

# SW

## 国际商务标准

SW/T 6—2013

---

植物提取物 柳枝提取物

Willow Twig 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

为了规范柳枝提取物在生产、运输和贮存过程中的质量管理，特制定本标准。

本标准附录A.2和附录A.3修改采用欧洲标准EP 7.0 04/2008:2312。

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。

本标准由西安应化生物技术有限公司负责起草。

本标准主要起草人：薛迎春、翟巧丽、杨琼、崔延萍、何锦伟

## 国际商务标准

### 植物提取物 柳枝提取物

#### 1 范围

本标准规定了柳枝提取物的技术要求、检验方法、标签、包装、运输、贮存要求。  
本标准适用于以柳枝为原料，经乙醇提取制成的以水杨苷为主要指标成分的提取物。

#### 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。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T5009.74 食品添加剂中重金属限量测试

GB/T5009.17 食品中总汞及有机汞的测定

GB/T5009.15 食品中镉的测定

GB5009.12 食品安全国家标准食品中铅的测定

GB/T5009.11 食品中总砷及无机砷的测定

GB5009.4 食品安全国家标准食品中灰分的测定

GB5009.3 食品安全国家标准食品中水分的测定

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

GB4789.4 食品安全国家标准食品微生物学检验沙门氏菌检验

GB4789.3 食品安全国家标准食品微生物学检验大肠菌群计数

GB4789.2 食品安全国家标准食品微生物学检验菌落总数测定

#### 3 有效成分名称、结构式、分子式和相对分子质量

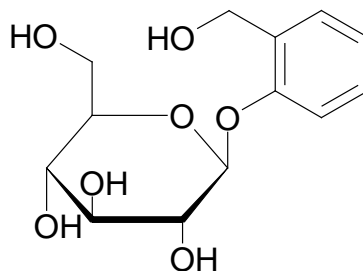
有效成分名称：水杨苷；别名：D-(-)-水杨苷

英文名称：D-(-)-Salicin;

分子式：C<sub>13</sub>H<sub>18</sub>O<sub>7</sub>

相对分子质量：286.28

水杨苷化学结构式：



#### 4 技术要求

#### 4.1 工艺要求

##### 4.1.1 植物原料

原料来源于杨柳科柳属植物，主要包括*S. purpurea* L., *S. daphnoides* Vill. and *S. fragilis* L 等的皮或枝条；全年可采，去除杂质，晒干。

##### 4.1.2 工艺过程

用碱性的含水乙醇提取后，浓缩，萃取，除去杂质后结晶，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	规格与要求	
	水杨苷 25%的提取物	水杨苷 50%的提取物
色泽	棕黄色或灰色	淡黄色或灰白色
外观	均匀粉末，无可见异物	均匀粉末，无可见异物

##### 4.2.2 鉴别

按照附录A.2的方法鉴别，测试样品液应与标准溶液呈现出同样的紫红色斑，且比移值相符合。

4.2.3 理化要求：应符合表 2 要求。

表 2 理化要求

项 目		规格与指标	
		水杨苷 25%的提取物	水杨苷 50%的提取物
水杨苷含量，%		≥25.0	≥50.0
粒度（80 目筛通过率），%		≥95	≥95
堆密度	松密度，g/100mL	55~75	45~65
	紧密度，g/100mL	70~95	65~90
水分，%		≤5.0	≤3.0
灰分，%		≤10.0	≤5.0
重金属（以 Pb 计），mg/kg		≤20	≤20
铅（Pb），mg/kg		≤3.0	≤3.0
镉（Cd），mg/kg		≤1.0	≤1.0
砷（As），mg/kg		≤1.0	≤1.0
汞（Hg），mg/kg		≤0.1	≤0.1

4.2.4 微生物要求：应符合表 3 规定。

表 3 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
大肠杆菌	不得检出
沙门氏菌	不得检出

## 5 检验方法

### 5.1 感官检验

启开测试样品袋后,取测试样品10克置于白色瓷盘中,在自然光下,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中规定的测试方法进行测定。

