广东省生物医学工程学会团体标准

《艾草产业相关系列标准 艾草浸膏（超临界法）》（征求意见稿）

编制说明

1. 工作简况

1.1 任务来源

本项目由广东省生物医学工程学会委托，由暨南大学、广州暨南生物医药研究开发基地有限公司、广州少伯健康科技有限公司、国家中药现代化工程技术研究中心、广东工业大学、广东药科大学、南阳少伯药业有限公司、南阳华康艾制品有限公司、广州白云山中一药业有限公司，共 9 家单位的专家学者及企业代表成立了《艾草产业相关系列标准 艾草浸膏（超临界法）》团体标准编制小组，开展并协调本标准的编制工作。

1.2 主要工作过程

1.2.1 预备阶段：自 2016 年起由暨南大学、广东工业大学、广东药科大学专家学者汇同广州暨南生物医药研究开发基地有限公司研发人员开始对艾草相关产业进行发展现状和市场的调查研究，明确中药现代化发展方向并根据市场需求，针对艾草及艾草提取物的活性成分展开了系列研究。

1.2.2 项目提案：2021 年 12 月由广州暨南生物医药研究开发基地有限公司牵头，广州少伯健康科技有限公司，南阳少伯药业有限公司、国家中药现代化工程技术研究中心、南阳华康艾制品有限公司多家单位积极响应，提案进行《艾草浸膏》、《艾草原浆》、《艾草精油》、《艾草重油》4 项团体标准的研究。

1.2.3 项目立项征求意见：2021 年 12 月广东省生物医学工程学会团体标准办公室形式审查后，同意进行公开征集参编单位和立项形式审查。2022 年 01 月

广州白云山中一药业申请作为参编单位参与标准编制，广东省生物医学工程学会经资质审核后同意其申请。

1.2.4 项目立项：2022 年 01 月相关专家学者、行业代表经过热烈讨论，积极建言献策，梳理艾草产业、中药提取行业现状及目前发展所面临的问题，在规范行业发展，促进中药现代化，提升艾草产业利用率达成了广泛的共识。为了完善艾草提取产业标准体系，指导企业艾草超临界提取产物艾草浸膏品质评价及质量控制，优化产业动态升级，建议形成艾草提取物系列标准、立即开展《艾草产业相关系列标准 艾草浸膏（超临界法）》团体标准的制定工作。

1.2.5 编制小组成立：于 2022 年 01 月 24 日编制小组成立，研究讨论提出由暨南大学牵头，全体编制单位集体启动标准编制工作。编制小组调研了标准的参考依据，其他国标、行标、地标、团标的相关性，制定了标准编制的总体原则和工作计划、主体框架等，并召开了标准编制组工作会议。并于 2022 年 06 月完成了标准草稿的编制。

1.2.6 标准网络研讨会：完成标准编制后，于 2022 年 06 月 29 日广东省生物医学工程学会发布《关于召开<艾草提取物总则>等系列团体标准研讨会的通知》组织工作组通过腾讯会议平台（会议号 468-460-142），以线上线下同步研讨方式，对标准内容进行深度讨论，收集意见。会后根据各方意见进行修改完善。

1.2.7 征求行业意见：广东省生物医学工程学会通过发布《关于征求<艾草提取物总则>等系列团体标准意见的通知》针对研讨会后的修订稿，再次征求全行业意见。会后多次修改完善。

1.2.8 标准预审：于 2022 年月日，标准编制小组将征求意见并修订后的标准文本报送专家预审会预审。

1.2.9 标准审查：根据标准预审会上评审专家组提出的意见对标准内容加以完善、修改后，形成《艾草产业相关系列标准 艾草浸膏（超临界法）》（送审稿）及编制说明（送审稿）提请专家审查会审查。审查会会后，标准编制组根据广东省生物医学工程学会团体标准专家审查意见修改团体标准及编制说明，形成《艾草产业相关系列标准 艾草浸膏（超临界法）》（报批稿）及编制说明（报批稿）。

1.3 主要参与单位

暨南大学、广州白云山中一药业有限公司、广州暨南生物医药研究开发基地有限公司、广州少伯健康科技有限公司、广东工业大学、广东药科大学、南阳少伯药业有限公司、南阳华康艾制品有限公司、国家中药现代化工程技术研究中心。

