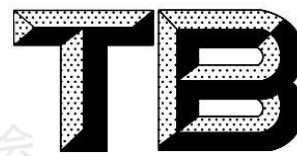


ICS 01.040.67

CCS X 83



中国营养保健食品协会团体标准

T/CNHFA 111.157—2024

保健食品用原料 香橼

Raw Materials for Health Food

Citri Fructus

2024-07-31 发布

2024-08-01 实施

中国营养保健食品协会

发布

目 次

前 言 2

1 范围 3

2 规范性引用文件 3

3 技术要求 3

4 其他 错误！未定义书签。

附录 A 6

附录 B 8

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由中国营养保健食品协会提出并归口。

本文件起草单位：中国食品药品检定研究院中药民族药检定所、北京中医药大学、中国中药协会中药质量与安全专业委员会、深圳市药品检验研究院、中国营养保健食品协会保健食品研发专业委员会。

本文件主要起草人：荆文光、刘越、马双成、魏锋、王淑红、康帅、聂黎行、王莹、程显隆、汪祺、刘静、左甜甜、杨建波、陈佳、王亚丹、康荣、石佳、杨洋、关潇滢、谢耀轩、李君瑶、曾利娜、邓少伟。

本文件为首次发布。

保健食品用原料 香橼

1 范围

本文件适用于保健食品用原料香橼。

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。下列文件中所包含的部分条款通过相关标准的引用而成为本标准的部分内容。凡是注明日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注明日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改版本）适用于本文件。

GB 2761 食品安全国家标准 食品中真菌毒素限量

GB 2762 食品安全国家标准 食品中污染物限量

GB 2763 食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量

GB 5009.11 食品安全国家标准 食品中总砷及无机砷的测定

GB 5009.12 食品安全国家标准 食品中铅的测定

GB 5009.17 食品安全国家标准 食品中总汞及有机汞的测定

GB 16740 食品安全国家标准 保健食品

《中华人民共和国药典》一部

《中华人民共和国药典》四部

3 技术要求

3.1 来源

香橼为芸香科植物枸橼 *Citrus medica* L. 或香圆 *Citrus wilsonii* Tanaka 的干燥成熟果实。秋季果实成熟时采收，趁鲜切片，晒干或低温干燥。香圆亦可整个或对剖两半后，晒干或低温干燥。

3.2 感官要求

应符合表 1 的规定。

表 1 感官要求

项目	要求	检验方法
色泽	枸橼：横切片外果皮黄色或黄绿色，中果皮黄白色或淡棕黄色 香圆：表面黑绿色或黄棕色，中果皮棕色或淡红棕色	在日光下观察颜色；如断面不易观察，可削平后观察
滋味、 气味	枸橼：气清香，味微甜而苦辛 香圆：气香，味酸而苦	滋味可取少量直接口尝，或加热水浸泡后尝浸出液；气味可直接嗅闻，或在折断、破碎或搓揉时进行
形态	枸橼：本品呈圆形或长圆形片，直径4~10 cm，厚0.2~0.5 cm。横切片外果皮边缘呈波状，散有凹入的油点；中果皮厚1~3 cm，有不规则的网状突起的维管束；瓢囊10~17室。纵切片中心柱较粗壮。质柔韧 香圆：本品呈类球形，半球形或圆片，直径4~7 cm。表面密被凹陷的小油点及网状隆起的粗皱纹，顶端有花柱残痕及隆起的环圈，基部有果梗残基。质坚硬。剖面或横切薄片，边缘油点明显；中果皮厚约0.5 cm；瓢囊9~11室，间或有黄白色种子	在日光下观察；长度、宽度及厚度测量时应用毫米刻度尺；质地是指用手折断时的感官感觉

3.3 薄层鉴别

应符合表2的规定。

表2 薄层鉴别

项 目	要 求	检验方法
薄层 鉴别	供试品色谱中，在与香橼对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的主斑点	附录 A

3.4 理化指标

应符合表 3 的规定。

表 3 理化指标

项目	指标	检验方法
水分, %	≤ 13	《中华人民共和国药典》2020 年版四部 通则 0832 方法
铅(以 Pb 计), mg/kg	≤ 5.0	GB 5009.12
总砷(以 As 计), mg/kg	≤ 1.0	GB 5009.11
总汞(以 Hg 计), mg/kg	≤ 0.3	GB 5009.17
注: 其他未列污染物限量应符合 GB 2762 相应食品类别(名称)的规定或有关规定; 未列农药最大残留限量应符合 GB 2763 相应食品类别/名称的规定或国家有关规定。		

3.5 标志性成分指标

应符合表 4 的规定。

表 4 标志性成分指标

项目	指标	检验方法
柚皮苷(以干燥品计), %	≥ 2.5	附录 B

3.6 真菌毒素限量

真菌毒素限量应符合 GB 2761 中相应食品类别(名称)的规定或有关规定。

4 其他

保健食品所用原料为本品的炮制加工品, 其炮制加工前的原料应符合本标准。炮制方法为净制、切制的, 除另有规定外, 炮制加工品应符合本标准。炮制方法为其他炮制工艺的, 炮制加工品应符合相应标准的规定。

