莽草酸

Shikimic Acid

20xx-xx-xx 发布　　20xx-xx-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、桂林莱茵生物科技股份有限公司、广西锐德检测认证技术有限公司。

本标准主要起草人：惠玉虎、崔鹏、郑传奇、罗勇为、郭金峰、高娟、惠战锋、黄华凤、吴茜茜、李永芳。

莽草酸

1　范围

本标准规定了莽草酸的技术要求、检验方法、检验规则、包装、运输、贮存和保质期要求。

本标准适用于八角、莽草等的干燥成熟果实，经乙醇水提取、浓缩、精制、干燥等工序制成的莽草酸。

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 9685 食品容器、包装材料用添加剂使用卫生标准

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　0612　熔点测定法

《中华人民共和国药典（2015 版）》第四部　通则　0621　旋光度测定法

《中华人民共和国药典（2015 版）》第四部　通则　0832　水分测定法第二法

《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　1105　非无菌产品微生物限度检查：微生物计数法

《中华人民共和国药典（2015 版）》第四部　通则　1106　非无菌产品微生物限度检查：控制菌检查法

《中华人民共和国药典（2015 版）》第四部　通则　2302　灰分测定法

《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　化学名称、分子式、相对分子质量、CAS 号和结构式

3.1 化学名称

3，4，5-三羟基-1-环己烯-1-甲酸

3.2 分子式

$C_7H_{10}O_5$

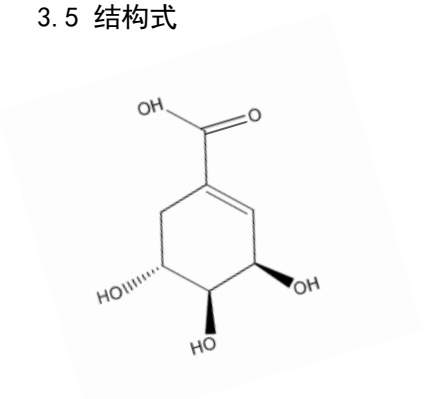
3.3 相对分子质量

174.15(按照2011年国际相对原子质量)

3.4 CAS号

138-59-0

3.5 结构式



4 技术要求

4.1 工艺要求

4.1.1 植物原料

木兰科植物八角 *Illicium verum* Hook.f.、莽草 *Illicium lanceolatum* A.C.Smith 的干燥成熟果实。

4.1.2 工艺过程

原料 → 粉碎 → 提取 → 过滤 → 浓缩 → 精制→干燥 → 产品

4.2 产品要求

4.2.1 感官要求

应符合表 1 的要求。

表 1 感官要求

项　　目	要　　求
色　泽	白色粉末、色泽均匀
滋味与气味	具有本品特有的气味、味酸
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		供试品色谱中主峰保留时间应与对照品色谱主峰保留时间一致
莽草酸（按干燥品计）/%		≥98.0
粒度（80 目筛）/%		≥95.0
水分/%		≤1.0
总灰分/%		≤1.0
重金属及有害元素	铅（Pb）/(mg/kg)	≤2.0
	砷（As）/(mg/kg)	≤2.0
	镉（Cd）/(mg/kg)	≤1.0
	汞（Hg）/(mg/kg)	≤0.1
熔点/℃		175～190
比旋度$[\alpha]_D^{25℃}$/°		-175～-184
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
需氧菌总数/（CFU/g）	≤1000
霉菌和酵母菌总数/（CFU/g）	≤100
大肠埃希菌	不得检出
沙门菌	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 理化指标

5.2.1 鉴别

按第 A.2 章中规定的方法进行测定，供试品色谱中主峰保留时间应与与对照品色谱中主峰保留时间一致。

5.2.2 莽草酸

按第 A.2 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。

5.2.3 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。

5.2.4 水分

按《中华人民共和国药典（2015 版）》第四部　通则　0832　水分测定法第二法进行测定。

5.2.5 总灰分测定

按《中华人民共和国药典（2015 版）》第四部　通则　2302　灰分测定法进行测定。

5.2.6 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。

5.2.7 熔点

按《中华人民共和国药典（2015 版）》第四部　通则　0612　熔点测定法进行测定。

5.2.8 比旋度

按《中华人民共和国药典（2015 版）》第四部　通则　0621　旋光度测定法进行测定。

5.2.9 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。

5.3 微生物指标

5.3.1 需氧菌总数

按《中华人民共和国药典（2015 版）》第四部　通则　1105　非无菌产品微生物限度检查：微生物计数法中规定的方法进行检验。

5.3.2 霉菌和酵母菌总数

按《中华人民共和国药典（2015 版）》第四部　通则　1105　非无菌产品微生物限度检查：微生物计数法中规定的方法进行检验。

5.3.3 大肠埃希菌

按《中华人民共和国药典（2015版）》第四部　通则　1106　非无菌产品微生物限度检查：控制菌检查法中规定的方法进行检验。

5.3.5 沙门菌

按《中华人民共和国药典（2015版）》第四部　通则　1106　非无菌产品微生物限度检查：控制菌检查法中规定的方法进行检验。

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　产品须逐批检验，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、水分、总灰分、莽草酸、重金属及有害元素、需氧菌总数、霉菌和酵母菌总数、大肠埃希菌、沙门菌和残留溶剂。

