

# 广东省生物医学工程学会

## 《艾草相关产业系列标准 艾草油(脂) (超临界-分子蒸馏法)》(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 艾草油（脂）（超临界-分子蒸馏法）》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 2015 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调查研究，挖掘市场需求，落实中药现代化发展方向，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《艾草浸膏》、《艾草原浆》、《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。2021 年 01 月

中国科学院华南植物园申请作为参编单位，参与标准编制。广东省生物医学工程学会经资质审核后同意其申请。

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，积极建言献策，梳理艾草产业、中药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，指导企业艾草超临界提取产物艾草重油品质评价及质量控制，优化产业动态升级，建议形成艾草提取物系列标准、立即开展《艾草相关产业系列标准 艾草重油》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工作计划、主体框架等，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。根据讨论，提交艾草相关产业系列团体标准更名申请书。申请将《艾草相关产业系列标准 总则》更名为《艾草相关产业系列标准 艾草提取物总则》，其余团体标准保持原用名。

1.2.6 标准网络研讨会：完成标准编制后，于 2022 年 03 月 28 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 艾草重油》更名为《艾草相关产业系列标准 艾草油（脂）（超临界-分子蒸馏法）》。

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。会后多次修改完善。

1.2.8 标准预审：于 2021 年 04 月 28 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 艾草油（脂）（超临界-分子蒸馏法）》（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 艾草油（脂）（超临界-分子蒸馏法）》（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、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、国家中药现代化工程技术研究中心、中国科学院华南植物园。

### 1.4 团体标准工作组成员及其所做的工作

1.4.1 主要工作人员（排名不分先后）：王一飞、任哲、王巧利、郭玉英、崔登科、曹晖、张炜、王治平、马婧、郑俊霞、李延庆、孙平华、刘涛。

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、郑俊霞、马婧、张炜、孙平华、刘涛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

现代医学研究表明艾草的多重功效与其丰富的功效成分密切相关。由整倍数异戊二烯组成的萜类化合物是植物体内天然来源的碳氢化合物,是构成某些植物香精、树脂、色素等的主要成分。萜类化合物有许多的生理功效,如祛痰、止咳、驱风、发汗、驱虫、镇痛等。天然植物香料常见萜类成分主要为单萜类和倍半萜类。单萜类的成分其沸点相对较低,具有较强的香气,但香气留存时间较短,且容易随存储时间变化而发生成分变化、香味变异等,具有杀菌、止痛、兴奋等功效。倍半萜类沸点相对较高,香味留存时间较长,具有舒缓、镇定、抗炎等功效。分子蒸馏工艺通过挥发性物质分子自由程不同可以将艾草浸膏中大部分单萜类成分和倍半萜类成分进行分离获得留香程度不同、外观形态的迥异的轻组分油及重组分油。

逐步精细化的提取加工产业目前尚存以下问题:

1) 艾草提取油的成分种类复杂,长期以来,品质评价多凭借个人经验,共外观形态、气味以及一些简单的物理性状来判断真伪优劣,存在主观性和片面性,难以与国际接轨,获得国际认可。伴随精细化提取分离工作的不断深入,不同工艺提取存在量效差异,因而不能一概而论。

2) 标准化体系与高速发展的工业脚步不相匹配,提取物质量标准的研究工作及其质量标准化是我国轻工业行业亟待解决的问题,全面合理的质量评价方案是天然产物开发的重要基础和依据。

### 2.2 必要性

由于艾草提取产业发展中面临以上种种原因,一方面良好的社会和经济效益

受到市场的广泛认可，各类企业纷纷大量布局；另一方面缺乏必要的完整的产品标准体系，导致艾草各类提取产品在生产、再开发及产品评价不完善，因此需要根据市场发展趋势，结合天然产品提取工艺的发展情况，尽快制定艾草提取物系列团体标准。

在众多艾草提取工艺中，超临界二氧化碳萃取工艺以高效低耗能、绿色安全、工艺简单易掌握著称。超临界二氧化碳提取物，因为其工艺特点不同于传统植物提取方式，萃取过程中不发生化学反应，能有效防止热敏性物质的氧化和逸散，适用于天然植物香料的芳香成分萃取。分子蒸馏工艺采用分子自由程差异将物料中可挥发性物质分离，得益于其物料受热时间短、蒸馏环境真空度高，其产品氧化和热受损较低，能极大程度保留热不稳定芳香成分，适用于香料开发。因此制定艾草超临界萃取-分子蒸馏提取物的产品评价方案和业内认可的质量标准迫在眉睫。制定艾草分子蒸馏提取产物质量标准不仅能促进分子蒸馏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。合理可依据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。

