植物提取物
苦荞麦提取物

Plant extract-------
Fagopyrum tataricum extract

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：劲牌生物医药有限公司、湖南华诚生物资源股份有限公司、湖北福顺和生物科技有限公司。

本标准主要起草人：张继斌、陈志元、孙代华、黄华学、黄俊、宋谷良、尧伟、胡娇。

植物提取物　苦荞麦提取物

1　范围

本标准规定了苦荞麦提取物的技术要求、检验方法、检验规则、包装、运输、贮存和保质期要求。

本标准适用于苦荞麦的干燥种子，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 4789.2-2016 食品安全国家标准 食品微生物学检验 菌落总数测定

GB 4789.4-2016 食品安全国家标准 食品微生物学检验 沙门氏菌检验

GB 4789.15-2016 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

蓼科植物苦荞麦 *Fagopyrum tataricum* 的干燥种子。

3.1.2 工艺过程

原料 → 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	黄褐色粉末，色泽均匀
滋味与气味	具有苦荞麦特有的气味，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

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，显相同颜色的荧光斑点。
总黄酮（以芦丁计）（以干燥品计）/%	≥70.0
芦丁（以干燥品计）/%	≥60.0
粒度（80目筛通过率）/%	≥90.0
水分/%	≤10.0
灰分/%	≤5.0
铅（Pb）/（mg/kg）	≤2.0
镉（Cd）/（mg/kg）	≤1.0
砷（As）/（mg/kg）	≤2.0
汞（Hg）/（mg/kg）	≤0.1
残留溶剂（乙醇）/（mg/kg）	≤2000

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/（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

其它污染物限量要求，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 理化检验

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，显相同颜色的荧光斑点。

4.2.2 总黄酮

按第 A.3 章中规定的方法进行测定。

4.2.3 芦丁

按第 A.4 章中规定的方法进行测定，液相色谱图及参考保留时间参见附录 B。

4.2.4 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。

4.2.5 水分

按 GB 5009.3-2016 中的第一法进行测定。

4.2.6 灰分

按 GB 5009.4-2016 中的第一法进行测定。

4.2.7 铅

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。

4.2.8 镉

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。

4.2.9 砷

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。

4.2.10 汞

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。

4.2.11 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 微生物检验

4.3.1 菌落总数

按 GB 4789.2-2016 中规定的方法进行检验。

4.3.2 霉菌及酵母菌

按 GB 4789.15-2016 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。

4.3.4 沙门氏菌

按 GB 4789. 4-2016 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：感官、总黄酮、芦丁、粒度、水分、灰分、菌落总数、大肠埃希氏菌。

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) 出厂检验与上次型式检验结果有较大差异时；

d) 产品停产 6 个月以上，重新恢复生产时；

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 食品安全管理国家标准 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 仪器和设备

