

广东省生物医学工程学会

《艾草相关产业系列标准 艾草原液（超临界法）》（征求意见稿）

编制说明

1. 工作简况

1.1 任务来源

本项目由广东省生物医学工程学会委托，由暨南大学、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、国家中药现代化工程技术研究中心、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，共 8 家单位的专家学者及企业代表成立了《艾草相关产业系列标准艾草原液（超临界法）》团体标准编制小组，开展并协调本标准的编制工作。

1.2 主要工作过程

1.2.1 预备阶段：自 2016 年起由暨南大学、广东工业大学、广东药科大学专家学者汇同广州暨南生物医药研究开发基地有限公司研发人员开始对艾草相关产业进行发展现状和市场的调查研究，明确中药现代化发展方向并根据市场需求，针对艾草及艾草提取物的活性成分展开了系列研究。

1.2.2 项目提案：2021 年 12 月由广州暨南生物医药研究开发基地有限公司牵头，广州少伯健康科技有限公司，南阳少伯药业有限公司、国家中药现代化工程技术研究中心、南阳华康艾制品有限公司多家单位积极响应，提案进行《艾草原浆》、《艾草浸膏》、《艾草精油》、《艾草重油》4 项团体标准的研究。

1.2.3 项目立项征求意见：2021 年 12 月广东省生物医学工程学会团体标准办公室形式审查后，同意进行公开征集参编单位和立项形式审查。

1.2.4 项目立项：2022 年 01 月相关专家学者、行业代表经过热烈讨论、共

同梳理艾草产业、天然植物提取行业现状及目前发展所面临的问题，在规范行业发展，促进中药现代化，提升艾草产业利用率达成了广泛的共识。为了完善艾草提取产业标准体系，规范企业艾草超临界提取产物艾草原液品质评价及质量控制、优化产业动态升级，优先建议形成艾草提取物系列标准，并建议立即开展《艾草相关产业系列标准 艾草原浆》团体标准的制定工作。

1.2.5 编制小组成立：于 2022 年 01 月 24 日编制小组成立，研究讨论提出由暨南大学牵头，全体编制单位集体启动标准编制工作。编制小组调研了标准的参考依据，其他国标、行标、地标、团标的相关性，制定了标准编制的总体原则和主体框架、工作计划等，并召开了标准编制组工作会议。并于 2022 年 06 月完成了标准草稿的编制。

1.2.6 标准网络研讨会：完成标准编制后，于 2022 年 06 月 29 日广东省生物医学工程学会发布《关于召开<艾草提取物总则>等系列团体标准研讨会的通知》组织行业通过腾讯会议平台（会议号 468-460-142），以线上线下同步研讨方式，对标准内容进行深度讨论，收集意见。会后根据各方意见进行修改完善。根据工作组集体意见，为突出产品特色、细化团体标准的名称，将《艾草相关产业系列标准 艾草原浆》更名为《艾草相关产业系列标准 艾草原液（超临界法）》

1.2.7 征求行业意见：广东省生物医学工程学会通过发布《关于征求<艾草提取物总则>等系列团体标准意见的通知》针对研讨会后的修订稿，再次征求全行业意见进行修改完善。

1.2.8 标准预审：于 2021 年月日，标准编制小组将征求意见并修订后的标准文本报送专家预审会预审。

1.2.9 标准审查：根据标准预审会上评审专家组提出的意见对标准内容加以

完善、修改后，形成《艾草相关产业系列标准 艾草原液（超临界法）》（送审稿）及编制说明（送审稿）提请专家审查会审查。审查会会后，标准编制组根据广东省生物医学工程学会团体标准专家审查意见修改团体标准及编制说明，形成《艾草相关产业系列标准 艾草原液（超临界法）》（报批稿）及编制说明（报批稿）。

1.3 主要参与单位

暨南大学、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、国家中药现代化工程技术研究中心、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。

1.4 团体标准工作组人员及其所做的工作

1.4.1 主要工作人员（排名不分先后）：王一飞、任哲、郭玉英、王巧利、崔登科、李延庆、郑俊霞、王治平、廖晓凤、刘秋英、梁峰、马婧、曹晖。

1.4.2 参与人员所做工作：王一飞、崔登科、李延庆制定了标准的编制计划及完成了框架设计，任哲、王巧利、郭玉英、曹晖、王治平、马婧、郑俊霞、廖晓凤、刘秋英、梁峰开展了标准制定所需资料的收集与整理，王巧利、郭玉英负责标准文本的具体编制。

