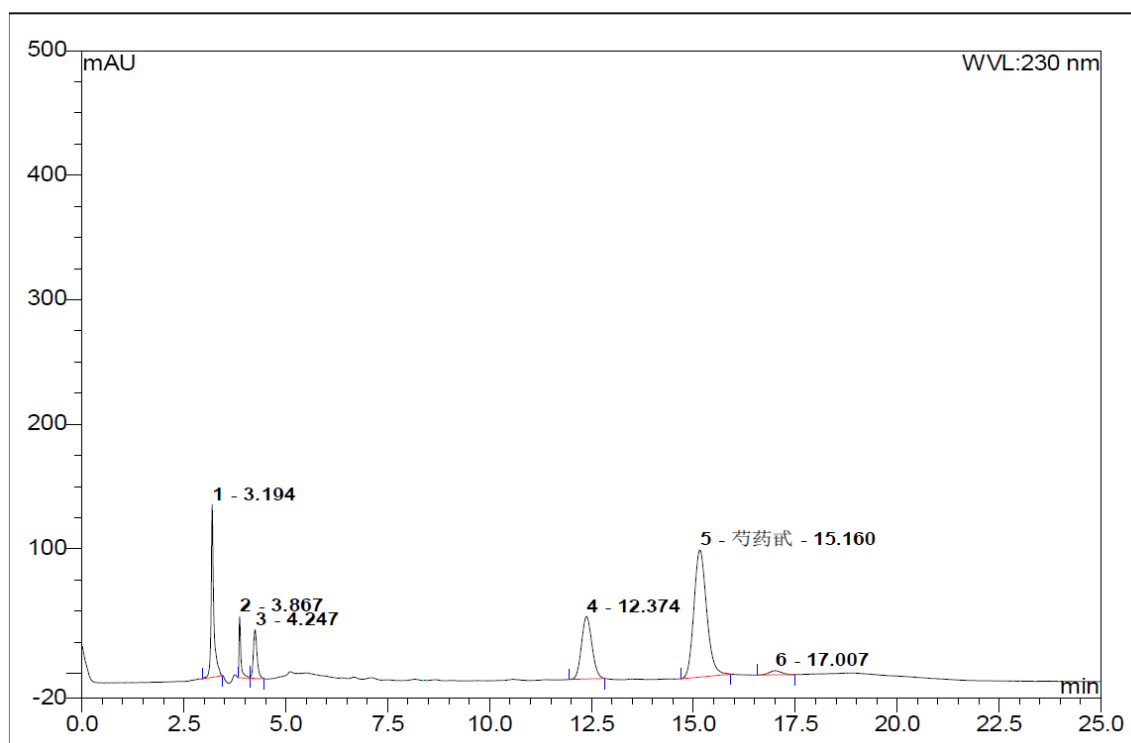


图 22 白芍提取物(批号 J230906RX)色谱图

