

中国医药保健品进出口商会团体标准

T/CCCMHPIE 1.9—2016

植物提取物 积雪草提取物

Plant extract—Gotu Kola extract

2017-06-21 发布

2017-07-01 实施

中国医药保健品进出口商会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 和 GB/T 2004.1—2016 给出的规则起草。

本标准由中国医药保健品进出口商会提出。

本标准由中华人民共和国商务部归口。

本标准起草单位：桂林莱茵生物科技股份有限公司。

本标准主要起草人：宋云飞、李杰、罗勇为、黄华凤、李元元。

植物提取物 积雪草提取物

1 范围

本标准规定了积雪草提取物的技术要求、检验方法、检验规则、包装、运输、贮存和保质期要求。本标准适用于以积雪草为原料经提取、精制后，喷雾干燥而成的积雪草提取物。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 4789.3 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 4789.10 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 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 5009.11 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/T 5009.13 食品中铜的测定
- GB/T 5009.15 食品中镉的测定
- GB/T 5009.17 食品中总汞及有机汞的测定
- GB/T 5009.74 食品添加剂中重金属限量试验
- GB 9685 食品容器、包装材料用添加剂使用卫生标准

3 技术要求

3.1 工艺要求

3.1.1 植物原料

为伞形科植物积雪草 *Centella asiatica* (L.) Urban 的干燥全草。每年5月~10月收集积雪草原料，除杂后，经晾干或烘干即得。

3.1.2 工艺过程

原料→提取→分离→纯化→喷雾干燥→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	黄棕色
气味	积雪草特殊气味
状态	均匀、无可见异物的粉末

3.2.2 理化要求

应符合表 3 的规定。

表 3 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示两个相同的紫红色斑点，且比移值符合。
积雪草总苷 / %	≥ 25
水分 / %	≤ 5.0
灰分 / %	≤ 3.0
粒度 (80 目筛通过率) / %	≥ 99
重金属 (以 Pb 计) / mg/kg	≤ 10
铅 (Pb) / (mg/kg)	≤ 3.0
镉 (Cd) / (mg/kg)	≤ 0.3
砷 (As) / (mg/kg)	≤ 1.0
汞 (Hg) / (mg/kg)	≤ 0.1
铜 (Cu) / (mg/kg)	≤ 5.0

表注 1：积雪草总苷为羟基积雪草苷、积雪草苷、羟基积雪草酸、积雪草酸 4 种有效成分之和。

3.2.3 微生物要求

应符合表 4 的规定

表 4 微生物要求

项 目	指 标
细菌总数 / (CFU/g)	≤ 1000
霉菌及酵母菌数 / (CFU/g)	≤ 100
大肠菌群 / (MPN/g)	≤ 3.0
大肠杆菌	不得检出
沙门氏菌	不得检出
金黄色葡萄球菌	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

启开试样后，立即嗅其气味；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。

4.2 理化检测

4.2.1 积雪草总苷

按第 A.3 章中规定的方法进行测定。

4.2.2 水分测定

按 GB 5009.3 中规定的第一法进行测定。

4.2.3 灰分测定

按 GB 5009.4 中规定的方法进行测定。

4.2.4 粒度

按第 A.4 章中规定的方法进行测定。

4.2.5 重金属（以 Pb 计）

按 GB/T 5009.74 中的方法进行测定。

4.2.6 铅

按 GB 5009.12 中规定的第一法进行测定。

4.2.7 镉

按 GB/T 5009.15 中规定的第一法进行测定。

4.2.8 总砷

按 GB 5009.11 中规定的第一法进行测定。

4.2.9 总汞

按 GB/T 5009.17 中规定的第一法进行测定。

4.2.10 铜

按 GB/T 5009.13 中规定的第一法进行测定。

4.3 微生物检验

4.3.1 细菌总数检验

按 GB 4789.2 中规定的方法进行检验。

4.3.2 霉菌及酵母菌数检验

按 GB 4789.15 中规定的方法进行检验。

4.3.3 大肠菌群检验

按 GB 4789.3 中规定的第一法 MPN 计数法进行检验。

4.3.4 大肠杆菌

按 GB 4789.38 中规定的方法进行检验。

4.3.5 沙门氏菌

按 GB 4789.4 中规定的方法进行检验。

4.3.6 金黄色葡萄球菌

按 GB 4789.10 中规定的方法进行检验。

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：外观、水分、灰分、积雪草苷、重金属及有害元素、菌落总数、霉菌及酵母菌数、大肠埃希氏菌、沙门氏菌。

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 9685 食品容器、包装材料用添加剂使用卫生标准的要求。

