SW

国　际　商　务　标　准

SW/T 7—2015

植物提取物 橙皮苷（药品级）

Hesperidin

2015-11-20 发布　　　　2015-12-1 实施

中国医药保健品进出口商会 发布

前言

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国际商务标准化技术委员会负责解释。

本标准由成都迪澳植化实业有限公司、四川大学华西药学院、四川华法美实业有限责任公司负责起草。

本标准主要起草人：晁若冰、牟成太、陈琼、谢国华、刘喜荣、夏时川、李清、杨峰刚。

国际商务标准

植物提取物　橙皮苷（药品级）

1　范围

本标准规定了橙皮苷（工业原料级）的技术要求、检验方法和标签、包装、运输、贮存要求。

本标准适用于以芸香科柑橘类植物酸橙*Citrus aurantium* L、甜橙*Citrus sinensis* Osbeck及其变种的干燥幼果和植物橘*Citrus reticulate* Blanco及其变种的干燥幼果为原料经提取、制备而得的橙皮苷。

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。

中华人民共和国药典（2015年版）四部 0831 干燥失重测定法

中华人民共和国药典（2015年版）四部 0841 炽灼残渣检查法

中华人民共和国药典（2015年版）四部 0821 重金属检查法

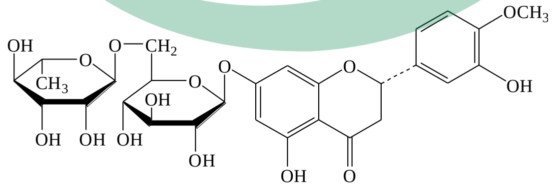
3　名称、结构式、分子式和相对分子质量

3.1 橙皮苷 (Hesperidin)

3.1.1 异名

橙皮甙、陈皮苷、橙皮素-7-*O*-芸香糖苷（Hesperetin-7-*O*-rutinoside）、橙皮素-7-*O*-鼠李葡萄糖苷（Hesperetin-7- *O*- rhamnoglucoside）。

3.1.2 结构式



3.1.3 分子式

$C_{28}H_{34}O_{15}$

3.1.4 相对分子质量

610.56

3.1.5 【CAS】

520-26-3

4　技术要求

4.1 工艺要求

4.1.1 植物原料

本品的植物原料为芸香科柑橘类植物酸橙 *Citrus aurantium* L、甜橙 *Citrus sinensis* Osbeck 及其变种的干燥幼果和植物橘 *Citrus reticulate* Blanco 及其变种的干燥幼果。5~6 月收集自落或疏果的果实，晒干或低温干燥而成。

4.1.2 工艺过程

工艺 1：原料经破碎后，用氢氧化钠水溶液浸取，滤过，滤液加盐酸酸化使结晶，滤过，用水洗涤，干燥，粉碎，过 80 目筛，即得。

工艺 2：原料经破碎后，用碱性甲醇或碱性乙醇浸提，滤过，滤液用盐酸调 pH 值为 7，回收溶剂，滤过，用水洗涤，干燥，粉碎，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	要求	检验方法
色泽	黄色或类白色	取适量样品置于清洁、干燥的白瓷盘中，在自然光线下，观察其色泽和状态，并嗅其气味，检查有无异物。
气味	无臭或有微臭	
状态	结晶粉末，无可见异物	

4.2.2 **理化要求**：应符合表 2 的规定。

表 2 理化指标

项目		指标	检验方法
鉴别		符合规定	附录 A.2
干燥失重，%		≤ 5.0	中华人民共和国药典(2015 年版) 四部 0831
含量（按干燥品计算），%		≥ 85.0	附录 A.3
有关物质	异柚皮苷，%	≤ 8.0	附录 A.4
	新枳属苷，%	≤ 4.0	附录 A.4
	橙皮素，%	≤ 2.0	附录 A.4
炽灼残渣，(%)		≤ 0.5	中华人民共和国药典(2015 年版) 四部 0841
重金属（以 Pb）， mg/kg		≤ 10	中华人民共和国药典(2015 年版) 四部 0821

