

SW

国际商务标准

SW/T 4—2013

植物提取物 虎杖提取物

Giant knotweed Extract

2013-9-10 发布

2013-10-1 实施

中国医药保健品进出口商会 发布

前 言

为了规范虎杖提取物的生产和国际商务活动的质控管理，制定本标准。

本标准的附录A为规范性附录，附录B为资料性附录。

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。

本标准由长沙绿蔓生物科技有限公司负责起草。

本标准主要起草人：张宝堂、张玉学、李玲、王会文、文晴。

国际商务标准

植物提取物 虎杖提取物

1 范围

本标准规定了虎杖提取物的技术要求、检验方法、检验规则和标签、包装、运输、贮存要求。本标准适用于以虎杖根为原料经乙醇提取精制后，喷雾干燥而成的提取物。

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。

《中华人民共和国药典》2010 版一部附录 IX G 干燥失重测定法

《中华人民共和国药典》2010 年版一部附录中 IX J 炽灼残渣检查法

《中华人民共和国药典》2010 年版一部附录 XI B（第二法）粒度测定法

《中华人民共和国药典》2010 年版二部附录 VIII P（第一法）溶剂残留测定法

《中华人民共和国药典》2010 年版一部中附录 IX B（第一法）铅、镉、砷、汞、铜测定法

《中华人民共和国药典》2010 年版一部附录 X III C 微生物限度检查法

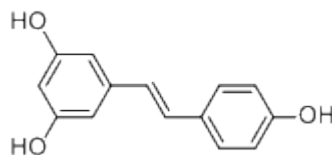
3 有效成分名称、结构式、分子式和相对分子质量

有效成分名称：白藜芦醇（Resveratrol）

分子式： $C_{14}H_{12}O_3$

相对分子质量：228.24

结构式：



4 技术要求

4.1 工艺要求

4.1.1 植物原料

为蓼科植物虎杖（*Polygonum cuspidatum* Sieb. et Zucc.）的干燥根，春、秋二季采挖，除去须根，洗净，趁鲜切短段或厚片，晒干。

4.1.2 工艺过程

用乙醇提取或乙醇提取后经酶解，浓缩，精制，重结晶，干燥即得。

4.2 产品要求

4.2.1 感官要求：应符合表 1 的要求。

表 1 感官要求

项 目	要 求	
	50%白藜芦醇	98%白藜芦醇
色泽	黄棕色或棕褐色	白色或类白色
状态	粉末	粉末

4.2.2 理化要求：应符合表 2 规定。

表 2 理化要求

项 目	规格与指标	
	50%白藜芦醇	98%白藜芦醇
鉴别	样品液相色谱图中应出现大黄素色谱峰，色谱特征应与标准品一致。	—
白藜芦醇含量，%	≥50	≥98
大黄素，%	≤2.0	≤0.1
干燥失重，%	≤5.0	≤1.0
炽灼残渣，%	≤5.0	≤0.5
粒度（80 目筛通过率），%	≥95	--
溶剂残留	甲醇，mg/kg	≤100
	乙醇，mg/kg	≤500
铜（Cu），mg/kg	≤20	
铅（Pb），mg/kg	≤3.0	
镉（Cd），mg/kg	≤0.3	
汞（Hg），mg/kg	≤0.2	
砷（As），mg/kg	≤2.0	
注 1：划有“—”者不做检测		

4.2.3 微生物要求：应符合表 3 规定。

表 3 微生物要求

项 目	指 标
菌落总数，cfu/g	≤1000
酵母菌及霉菌，cfu/g	≤100
大肠埃希氏杆菌，cfu/g	不得检出
沙门氏菌，cfu/25g	不得检出

4.5 其他污染物:

其他污染物限量要求,对于出口产品,应符合出口目的国相关法规的规定;对于进口产品,依据不同用途,应符合我国相关法规的规定。

5 检验方法

5.1 感官检验

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。

5.2 理化检验

5.2.1 鉴别

按附录 A.2 中规定的方法进行鉴别,样品图谱中应出现大黄素色谱峰,色谱特征与标准对照品一致。

5.2.2 大黄素含量

大黄素含量按附录 A.2 中规定的方法进行测定。

5.2.3 白藜芦醇含量

白藜芦醇的含量按附录 A.3 中规定的方法进行测定。

5.2.4 干燥失重

按《中华人民共和国药典》2010 版一部附录 IX G 规定的方法进行测定。

5.2.5 炽灼残渣

按《中华人民共和国药典》2010 年版一部附录中 IX J 规定的方法进行测定。

5.2.6 粒度

按《中华人民共和国药典》2010 年版一部附录 XI B 第二法进行测定。

5.2.7 溶剂残留

甲醇、乙醇残留量按中国药典 2010 版二部附录 VIII P 第一法进行检测

5.2.8 重金属(铜、铅、镉、汞、砷)

