

## 中华人民共和国外贸行业标准

WM/T 3—2004

---

### 贯 叶 连 翘 提 取 物

St. John's Wort extract

2005-02-16 发布

2005-04-01 实施

## 前 言

贯叶连翘提取物(St. John's Wort extract)是以贯叶连翘原料经提取分离制成的产品。目前尚无相关标准可以遵循,为了规范贯叶连翘提取物在生产、贮存和运输过程中的质量管理,特制定本标准。

本标准的附录 A、附录 B、附录 C、附录 D 为规范性附录。

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。

本标准由中国医药保健品进出口商会标准化技术委员会负责解释。

本标准由湖南九汇现代中药有限公司、西安高科实业股份有限公司天诚医药生物工程分公司、中国医药保健品进出口商会负责起草。

本标准主要起草人:曾建国、缪建荣、刘小苗、黄仁泉、关立忠。

# 贯叶连翘提取物

## 1 范围

本标准规定了贯叶连翘提取物的技术要求、检验方法、检验规则和标签、包装、运输、贮存要求。

本标准适用于以贯叶连翘为原料经提取而成的规格为总金丝桃素 0.30%、贯叶金丝桃素 3.0% 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。

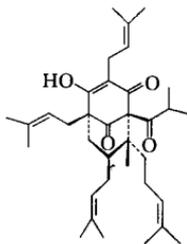
GB/T 5009.146 植物性食品中有机氯和拟除虫菊酯类农药多种残留的测定

SN 0339 出口茶叶中黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 检验方法

《中华人民共和国药典》2000 年版一部

## 3 结构式

总金丝桃素(Hypericin)、贯叶金丝桃素(Hyperforin)结构式如下：



## 4 技术要求

### 4.1 工艺要求

#### 4.1.1 植物基源

为藤黄科植物贯叶连翘(*Hypericum perforatum* L.)的干燥地上上半部分。

#### 4.1.2 植物原料

秋末采收，除去泥沙，阴干。

#### 4.1.3 工艺过程

用乙醇提取后，浓缩，干燥即得。

### 4.2 感官要求

应符合表 1 的要求。

表 1

项 目	要 求
色 泽	深棕色或棕褐色
气 味	气香,味微苦
外 观	均匀,无可见异物的粉末

## 4.3 理化要求

应符合表 2 的要求。

表 2

项 目	指 标	
粒度[80 目筛的通过率/(%)]	≥ 90	
堆密度/(g/100 mL)	松密度	35~60
	紧密度	55~75
干燥失重/(%)	≤ 8.0	
炽灼残渣/(%)	≤ 10.0	
重金属[以 Pb 计/(mg/kg)]	≤ 20	
砷盐[以 As 计/(mg/kg)]	≤ 2	
农药残留	六六六/(mg/kg)	≤ 0.01
	滴滴涕/(mg/kg)	≤ 0.01
	五氯硝基苯/(mg/kg)	≤ 0.01
黄曲霉毒素 B <sub>1</sub> /(μg/kg)	≤ 5	
指标成分含量/(%)	总金丝桃素	≥ 0.30
	贯叶金丝桃素	≥ 3.0

## 4.4 卫生要求

应符合表 3 的要求。

表 3

项 目	指 标
细菌总数/(cfu/g)	≤ 10 000
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
金黄色葡萄球菌	不得检出

