

团 体 标 准

T/CCCMHP1E 1.XX—2022

植物提取物 山竹果皮提取物

Plant Extract—Mangosteen Peel Extract

（征求意见稿）

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。

2022 - XX - XX 发布

2022 - XX - XX 实施

中国医药保健品进出口商会 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》和GB/T 20004.1—2016《团体标准化 第1部分：良好行为指南》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国医药保健品进出口商会提出并归口。

本文件起草单位：湖南德诺健康管理集团有限公司、湖南德诺牧健生物科技有限公司、永州华茂生物科技有限责任公司、湖南德诺贝莱健康产业有限公司、湖南禾瑞康源生物科技有限公司和湖南德诺检测有限公司。

本文件主要起草人：蒋亦轩、莫卓群、冯博文、樊毅。

植物提取物 山竹果皮提取物

1 范围

本文件规定了山竹果皮提取物的技术要求、检验方法、检验规则、包装、标签、运输、贮存和保质期要求。

本文件适用于以山竹果皮为原料经乙醇水溶液提取、过滤、浓缩、干燥等工序加工制成的山竹果皮提取物。

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 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 4789.4 食品安全国家标准 食品微生物学检验 沙门氏菌检验
- GB 4789.15 食品安全国家标准 食品微生物学检验 霉菌和酵母计数
- GB 4789.38 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 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（2020年版）》第二部 纯化水
- 《中华人民共和国药典（2020年版）》第四部 通则 0261 制药用水
- 《中华人民共和国药典（2020年版）》第四部 通则 8000 试剂与标准物质
- 《中华人民共和国药典（2020年版）》第四部 通则 0832 水分测定法
- 《中华人民共和国药典（2020年版）》第四部 通则 0861 残留溶剂测定法
- 《中华人民共和国药典（2020年版）》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（2020年版）》第四部 通则 2302 灰分测定法
- 《中华人民共和国药典（2020年版）》第四部 通则 2321 铅、镉、砷、汞、铜测定法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 技术要求

4.1 工艺要求

4.1.1 植物原料

莽吉柿（学名：*Garcinia mangostana* L.）俗称山竹，或山竺、山竹子、倒捻子的果皮，除去杂质，经干燥后获得。

4.1.2 工艺过程

原料→粉碎→提取→过滤→浓缩→干燥→产品。

4.2 产品要求

4.2.1 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，色泽均匀
滋味与气味	具有本品特有的气味、味苦
外观	均匀粉末，无肉眼可见异物

4.2.2 理化要求

应符合表2的规定。

表2 理化要求

项目		指标
鉴别	TLC鉴别	供试品TLC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
	HPLC鉴别	供试品HPLC色谱中，应呈现与 α -倒捻子素保留时间一致的色谱峰
α -倒捻子素（按干燥品计）/%		≥ 19.0
粒度（80目筛）/%		≥ 95.0
水分/%		≤ 5.0
灰分/%		≤ 5.0
重金属及有害元素	砷（As）/（mg/kg）	≤ 2.0
	铅（Pb）/（mg/kg）	≤ 2.0
	镉（Cd）/（mg/kg）	≤ 2.0
	汞（Hg）/（mg/kg）	≤ 0.1
残留溶剂（乙醇）/（mg/kg）		≤ 1000

4.2.3 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
霉菌和酵母/（CFU/g）	≤ 50
大肠埃希菌/（CFU/g）	不得检出
沙门菌/25g	不得检出

4.2.4 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。

5 检验方法

5.1 感官检验

启开试样后，立即嗅其气味并尝其滋味；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，并检查有无异物。

5.2 理化检验

5.2.1 鉴别

5.2.1.1 TLC 鉴别

按A.2中规定的方法进行测定。

5.2.1.2 HPLC 鉴别

按A.3中规定的方法进行测定。

5.2.2 α -倒捻子素

按A.4中规定的方法进行测定, 图谱及参考保留时间参见附录B。

5.2.3 粒度

按《中华人民共和国药典(2020年版)》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。

5.2.4 水分

按《中华人民共和国药典(2020年版)》第四部 通则 0832 水分测定法第二法进行测定。

5.2.5 灰分

按《中华人民共和国药典(2020年版)》第四部 通则 2302 灰分测定法 总灰分测定法进行测定。

5.2.6 重金属及有害元素

铅、砷、铬、汞按《中华人民共和国药典(2020年版)》第四部 通则 2321 铅、镉、砷、汞、铜测定法进行测定。

5.2.7 残留溶剂(乙醇)