#### 5.2.2 有效成分水杨苷含量

按附录A.3中规定的检验方法进行测定。

#### 5.2.3 粒度

按附录A.4中规定的测试方法进行测定。

#### 5.2.4 堆密度

按附录A.5中规定的测试方法进行测定。

#### 5.2.5 重金属(以Pb计)

按GB/T5009.74中规定的方法进行测定。

#### 5.2.6 铅

按GB5009.12中规定的方法进行测定。

#### 5.2.7 镉

按GB/T 5009.15中规定的方法进行测定。

#### 5.2.8 砷

按GB/T 5009.11中规定的方法进行测定。

#### 5.2.9 汞

按GB/T 5009.17中规定的方法进行测定。

#### 5.2.10 水分

按GB 5009.3中规定的方法进行测定。

#### 5.2.11 灰分

按GB 5009.4中规定的方法进行测定。

#### 5.2.12 细菌总数

按GB4782.2中规定方法进行测定。

#### 5.2.13 霉菌及酵母菌数

按GB4789.15中规定方法进行测定。

#### 5.2.14 大肠杆菌

按GB4789.3中规定方法进行测定。

#### 5.2.15 沙门氏菌

按GB4789.4中规定方法进行测定。

## 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

包装标签上应标注：名称、批号、规格、净含量、日期、保质期、生产厂名、厂址、产地、贮存条件。标签内容清晰可见，标签应粘贴牢固。

## 6.3 运输

运输时轻装轻卸，不得与有毒、有害和易污染物品混装载运，严防雨淋、暴晒。

## 6.4 贮存

产品应存放在干燥、通风、清洁的地方，避免与有毒、有害、易腐、易污染等物品一起堆放。

## 6.5 保质期

在符合规定的运输和贮存条件，以及在包装完整、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,在没有注明要求时,均指分析纯和GB/T6682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 薄层色谱(TLC)鉴别方法