## 5 检验方法

## 5.1 感官检验

启开试样后,立即嗅其气味和品其滋味;另取试样适量置于白色瓷盘中观察其色泽、外观,并检查有无异物。

## 5.2 理化要求

## 5.2.1 粒度

按附录 A 中规定的试验方法进行测定。

### 5.2.2 堆密度

堆密度分为松密度和紧密度,按附录 B 中规定的试验方法进行测定。

### 5.2.3 干燥失重

按《中华人民共和国药典》2000 年版一部中附录 IX G 规定的方法进行测定。

### 5.2.4 灼灼残渣

按《中华人民共和国药典》2000 年版一部中附录 IX J 规定的方法进行测定。

### 5.2.5 重金属

按《中华人民共和国药典》2000 年版一部中附录 IX E 的第二法进行测定。

### 5.2.6 砷盐

按《中华人民共和国药典》2000 年版一部中附录 IX F 的第一法进行测定。

### 5.2.7 六六六、滴滴涕、五氯硝基苯

按 GB/T 5009.146 规定执行。

### 5.2.8 黄曲霉毒素 B<sub>1</sub>

按 SN 0339 的检验方法进行测定。

### 5.2.9 指标成分含量

总金丝桃素和贯叶金丝桃素含量分别按附录 C、附录 D 中规定的检验方法进行测定。

### 5.3 微生物指标

按《中华人民共和国药典》2000 年版一部中附录 XIII C 规定的方法进行测定。

## 6 检验规则

### 6.1 批检验

按《中华人民共和国药典》2000 年版一部中附录 II A 规定的方法取样,并以混合均匀、在一定限度内具有同一性质和质量的产品为同一批次进行检验。

### 6.2 检验分类

#### 6.2.1 出厂检验

产品出厂前应由生产厂质量检验部门按 4.2~4.4 的要求逐批次进行检验,经检验合格并签发质量合格证明书的产品方可出厂销售。

#### 6.2.2 型式检验

按第 4 章进行型式检验。型式检验每半年进行一次,有下列情况之一者,亦应进行:

- 原料有较大变化时;
- 调整关键工艺时;
- 更换设备或停产,重新恢复生产时;
- 出厂检验与上次型式检验结果有较大差异时。

### 6.3 判定规则

6.3.1 当检验结果有一项不符合本标准要求时,应从同批产品中重新随机抽取两倍量的样品进行复检,并以复检结果为准。若复检仍有一项指标不合格时,则判该批产品为不合格。

6.3.2 微生物项目中有任何一项不符合本标准要求时,即判为不合格,不再复检。

6.3.3 型式检验的判定同出厂检验。

## 7 标签、包装、运输、贮存

### 7.1 标签

7.1.1 包装标签上应标注:贯叶连翘提取物、批号、规格(0.30%和 3.0%)、净重、毛重、生产日期、执行标准。

7.1.2 标签内容清晰可见,标签粘贴牢固。

## 7.2 包装

包装材料应符合食品卫生要求。使用前应对所用包装材料进行严格的卫生检查。桶装后,应加封封口签。

## 7.3 运输

7.3.1 运输工具应清洁、卫生,不得与有毒、有害、有腐蚀性或有异味的物品混装混运。

7.3.2 搬运时应轻装轻卸,运输时防止挤压、曝晒、雨淋。

## 7.4 贮存

7.4.1 产品不得与有毒、有害、有腐蚀性或有异味的物品混合存放。

7.4.2 产品应贮存于阴凉、干燥的仓库中。

## 7.5 保质期

保质期暂定两年,应定期抽检总金丝桃素和贯叶金丝桃素的含量。

**附录 A**  
(规范性附录)  
**粒度的测定方法**

**A.1 设备**

A.1.1 分样筛(带筛盖与接收盒),80目。

A.1.2 天平,分度值为0.1g。

**A.2 操作程序**

取接收盒,将分样筛放在接收盒上,称取约100g提取物粉末( $m_1$ ,g)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( $m_2$ ,g)。

**A.3 计算**

通过率的计算方法见式(A.1)。

$$\text{通过率} = m_2/m_1 \times 100\% \quad \dots\dots\dots(\text{A.1})$$

**附录 B**  
(规范性附录)  
**堆密度的测定方法**

**B.1 设备**

B.1.1 天平,分度值为0.1g。

B.1.2 玻璃量筒,100mL。

**B.2 操作程序**

B.2.1 量筒的准备:取洁净、干燥的量筒,并称量其质量( $m_0$ ,g)。

B.2.2 松密度的测定:将通过20目筛的样品松缓地转入量筒中至(90±5)mL处,称量量筒与样品的质量( $m_1$ ,g),精确到0.1g,并稍弄平粉末表面,读取固体粉末的体积( $V_1$ ,mL)。

B.2.3 紧密度的测定:将上述盛有样品的量筒放在台面上(铺有约5mm厚的橡胶),由2cm左右的高度自坠到台面上,反复此操作约100次,量得压紧后的粉末体积( $V_0$ ,mL),继续上述操作约30次,量得粉末体积( $V_2$ ,mL)。当 $V_0$ 与 $V_2$ 相差小于2mL时,读取最终体积( $V_2$ ,mL),否则重复上述操作,直到符合为止。

**B.3 计算**

分别按式(B.1)和式(B.2)计算松密度和紧密度。

$$\text{松密度} = (m_1 - m_0)/V_1 \times 100 \dots\dots\dots(\text{B.1})$$

$$\text{紧密度} = (m_1 - m_0)/V_2 \times 100 \dots\dots\dots(\text{B.2})$$

附 录 C

(规范性附录)

