

SW

国际商务标准

SW/T 5—2013

植物提取物 积雪草提取物

(Goto Kola 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

为了规范积雪草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。

标准由桂林莱茵生物科技股份有限公司负责起草。

本标准主要起草人：宋云飞、李杰、罗勇为、黄华凤、李元元。

植物提取物 积雪草提取物

1 范围

本标准规定了积雪草提取物的技术要求、检验方法、检验规则和标签、包装、运输、贮存要求。本标准适用于以积雪草为原料经提取、精制后，喷雾干燥而成的积雪草提取物。

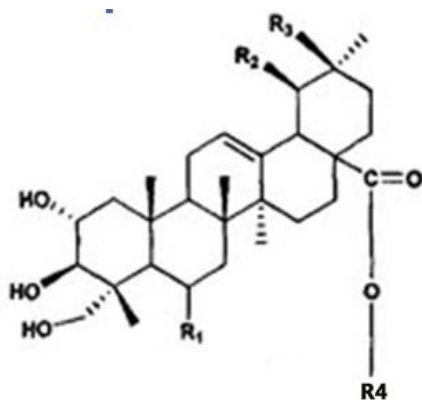
2 规范性引用文件

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。

- GB4789.2 食品安全国家标准 食品微生物学检验 菌落总数测定
 GB4789.3 食品安全国家标准 食品微生物学检验 大肠菌群计数
 GB4789.4 食品安全国家标准 食品微生物学检验 沙门氏菌检验
 GB4789.10 食品安全国家标准 食品微生物学检验 金黄色葡萄球菌检验
 GB4789.15 食品安全国家标准 食品微生物学检验 霉菌和酵母计数
 GB4789.38 食品安全国家标准 食品微生物学检验 大肠埃希氏菌计数
 GB5009.3 食品安全国家标准 食品中水分的测定
 GB5009.4 食品安全国家标准 食品中灰分的测定
 GB/T5009.11 食品中总砷及无机砷的测定
 GB5009.12 食品安全国家标准 食品中铅的测定
 GB/T 5009.13 食品中铜的测定
 GB/T 5009.15 食品中镉的测定
 GB/T 5009.17 食品中总汞及有机汞的测定
 GB/T 5009.74 食品添加剂中重金属限量试验
 GB 9685 食品容器、包装材料用添加剂使用卫生标准

3 名称、结构式、分子式和相对分子质量

积雪草提取物 (Goto Kola Extract) 由一组有效成分组成，其结构通式为：



各组分名称、结构式特征基团、分子式、相对分子质量见表 1。

表 1 积雪草提取物组分名称、结构式特征基团、分子式及相对分子质量

组分名称	R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	分子量
羟基积雪草苷 Madecassoside	OH	CH ₃	H	Rha(1-4)-glc(1-6)-glc	975.13
积雪草苷 Asiaticoside	H	H	CH ₃	Rha(1-4)-glc(1-6)-glc	959.13
羟基积雪草酸 Madecassic acid	OH	CH ₃	H	H	504.70
积雪草酸 Asiatic acid	H	H	CH ₃	H	488.70

4 技术要求

4.1 工艺要求

4.1.1 植物原料

为伞形科植物积雪草 (*Centella asiatica*(L.) Urban.) 的干燥全草。每年 5 月~10 月收集积雪草原料, 除杂后, 经晾干或烘干即得。

4.1.2 工艺过程

原料 → 提取 → 分离 → 纯化 → 喷雾干燥 → 产品

4.2 产品要求

4.2.1 感官要求: 应符合表 2 的规定。

表 2 感官要求

项目	要求
色泽	黄棕色
气味	积雪草特殊气味
状态	均匀、无可见异物的粉末

4.2.2 理化要求: 应符合表 3 规定。

表 3 理化要求

项目	指标
积雪草总苷, %	≥25
水分, %	≤5.0
灰分, %	≤3.0
粒度(80 目筛通过率), %	≥99
重金属 (以 Pb 计), mg/kg	≤10
铅 (Pb), mg/kg	≤3.0
镉 (Cd), mg/kg	≤0.3
砷 (As), mg/kg	≤1.0