### 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-分子蒸馏提取物——艾草油（脂）的术语定义、要求、试验方法、检验规则。适用于艾草油（脂）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 “艾草油（脂）”的命名原则：艾草经超临界二氧化碳萃取工艺后水不溶性组分在经过分子蒸馏精细化加工时，同时获得轻组分油状物、重组分油状物及挥发性蜡质。对比其挥发性成分发现轻组分中主要成分为分子量较小，沸点较低的单萜类物质类似于艾草水蒸馏精油，故将其命名为艾草精油。而重组分中主要成分为长链脂肪酸及倍半萜类物质，因此结合其工艺特色，命名其为艾草油（脂）。

3.3.2 色状、香气、形态：外观鉴定时借助检验者的感觉器官和实践经验对重油的色、香、味、形的优劣进行评定，是一种感官检验方法。艾草油（脂）的形态反应了产品中高熔点物质占比情况，是艾草油（脂）使用价值的重要指标之一。并且测定方法简便易行、快速，无需特殊设备仪器，适宜于广大基层采用，因此可以作为品质评价的基础项目之一。讨论后选定《GB/T 14454.2 香料 香气评定法》作为检验方法。

3.3.3 酸值：评定油脂中所含游离脂肪酸多少的量。其定义为：中和 1g 油脂中的游离脂肪酸所需氢氧化钾的质量（mg），酸值的单位是 mg KOH/g。油脂酸值的大小受很多条件影响，如原料的质量好坏（成熟的或未霉变的，其酸值较小）；原料的组成特性；油脂在储藏、加工、运输期间的含水分、杂质的多少，与温度、

空气、光照等因素也有关系。酸值不能直接表示油脂中游离脂肪酸的百分率，但能表示油脂中游离脂肪酸含量的高低，所以酸值是评定油脂品质好坏、油脂精炼程度的重要指标。本标准主要依据《GB/T 14455.5 香料 酸值或含酸量的测定》。

3.3.4 酯值：在规定条件下，1g 试样中的酯所消耗的氢氧化钾的质量(mg)。它等于皂化值减去酸值。油脂皂化值的大小与组成油脂的脂肪酸分子量有密切关系。脂肪酸分子量小的油脂则皂化值大；反之，脂肪酸分子量大的油脂，皂化值小。酯值与皂化值测定的反应机理相同，差别是酯值为甘油酯无其他非甘油酯成分与氢氧化钾反应，而皂化值除甘油酯外还包括可皂化的非甘油酯成分。对中性脂肪酸而言，皂化值与酯值一致；而含游离脂肪酸的油脂，酯值则是皂化值与酸价的差值。一般油脂中游离脂肪酸含量越多，酯值越低。项目中酸值的测定，可以先用碱中和试样的游离脂肪酸后再按皂化值的方法步骤测定，也可以用皂化值减去酸值计算得到酯值。本标准主要依据《GB/T 14455.6 香料 酯值或含酯量的测定》。

3.3.5 典型图谱及特征性成分的含量测定：艾草油（脂）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。但艾草油（脂）中的主要成分暂未查询到有含量清晰，杂质成分明确的标准品售卖。故采用气相色谱-质谱联用法对其进行挥发性成分分析，在无标准品的情况下，能通过质谱信息比对现有 NIST 数据库，对各流出组分进行检索分析，因此除特征性成分外，对全成分的含量情况有模拟预测，更适合于艾草油（脂）的品质评价、真伪鉴别，为后期样品风味调试提供基础依据。

### 3.4 解决的主要问题

通过艾草提取物 艾草油（脂）的制定于实施，完善艾草提取物相关标准体

系中超临界工艺所得水不溶性提取物的品质评价和质量控制，指导企业、市场规范艾草超临界提取物的油（脂）产品，协助完善市场监督管理，促进推动艾草提取产业的规范、健康发展。

