

中国医药保健品进出口商会团体标准

T/CCCMHPIE 1.7—2016

植物提取物 虎杖提取物

Plant extract—Giant knotweed extract

2017-06-21 发布

2017-07-01 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 2004.1—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。

本标准起草单位：长沙绿蔓生物科技有限公司。

本标准主要起草人：张宝堂、王会文、谭家忠、谢俊。

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、检验规则和包装、运输、贮存及保质期要求。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。

- 《中华人民共和国药典（2010版）》第一部 附录IX G 干燥失重测定法
- 《中华人民共和国药典（2010版）》第一部 附录IX J 炽灼残渣检查法
- 《中华人民共和国药典（2010版）》第一部 附录XI B（第二法）粒度测定法
- 《中华人民共和国药典（2010版）》第二部 附录VIII P（第一法）溶剂残留测定法
- 《中华人民共和国药典（2010版）》第一部 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版）》第一部 附录X III C 微生物限度检查法

3 术要求

3.1 工艺要求

3.1.1 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。

3.1.2 工艺过程

原料→乙醇提取或乙醇提取后经酶解→浓缩→精制→重结晶→干燥→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	黄棕色或棕褐色
状态	粉末

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		供试品液相色谱图中应出现白藜芦醇色谱峰，色谱特征应与标准品一致。
白藜芦醇含量 /%		≥ 50
大黄素 /%		≤ 2.0
干燥失重 /%		≤ 5.0
炽灼残渣 /%		≤ 5.0
粒度（80 目筛通过率） /%		≥ 95
溶剂残留	甲醇 / (mg/kg)	≤ 100
	乙醇 / (mg/kg)	≤ 500
重金属（以 Pb 计） / (mg/kg)		≤ 10
铅（Pb） / (mg/kg)		≤ 3.0
镉（Cd） / (mg/kg)		≤ 0.3
汞（Hg） / (mg/kg)		≤ 0.2
砷（As） / (mg/kg)		≤ 2.0

3.2.3 微生物要求

应符合表 3 的规定。

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

3.2.4 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

启开试样后，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。

4.2 理化检验

4.2.1 鉴别

按第 A.2 章中规定的方法进行测定，高效液相色谱图及参考保留时间参见附录 B。

4.2.2 大黄素含量

按第 A.2 章中规定的方法进行测定，高效液相色谱图及参考保留时间参见附录 B。

4.2.3 白藜芦醇含量

按第 A.3 章中规定的方法进行测定，高效液相色谱图及参考保留时间参见附录 B。

4.2.4 干燥失重

按《中华人民共和国药典（2010 版）》第一部 附录 IX G 规定的方法进行测定。

4.2.5 炽灼残渣

按《中华人民共和国药典（2010 版）》第一部 附录中 IX J 规定的方法进行测定。

4.2.6 粒度

按《中华人民共和国药典（2010 版）》第一部 附录 XI B 第二法进行测定。

4.2.7 溶剂残留

按《中华人民共和国药典（2010 版）》第二部 附录 VIII P 第一法进行测定。

4.2.8 重金属（铜、铅、镉、汞、砷）

按《中华人民共和国药典（2010 版）》第一部 附录 IX B 中的第一法进行测定。

4.3 微生物检验

按《中华人民共和国药典（2010 版）》第一部 附录 X III C 规定的方法进行测定。

5 检验规则

5.1 组批

同品种、同等级、同一批投料生产的产品，以同一生产日期为一检验批次。

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、干燥失重、灼烧残渣、白藜芦醇、大黄素、重金属及有害元素、菌落总数、霉菌及酵母菌数、大肠埃希氏菌、沙门氏菌和残留溶剂。

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，应进行型式检验。

- 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) 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的要求时，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 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。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 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 ≥ 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 大黄素对照品,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