汞 (Hg), mg/kg	≤0.1
铜 (Cu), mg/kg	≤5.0
表注 1: 积雪草总苷为羟基积雪草苷、积雪草苷、羟基积雪草酸、积雪草酸 4 种有效成分之和。	

4.2.3 微生物要求:应符合表 4 规定

表 4 微生物要求

项目	指标
细菌总数, cfu/g	≤1000
霉菌及酵母菌数, cfu/g	≤100
大肠菌群, MPN/g	≤3.0
大肠杆菌	不得检出
沙门氏菌	不得检出
金黄色葡萄球菌	不得检出

4.2.4 其他污染物: 其他污染物限量要求, 依据不同用途, 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。

5 检验方法

5.1 感官检验

启开试样后, 立即嗅其气味; 另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 理化检测

5.2.1 积雪草总苷

按附录 A.2 中规定的试验方法进行测定。

5.2.2 水分测定

按 GB 5009.3 中的第一法进行测定。

5.2.3 灰分测定

按 GB 5009.4 中的方法进行测定。

5.2.4 粒度

按附录 A.3 中规定的实验方法进行测定。

5.2.5 重金属 (以 Pb 计)

按 GB/T5009.74 中的方法进行测定。

5.2.6 铅

按 GB 5009.12 中的第一法进行测定。

5.2.7 镉

按 GB/T 5009.15 中的第一法进行测定。

5.2.8 总砷

按 GB5009.11 中的第一法进行测定。

5.2.9 总汞

按 GB/T 5009.17 中的第一法进行测定。

5.2.10 铜

按 GB/T 5009.13 中的第一法进行测定。

5.3 微生物检验

5.3.1 细菌总数检验

按 GB4789.2 中规定的方法进行检验。

5.3.2 霉菌及酵母菌数检验

按 GB4789.15 中规定的方法进行检验。

5.3.3 大肠菌群检验

按 GB 4789.3 中规定的第一法 MPN 计数法进行检验。

5.3.4 大肠杆菌

按 GB 4789.38 中规定的方法进行检验。

5.3.5 沙门氏菌

按 GB4789.4 中规定的方法进行检验。

5.3.6 金黄色葡萄球菌

按 GB4789.10 中规定的方法进行检验。

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。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 积雪草总苷的检测方法

A.2.1 试剂

A.2.1.1 乙腈(色谱纯)。

A.2.1.2 甲醇。

A.2.1.3 磷酸。

A.2.1.4 β 环糊精。

A.2.1.5 2 mmol/L β 环糊精(pH=4):称取2.27 g β 环糊精,加水1000 mL超声溶解,用磷酸调节pH至4(约加磷酸0.1 mL),超声混匀,过0.45 μ m水系滤膜。

A.2.2 对照品

积雪草苷对照品单体。

积雪草提取物定性对照品(供总苷含量测定时定性用,含羟基积雪草苷、积雪草苷、羟基积雪草酸、积雪草酸4种成分)

A.2.3 仪器和用具

A.2.3.1 高效液相色谱仪(紫外检测器或二极管阵列检测器)

A.2.3.2 分析天平:感量0.01mg。

A.2.3.3 超声波清洗器。

A.2.3.4 针筒式过滤器,0.45 μ m微孔滤膜,有机系。

A.2.4 色谱条件

A.2.4.1 色谱柱:Luna C18, 250 mm \times 4.6 mm, 5 μ m。

A.2.4.2 流动相

a) 流动相A: 2 mmol/L β 环糊精(pH=4)(A.2.1.6)

b) 流动相B: 乙腈

A.2.4.3 梯度条件:见表A1

表A1 梯度条件

Time (min)	流动相 B%	流动相 A%
0.00	24.00	76.00
20.00	24.00	76.00
60.00	45.00	55.00
75.00	45.00	55.00
76.00	24.00	76.00

