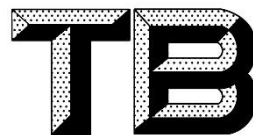


ICS 01.040.67

C 1492



中国营养保健食品协会团体标准

T/CNHFA 001-2019

保健食品用银杏叶提取物

The Extract of *Ginkgo Biloba* L. for
health food products

2020-1-6 发布

2020-2-1 实施

中国营养保健食品协会发布

前言

本标准根据 GB/T 1.1-2009《标准化工作导则 第 1 部分：标准的结构和编写》给出的规则起草。本标准由中国营养保健食品协会归口。

本标准起草单位：

浙江新昌天然保健品有限公司

本标准参与单位：

山东省临沂市郯城县政府

中国医学科学院药用植物研究所

陕西理工大学

北京瑞草世家生物科技有限公司

北京瑞草科技生物科技有限公司

河南和润忠良食品有限公司

营动智能技术（山东）有限公司

北京唯品生活发展科技有限公司

四川健康家商贸有限公司

锦州市德运商贸有限公司

唐山市名实优品科技有限公司

辽宁亿众康普健康产业有限公司

本标准发布单位：中国营养保健食品协会。

本标准主要起草人：孙载明、孙思南、邹忠梅、李丽、徐丽珍等。

本标准为首次发布。

保健食品用银杏叶提取物

1 范围

本标准规定了保健食品用银杏叶提取物的技术要求、检验方法、检测规则、包装、标签、运输、贮存要求。

本标准适用于以保健食品用银杏叶为原料经提取、纯化、精制加工制成的提取物。

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,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 第一部 银杏提取物 鉴别

《中华人民共和国药典》2015 年版 第一部 银杏提取物 含量测定 总黄酮醇苷

《中华人民共和国药典》2015 年版 第一部 银杏提取物 检查 黄酮苷元峰面积比

《中华人民共和国药典》2015 年版 第四部 通则 0832 水分测定法

《中华人民共和国药典》2015 年版 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 年版 第四部 1105 非无菌产品微生物限度检查:微生物计数法

《中华人民共和国药典》2015 年版 第四部 1105 非无菌产品微生物限度检查:控制菌检查法

《中华人民共和国药典》2015 年版 第四部 通则 2302 灰分测定法

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

《中华人民共和国药典》2015 年版 第四部 (农药残留)

《欧洲药典》EP8.0 版 总银杏酸测定

GB 9685 食品容器、包装材料用添加剂使用卫生标准

GB/T 20004.1-2016 团体标准化 第1部分:良好行为指南

GB/T 20004.2-2016 团体标准化 第2部分:良好行为评价指南

T/CCCMHPIE 1.24-2016 中国保健协会行业标准 银杏叶提取物

TZZB0393-2018 浙江制造团体标准 银杏叶提取物

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1 银杏总黄酮醇苷 total flavone glycosides from *Ginkgo biloba* L.

银杏叶提取物中所含的黄酮类化合物，用黄酮醇苷来表示，主要指槲皮素(querctetin)、山柰酚(kaempferol)和异鼠李素(isorhamnetin)为母体的黄酮醇苷元的桂皮酰糖苷类总和,俗称银杏总黄酮。

3.2 银杏萜类内酯 total terpene lactones from *Ginkgo biloba* L.（银杏总萜类内酯）

银杏叶提取物中萜类内酯是指二萜内酯和倍半萜内酯的总和。二萜内酯包括银杏内酯 A(ginkgolide A)，银杏内酯 B(ginkgolide B)，银杏内酯 C(ginkgolide C)；倍半萜内酯主要指白果内酯(bilobalide)。

3.3 总银杏酸 total ginkgolic acids

总银杏酸是指 6-烷基水杨酸的衍生物,6 位上的侧链主要是白果新酸 C13:0、白果酸 C15:1、十七烷一烯银杏酸 C17:1 等烷烃化合物。上述三种占总银杏酸的 90%以上。