注：如客户对理化指标有其他要求，采用贸易合同方式确认。

4.2.3 微生物要求

客户对微生物有要求时，采用贸易合同方式确认。

4.2.4 其它污染物要求

客户对溶剂残留、农药残留或重金属等及其他污染物有要求时，采用贸易合同方式确认，应符合出口国相关法规的要求。

5 检验方法

5.1 感官检验

按表1中规定的方法进行检验。

5.2 理化检验

5.2.1 鉴别

根据需要可选择附录 A.2 中的 TLC、HPLC 或 IR 中任何一种方法进行试验。HPLC 鉴别所得供试品的色谱图应与本标准附录 B 中 B.2 橙皮苷的色谱图相似，供试品色谱峰的相对保留时间应与附录 B 中表 B-1 所示的相对保留时间一致；IR 鉴别所得供试品的红外吸收光谱图与附录 B.1 所示橙皮苷的红外吸收光谱图比较，应一致。

5.2.2 干燥失重

按中华人民共和国药典(2015 年版) 四部 0831 的试验方法进行测定，干燥温度 130 ℃，干燥时间 3h。

5.2.3 含量

按附录 A.3 中的试验方法进行测定。

5.2.4 有关物质(杂质)

按附录 A.4 中的试验方法进行测定。

5.2.5 炽灼残渣

按中华人民共和国药典(2015 年版) 四部 0841 的试验方法进行测定。

5.2.6 重金属

按中华人民共和国药典(2015 年版) 四部 0821 的试验方法进行测定。

5.3 微生物检验

按贸易合同确认的方法进行测定。

5.4 其它污染物要求

按贸易合同确认的方法进行测定。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 标志

产品标识按以下内容进行标注或按合同约定进行标注。

a） 产品名称；
b） 规格型号；
c） 产品批号；
d） 重量；
e） 生产日期；
f） 保质期或质量再次确认日期；
g） 工厂信息。

6.2 包装

6.2.1 产品分内外包装，内包装采用塑料袋，外包装采用纸桶，每桶重量为 25kg。
6.2.2 合同对包装有特殊要求时按合同约定执行。

6.3 贮存、运输

6.3.1 产品应密闭贮存在干燥、通风的库房内，堆放高度应适度。

CCCM HPIE ®

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GB/T 6682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　鉴别

A.2.1 薄层色谱法（TLC）

A.2.1.1 试剂、溶液和仪器

A.2.1.1.1 二甲基亚砜，分析纯。
A.2.1.1.2 甲醇，分析纯。
A.2.1.1.3 乙醇，分析纯。
A.2.1.1.4 无水甲酸，分析纯。
A.2.1.1.5 乙酸乙酯，分析纯。
A.2.1.1.6 丁酮，分析纯。
A.2.1.1.7 1%三氯化铝乙醇溶液（g/mL）：称取三氯化铝1.0 g，置100 mL容量瓶中，加入80 mL乙醇使溶解，再用乙醇稀释至刻度，摇匀，即得。
A.2.1.1.8 橙皮苷标准品：由“中国食品药品检定研究院”供应。
A.2.1.1.9 分析天平，感量为0.1 mg。
A.2.1.1.10 硅胶G薄层板。
A.2.1.1.11 展开容器。
A.2.1.1.12 点样器。
A.2.1.1.13 电吹风。
A.2.1.1.14 恒温烘箱。
A.2.1.1.15 三用紫外光仪。

A.2.1.2 操作程序

取供试品50 mg，加二甲基亚砜1 mL使溶解，用甲醇稀释至20 mL，作供试品溶液。另取橙皮苷对照品适量，按相同方法溶解并稀释制成每1 mL中含2.5 mg的溶液，作对照品溶液。吸取上述溶液各2 μl，分别点在同一硅胶G薄层板上，以乙酸乙酯-丁酮-甲酸-水（5:3:1:1）为展开剂，展开后，晾干，喷以1%三氯化铝乙醇溶液，在105 ℃加热5分钟，置紫外光灯（365 nm）下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，应显相同颜色的斑点。

A.2.2 高效液相色谱法（HPLC）

在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

A.2.3 红外光谱法(IR)

A.2.3.1 试剂和仪器

A.2.3.1.1 溴化钾，分析纯。
A.2.3.1.2 红外分光光度计。
A.2.3.1.3 玛瑙研钵。

A.2.3.2 操作程序

取供试品约1 mg，置玛瑙研钵中，加入干燥的溴化钾细粉约200 mg，充分研磨混匀，置于直径为13 mm的压片磨具中，使铺布均匀，加压制片；同法取干燥的溴化钾细粉约200 mg，制成空白片。用红外分光光度计，在4000 cm^{-1}~400 cm^{-1}范围内测定红外光谱图，与橙皮苷标准图谱比较，主要吸收峰的位置和相对强度应一致。