按《中华人民共和国药典》2010 年版一部中附录 IX B 的第一法进行测定。

5.3 微生物检验

按《中华人民共和国药典》2010 年版一部附录 XIII C 规定的方法进行测定。

6 包装、标签、运输、贮存

6.1 包装

包装材料应符合 GB 9685 食品容器、包装材料用添加剂使用卫生标准的要求。

6.2 标签

6.2.1 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。

6.2.2 外包装箱体上应标有：防潮、防晒、勿重压、朝上（朝下）等字样或标志。标签内容清晰可见，标签应粘贴牢固。

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、清洁和干燥的仓库中。堆码距墙壁和地面 20cm 以上、并有垫隔物，堆放高度不得超过 4 桶。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，保质期不超过 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GB/T 6682规定的三级水。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 大黄素的测定(鉴别)方法

A.2.1 方法提要

样品经超声溶解后,采用高效液相色谱法测定,以外标法定量。

A.2.2 试剂和材料

A.2.2.1 甲醇,色谱纯。

A.2.2.2 磷酸。

A.2.2.3 超纯水。

A.2.2.4 0.45 μm 滤膜(有机相)。

A.2.3.5 大黄素标准品: CAS 518-82-1, 纯度 $\geq 98\%$ (HPLC 检测)。

A.2.3 仪器

A.2.3.1 高效液相色谱仪(附紫外检测器)。

A.2.3.2 分析天平,感量 0.01mg。

A.2.3.3 超声波清洗仪。

A.2.4 分析步骤

A.2.4.1 标准品溶液的配制

称取8mg大黄素标准品(精确至0.01 mg),置于100mL棕色容量瓶中,加甲醇超声溶解并稀释至刻度,经0.45 μm 滤膜过滤。现用现配。

A.2.4.2 供试品溶液的制备

称取100mg供试品(精确至0.01 mg),置于 25mL棕色容量瓶中,加入约15mL甲醇,超声溶解15min后取出,放冷至室温,加甲醇稀释至刻度,摇匀。经0.45 μm 滤膜过滤,待测。

A.2.4.3 色谱条件及系统适用性

A.2.4.3.1 色谱柱: Wondasil C18 (4.6 \times 250 mm) 5 μm (或其他相当者)

A.2.4.3.2 流动相: 甲醇-0.1%磷酸溶液(85:15, V/V), 经 0.45 μm 滤膜过滤、脱气备用。

A.2.4.3.3 检测波长: 254nm。

A.2.4.3.4 流速: 1.0mL/min。

A.2.4.3.5 进样量: 10 μL 。

A.2.4.3.6 柱温: 室温。

A.2.4.4 测定

分别精密吸取标准溶液与供试品溶液各 10 μL 注入液相色谱仪,按外标法测定含量,大黄素保留时间约 5.8min。大黄素液相色谱图见附录 B。

A.2.5 结果计算

大黄素含量以质量分数 w_1 计，数值以%表示，按公式 (A1) 计算：

$$w_1 = \frac{A \times C \times V}{A_S \times m} \times P \times 100\% \dots\dots\dots (A1)$$

式中：

- A —— 供试品溶液中大黄素的峰面积；
- A_S —— 标准品溶液中大黄素的峰面积；
- C —— 对照品溶液中大黄素的浓度，单位为毫克每毫升 (mg/mL)；
- V —— 供试品溶液的体积，单位为毫升 (mL)；
- m —— 供试品的称样量，单位为毫克 (mg)；
- P —— 大黄素标准品的纯度，以百分比 (%) 表示。

A.3 白藜芦醇的测定方法

A.3.1 方法提要

样品经超声溶解后，采用高效液相色谱法测定，用外标法定量。

A.3.2 试剂和材料

- A.3.2.1 甲醇，色谱纯。
- A.3.2.2 乙腈，色谱纯。
- A.3.2.3 超纯水
- A.3.2.4 0.45 μm 滤膜 (有机相)。
- A.3.2.5 白藜芦醇标准品：CAS 501-36-0，纯度 $\geq 98\%$ (HPLC 检测)。