2 项目背景及制定的目的与意义

2.1 项目提出的背景

随着科学技术的进步，植物提取分离技术不断推陈出新，艾草及艾草提取物的研究、开发、应用也蓬勃发展。目前在产品应用中的艾草提取物主要是艾草精油和艾草纯露，虽然也有研究人员进行艾草多糖物质、艾草黄酮物质进行分离提取及活性研究，但是这些成分的规模化生产目前还未开展。而提取艾草精油和艾草纯露的传统方法就是水蒸馏法。采用水蒸馏提取技术在进行植物精油蒸馏时，

与精油同时流出含有一定水溶性挥发性成分的水蒸汽在经过冷凝收集后即为纯露。由于精油的得率较低，收集到的纯露也成为了主产物。研究发现纯露有非常好的医疗价值，其可以配合精油使用，也可以直接作为化妆品或皮肤护肤品中的原料直接添加，还可以不经稀释直接涂抹在皮肤表面。但是经过水蒸馏提取获得的艾叶纯露中除了艾草的一部分水溶性成分之外，大部分是水蒸馏过程中的外来水分。

二氧化碳超临界萃取技术以萃取能力强，提取率高；萃取温度低，完好的保存中药中的多种有效成分；提取时间快，生产周期短，操作参数容易控制，产品质量稳定；全过程无有机溶剂稀释和残留，保证了 100% 的绿色安全的特点，备受研究者以及相关企业的青睐。高品质的艾草提取物原料是高价值、高品质产品的基础，也是消费市场对产品的需求，因此 CO₂ 超临界萃取技术得到快速的推广和产业化应用。

采用 CO₂ 超临界工艺进行艾草提取过程中也有类似水溶性香氛的产生。推测其来源为植物细胞中的胞液基质，我们命名该提取物为艾草原液。这种艾草原液呈现浅黄色或者黄色透明液体，具有艾草的特征性香气，含有艾草挥发性成分、黄酮类成分等。我们前期研究发现，CO₂ 超临界萃取艾草精油过程中产生的艾草原液成分，其具有良好的抗氧化、清除自由基等功效活性，相比较水蒸馏提取的艾草纯露活性成分含量高、生物活性强，具有更好的产品原料开发潜力。但是通过全国标准信息公共服务平台 (<http://std.samr.gov.cn/>) 对艾草产业相关产品标准检索可知，目前并没有针对艾草油之外的艾草提取物的标准规范文件，也没有超临界工艺所得艾草水溶性提取物的品质评价和质量控制尚未有相关标准可以参考。故申请建立艾草超临界工艺所得水溶性提取物的团体标准，为产品后期应

用开发和稳定性评价提供参考依据。

2.2 必要性

近年来多地区均在大力推广超临界工艺技术,超临界工艺所得提取物不断涌入市场。制定艾草超临界提取产物质量标准不仅能促进超临界提取工艺的高速规范发展、加快相关艾草企业转型升级的步伐;积极推动天然产物提取技术高质量发展,加强植物提取物的标准化对全球宣传推广中药有着十分积极的意义。合理可依的超临界提取物的标准可更好的为消费者提供产品信息,提高产品在消费者群体中的信任度。

国内现有芳香类天然提取物的质量标准仍以监测基础物理性质为主,与国外芳香提取物产品标准相比还有较大差距。不利于引导企业自主遵照标准不断提升技术水平和商品附加值,无法帮助企业跨越国外技术壁垒,扩大全球影响力。

3 团体标准编制原则和主要内容

3.1 团体标准编制原则

本标准编制工作遵循以下原则:严谨、科学、规范、实事求是。

3.1.1 标准工作组根据该标准的具体情况制定了标准制定的基本原则:保证标准的先进性、合理性及相关标准的配套性;保持标准的继承性与实用性;贯彻及引用最新版本的有关基础标准;

3.1.2 标准起草及编写符合 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》、GB/T 20001《标准编写规则》

3.2 标准主要内容

本标准规定了艾草超临界提取物——艾草原液的术语定义,技术要求、试验方法、检验规则。适用于艾草原液的生产、检验、销售与科研开发。

3.3 团体标准主要内容的论据

3.3.1 “艾草原液”的定义：“原液”一词表明产品是原汁原味的液体。在开展艾草超临界萃取工艺研究时发现，作为超临界提取艾草浸膏的副产物，艾草原液提取率与超临界提取工艺的萃取时间相关性强。推测其是超临界二氧化碳萃取艾草浸膏时，将艾草植物细胞内水分夹带而出。因而选用艾草原液定名这一副产物。