4 技术要求

4.1 工艺要求

4.1.1 植物原料

为银杏科银杏属植物银杏 *Ginkgo biloba* L.的干燥叶，每年 6-10 月采摘，除去杂质，经快速干燥而成。

4.1.2 工艺过程

原料→乙醇和水按一定比例混合溶液提取→浓缩→稀释→沉淀→经大孔吸附树脂吸附、洗脱→干燥→粉碎→产品

4.2 产品要求

4.2.1 感官要求

应符合表 1 的规定。

表 1 感官要求

项目	银杏叶提取物
色泽	浅棕黄色
外观	均匀粉末
杂质	无肉眼可见的杂质

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
薄层色谱鉴别	供试品色谱中，与对照提取物色谱相应位置上，应显相同颜色的荧光斑点
粒度（80目）	过筛不低于95%
干燥失重（%）	≤5
灼烧残渣（%）	<0.8
总黄酮醇苷含量（%）	≥24
槲皮素与山奈酚峰面积比	0.8~1.2
异鼠李素与槲皮素峰面积比	>0.15
芦丁含量（%）	≤4.0
游离槲皮素含量（mg/g）	<5.0
游离山奈酚含量（mg/g）	<5.0
游离异鼠李素含量（mg/g）	<2.0
总萜类内酯含量（%）	≥6
总银杏酸含量（以十七烷一烯银杏酸 C17:1）（mg/kg）	≤3
农药残留量	《中华人民共和国药典》2015年版 规定限量
重金属总量（mg/kg）	≤20
铅（以Pb计,mg/kg）	≤1.0
砷（以As计,mg/kg）	≤1.0
汞（以Hg计,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
细菌总数/（CFU/g）	≤1000
霉菌及酵母菌/（CFU/g）	≤100
大肠埃希菌	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，根据不同要求，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规定。

5 检测方法

5.1 感官检验

启开试样后，立即嗅其气和尝其味；另取试样适量置于白色瓷盘中观察器色泽、外观，并检查有无异物。

5.2 理化检验

5.2.1 鉴别试验（1）、鉴别试验（2）

按《中华人民共和国药典》2015 年版 第一部 银杏叶提取物 鉴别中规定的方法进行测定。

5.2.2 指标成分含量

5.2.2.1 总黄酮醇苷含量

检查 黄酮苷元峰面积比规定的方法进行测定。

5.2.2.2 总萜类内酯含量

按《中华人民共和国药典》2015 年版规定的检验方法进行测定。

5.2.3 黄酮苷元峰面积比

按《中华人民共和国药典》2015 年版 第一部 银杏叶提取物 黄酮苷元峰面积比规定的方法进行测定。

5.2.4 芦丁含量

按《中华人民共和国药典》2015 年版 规定的方法进行测定。

5.2.5 游离槲皮素、游离山奈酚、游离异鼠李素含量

按《中华人民共和国药典》2015 年版 规定的方法进行测定。

5.2.6 总银杏酸限量

按《欧洲药典》EP8.0 版 规定的方法进行测定。

5.2.7 粒度

按《中华人民共和国药典》2015 年版 四部 通则 0982 粒度和粒度分布测定法进行测定。

5.2.8 干燥失重

按《中华人民共和国药典》2015 年版 四部 通则 0832 水分测定法进行测定。称样量 2.000g，干燥温度 105℃。

5.2.9 灼烧残渣

按《中华人民共和国药典》2015 年版 四部 通则 2302 灰分测定法进行测定。

定。称样量 1.000g。

5.2.10 重金属及有害元素

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

5.3 微生物检验

按《中华人民共和国药典》2015 年版 四部 通则 1105 非无菌产品微生物限度检查：微生物计数法、通则 1106 非无菌产品微生物限度检查：控制菌检查法进行测定。

6 检验规则

6.1 组批

同品种、同等级、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、总黄酮醇苷、总萜类内酯、槲皮素峰面积/山奈酚峰面积、异鼠李素峰面积/槲皮素峰面积、芦丁、游离山奈酚、游离异鼠李素、总银杏酸（以十七烷一烯银杏酸 C17:1 为对照）、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。

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，应进行型式检验。

- 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，判该产品为不合格品。

7 包装、标签、运输、贮存盒保质期

7.1 包装

包装材料应符合 GB 9685 食品容器、包装材料用添加剂使用卫生标准的要

求。

7.2 标签

7.2.1 包装标志上应标注：银杏叶提取物、批号、规格、净重、毛重、产地、生产日期、保质期、储存条件等内容。

7.2.2 外包装箱体上应标有：防潮、防晒、勿重压、朝上（朝下）等字样或标志。标志内容清晰可见，标志应粘贴牢固。

7.3 运输

7.3.1 运输工具应清洁、卫生，不得与有毒、有害、有腐蚀性或有异味的物品混装混运。

7.3.2 搬运时应轻装轻卸，运输时防止按压、暴晒、雨淋。

7.4 贮存

7.4.1 产品不得与有毒、有害、有腐蚀性或有异味的物品混合存放。

7.4.2 产品应贮存于阴凉、干燥的仓库中。

附录 A

(规范性附录)

