



中国医药保健品进出口商会团体标准

T/CCCMHPIE 1.41—2018

植物提取物 万寿菊提取物 Plant extract— Marigold Oleoresin Extract

2018-07-01 发布

2018-07-15 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。

本标准由中国医药保健品进出口商会国际商务标准化技术委员会负责解释。

本标准负责起草单位：云南博浩生物科技集团股份有限公司和晨光生物科技集团股份有限公司。

本标准主要起草人：柏老六、李凤飞、刘春、连运河、曹德勇、程远欣、李田、焦利卫、李红丽、朱慧勋。

万寿菊提取物

1 范围

本标准规定了万寿菊提取物的技术要求、检验方法、检验规则和标签、包装、运输、贮存要求。

本标准适用于以植物万寿菊的花为原料，经溶剂萃取等工艺制得的万寿菊提取物。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB 26405 食品安全国家标准 食品添加剂 叶黄素

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

《中华人民共和国药典（2015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（2015版）》第四部 通则 0512 高效液相色谱法

3 技术要求

3.1 工艺要求

3.1.1 植物原料

以菊科万寿菊属植物万寿菊 *Tagetes erecta* L.的花为原料。

3.1.2 工艺过程

原料→萃取→蒸发脱溶→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	褐黄色、棕红色
气味	万寿菊特有气味

外观	均匀膏状体，无可见异物
----	-------------

3.2.2 理化要求

应符合表 2 的规定。

项目	指标
鉴别	供试品溶液图谱中应有与对照品溶液图谱中叶黄素和玉米黄质保留时间基本一致的色谱峰。
总叶黄素/(g/kg)	≥120.00
水分/%	≤3.00
总砷（以 As 计）/(mg/kg)	≤1.0
铅（Pb）/(mg/kg)	≤1.0
镉（Cd）/(mg/kg)	≤1.0
汞（Hg）/(mg/kg)	≤0.1

表 2 理化要求

3.2.3 其他污染物

其他污染物限量要求，依据不同用途，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

取本品嗅其气味，另取样品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

按第 A.2 章中规定的方法进行测定，供试品溶液图谱中应有与对照品溶液图谱中叶黄素和玉米黄质保留时间基本一致的色谱峰。

4.2.2 总叶黄素

按第 A.3 章中规定的检验方法进行测定。

4.2.3 水分

按 GB 5009.3 中规定的第二法进行测定。

4.2.4 总砷（以 As 计）

按 GB 5009.11 中规定的方法进行测定。

4.2.5 铅（Pb）

按 GB 5009.12 中规定的方法进行测定。

4.2.6 镉（Cd）

按 GB 5009.15 中规定的方法进行测定。

4.2.7 汞（Hg）

按 GB 5009.17 中规定的方法进行测定。

5 检验规则

5.1 组批

同一工艺、同一批投料生产，在一定间隔时间内搅拌均匀的均匀产品为一检验批次。

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：外观、总叶黄素、水分。

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 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。

6.2 标签

包装标签上应标注：产品名称、批号、规格、净重、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、有腐蚀性和易污染物品混装载运，防止挤压、日晒、雨淋。

6.4 贮存

产品在常温下密封贮存于避光、阴凉、干燥的仓库中，禁止与有毒、有害、有腐蚀性、易污染等物品一起堆放。

6.5 保质期

在符合规定的运输和贮存条件下，以及在包装完整、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何种溶剂配制时,均指水溶液。