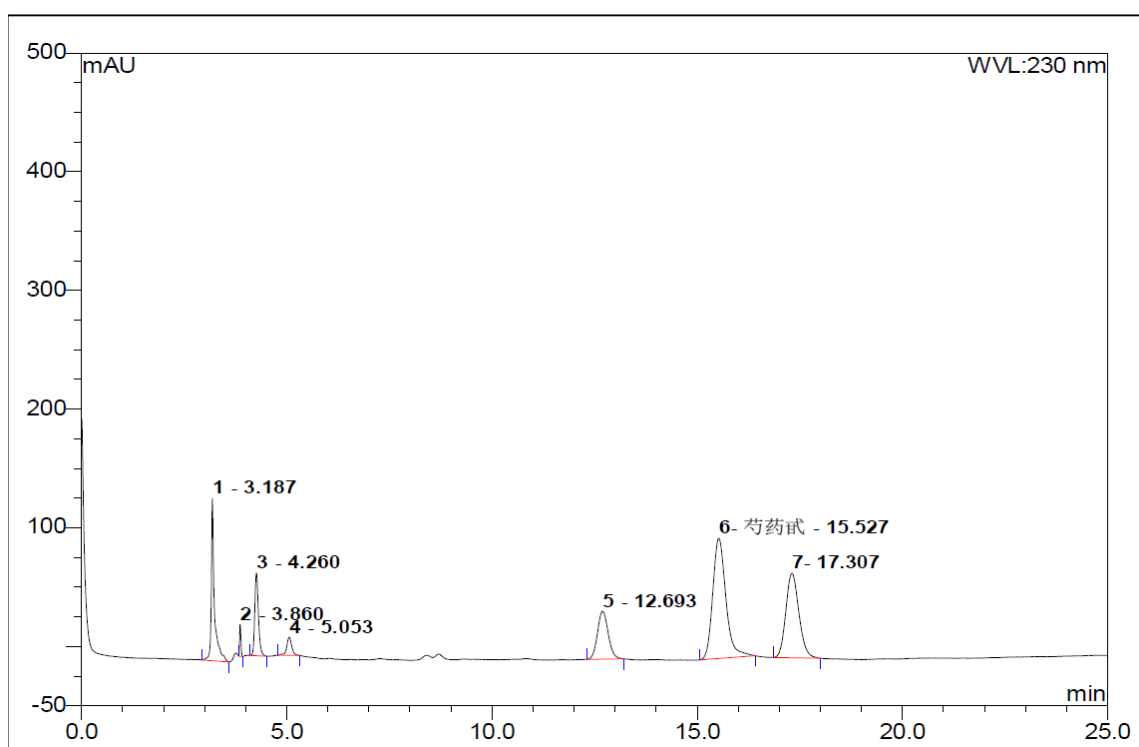


图 23 白芍提取物(批号 PLE-230601)色谱图

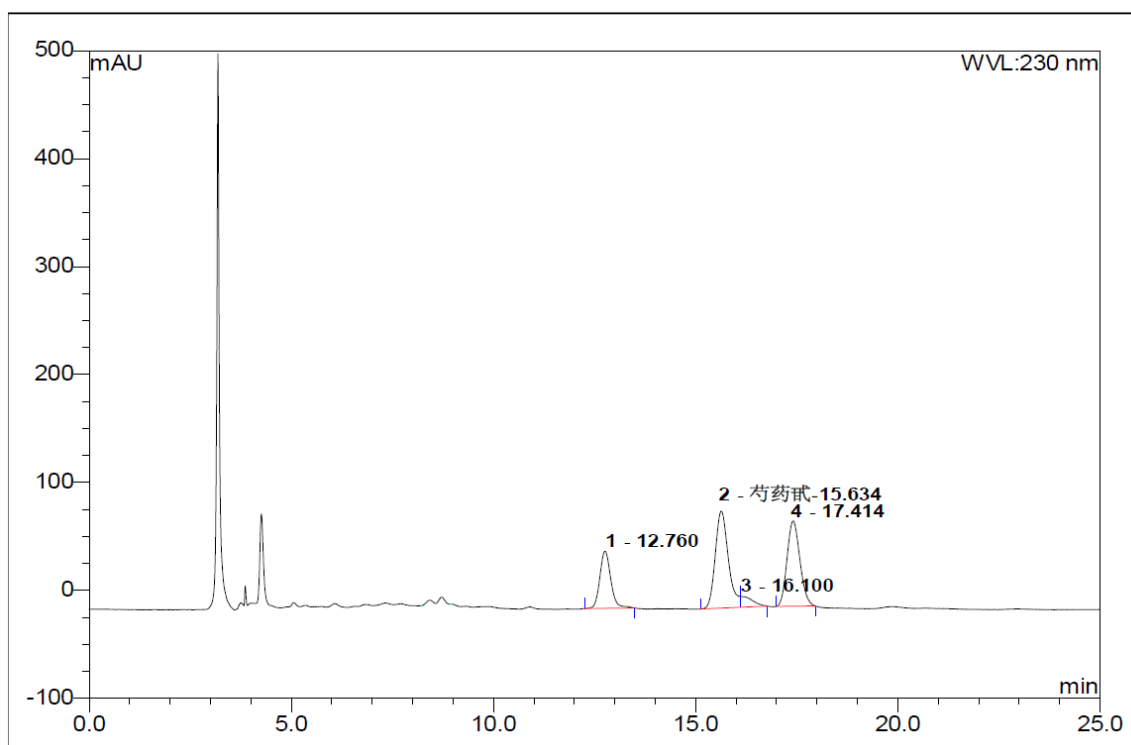