检测方法

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。实验中所用的溶液在未注明用何种溶剂配制时,均指水溶液。

A.2 芦丁含量的测定

A.2.1 方法提要

本品经甲醇溶解后,采用反相高效液相色谱法测定,以外标法测定芦丁含量。

A.2.2 仪器

A.2.2.1 分析天平:感量 0.01mg。

A.2.2.2 高效液相色谱仪(附紫外检测器)。

A.2.2.3 超声波清洗器。

A.2.3 试剂和耗材

A.2.3.1 甲醇,色谱纯。

A.2.3.2 磷酸。

A.2.3.3 0.45 μ m 微孔滤膜(有机相)。

A.2.3.4 芦丁对照品: CAS 号 153-18-4, 纯度 $\geq$ 98% (购自北京百灵威科技有限公司)

A.2.4 色谱条件及系统适用性

A.2.4.1 色谱条件

色谱柱: Diamonsil C18 (150 $\times$ 4.6mm, 5 μ m);

流动相: 甲醇-0.4%磷酸溶液(38:62, v/v);

检测波长: 360nm;

柱温: 30 $^{\circ}$ C;

流速: 1.0mL/min。

A.2.4.2 系统适用性

理论塔板数按芦丁峰计算不应低于 2500。

A.2.5 操作方法

A.2.5.1 对照品溶液的制备

准确称取芦丁对照品适量（精确至 0.01mg），用加甲醇溶解、定容，配制成 0.2mg/mL 浓度的标准使用溶液。

A.2.5.2 供试品溶液的制备

准确称取供试品 35mg（精确至 0.01mg），置于 10mL 容量瓶中，用 70%甲醇溶液溶解、定容，摇匀，用 0.45μm 微孔滤膜过滤，待测。

A.2.5.3 测定方法

依次吸取空白溶液、对照品溶液、供试品溶液 10μL，注入高效液相色谱仪测定，按外标法定量。

A.2.6 结果计算

供试品中芦丁含量以质量分数 X₂ 计，数值以%表示，按公式（A.2）计算：

$$X_2 = \frac{A_{x_2} \times c_2 \times V_2}{A_{s_2} \times m_2} \times 100\% \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

X₂——供试品中芦丁的质量分数，%；

A_{x₂}——供试品溶液中芦丁的峰面积；

A_{s₂}——对照品溶液中芦丁的峰面积；

V₂——供试品溶液的体积，mL；

c₂——对照品溶液中芦丁的浓度，mg/mL；

m₂——供试品质量，mg。

A.3 游离槲皮素、游离山奈酚、游离异鼠李素含量的测定

A.3.1 方法提要

本品经甲醇溶解后，采用反相高效液相色谱法测定，以外标法测定游离槲皮素、游离山奈酚、游离异鼠李素的含量。

A.3.2 仪器

A.3.2.1 分析天平：感量 0.01mg。

A.3.2.2 高效液相色谱仪（附紫外检测器）。

A.3.2.3 超声波清洗器。

A.3.3 试剂和耗材

A.3.3.1 甲醇，色谱纯。

A.3.3.2 磷酸。

A.3.3.3 针筒式过滤器，0.45μm 微孔滤膜（有机相）。

A.3.3.4 标准对照品

槲皮素对照品：CAS 号 117-39-5，纯度≥90%；山奈酚对照品：CAS 号 520-18-3，纯度≥90%；异鼠李素对照品：CAS 号 480-19-3，纯度≥90%（均购自中国食品药品检定研究院）。