##### A.2.1 设备

A.2.1.1 层析缸,规格与色谱板相适应。

A.2.1.2 薄层色谱板,涂布有0.25mm厚色谱级硅胶,规格可选择5 cm×20 cm

A.2.1.3 天平,感量0.1mg

A.2.1.4 水浴锅

A.2.1.5 移液管 1mL, 10mL

A.2.1.6 小型喷雾器: 50~100 mL

##### A.2.2 试剂和溶液

A.2.2.1 甲醇

A.2.2.2 无水乙醇

A.2.2.3 乙酸乙酯

A.2.2.4 碳酸钠

A.2.2.5 硫酸

A.2.2.6 5%硫酸乙醇: 移取5mL的浓硫酸缓缓加入到100mL的无水乙醇中,摇匀,即得。

A.2.2.7 水杨苷标准品

##### A.2.3 分析步骤

###### A.2.3.1 测试样品溶液

称取柳枝提取物1.0g(精确至0.1mg),置于25mL试管中,加甲醇10mL溶解,50℃水浴加热振摇10min,放置冷却至室温后过滤作为测试样品溶液。

###### A.2.3.2 标准品溶液

称取水杨苷标准品20mg(精确至0.1mg),置于10mL试管中,加甲醇1mL溶解,摇匀。作为标准品溶液。

###### A.2.3.3 点样

分别吸取10 $\mu$ L的测试样品溶液和标准品溶液,沿色谱板上基线处点成大小相同的原点状。

###### A.2.3.4 展开

展开剂为水-甲醇-乙酸乙酯(8:15:77, V/V/V)。点样后的色谱板放于层析缸中展开至15cm。

###### A.2.3.5 显色

将展开后的薄层色谱板吹干,喷5%硫酸乙醇溶液后在100~105℃烘5min,自然光下观察其颜色。

#### A.2.4 结果

薄层色谱测试结果示意图见图A1。

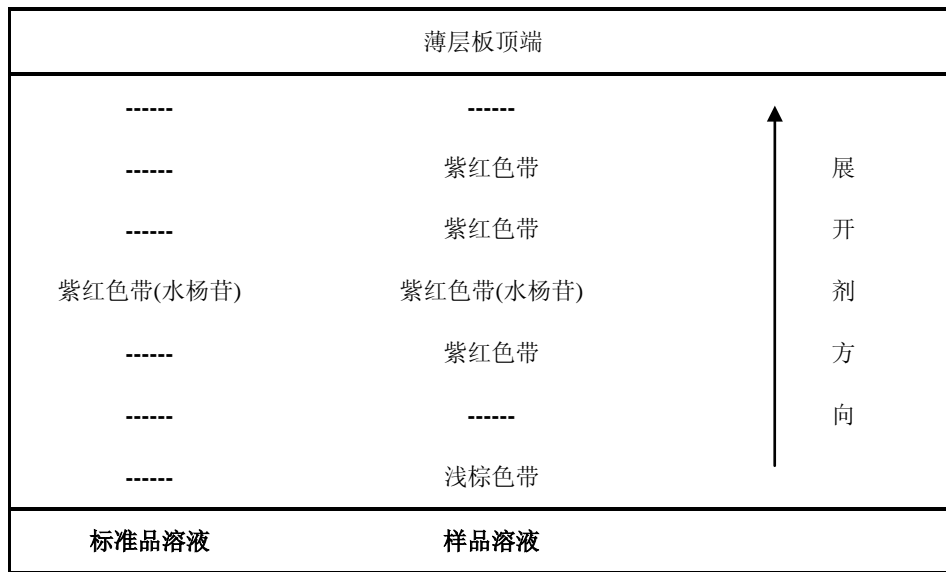


图 A1 薄层色谱测试结果示意图

#### A.2.5 比移值计算

测试样品色斑的比移值 $R_f$ ，按式(A1)计算：

$$R_f = \frac{L_f}{L_0} \dots\dots\dots (A1)$$

式中：

$L_f$ ——测试样品（或标准品）色斑中心到原点的距离，单位为厘米（cm）。

$L_0$ ——展开剂前沿到原点的距离，单位为厘米（cm）。

计算结果保留小数点后一位有效数字。

### A.3 水杨苷含量测定方法

#### A.3.1 分析方法

测试样品经超声提取后，采用反相高效液相色谱法测定，用外标法计算样品含量。

#### A.3.2 仪器和设备

A.3.2.1 高效液相色谱仪(附紫外检测器)。

A.3.2.2 分析天平，感量为0.01mg。

A.3.2.3 超声波清洗仪。

#### A.3.3 试剂

A.3.3.1 四氢呋喃：色谱纯

A.3.3.2 甲醇：色谱纯

A.3.3.3 磷酸

A.3.3.4 水杨苷标准品（中国药品生物制品检定所提供）：纯度≥99%，使用前应在放有五氧化二磷的减压干燥器内干燥24 h。

#### A.3.4 色谱条件

a) 色谱柱：十八烷基键合硅胶柱；100mm×4.6mm,3μm

b) 流动相：A相：四氢呋喃-0.5%磷酸水溶液（1.8:98.2，V/V）；B相：四氢呋喃。梯度洗脱程序见表A1。

表A1 梯度洗脱程序



时间 (min)	A相 (v/v)	B相 (v/v)
0-15	100	0
15-17	100 → 90	0 → 10
17-23	90	10
23-25	90 → 100	10 → 0
25-40	100	0

c) 检测波长: 270nm

d) 流速: 1.0mL/min

e) 进样量 10 $\mu$ L

### A.3.5 分析步骤

#### A.3.5.1 标准品溶液的制备

精密称取水杨苷标准品15mg (精确至0.01mg), 置于50mL容量瓶中, 加25毫升甲醇-水溶液 (8:2, V/V), 超声溶解, 冷却后用水定容至刻度, 摇匀, 备用。

#### A.3.5.2 供试品溶液的制备

准确称取测试样品30mg (50%规格) 或60mg (25%规格), 精确至0.01mg, 置于50mL容量瓶中, 加25毫升甲醇-水溶液 (8:2, V/V), 超声溶解, 冷却后用水定容至刻度, 摇匀。用0.45 $\mu$ m微孔滤膜过滤, 待测。

### A.3.6 结果计算

柳枝提取物中水杨苷的含量以质量分数 $X_1$ 计, 数值以%表示, 按式(A2)计算:

$$X_1 = \frac{A \times c_s \times V}{A_s \times m} \times P \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A2)$$

式中:

$A$ —— 供试品溶液中水杨苷的峰面积;

$A_s$ —— 标准品溶液中水杨苷的峰面积;

$c_s$ —— 标准品溶液中水杨苷的浓度, 单位为毫克每毫升(mg/mL);

$V$ —— 样品溶液定容体积, 单位为毫升 (mL);

$m$ —— 供试品的称样量, 单位为毫克(mg);

$P$ —— 水杨苷标准品纯度, (%) ;

