

团 体 标 准

T/CCCMHP1E 1.XX—202X

植物提取物 黑果腺肋花楸提取物

Plant Extract—Black Chokeberry 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。

202X - XX - XX 发布

202X - 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—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。

本标准由中国医药保健品进出口商会提出并归口。

本标准起草单位：

本标准主要起草人：

植物提取物 黑果腺肋花楸提取物

1 范围

本标准规定了黑果腺肋花楸提取物的技术要求、检验方法、检验规则、包装、标签、运输、贮存和保质期要求。

本标准适用于黑果腺肋花楸新鲜冷冻果经提取、精制、干燥等工序制成的黑果腺肋花楸提取物。

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 4789.1 食品安全国家标准 食品微生物学检验 总则

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 5009.3 食品安全国家标准 食品中水分的测定

GB 5009.4 食品安全国家标准 食品中灰分的测定

GB 5009.11 食品安全国家标准 食品中总砷及无机砷的测定

GB 5009.12 食品安全国家标准 食品中铅的测定

GB 5009.15 食品安全国家标准 食品中镉的测定

GB 5009.17 食品安全国家标准 食品中总汞及有机汞的测定

GB/T 6682 分析实验室用水规格和实验方法

《中华人民共和国药典（2020版）》第四部 通则 0401 紫外-可见分光光度法

《中华人民共和国药典（2020版）》第四部 通则 0502 薄层色谱法

《中华人民共和国药典（2020版）》第四部 通则 0512 高效液相色谱法

《中华人民共和国药典（2020版）》第四部 通则 0861 残留溶剂测定法

《中华人民共和国药典（2020版）》第四部 通则 0982 粒度和粒度分布测定法

3 技术要求

3.1 工艺要求

3.1.1 植物原料

蔷薇科植物黑果腺肋花楸 *Aronia melanocarpa* (Michx.)Elliott.的果实。

3.1.2 工艺过程

黑果腺肋花楸果实→提取→精制→干燥→产品。

3.2 产品要求

3.2.1 感官要求

应符合表 1 的规定。

表 1 感官要求

项目	要求
色泽	深紫色至紫黑色，色泽均匀
滋味与气味	具有本品特有的气味，味涩
外观	精细粉末，无正常视力可见外来异物

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	TLC 鉴别	供试品色谱图中，在与对照品绿原酸、新绿原酸和矢车菊素-3-O-半乳糖苷相应的位置上，显示相同的颜色斑点。
	HPLC 鉴别	供试品谱图应与黑果腺肋花楸提取物 HPLC 色谱图相似，供试品谱图峰 1-5 相对保留时间应与黑果腺肋花楸提取物相对保留时间一致。
花色苷/%		≥25.0
花青素（以飞燕草素计）/%		≥20.0
粒度（80 目筛）/%		≥95.0
水分/%		≤5.0
灰分/%		≤3.0
重金属及有害元素	砷（As）/（mg/kg）	≤1.0
	铅（Pb）/（mg/kg）	≤2.0
	镉（Cd）/（mg/kg）	≤0.3
	汞（Hg）/（mg/kg）	≤0.3
残留溶剂（乙醇）/（mg/kg）		≤1000

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
霉菌和酵母/（CFU/g）	≤100
大肠埃希氏菌/（CFU/g）	不得检出
沙门氏菌/25g	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，尝其滋味；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，并检查有无异物。

4.2 理化指标

4.2.1 鉴别

4.2.1.1 TLC 鉴别方法

按第 A.2 中规定的方法进行测定。

4.2.1.2 HPLC 鉴别方法

按第 A.3 中规定的方法进行测定。

4.2.2 花色苷

按附录 A.3 中规定的方法进行测定。

4.2.3 花青素

按附录 A.4 中规定的方法进行测定。

4.2.4 粒度

按《中华人民共和国药典（2020 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 中的第一法进行测定。

4.2.6 灰分

按 GB 5009.4 中的第一法进行测定。

4.2.7 铅

按 GB 5009.12 中规定的方法进行测定。

4.2.8 砷

按 GB 5009.11 中规定的方法进行测定。

4.2.9 汞

按 GB 5009.17 中规定的方法进行测定。

4.2.10 镉

按 GB 5009.15 中规定的方法进行测定。

4.2.11 残留溶剂

按《中华人民共和国药典（2020 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 中规定的方法进行检验。

