ICS
CCS 点击此处添加 CCS 号

T/GDSBME

广 东 省 生 物 医 学 工 程 学 会 团 体 标 准

T/GDSBME XXXX—XXXX

艾草相关产业系列标准
艾草浸膏（超临界法）

Argy Wormwood Industry
Artemisia argyi Concrete (supercritical fluid extraction)

（征求意见稿）

（本草案完成时间：2022 年 07 月 07 日）

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX－XX－XX 发布　　XXXX－XX－XX 实施

广东省生物医学工程学会　　发 布

前　　言

本文件按照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》的规定起草。

T/GDSBME 《艾草相关产业系列标准》日前计划发布如下部分：

——第1部分：艾草提取物总则

——第2部分：艾草浸膏（超临界法）

——第3部分：艾草原液（超临界法）

——第4部分：艾草精油（超临界-分子蒸馏法）

——第5部分：艾草油（脂）（超临界-分子蒸馏法）

……

本文件是T/GDSBME　的第2部分。

本文件由暨南大学提出。

本文件由广东省生物医学工程学会归口。

本文件起草单位：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。

本文件主要起草人：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。

本文件发布实施后，任何单位和个人如有文体和意见建议，均可以通过来电和来函等方式进行反馈，我们将及时答复并认真处理，根据实际情况依法进行评估及复审。

归口管理部门通讯地址：广东省广州市天河区黄埔大道西暨南大学生命科学技术学院5楼南区广东省生物医学工程学会秘书处，联系电话：020-85222072。

文件起草单位通讯地址：广东省广州市天河区黄埔大道西601号暨南大学，联系电话：020-85220504。

引　　言

艾草在我国分布广泛，药用历史悠久。传统药性理论认为其具有温经止血、散寒止痛，外用有祛湿止痒等功效。近年来随着艾草现代药理活性研究的逐渐深入、现代化的提取分离技术日趋完善，艾草资源的开发及综合应用也逐步走向精细化。为了促进艾草现代化工业技术的应用，全面提升艾草精细加工生产技术水平，实现艾草产业的资源节约、生态环保、提质增效与可持续发展。根据艾草现代提取工艺特点、不同艾草提取物的性能以及不同提取物的应用与开发基本要求，针对艾草提取产业工业化需求，确保标准制定的系统性和应用的便利性，制定了艾草提取物的系列标准。T/GDSBME　　本次发布了五个部分。

——第1部分：艾草提取物总则　目的在于确立艾草提取物的总体要求。

——第2部分：艾草浸膏（超临界法）　目的在于确立超临界二氧化碳萃取工艺所得水不溶性组分艾草浸膏的技术要求。

——第3部分：艾草原液（超临界法）　目的在于确立超临界二氧化碳萃取工艺所得水溶性组分艾草原液的技术要求。

——第4部分：艾草精油（超临界-分子蒸馏法）　目的在于确立超临界二氧化碳萃取工艺联用分子蒸馏工艺所得可挥发性艾草精油的技术要求。

——第5部分：艾草油（脂）（超临界-分子蒸馏法）　目的在于确立超临界二氧化碳萃取工艺联用分子蒸馏工艺所得常温半固体状艾草油（脂）的技术要求。

本系列标准还将陆续发布艾草蜡质等艾草提取物部分。

艾草相关产业系列标准
艾草浸膏（超临界法）

1 范围

本文件规定了艾草浸膏（超临界法）的术语和定义、生产要求、检验要求。
本文件适用于艾草浸膏（超临界法）的生产、检验、包装、贮存、运输。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 14454.2 香料 香气评定法
GB/T 24892 动植物油脂 在开口毛细管中熔点(滑点)的测定
GB/T 14454.14 香料 标准溶液、试液和指示液的制备
化妆品安全技术规范

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1
艾草浸膏（超临界法）*Artemisia argyi* Concrete（supercritical fluid extraction）
经二氧化碳超临界萃取法从菊科植物艾（*Artemisia argyi*）的地上部分提取的水不溶性提取物。

4 要求

4.1 色状：黄褐色至棕褐色固体。
4.2 香气：艾草特殊香气。
4.3 熔点：≤70.0 ℃。
4.4 酸值（以 KOH 计）/（mg/g）：≤50.0。
4.5 代表性组分
代表性组分见表3。各代表性组分的定量离子选择及气相色谱-质谱法总离子流图参考见附录A。