6.3　型式检验

6.3.1　型式检验项目包括本标准中规定的全部项目。

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。

6.4 判定规则

6.4.1 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。

6.4.2 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。

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 9685 食品容器、包装材料用添加剂使用卫生标准的要求。

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 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 莽草酸

A.2.1 方法提要

样品经 0.1%磷酸水溶液溶解后，采用高效液相色谱法测定，以莽草酸为对照品按外标法测定莽草酸的含量。

A.2.2 仪器和材料

A.2.2.1 分析天平，感量为 0.01mg。

A.2.2.2 高效液相色谱仪。

A.2.2.3 超声波清洗器。

A.2.3 试剂和溶液

A.2.3.1 乙腈(色谱纯)。

A.2.3.2 磷酸。

A.2.3.3 水。

A.2.3.4 对照品：莽草酸，CAS 号 138-59-0，含量 98%。

A.2.4 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%磷酸水（2:98，V/V）为流动相；流速为 0.8mL/min，检测波长为 210nm，柱温为室温。理论板数按莽草酸峰计算应不低于 5000。

A.2.5 操作方法

A.2.5.1 对照品溶液的制备

取莽草酸对照品适量，精密称定，加 0.1%磷酸水溶液溶解制成浓度约为 0.4mg/mL 溶液，即得。

A.2.5.2 供试品溶液制备

取本品约 10mg，精密称定，置 25mL 量瓶中，加 0.1%磷酸水溶液适量，超声（250W，40KHz）处理 30 分钟，放置至室温，用 0.1%磷酸水溶液稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

A.2.5.3 测定方法

分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 5μL，注入液相色谱仪，测定，记录色谱图。

A.2.6 结果计算

供试品中莽草酸含量以质量分数 w 计，数值以%表示，按公式 E.2 计算。

$$w = \frac{A_1 \times V_1 \times M_0 \times P}{A_0 \times V_0 \times M_1 \times (1-d)} \times 100\% \quad \text{.....（E.2）}$$

式中：w——供试品中莽草酸的质量分数，%；

M_0——对照品的称样量（mg）；

M_1——供试品的称样量（mg）；

A_0——对照品溶液中莽草酸的峰面积；

A_1——供试品溶液中莽草酸的峰面积；

V_0——对照品溶液的稀释体积（mL）；

V_1——供试品溶液的稀释体积（mL）；

d——供试品的水分；

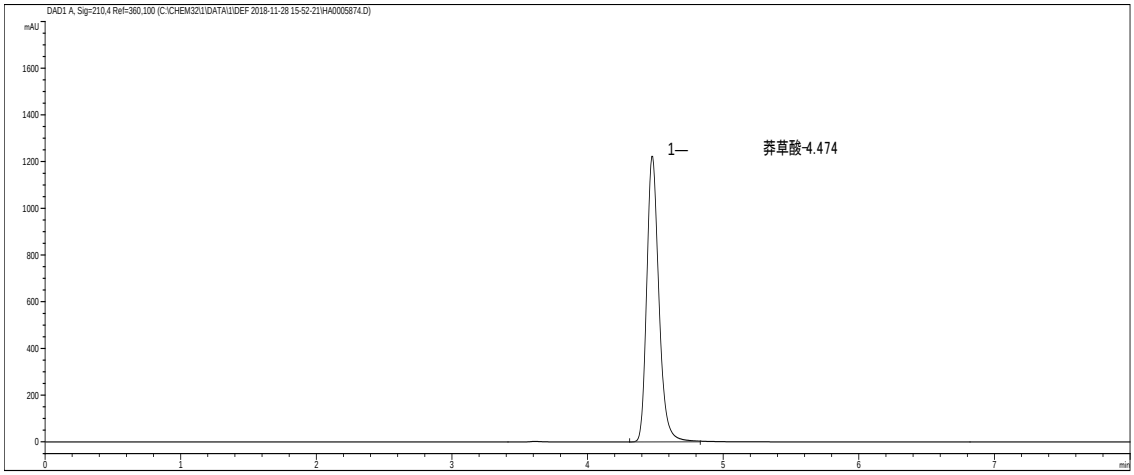
P——对照品的纯度。

附录 B

（资料性附录）

特征图谱及参考保留时间

B.1 莽草酸HPLC特征图谱见图B.1。



图B.1 莽草酸HPLC特征图谱

B.2 莽草酸 HPLC 参考保留时间见表 B.1。

表 B.1 莽草酸 HPLC 参考保留时间

组分名称	保留时间（min）
莽草酸	4.474

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。