图 24 白芍提取物(批号 TXK-20230621)色谱图

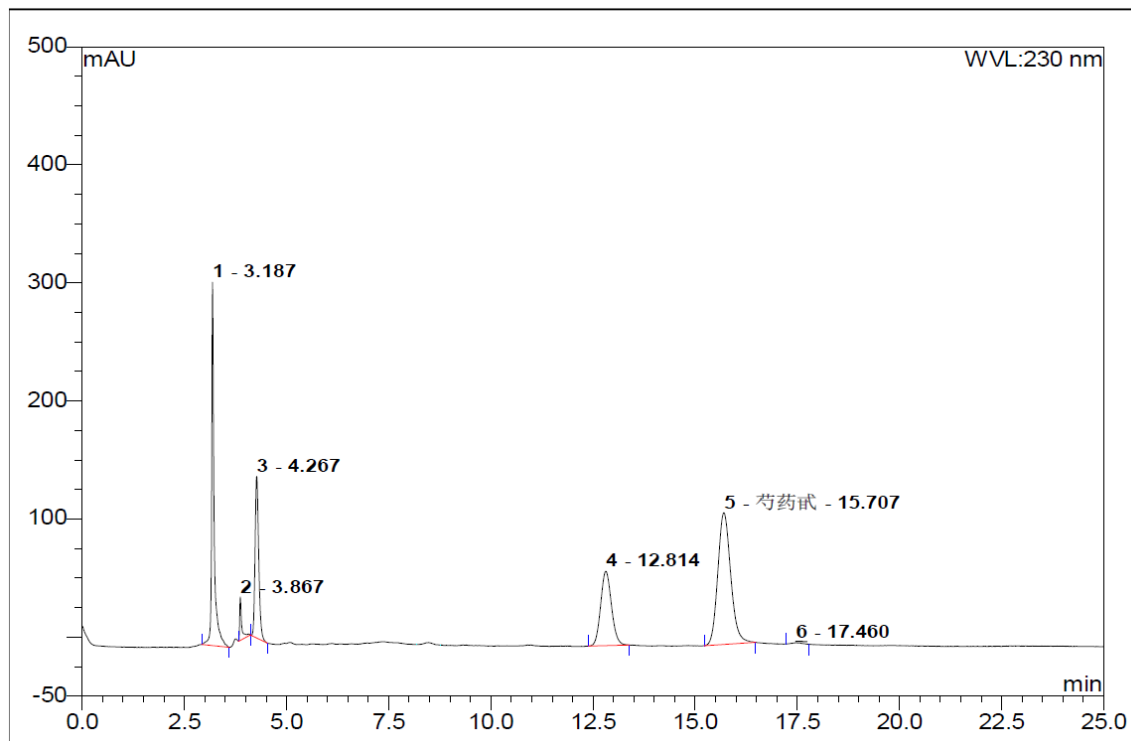


