T

中 国 医 药 保 健 品 进 出 口 商 会 团 体 标 准

T/CCCMHPIE XXX-2018

植物提取物　杜仲叶提取物

Plant extract—Eucommia ulmoides leaf extract

2019-XX-XX　发布　　2019-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的要求起草。

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：广东省测试分析研究所、张家界恒兴生物科技有限公司、汉中永杨医药科技发展有限公司、陕西百圣生物工程有限公司、广东中测食品化妆品安全评价中心有限公司、吉首大学。

本标准主要起草人：张命龙、彭密军、黄日升、符星辉、王宏涛、胡红忠、陈智勇、彭胜、杨秋玲、王志宏。

植物提取物　杜仲叶提取物

1　范围

本标准规定了杜仲叶提取物的技术要求、安全卫生要求、试验方法、检验规则、包装、标签标识、运输、贮存及保质期。

本标准适用于以杜仲科植物杜仲（*Eucommia ulmoides* Oliver）的干燥叶为原料经乙醇溶液提取、浓缩、干燥制得的杜仲叶提取物。

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，所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/T 191 包装储运图示标志

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 食品卫生微生物学检验 大肠菌群测定

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 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 5009.11 食品安全国家标准 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 5009.15 食品安全国家标准 食品中镉的测定

GB 5009.17 食品安全国家标准 食品中总汞及有机汞的测定

GB 5749 生活饮用水卫生标准

GB/T 6682 分析实验室用 水规格和试验方法

GB 7718 食品安全国家标准 预包装食品标签通则

GB 9685 食品接触材料及制品用添加剂使用标准

GB 31640 食品安全国家标准 食用酒精

《中华人民共和国药典（2015 版）》第一部　杜仲叶

3　技术要求

3.1 原料要求

3.1.1 杜仲鲜叶低温烘干或烤干，去除杂质，存放于阴凉、干燥仓库。杜仲叶质量应符合《中华人民共和国药典（2015 版）》第一部 杜仲叶的质量标准。

3.1.2 生产用水应符合GB 5749的规定。

3.1.3 提取过程中所用乙醇应符合GB 31640的规定。

3.2 工艺过程

原料 → 提取 → 过滤 → 浓缩 → 干燥 → 分装 → 产品。

3.3 产品要求

3.3.1 感官要求

感官要求应符合表1的规定。

表1 感官要求

项　　目	要　　求
色泽	棕黄色或深褐色
滋味、气味	具有本品特有天然香味、气味纯正，微苦，无异味
状态	均一粉末状、无肉眼可见杂质

3.3.2 理化指标

理化指标应符合表2的规定。

表2 理化指标

项　　目	指　　标
鉴别	供试品色谱中，在与绿原酸对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。
绿原酸（以干物质计）/%	≥4.5
水分/%	≤6.0
灰分/%	≤14.0
粒度（80 目筛通过率）/%	≥95
总砷（A_S）/（mg/kg）	≤3.0
铅（Pb）/（mg/kg）	≤2.0
镉（Cd）/（mg/kg）	≤0.3
总汞（Hg）/（mg/kg）	≤0.1

3.3.3 微生物指标

微生物指标应符合表3的规定。

表3 微生物指标

项　　目	指　　标
菌落总数/（CFU/g）	≤1000
大肠菌群/（MPN/g）	≤0.92
霉菌和酵母/（CFU/g）	≤50
致病菌（沙门氏菌、金黄色葡萄球菌）/25g	不得检出