A.3 含量测定

A.3.1 试剂、溶液和仪器

A.3.1.1 二甲基亚砜，分析纯。
A.3.1.2 磷酸，分析纯。
A.3.1.3 甲醇，色谱纯。
A.3.1.4 水，二次蒸馏水。
A.3.1.5 1%磷酸溶液：量取磷酸5.0 mL，加入400 mL水中，摇匀，再用水稀释至500 mL，摇匀，即得。
A.3.1.6 橙皮苷对照品：由“中国食品药品检定研究院”供应。
A.3.1.7 分析天平，感量为0.1 mg。
A.3.1.8 超声波清洗仪。
A.3.1.9 高效液相色谱仪（附紫外检测器）。

A.3.2 色谱条件

a) 色谱柱：十八烷基硅烷键合硅胶（C_{18}）柱（150×4.6 mm，5 μm）；
b) 流动相：甲醇-水（33:67），用1%磷酸溶液调节pH值至3.2；
c) 检测波长：284 nm；
d) 柱温：50 ℃；
e) 流速：1.30 mL/min。

A.3.3 系统适用性试验

理论塔板数按橙皮苷峰计算不得低于 2000；取对照品溶液 10 μl，重复进样 3 次，橙皮苷峰面积的相对标准偏差（*RSD*）不得大于 0.5 %。

A.3.4 溶液的制备

A.3.4.1 对照品溶液的制备

精密称取橙皮苷对照品适量，加二甲基亚砜溶解并定量稀释制成每1ml中约含2 mg的溶液，即得。

A.3.4.2 供试品溶液的制备

精密称取供试品约 0. 1g，置 50 mL 容量瓶中，加入二甲基亚砜适量，超声处理使溶解后，取出，放冷至室温，加入二甲基亚砜稀释至刻度，摇匀。用 0.45 μm 微孔滤膜滤过，取续滤液，即得。

A.3.5 测定方法

分别精密吸取对照品溶液和供试品溶液各10 μl，注入液相色谱仪，记录色谱图，按外标法以峰面积计算。

A.3.6 结果计算

橙皮苷含量以w_1计，数值以%表示，按式（A.1）计算：

$$w_1 = \frac{A_X \times C_R \times V_1}{A_R \times W_X (1 - L_X)} \times 100\% \quad \text{……………………………（A.1）}$$

式中：A_X——供试品溶液中橙皮苷峰的峰面积；

A_R——对照品溶液中橙皮苷峰的峰面积；

C_R——对照品溶液的浓度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；

V_1——供试品溶液的体积，单位为毫升（mL）；

W_X——供试品的称样量，单位为克（g）；

L_X——供试品的干燥失重(%)。

A.4　有关物质(杂质)

