



中国医药保健品进出口商会团体标准

T/CCCMHPIE 1.31—2018

植物提取物

花椒提取物

Plant extract——

Zanthoxylum app. 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：晨光生物科技集团股份有限公司、河北省食品检验研究院、中华全国供销合作总社南京野生植物综合利用研究院。

本标准主要起草人：李凤飞、齐立军、李挥、赵伯涛、武亚明、杨清山、王红、朱羽尧、魏占娇、焦利卫。

花椒提取物

1 范围

本标准规定了花椒提取物的技术要求、检验方法、检验规则、包装、标签、运输、贮存和保质期要求。

本标准适用于芸香科花椒属植物青花椒 *Zanthoxylum schinifolium* Sieb. et Zucc. 或花椒 *Zanthoxylum bungeanum* Maxim. 的干燥成熟果皮经超临界 CO₂ 萃取、精制制得的提取物，商品化的产品应以符合本标准的花椒提取物为原料，可添加符合食品添加剂质量规格要求的乳化剂、抗氧化剂和（或）食用的植物油制成。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 30616 食品安全国家标准 食品用香精

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 5009.11 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

《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

芸香科花椒属植物青花椒 *Zanthoxylum schinifolium* Sieb. et Zucc. 或花椒 *Zanthoxylum bungeanum* Maxim. 的干燥成熟果皮。

3.1.2 工艺过程

原料→超临界 CO₂ 提取→精制→调配→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	棕褐色至深褐色
气 味	具有花椒特有的香味
状 态	粘稠状液体，无可见异物

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	供试品特征高效液相色谱图中应呈现 4 个特征峰，其中与羟基- α -山椒素对照品峰相应的峰为 S 峰，其他各个特征峰与 S 峰的相对保留时间分别约为：0.93（羟基- ϵ -山椒素），1.07（羟基- β -山椒素），2.15（羟基- γ -山椒素）
花椒麻素/%	≥ 100
总砷（以 As 计）/（mg/kg）	≤ 1.0
铅（Pb）/（mg/kg）	≤ 1.0

3.2.3 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

取适量样品置于清洁、干燥的白瓷盘中，在自然光下，观察其色泽、外观，嗅其气味，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，供试品高效液相色谱图中应呈现 4 个特征峰，其中与羟基- α -山椒素对照品峰相应的峰为 S 峰，其他各个特征峰与 S 峰的相对保留时间分别约为：0.93（羟基- ϵ -山椒素），1.07（羟基- β -山椒素）和 2.15（羟基- γ -山椒素）。

4.2.2 花椒麻素

按第 A.3 章中规定的方法进行测定。

4.2.3 总砷（以 As 计）

按 GB 5009.11 中规定的方法进行测定。

4.2.4 铅（Pb）

按 GB 5009.12 中规定的方法进行测定。

5 检验规则

5.1 组批

同一工艺，在一定时间间隔内，连续生产的均质产品为一批。

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、花椒麻素。

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

包装标签上应标明：产品名称、配料表、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 24 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 鉴别

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 电子天平，感量为0.1mg。

A.2.1.3 超声清洗器。

A.2.2 试剂和材料

A.2.2.1 乙腈：色谱纯。

A.2.2.2 冰醋酸：分析纯。

A.2.2.3 甲醇：色谱纯。

A.2.2.4 甲醇：分析纯。

A.2.2.5 纯化水。

A.2.2.6 羟基- α -山椒素对照品，CAS号83883-10-7，纯度 $\geq 95.0\%$ 。

A.2.3 参考色谱条件

A.2.3.1 色谱柱：十八烷基键合硅胶柱（150mm或250mm \times 4.6mm，5 μm ），或其他等效色谱柱。

A.2.3.2 流动相：乙腈:1%冰醋酸水（40:60，v/v）。

A.2.3.3 检测波长：270nm。

A.2.3.4 柱温：40 $^{\circ}\text{C}$ 。

A.2.3.5 流速：1.5mL/min。

A. 2. 3. 6 进样量：10 μ L。

A. 2. 3. 7 理论塔板数按羟基- α -山椒素计算应不低于6000。

A. 2. 4 溶液制备

A. 2. 4. 1 对照品溶液制备

取羟基- α -山椒素对照品适量，置量瓶中，加甲醇制成浓度约为 0.05mg/mL 的溶液，即得，用作峰位置定性使用。

A. 2. 4. 2 供试品溶液制备

取0.1g试样置于100mL容量瓶中，精确至0.1mg，加甲醇溶液适量，超声促溶后，再用甲醇溶液稀释至刻度，摇匀。移取5mL样品液至于50mL容量瓶中，用甲醇定容，摇匀，过0.45 μ m滤膜，待测。

