ICS 11.120
C 25

T

中国医药保健品进出口商会团体标准

T/CCCMHPIE XXX—2017

植物提取物　淫羊藿提取物

Plant extract—Epimedium extract

2018-XX-XX 发布　　201X-0X-XX 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 20004.1-2016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：陕西嘉禾生物科技股份有限公司、江苏康缘药业股份有限公司、劲牌生物医药有限公司。

本标准主要起草人：惠玉虎、崔鹏、温建辉、张继斌、郭金峰、李家春、陈志元、高娟、惠战锋。

植物提取物　淫羊藿提取物

1　范围

本标准规定了淫羊藿提取物的技术要求、检验方法、检验规则、包装、运输、贮存和保质期要求。

本标准适用于淫羊藿、箭叶淫羊藿、柔毛淫羊藿或朝鲜淫羊藿的干燥叶，经乙醇水提取、浓缩、纯化、干燥等工序制成的提取物。

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 4789.2-2010 食品安全国家标准 食品微生物学检验 菌落总数测定

GB 4789.4-2010 食品安全国家标准 食品微生物学检验 沙门氏菌检验

GB 4789.15-2010 食品安全国家标准 食品微生物学检验 霉菌和酵母计数

GB 4789.38-2012 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 4806.1-2016 食品安全国家标准 食品接触材料及制品通用安全要求

GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定

GB 5009.4-2016 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（2015 版）》第四部　通则　0861　残留溶剂测定法

《中华人民共和国药典（2015 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（2015 版）》第四部　通则　2321　铅、镉、砷、汞、铜测定法

3　技术要求

3.1 工艺要求

3.1.1 植物原料

小檗科植物淫羊藿 *Epimedium brevicornu* Maxim.、箭叶淫羊藿 *Epimedium sagittatum* （Sieb.et Zucc.）Maxim. 、柔毛淫羊藿 *Epimedium pubescens* Maxim.或朝鲜淫羊藿 *Epimedium koreanum* Nakai 的干燥叶。

3.1.2 工艺过程

原料 → 粉碎 → 提取 → 过滤 → 浓缩 → 纯化→干燥 → 产品

3.2 产品要求

3.2.1 感官要求

应符合表 1 的要求。

表 1 感官要求

项　　目	要　　求
色　泽	浅黄色至棕色粉末、色泽均匀
滋味与气味	具有本品特有的气味、味苦
外观	均匀粉末，无肉眼可见异物

3.2.2 理化要求

应符合表 2 的规定。

表 2 理化要求

<table>
<tr><th colspan="2">项　　目</th><th colspan="2">指　　标</th></tr>
<tr><td colspan="2">鉴别</td><td colspan="2">供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同的暗黑褐色斑点；喷以显色剂，显相同的黄绿色荧光斑点</td></tr>
<tr><td colspan="2">淫羊藿苷（按干燥品计）/%</td><td>≥10.0</td><td>≥20.0</td></tr>
<tr><td colspan="2">粒度（80 目筛）/%</td><td colspan="2">≥95.0</td></tr>
<tr><td colspan="2">水分/%</td><td colspan="2">≤8.0</td></tr>
<tr><td colspan="2">灰分/%</td><td colspan="2">≤5.0</td></tr>
<tr><td rowspan="4">重金属及有害元素</td><td>铅（Pb）/(mg/kg)</td><td colspan="2">≤2.0</td></tr>
<tr><td>砷（As）/(mg/kg)</td><td colspan="2">≤2.0</td></tr>
<tr><td>镉（Cd）/(mg/kg)</td><td colspan="2">≤1.0</td></tr>
<tr><td>汞（Hg）/(mg/kg)</td><td colspan="2">≤0.1</td></tr>
<tr><td colspan="2">残留溶剂(乙醇)/mg/kg</td><td colspan="2">≤2000</td></tr>
</table>

3.2.3 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
霉菌及酵母菌数/（CFU/g）	≤100
大肠埃希氏菌	不得检出
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

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 理化指标

4.2.1 鉴别

按第 A.2 章中规定的方法进行测定，供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同的暗黑褐色斑点；喷以显色剂，显相同的黄绿色荧光斑点。

4.2.2 淫羊藿苷

按第 A.3 章中规定的方法进行测定，特征图谱及参考保留时间参见附录 B。

4.2.3 粒度

按《中华人民共和国药典（2015 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。

4.2.4 水分

按 GB 5009.3-2016 中的第一法进行测定。

4.2.5 灰分测定

按 GB 5009.4-2016 中的第一法进行测定。

4.2.6 重金属及有害元素

按《中华人民共和国药典（2015版》）第四部　通则　2321　铅、镉、砷、汞、铜测定法进行测定。

4.2.7 残留溶剂

按《中华人民共和国药典（2015 版）》第四部　通则　0861　残留溶剂测定法进行测定。

4.3 微生物指标

4.3.1 菌落总数

按 GB 4789.2-2010 中规定的方法进行检验。

4.3.2 霉菌及酵母菌数

按 GB 4789.15-2010 中规定的方法进行检验。

4.3.3 大肠埃希氏菌

按GB 4789.38-2012中规定的方法进行检验。

4.3.5 沙门氏菌

按GB 4789.4-2010中规定的方法进行检验。

5　检验规则

5.1　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。

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、淫羊藿苷、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、沙门氏菌和残留溶剂。