4.3.2 霉菌和酵母

按 GB 4789.15 中规定的方法进行检验。

4.3.3 大肠埃希氏菌

按 GB 4789.38 中规定的方法进行检验。

4.3.4 沙门氏菌

按 GB 4789.4 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：感官要求、水分、灰分、花色苷、花青素、菌落总数、霉菌及酵母菌数、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 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、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 薄层色谱鉴别

A.2.1 仪器和材料

A.2.1.1 天平，感量 0.01mg。

A.2.1.2 超声波清洗仪。

A.2.1.3 层析缸。

A.2.1.4 硅胶 GF₂₅₄ 薄层板。

A.2.1.5 甲醇。

A.2.1.6 乙酸乙酯。

A.2.1.7 甲酸。

A.2.1.8 水。

A.2.1.9 显色剂：10%硫酸乙醇溶液

A.2.1.10 绿原酸对照品(CAS 号 327-97-9)，纯度 \geq 99.0% (HPLC)。

A.2.1.11 新绿原酸对照品(CAS 号 906-33-2)，纯度 \geq 99.0% (HPLC)。

A.2.1.12 矢车菊素-3-O-半乳糖苷对照品(CAS 号 27661-36-5)，纯度 \geq 98.0% (HPLC)。

A.2.2 鉴别方法

A.2.2.1 对照品溶液制备

取绿原酸、新绿原酸、矢车菊素-3-O-半乳糖苷对照品，各加甲醇制成每 1mL 含 0.1mg 溶液，作为对照品溶液。

A.2.2.2 供试品溶液制备

取本品粉末 50mg，加甲醇 10mL，超声处理（200W，40KHz）10 分钟，离心取上清液作为供试品溶液。

A. 2. 2. 3 展开剂

乙酸乙酯-甲酸-水（7：1：1，体积比）。

A. 2. 2. 4 色谱操作

分别吸取对照品溶液和供试品溶液 5 μL，分别点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上，上行展开约 10cm，取出，晾干，均匀喷洒 10%硫酸乙醇溶液，105℃加热 2 分钟，置 365nm 紫外灯下检视。

A. 2. 2. 5 测定

供试品色谱图中，在与对照品绿原酸、新绿原酸和矢车菊素-3-0-半乳糖苷相应的位置上，显示相同的颜色斑点。

A. 3 花色苷

A. 3. 1 方法提要

样品经甲醇溶液溶解后，采用高效液相色谱法测定，以矢车菊素-3-0-半乳糖苷为对照品按外标法测定花色苷的含量。

A. 3. 2 仪器和材料

A. 3. 2. 1 分析天平，感量为 0.01mg。

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 甲醇（色谱纯）。

A. 3. 3. 2 乙腈（色谱纯）。

A. 3. 3. 3 甲酸（色谱纯）。

A. 3. 3. 4 纯化水。

A. 3. 3. 5 对照品：矢车菊素-3-0-半乳糖苷，CAS 号 27661-36-5，HPLC≥98%。

A. 3. 4 色谱条件与系统适用性试验

A.3.4.1 色谱条件

色谱条件如下：

——色谱柱：Agilent TC-C18（250×4.6mm 5 μ m）或同等类型的色谱柱；

——流动相：以甲酸-水溶液（10/90，V/V）为流动相 A，以乙腈-甲醇-水-甲酸溶液（25/25/50/10，V/V/V/V）为流动相 B，按表 A.1 要求进行梯度洗脱；

——检测波长：535nm；

——柱温：35℃；

——流速：1mL/min；

——进样量：5 μ L。

表 A. 1 梯度洗脱条件

时间/min	流动相A/%	流动相B/%
0~30	85→60	15→40
30~40	60→35	40→65
40~50	35	65
50~56	35→85	65→15
56~65	85	15

A.3.4.2 系统适用性

待仪器稳定后，在上述色谱条件下进样，理论板数按矢车菊素-3-O-半乳糖苷峰计算应不低于 5000。

A.3.5 操作方法

A.3.5.1 对照品溶液的制备

精密称取对照品矢车菊素-3-O-半乳糖苷约 5mg（精确至 0.01mg），于 25mL 容量瓶中，加甲醇溶液溶解定容，作为对照品溶液。

A.3.5.2 供试品溶液制备

精密称取样品约 20mg（精确至 0.01mg），于 25mL 容量瓶中，加入约 20mL 甲醇溶液超声（200W，40KHz）处理 20min 后，冷却至室温定容，用 0.45 μ m 微孔滤膜过滤，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 5 μL，注入液相色谱仪，测定，记录色谱图。