附录 A

(规范性附录)

薄层鉴别检验方法

A.1 一般规定

本文件所用试剂在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。
实验中所用的溶液在未注明用何种溶剂配制时，均指水溶液。

A.2 方法提要

本品经石油醚（60~90℃）浸泡超声处理提取后，采用薄层色谱法，以香橼对照药材为对照对样品进行鉴别分析。

A.3 仪器

A.3.1 分析天平：感量为 0.01 mg 和 0.0001 g。

A.3.2 超声波清洗器。

A.4 试剂和耗材

A.4.1 石油醚。

A.4.2 环己烷。

A.4.3 乙酸乙酯。

A.4.4 3%香草醛浓硫酸：取香草醛 3g，加硫酸至 100 mL 即得。

A.4.5 硅胶 G 薄层板。

A.4.6 对照药材

香橼对照药材。

A.5 色谱条件

薄层板：硅胶 G；

点样量：5~10 μL；

展开剂：环己烷-乙酸乙酯（5：1）；

观测条件：喷以 3%香草醛硫酸溶液，加热至斑点显色清晰，日光下检视。

A. 6 操作方法

A. 6.1 对照药材溶液的制备：

取 1 g 香橼对照药材加石油醚（60~90℃）30 mL，浸泡 1 小时，超声处理 20 分钟，滤过，滤液挥干，残渣加石油醚（60~90℃）1 mL 使溶解，溶滤过，备用。

A. 6.2 供试品溶液的制备：

取香橼 2 g，粉碎，加石油醚（60~90℃）30 mL，浸泡 1 小时，超声处理 20 分钟，滤过，滤液挥干，残渣加石油醚（60~90℃）1 mL 使溶解，溶滤过，备用。

A. 6.3 鉴别分析方法：

照薄层色谱法（《中国药典》2020 年版 通则 0502）试验，分别吸取供试品溶液和对照药材溶液 5~10 μ L 点于同一硅胶 G 薄层板上，展开缸内采用展开剂预饱和 15~20 分钟后，放入薄层板，展开，取出，晾干，喷以 3%香草醛硫酸试液，加热至斑点清晰，日光下检视。

A. 7 结果判别

供试品溶液色谱中，在与香橼对照药材色谱相应的位置上，应显示相同颜色的主斑点。

附录 B

(规范性附录)

标志性成分检验方法

B.1 一般规定

本文件所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。实验中所用的溶液在未注明用何种溶剂配制时，均指水溶液。

B.2 方法提要

本品经甲醇加热回流提取后，采用反相高效液相色谱法测定，以外标法测定柚皮苷的含量。

B.3 仪器

B.3.1 分析天平：感量为 0.01 mg 和 0.0001 g。

B.3.2 超声波清洗仪。

B.3.3 高效液相色谱仪：配有紫外检测器。

B.4 试剂和耗材

B.4.1 甲醇。

B.4.2 甲醇：色谱纯。

B.4.3 醋酸。

B.4.4 水。

B.4.5 0.45 μm 微孔滤膜（有机相）。

B.4.6 对照品

柚皮苷对照品英文名称、CAS 号、分子式和相对分子量见表 B.1。

表 B.1 化学对照品（标准品）信息

中文名称	英文名称	CAS 号	分子式	相对分子量
柚皮苷	Naringin	10236-47-2	C ₂₇ H ₃₂ O ₁₄	580.53

B.5 色谱条件及系统适用性

B.5.1 色谱条件

色谱柱：以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；

流动相：甲醇-醋酸-水（30：3：63, v/v/v），等度洗脱；

检测波长：284 nm；

进样量：20 μ L；

流速：1 mL/min。

B.5.2 系统适用性

理论板数按柚皮苷峰计算应不低于 4000。

B.6 操作方法

B.6.1 对照品溶液的制备

取柚皮苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1 mL 含柚皮苷 30 μ g 的溶液，摇匀，备用。

B.6.2 供试品溶液的制备

取供试品粉碎，取粉末约 75 mg，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 50 % 甲醇 25 ml，称定重量，加热回流 1 小时，放冷，再称定重量，用 50% 甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液 2 ml，置 10 ml 量瓶中，加 50% 甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，备用。

B.6.3 供试品溶液的测定

照高效液相色谱法（《中华人民共和国药典》2020 年版四部 0512）试验，分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 20 μ L，注入高效液相色谱仪，测定，按外标法计算试样中柚皮苷的含量。

B.7 测定结果的计算

B.7.1 计算公式

香橼中柚皮苷含量以质量分数计，数值以%表示，按公式（A.1）计算：

$$W = \frac{A_X \times C_R \times V}{A_R \times m \times 10^3} \times 100\% \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

W ：供试品中柚皮苷的质量分数，%；

A_X ：供试品的峰面积；

A_R ：对照品的峰面积；

C_R ：对照品溶液的浓度（mg/mL）；

m ：供试品的称样量（g）；

V ：供试品溶液的稀释体积（mL）。

B.7.2 重复性

每个试样取两个平行样进行测定，以算数平均值为测定结果，小数点后保留 2 位。在重复条件下两次独立测定的结果绝对差值不得超过算数平均值的 10%。