3.3.4 其他污染物

其他污染物限量要求，依据不同用途，应符合我国相关法规要求；对于出口产品，应符合出口目的国的相关法规。

3.4 生产加工过程的安全卫生要求

应符合国家相关法律、法规、规章要求，符合国家有关标准规定的安全卫生要求。

4 试验方法

4.1 感官指标

取适量试样置于清洁干燥的烧杯或白色瓷盘中，在自然光下观察色泽和状态。嗅其气味，用温开水漱口，品其滋味。

4.2 理化指标

4.2.1 鉴别

按第A.2章中规定的方法测定。

4.2.2 绿原酸

按第A.3章中规定的方法测定。

4.2.3 水分

按GB 5009.3规定的方法测定。

4.2.4 灰分

按GB 5009.4规定的方法测定。

4.2.5 粒度

按第A.4章中规定的方法测定。

4.2.6 总砷

按GB 5009.11规定的方法测定。

4.2.7 铅

按GB 5009.12规定的方法测定。

4.2.8 镉

按GB 5009.15规定的方法测定。

4.2.9 总汞

按GB 5009.17规定的方法测定。

4.3 微生物指标

4.3.1 菌落总数

按GB 4789.2规定的方法检验。

4.3.2 大肠菌群

按GB 4789.3第一法 规定的方法检验。

4.3.3 霉菌和酵母

按GB 4789.15规定的方法检验。

4.3.4 致病菌

按GB 4789.4、GB 4789.10第一法 规定的方法检验。

5 检验规则

5.1 组批

本产品同一批投料、同一班次、同一生产线生产的具有均一性的成品为一批。

5.2 取样

取样时以批为单位，每批随机取样件数不少于3件，不足3件时每件取样。用洁净取样器伸入袋内物料10cm以下抽取样品100g 左右，迅速混合后四分法取其中的两份各100g，分别装入两个洁净干燥的容器中，贴上标签，注明厂名、产品名称、产品批号和取样日期。其中一份作检验分析用，另一份密封保存为留样。

5.3 原料入库检验

原料进库前必须经质检部门检验，发现不合格或无检验合格证明又无化验单的，拒绝入库。

5.4 出厂检验

5.4.1 应逐批检验，并出具检验报告。检验合格后，方可出厂。

5.4.2 出厂检验项目为感官指标、绿原酸、水分、灰分、菌落总数、大肠菌群、霉菌、酵母。

5.5 型式检验

有下列情况之一时，应进行型式检验。检验项目为本标准规定的全部项目。

a）每年进行一次；

b）当原料、关键设备或工艺出现较大变化，可能影响产品质量时；

c）出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时；

e）半年以上停产后恢复生产时；

d）食品安全监管部门提出进行型式检验要求时。

5.6 判定规则

5.6.1 所检项目的检验结果全部符合本标准规定时，判断该批次产品合格。

5.6.2 检验时如有感官指标或有1~2项理化指标不符合标准时，应加倍抽样，重新进行检验，如仍有一项指标不合格，则该批产品判为不合格。

5.6.3 微生物指标中如有一项不合格，则该批产品为不合格，不再复检。

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和GB 9685 食品接触材料及制品用添加剂使用标准的要求。

6.2 标签标识

6.2.1 标签应符合GB 7718的规定，标明产品名称、批号、规格、净重、执行标准号、生产日期及生产批号、保质期、储运条件、生产企业名称、地址、电话等。

6.2.2 包装储运图示标识应GB/T 191的规定。

6.3 运输

运输工具必须清洁卫生干燥、无污染物，运输产品时应避免日晒、雨淋。不得与有毒、有害、有异味或影响产品质量的物品混装运输。

6.4 贮存

产品必须密封贮存在阴凉、干燥、通风良好及达到相应条件的场所内，不得与有毒、有害、有异味、易挥发、易腐蚀的物品同处贮存。

6.5 保质期

本产品在上述运输和贮存条件，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 GB/T 6682 规定的三级水。试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 试剂、标准品

A.2.1.1 甲醇。

A.2.1.2 乙酸丁酯。

A.2.1.3 甲酸。

A.2.1.4 绿原酸对照品（Chlorogenic acid，CAS:327-97-9)，纯度≥98%（HPLC）。

A.2.1.5 H 型硅胶板。

A.2.2 仪器和用具

A.2.2.1 分析天平，感量为 0.1mg。

A.2.2.2 超声波清洗仪。

A.2.2.3 层析缸。

A.2.2.4 紫外分析仪。

A.2.3 操作步骤

A.2.3.1 对照品溶液配制

取绿原酸对照品适量，加甲醇溶解，配制成每 1mg/mL 对照品溶液。

A.2.3.2 供试样品制备

取本品粉末约 0.1g，置于具塞比色管中，加入 50%甲醇 10mL，充分摇匀，超声 10min。放冷，过滤，取滤液，即得。

A.2.3.3 薄层色谱操作

分别吸取供试样品和对照品溶液各 10μL，分别点于同一硅胶板上，以乙酸丁酯-甲酸-水（7:2.5:2.5，V/V/V）的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（365nm）下检视。