A.2.1.1 分析天平（十万分之一）。

A.2.1.2 超声波清洗器。

A.2.2 试剂和材料

A.2.2.1 芦丁对照品。

A.2.2.2 甲醇。

A.2.2.3 乙酸乙酯。

A.2.2.4 甲酸。

A.2.2.5 三氯化铝。

A.2.2.6 乙醇。

A.2.3 鉴别方法

A.2.3.1 **供试品溶液**

取本品粉末约35mg，置5mL容量瓶中，加适量甲醇，超声处理（功率250W，频率40kHz）10分钟，用甲醇定容，摇匀，滤过，作为供试品溶液。

A,2.3.2 **对照品溶液**

取芦丁对照品，加甲醇制成每1mL含4mg的溶液，作为对照品溶液。

A.2.3.3 **色谱系统**

薄层板：硅胶G薄层板。

展开剂：乙酸乙酯-甲酸-水（8:1:1）。

显色剂：三氯化铝试液（取三氯化铝1g，加乙醇使溶解成100mL，即得）。

A,2.3.4 色谱操作

分别吸取供试品溶液、对照品溶液各5μl，点于同一硅胶G薄层板上，展开约12cm，取出，晾干，喷以三氯化铝试液，待乙醇挥干后，置紫外灯（365nm）下检视。

A.3 总黄酮测定

A.3.1 方法概要

样品经 60%乙醇溶解后，采用紫外-可见分光光度法测定，以芦丁为对照品按外标法测定总黄酮的含量。

A.3.2 仪器和设备

A.3.2.1 紫外-可见分光光度计。

A.3.2.2 电子天平（十万分之一）。

A.3.2.3 超声波清洗器。

A.3.3 试剂和材料

A.3.3.1 芦丁对照品。

A.3.3.2 乙醇。

A.3.3.3 甲醇。

A.3.3.4 亚硝酸钠。

A.3.3.5 硝酸铝。

A.3.3.6 氢氧化钠。

A.3.3.7 纯化水。

A.3.4 操作方法

A.3.4.1 对照品溶液的制备

取芦丁对照品 25mg，精密称定，置 50mL 量瓶中，加入甲醇约 40mL，超声处理（功率 250W，频

率 40kHz）5 分钟，放冷，用甲醇定容至刻度，摇匀。精密量取 25mL，置 50mL 容量瓶中，加水至刻度，摇匀，即得。

A.3.4.2 供试品溶液的制备

取本品粉末约 30mg，精密称定，置 50mL 容量瓶中，加入 60%乙醇溶液 40mL，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）10 分钟，使其完全溶解，放冷后用 60%乙醇溶液定容，摇匀，滤过，即得。

A.3.4.3 标准曲线的制备

精密量取对照品溶液 1mL、2mL、3mL、4mL、5mL、6mL，分别置 25mL 量瓶中，各加水至 6.0mL，加 5%亚硝酸钠溶液 1mL，摇匀，放置 6 分钟；再加 10%硝酸铝溶液 1mL，摇匀，放置 6 分钟；加 4%氢氧化钠试液 10mL，再加水至刻度，摇匀，放置 15 分钟。以相应试剂为空白，照紫外-可见分光光度法，在 500nm 波长处测定吸光度，以吸光度为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

A.3.4.4 测定方法

精密量取供试品溶液 2mL，置 25mL 容量瓶中，按标准曲线制备项下方法，自“各加水至 6.0mL”起，依法测定吸光度，从标准曲线上读出供试品溶液所含芦丁的浓度（mg/L），计算，即得。

A.3.5 结果计算

供试品中总黄酮含量以质量分数 w 计，数值以%表示，按公式（E.1）计算。

$$w = \frac{C \times V}{m \times 1000} \times 100\% \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots (E.1)$$

式中：w—供试品中总黄酮（以芦丁计）质量分数，%；

C—由标准曲线读得供试品溶液所含芦丁的浓度，mg/L；

V—供试品溶液的稀释体积，mL；

m—供试品的称样量，mg。

A.4 芦丁测定

A.4.1 方法概要

样品经60%乙醇溶液溶解后，采用高效液相色谱法测定，以芦丁为对照品按外标法测定芦丁的含量。

A.4.2 仪器和设备

A.4.2.1 高效液相色谱仪（附紫外检测器）。

A.4.2.2 电子天平（十万分之一）。

A.4.2.3 超声波清洗器。

A.4.3 试剂和材料

A.4.3.1 芦丁对照品。

A.4.3.2 甲醇：色谱纯。

A.4.3.3 磷酸：色谱纯。

A.4.3.4 甲醇。

A.4.3.5 乙醇。

A.4.3.6 纯化水。

A.4.4 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；以甲醇-0.4%磷酸（50:50，V/V）为流动相；检测波长为360nm；理论塔板数按芦丁峰计算应不低于2000。

A.4.5 操作方法

A.4.5.1 对照品溶液的制备

精密称定芦丁对照品15mg于25mL的容量瓶中，加入甲醇溶液约20mL，超声处理（功率250W，频率40kHz）10分钟后，放置至室温，用甲醇溶解定容至刻度，摇匀，即得。

A.4.5.2 供试品溶液的制备

精密称定样品粉末约30mg于50mL容量瓶中，加入60%乙醇约40mL，超声处理（功率250W，频率40kHz）10分钟后，放置至室温，用60%乙醇溶解定容至刻度，摇匀，滤过，即得。

A.4.5.3 测定方法

分别精密吸取对照品溶液和供试品溶液各10μL，注入液相色谱仪，测定，记录色谱图。

A.4.6 结果计算

供试品中芦丁含量以质量分数w计，数值以%表示，公式按（E.2）计算。

$$w = \frac{C \times A_1 \times V}{m \times A_0} \times 100\% \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots$$