1.4 团体标准工作组成员及其所做的工作

1.4.1 主要工作人员：王一飞、任哲、林敏生、王巧利、郭玉英、崔登科、曹晖、郑俊霞、李延庆、马婧、周朋君、黄焕荣、闫小巧。

1.4.2 参与人员所做工作：王一飞、崔登科、李延庆制定了标准的编制计划及完成了框架设计，任哲、林敏生、王巧利、郭玉英、郑俊霞、周朋君、马婧、黄焕荣、闫小巧、曹晖开展了标准制定所需资料的收集与整理，王巧利、郭玉英负责标准文本的具体编制。

2 项目背景及制定的目的与意义

2.1 项目提出的背景

艾草作为我国传统的药用植物，在我国分布广泛，功效纷繁，药用历史悠久，。现代药理研究证实艾草的多种药理活性与其丰富的物质成分密切相关，具有多靶点、多层次的功效特点。近年来工业技术不断革新，科技进步推动着中医药工业的迅猛发展，也促使着中草药提取分离技术不断推陈出新。然而快速发展的工业

技术在提高艾草的利用率、赋能艾草提取产业的同时也存在亟需解决的问题。

1)标准化体系与高速发展的工业脚步不相匹配。提取分离技术的不断发展，促进着天然植物研究开发，提取产业的不断升级优化以及相关经济提升。随着工艺手段的不断精细化，不同工艺所得提取物也不同，产品品质评价应与快速发展的工艺手段相结合，确实做到产品质量由生产输出。各类艾草提取物品类众多，产品品质评价和质量控制等尚缺乏有效的规范引导和控制。

2）产业标准化工作处于滞后状态，标准化指导文件的缺失，使得产业发展缓慢，市场认知较少，产品认可度不高。传统获取艾草浸膏多采用溶剂萃取再挥干，相对于超临界工艺技术，其需要考虑生产时间成分较高、溶剂残留、风险杂质引入，功效成分损失、高温热不稳定等。而超临界二氧化碳萃取技术以绿色环保、无外源试剂杂质污染及高效的优势，加快了其在艾草芳香产业中的应用。但由于其标准化指导文件的缺失使得市场对于这一新技术所得产品认知较少。

3）艾草应用广泛，涉及医药、食品、化妆品、保健品等多个行业，使其行业归口困难，容易形成监管漏洞。不同工艺所得提取物与过程引入的风险杂质成分也各有不同，不能一概而论。然而现有艾草提取物行业笼统使用，造成了提取物产品规格多而杂乱，造成了原材料的资源浪费的同时，也为提取物的治理和产品使用带来极大不便。贴合产品现状的质量标准有利于企业自查自检，有助于相关部门的监管和相关产业产品溯源，提升行业产品的整体质量。

2.2 必要性

由于艾草提取产业发展中面临以上种种原因，一方面良好的社会和经济效益受到市场的广泛认可，各类企业纷纷大量布局；另一方面缺乏必要的完整的产品标准体系，导致艾草各类提取产品在生产、再开发及产品评价方法和技术优化和

推广应用缓慢，制约艾草产业升级的步伐。因此需要根据市场脚步，结合天然产品提取工艺的发展情况，尽快制定艾草提取物系列团体标准。

与其它艾草提取工艺相比，超临界二氧化碳萃取工艺具有以下的优点：

（1） 高效低耗能、绿色安全、工艺简单易掌握等优点；

（2） 超临界二氧化碳提取物，因为其工艺特点不同于传统植物提取方式，萃取过程中不发生化学反应，能有效防止热敏性物质的氧化和逸散，能选择性的把极性大小、沸点高低和分子量大小的成分依次萃取出来；

（3） 能有效解决提取得率低、香气差等问题。

今年来多地区均在大力推广超临界工艺技术，超临界工艺所得提取物不断涌入市场。制定艾草超临界提取艾草浸膏的质量标准不仅能促进超临界提取工艺的规范发展、还能积极推动天然产物提取技术高质量发展、加强植物提取物的标准化，加快相关艾草企业转型升级的步伐。合理可依据的超临界提取物的标准可更好的为消费者提供产品信息，提高产品在消费者群体中的信任度。因此制定艾草超临界提取艾草浸膏的产品评价方案和业内认可的质量标准迫在眉睫。