图 25 白芍提取物(批号 230629)色谱图

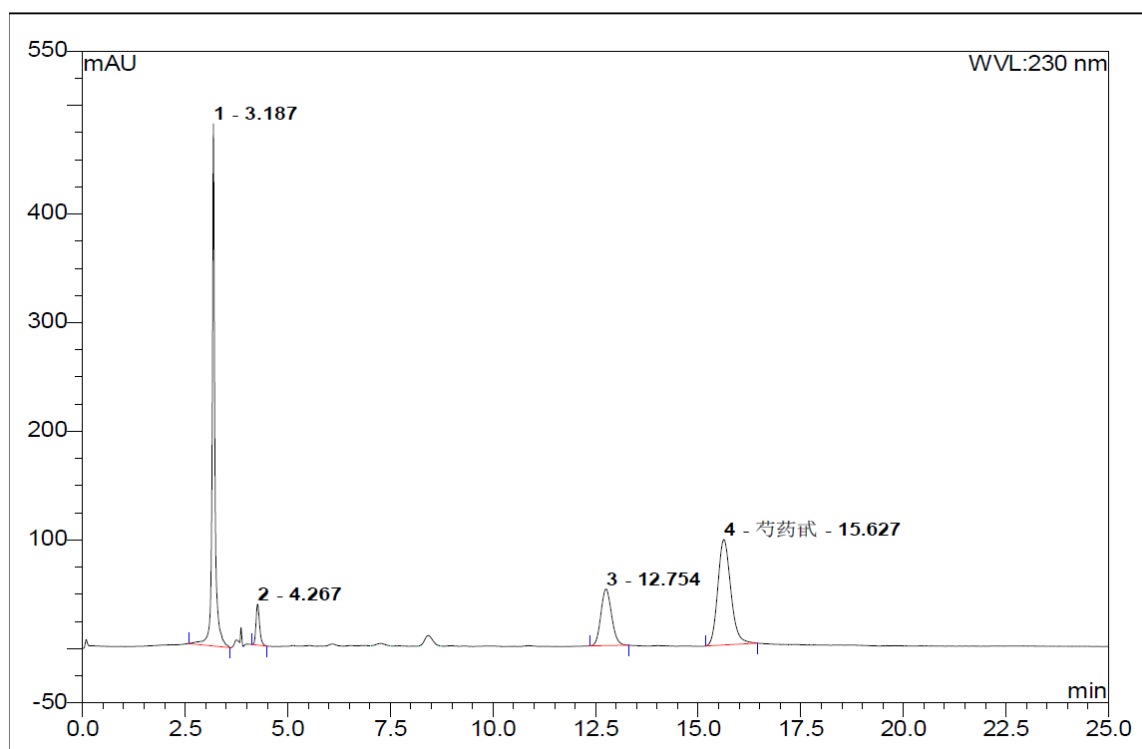


图 26 白芍提取物(批号 PRE-230520)色谱图