A. 2. 4. 4 柱温：25 ℃。

A. 2. 4. 5 流速：0.8 mL/min。

A. 2. 4. 6 检测波长：205 nm。

A. 2. 4. 7 进样量：5 μ L。

A. 2. 5 操作步骤

A. 2. 5. 1 积雪草苷对照品溶液的制备：精密称取积雪草苷适量，用甲醇超声溶解，配制成浓度约为0.6 mg/mL的标准使用溶液，过0.45 μ m有机滤膜，备用。

A. 2. 5. 2 定性对照品溶液的制备：精密称取积雪草提取物定性对照品适量，用甲醇超声溶解，定容，过0.45 μ m有机滤膜，备用。

A. 2. 5. 3 样品溶液的制备：精密称取积雪草提取物（约含积雪草苷10%）150 mg，置25 mL容量瓶中，甲醇超声溶解，冷却至室温，甲醇定容至刻度，摇匀，过0.45 μ m有机滤膜，待测。

A. 2. 5. 4 依次注射空白溶液、对照品溶液、定性对照品溶液、样品溶液进行检测，外标法定量。

A. 2. 6 计算

总皂苷含量以质量分数 W_i 计，数值以%表示，按式(A1)计算：

$$W_i = \frac{[A + (B \times 1.017) + (C \times 0.526) + (D \times 0.509)] \times c_i \times V \times P}{A_i \times m} \times 100\% \quad \dots\dots (A1)$$

式中：

A——样品中积雪草苷的峰面积；

B——样品中羟基积雪草苷的峰面积；

C——样品中羟基积雪草酸的峰面积；

D——样品中积雪草酸的峰面积；

c_i ——积雪草苷对照品的浓度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；

V——样品的定容体积，单位为毫升（mL）；

P ——积雪草苷对照品的纯度，%；

A_i ——积雪草苷对照品的峰面积；

m ——样品的称样量，单位为毫克（mg）；

1.017——羟基积雪草苷的校正因子

0.526——羟基积雪草酸的校正因子

0.509——积雪草酸的校正因子

A.3 粒度的测定方法

A.3.1 设备

A.3.1.1 分样筛（带筛盖与接收盒），80目。

A.3.1.2 天平，感量为0.001 g。

A.3.2 操作程序

取接收盒，将分样筛放在接收盒上，称取约 40 g 提取物粉末，精确至 0.001g，置于 80 目分样筛内，将筛盖盖好。将分样筛保持水平状态，左右往返轻轻筛动 5 min，称量接收盒内的提取物粉末。

A.3.3 计算

80 目筛通过率以质量分数 W_2 计，数值以%表示，按式(A2)计算：(A2)。

$$W_2 = \frac{m_2}{m_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A2)$$

式中：

m_1 ——过筛前的样品重量，单位为克(g)。

m_2 ——过筛后接收盒内的样品重量，单位为克(g)。

附录 B

(资料性附录)