## A.4 粒度的测定方法

### A.4.1 设备

A.4.1.1 分样筛 (带筛盖与接收盒), 80 目。

A.4.1.2 天平, 感量 0.01g。

### A.4.2 操作步骤

将 80 目分样筛放在接收盒上, 称取约 50g 提取物粉末 ( $m_1$ ), 精确至 0.01g, 置于分样筛内, 将筛盖盖好。将分样筛保持水平状态, 左右往返轻轻筛动 5min, 称量接收盒内的提取物粉末质量 ( $m_2$ ), 精确至 0.01g。

### A.4.3 结果计算

样品的 80 目筛通过率以 $X_2$ 计, 数值以%表示, 按式 (A3)计算:

$$X_2 = \frac{m_2}{m_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A3)$$

式中：

$m_1$ ——过筛前样品的质量，单位为克（g）；

$m_2$ ——过筛后接收盒内样品质量，单位为克（g）。

## A.5 堆密度的测定方法，堆密度分为松密度和紧密度

### A.5.1 设备

A.5.1.1 天平，感量为 0.01g。

A.5.1.2 量筒，100mL。

### A.5.2 分析步骤

A.5.2.1 量筒的准备：取洁净、干燥的量筒，并称量其质量（ $m_3$ ）精确到 0.01g。

A.5.2.2 松密度的测定：将通过 80 目筛的测试样品缓缓地加入量筒中至 90mL（±5 mL）处，缓缓抚平粉末表面，读取固体粉末的体积（ $V_1$ ），称量量筒与测试样品的质量（ $m_4$ ），精确到 0.01g。

A.5.2.3 紧密度的测定：将上述盛有测试样品的量筒放在试验台上（铺有约 5mm 厚的橡胶垫），由 2cm 左右的高度自由坠到台面上，反复此操作 100 次，量得压紧后的粉末体积（ $V_0$ ），继续上述操作 30 次，量得粉末体积（ $V_2$ ）。当  $V_0$  与  $V_2$  相差小于 2mL 时，读取最终体积（ $V_2$ ）。

### A.5.3 结果计算

松密度以  $X_3$  计，紧密度以  $X_4$  计，单位均为 g/100mL，分别按式（A4）和式（A5）计算。

$$X_3 = \frac{m_4 - m_3}{V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(A4)$$

$$X_4 = \frac{m_4 - m_3}{V_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots(A5)$$

式中：

$m_3$ ——量筒的质量，单位为克（g）

$m_4$ ——测试样品和量筒的质量，单位为克（g）

$V_1$ ——松散体积，单位为毫升，（mL）

$V_2$ ——紧密体积，单位为毫升，（mL）

(资料性附录)

