植物提取物　枳实提取物

Plant extract—Citrus extract

2019-XX-XX 发布　　201X-0X-XX 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 20004.1-2016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：四川青益纯医药科技有限公司，四川爱脉郎生物科技有限公司。

本标准主要起草人：张永忠，刘静，刁雨，潘云建。

植物提取物　枳实提取物

1　范围

本标准规定了枳实提取物的技术要求、检验方法、检验规则、包装、运输、贮存和保质期要求。

本标准适用于酸橙、甜橙和植物橘的干燥幼果经提取、纯化和干燥等制成的提取物辛弗林。

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。

GB 4789.2-2010 食品安全国家标准 食品微生物学检验 菌落总数测定

GB 4789.4-2010 食品安全国家标准 食品微生物学检验 沙门氏菌检验

GB 4789.15-2010 食品安全国家标准 食品微生物学检验 霉菌和酵母计数

GB 4789.38-2012 食品安全国家标准 食品微生物学检验 大肠埃希氏菌计数

GB 4806.1-2016 食品安全国家标准 食品接触材料及制品通用安全要求

GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定

GB 5009.4-2016 食品安全国家标准 食品中灰分的测定

GB/T 6682　分析实验室用水规格和试验方法

《中华人民共和国药典（2015 版）》第四部　通则　0982　粒度和粒度分布测定法

《中华人民共和国药典（2015 版）》第四部　通则　2321　铅、镉、砷、汞、铜测定法

3　技术要求

3.1 工艺要求

3.1.1 植物原料

芸香科植物酸橙 *Citrus aurantium* L.、甜橙 *Citrus sinensis* Osbeck 及其变种植物幼果和植物橘 *Citrus reticulate* Blanco 的干燥幼果。

3.1.2 工艺过程

原料 → 粉碎 → 提取 → 过滤 → 浓缩 → 纯化→干燥 → 产品

3.2 产品要求

3.2.1 感官要求

应符合表 1 的要求。

表 1 感官要求

项　　目	要　　求
色　泽	褐色粉末、色泽均匀
滋味与气味	具有本品特有的气味、味苦
外观	均匀粉末，无肉眼可见异物

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		供试品特征图谱中应有辛弗林主峰与对照品溶液的色谱峰相对应	
辛弗林（按干燥品计）/%		≥6.0	≥30.0
粒度（80 目筛）/%		≥95.0	
水分/%		≤5.0	
灰分/%		≤8.0	
重金属及有害元素	铅（Pb）/(mg/kg)	≤2.0	
	砷（As）/(mg/kg)	≤1.0	
	镉（Cd）/(mg/kg)	≤1.0	
	汞（Hg）/(mg/kg)	≤0.1	

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

霉菌及酵母菌数/（CFU/g）	≤100
大肠埃希氏菌	不得检出
沙门氏菌	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，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。

4.2 理化指标

4.2.1 鉴别

按第 A.2 章中规定的方法进行测定，供试品特征图谱中应有辛弗林主峰与对照品溶液的色谱峰相对应。

4.2.2 辛弗林

按第 A.3 章中规定的方法进行测定，特征图谱及参考保留时间参见附录 B。

4.2.3 粒度

按《中华人民共和国药典（2015 版）》第四部　通则　0982　粒度和粒度分布测定法第二法（筛分法）进行测定。

4.2.4 水分

按 GB 5009.3-2016 中的第一法进行测定。

4.2.5 灰分测定

按 GB 5009.4-2016 中的第一法进行测定。

4.2.6 重金属及有害元素

按《中华人民共和国药典（2015版》）第四部　通则　2321　铅、镉、砷、汞、铜测定法进行测定。

4.3 微生物指标

4.3.1 菌落总数

按 GB 4789.2-2010 中规定的方法进行检验。

4.3.2 霉菌及酵母菌数

按 GB 4789.15-2010 中规定的方法进行检验。

4.3.3 大肠埃希氏菌

按GB 4789.38-2012中规定的方法进行检验。

4.3.5 沙门氏菌

按GB 4789.4-2010中规定的方法进行检验。

5　检验规则

5.1　组批

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、水分、灰分、辛弗林、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　有下列情况之一时须进行型式检验。

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) 食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 4806.1 食品安全国家标准 食品接触材料及制品通用安全要求。

6.2 标签

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、保质期和贮存条件。

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、干燥的仓库中。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 HPLC特征图谱