积雪草总苷液相色谱图

B.1 积雪草总苷液相色谱图

积雪草总苷液相色谱图见图B.1、B.2。

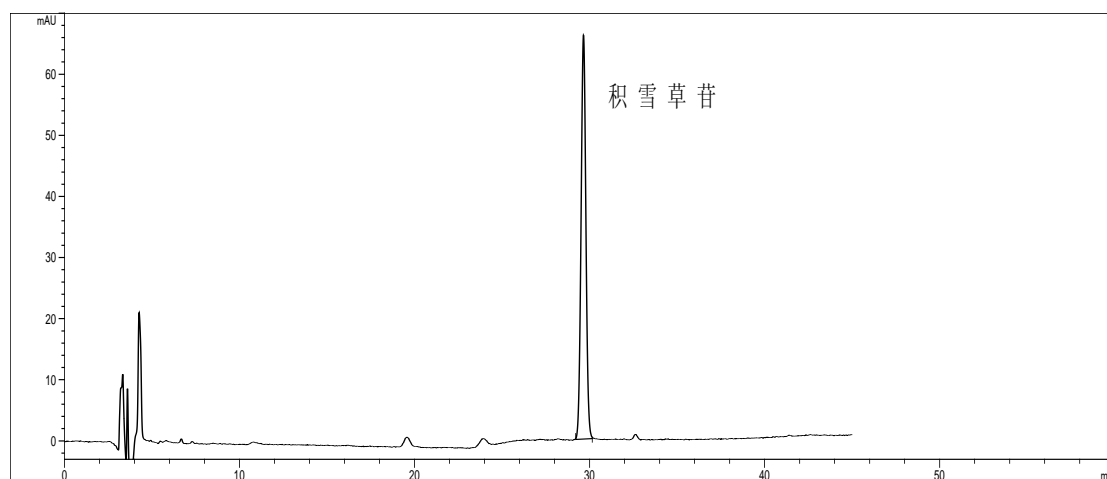
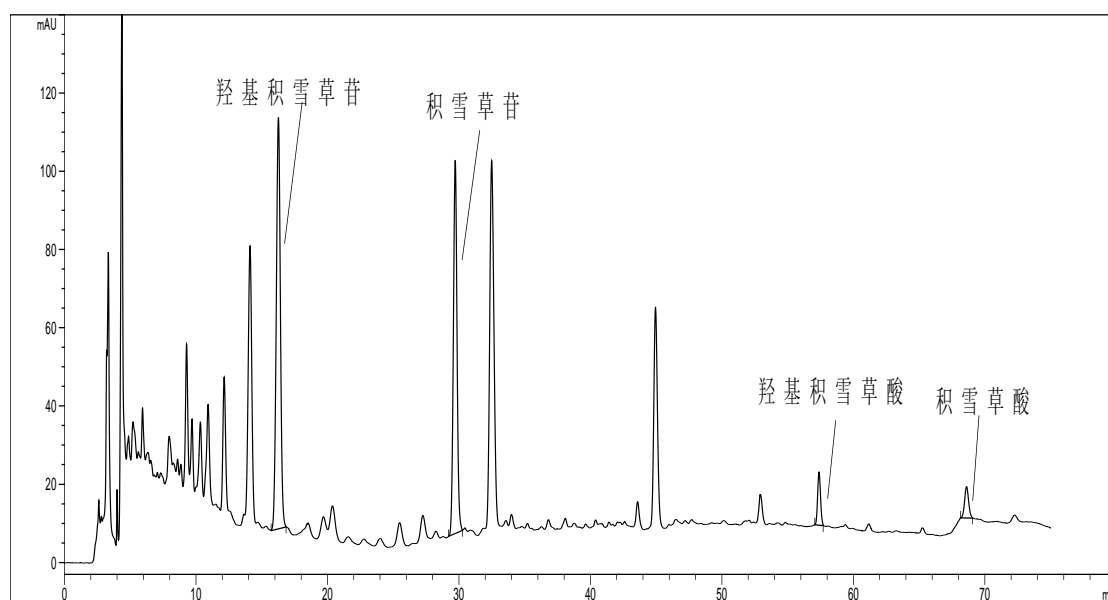


图 B1 积雪草苷对照品液相色谱图



图B2 积雪草提取物试样液相色谱图

表 B1 提取物中各成分参考保留时间

组分名称	保留时间 (min)	相对保留值
羟基积雪草苷	16.88	0.56
积雪草苷	30.36	1.00
羟基积雪草酸	57.43	1.89
积雪草酸	68.71	2.26

非商业性声明：附录B所列色谱数据是在 Luna C18色谱柱上完成的，提供参考，不涉及商业目的，鼓励标准使用者尝试不同型号的色谱柱。