A.2.3.4 测定

供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

A.3 绿原酸的测定

A.3.1 方法提要

试样中的绿原酸溶于 50%甲醇溶液，用高效液相色谱进行测定，外表法定量。

A.3.2 试剂、标准品

A.3.2.1 甲醇。

A.3.2.2 乙腈，色谱纯。

A.3.2.3 一级水，或符合色谱要求的其他水。

A.3.2.4 磷酸。

A.3.2.5 绿原酸对照品（CAS 号 327-97-9，纯度≥98%，HPLC）。

A.3.2.6 100μg/mL 绿原酸标准储备液：精密称取绿原酸对照品 10.0mg 于 100mL 容量瓶，加入 50%甲醇溶解，摇匀后定容至 100mL，置于 4℃冰箱贮存，有效期 1 个月。

A.3.3 仪器设备

A.3.3.1 分析天平，感量 0.1mg。

A.3.3.2 电热恒温水浴锅，精度±1℃。

A.3.3.3 离心机。

A.3.3.4 高效液相色谱仪，配有紫外检测器或者二级管阵列检测器。

A.3.4 液相色谱测定

A.3.4.1 试样制备

精确称取粉碎均匀的杜仲叶提取物样品 0.3g 于 25mL 容量瓶中，先加入 50%甲醇约 20mL，70℃水浴 10min。取出、摇匀，冷却后定容至 25mL。摇匀，取上清液 1mL 至 50mL 容量瓶中，补充 50%甲醇至刻度，摇匀，即为稀释 50 倍的测试液。取适量样液离心后，过 0.45μm 的微孔滤膜后供液相色谱分析。

A.3.4.2 色谱条件

色谱柱：C_{18}色谱柱(250 mm×4.6 mm, 5μm)；

流动相：乙腈-0.4%磷酸溶液（13+87）；

流速：1mL/min；

柱温：30℃；

波长：327nm；

进样量：10μL；

理论塔板数按绿原酸计不低于 2000。

A.3.4.3 绿原酸标准曲线的制作

精密吸取绿原酸对照品储备液 0.5mL、1.0mL、2.0mL、3.0mL、4.0mL、5.0mL 分别至 10mL 容量瓶中，用 50%甲醇定容，摇匀。该标准曲线工作液浓度为 5.0μg/mL、10.00μg/mL、20.0μg/mL、30.0μg/mL、40.0μg/mL 和 50.0μg/mL，在规定色谱条件下进行液相色谱分析，以出峰时间定性分析，以试样峰面积对标准液浓度制作标准曲线，求出线性回归方程。

A.3.4.4 样品测定

按照保留时间进行定性，样品与标准品保留时间的相对偏差不大于 5%，多点校正外表法定量。待测样液中绿原酸的响应值应在标准曲线范围内，超过线性范围则应稀释后再进行分析。

A.3.4.5 计算

绿原酸含量以质量分数 W 计，数值以%表示， 按公式（E.1）式计算。

$$W = \frac{C \times V \times n}{m \times 10^6} \times 100\% \quad \text{(E.1)}$$