3 团体标准编制原则和主要内容

3.1 团体标准编制原则

本标准编制工作遵循以下原则：严谨、科学、规范、实事求是。

3.1.1 标准工作组根据该标准的具体情况制定了标准制定的基本原则：保证标准的先进性、合理性及相关标准的配套性；保持标准的继承性与实用性；贯彻及引用最新版本的有关基础标准；

3.1.2 标准起草及编写符合 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》、GB/T 20001《标准编写规则》

3.2 标准主要内容

本标准规定了艾草超临界提取物——艾草浸膏的术语定义、技术要求、试验方法、检验规则。适用于艾草浸膏的生产、检验、销售与科研开发。

3.3 团体标准主要内容的论据

3.3.1 “艾草浸膏”的定义：浸膏通常是指溶剂浸提香料植物组织中所得香料制品。二氧化碳超临界萃取工艺的原理是：在超临界状态下二氧化碳作为流体与物质接触，利用超临界二氧化碳的溶解性能，将植物中的物质萃取至分离釜内，通过减压、升温的方法使得二氧化碳超临界流体变为普通气体，萃取物质则完全析出。因此某种意义上超临界萃取工艺也类似于一种溶剂萃取法，因而艾草超临界萃取产物中水不溶性成分经反复斟酌，定义为艾草浸膏。

3.3.2 艾草浸膏的理化性质评价方法：

1）色状、香味、杂质：超临界工艺擅长将艾草中热不稳定、低极性的挥发性成分萃取出来。香料或香精的好坏，除了理化指标可以判断外，其色状、杂质和香味还能通过人的感官进行评价，是其后续开发和应用的基础，是产品最简单直观的特征。讨论后选定《GB/T 14454.2 香料 香气评定法》作为检验方法。

2）熔点：艾草浸膏中除了挥发性成分还有脂肪酸类和蜡质等。浸膏除了直接作为产品进行开发应用，还可作为原料通过再次分离获得更加精细化的艾草精油。因此熔点成为艾草浸膏中熔点较高的脂肪酸类和蜡质的含量。本标准主要依据《GB/T 24892 动植物油脂 在开口毛细管中熔点（滑点）的测定》。

3）酸值：艾草浸膏中富含大量脂肪酸类物质，酸值是评定油脂中所含游离脂肪酸多少的量度。酸值受很多条件影响，如原料质量的好坏、原料的组成特性；油脂类原料在储藏、加工、运输期间的含水分、杂质的多少，与温度、空气、光照

等因素也有关系。因此酸值是评定油脂类原料品质的好次，也是产品在进行进一步开发时的基础参数。本标准主要依据《GB/T 14455.5 香料 酸值或含酸量的测定》。

4）典型图谱及特征性成分的含量测定：艾草浸膏中含有大量挥发性成分，现行《GB/T 11539-2008 香料 填充柱气相色谱分析 通用法》采用的是填充柱气相气相色谱分析香料的通用方法，其目的在于测定其中一个特定成分的含量和/或探求一个特征图像。但艾草浸膏中挥发性成分较多，且主要为单萜类及倍半萜类成分，母核结构相似，使用该方法各组分的分离度不佳，因此编制小组成员采用GCMS 法测定艾草浸膏中典型图谱，并对特征性成分含量进行测定。

3.4 解决的主要问题

本标准的制定过程中，经过起草小组人员共同努力，通过艾草产业相关系列标准 艾草浸膏的制定与实施，完善艾草提取物相关标准体系；充分反映了当今该产品的技术成果和质量情况，对指导企业，提高产品质量和安全性、规范市场协助完善市场监督管理，更好地满足市场和使用需求具有十分重要的作用，并能更好的促进艾草提取产业的快速、健康以及高附加值的发展。

4 查询国内外相关标准和文献资料

广州暨南生物医药研究开发基地有限公司和暨南大学于 2015 年开展艾草相关研究。经过多年研究及大量的查阅研究资料和行业及相关标准调研，发现艾草产业内现行标准化体系不完善。截至 2022 年 03 月根据全国标准信息公共服务平台查询数据可知，国内外艾草产业相关的现行标准中，有 2 项国际标准、3 项国家标准、1 项行业标准、18 项地方标准、51 项团体标准、百余项企业标准。在整个艾草产业标准体系中，以保健养生产品和种植栽培技术为主要类型，暂未