A.3.3 仪器

- A.3.3.1 高效液相色谱仪 (附紫外检测器)。
- A.3.3.2 分析天平，感量 0.01mg。
- A.3.3.3 超声波清洗仪。

A.3.4 分析步骤

A.3.4.1 标准品溶液的配制

称取 10 mg 白藜芦醇标准品 (精确至 0.01 mg)，置于 100 mL 棕色容量瓶中，用甲醇超声溶解，并定容至刻度。经 0.45 μm 滤膜过滤。现用现配。

A.3.4.2 供试品溶液的制备

称取规格 98% 供试品 10 mg (规格 50% 供试品称取 20 mg)，精确至 0.01 mg，置于 100 mL 棕色容量瓶中，加入约 80 mL 甲醇，超声提取 15 min 后取出，放置至室温，加甲醇稀释至刻度，摇匀。用 0.45 μm 滤膜过滤，待测。

A.3.4.3 色谱条件及系统适用性

- A.3.4.3.1 色谱柱：Wondasil C18 (4.6 \times 250 mm) 5 μm (或其他相当者)
- A.3.4.3.2 流动相：乙腈-纯水 (27:73, V/V)，经 0.45 μm 滤膜过滤、脱气备用。
- A.3.4.3.3 检测波长：303 nm。
- A.3.4.3.4 流速：1.2 mL/min。
- A.3.4.3.5 进样量：10 μL 。

A.3.4.3.6 柱温：室温。

A.3.4.4 测定

分别精密吸取标准溶液与供试品溶液各 10 μ L 注入液相色谱仪，在波长 303nm 处测定，外标法定量。白藜芦醇保留时间约 7.4min。白藜芦醇液相色谱图见附录 B。

A.3.5 结果计算

白藜芦醇含量以质量分数 w_2 计，数值以 % 表示，按公式 (A2) 计算：

$$w_2 = \frac{A \times C \times V}{A_S \times m} \times P \times 100\% \dots\dots\dots (A2)$$

式中：

A —— 供试品溶液中白藜芦醇的峰面积；

A_S —— 标准品溶液中白藜芦醇的峰面积；

C —— 标准品溶液中白藜芦醇的浓度，单位为毫克每毫升 (mg/mL)；

V —— 供试品溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

m —— 供试品的称样量，单位为毫克 (mg)；

P —— 白藜芦醇标准品的纯度，以百分比 (%) 表示。

附录 B

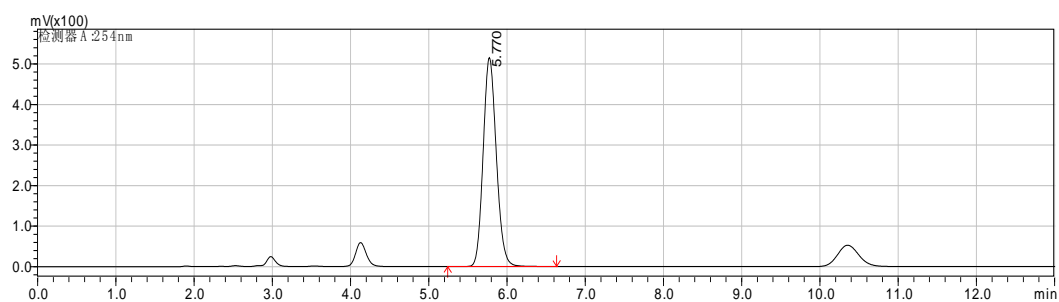
(资料性附录)