取本品粉末 100mg,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

Wondasil C18 (4.6 × 250 mm, 5 μm) 或其他相当者;以甲醇(流动相 A)和 0.1% 磷酸(流动相 B)
为流动相(85:15, v/v);检测波长为 254nm;流速为 1.0mL/min;柱温为 25℃。理论塔板数按白藜芦醇峰
计算应不低于 10000。

A.2.4.4 测定

吸取大黄素对照品和供试品溶液各 10 μL,注入液相色谱仪,测定,记录色谱图。根据保留时间相同
的色谱峰,计算出被测定供试品溶液中待测组分含量。

A.2.5 结果计算

供试品大黄素含量以质量分数计,数值以%表示,按公式(A.1)计算:

$$w = \frac{A \times C \times V}{A_s \times m} \times P \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中: w——供试品中大黄素组分的质量分数(%);

- P——对照品的纯度，以百分比（%）表示；
- A——供试品溶液中大黄素的峰面积；
- As——对照品溶液中大黄素的峰面积；
- m——样品溶液中大黄素的称样量（mg）；
- C——对照品溶液中大黄素的浓度（mg/mL）；
- V——供试品溶液的体积（mL）。

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 ≥ 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

取白藜芦醇对照品对照品，加甲醇制成每 1mL 各含 0.1mg 的溶液。经 0.45 μm 滤膜过滤。现用现配。

A.3.4.2 供试品溶液的制备

取本品粉末，加甲醇制成每 1mL 含 0.1mg 的溶液。用 0.45 μm 滤膜过滤，待测。

A.3.4.3 色谱条件及系统适用性

十八烷基键合硅胶填充柱（4.6 × 250mm，5 μm）或同类型柱；以乙腈为流动相 A，水为流动相 B，乙腈：水（27:73，v/v）；检测波长为 303nm；流速为 1.0mL/min；柱温为 25℃。理论塔板数按白藜芦醇峰计算应不低于 10000。

A.3.4 分析步骤

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，在波长 303nm 处测定，外标法定量。根据保留时间相同的色谱峰，计算出被测定供试品溶液中待测组分含量。

A.3.5 结果计算

白藜芦醇含量以质量分数计，数值以 % 表示，按公式（A.2）计算：

$$w_2 = \frac{A \times C \times V}{A_s \times m} \times P \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：w₂——供试品中白藜芦醇组分的质量分数，%；