查询到超临界工艺所得艾草提取物相关现行团体标准及以上标准。

本标准编制小组在充分研究上述体系标准的基础上，参照提取物的相关标准，结合艾草提取物提取工艺的特色，建立艾草提取物系列标准-艾草浸膏。

5 主要试验（或验证）情况

本标准属于产品类标准，试验及验证报告结果如下。共检测 36 批次艾草浸膏的色状、气味、熔点、酸值及代表性组分（桉油精、左旋樟脑、天然冰片、4-萜品醇、α-侧柏酮、α-松油醇、β-石竹烯），统计 36 批次艾草浸膏的数据分布情况，经分析均服从正态分布模型。

单样本 Kolmogorov-Smirnov 检验

		桉油精	侧柏酮	左旋樟脑	天然冰片	萜品醇	松油醇	石竹烯	熔点	酸度
N		36	36	36	36	36	36	36	36	36
正态参数[a,b]	均值	2.27913	.58309	1.50486	1.90532	2.58678	1.22268	5.70360	56.944	40.844
	标准差	1.022364	.198308	.453362	.498079	1.084988	.345807	1.790822	3.4471	4.0921
最极端差别	绝对值	.188	.105	.135	.163	.182	.114	.163	.186	.156
	正	.188	.105	.135	.163	.182	.114	.163	.186	.156
	负	-.103	-.062	-.069	-.097	-.096	-.075	-.083	-.098	-.078
Kolmogorov-Smirnov Z		1.128	.629	.811	.976	1.092	.686	.977	1.115	.934
渐近显著性(双侧)		.157	.824	.526	.297	.184	.735	.296	.166	.348

a. 检验分布为正态分布。
b. 根据数据计算得到。

5.1 感官指标的检验方法：

本标准感官的检验采用感官评定。此方法参照 GB/T1022-2012 《感官分析方法学 总论（ISO 5492:2008, IDT）》和 GB/T 10221—2012《感官分析 术语（ISO 5492: 2008, MOD）》而开展相关感官评价工作。

表 1 感官要求

项目	要求	检验方法
色泽	黄褐色至棕褐色固体	将试样置于比色管内，用目测法观察
组织状态	常温状态为固态	
气味	艾草特殊香气	GB/T 14457.3

5.2 熔点的检验方法

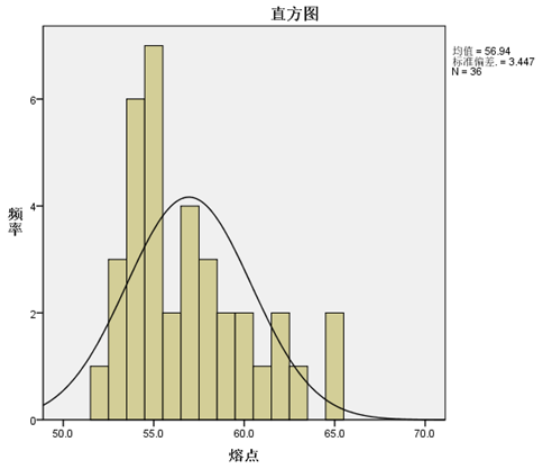
本标准相对密度的检验方法采用的是 GB/T 14457.3 《香料 熔点的测定》规定的检验方法。分别对收集的 36 批次艾草浸膏进行检测，熔点均在 50℃~70℃

之间，参照检验结果及数据描述性分析，综合考虑确定熔点的指标值为：≤70.0℃。

统计量

熔点

N	有效	36
	缺失	0
均值		56.944
均值的标准误		.5745
中值		56.000
标准差		3.4471
方差		11.883
偏度		.856
偏度的标准误		.393
峰度		-.048
峰度的标准误		.768
全距		13.0
极小值		52.0
极大值		65.0