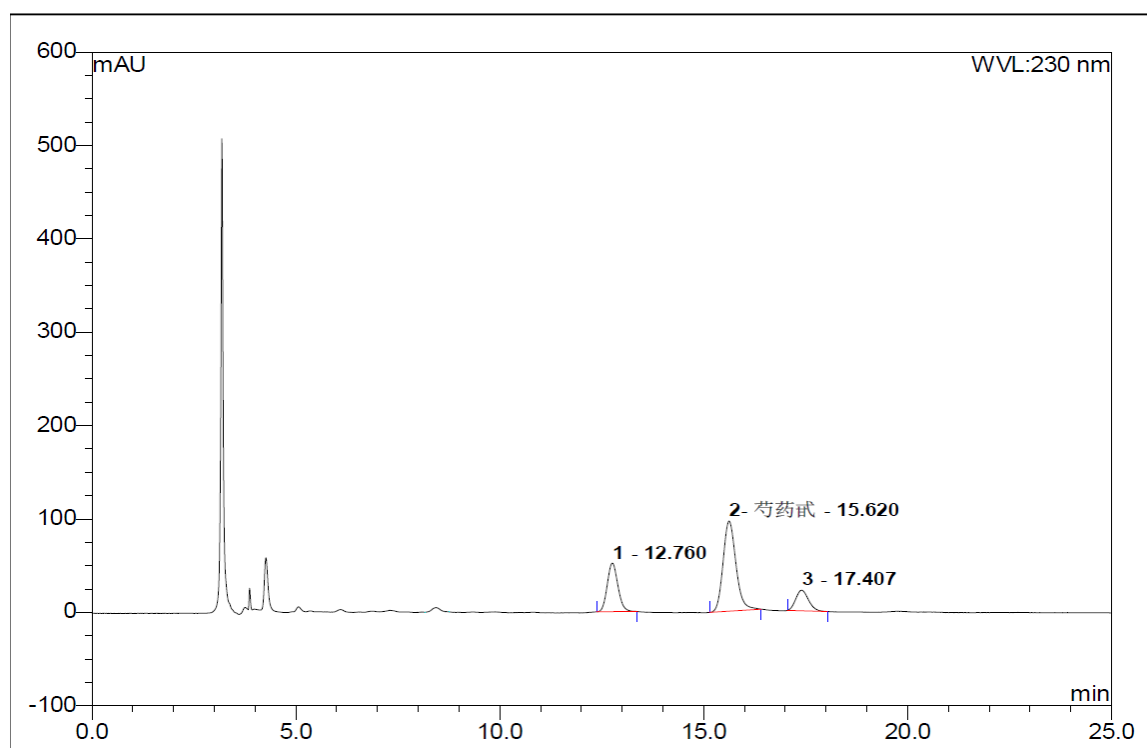
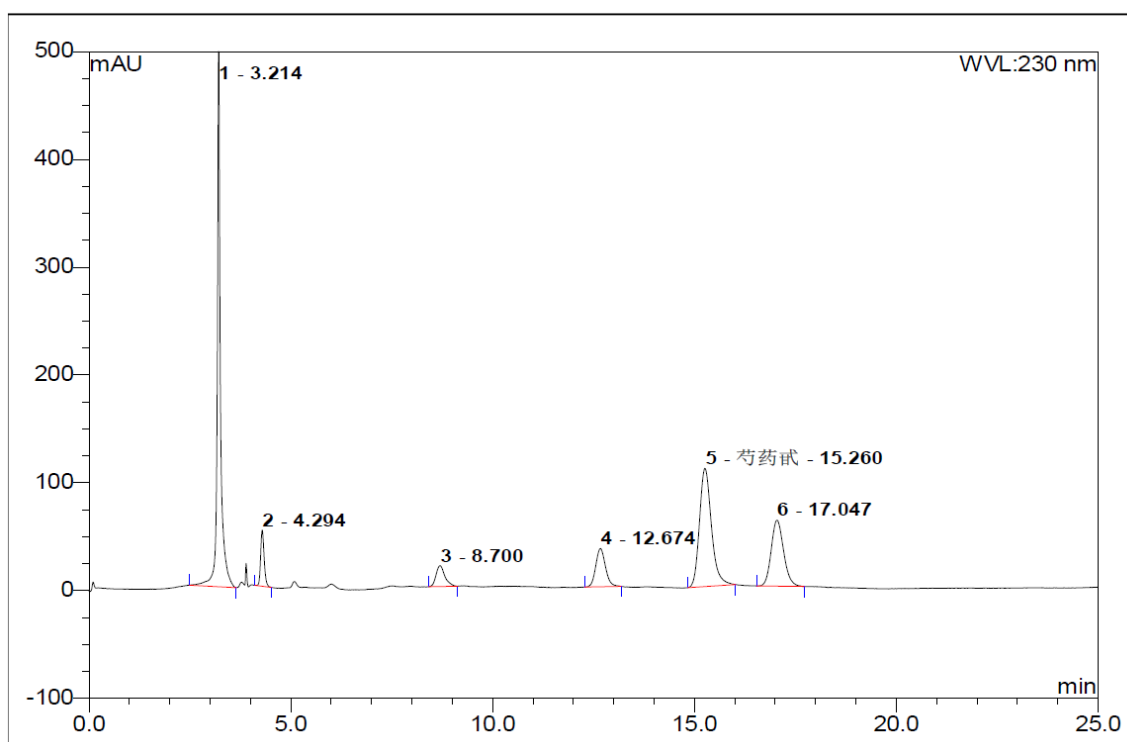


