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-2019

植物提取物
总姜黄素

Plant extract---
Curcuminoids

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：宁波中药制药股份有限公司。

本标准主要起草人：方明、吴鼎爱、赵丽娟、左海兵、刘研。

植物提取物　总姜黄素

1　范围

本标准规定了总姜黄素的技术要求、检验方法、检验规则、包装、运输、贮存和保质期要求。

本标准适用于姜科植物姜黄 Curcuma longa L.的干燥根茎，经提取、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/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　0832　水分测定法

《中华人民共和国药典（2015 版）》第四部　通则　0841　灰分测定法

《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

《中华人民共和国药典（2015 版）》第四部　通则　0502　薄层色谱法

3　技术要求

3.1 工艺要求

3.1.1 植物原料

姜科植物姜黄 Curcuma longa L.的干燥根茎。

3.1.2 工艺过程

原料 → 粉碎 → 提取 → 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	黄色至橙黄色粉末或结晶性粉末
滋味与气味	有姜黄特有的气味

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		供试品色谱图中，在与对照品色谱图中姜黄素、去甲氧基姜黄素、双去甲氧基姜黄素相应的位置上显相同颜色的斑点
总姜黄素（按干燥品计）/%		≥90.0
粒度（80 目筛）/%		≥95.0
干燥失重/%		≤2.0
灰分/%		≤2.0
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)	≤0.2
三类溶剂(乙酸乙酯、乙醇等)/mg/kg		≤3000
二类溶剂（甲醇）/mg/kg		≤30
其他一、二类溶剂 /mg/kg		不得检出

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/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。

本品为黄色至橙黄色粉末或结晶性粉末，有姜黄特有的气味。

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，供试品色谱图中，在与对照品色谱图中姜黄素、去甲氧基姜黄素、双去甲氧基姜黄素相应的位置上显相同颜色的斑点。

4.2.2 总姜黄素

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 干燥失重

按《中华人民共和国药典（2015 版）》第四部　通则　0831　干燥失重测定法进行测定。

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：性状、干燥失重、灰分、总姜黄素、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 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

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，遮光贮存。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 60 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 层析缸：规格与薄层板相适应。

A.2.1.2 高效硅胶G薄层板。

A.2.1.3 无水乙醇。

A.2.1.4 三氯甲烷。

A.2.1.5 甲醇。

A.2.1.6 甲酸。

A.2.1.7 姜黄素、去甲氧基姜黄素、双去甲氧基姜黄素对照品。

A.2.2 鉴别方法

A.2.2.1 样品溶液

取本品适量，加无水乙醇配制成浓度 2mg/mL 的溶液。即得。

A.2.2.2 对照品溶液

取姜黄素、去甲氧基姜黄素、双去甲氧基姜黄素对照品适量，加无水乙醇制成每1mL含姜黄素0.5mg、去甲氧基姜黄素0.5mg、双去甲氧基姜黄素0.5mg的溶液，即得。

A.2.2.3 展开剂

三氯甲烷:甲醇:甲酸 = 96:4:0.7（V/V/V）。

A.2.2.4 色谱操作

吸取上述四种溶液各10μL，分别点于硅胶板上，展开，取出，晾干，在紫外光（254或365nm）下检视。

A.2.2.4 测定

供试品色谱图中在与对照品色谱图中姜黄素、去甲氧基姜黄素、双去甲氧基姜黄素相应的位置上显相同颜色的斑点。

A.3 总姜黄素

A.3.1 方法提要

样品经无水乙醇溶液溶解后，采用高效液相色谱法测定，以双去甲氧基姜黄素、去甲氧基姜黄素、姜黄素为对照品按照外标法测定总姜黄素的含量。

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 无水乙醇。

A.3.3.2 乙腈。

A.3.3.3 水。

A.3.3.4 冰醋酸。

A.3.3.5 对照品：双去甲氧基姜黄素，CAS 号 33171-05-0，含量 98.5%；去甲氧基姜黄素，CAS 号 22608-11-3，含量 99.4%；姜黄素，CAS 号 458-37-7，含量 98.7%

A.3.4 色谱条件与系统适用性试验

十八烷基键合硅胶填充柱或同类型柱；4%冰醋酸-乙腈（52:48，V/V）为流动相；检测波长为 430nm；柱温 40℃；双去甲氧基姜黄素、去甲氧基姜黄素、姜黄素色谱峰的理论塔板数均不低于 4000。

A.3.5 操作方法

A.3.5.1 对照品溶液的制备

精密称取双去甲氧基姜黄素、去甲氧基姜黄素、姜黄素对照品适量，加无水乙醇制成每1mL分别含2μg、10μg、40μg的对照品溶液，即得。

A.3.5.2 供试品溶液制备

精密称定样品总姜黄素粉末20mg，置50mL容量瓶中，加无水乙醇适量，超声使溶解，并稀释至刻度，再移取5mL至50mL容量瓶中，用无水乙醇定容，0.45μm微孔滤膜过滤，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