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 有下列情况之一时须进行型式检验。

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 食品安全国家标准 食品接触材料及制品通用安全要求。

6.2 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。

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、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 36 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.2.1.2 层析缸：规格与薄层板相适应。

A.2.1.3 硅胶G薄层板。

A.2.1.4 甲醇。

A.2.1.5 乙醇。

A.2.1.6 乙酸乙酯。

A.2.1.7 甲酸。

A.2.1.8 丁酮。

A.2.1.9 三氯化铝。

A.2.1.10 淫羊藿苷对照品。

A.2.1.11 显色剂:取三氯化铝1g，加乙醇使溶解成100mL。

A.2.2 鉴别方法

A.2.2.1 样品溶液

取本品适量（相当于含淫羊藿苷1mg），置10mL量瓶中，加甲醇5mL使溶解，超声（250W，40KHz）处理30分钟，放冷，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，即得。

A.2.2.2 对照品溶液

取淫羊藿苷对照品适量，加甲醇制成每1mL含0.1mg的溶液。

A.2.2.3 色谱操作

分别吸取对照品溶液和供试品溶液各 2μL，点于同一硅胶 G 薄层板上，在乙酸乙酯-丁酮-甲酸-水（10:1:1:1，，V/V/V/V）展开剂中展开约 8cm，取出晾干。置紫外灯(365nm）下检视，喷以显色剂，晾干，再置紫外灯(365nm）下检视。

A.2.2.4 测定

供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同的暗黑褐色斑点；喷以显色剂后，显相同的黄绿色荧光斑点。

A.3 淫羊藿苷

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，以淫羊藿苷为对照品按外标法测定淫羊藿苷的含量。

A.3.2 仪器和材料

A.3.2.1 分析天平，感量为 0.1mg。

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。

A.3.3.2 乙腈。

A.3.3.3 水。

A.3.3.3 对照品：淫羊藿苷，CAS 号 489-32-7，含量 94.2%。

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-水（30:70，V/V）为流动相；检测波长为 270nm。理论板数按淫羊藿苷峰计算应不低于 5000。

A.3.5 操作方法

A.3.5.1 对照品溶液的制备

取淫羊藿苷对照品适量，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 供试品溶液制备

取本品适量（相当于淫羊藿苷 10mg），精密称定，置 50mL 量瓶中，加甲醇适量，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。

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 10μL，注入液相色谱仪，测定，记录色谱图。

A.3.6 结果计算

供试品中淫羊藿苷含量以质量分数 w 计，数值以%表示，按公式 A.1 计算。

$$w = \frac{C \times A_1 \times V}{A_0 \times m(1-d)} \times 100\% \quad \cdots\cdots\cdots\cdots \text{（A.1）}$$

式中：w——供试品中淫羊藿苷的质量分数，%；

C——对照品溶液中淫羊藿苷浓度，mg/mL；

A_1——供试品溶液中淫羊藿苷的峰面积；

V——供试品溶液的稀释体积，mL；

A_0——对照品溶液中淫羊藿苷的峰面积；

m——供试品的称样量，mg；

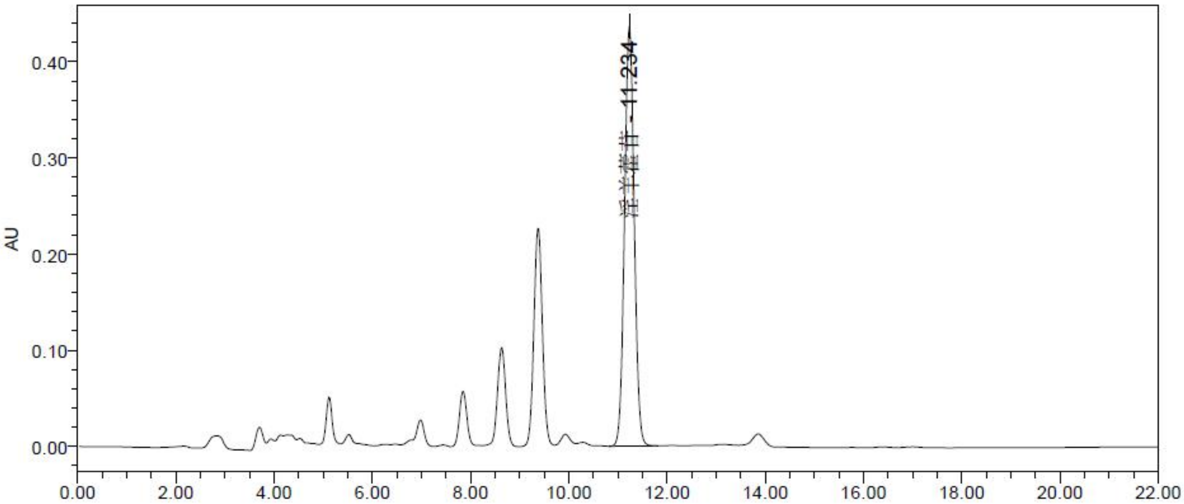
d——供试品的水分，%。

附录 B

（资料性附录）

特征图谱及参考保留时间 1)

B.1 淫羊藿苷 HPLC 特征图谱见图 B.1。



图B.1 淫羊藿苷HPLC特征图谱

B.2 淫羊藿苷 HPLC 参考保留时间见表 B.1。

表 B.1 淫羊藿苷 HPLC 参考保留时间

组分名称	保留时间（min）
淫羊藿苷	11.234

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。