A.2 鉴别试验

A.2.1 仪器和设备

A.2.1.1 高效液相色谱仪(附紫外检测器或其他等效检测器)。

A.2.1.2 超声波清洗机。

A.2.1.3 恒温水浴锅。

A.2.1.4 分析天平,感量 0.1mg。

A.2.2 试剂和材料

A.2.2.1 正己烷:色谱纯。

A.2.2.2 乙酸乙酯:色谱纯。

A.2.2.3 异丙醇:色谱纯。

A.2.2.4 HEAT 试剂:将正己烷、丙酮、无水乙醇和甲苯按体积比 10/7/6/7 混合摇匀。

A.2.2.5 正己烷。

A.2.2.6 甲苯。

A.2.2.7 无水乙醇。

A.2.2.8 无水硫酸钠。

A.2.2.9 氢氧化钾。

A.2.2.10 甲醇。

A.2.2.11 丙酮。

A.2.2.12 无水硫酸钠水溶液:无水硫酸钠/水=10g/100mL。

A.2.2.13 40%氢氧化钾-甲醇溶液:氢氧化钾/甲醇=40g/100mL。

A.2.2.14 叶黄素对照品: CAS 号 127-40-2, HPLC 纯度 \geq 90.0%。

A.2.2.15 玉米黄质对照品: CAS 号 144-68-3, HPLC 纯度 \geq 90.0%。

A.2.3 参考色谱条件

A.2.3.1 色谱柱:硅胶柱, 4.6 \times 250mm, 3 μ m; 或其他等效的色谱柱。

A. 2. 3. 2 流动相：正己烷/乙酸乙酯/异丙醇=70/30/1.5（体积比）。

A. 2. 3. 3 柱温：室温。

A. 2. 3. 4 流速：1.5mL /min。

A. 2. 3. 5 检测波长：446nm。

A. 2. 3. 6 理论塔板数按叶黄素峰计算应不低于 5000。

A. 2. 4 鉴别方法

A. 2. 4. 1 对照品溶液的制备

分别称取约 0.01g 叶黄素和玉米黄质对照品于 50mL 棕色容量瓶中，精确至 0.0001g，加约 20mL 流动相超声溶解，冷却至室温后用流动相定容至刻度，摇匀备用，临用新制用于定性。

A. 2. 4. 2 供试品溶液的制备

取供试品于 56℃ 水浴锅中加热 1~2h 搅拌均匀后称取 0.02g~0.03g，精确到 0.0001g，置于 100mL 容量瓶中，加入 HEAT 试剂 30mL，超声溶解后加入 40%氢氧化钾-甲醇溶液 2mL 摇匀，放入 56℃ 水浴锅中皂化 20min（在皂化过程中，要接上冷凝装置以防止溶剂损失），取出冷却至室温，加入 30mL 正己烷后摇匀，用无水硫酸钠水溶液定容至刻度，剧烈振摇 2min，于暗处静置 1h，吸取上清液 5mL 于 25mL 容量瓶中，用 0.45μm 滤膜过滤后即得，临用新制。

A. 2. 4. 3 测定

在 A.2.3 参考色谱条件下，吸取对照品溶液和供试品溶液各 10μL 进行测定，供试品溶液图谱中应有与对照品溶液图谱中叶黄素和玉米黄质保留时间基本一致的色谱峰。

A. 3 总叶黄素的测定方法

A. 3. 1 仪器和设备

A. 3. 1. 1 分析天平，感量 0.1mg。

A. 3. 1. 2 紫外-可见分光光度计。

A. 3. 1. 3 恒温水浴锅。

A. 3. 1. 4 超声波清洗机。

A. 3. 2 试剂和溶液

A. 3. 2. 1 丙酮。

A. 3. 2. 2 无水乙醇。

A. 3. 2. 3 甲苯。

A. 3. 2. 4 甲醇。

A. 3. 2. 5 正己烷。

A. 3. 2. 6 无水硫酸钠。

A. 3. 2. 7 氢氧化钾。

A. 3. 2. 8 水。

A. 3. 2. 9 HEAT 试剂：将正己烷、丙酮、无水乙醇和甲苯按体积比 10/7/6/7 混合摇匀。

A. 3. 2. 10 无水硫酸钠水溶液：无水硫酸钠/水=10g/100mL。

A. 3. 2. 11 40%氢氧化钾-甲醇溶液：氢氧化钾/甲醇=40g/100mL。

A. 3. 3 操作方法

A. 3. 3. 1 供试品溶液的制备

取供试品于 56℃ 水浴锅中加热 1~2h 搅拌均匀后称取 0.02g~0.03g，精确到 0.0001g，置于 100mL 容量瓶中，加入 HEAT 试剂 30mL，超声溶解后加入 40%氢氧化钾-甲醇溶液 2mL 摇匀，放入 56℃ 水浴锅中皂化 20min（在皂化过程中，要接上冷凝装置以防止溶剂损失），取出冷却至室温，加入 30mL 正己烷后摇匀，用无水硫酸钠水溶液定容至刻度，剧烈振摇 2min，于暗处静置 1h，吸取上清液 2mL 于 100mL 容量瓶中，用正己烷定容至刻度，摇匀备用，临用新制。