供试品中姜黄素、去甲氧基姜黄素、双去甲氧基姜黄素的含量以质量分数 w 计，数值以%表示，按公式 E.1 计算，然后计算总姜黄素的含量。

$$W = \frac{A_{样} \times W_{对} \times S_{样}}{A_{对} \times W_{样} \times S_{对}(1-\mathrm{d})} \times 100\% \qquad (E.1)$$

式中：

W — 供试品中各组分的质量分数，%；

$A_{样}$ — 供试品峰面积；

$W_{样}$ — 样品称样量，mg；

$S_{样}$ — 样品稀释倍数；

$A_{对}$ — 对照品峰面积；

$W_{对}$ — 对照品称样量,mg；

$S_{对}$ — 对照品稀释倍数；

d—供试品的干燥失重，%。

总姜黄素含量=姜黄素含量+去甲氧基姜黄素含量+双去甲氧基姜黄素含量

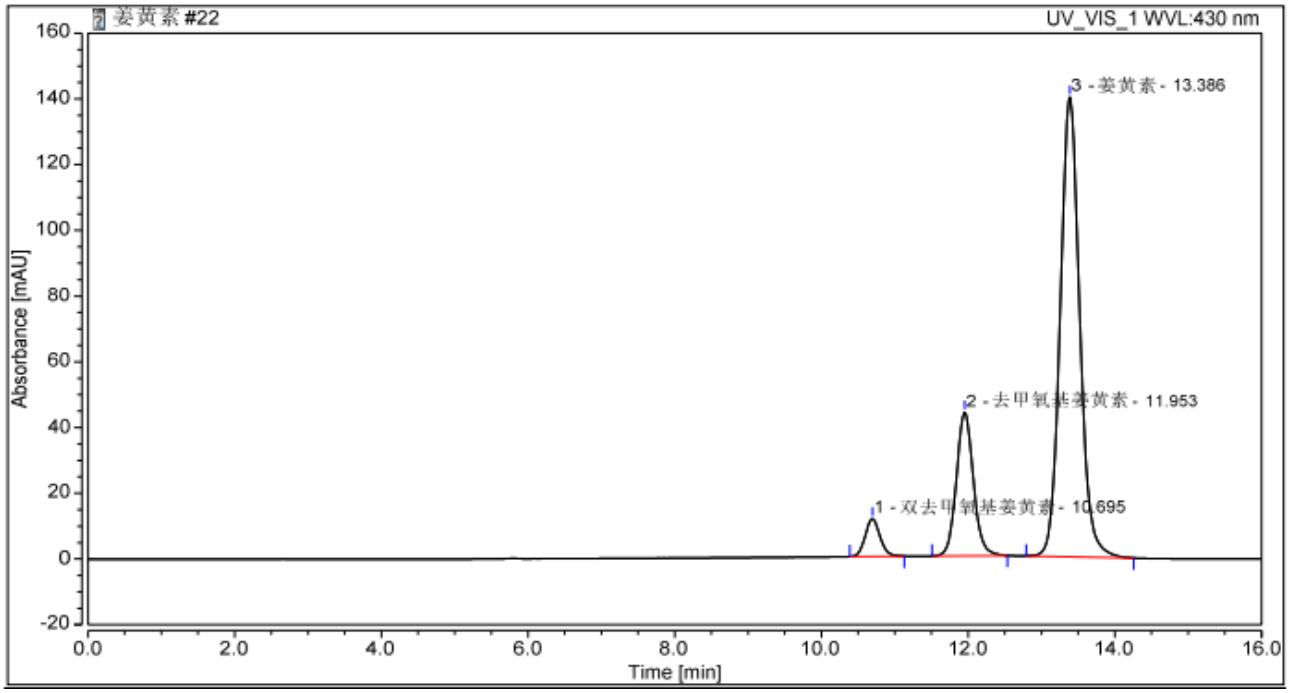
本品以干燥品计，含总姜黄素不得少于90.0%。

附录 B

（资料性附录）

特征图谱及参考保留时间[1]

B.1 总姜黄素 HPLC 特征图谱见图 B.1。



图B.1 总姜黄素HPLC特征图谱

B.2 总姜黄素 HPLC 参考保留时间见表 B.1。

表 B.1 总姜黄素 HPLC 参考保留时间

组分名称	保留时间（min）
双去甲氧基姜黄素	10.695
去甲氧基姜黄素	11.953
姜黄素	13.386

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。