



中国医药保健品进出口商会团体标准

T/CCCMHPIE 1.43 —2018

植物提取物

叶黄素油

Plant extract——

Lutein Oil

2018-07-01 发布

2018-07-15 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。

本标准负责起草单位：晨光生物科技集团股份有限公司、浙江医药股份有限公司新昌制药厂、大连医诺生物股份有限公司、山东天音生物科技有限公司和云南博浩生物科技集团股份有限公司。

本标准主要起草人：安晓东、许新德、范威麟、李勇、柏老六、卢颖、晁红娟、王婷婷、刘温来、刘登帅。

叶黄素油

1 范围

本标准规定了叶黄素油的技术要求、检验方法、检验规则、包装、标签、运输、贮存和保质期要求。

本标准适用于以菊科万寿菊属植物万寿菊 *Tagetes erecta* L.的花为原料，经提取精制制得万寿菊提取物，通过皂化、精制、结晶而制成叶黄素，再添加符合食品添加剂质量规格要求的抗氧化剂、稳定剂、乳化剂和（或）食用的植物油制成。

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 26405 食品安全国家标准 食品添加剂叶黄素
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
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
《中华人民共和国药典（2015 版）》第四部 通则 0401 紫外-可见分光光度法
《中华人民共和国药典（2015 版）》第四部 通则 0512 高效液相色谱法
《中华人民共和国药典（2015 版）》第四部 通则 0861 残留溶剂测定法

3 技术要求

3.1 工艺要求

3.1.1 植物原料

菊科万寿菊属植物万寿菊 *Tagetes erecta* L.的花。

3.1.2 工艺过程

原料→提取→精制→万寿菊提取物→皂化→结晶→调配→产品

3.2 产品要求

3.2.1 感官要求

应符合表 1 的规定。

表 1 感官要求

项 目	要 求
-----	-----

色 泽	桔黄色至棕红色
气 味	具有叶黄素油特殊气味
状 态	油状液体，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	供试品溶液高效液相色谱图中应有与对照品溶液高效液相色谱图中叶黄素和玉米黄质保留时间基本一致的色谱峰
总类胡萝卜素/%	20~24
叶黄素/%	18~22
玉米黄质/%	≤1.8
总砷（以 As 计）/（mg/kg）	≤1.0
铅（Pb）/（mg/kg）	≤1.0
正己烷/（mg/kg）	≤50

3.2.3 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

取本品嗅其气味和尝其滋味；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。

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，供试品溶液高效液相色谱图中应有与对照品溶液高效液相色谱图中叶黄素和玉米黄质保留时间基本一致的色谱峰。

4.2.2 总类胡萝卜素

按第 A.3 章中规定的方法进行测定。

4.2.3 叶黄素和玉米黄质

按第 A.4 章中规定的方法进行测定。

4.2.4 总砷（以 As 计）

按 GB 5009.11 中规定的方法进行测定。

4.2.5 铅（Pb）

按 GB 5009.12 中规定的方法进行测定。

4.2.6 正己烷残留

按第 A.5 章中规定的方法进行测定。

5 检验规则

5.1 组批

同一工艺，在一定时间间隔内，连续生产的均质产品为一批。

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：状态、总类胡萝卜素、叶黄素、玉米黄质和正己烷残留。

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、配料表、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、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 鉴别

A.2.1 仪器和设备

A.2.1.1 高效液相色谱仪（附紫外检测器或其他等效检测器）。

A.2.1.2 电子天平，感量为 0.1mg。

A.2.1.3 电子天平，感量为 0.01mg。

A.2.2 试剂和材料

A.2.2.1 正己烷：色谱纯和分析纯。

A.2.2.2 乙酸乙酯：色谱级和分析纯。

A.2.2.3 叶黄素对照品：CAS 号 127-40-2，纯度 $\geq 90.0\%$ 。

A.2.2.3 玉米黄质对照品：CAS 号 144-68-3，纯度 $\geq 90.0\%$ 。

A.2.3 参考色谱条件

A.2.3.1 色谱柱：硅胶柱或同类型色谱柱（150mm 或 250mm $\times$ 4.6mm，5 μ m），或其他等效色谱柱。

A.2.3.2 流动相：正己烷:乙酸乙酯=70:30。

A.2.3.3 检测波长：446nm。

A.2.3.4 柱温：30℃。

A.2.3.5 流速：1.5mL/min。

A.2.3.6 理论塔板数按叶黄素峰计算应不低于 5000。

A.2.4 溶液制备

A.2.4.1 对照品溶液制备

分别称取约 1mg 叶黄素和玉米黄质标准品，精确至 0.01mg，用正己烷:乙酸乙酯（70:30，v/v）溶液溶解，移入 50mL 容量瓶中，加正己烷:乙酸乙酯（70:30，v/v）溶液定容至刻度，摇匀备用，定性使用。