#### 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。经过多年研究及大量的查阅相关文献及标准调研，发现艾草产业内现行标准化体系不完善。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提取物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标准，并参照提取物的相关标准，结合艾草超临界-分子蒸馏提取物的特色，建立艾草提取物系列标准-艾草油（脂）。

#### 5 主要试验（或验证）情况

本标准属于产品类标准。根据产品特性，参照国内外资料和生产企业 30 批产品检验数据，在系统分析、深入研究和广泛征求意见的基础上，本标准对色状、香气、外观形态、酸值、酯值、典型图谱及特征性成分等 8 项指标作了具体规定。检验方法多采用香料通用试验方法，该通用试验方法绝大部分为修改采用 ISO 相关标准。统计批次艾草油（脂）的数据分布情况，经分析均服从正态分布。



单样本 Kolmogorov-Smirnov 检验

		酸值	酯值
N		32	32
正态参数 <sup>a, b</sup>	均值	102.4813	41.3900
	标准差	6.33171	9.17170
最极端差别	绝对值	.132	.098
	正	.089	.098
	负	-.132	-.067
Kolmogorov-Smirnov Z		.749	.554
渐近显著性(双侧)		.629	.919

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

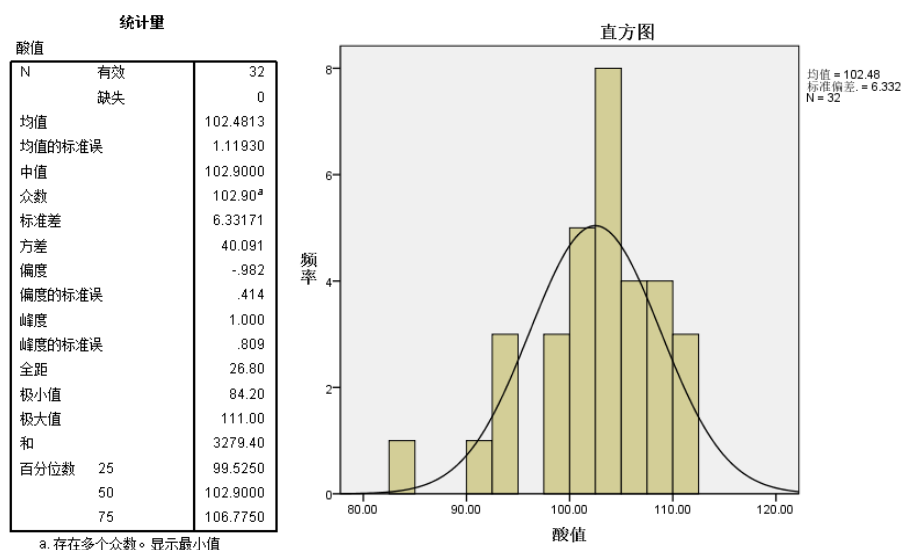
本标准感官的检验采用感官评定。此方法参照 GB/T1022-2012 《感官分析方法学 总论 (ISO 5492:2008, IDT)》和 GB/T 10221—2012 《感官分析 术语 (ISO 5492: 2008, MOD)》而开展相关感官评价工作。