A.4.1 试剂、溶液和仪器

同A.3 含量测定项下。

A.4.2 色谱条件

同A.3 含量测定项下。

A.4.3 系统适用性试验

理论塔板数按橙皮苷峰计算不得低于2000；异柚皮苷峰与橙皮苷峰的分离度应大于1.5。

A.4.4 操作方法

A.4.4.1 供试品溶液的制备

同A.3 含量测定项下。

A.4.4.2 测定方法

吸取供试品溶液10 μl，注入液相色谱仪，记录色谱图至橙皮苷峰保留时间的4倍。

A.4.4.3 结果计算

有关物质含量以w_2计，数值以%表示，按式（A.2）计算：

$$w_2 = \frac{A_i}{\sum A_i} \times 100\% \quad \text{……………………………（A.2）}$$

式中：A_i——某有关物质的峰面积；

$\sum A_i$——所有色谱峰面积的和。

小于0.05 %的峰不计算在内。

以橙皮苷峰为参照，有关物质(杂质)的相对保留时间见表B-1。

附录 B

（资料性附录）

B.1　橙皮苷的红外光谱图（IR）

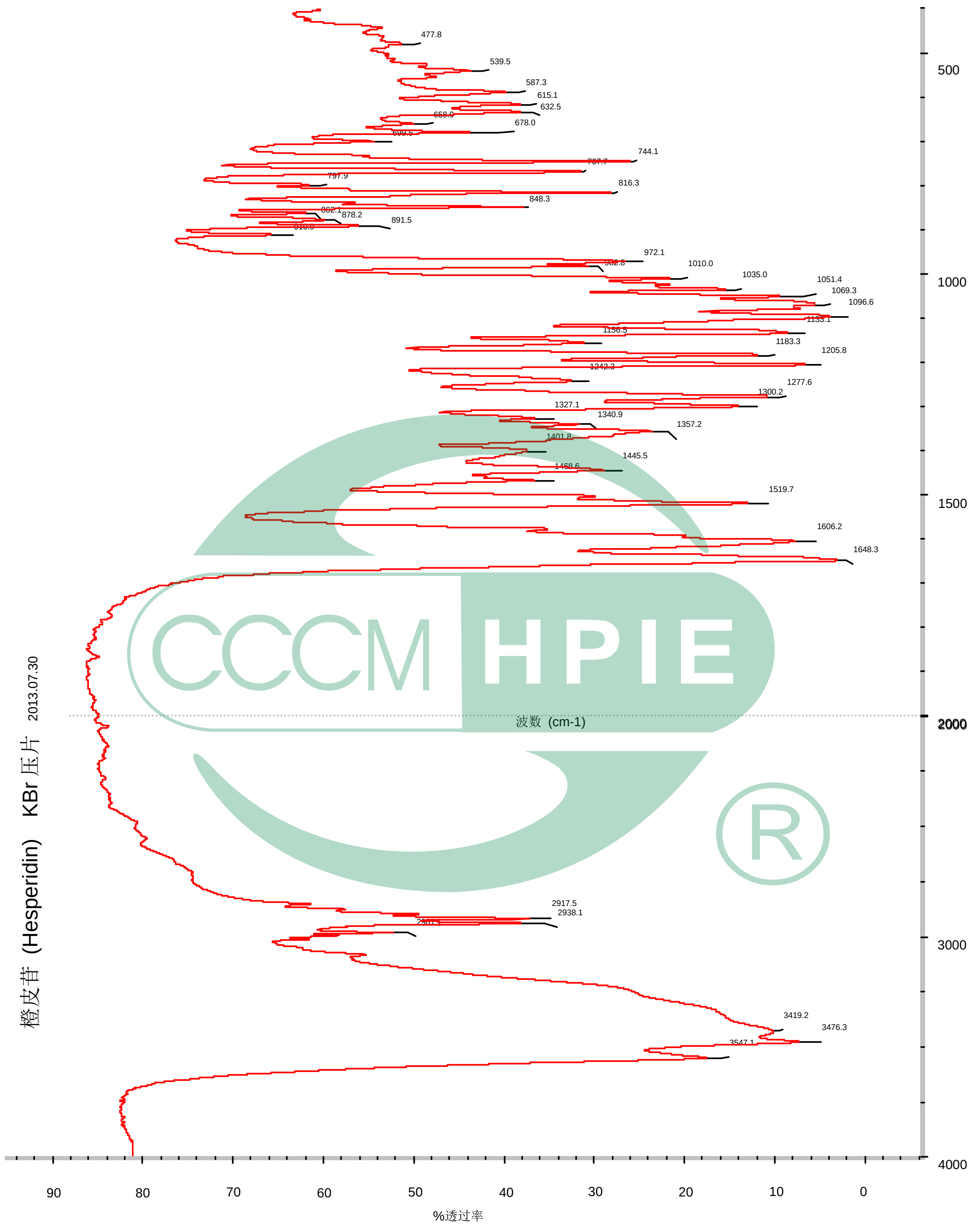
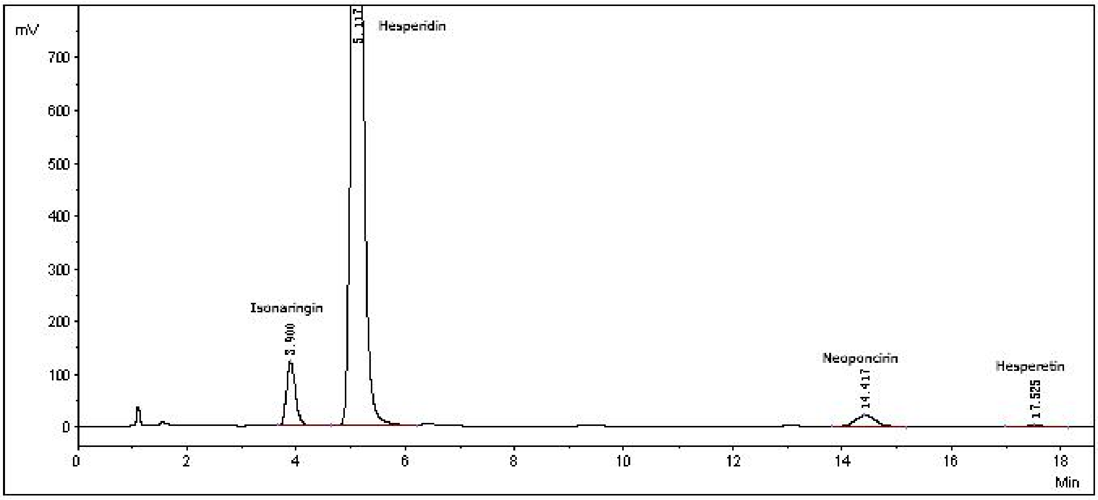