式中：C——从标准曲线中计算样品中绿原酸的浓度（μg/mL）；

V——样品定容体积（mL）；

n——样品稀释倍数；

m——样品质量（g）。

A.4 粒度的测定

A.4.1 仪器和设备

A.4.1.1 标准筛（带筛盖与接收盒），80 目。

A.4.1.2 分析天平，感量为 0.1g。

A.4.2 操作程序

取接收盒，将标准筛放在接收盒上，称取供试品粉末约 100g（精确至 0.1g），置于标准筛内，将筛

盖盖好。将标准筛保持水平状态，左右往返轻轻筛动 5min，称量接收盒内的样品质量。

A.4.3 计算

通过率以质量分数计，数值以%表示，按公式（E.2）计算。

$$粒度（80目通过率）=\frac{m_2}{m_1}\times 100\% \quad \text{（E.2）}$$

式中：m_1——供试品质量（g）；

m_2——过筛后接收盒内样品质量（g）。

附 录 B

（资料性附录）

B.1 绿原酸对照品色谱图见图 1。

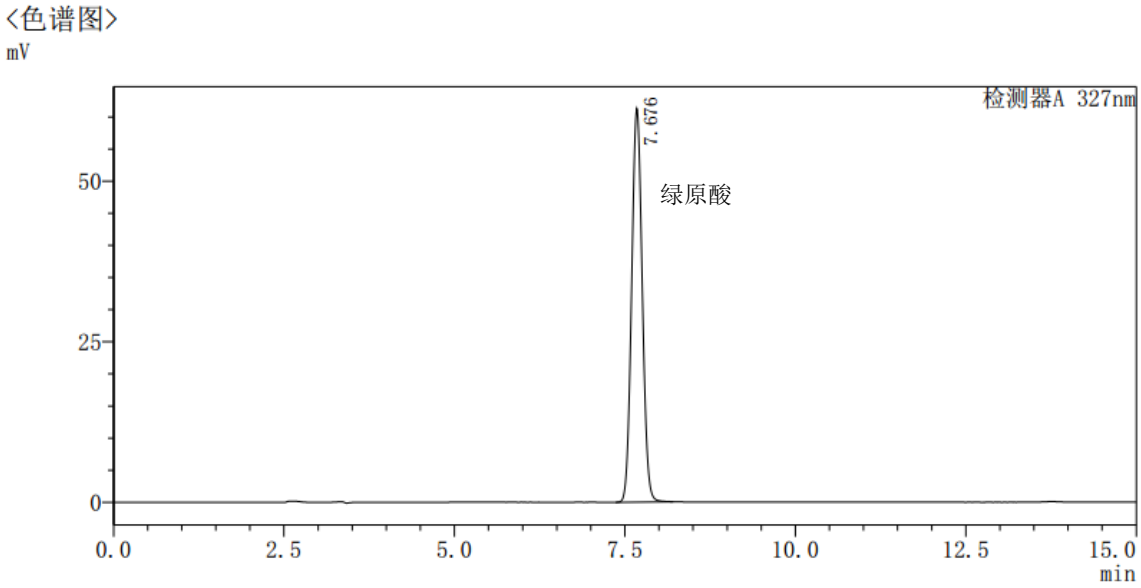

图 1 绿原酸对照品色谱图

B.2 杜仲叶提取物样品色谱图见图 2。

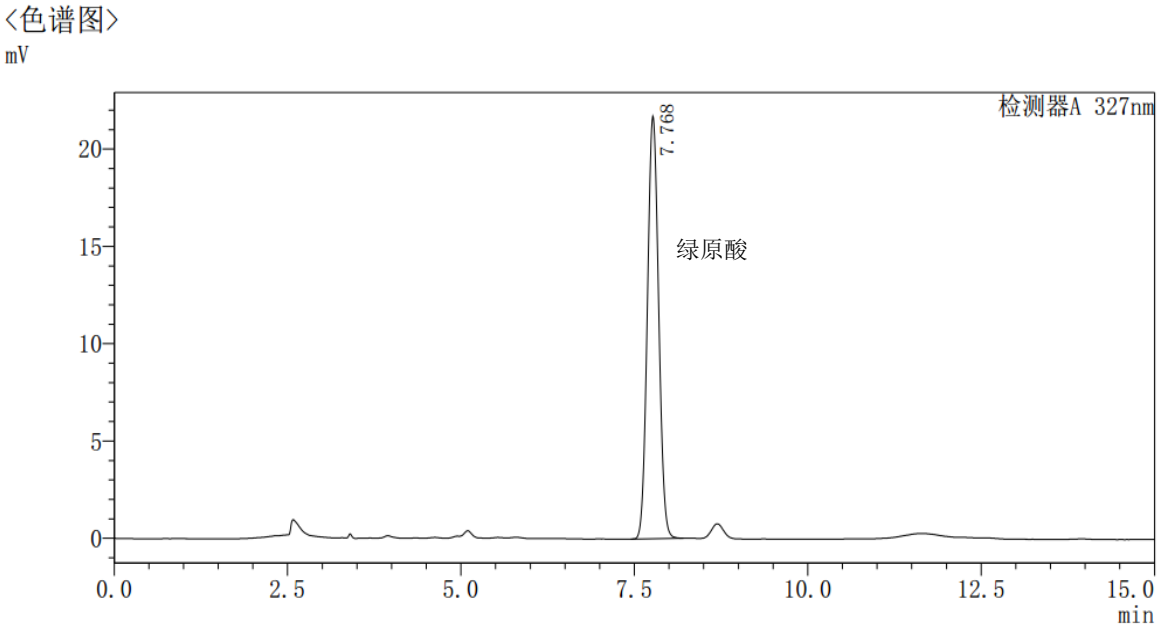

图 2 杜仲叶提取物样品色谱图