A.2.4.2 供试品溶液制备

称取约 0.03g 试样，精确至 0.1mg，用正己烷:乙酸乙酯（70:30，v/v）溶液溶解，移入 100mL 容量瓶中，加正己烷:乙酸乙酯（70:30，v/v）溶液定容至刻度，摇匀备用，临用新制。

A.2.5 测定

吸取对照品溶液和供试品溶液进行测定，供试品溶液高效液相色谱图中应有与对照品溶液高效液相色谱图中叶黄素和玉米黄质保留时间基本一致的色谱峰。

A.3 总类胡萝卜素

A.3.1 仪器和设备

A.3.1.1 紫外-可见分光光度计。

A.3.1.2 电子天平，感量为 0.01mg。

A.3.2 试剂和材料

A.3.2.1 正己烷：分析纯。

A.3.2.2 丙酮：分析纯。

A.3.2.3 甲苯：分析纯。

A.3.2.4 无水乙醇：分析纯。

A.3.2.5 HEAT 试剂：将分析纯的正己烷、丙酮、甲苯和无水乙醇按照体积比 10:7:7:6 进行混合。

A.3.3 供试品溶液的制备

准确称取约 0.1g 试样，精确至 0.1mg，用 HEAT 试剂溶解，转移至 100 mL 容量瓶中，加 HEAT 溶剂定容至刻度，摇匀。取此试样液 1mL 于 100mL 容量瓶中，使用无水乙醇定容至刻度，摇匀。

A.3.4 测定

将供试品溶液置于 1cm 比色皿中，以无水乙醇做空白对照，用紫外-可见分光光度计在 446nm 处测定吸光度。（吸光度应控制在 0.3~0.7 之间）

供试品中总类胡萝卜素含量以质量分数 w 计，数值以%表示，按公式（E.1）计算。

$$w = \frac{A \times K}{m \times 2550} \dots\dots\dots (E.1)$$

式中：w——供试品中总类胡萝卜素的质量分数，%；

A——实际测定试样液的吸光度；

K——供试品的稀释倍数；

2550——1%试样液在无水乙醇中波长 446nm 处的吸收系数；

m——供试品的称样量，g。

实验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的差值不大于算术平均值的 1.5%，计算结果保留小数点后两位有效数字。

A.4 叶黄素和玉米黄质

A.4.1 仪器和设备

A.4.1.1 高效液相色谱仪（附紫外检测器或其他等效检测器）。

A.4.1.2 电子天平，感量为 0.1mg。

A.4.1.3 电子天平，感量为 0.01mg。

A.4.2 试剂和材料

A.4.2.1 正己烷：色谱纯和分析纯。

A.4.2.2 乙酸乙酯：色谱级和分析纯。

A.4.2.3 叶黄素对照品：CAS 号 127-40-2，纯度≥90.0%。

A.4.2.4 玉米黄质对照品：CAS 号 144-68-3，纯度≥90.0%。

A.4.3 参考色谱条件

A.4.3.1 色谱柱：硅胶柱或同类型色谱柱（150mm 或 250mm×4.6mm，5μm），或其他等效色谱柱。

A.4.3.2 流动相：正己烷:乙酸乙酯=70:30。

A.4.3.3 检测波长：446nm。

A.4.3.4 柱温：30℃。

A.4.3.5 流速：1.5mL/min。

A.4.3.6 理论塔板数按叶黄素峰计算应不低于 5000。

A.4.4 溶液制备

A.4.4.1 对照品溶液制备

分别称取约 1mg 叶黄素和玉米黄质标准品，精确至 0.01mg，用正己烷:乙酸乙酯（70:30，v/v）溶液溶解，移入 50mL 容量瓶中，加正己烷:乙酸乙酯（70:30，v/v）溶液定容至刻度，摇匀备用，定性使用。

A.4.4.2 供试品溶液制备

称取约 0.03g 试样，精确至 0.1mg，用正己烷:乙酸乙酯（70:30，v/v）溶液溶解，移入 100mL 容量瓶中，加正己烷:乙酸乙酯（70:30，v/v）溶液定容至刻度，摇匀备用，临用新制。

A.4.5 测定

将供试品溶液用液相色谱仪测定，根据标准品的保留时间定性，记录色谱图。重复实验两次，将所有可见样品峰进行积分，将叶黄素或玉米黄质的峰面积除以总的峰面积，得到叶黄素和玉米黄质的峰面积百分比。