A. 2. 5 测定

分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10 μ L，注入液相色谱仪，测定，记录色谱图。供试品高效液相色谱图中应呈现4个特征峰，其中与羟基- α -山椒素对照品峰相应的峰为S峰，其他各个特征峰与S峰的相对保留时间分别约为：0.93（羟基- ϵ -山椒素），1.07（羟基- β -山椒素）和2.15（羟基- γ -山椒素）。

A. 3 花椒麻素

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，以羟基- α -山椒素为对照品按外标法测定花椒麻素的总含量。

A. 3. 2 仪器和设备

A. 3. 2. 1 高效液相色谱仪（附紫外检测器或其他等效检测器）。

A. 3. 2. 2 电子天平，感量为0.1mg。

A. 3. 2. 3 电子天平，感量为0.01mg。

A. 3. 2. 4 超声清洗器。

A. 3. 3 试剂和材料

A. 3. 3. 1 乙腈：色谱纯。

A. 3. 3. 2 冰醋酸：分析纯。

A.3.3.3 甲醇：色谱纯。

A.3.3.4 甲醇：分析纯。

A.3.3.5 纯水。

A.3.3.6 羟基- α -山椒素对照品，CAS号83883-10-7，纯度 $\geq 95.0\%$ 。

A.3.4 参考色谱条件

A.3.4.1 色谱柱：十八烷基键合硅胶柱（150mm或250mm \times 4.6mm，5 μ m），或其他等效色谱柱。

A.3.4.2 流动相：乙腈:1%冰醋酸水（40:60，v/v）。

A.3.4.3 检测波长：270nm。

A.3.4.4 柱温：40 $^{\circ}$ C。

A.3.4.5 流速：1.5mL/min。

A.3.4.6 进样量：10 μ L。

A.3.5 溶液制备

A.3.5.1 对照品储备溶液制备

取羟基- α -山椒素对照品约20mg，置于50mL容量瓶中，用色谱级甲醇溶解，定容，摇匀，即得。冷藏保存，有效期1年。

A.3.5.2 对照品储备溶液浓度的标定

将对照品储备溶液用色谱级甲醇稀释一定的倍数，得到稀释液，将稀释液置于1cm比色皿中，以色谱级甲醇为参比，在270nm处测定吸光值，使吸光值在0.3-0.7范围内，否则应调整稀释液浓度，再重新测定吸光度。

对照品储备溶液中羟基- α -山椒素浓度以C计，数值以mg/mL表示，按公式（E.1）计算。

$$C = \frac{A \times K \times P}{360} \dots\dots\dots (E.1)$$

式中：C——对照品储备溶液中羟基- α -山椒素的浓度，mg/mL；

A——对照品储备溶液的稀释液的吸光值；

K——对照品储备溶液稀释至稀释液的体积，mL；

P ——按照面积归一化法得到的对照品储备溶液中羟基- α -山椒素的峰面积比例；

360——1‰浓度的羟基- α -山椒素溶液在甲醇中波长270nm处的吸收系数，L/g·cm。

A. 3. 5. 3 对照品工作溶液的制备

将标定好的储备液用色谱级甲醇稀释一定的倍数，制成浓度约为0.05mg/mL的溶液，即得。冷藏保存，有效期3个月。

A. 3. 5. 4 供试品溶液制备

取0.1g试样置于100mL容量瓶中，精确至0.1mg，加甲醇溶液适量，超声促溶后，再用甲醇溶液稀释至刻度，摇匀。移取5mL样品液至于50mL容量瓶中，用甲醇定容，摇匀，过0.45 μ m滤膜，待测。