A. 3. 3. 2 测定方法

将供试品溶液置于 1cm 比色皿中，以正己烷做空白对照，用紫外-可见分光光度计在 474nm 处测定吸光度。（吸光度应控制在 0.3~0.7 之间，否则应调整供试品浓度，再重新测定吸光度。）

A. 3. 4 结果计算

供试品中总叶黄素含量以质量分数 w 计，数值以 g/kg 表示，按公式 (E.1) 计算：

$$w = \frac{A \times 2500}{m \times 236} \dots\dots\dots (E.1)$$

w ——供试品中总叶黄素含量，g/kg；

A ——实际测定供试品溶液的吸光度；

2500——供试品溶液的稀释倍数；

m ——供试品的称样量，g；

236——叶黄素在 474nm 处的吸收系数。

实验结果以 3 个平行测定结果的算术平均值为准，在重复条件下 3 个平行测定结果两两

的最大绝对差值不超过 2g/kg，否则应重测，计算结果保留小数点后 2 位有效数字。

附录 B

(资料性附录)

叶黄素及玉米黄素液相色谱图

B.1 万寿菊提取物 HPLC 图谱及参考保留时间

B.1.1 万寿菊提取物 HPLC 图谱

叶黄素及玉米黄素混合对照品 HPLC 图谱见图 B1。

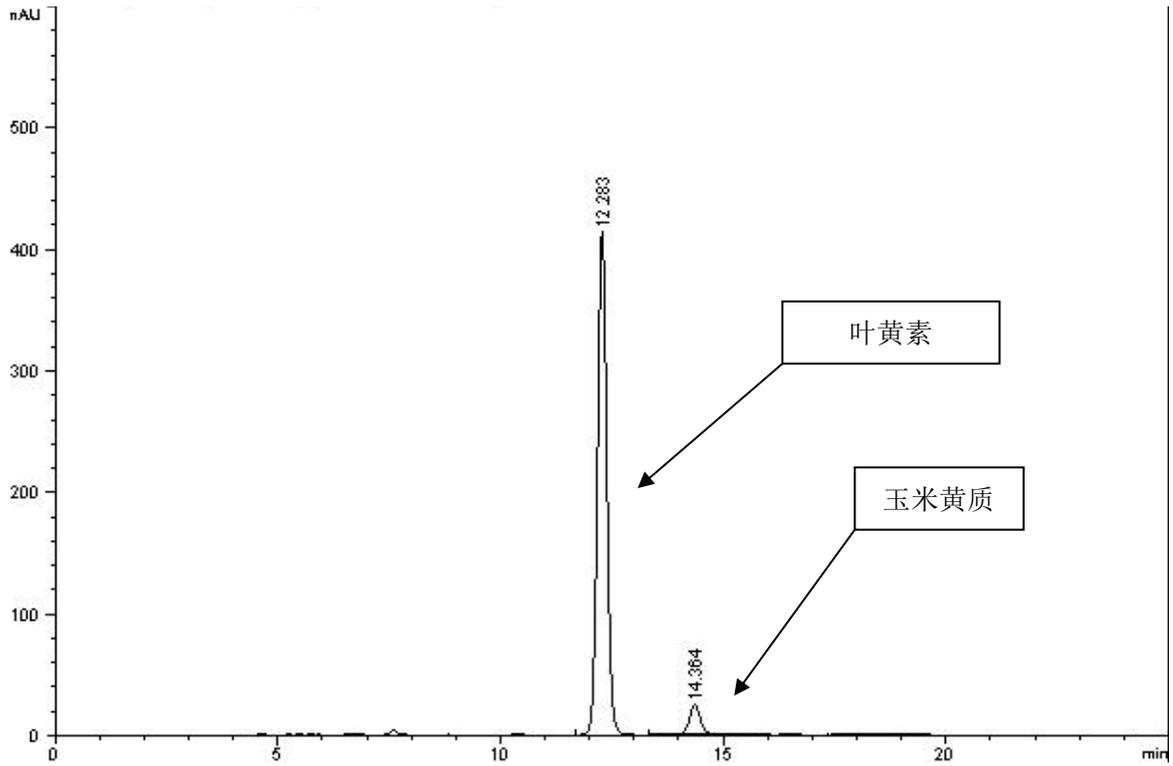


图 B1 叶黄素及玉米黄质混合对照品 HPLC 图谱

万寿菊提取物 HPLC 图谱见图 B2。

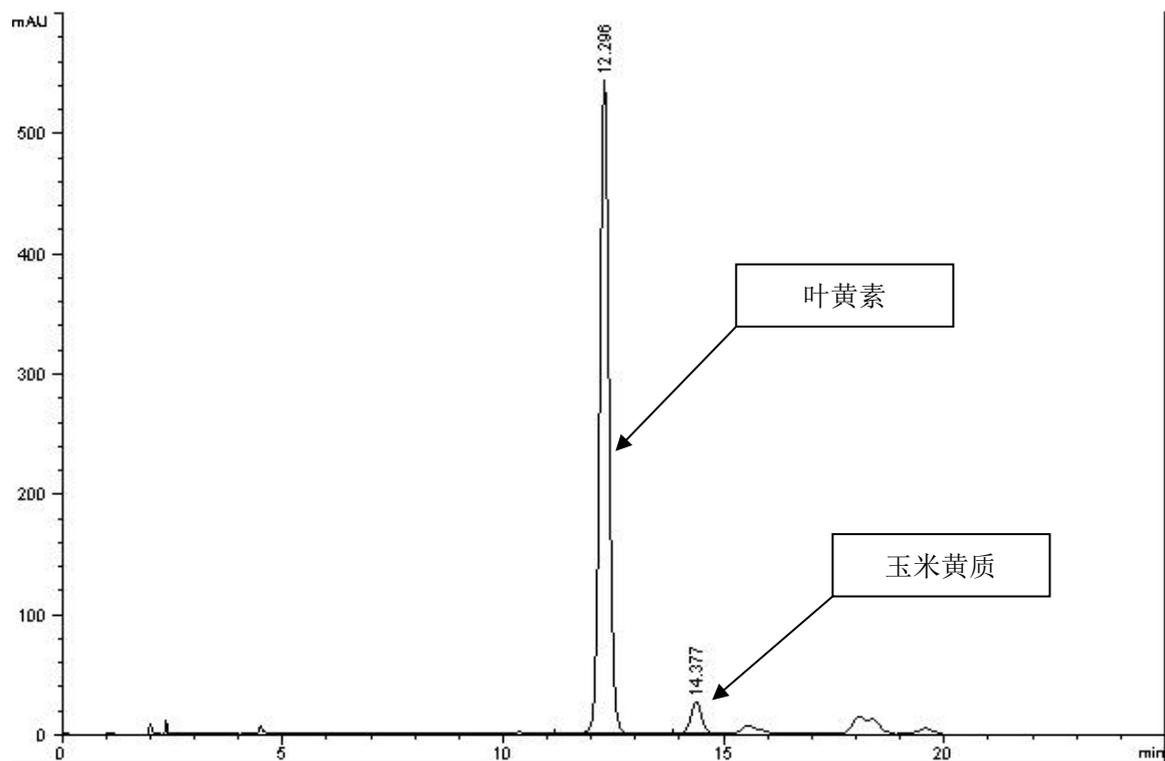


图 B2 万寿菊提取物 HPLC 图谱

B.1.2 万寿菊提取物 HPLC 参考保留时间及相对保留时间

表 B1 万寿菊提取物 HPLC 参考保留时间

组分名称	保留时间/min	相对保留时间
叶黄素	12.30	1.00
玉米黄质	14.38	1.17

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。