按《中华人民共和国药典(2020年版)》第四部 通则 0861 残留溶剂测定法 第二法进行测定。

5.3 微生物检验

5.3.1 菌落总数

按GB 4789.2中规定的方法测定。

5.3.2 霉菌和酵母

按GB 4789.15中规定的方法测定。

5.3.3 大肠埃希菌

按GB 4789.38中规定的方法进行测定。

5.3.4 沙门菌

按GB 4789.4中规定的方法测定。

6 检验规则

6.1 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。

6.2 出厂检验

6.2.1 产品应逐批检验, 检验合格并签发合格证后产品方可出厂。

6.2.2 出厂检验项目: 外观、鉴别、 α -倒捻子素、粒度、水分、灰分、重金属及有害元素、菌落总数、霉菌和酵母、大肠埃希菌、沙门菌。

6.3 型式检验

6.3.1 型式检验项目包括本文件中规定的全部项目。

6.3.2 正常生产时每年应进行一次型式检验。

6.3.3 有下列情况之一时应进行型式检验。

- 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。

6.4 判定规则

6.4.1 检验结果全部项目符合本文件规定时，判该批产品为合格品。

6.4.2 检验结果不符合本文件要求时，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。

7 包装、标签、运输、贮存和保质期

7.1 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。

7.2 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、贮存条件。

7.3 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。

7.4 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。

7.5 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24个月。

附录 A

(规范性)

检验方法¹⁾

A.1 一般规定

本文件所用水,在没有注明其他要求时,指纯化水,应符合GB/T 6682—2018实验用水、《中华人民共和国药典(2020年版)》第四部 通则 0261 制药用水和《中华人民共和国药典(2020年版)》第二部 纯化水的要求。本文件所用试剂,在没有注明其它要求时,均指分析纯试剂。本文件所用试剂和标准品应符合《中华人民共和国药典(2020年版)》第四部 通则 8000 试剂与标准物质要求。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 TLC 鉴别

A.2.1 方法提要

通过薄层色谱法可以得到 α -倒捻子素清晰的色谱斑点,从而对其进行鉴别。

A.2.2 仪器和设备

- A.2.2.1 分析天平,感量为0.1mg。
- A.2.2.2 超声波清洗器。
- A.2.2.3 层析缸:规格与色谱薄层板相适应。
- A.2.2.4 点样器。
- A.2.2.5 硅胶H薄层板。

A.2.3 试剂和材料

- A.2.3.1 甲醇,色谱纯。
- A.2.3.2 一级水,或符合色谱要求的其他水。
- A.2.3.3 乙酸乙酯。
- A.2.3.4 正丁醇。
- A.2.3.5 α -倒捻子素对照品(Alpha-Mangostin, CAS号:6147-11-1),纯度 \geq 98%(HPLC)。
- A.2.3.6 展开剂:乙酸乙酯—正丁醇—甲醇—水(5:3:1:1,体积比)的上层溶液。

A.2.4 操作方法

A.2.4.1 对照品溶液的制备

精密称取 α -倒捻子素对照品适量,加甲醇制成每1mL含 α -倒捻子素0.40mg对照品溶液。

A.2.4.2 供试品溶液的制备

取供试品,加甲醇制成每1mg含0.40mg的溶液。

A.2.4.3 测定方法

分别吸取对照品溶液10 μ L、供试品溶液10 μ L,点于硅胶板上,展开约8cm,取出,置紫外灯(365nm)下检视。

A.2.5 比移值 R_f 的计算

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。

比移值 R_f 按公式(A.1)计算,计算结果保留小数点后一位有效数字。

$$R_f = \frac{L_1}{L_0} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

R_f ——供试品(或对照品)的比移值;

L_1 ——原点到供试品(或对照品)色斑中心的距离,单位为厘米(cm);

L_0 ——原点到展开剂前沿的距离,单位为厘米(cm)。

A.3 HPLC 鉴别

A.3.1 方法提要

通过HPLC色谱法呈现与 α -倒捻子素保留时间一致的色谱峰。

A.3.2 仪器和设备

A.3.2.1 分析天平,感量为0.1mg。

A.3.2.2 电热恒温水浴锅,精度 $\pm 1^\circ\text{C}$ 。

A.3.2.3 离心机。

A.3.2.4 超声波萃取器(功率为200W,频率为40kHz)

A.3.2.5 高效液相色谱仪,配有紫外检测器或者二极管阵列检测器。

A.3.3 试剂和材料

A.3.3.1 甲醇,色谱纯。

A.3.3.2 一级水,或符合色谱要求的其他水。

A.3.3.3 乙酸乙酯。

A.3.3.4 正丁醇。

A.3.3.5 α -倒捻子素对照品(Alpha-Mangostin, CAS号:6147-11-1),纯度 $\geq 98\%$ (HPLC)。

A.3.4 色谱条件与系统适用性

色谱条件如下:

——色谱柱:十八烷基键合硅胶填充柱(C_{18} , 4.6mm \times 250mm, 5 μm)或其他同类型色谱柱;

——流速:1.0mL/min;

——柱温:35 $^\circ\text{C}$;