图 B1　橙皮苷红外光谱图

B.2　　橙皮苷的高效液相色谱图（HPLC）



图B2 橙皮苷高效液相色谱图

以橙皮苷峰为参照，主要有关物质(杂质)的相对保留时间见表B-1。

表B-1 有关物质（杂质）色谱峰的相对保留时间

组分名称	相对保留时间
异柚皮苷（Isonaringin）	0.76
橙皮苷(Hesperidin)	1
新枳属苷(Neoponcirin)	2.8
橙皮素(Hesperetin)	3.4

CCCM HPIE ®

B.3 吸光度（客户有要求时按以下方法测定）

B.3.1 试剂、溶液和仪器

B.3.1.1 氢氧化钠，分析纯。

B.3.1.2 纤维素粉，50 μm。

B.3.1.3 1mol/L氢氧化钠溶液：称取氢氧化钠40 g，加新沸过的冷水溶解并稀释成1000 mL，摇匀。

B.3.1.4 分析天平，感量为0.1 mg。

B.3.1.5 紫外-可见分光光度计。

B.3.1.6 针筒过滤器。

B.3.1.7 滤膜，水相滤膜，直径25 mm，孔径0.8 μm。

B.3.2 操作程序

取供试品4.0 g，置100 mL具塞锥形瓶中，加1mol/L氢氧化钠溶液40.0 mL，密塞，振摇15分钟，分取溶液20mL作为供试品溶液，在余下的20 mL溶液中加入纤维素粉0.40 g，密塞，振摇5分钟，立即用滤膜滤过，将滤液作为空白溶液，照紫外-可见分光光度法，在660 nm波长处测定吸光度，应符合合同要求。

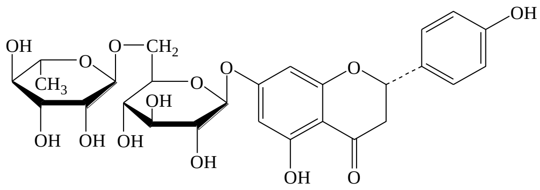
B.4 有关物质（杂质）

B.4.1 异柚皮苷（Isonaringin）

B.4.1.1 异名

柚皮素芸香苷(Narirutin)、柚皮素-7-*O*-芸香糖苷（Naringenin-7-*O*- rutinoside）

B.4.1.2 结构式



B.4.1.3 分子式

$C_{27}H_{32}O_{14}$

B.4.1.4 相对分子质量

580.53

B.4.1.5 【CAS】

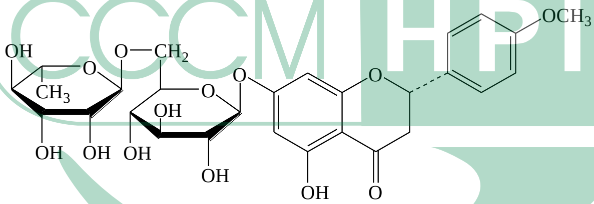
14259-46-2

B.4.2 新枳属苷(Neoponcirin)

B.4.2.1 异名

香风草苷（Didymin）, 异樱花素-7- *O*-芸香糖苷（Isosakuranetin-7- *O*- rutinoside）

B.4.2.2 结构式



B.4.2.3 分子式

$C_{28}H_{34}O_{14}$

B.4.2.4 相对分子质量

594.56

B.4.2.5 【CAS】

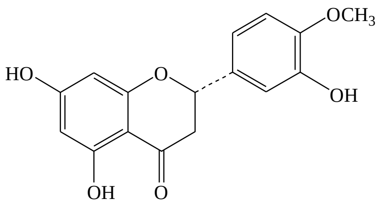
14259-47-3

B.4.3 橙皮素(Hesperetin)

B.4.3.1 异名

5, 7, 3’-三羟基-4’-甲氧基-二氢黄酮（5, 7, 3’-trihydroxy-4’-Methoxy-flavanone）

B.4.3.2 结构式



B.4.3.3 分子式

$C_{16}H_{14}O_6$

B.4.3.4 相对分子质量

302.28

B.4.3.5 【CAS】

520-33-2