3.3.2 艾草原液的理化性质评价方法：

1) 色状、香味、杂质：艾草原液是超临界二氧化碳萃取艾草浸膏的副产物，艾草原液中溶有少量热不稳定、低极性的挥发性成分，可作为水溶性香料。香料或香精的好坏，除了理化指标可以判断外，其色状、杂质和香味还能通过人的感官进行评价，是其后续开发和应用的基础，是产品最简单直观的特征。讨论后选定《GB/T 14454.2 香料 香气评定法》作为检验方法。

2) pH 值：艾草原液的 pH 对化妆品配方工艺及配方体系有直接影响，对于具体产品，精准地产品的 pH 控制范围，是确保产品的有效性和稳定性的前提。本标准主要依据《化妆品安全技术规范》。

3) 折光指数：折光指数是香料的重要指标之一，可以反映艾草原液中各类物质的多少。利用折光率，可以鉴定未知化合物，也用于确定液体混合物的组成。。本标准主要依据《GB/T 14454.4 香料 折光指数的测定》。

4) 典型图谱：艾草原液中含有大量挥发性成分，现行《GB/T 11539-2008 香料 填充柱气相色谱分析 通用法》采用的是填充柱气相色谱分析香料的通用方法，其目的在于测定其中一个特定成分的含量和/或探求一个特征图像。但艾草原液为水溶液，需要采用顶空进样的方法进行进样；传统典型图谱大多使用 GC 法进行分析，需要使用标准品进行峰定位、组分标记，采用 GCMS 法则可在获得各组

分总流图图谱的同时，依据各组分的质谱图进行化合物检索，更能准确直观地反映艾草原液中挥发性组分。

3.4 解决的主要问题

本标准的制定过程中，经过起草小组人员共同努力，通过《艾草提取物 艾草原液》的制定与实施，完善艾草提取物相关标准体系；充分反映了当今该产品的技术成果和质量情况，对规范市场、指导企业提高产品的质量及安全性，协助完善市场监督管理，更好地满足市场和使用需求具有十分重要的作用，并能更好地促进艾草提取产业的规范、健康的发展。

4 查询国内外相关标准和文献资料

广州暨南生物医药研究开发基地有限公司和暨南大学于 2015 年开展艾草相关研究。积累多年研究经验、市场现状和标准规范相关调研资料，发现艾草产业现行标准体系不完善。截至 2022 年 03 月根据国家标准信息公共服务平台查询数据可知，国内外艾草产业相关的现行标准中，有 2 项国际标准、3 项国家标准、1 项行业标准、18 项地方标准、51 项团体标准、百余项企业标准。在整个艾草产业标准体系中，以保健养生产品和种植栽培技术为主要类型，暂未查询到超临界工艺所得艾草原液相关现行团体标准及以上标准。

本标准编制小组在充分研究上述标准体系中的紧密相关标准，结合艾草提取物的特色，建立艾草提取物系列标准-艾草原液。

5 主要试验（或验证）情况

本标准属于产品类标准，试验及验证报告结果如下。共检测 30 批次艾草原液的色状、气味、pH 值、折光指数、旋光度、总黄酮含量、典型图谱，统计 30 批次艾草原液的数据分布情况，经分析均服从正态分布模型。

单样本 Kolmogorov-Smirnov 检验

	pH值	折光指数	旋光度	总黄酮
N	30	30	30	30
正态参数 ^{a, b}				
均值	3.1803	1.337190	-.00047	1.4257
标准差	.26635	.0010597	.027044	.23945
最极端差别				
绝对值	.249	.149	.119	.087
正	.249	.149	.087	.064
负	-.131	-.075	-.119	-.087
Kolmogorov-Smirnov Z	1.363	.817	.651	.477
渐近显著性(双侧)	.05	.517	.790	.977