叶黄素含量以叶黄素的质量分数 w_1 计，数值以%表示，按公式（E.2）计算。

$$w_1 = w_0 \times P_1 \dots\dots\dots (E.2)$$

玉米黄质含量以玉米黄质的质量分数 w_2 计，数值以%表示，按公式（E.3）计算。

$$w_2 = w_0 \times P_2 \dots\dots\dots (E.3)$$

式中：

w_0 ——按照本标准 A.3 测定的总类胡萝卜素的质量分数，%；

P_1 ——叶黄素的峰面积百分比；

P_2 ——玉米黄质的峰面积百分比。

实验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的差值不大于算术平均值的 2.0%，计算结果保留小数点后两位有效数字。

A.5 正己烷残留

A.5.1 仪器和设备

A.5.1.1 顶空气相色谱仪配有氢火焰离子化检测器（FID）。

A.5.1.2 电子天平，感量为 0.1mg。

A.5.1.3 电子天平，感量为0.01mg。

A.5.1.4 超声清洗器。

A.5.2 试剂和材料

A.5.2.1 正己烷：色谱纯。

A.5.2.2 二甲基甲酰胺（DMF）：色谱级。

A.5.3 参考色谱条件

A.5.3.1 色谱柱：HP-FFAP 或 DB624 毛细管柱，长度 30m，内径 0.25mm，膜厚 0.25 μ m；或其他等效色谱柱。

A.5.3.2 载气：氮气。

A.5.3.3 载气流量：3.0 mL/min。

A.5.3.4 进样口温度：220 $^{\circ}$ C。

A.5.3.5 柱温：40 $^{\circ}$ C，保持3min，以3.5 $^{\circ}$ C/min升至65 $^{\circ}$ C，再以20 $^{\circ}$ C/min升至220 $^{\circ}$ C，保持5 min。

A.5.3.6 检测器温度：235 $^{\circ}$ C。

A.5.3.7 进样体积：1mL定量环。

A.5.3.8 分流比：35:1。

A.5.4 顶空条件

A.5.4.1 顶空瓶温：80 $^{\circ}$ C。

A.5.4.2 定量环温度：85 $^{\circ}$ C。

A.5.4.3 传输线温度：100 $^{\circ}$ C。

A.5.4.4 顶空瓶平衡时间：40min。

A.5.4.5 气相循环时间：30min

A.5.5 溶液制备

A.5.5.1 对照品溶液制备

精密称取 0.1g 正己烷，精确至 0.01mg，用 DMF 定容于 100mL 容量瓶中，得到标准储备溶液。
准确移取 0.2mL 储备溶液置于含有 6mLDMF 的 20mL 顶空瓶中，混合均匀，得到标准工作溶液，
此工作液的浓度为 33.33 μ g/mL。

A.5.5.2 供试品溶液制备

准确称取约 0.6g 试样，精确至 0.1mg，置于含有 6mLDMF 的 20mL 顶空瓶中，超声促溶，混合均匀，制得样品溶液。

A.5.6 测定

将标准工作溶液和供试品溶液按照 A.5.3 和 A.5.4 条件进行测定，根据标准品的保留时间定性，记录色谱图。用外标法计算样品中的正己烷，正己烷的残留量以正己烷的质量分数 w_3 计，数值以 mg/kg 表示，按公式 (E.4) 计算：

$$w_3 = \frac{A_X \times C_R \times 6}{A_R \times m} \dots\dots\dots (E.4)$$

式中：

w_3 ——试样中的正己烷残留量，mg/kg；

A_X ——试样中的正己烷峰面积；

A_R ——标准液的正己烷峰面积；

C_R ——标准液的正己烷浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

6——试样的稀释倍数；

m ——试样的称样量，g。

实验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的差值不大于算术平均值的 10%，计算结果保留小数点后两位有效数字。