——检测波长:240nm;

——进样量:10 μL ;

——流动相:以甲醇:水(85:15,体积比)为流动相。

理论塔板数按 α -倒捻子素计算不低于2000。

A.3.5 操作方法

A.3.5.1 对照品溶液的制备

精密称取 α -倒捻子素对照品0.1g,置于25mL的容量瓶中,加甲醇溶液20mL,超声波萃取器振荡15min,冷却后加甲醇溶液定容。精密量取5mL至25mL容量瓶,加甲醇稀释至刻度,摇匀,过0.45 μm 微孔滤膜后,即得。

A.3.5.2 供试品溶液的制备

精密称取供试品0.1g，置于25mL的容量瓶中，加甲醇溶液20mL，超声波萃取器振荡15min，冷却后加甲醇溶液定容。精密量取1mL至50mL容量瓶，加甲醇稀释至刻度，摇匀，过0.45 μ m微孔滤膜后，即得。

A.3.5.3 测定方法

分别吸取对照品溶液与供试品溶液注入液相色谱仪，测定，按照对照品保留时间进行定性，供试样品与对照品保留时间的相对偏差不大于5%。

A.4 α -倒捻子素

A.4.1 仪器和设备

- A.4.1.1 分析天平，感量为0.1mg。
- A.4.1.2 电热恒温水浴锅，精度 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 。
- A.4.1.3 离心机。
- A.4.1.4 超声波萃取器（功率为200W，频率为40kHz）
- A.4.1.5 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.4.2 试剂和材料

- A.4.2.1 甲醇，色谱纯。
- A.4.2.2 一级水，或符合色谱要求的其他水。
- A.4.2.3 乙酸乙酯。
- A.4.2.4 正丁醇。
- A.4.2.5 α -倒捻子素对照品（Alpha-Mangostin，CAS号:6147-11-1），纯度 $\geq 98\%$ （HPLC）。
- A.4.2.6 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ α -倒捻子素标准储备液：精密称取 α -倒捻子素对照品10.0mg于100mL容量瓶，加入甲醇溶解，摇匀后定容至100mL，置于4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱贮存，有效期1个月。

A.4.3 色谱条件与系统适用性

色谱条件如下：

- 色谱柱：十八烷基键合硅胶填充柱（C₁₈，4.6mm \times 250mm，5 μm ）或其他同类型色谱柱；
- 流速：1.0mL/min；
- 柱温：35 $^{\circ}\text{C}$ ；
- 检测波长：240nm；
- 进样量：10 μL ；
- 流动相：以甲醇：水（85:15，体积比）为流动相。

理论塔板数按 α -倒捻子素计算不低于2000。

A.4.4 操作方法

A.4.4.1 供试品溶液的制备

精密称取粉状供试品0.1g，置于25mL的容量瓶中，加甲醇溶液20mL，超声波萃取器振荡15min，冷却后加甲醇溶液定容。精密量取5mL至25mL容量瓶，加甲醇稀释至刻度，摇匀，过0.45 μm 微孔滤膜后，即得。

A.4.4.2 标准曲线的绘制

分别精密吸取 α -倒捻子素对照品储备液0.5mL、1.0mL、2.0mL、3.0mL、4.0mL、5.0mL分别至10mL容量瓶中，用甲醇定容，摇匀。该标准曲线工作液浓度为5.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、10.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、20.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、30.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、40.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 和50.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，在给定的色谱条件下进行液相色谱分析，以保留时间定性分析，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. 4. 4. 3 测定方法

按照保留时间进行定性，样品与对照品保留时间的相对偏差不大于5%，多点校正外标法定量。待测样液中 α -倒捻子素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. 4. 5 结果计算

供试品中 α -倒捻子素含量以质量分数 w 计，数值以%表示，按公式（A.2）计算。

$$w = \frac{C \times V \times n}{m \times 10^6 \times (1 - d)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