A. 3. 6 结果计算

分别精密吸取对照品工作溶液与供试品溶液各10 μ L，注入液相色谱仪，测定，记录色谱图。供试品高效液相色谱图中应呈现4个特征峰，以4种特征峰峰面积总和作为供试品中花椒麻素峰面积。供试品中花椒麻素以含量 w 计，数值以%表示，按公式(E.2)计算。

$$w = \frac{C_0 \times A_1 \times V}{m \times A_0} \dots\dots\dots (E.2)$$

式中： w ——供试品中花椒麻素的含量，%；

C_0 ——对照品工作溶液中羟基- α -山椒素的浓度，mg/mL；

A_1 ——供试品溶液中花椒麻素的峰面积；

V ——供试品的稀释体积，mL；

m ——供试品的称样量，g；

A_0 ——对照品工作溶液中羟基- α -山椒素的峰面积。

实验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于算术平均值的3%，计算结果保留小数点后两位有效数字。

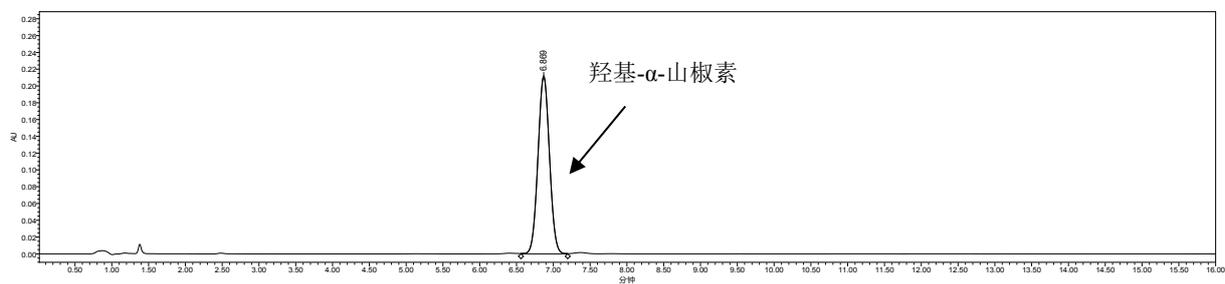
附录 B

(资料性附录)

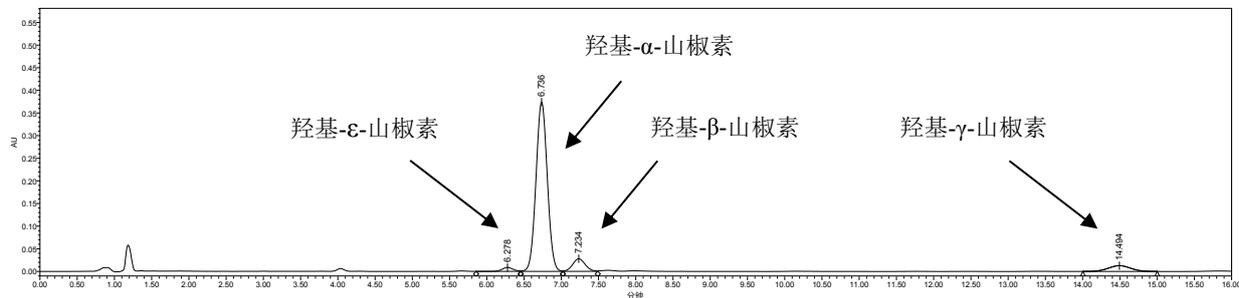
高效液相色谱图及参考保留时间

B.1 花椒提取物高效液相色谱图及参考保留时间

B.1.1 花椒提取物高效液相色谱图

羟基- α -山椒素对照品高效液相色谱图见图 B1图B1 羟基- α -山椒素对照品高效液相色谱图

花椒提取物高效液相色谱图见图B2。



图B2 花椒提取物高效液相色谱图

B.1.2 花椒提取物 HPLC 参考保留时间

表 B1 花椒提取物 HPLC 参考保留时间

组分名称	保留时间 (min)	相对保留时间
羟基- ϵ -山椒素	6.278	0.93
羟基- α -山椒素	6.736	1.00
羟基- β -山椒素	7.234	1.07
羟基- γ -山椒素	14.494	2.15

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。