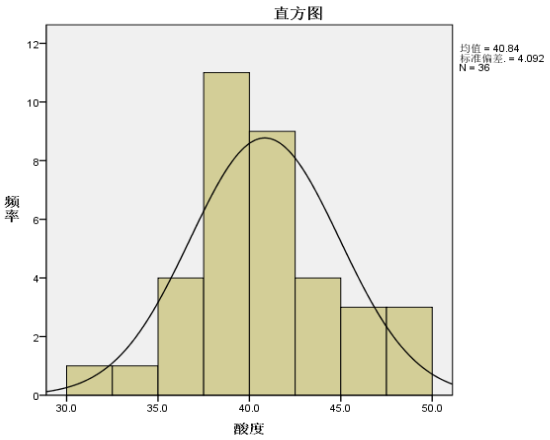
5.3 酸值的检验方法

本标准酸值的检验方法参考 GB/T 14455.5 《香料 酸值或含酸量的测定》规定的检验方法，为增加样品溶解性能，将 GB/T14455.5 中样品溶解溶液更换为正己烷-乙醇溶液，且设定进行超声溶解，加快溶解效率，并进行两种溶液试剂空白试验对比分析，发现无明显差异。分别对收集的 36 批次艾草浸膏进行检测，酸值（以 KOH 计）/（mg/g）均在 36.0~55.0 之间，参考检验结果及数据描述性分析，综合考虑确定酸值的指标值为：艾草浸膏的酸值（以 KOH 计）/（mg/g）：≤55.0。

统计量

酸度

N	有效	36
	缺失	0
均值		40.844
均值的标准误		.6820
中值		40.384
标准差		4.0921
方差		16.745
偏度		.384
偏度的标准误		.393
峰度		.339
峰度的标准误		.768
全距		17.5
极小值		32.3
极大值		49.9



5.4 代表性组分

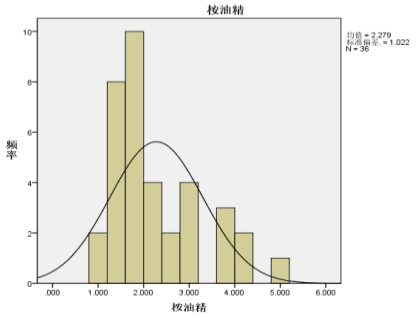
本标准中主要成分含量测定为自建方法，由于艾草浸膏中含有大量结构相似的单萜类、倍半萜类成分，如采用 GB/T 11538 精油 毛细管气相色谱分析 通用法则会因为峰分离度不佳等问题，导致结果判定出现偏差；考虑到上述问题，故采用气相色谱-质谱法，通过全扫描模式获取艾草浸膏中挥发性成分的典型图谱，采用离子监测模式对各组分的定性、定量离子进行捕获，根据外标法，精确计算特征性成分含量。所建立的方法开展了相关方法学考察。结果汇总如下：

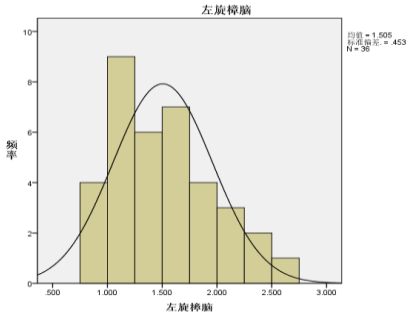
项目	结果	方法学考察要求
专属性	标准空白上机溶液、试剂空白溶液无定量干扰	标准空白上机溶液及试剂空白溶液中无定量干扰。如若有
系统适应性	QC 准确度：≤±12%	QC check standard 准确度应在±15%范围内
线性/范围	各特征性成分线性相关系数＞0.99	线性相关系数不小于 0.98
准确性	各特征性成分加标回收率：81%~123%	各浓度加标回收率应在75%~125%范围内
精密度	检测结果 RSD（n=6）：0.5%~2.5%	检测结果 RSD（n=6）≤5%

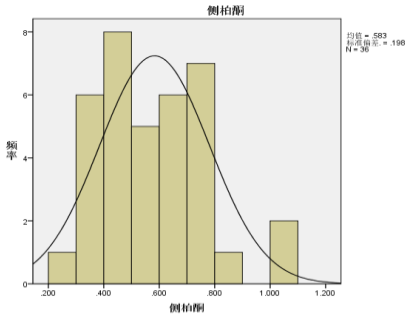
根据艾草浸膏 36 批次检验数据结果，桉油精含量在 0.94mg/kg~5.14mg/kg，左旋樟脑在 0.83mg/kg~2.592mg./kg、天然冰片在 1.26mg/kg~3.41mg/kg、4-萜品醇在 1.11mg/kg~5.43mg/kg、α-松油醇在 0.65mg/kg~2.15mg/kg、β-石竹烯在 3.11mg/kg~9.77mg/kg 之间。α-侧柏酮含量在 0.27mg/kg~1.07mg/kg。根据正态分布情况。设定代表性组分含量限值：桉油精≥0.5mg/kg、左旋樟脑≥0.5mg/kg、天然冰片≥0.5mg/kg、4-萜品醇≥0.5mg/kg、α-松油醇≥0.5mg/kg，β-石竹烯≥2mg/kg。考虑到 α-侧柏酮为风险物质，参考欧盟委员会卫生和消费者保护局对于 α-侧柏酮毒性评估报告，考虑到艾草浸膏为外用品非食用，且常稀释使用，故设定艾草浸膏中侧柏酮含量应≤35mg/kg。