a. 检验分布为正态分布。
b. 根据数据计算得到。

5.1 感官指标的检验方法

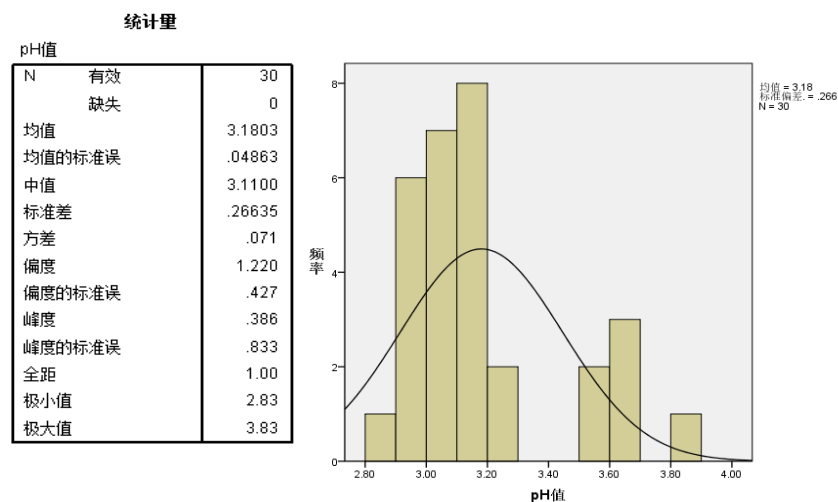
本标准感官的检验采用感官评定。此方法参照 GB/T1022-2012 《感官分析方法学 总论 (ISO 5492:2008, IDT)》和 GB/T 10221—2012 《感官分析 术语 (ISO 5492: 2008, MOD)》而开展相关感官评价工作。

表 1 感官要求

项目	要求	检验方法
色泽	淡黄色至黄棕色	将试样置于比色管内, 用目测法观察
组织状态	澄清液体	
气味	艾草特有香味	GB/T 14457.3

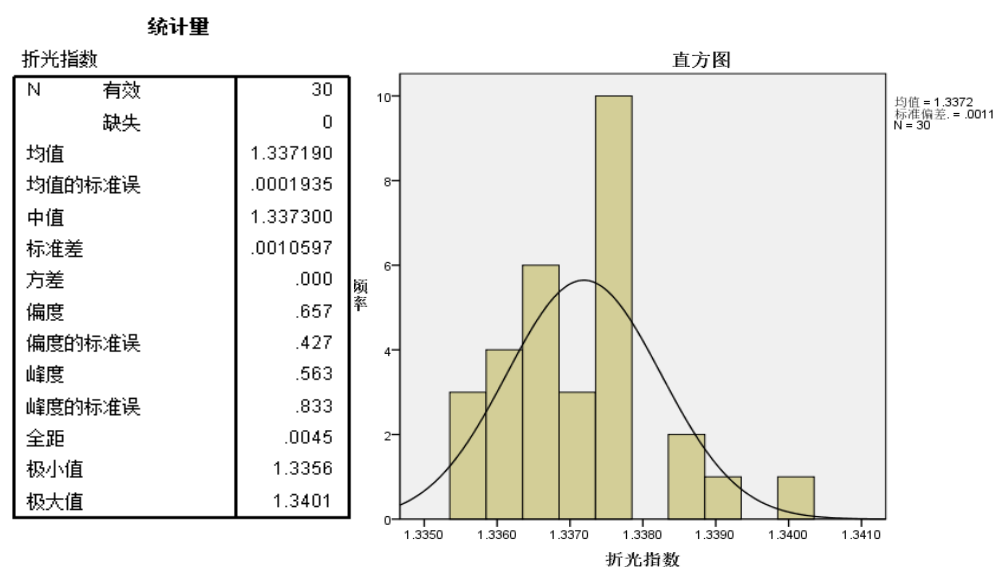
5.2 pH 值的检验方法

本标准相对密度的检验方法采用的“《化妆品安全技术规范》中第四章 1.1 pH 值”的检验方法。分别对收集的 30 批次艾草原液进行检测, pH 值在 2.83~3.83 之间, 参照检验结果及数据描述性分析, 假定数据总体符合正态分布, 设定置信区间为 95%, 得总体均值的置信区间在 2.67~3.69, 考虑到艾草原液常用于化妆品原料, 皮肤最适 pH 值范围, 综合考虑适当放宽 pH 值的指标值为: 2.5~4.0。