A.3.4 色谱条件及系统适用性

A.3.4.1 色谱条件

色谱柱：Diamonsil C18(150×4.6mm,5μm)；

流动相：甲醇-0.4%磷酸溶液(50:50, v/v)；

检测波长：360nm；

柱温：30℃；

流速：1.0mL/min。

A.3.4.2 系统适用性

理论塔板数按槲皮素峰计算不应低于 2500。

A.3.5 操作方法

A.3.5.1 对照品溶液的制备

准确称取槲皮素、山奈酚、异鼠李素对照品适量（精确至 0.01mg），用加甲醇溶解、定容，配制成槲皮素 30 μg/mL、山奈酚 30 μg/mL、异鼠李素 20 μg/mL 的混合对照品溶液，备用。

A.3.5.2 供试品溶液的制备

准确称取供试品 35mg（精确至 0.01mg），置于 10mL 容量瓶中，用 70%甲醇溶液溶解、定容，摇匀，用 0.45μm 微孔滤膜过滤，待测。

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 10μL，注入高效液相色谱仪测定，按外标法计算游离槲皮素、游离山奈酚、游离异鼠李素的含量。

A.3.6 结果计算

供试品中游离槲皮素（或游离山奈酚、或游离异鼠李素）含量以质量分数 X₃ 计，数值以%表示，依次按式（A3）计算：

$$X_3 = \frac{A_{x_3} \times c_3 \times V_3}{A_{s_3} \times m_3} \times 100\% \dots\dots\dots (A.3)$$

式中：

X₃——供试品中游离槲皮素（或游离山奈酚、或游离异鼠李素）的质量分数，%；

A_{x₃}——供试品溶液中槲皮素（或游离山奈酚、或游离异鼠李素）的峰面积；

c₃——对照品溶液中槲皮素（或游离山奈酚、或游离异鼠李素）的峰面积；

V₃——对照品溶液中槲皮素（或游离山奈酚、或游离异鼠李素）的浓度，mg/mL；

m_3 ——供试品溶液的体积，mL；

A.4 银杏酸含量的测定

A.4.1 方法提要

总银杏酸是指 6-烷基水杨酸的衍生物，6 位上的侧链主要是白果新酸 C13:0、白果酸 C15:1、十七烷一烯银杏酸 C17:1 等烷烃化合物。上述三种占总银杏酸的 90%以上。

本品用甲醇定量溶解后，进行过滤，采用 HPLC 进行测定，标准曲线法对方程定量，分别以十七烷一烯银杏酸 C17:1 进行定量，将各组分的百分含量累加计算总银杏酸百分含量。

A.4.2 仪器

A.4.2.1 分析天平：感量 0.01mg

A.4.2.2 HPLC/示差检测器

A.4.2.3 超声波清洗机。

A.4.3 试剂和耗材

A.4.3.1 甲醇，色谱纯

A.4.3.2 色谱柱：Agilent Eclipse Plus C18 (250×4.6 mm, 5 μ m)，以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂。

A.4.3.3 0.45 μ m 微孔滤膜（有机相）。

A.4.3.4 标准对照品：

十七烷一烯银杏酸 C17:1：CAS 号 111047-30-4，纯度 $\geq$ 98%；总银杏酸对照品，内含 C13:0（白果新酸）、C15:1、C17:2、C15:0、C17:1 等 5 种成分（均购自中国食品药品检定研究院）。

A.4.4 色谱条件

A.4.4.1 色谱条件：

流动相 A：水（含 0.01%trifluoroacetic acid）

流动相 B：乙腈（含 0.01%trifluoroacetic acid），梯度洗脱。

流速为 1.0 mL/min，柱温为 35 $^{\circ}$ C。

进样量为 50 μ L。

检测波长：210nm

A.4.5 操作方法

A.4.5.1 定量对照品溶液制备：

将十七烷一烯银杏酸 C17:1 溶解在甲醇中，如有必要，用水稀释以得到 0.25 µg/mL 的银杏酸，以银杏酸 C13:0，银杏酸 C15:1 和银杏酸 C17:1 的同系物之和计算。

A.4.5.2 供试品溶液制备：

将 0.5g 粉末状提取物转移到 10mL 容量瓶中。加入 8 mL 甲醇溶解，并用水稀释至一定体积。

A.4.5.3 测定方法

将对照品储备液分别用甲醇将其稀释制成一系列浓度线性溶液。将配制好的混合标准样品按上述色谱条件进行分析，以峰面积(Y)对质量浓度(ρ)进行回归计算

A.4.6 结果计算

供试品中总银杏酸的含量以 X₄（以十七烷一烯银杏酸 C17:1 计）表示，按照(C1)计算。式中供试品溶液中总银杏酸的峰面积为 C13:0（白果新酸）、C15:1、C17:1，3 种组分峰面积之和。

$$X_4 = \frac{Ax_4 \times c_4 \times V_4}{As_4 \times m_4} \dots\dots\dots (C.1)$$