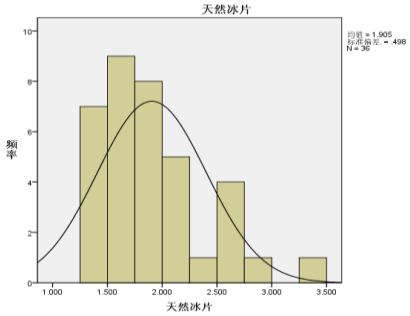
统计量

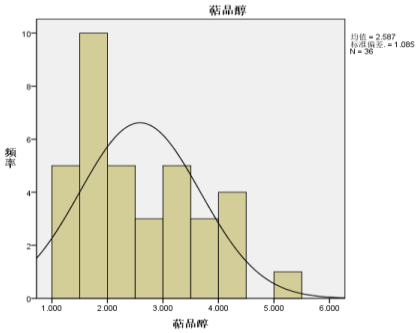
		桉油精	侧柏酮	左旋樟脑	天然冰片	萜品醇	松油醇	石竹烯
N	有效	36	36	36	36	36	36	36
	缺失	0	0	0	0	0	0	0
均值		2.27913	.58309	1.50486	1.90532	2.58678	1.22268	5.70360
均值的标准误		.170394	.033051	.075560	.083013	.180831	.057634	.298470
中值		1.94935	.56112	1.43566	1.79297	2.14854	1.18669	5.34539
标准差		1.022364	.198308	.453362	.498079	1.084988	.345807	1.790822
方差		1.045	.039	.206	.248	1.177	.120	3.207
偏度		1.090	.715	.621	1.140	.740	.642	.609
偏度的标准误		.393	.393	.393	.393	.393	.393	.393
峰度		.524	.160	-.349	1.118	-.282	.033	-.606
峰度的标准误		.768	.768	.768	.768	.768	.768	.768
全距		4.195	.797	1.758	2.151	4.327	1.497	6.665
极小值		.941	.273	.834	1.257	1.106	.649	3.108
极大值		5.135	1.070	2.592	3.408	5.433	2.146	9.773

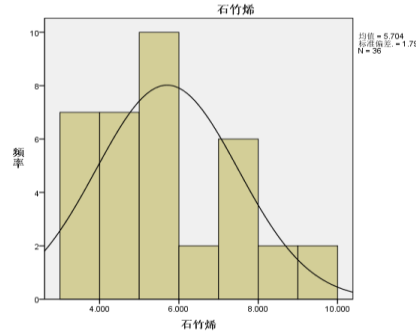


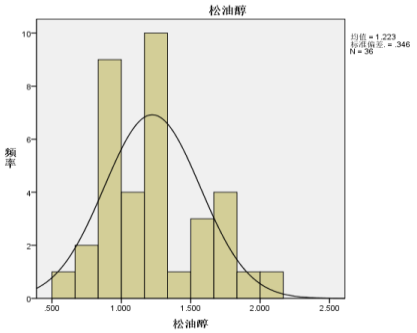












6 标准中涉及专利的情况

本标准未涉及专利。

7 重大分歧意见的处理经过和依据

本标准在制定过程中未出现重大分歧意见

8 征求意见的处理

《广东省生物医学工程学会团体标准征求意见汇总表》中，针对本标准，各位专家及同行提出的建议如下：

（根据各次会议后逐一补充）

8.1 团体标准编制小组一次会议

8.2 团体标准编制小组标准送审稿二次会议

8.3 团体标准评审会议，专家意见：

9 贯彻标准的要求和措施建议

9.1 贯彻标准的要求

艾草提取物生产加工方、产品销售方和产品应用方应了解并掌握《艾草相关产业系列标准 艾草浸膏（超临界法）》，合理、规范地开展各项相关工作。

9.2 贯彻标准的措施建议

适时组织《艾草相关产业系列标准 艾草浸膏（超临界法）》培训，通过交流会进行专题报告，开展《艾草相关产业系列标准 艾草浸膏（超临界法）》解读。

团体标准编制组

2022 年 07 月