图 27 白芍提取物(批号 E23090601)色谱图



### 3.3 粒度的测定

按通则Y07--粒度和粒度分布测定法（第二法筛分法）进行。检测结果见表14。

表 14 白芍提取物粒度测定结果(80 目筛)

| 样品来源  | 批 号           | 粒度(%) |
|-------|---------------|-------|
| 嘉禾生物  | CBS-C-A306500 | 96.7  |
| 嘉禾生物  | CBS-C-A302009 | 97.2  |
| 嘉禾生物  | CBS-C-A301005 | 98.1  |
| 湖南朗林  | N2023072001   | 96.9  |
| 湖南朗林  | N2023061501   | 96.7  |
| 湖南朗林  | N2023070301   | 97.0  |
| 嘉禾药业  | CBS-C-C306432 | 97.2  |
| 嘉禾药业  | CBS-C-C302012 | 96.8  |
| 嘉禾药业  | CBS-C-C301008 | 97.2  |
| 崇阳荣信  | J230906RX     | 98.1  |
| 长沙旭禾  | PLE-230601    | 98.0  |
| 佳沐生物  | TXK-20230621  | 97.5  |
| 四川禾益康 | 20230629      | 98.0  |
| 湖南绿蔓  | PRE-230520    | 96.8  |

上表可见，15批白芍提取物粒度都超过95%。该指标订入本标准。

### 3.4 水分的测定

按照通则 G01--水分的测定第一法直接干燥法测定，结果见下表 15。

表 15 白芍提取物水分测定结果

| 样品来源  | 批 号           | 水分含量(%) |
|-------|---------------|---------|
| 嘉禾生物  | CBS-C-A306500 | 3.92    |
| 嘉禾生物  | CBS-C-A302009 | 4.03    |
| 嘉禾生物  | CBS-C-A301005 | 4.03    |
| 湖南朗林  | N2023072001   | 3.79    |
| 湖南朗林  | N2023061501   | 3.74    |
| 湖南朗林  | N2023070301   | 3.47    |
| 嘉禾药业  | CBS-C-C306432 | 4.05    |
| 嘉禾药业  | CBS-C-C302012 | 4.12    |
| 嘉禾药业  | CBS-C-C301008 | 4.12    |
| 崇阳荣信  | J230906RX     | 4.51    |
| 长沙旭禾  | PLE-230601    | 6.69    |
| 佳沐生物  | TXK-20230621  | 4.38    |
| 四川禾益康 | 20230629      | 2.34    |
| 湖南绿蔓  | PRE-230520    | 3.39    |
| 禾绿康健  | E23090601     | 2.88    |

上表可见，15批白芍提取物中除长沙旭禾的一批水分超过5.0%，其余都小于5.0%。因此，将水分不超过5.0%订入本标准。

### 3.5 灰分的测定

按通则 G02--灰分的测定规定的方法进行。测定结果见表 16。

表 16 白芍提取物灰分测定结果

| 样品来源  | 批 号           | 灰分含量(%) |
|-------|---------------|---------|
| 嘉禾生物  | CBS-C-A306500 | 0.04    |
| 嘉禾生物  | CBS-C-A302009 | 3.36    |
| 嘉禾生物  | CBS-C-A301005 | 3.36    |
| 湖南朗林  | N2023072001   | 1.66    |
| 湖南朗林  | N2023061501   | 1.41    |
| 湖南朗林  | N2023070301   | 1.70    |
| 嘉禾药业  | CBS-C-C306432 | 0.15    |
| 嘉禾药业  | CBS-C-C302012 | 3.36    |
| 嘉禾药业  | CBS-C-C301008 | 3.36    |
| 崇阳荣信  | J230906RX     | 1.14    |
| 长沙旭禾  | PLE-230601    | 1.04    |
| 佳沐生物  | TXK-20230621  | 6.15    |
| 四川禾益康 | 20230629      | 0.14    |
| 湖南绿蔓  | PRE-230520    | 0.90    |
| 禾绿康健  | E23090601     | 1.09    |

上表可见，15 批白芍提取物中除佳沐生物的一批灰分超过 5.0%，其余都小于 5.0%。因此，将灰分不超过 5.0%订入本标准。

### 3.6 铅、砷、镉、汞、铜的测定

按 GB 5009.268-2016 食品安全国家标准 食品中多元素的测定，第一法电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）规定的方法进行。检测结果见表 17。