5.3 折光率的检验方法

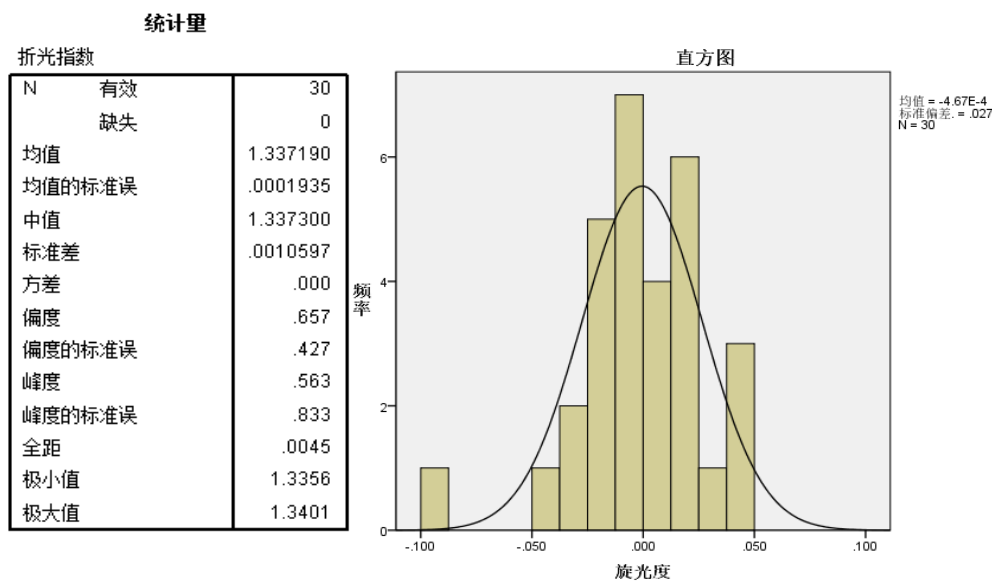
本标准折光指数的检验方法采用的是 GB/T 14454.4 《香料 折光指数的测定》规定的检验方法。分别对收集的 30 批次艾草原液进行检测，折光指数在 1.3356~1.3401 之间，参考检验结果、数据描述性分析，数据总体符合正态分布，设定置信区间为 95%，得总体均值的置信区间在 1.336~1.338，综合考虑确定折光指数的指标值在 1.330~1.341。



5.4 旋光度的检验方法

本标准折光指数的检验方法采用的是 GB/T 14454.4 《香料 旋光度的测定》

规定的检验方法。分别对收集的 30 批次艾草原液进行检测，旋光度在 $-0.091^{\circ}\sim +0.041^{\circ}$ 之间，参考检验结果、数据描述性分析，数据分布总体符合正态分布，设定置信区间为 95%，得总体均值得置信区间在 $-0.053^{\circ}\sim 0.052^{\circ}$ ，综合考虑确定旋光度的指标值在 $-0.10^{\circ}\sim +0.10^{\circ}$ 。

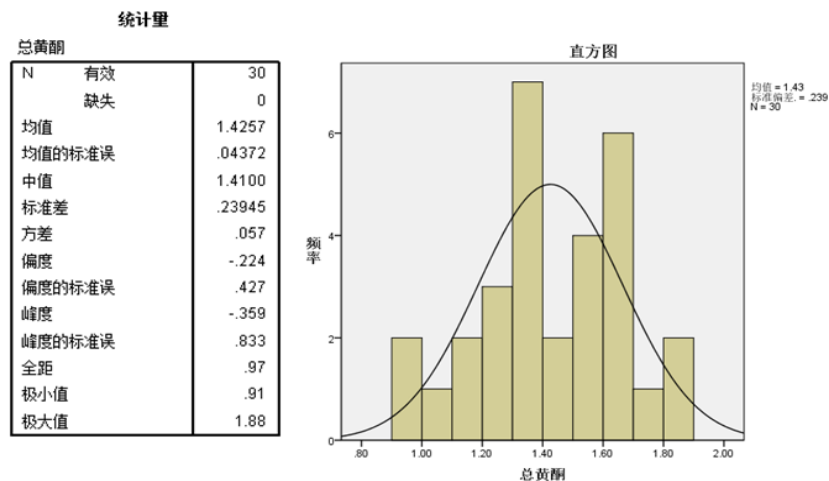


5.5 总黄酮含量（以芹菜素计）的检验方法

本标准总黄酮的检验方法参考 ISO 20759:2017,Traditional Chinese medicine——*Artemisia argyi* leaf 中艾叶中总黄酮含量测定方法，采用紫外-可见分光光度计法，结合标准溶液 190nm~500nm 光谱图，确定艾草原液和芹菜素的测定吸收波长为 336nm，并开展方法学考察。考察结果如下：