A.3.6 结果计算

供试品中花色苷（以矢车菊素-3-O-半乳糖苷计）质量分数 w_1 ，数值以%表示，按公式（A.1）计算。

$$w_1 = \frac{A_1 \times V_1 \times C_0}{A_0 \times m_1 \times 10^6} \times 100\% \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

w_1 ——供试品中花色苷组分的质量分数，%；

A_1 ——供试品溶液中花色苷组分的峰面积之和（谱图中峰 1~4）；

A_0 ——标准品溶液中矢车菊素-3-O-半乳糖苷的峰面积；

C_0 ——标准品溶液的浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

m_1 ——供试品的称样量，单位为克（g）；

V_1 ——供试品的稀释体积，单位为（mL）；

注 1：黑果腺肋花楸提取物谱图及各有效成分出峰顺序参见附录 B 中的 B.2。

A.4 花青素

A.4.1 方法提要

样品经超声溶解后，采用紫外可见分光光度法测定。

A.4.2 仪器和设备

A.4.2.1 分析天平，感量 0.01mg。

A.4.2.2 超声波清洗仪。

A.4.2.3 紫外可见分光光度计。

A.4.3 试剂

A.4.3.1 甲醇：分析纯

A.4.3.2 盐酸：分析纯

A.4.3.3 2%盐酸-甲醇溶液（m/V）：准确量取盐酸 47mL，加入 800mL 甲醇中，再用甲醇稀释至 1000mL，摇匀，即得。

A.4.4 操作方法

A.4.4.1 供试品溶液的制备

准确称取样品约 20mg (精确至 0.01mg), 置 50mL 容量瓶中, 加入约 40mL 2%盐酸-甲醇溶液, 在超声水浴中 (20℃左右) 振荡溶解 20min, 放置 10min 至室温后, 用 2%盐酸-甲醇溶液定容, 再吸取 5mL 用 2%盐酸-甲醇溶液稀释至 100mL, 样品溶液应澄清透明, 若混浊, 则用滤纸过滤, 取续滤液作为供试样品溶液, 立即测定。

A.4.4.2 测定方法

以 2%盐酸-甲醇溶液为空白, 在 535nm 吸收波长、1cm 比色皿条件下测吸光度 A 。

A.4.5 结果计算

黑果腺肋花楸提取物中花青素的含量以飞燕草素的质量分数 W 计, 数值以 % 表示, 按公式 (A.2) 计算:

$$W = \frac{A \times K}{1020 \times M} \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

A ——供试品溶液在吸收波长 535nm 下的吸光度;

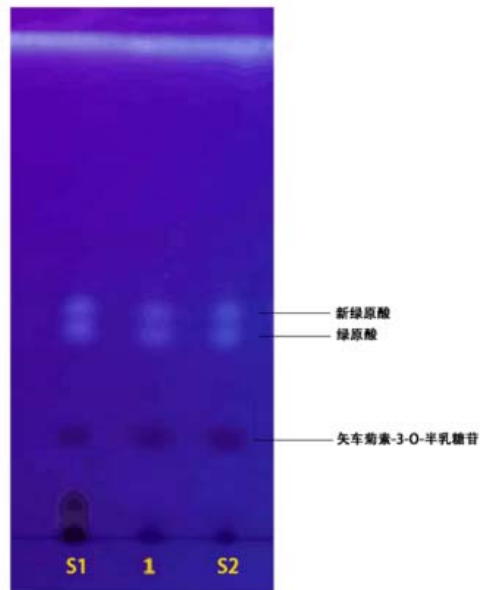
K ——供试品溶液的稀释倍数;

M ——供试品质量, 单位为克 (g);

1020——飞燕草素的百分吸光系数 ($E_{1cm}^{1\%}$), 即在 535nm 吸收波长下, 飞燕草素的溶液浓度为 1g/100mL、比色皿厚度为 1cm 时溶液的吸光度。