表1 代表性组分

代表性组分名称	CAS号	限值（mg/kg）
桉油精 Eucalyptol	470-82-6	≥0.5
左旋樟脑 (+)-2-Bornanone	464-49-3	≥0.5
天然冰片 endo-Borneol	507-70-0	≥0.5
4-萜品醇 Terpinen-4-ol	562-74-3	≥0.5
α-侧柏酮 .alpha.-Thujone	546-80-5	≤35
α-松油醇 .alpha.-Terpineol	98-55-5	≥0.5
β-石竹烯 .beta.-Caryophyllene	87-44-5	≥2

5 试验方法

5.1 色状的检定

将试样置于比色管内，用目测法观察。

5.2 香味的评定

按GB/T 11454.2 的规定。

5.3 熔点的测定

按GB/T 24892 的规定。

5.4 酸值的测定

5.4.1 仪器

5.4.1.1 锥形瓶：250mL
5.4.1.2 滴定管：25mL~50mL

5.4.2 试剂

所用试剂均为分析纯试剂，水为蒸馏水或纯水。制备方法除特殊规定外，应按GB/T 14454.14执行。
5.4.2.1 中性 95%（体积分数）乙醇与正己烷混合溶剂（1:1）：取等体积 95%（体积分数）乙醇与正己烷混合后中和之。
5.4.2.2 氢氧化钾乙醇标准溶液，c（KOH）=0.1mol/L。
5.4.2.3 指示剂：溴百里酚蓝指示剂。

5.4.3 操作步骤

称取适量试样（精确至0.0002g）于锥形瓶（5.4.1.1）中，加入20mL中性95%（体积分数）乙醇与正己烷混合溶剂（5.4.2.1），超声30min，使样品溶解。加入3~5滴溴百里酚蓝指示液（5.4.2.3），用氢氧化钾乙醇标准溶液（5.4.2.2）滴定上述溶液，直至色泽变化维持10s，记录所用的氢氧化钾乙醇标准溶液的体积。

5.4.4 计算

按以下公式计算酸值AV：

$$AV=\frac{V\times c\times 56.1}{m} \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：
V——滴定过程中耗用的氢氧化钾乙醇标准溶液（5.4.2.2）的体积，单位为毫升（mL）；
c——氢氧化钾乙醇标准溶液（5.4.2.2）的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；
m——试样的质量，单位为克（g）；

5.5 代表性组分的测定

5.5.1 仪器

a) 气相色谱-质谱联用仪
b) 柱：(5%-苯基)-甲基聚硅氧烷色谱柱（柱长为 30m，柱内径为 0.25mm，膜厚度为 0.25μm）；
c) 检测器：MS 检测器；

5.5.2 试剂

5.5.2.1 桉油精标准储备溶液（10mg/mL）：精密称取适量桉油精于 10mL 量瓶中，用甲醇稀释制成每 1mL 含桉油精为 10mg 的溶液，摇匀，即得。
5.5.2.2 左旋樟脑标准储备液（10mg/mL）：精密称取适量左旋樟脑溶液于 10mL 量瓶中，用甲醇稀释制成每 1mL 含左旋樟脑为 10mg 的溶液，摇匀，即得。

5.5.2.3　天然冰片标准储备液（5mg/mL）：精密称取适量天然冰片溶液于 10mL 量瓶中，用甲醇稀释制成每 1mL 含天然冰片为 5mg 的溶液，摇匀，即得。
5.5.2.4　α-松油醇标准储备液（10mg/mL）：精密称取适量 α-松油醇溶液于 10mL 量瓶中，用甲醇稀释制成每 1mL 含 α-松油醇为 10mg 的溶液，摇匀，即得。
5.5.2.5　4-萜品醇（10mg/mL）：精密称取适量 4-萜品醇溶液于 10mL 量瓶中，用甲醇稀释制成每 1mL 含 4-萜品醇为 10mg 的溶液，摇匀，即得。
5.5.2.6　α-侧柏酮（10mg/mL）：精密称取适量 α-侧柏酮溶液于 10mL 量瓶中，用甲醇稀释制成每 1mL 含 α-侧柏酮为 10mg 的溶液，摇匀，即得。
5.5.2.7　β-石竹烯（10mg/mL）：精密称取适量 β-石竹烯溶液于 10mL 量瓶中，用甲醇稀释制成每 1mL 含 β-石竹烯为 10mg 的溶液，摇匀，即得。