6.2 标签

6.2.1 包装标签上应标明：产品名称、批号、规格、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。

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 仪器和材料

A.2.1.1 超声波清洗器。

A.2.1.4 层析缸:规格与色谱板相适应。

A.2.1.5 TLC Silica gel 60 F254 或硅胶 G 薄层板。

A.2.1.7 甲醇。

A.2.1.8 三氯甲烷。

A.2.1.9 水。

A.2.1.10 浓硫酸。

A.2.1.11 乙醇。

A.2.1.14 羟基积雪草苷、积雪草苷对照品。

A.2.2 鉴别方法

A.2.2.1 样品溶液

取本品粉末 250mg,置 25mL 容量瓶中,加入约 20mL 甲醇超声处理 30min,用甲醇定容至刻度,滤过。

A.2.2.2 对照品溶液

取羟基积雪草苷、积雪草苷对照品 2.0mg,溶解于 2mL 甲醇中。

A.2.2.3 色谱操作

分吸取对照品溶液和供试品溶液各 5 μ L,分别点于同一 TLC Silica gel 60 F254 板上,以三氯甲烷-甲醇-水(7:3:0.5, v/v/v)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 10% 硫酸乙醇溶液,在 105 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰。

A.2.2.4 比移值 R_f 的计算

比移值 R_f 按式(A.1)计算:

$$R_f = \frac{L_1}{L_0} \quad (\text{A.1})$$

式中: L₁ -- 原点到样品(或标准品)色斑中心的距离, cm;

L₀ -- 原点到展开剂前沿的距离, cm。

计算结果保留小数点后一位有效数字。

A.3 积雪草总苷的测定

A3.1 试剂

A3.1.1 乙腈(色谱纯)。

A3.1.2 甲醇。

A3.1.3 磷酸。

A3.1.4 β 环糊精。

A3.1.5 2mmol/L β 环糊精 (pH=4): 称取 2.27g β 环糊精, 加水 1000mL 超声溶解, 用磷酸调节 pH 至 4 (约加磷酸 0.1mL), 超声混匀, 过 0.45 μ m 水系滤膜。

A3.2 对照品

积雪草苷对照品单体。

积雪草提取物定性对照品 (供总苷含量测定时定性用, 含羟基积雪草苷、积雪草苷、羟基积雪草酸、积雪草酸 4 种成分)

A3.3 仪器和用具

A3.3.1 高效液相色谱仪 (紫外检测器或二极管阵列检测器)

A3.3.2 分析天平: 感量 0.01mg。

A3.3.3 超声波清洗器。

A3.3.4 针筒式过滤器, 0.45 μ m 微孔滤膜 (有机系)。

A3.4 色谱条件

A3.4.1 色谱柱: Luna C18, 250 mm \times 4.6 mm, 5 μ m。

流动相:

a) 流动相 A: 2 mmol/L β 环糊精 (pH=4) (A.2.1.5)

b) 流动相 B: 乙腈

A3.4.2 梯度条件: 见表 A.1

表 A.1 梯度条件

时间 /min	流动相 A (% , v/v)	B (% , v/v)
0	24	76
20	24	76
60	45	55
76	24	76

A3.4.3 柱温: 25 $^{\circ}$ C。

A3.4.4 流速: 0.8mL/min。

A3.4.5 检测波长: 205nm。

A3.4.6 进样量: 10 μ L。

A3.5 操作步骤

A3.5.1 积雪草苷对照品溶液的制备: 精密称取积雪草苷适量, 用甲醇超声溶解, 配制成浓度约为 1.0mg/mL 的标准使用溶液, 过 0.45 μ m 有机滤膜, 备用。

A3.5.2 定性对照品溶液的制备: 精密称取积雪草提取物定性对照品适量, 用甲醇超声溶解, 定容, 过 0.45 μ m 有机滤膜, 备用。

A3.5.3 样品溶液的制备: 取本品粉末约 250mg, 精密称定, 置 25mL 容量瓶中, 加甲醇超声处理, 冷却至室温, 甲醇稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

A3.5.4 依次注射空白溶液、对照品溶液、定性对照品溶液、样品溶液进行检测, 外标法定量。

A3.6 计算

总皂苷含量以质量分数 W_i 计, 数值以 % 表示, 按式 (A.2) 计算:

$$W_i \equiv \frac{[A + (B \times 1.017) + (C \times 0.526) + (D \times 0.509)] \times c_1 \times V \times P}{A_1 \times m} \times 100\% \quad \dots\dots (A.2)$$

式中:

- A——样品中积雪草苷的峰面积;
- B——样品中羟基积雪草苷的峰面积;
- C——样品中羟基积雪草酸的峰面积;
- D——样品中积雪草酸的峰面积;
- c_i ——积雪草苷对照品的浓度, mg/mL;
- V——样品的定容体积, mL;
- P——积雪草苷对照品的纯度, %;
- A_i ——积雪草苷对照品的峰面积;
- m——样品的称样量, mg;
- 1.017——羟基积雪草苷的校正因子;
- 0.526——羟基积雪草酸的校正因子;
- 0.509——积雪草酸的校正因子。

A.4 粒度的测定

A.4.1 设备

A.4.1.1 分样筛(带筛盖与接收盒), 80目。

A.4.1.2 天平, 感量为0.001g。

A.4.2 操作程序

取接收盒, 将分样筛放在接收盒上, 称取约40g提取物粉末, 精确至0.001g, 置于80目分样筛内, 将筛盖盖好。将分样筛保持水平状态, 左右往返轻轻筛动5min, 称量接收盒内的提取物粉末。

A.4.3 计算

80目筛通过率以质量分数 W_2 计, 数值以%表示, 按式(A.3)计算:

$$W_2 = \frac{m_2}{m_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

- m_1 ——过筛前的样品重量, g。
- m_2 ——过筛后接收盒内的样品重量, g。

附录 B
(资料性附录)
积雪草总苷液相色谱图¹⁾

B.1 积雪草总苷液相色谱图

积雪草总苷液相色谱图见图 B.1。

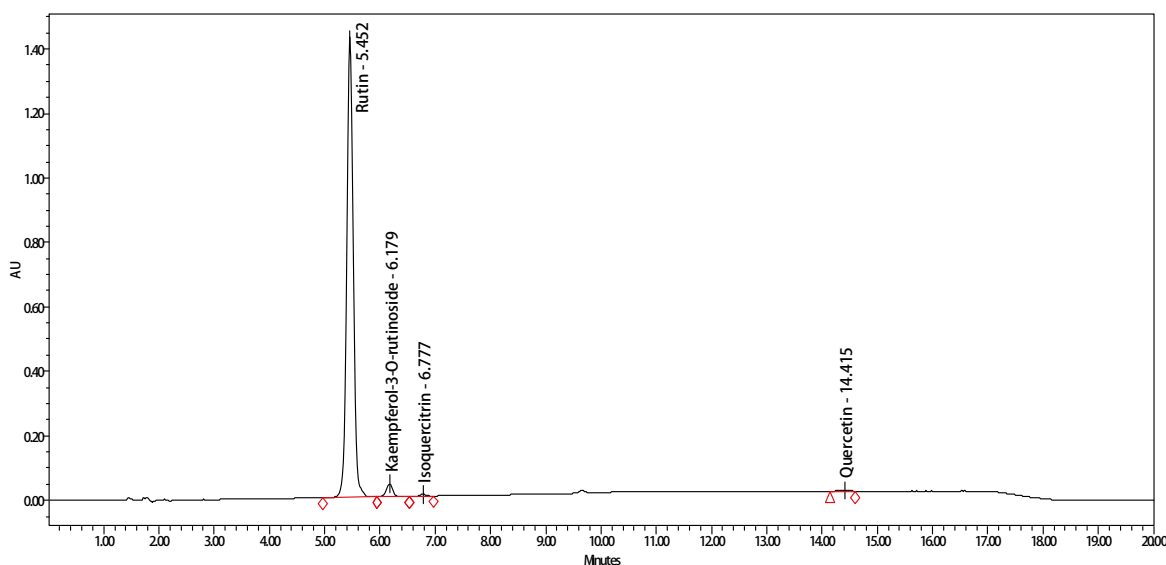


图 B.1 积雪草提取物对照特征图谱

1: 积雪草苷 -B, 2: 羟基积雪草苷, 3: 积雪草苷, 4: 特米诺酸 (Terminolic acid),
5: 羟基积雪草酸, 6: 积雪草酸

积雪草提取物中各成分相对保留时间见表 B.1。

表 B.1 积雪草提取物中各成分相对保留时间

组分名称	相对保留时间
积雪草苷 -B	0.47
羟基积雪草苷	0.55
积雪草苷	1.00
特米诺酸	1.78
羟基积雪草酸	1.93
积雪草酸	2.31

1) 非商业性声明: 上述所采用的设备、色谱柱、标准对照品等, 涉及具体商业品牌、型号的, 仅供参考, 无商业目的, 鼓励标准使用者尝试使用不同品牌、型号的设备、色谱柱及标准品。

中国医药保健品进出口商会
团 体 标 准

植物提取物 积雪草提取物

T/CCCMHPIE 1.9—2016

*

北京市东城区朝阳门内大街南竹竿胡同6号
北京INN大厦3号楼11-12层(100010)

网址: www.cccmhpie.org.cn