P——对照品的纯度，以百分比（%）表示；

A——供试品溶液中白藜芦醇的峰面积；

As——对照品溶液中白藜芦醇的峰面积；

m——样品溶液中白藜芦醇的称样量（mg）；

C——对照品溶液中白藜芦醇的浓度（mg/mL）；

v——供试品溶液的体积（mL）。

附录 B
(资料性附录)
液相色谱图和参考保留时间¹⁾

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。

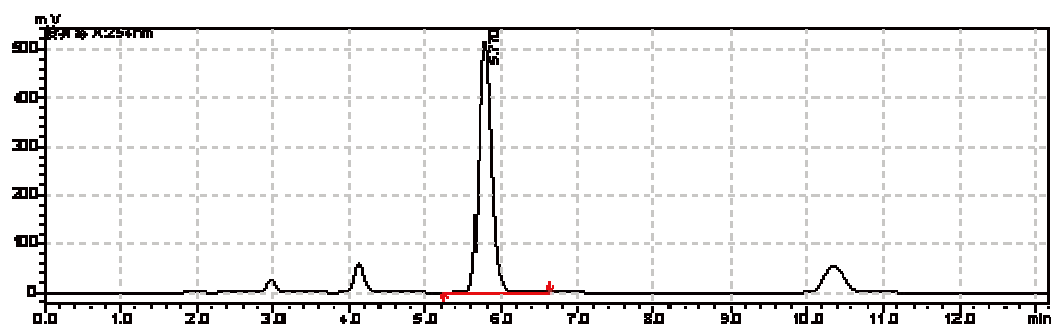


图 B.1 大黄素标准品液相色谱图

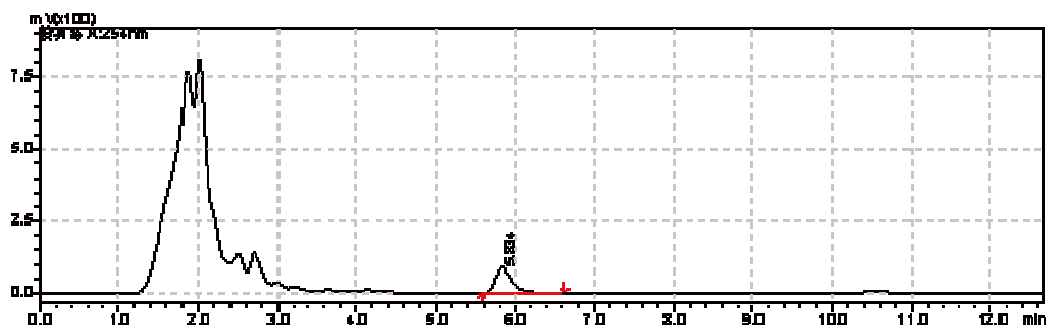


图 B.2 供试品大黄素液相色谱图

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	5.770
规格 50% 试样大黄素	5.834

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。

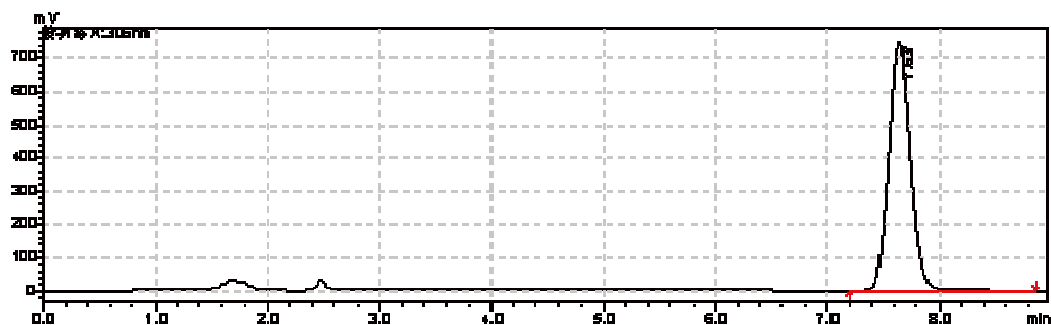


图 B.3 白藜芦醇标准品液相色谱图

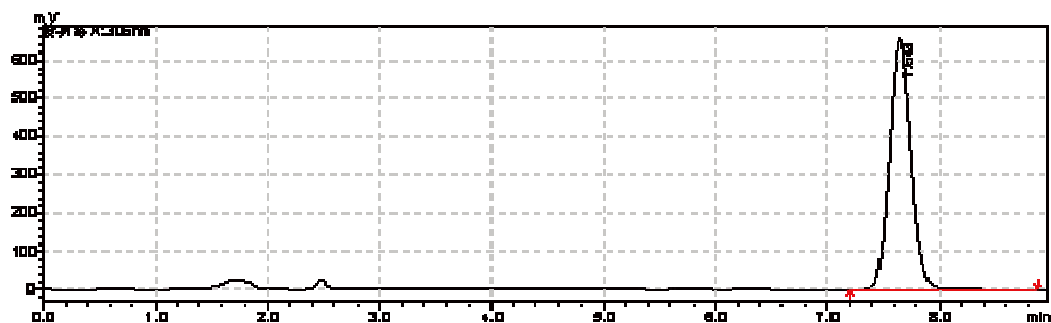


图 B.4 试样白藜芦醇液相色谱图

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	7.637
试样白藜芦醇	7.643

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。

中国医药保健品进出口商会
团 体 标 准
植物提取物 虎杖提取物

T/CCCMHPIE 1.7—2016

*

北京市东城区朝阳门内大街南竹竿胡同6号
北京INN大厦3号楼11-12层(100010)

网址：www.cccmhpie.org.cn