w ——供试品中 α -倒捻子素的质量分数，%；

C ——从标准曲线中计算供试品中 α -倒捻子素的浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

V ——供试品溶液的定容体积，单位为毫升（ mL ）；

n ——供试品的稀释倍数；

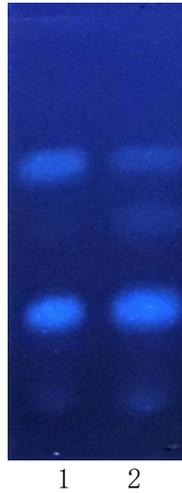
m ——供试品的称样量，单位为克（ g ）；

d ——供试品的水分含量，%；

10^6 ——单位转换值。

附录 B
(资料性)
图谱及参考保留时间

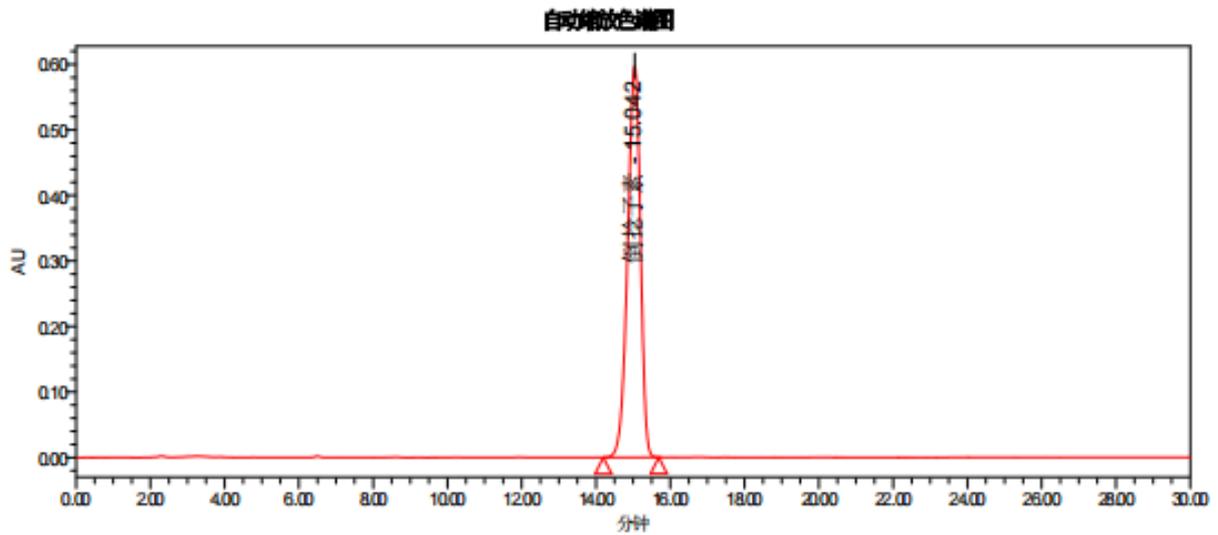
B.1 α -倒捻子素鉴别图谱见图 B.1。



说明：1— α -倒捻子素对照品；2—供试品。

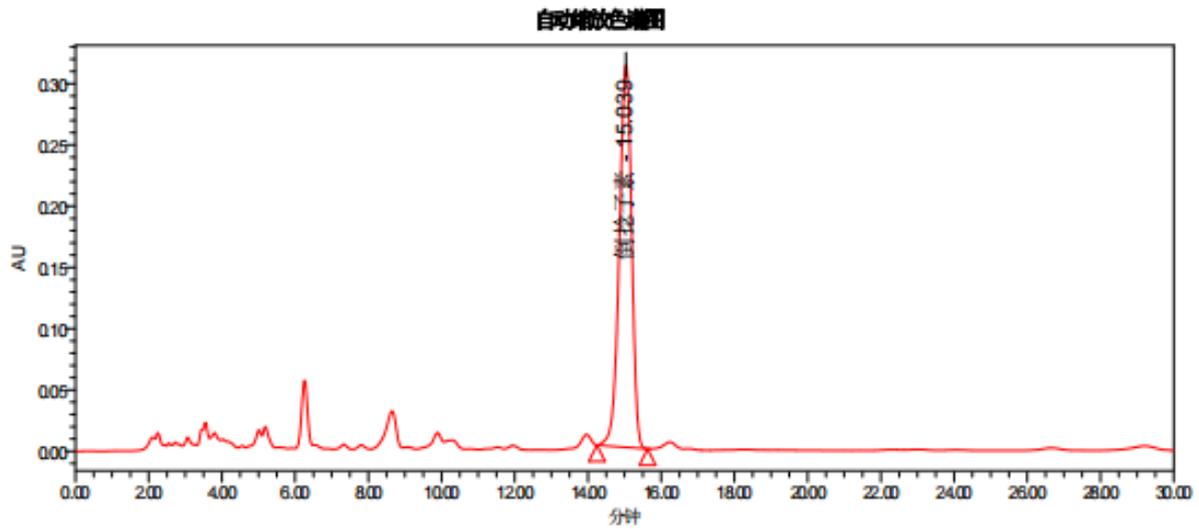
图B.1 TLC 鉴别图谱

B.2 α -倒捻子素对照品 HPLC 图谱见图 B.2。



图B.2 对照品 (α -倒捻子素) HPLC 图谱

B.3 供试品 HPLC 图谱见图 B.3。



图B.3 供试品 HPLC 图谱

B.4 α -倒捻子素 HPLC 峰参考保留时间见表 B.1。

表B.1 α -倒捻子素 HPLC 峰参考保留时间

类别	组分名称	保留时间/min
对照品	α -倒捻子素	15.042
供试品	α -倒捻子素	15.039