式中：w—供试品中芦丁的质量分数，%；

C—对照品溶液中芦丁浓度，mg/L；

A_1—供试品溶液中芦丁的峰面积；

A_0—对照品溶液中芦丁的峰面积；

V—供试品溶液的稀释体积，L；

m—供试品的称样量，mg。

附录 B

（资料性附录）

液相色谱图及参考保留时间[1)]

B.1 液相色谱图

B.1.1 芦丁对照品液相色谱图见图B.1。

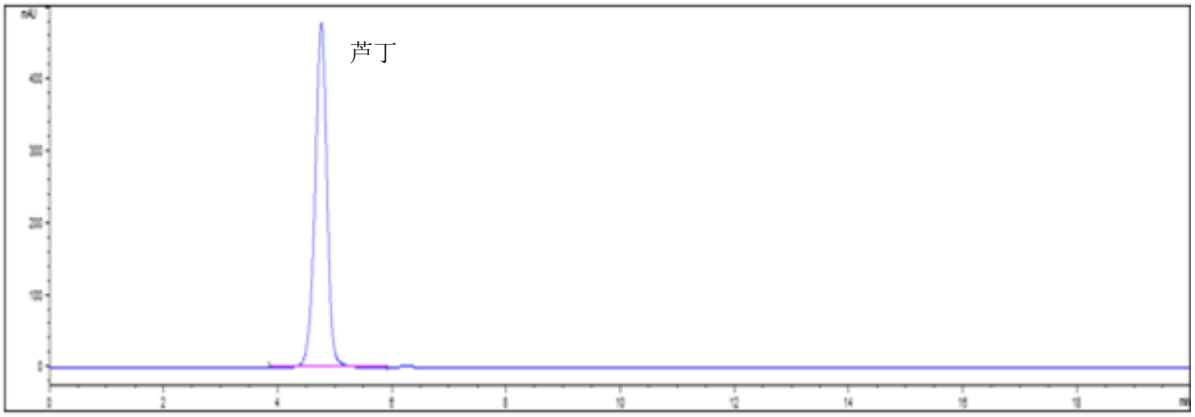

图 B.1 芦丁对照品液相色谱图

B.1.2 苦荞麦提取物液相色谱图见图B.2。

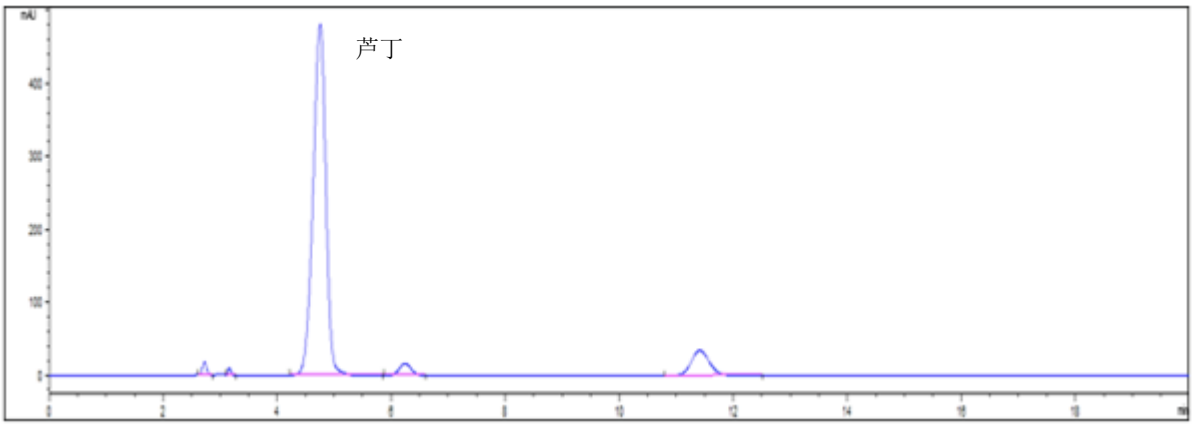

图 B.2 苦荞麦提取物液相色谱图

B.2 芦丁参考保留时间

表 B.1 芦丁参考保留时间

组分名称	保留时间（min）
芦丁对照品	4.76
苦荞麦提取物	4.76

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。