A.2.1 试剂和材料

A.2.1.1 乙腈，色谱纯。

A.2.1.2 甲醇，色谱纯。

A.2.1.3 冰乙酸，色谱纯。

A.2.1.4 十二烷基磺酸钠，分析纯。

A.2.1.5 纯化水。

A.2.2 仪器和用具

A.2.2.3 分析天平，感量为0.01mg。

A.2.2.4 高效液相色谱仪（配紫外检测器或二极管阵列检测器）。

A.2.3 对照品

辛弗林，CAS号94-07-5。

A.2.4 分析步骤

A.2.4.1 对照品溶液的配置

精密称取辛弗林对照品约 10mg 于 25mL 的容量瓶中，加入纯化水约 15mL，超声溶解后，放置至室温，用纯化水定容至刻度，即得。

A.2.4.2 供试品溶液的配置

精密称取供试品适量（相当于辛弗林 10mg）于 25mL 的容量瓶中，加入纯化水约 15mL，超声

溶解后，放置至室温，用纯化水定容至刻度，摇匀后，用 0.45μm 的针式过滤器过滤后，即得供试品溶液。

A.2.5 **色谱条件及系统适用性**

A.2.5.1 **色谱条件如下：**

a) 色谱柱：十八烷基键合硅胶柱 AichromBond-AQ C18（150mm×4.6mm，5μm）。

b) 流动相：甲醇-乙腈-水（59:10:41, v/v/v；每 1000mL 含十二烷基磺酸钠 5g，冰乙酸 1mL）

c) 检测波长：275nm。

d) 柱温：30℃。

e) 流速：1.0mL/min。

f) 进样量：10μL。

A.2.5.2 **系统适用性**

理论塔板数以辛弗林计算应不低于3000。

A.2.6 **测定**

分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10μL，注入液相色谱仪，测定，记录色谱图。

供试品特征图谱中应有辛弗林主峰与对照品溶液的色谱法相对应。保留时间的允许误差范围应在±5%之内。

A.3 **辛弗林**

A.3.1 **方法提要**

样品经纯化水溶解后，采用高效液相色谱法测定，以辛弗林为对照品按外标法测定辛弗林的含量。

A.3.2 **试剂和材料**

A.3.2.1 乙腈，色谱纯。

A.3.2.2 甲醇，色谱纯。

A.3.2.3 冰乙酸，色谱纯。

A.3.2.4 十二烷基磺酸钠，分析纯。

A.3.2.5 纯化水。

A.3.3 仪器和用具

A.3.3.3 分析天平，感量为0.01mg。

A.3.3.4 高效液相色谱仪（配紫外检测器或二极管阵列检测器）。

A.3.4 对照品：辛弗林，CAS 号 94-07-5。

A.3.4 色谱条件与系统适用性试验

A.3.4.1 色谱条件如下：

a) 色谱柱：十八烷基键合硅胶柱 AichromBond-AQ C18（150mm×4.6mm，5μm）。

b) 流动相：甲醇-乙腈-水（59:10:41, v/v/v，每 1000mL 含十二烷基磺酸钠 5g，冰乙酸 1mL）

c) 检测波长：275nm。

d) 柱温：30℃。

e) 流速：1.0mL/min。

f) 进样量：10μL。

A.3.4.2 系统适用性

理论塔板数以辛弗林计算应不低于3000。

A.3.5 操作方法

A.3.5.1 对照品溶液的制备

精密称取辛弗林对照品约 10mg 于 25mL 的容量瓶中，加入纯化水约 15mL，超声溶解后，放置至室温，用纯化水定容至刻度，即得。

A.3.5.2 供试品溶液制备

精密称取供试品适量（相当于辛弗林 10mg）于 25mL 的容量瓶中，加入纯化水约 15mL，超声溶解后，放置至室温，用纯化水定容至刻度，摇匀后，用 0.45μm 的针式过滤器过滤后，即得供试品溶液。

A.3.5.3 测定方法

分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10μL，注入液相色谱仪，测定，记录色谱图。

A.3.6 **结果计算**

供试品中辛弗林含量以质量分数 w 计，数值以%表示，按公式（E.1）计算。

$$w=\frac{m_1\times A_2\times w_1}{m_2\times A_1\times(1-d)}\times 100\% \quad \text{……（E.1）}$$

式中： w——供试品中辛弗林的质量分数（%）；

m_1——对照品辛弗林的称样量（mg）；

m_2——供试品的称样量（mg）；

A_1——对照品辛弗林的峰面积；

A_2——供试品的峰面积；

w_1——对照品辛弗林的质量分数（%）；

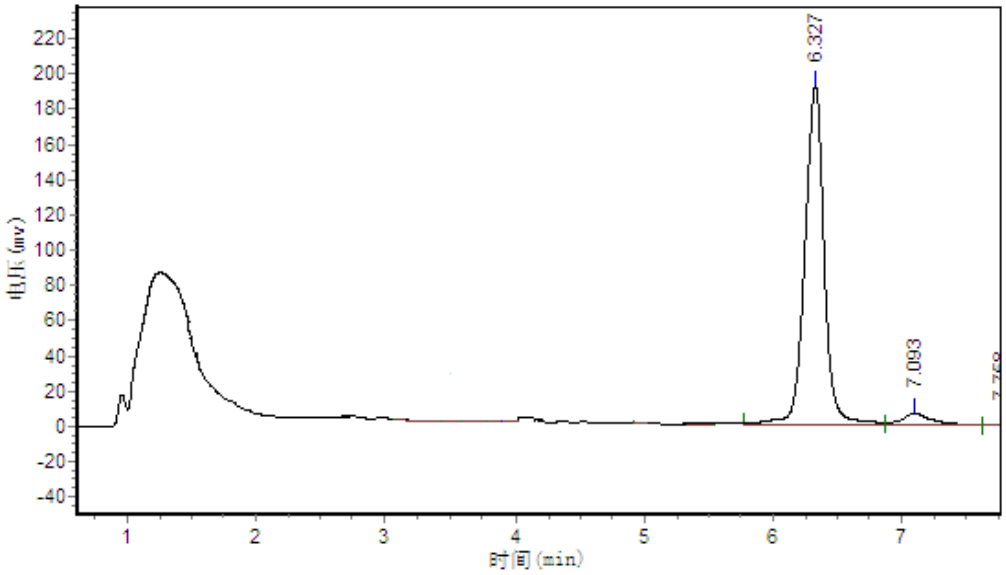
d——供试品水分（%）。

附录 B

（资料性附录）

特征图谱及参考保留时间 [1)]

B.1 辛弗林 HPLC 特征图谱见图 B.1。



图B.1 辛弗林HPLC特征图谱

B.2 辛弗林 HPLC 参考保留时间见表 B.1。

表 B.1 辛弗林 HPLC 参考保留时间

组分名称	保留时间（min）
辛弗林	6.327

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。