液相色谱图和参考保留时间

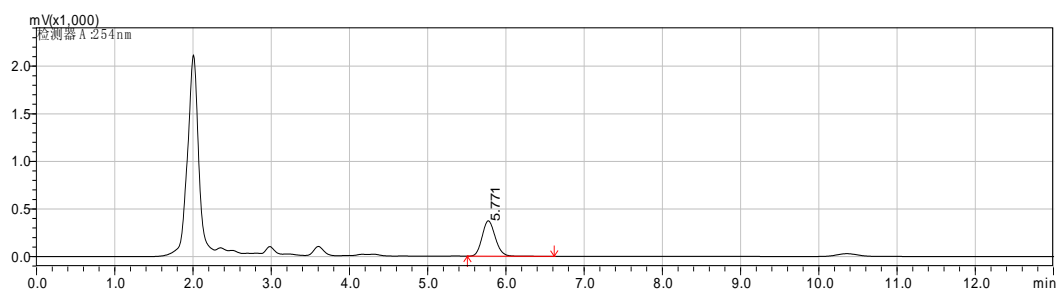
B.1 大黄素液相色谱图和参考保留时间

B.1.1 大黄素液相色谱图

大黄素液相色谱图见图 B.1、B.2。



图B.1 大黄素标准品液相色谱图



图B.2 规格50%试样大黄素液相色谱图

B.1.2 大黄素参考保留时间

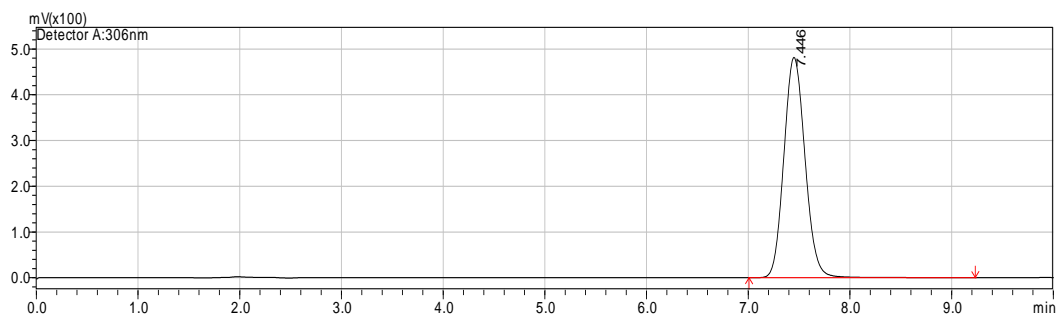
表 B.1 大黄素参考保留时间

组分名称	保留时间 (min)
大黄素标准品	5.77
规格 50% 试样大黄素	5.77

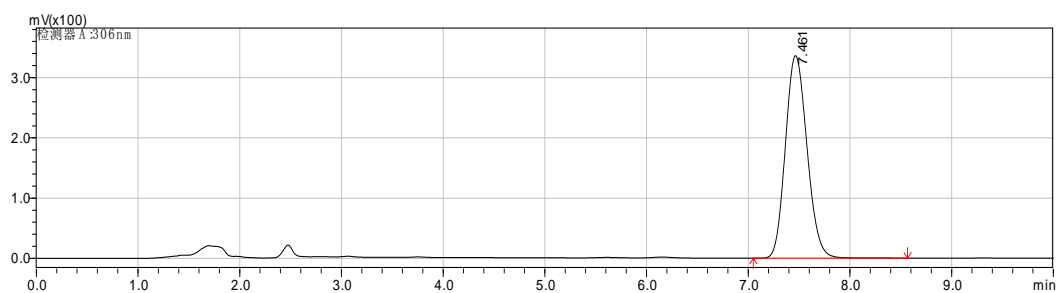
B.2 白藜芦醇液相色谱图和参考保留时间

B.2.1 白藜芦醇液相色谱图

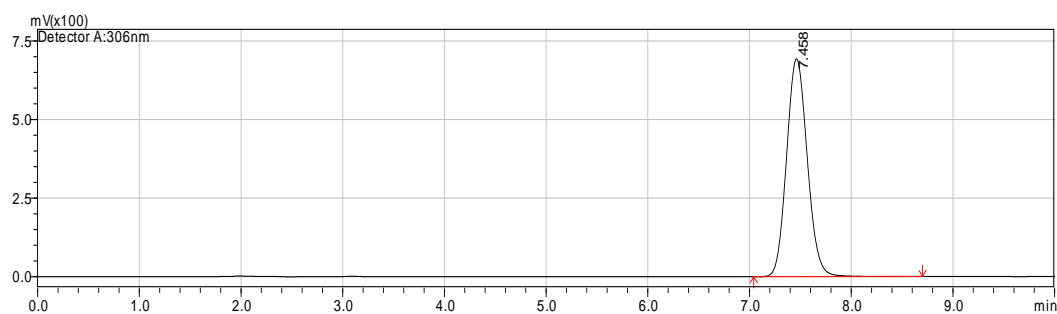
白藜芦醇液相色谱图见图B.3、B.4、B.5。



图B.3 白藜芦醇标准品液相色谱图



图B.4 规格50%试样白藜芦醇液相色谱图



图B.5 规格98%试样白藜芦醇液相色谱图

B.2.2 白藜芦醇参考保留时间

表 B.2 白藜芦醇参考保留时间

组分名称	保留时间 (min)
白藜芦醇标准品	7.45
规格 50% 试样白藜芦醇	7.46
规格 98% 试样白藜芦醇	7.46

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。