表 17 白芍提取物铅、砷、镉、汞、铜测定结果

| 样品来源 | 批 号           | As(mg/kg) | Cd(mg/kg) | Hg(mg/kg) | Pb(mg/kg) | Cu(mg/kg) |
|------|---------------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| 嘉禾生物 | CBS-C-A306500 | 0.037     | <0.001    | <0.004    | 0.030     | 0.096     |
| 嘉禾生物 | CBS-C-A302009 | 0.203     | 0.006     | <0.004    | 0.059     | 0.884     |
| 嘉禾生物 | CBS-C-A301005 | 0.206     | 0.006     | <0.004    | 0.058     | 0.878     |
| 湖南朗林 | N2023072001   | 0.140     | 0.011     | <0.004    | 0.029     | 2.302     |
| 湖南朗林 | N2023061501   | 0.145     | 0.006     | <0.004    | 0.025     | 2.264     |
| 湖南朗林 | N2023070301   | 0.149     | 0.009     | <0.004    | 0.042     | 2.364     |
| 嘉禾药业 | CBS-C-C306432 | 0.038     | <0.001    | <0.004    | 0.014     | 0.083     |

|       |               |       |        |        |       |       |
|-------|---------------|-------|--------|--------|-------|-------|
| 嘉禾药业  | CBS-C-C302012 | 0.192 | 0.005  | <0.004 | 0.060 | 0.885 |
| 嘉禾药业  | CBS-C-C301008 | 0.196 | 0.006  | <0.004 | 0.059 | 0.883 |
| 崇阳荣信  | J230906RX     | 0.098 | 0.012  | <0.004 | 0.027 | 3.441 |
| 长沙旭禾  | PLE-230601    | 0.037 | <0.001 | <0.004 | 0.020 | 0.128 |
| 佳沐生物  | TXK-20230621  | 2.139 | 0.023  | <0.004 | 0.324 | 2.151 |
| 四川禾益康 | 20230629      | 0.019 | 0.004  | <0.004 | 0.061 | 0.068 |
| 湖南绿蔓  | PRE-230520    | 0.008 | <0.001 | <0.004 | 0.017 | 1.700 |
| 禾绿康健  | E23090601     | 0.582 | 0.007  | <0.004 | 0.012 | 2.890 |

上表可见，15批白芍提取物中除佳沐生物的一批样品中砷（As）>1mg/kg外，其余样品中五个重金属元素均满足GB 16740-2014《食品安全国家标准 保健食品》中铅（Pb）≤2.0mg/kg，总砷（As）≤1.0 mg/kg，总汞（Hg）≤0.3 mg/kg的限量要求，WM/T2-2004《药用植物及制剂外经贸绿色行业标准》中镉（Cd）≤0.3 mg/kg，铜（Cu）≤20 mg/kg的限量要求。

因此，将铅（Pb）不得过 2.0mg/kg、总砷（As）不得过 1.0mg/kg、镉（Cd）不得过 0.3mg/kg、总汞（Hg）不得过 0.3mg/kg、铜（Cu）不得过 20mg/kg 订入本标准。

### 3.7 卫生要求

#### 3.7.1 菌落总数的测定

按通则 G09--菌落总数测定规定的方法进行。

#### 3.7.2 霉菌和酵母的测定

按通则 G14--霉菌和酵母计数规定的方法进行。

#### 3.7.3 大肠菌群的测定

按通则 G11--大肠菌群计数第一法规定的方法进行。

#### 3.7.4 沙门氏菌的测定

按通则 G12---沙门氏菌检验规定的方法进行。

#### 3.7.4 金黄色葡萄球菌的测定

按通则 G13---金黄色葡萄球菌检验规定的方法进行。

菌落总数、霉菌及酵母菌、大肠埃希菌、沙门菌和金黄色葡萄球菌检测结果见表18.