## 水杨苷液相色谱图

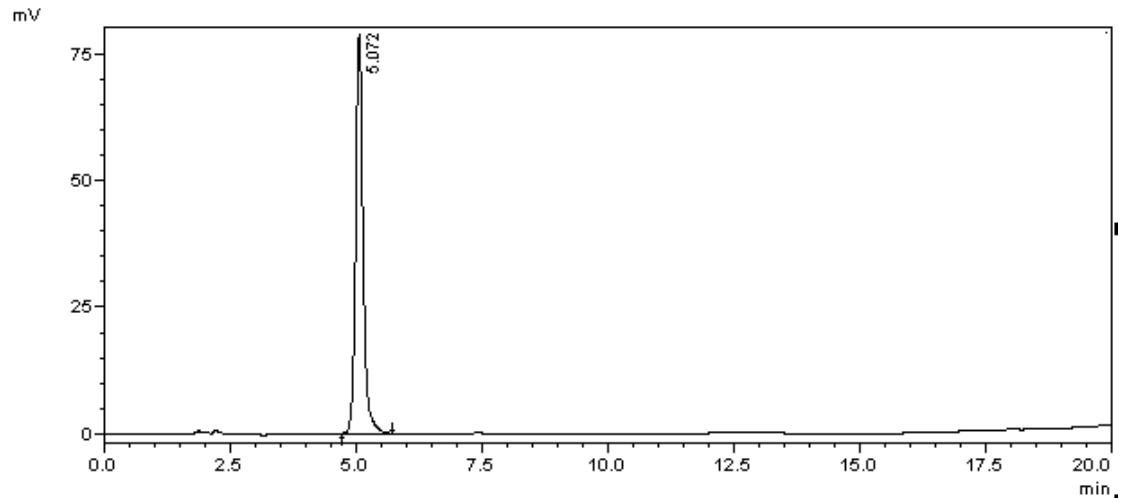


图 B.1 水杨苷标准品液相色谱图

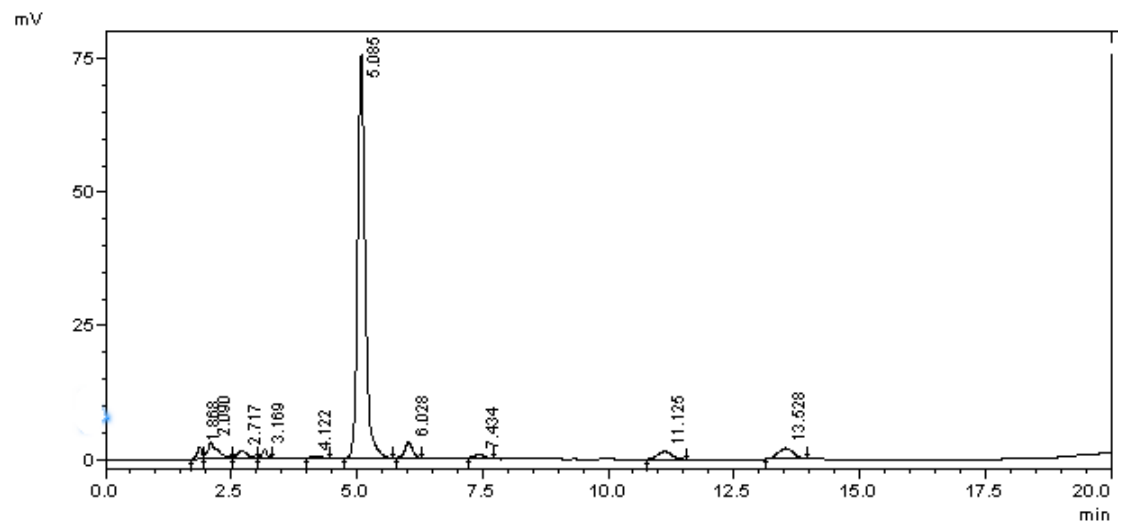


图 B.2 50%水杨苷试样液相色谱图

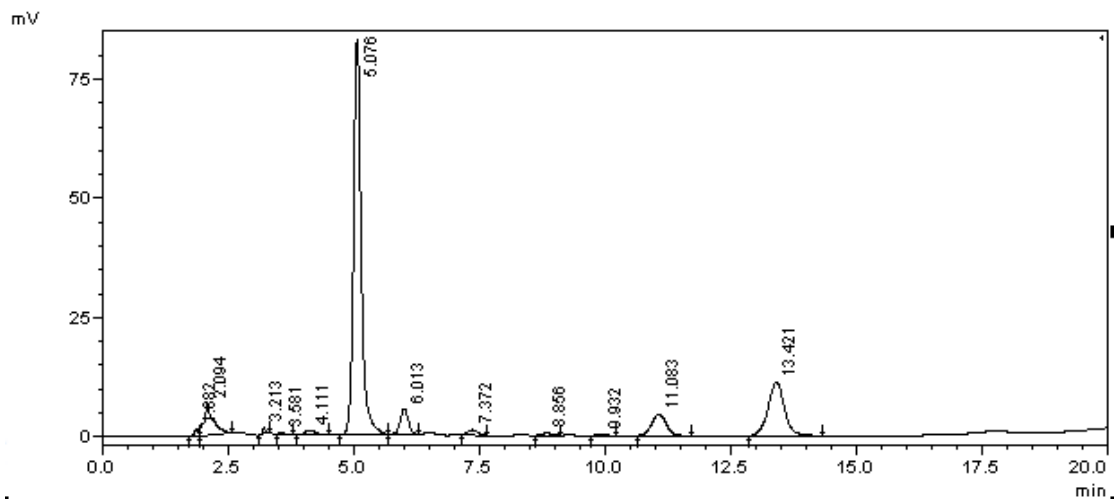


图 B.3 25%水杨苷试样液相色谱图

表 B1 水杨苷参考保留时间

名称	保留时间 (min)
水杨苷标准品溶液	5.07
50%水杨苷试样溶液	5.08
25%水杨苷试样溶液	5.08

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。