总金丝桃素含量的测定方法

C.1 方法提要

样品经超声提取后,采用紫外分光光度法测定,用吸收系数计算含量。

C.2 仪器和用具

C.2.1 分析天平,精度为万分之一。

C.2.2 超声波清洗仪:250 W,20kHz。

C.2.3 紫外分光光度计。

C.3 试剂和溶液

甲醇,分析纯。

C.4 操作方法

C.4.1 取样

参照《中华人民共和国药典》2000年版一部中附录Ⅱ A的方法取样。

C.4.2 供试品溶液的制备

取贯叶连翘提取物粉末约50 mg,精密称定,置于50mL容量瓶中,并加入约40 mL甲醇溶液,置冷水浴中超声提取15 min后取出。放置10 min,加入甲醇溶液至刻度,摇匀。用双层中速滤纸过滤,取续滤液即得供试液。

C.4.3 测定方法

紫外分光光度计以甲醇为空白,在590 nm处测定吸收度。

C.5 结果计算

贯叶连翘提取物中总金丝桃素的含量按式(C.1)计算:

$$\text{总金丝桃素} = \frac{A \times 50}{870 \times 100 \times m} \times 100\% \dots\dots\dots(C.1)$$

式中:

A——供试品溶液的吸收度;

870——金丝桃素的吸收系数;

m——试样质量,单位为克(g)。

## 附录 D

(规范性附录)

贯叶金丝桃素<sup>1)</sup>含量的测定方法

## D.1 方法提要

样品经超声提取后,采用反相高效液相色谱法测定,以外标法定量。

## D.2 仪器和用具

- D.2.1 分析天平,精度为十万分之一。
- D.2.2 超声波清洗仪;250 W,20 kHz。
- D.2.3 高效液相色谱仪(附紫外检测器)。

## D.3 试剂和溶液

- D.3.1 乙腈,色谱纯。
- D.3.2 甲醇,色谱纯、分析纯。
- D.3.3 水,二次蒸馏水。
- D.3.4 磷酸二氢钠,分析纯。
- D.3.5 贯叶金丝桃素对照品:纯度 95%以上,使用前应在放有五氧化二磷的减压干燥器内干燥 24 h。

## D.4 色谱条件及系统适用性

## D.4.1 色谱条件

- a) 色谱柱:十八烷基硅烷键合硅胶柱。
- b) 流动相:甲醇-乙腈-0.1 mol/L 磷酸二氢钠溶液(200:300:100),经 0.45 μm 滤膜过滤备用。
- c) 流速:0.8 mL/min。
- d) 检测波长:284 nm。

## D.4.2 系统适用性

理论塔板数按贯叶金丝桃素峰计算应不低于 2 000。

## D.5 操作方法

## D.5.1 取样

参照《中华人民共和国药典》2000 年版一部附录 II A 的方法取样。

## D.5.2 对照品溶液的制备

精密称取贯叶金丝桃素对照品约 5 mg,置于 50 mL 棕色量瓶中,加入甲醇溶液溶解并稀释至刻度,摇匀,即得。此溶液 1 mL 含贯叶金丝桃素约 0.1 mg。

## D.5.3 供试品溶液的制备

取贯叶连翘提取物粉末约 0.15 g,精密称定,置于 50 mL 棕色容量瓶中,加入约 40 mL 甲醇溶液,超声提取 30 min 后取出。放置至室温,加入甲醇溶液至刻度,摇匀。用 0.45 μm 微孔滤膜过滤,滤液置于棕色试样瓶中,即为供试液。

1) 贯叶金丝桃素化学性质不稳定,对照品、供试品溶液配制后应在 2 h 内检测。

D.5.4 测定方法

分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液 5  $\mu$ L 注入液相色谱仪,按外标法测定含量。

D.6 结果计算

贯叶连翘提取物中贯叶金丝桃素的含量按式(D.1)计算:

$$\text{贯叶金丝桃素} = \frac{A_x \times c \times V}{A_s \times m} \times 100\% \dots\dots\dots (D.1)$$

式中:

$A_x$ ——供试品溶液色谱图中贯叶金丝桃素的峰面积;

$A_s$ ——对照品溶液色谱图中贯叶金丝桃素的峰面积;

$c$ ——对照品溶液中贯叶金丝桃素的浓度,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);

$m$ ——试样质量,单位为毫克(mg)。

---