5.5.3　操作步骤

5.5.3.1　标准上机溶液：精密量取上述标准储备溶液适量，用甲醇稀释制成浓度范围为 10~250μg/mL 标准系列上机溶液，即得。
5.5.3.2　样品溶液：精密量取艾草浸膏 0.5g，置于 100 mL 锥形瓶中，加入甲醇 50mL，精密称定，50℃水浴超声溶解 30min，取出，置于 4℃静置 10min，用甲醇补足重量，摇匀静置，用 0.22μm 微孔滤膜过滤，即得。

5.5.4　测定

5.5.4.1　色谱、质谱条件：

a)　气相色谱参数：
色谱柱：HP-5MS 石英毛细管柱，（30m×0.25mm×0.25μm），或相当者；
载气：氦气，纯度≥99.999%；
流速：1mL/min
进样口温度：240℃
分流比：20:1
程序升温：初始 50℃保持 5min，以 3℃/min 的速率升至 145℃保持 3min，以 10℃/min 的速率升至 200℃保持 2min，以 5℃/min 的速率升至 240℃保持 2min，以 10℃/min 的速率升至 290℃保持 1min。

b)　质谱参数：
电离方式：电子轰击电离（EI）
电离能量：70eV
扫描方式：全扫描＋选择离子检测
扫描范围：30~500m/z
采集离子：详见附录 A

5.5.4.2　数据计算

按以下公式计算艾草浸膏中各代表性组分的含量，结果表示到小数点后三位。

$$X = \frac{c \times D}{m \times 1000} \quad \cdots\cdots (2)$$

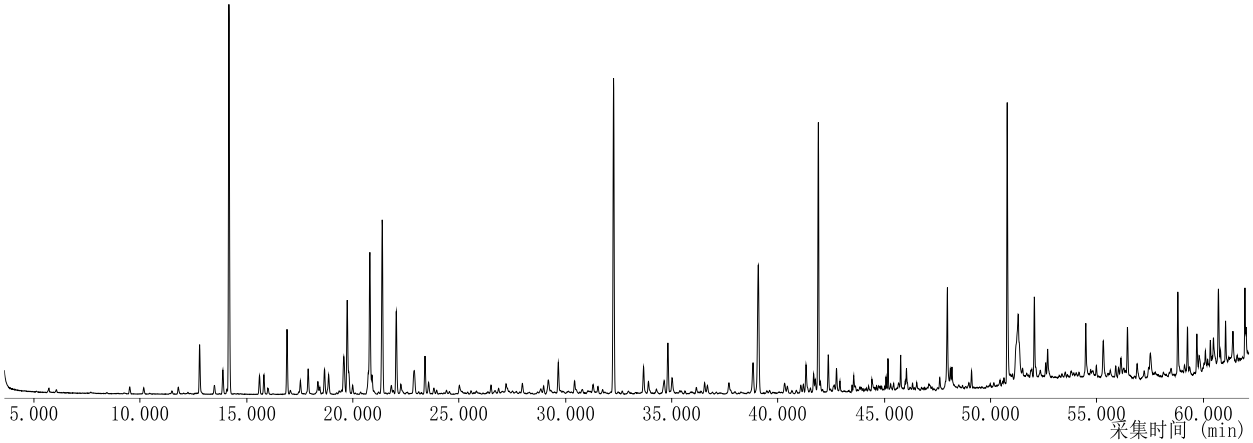
式中：
X——艾草浸膏中代表性成分的含量（mg/g）
c——由标准曲线上查出或由直线回归方程求出的样品溶液中代表性成分的浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；
D——样品稀释比例
m——艾草浸膏取样量，单位为克（g）

5.5.4.3 结果报告

结果应保留三位有效数字，并于报告中注明各代表性成分含量。

附 录 A
（资料性）
代表性成分

艾草浸膏溶液气相色谱-质谱法总离子流图见图A.1。



图A.1 艾草浸膏总离子流图

代表性成分定量离子、定性离子选择及保留时间见表A.1

表A.1 代表性成分离子选择

代表性组分	分子量	保留时间	定量离子	定性离子
桉油精	154.25	14.16	81.0	108.1
α-侧柏酮	152.23	17.89	81.0	110.1
左旋樟脑	152	19.73	95.1	108.1
天然冰片	154.25	20.80	95.1	110.1
4-萜品醇	154.25	21.37	71.0	93.1
α-松油醇	154.25	22.04	136.1	59.1
β-石竹烯	204.35	32.26	133.1	93.1