附录 B

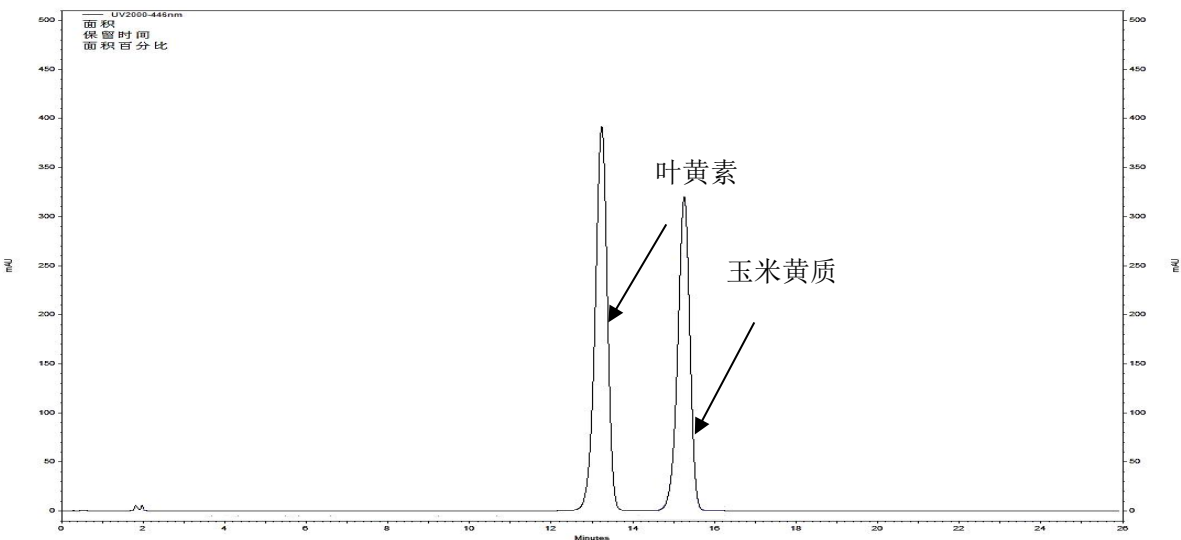
(资料性附录)

高效液相色谱图及参考保留时间

B.1 叶黄素油高效液相色谱图及参考保留时间

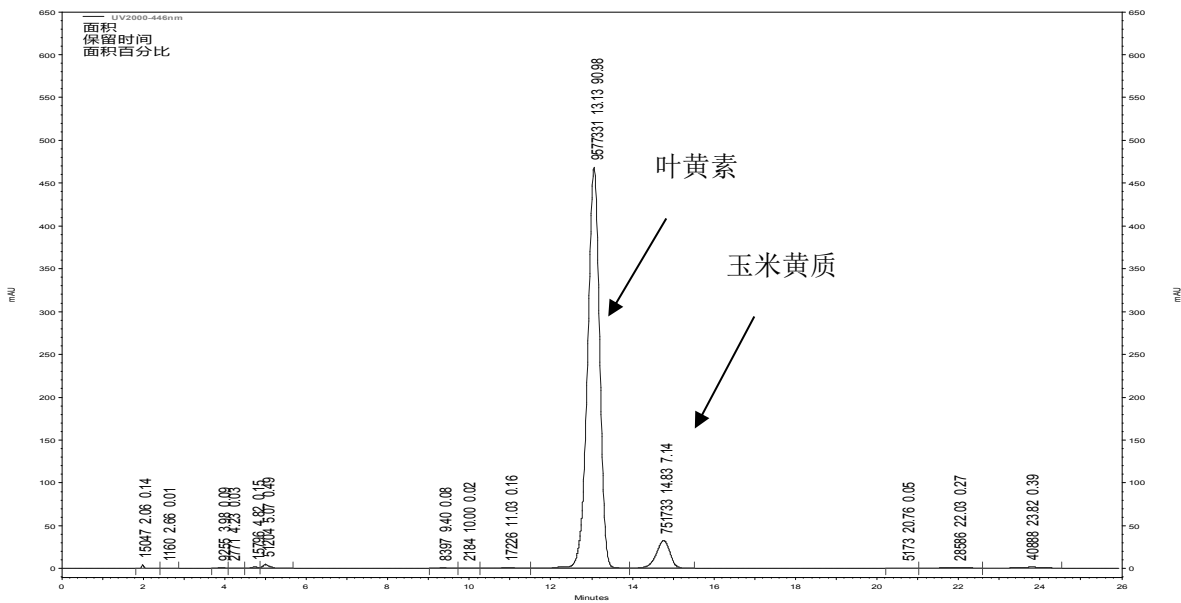
B.1.1 叶黄素油高效液相色谱图

叶黄素和玉米黄质混合对照品高效液相色谱图见图 B1



图B1 叶黄素和玉米黄质混合对照品高效液相色谱图

叶黄素油高效液相色谱图见图 B2。



图B2 叶黄素油高效液相色谱图

B.1.2 叶黄素油高效液相色谱图参考保留时间

表 B1 叶黄素油高效液相色谱图参考保留时间

组分名称	参考保留时间 (min)	相对保留时间
叶黄素	13.13	1.00
玉米黄质	14.83	1.13

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。