附录 B
 (资料性附录)
 薄层鉴别图

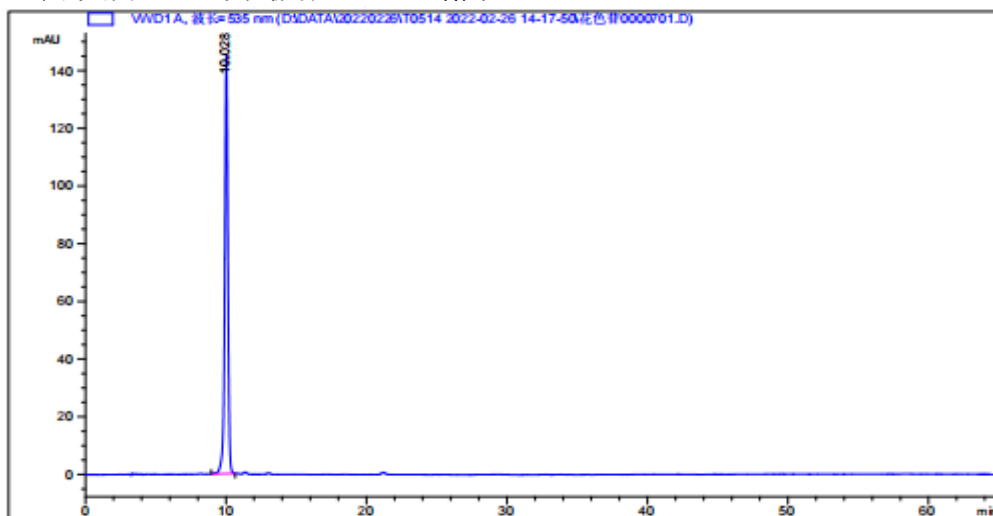
B.1 黑果腺肋花楸提取物薄层鉴别图。



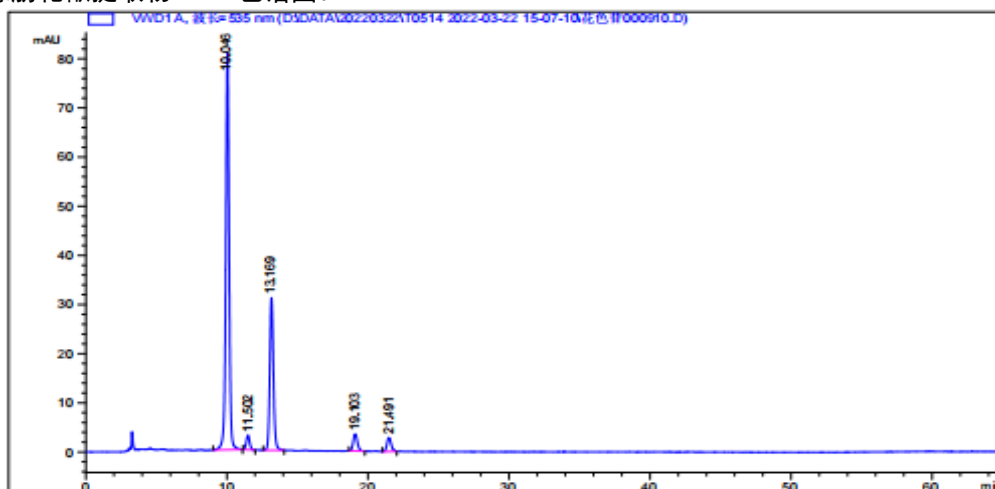
说明：S1—黑果腺肋花楸对照原料，S2—新绿原酸、绿原酸、矢车菊素-3-O-半乳糖苷混合对照品，1—黑果腺肋花楸提取物。

HPLC 色谱图及参考保留时间¹⁾

B.2 标准品（矢车菊素-3-O-半乳糖苷）HPLC 色谱图。



B.3 黑果腺肋花楸提取物 HPLC 色谱图。



黑果花楸提取物中各有效成分参考保留时间见表 B.1。

表 B.1 黑果腺肋花楸提取物中各有效成分参考保留时间

序号	名称	保留时间 (min)	相对保留时间
1	矢车菊素-3-0-半乳糖苷	10.043	1.00
2	矢车菊素-3-0-葡萄糖苷	11.502	1.14
3	矢车菊素-3-0-阿拉伯糖苷	13.169	1.31
4	矢车菊素-3-0-木糖苷	19.103	1.90
5	矢车菊素	21.491	2.14

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。