表 1 感官要求

项目	要求	检验方法
色泽	浅黄色至黄棕色	将试样置于比色管内, 用目测法观察
组织状态	常温下呈半固体	
气味	艾草特有香气	GB/T 14454.2

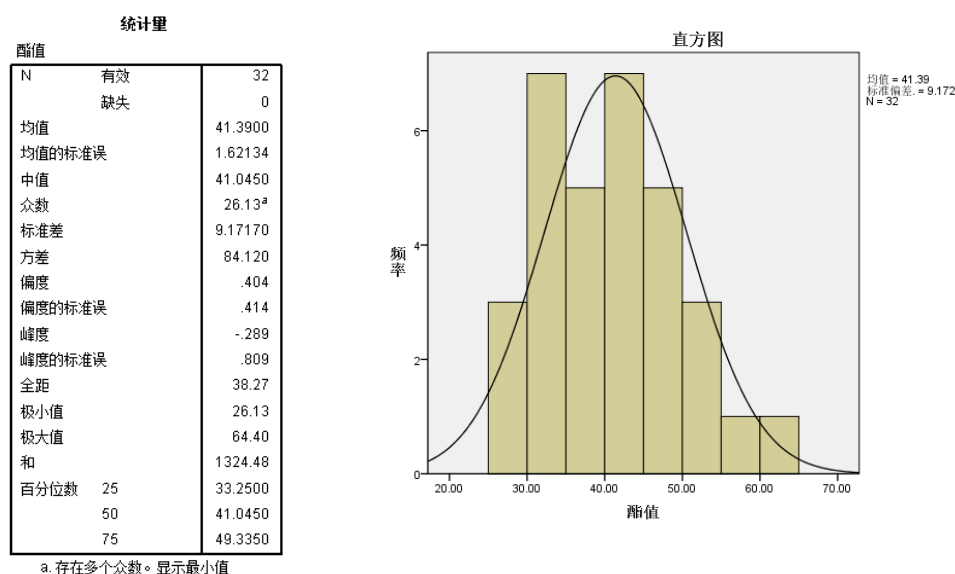
5.2、酸值的检验方法

本标准酸值的检验方法采用的是 GB/T 14455.5 《香料 酸值或含酸量的测定》规定的检验方法。分别对收集的 32 批次艾草油（脂）进行检测，酸值（以 KOH 计） / (mg/g) 在 67.4~94.3 之间，参考检验结果、数据描述性分析及测量不确定度分析，综合考虑确定酸值的指标值为：酸值（以 KOH 计） / (mg/g)：≤95.0。



### 3、酯值的检验方法

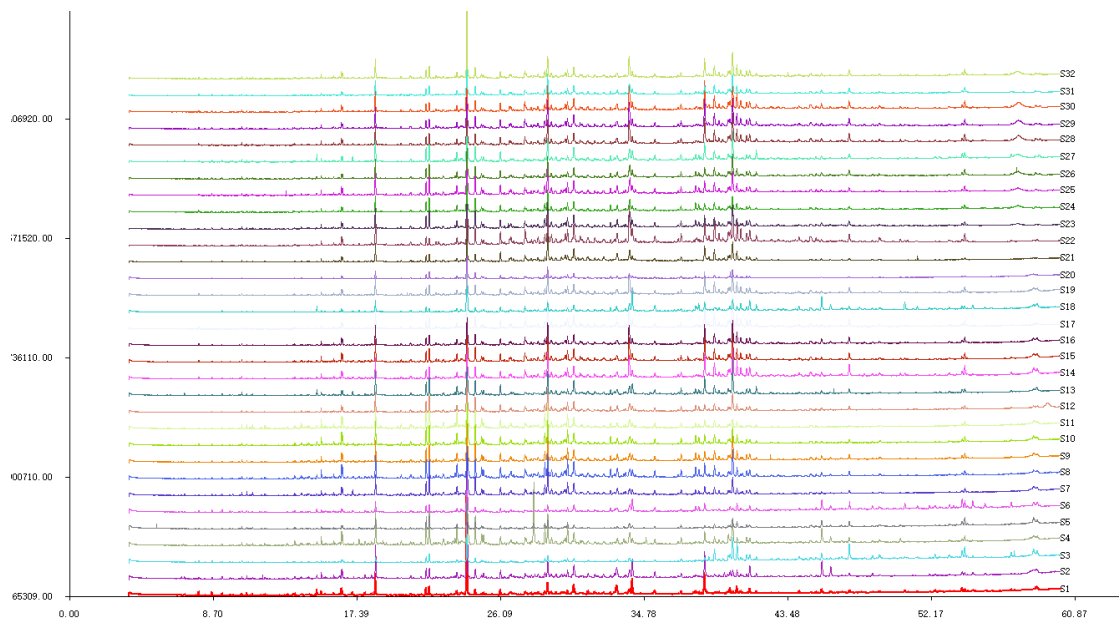
本标准酯值的检验方法采用的是 GB/T 14454.5 《香料 酯值或含酯量的测定》规定的检验方法。分别对收集的 32 批次艾草油(脂)进行检测,酯值 82.9~130.0 在之间,参考检验结果、数据描述性分析及测量不确定度分析,综合考虑确定折光指数的指标值在 80.0~150.0。



### 4、特征性组分含量测定

本标准中主要成分含量测定为自建方法,采用 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 32 批次艾草油（脂）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《艾草提取物 艾草油（脂）》，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 艾草油（脂）（超临界-分子蒸馏法）》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 艾草油（脂）（超临界-分子蒸馏法）》解读。

团体标准编制组

2022 年 07 月