式中：

X₄——供试品中总银杏酸含量，mg/kg；

Ax₄——供试品溶液中 3 种银杏酸组分峰面积之和；

As₄——对照品溶液中十七烷一烯银杏酸 C17:1 的峰面积；

c₄——对照品溶液中十七烷一烯银杏酸 C17:1 的浓度，µg/mL；

V₄——供试品溶液的体积，mL；

m₄——供试品的质量，g。

A. 5 萜类内酯含量的测定

A.5.1 方法提要

本品用甲醇定量溶解后，进行过滤，采用 HPLC/ELSD 法进行测定，标准曲线法对数方程定量，分别计算白果内酯、银杏内酯 A、银杏内酯 B、银杏内酯 C 的百分含量，将各组分的百分含量累加计算总萜类内酯的百分含量。

A.5.2 仪器

A.5.2.1 分析天平：感量 0.01mg

A.5.2.2 高效液相色谱仪 HPLC/ELSD: Agilent Technologies 1260 Infinity ELSD

A.5.2.3 超声波清洗机

A.5.3 试剂和耗材

A.5.3.1 正丙醇、四氢呋喃，色谱纯

A.5.3.2 色谱柱：Agilent Eclipse Plus C18 (250×4.6 mm, 5μm)，以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂。

A.5.3.3 0.45 μm 微孔滤膜（有机相）。

A.5.3.4 对照品：银杏内酯 A(纯度≥98%)；银杏内酯 B(纯度≥98%)；银杏内酯 C(纯度≥98%)；白果内酯 (纯度≥98%)（来自上海源叶生物科技有限公司）

A.5.4 色谱条件及质谱条件

A.5.4.1 色谱条件

流动相：正丙醇-四氢呋喃-水(1: 15: 84)，流速为 1.0 mL/min，柱温为 35 ℃，进样量为 5 μL。理论板数按白果内酯峰计算应不低于 2500。

A.5.5 操作方法

A.5.5.1 对照品溶液制备

分别精密称取银杏内酯 A、B、C 和白果内酯标准对照品适量，置于容量瓶中，用甲醇按照标准曲线需要的浓度进行定容。

A.5.5.2 供试品溶液制备

精密称取样品 1.0 g，置于 50 mL 烧杯中，加 95%乙醇 50 mL，超声提取 1 h，静置，放冷，过滤，取续滤液，即得。

A.5.5.3 测定方法

分别精密称取一定含量的对照品白果内酯、银杏内酯 C、银杏内酯 A、银杏内酯 B，用甲醇溶液溶解，混合标品中各对照品的浓度分别为 45.5，136，136，136 μg/mL 的混合对照品溶液，用外标两点法对数方程分别计算白果内酯、银杏内酯 A、银杏内酯 B 和银杏内酯 C 的含量，即得。

A.5.6 结果计算

供试品溶液中各萜类内酯组分含量以质量分数 X_i 计，数值以%表示，按公式(A.5.1)计算，分别计算白果内酯、银杏内酯 A、银杏内酯 B、银杏内酯 C 的百分含量。将各组分的百分含量累加计算总萜类内酯的百分含量，按公式(A.5.1)计算。

$$X_i = \frac{c_i \times V_i}{m} \times 100\%$$

$$X_1 = \sum X_i$$

式中：

X_1 ——供试品中总萜类内酯的质量分数，%；

X_i ——某萜类内酯组分含量，%；

c_i ——从标准曲线中求得的供试品溶液中某组分含量，mg/mL；

V_i ——供试品溶液总体积，mL；

m_i ——供试品质量，mg。

本品按干燥品计算，含萜类内酯以白果内酯（ $C_{15}H_{18}O_8$ ）、银杏内酯 A（ $C_{20}H_{24}O_9$ ）、银杏内酯 B（ $C_{20}H_{24}O_{10}$ ）和银杏内酯 C（ $C_{20}H_{24}O_{11}$ ）的总量计，不得少于 6.0%。