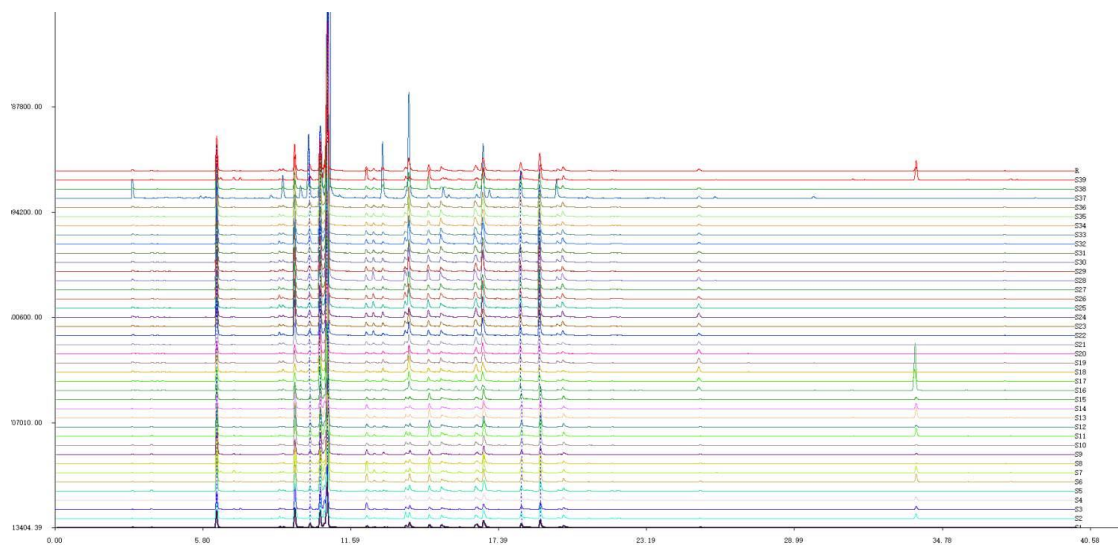
项目	验证结果	要求
专属性	试剂空白及标准稀释溶液无定量干扰	相关试剂无干扰
线性	$R^2=0.9995$	$R > 0.98$
准确度	加标回收率：92.2%~103.7%	85%~125%
精密度	RSD=0.10%	$RSD \leq 2\%$
重复性	RSD=0.04%	$RSD \leq 2\%$
系统适应性	1.48%	$\leq 10\%$
检出限/定量限	LOD：25 μ g/ml	< 0.5mg/mL

分别对收集的 30 批次艾草原液进行检测，总黄酮（以芹菜素计）在 0.91~1.88 之间，参考检验结果、数据描述性分析，数据分布总体符合正态分布，设定置信区间为 95%，得总体均值得置信区间在 0.96mg/mL~1.89mg/mL，综合考虑适当放宽确定艾草原液中总黄酮含量（以芹菜素计）应 $\geq 0.5\text{mg/mL}$ 。



5.6 主要成分含量测定

本标准中主要成分含量测定为自建方法，采用顶空-GCMS 的分析方法，减少了标准品的使用，降低检验检测机构及企业成分的同时也能通过 NIST 库对所有流出成分进行检索分析。分别对收集的 30 批次艾草原液进行指纹图谱相似度评价，相似度均 > 0.9 。



6 标准中涉及专利的情况

本标准未涉及专利。

7 重大分歧意见的处理经过和依据

本标准在制定过程中未出现重大分歧意见

8 征求意见的处理

《广东省生物医学工程学会团体标准征求意见汇总表》中，针对本标准，各位专家及同行提出的建议如下：

（根据各次会议后逐一补充）

8.1 团体标准编制小组一次会议

8.2 团体标准编制小组标准送审稿二次会议

8.3 团体标准评审会议，专家意见：

9 贯彻标准的要求和措施建议

9.1 贯彻标准的要求

艾草提取物生产加工方、产品销售方和产品应用方应了解并掌握《艾草相关产业系列标准 艾草原液（超临界法）》，合理、规范地开展各项相关工作。

9.2 贯彻标准的措施建议

适时组织《艾草相关产业系列标准 艾草原液（超临界法）》培训，通过交流会进行专题报告，开展《艾草相关产业系列标准 艾草原液（超临界法）》解读。

团体标准编制组

2022 年 07 月