表 18 白芍提取物微生物检查结果

| 样品来源 | 批 号 | 菌落总数<br>/(CFU/g) | 霉菌及酵母<br>菌/(CFU/g) | 大肠菌群<br>/(MPN/g) | 金黄色葡萄<br>球菌/25g | 沙门氏菌/25g |
|------|-----|------------------|--------------------|------------------|-----------------|----------|
|------|-----|------------------|--------------------|------------------|-----------------|----------|

|       |               |     |     |      |     |     |
|-------|---------------|-----|-----|------|-----|-----|
| 嘉禾生物  | CBS-C-A306500 | 50  | <10 | <0.3 | 未检出 | 未检出 |
| 嘉禾生物  | CBS-C-A302009 | 20  | <10 | <0.3 | 未检出 | 未检出 |
| 嘉禾生物  | CBS-C-A301005 | 20  | <10 | <0.3 | 未检出 | 未检出 |
| 湖南朗林  | N2023072001   | 20  | 10  | <0.3 | 未检出 | 未检出 |
| 湖南朗林  | N2023061501   | 20  | 10  | <0.3 | 未检出 | 未检出 |
| 湖南朗林  | N2023070301   | 20  | 10  | <0.3 | 未检出 | 未检出 |
| 嘉禾药业  | CBS-C-C306432 | 50  | <10 | <0.3 | 未检出 | 未检出 |
| 嘉禾药业  | CBS-C-C302012 | 20  | 10  | <0.3 | 未检出 | 未检出 |
| 嘉禾药业  | CBS-C-C301008 | 50  | <10 | <0.3 | 未检出 | 未检出 |
| 崇阳荣信  | J230906RX     | 80  | 20  | <0.3 | 未检出 | 未检出 |
| 长沙旭禾  | PLE-230601    | 50  | 20  | <0.3 | 未检出 | 未检出 |
| 佳沐生物  | TXK-20230621  | 60  | 10  | 0.3  | 未检出 | 未检出 |
| 四川禾益康 | 20230629      | 50  | 20  | <0.3 | 未检出 | 未检出 |
| 湖南绿蔓  | PRE-230520    | 120 | 25  | 0.3  | 未检出 | 未检出 |
| 禾绿康健  | E23090601     | 20  | <10 | <0.3 | 未检出 | 未检出 |

上表可见，15批白芍提取物样品菌落总数均小于  $3 \times 10^4$  CFU/g、霉菌及酵母菌均小于 50 CFU/g、大肠菌群均小于 0.92MPN/g，金黄色葡萄球菌均为未检出/25g，沙门氏菌均为未检出/25g。根据市场要求和 GB 16740-2014《食品安全国家标准 保健食品》中相关规定可以将该指标要求订入本标准。

### 3.8 残留溶剂的测定

按通则 Y10--残留溶剂测定法规定的方法进行。检测结果见表 19。

表 19 白芍提取物残留溶剂测定结果

| 样品来源 | 批 号           | 乙醇 (mg/kg) |
|------|---------------|------------|
| 嘉禾生物 | CBS-C-A306500 | 19         |
| 嘉禾生物 | CBS-C-A302009 | 39         |
| 嘉禾生物 | CBS-C-A301005 | 39         |
| 湖南朗林 | N2023072001   | 30         |
| 湖南朗林 | N2023061501   | 32         |
| 湖南朗林 | N2023070301   | 32         |
| 嘉禾药业 | CBS-C-C306432 | 19         |

|       |               |     |
|-------|---------------|-----|
| 嘉禾药业  | CBS-C-C302012 | 38  |
| 嘉禾药业  | CBS-C-C301008 | 38  |
| 崇阳荣信  | J230906RX     | 未检出 |
| 长沙旭禾  | PLE-230601    | 41  |
| 佳沐生物  | TXK-20230621  | 8   |
| 四川禾益康 | 20230629      | 74  |
| 湖南绿蔓  | PRE-230520    | 66  |
| 禾绿康健  | E23090601     | 16  |

上表可见，15批白芍提取物样品乙醇残留均小于5000 mg/kg。《中国药典》2020版规定乙醇残留不得超过5000mg/kg。根据本产品特性和检测结果综合考虑将乙醇残留不得超过5000 mg/kg订入本标准。