植物提取物　　新橙皮苷

Plant extract—Neohesperidin

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　新橙皮苷

1　范围

本标准规定了新橙皮苷的技术要求、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新橙皮苷。

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　0861　残留溶剂测定法

《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

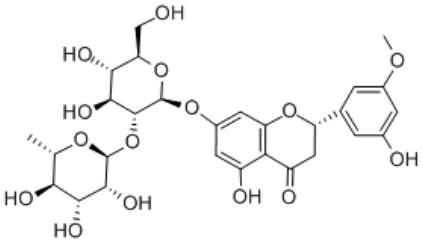
3　有效成分名称、结构式、分子式和相对分子质量

有效成分名称：新橙皮苷（Neohesperidin）

分子式：$C_{28}H_{34}O_{15}$

相对分子质量：610.56

结构式：



~~1_x0002_3__4__~~技术要求

带格式的：项目符号和编号

4.1 工艺要求

4.1.1 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。

4.1.2 工艺过程

原料 → 粉碎 → 提取 → 过滤 → 浓缩 → 纯化→干燥 → 产品

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	要　　求
色　泽	白色粉末、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

4.2.2 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新橙皮苷主峰与对照品溶液的色谱峰相对应
新橙皮苷（按干燥品计）/%	≥95.0

粒度（80 目筛）/%		≥95.0
水分/%		≤5.0
灰分/%		≤0.5
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

4.2.3 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

4.2.4 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。

~~1_x0002_4~~ 5 检验方法

带格式的：项目符号和编号

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 理化指标

5.2.1 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新橙皮苷主峰与对照品溶液的色谱峰相对应。

5.2.2 新橙皮苷

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。

5.2.3 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。

5.2.4 水分

按 GB 5009.3-2016 中的第一法进行测定。

5.2.5 灰分测定

按 GB 5009.4-2016 中的第一法进行测定。

5.2.6 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。

5.3 微生物指标

5.3.1 菌落总数

按 GB 4789.2-2010 中规定的方法进行检验。

5.3.2 霉菌及酵母菌数

按 GB 4789.15-2010 中规定的方法进行检验。

5.3.3 大肠埃希氏菌

按GB 4789.38-2012中规定的方法进行检验。

5.3.5 沙门氏菌

按GB 4789.4-2010中规定的方法进行检验。

6　检验规则

6.1 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。

6.2 出厂检验

6.2.1 产品须逐批检验，检验合格并签发合格证后产品方可出厂。

6.2.2 出厂检验项目：外观、水分、灰分、新橙皮苷、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。

6.3 型式检验

6.3.1 型式检验项目包括本标准中规定的全部项目。

6.3.2 正常生产时每年应进行一次型式检验。

6.3.3 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。

6.4 判定规则

6.4.1 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。

6.4.2 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。

7 包装、标签、运输、贮存和保质期

7.1 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。

7.2 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。

7.3 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。

7.4 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。

7.5 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 冰乙酸，色谱纯。

A.2.1.3 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

新橙皮苷，CAS号13241-33-3。

A.2.4 分析步骤

A.2.4.1 对照品溶液的配置

精密称取新橙皮苷对照品约 10mg 于 25mL 的容量瓶中，加入甲醇约 15mL，超声溶解后，放置至室温，用甲醇定容至刻度，即得。

A.2.4.2 供试品溶液的配置

精密称取供试品适量（相当于新橙皮苷 10mg）于 25mL 的容量瓶中，加入甲醇约 15mL，超声溶解后，放置至室温，用甲醇定容至刻度，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：以十八烷基键合硅胶柱 AichromBond-AQ C18（150mm×4.6mm，5μm）。

b) 流动相：冰乙酸-乙腈-水 (2:20:80,v/v/v)

c) 检测波长：284nm。

d) 柱温：30℃。

e) 流速：1.0mL/min。

f) 进样量：10μL。

A.2.5.2 **系统适用性**

理论塔板数以新橙皮苷计算应不低于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新橙皮苷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 **新橙皮苷**

A.3.1 **方法提要**

样品经甲醇溶解后，采用高效液相色谱法测定，以新橙皮苷为对照品按外标法测定新橙皮苷的含量。

A.3.2 **试剂和材料**

A.3.2.1 乙腈，色谱纯。

A.3.2.2 冰乙酸，色谱纯。

A.3.2.3 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：新橙皮苷，CAS 号 13241-33-3。

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：以十八烷基键合硅胶柱 AichromBond-AQ C18（150mm×4.6mm，5μm）。

b) 流动相：冰乙酸-乙腈-水 (2:20:80,v/v/v)

c) 检测波长：284nm。

d) 柱温：30℃。

e) 流速：1.0mL/min。

f) 进样量：10μL。

A.3.4.2 **系统适用性**

理论塔板数以新橙皮苷计算应不低于3000。

A.3.5 **操作方法**

A.3.5.1 **对照品溶液的制备**

精密称取新橙皮苷对照品约 10mg 于 25mL 的容量瓶中，加入甲醇约 15mL，超声溶解后，放置至室温，用甲醇定容至刻度，即得。

A.3.5.2 **供试品溶液制备**

精密称取供试品适量（相当于新橙皮苷 10mg）于 25mL 的容量瓶中，加入甲醇约 15mL，超声溶解后，放置至室温，用甲醇定容至刻度，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**

供试品中新橙皮苷含量以质量分数 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——供试品中新橙皮苷的质量分数（%）；

m_1——对照品新橙皮苷的称样量（mg）；

m_2——供试品的称样量（mg）；

A_1——对照品新橙皮苷的峰面积；

A_2——供试品的峰面积；

w_1——对照品新橙皮苷的质量分数（%）；

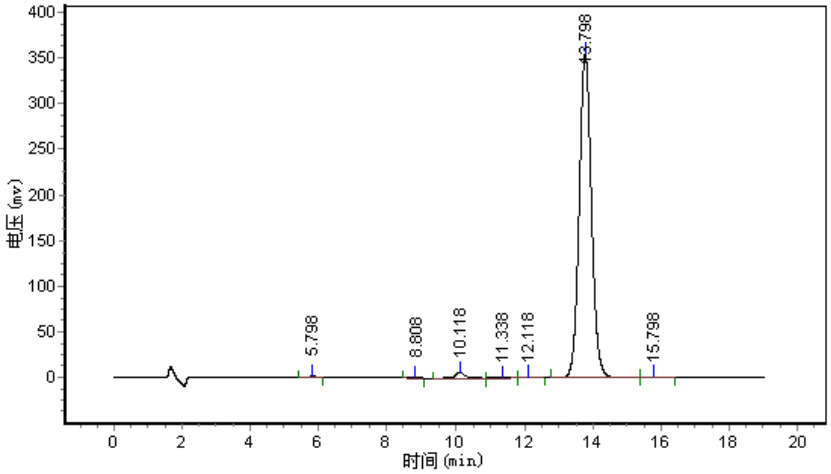
d——供试品水分（%）。

附录 B

（资料性附录）

特征图谱及参考保留时间 [1)]

B.1 新橙皮苷 HPLC 特征图谱见图 B.1。



图B.1 新橙皮苷HPLC特征图谱

B.2 新橙皮苷 HPLC 参考保留时间见表 B.1。

表 B.1 新橙皮苷 HPLC 参考保留时间

组分名称	保留时间（min）
新橙皮苷	13.798

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。