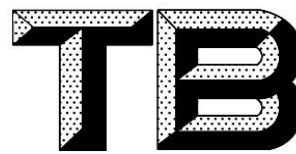


ICS 01.040.67

CCS X 83



中国营养保健食品协会团体标准

T/CNHFA 111.8—2023

保健食品用原料 银杏叶

Raw Materials for Health Food

Ginkgo Folium

2023-04-04 发布

2023-04-10 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..... | 5 |
| 附录 A..... | 6 |
| 附录 B..... | 9 |

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：王亚丹、刘越、马双成、魏锋、王淑红、康帅、聂黎行、王莹、程显隆、汪祺、刘静、杨洋、左甜甜、杨建波、陈佳、荆文光、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 银杏叶

1 范围

本文件适用于保健食品用原料银杏叶。

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

银杏叶为银杏科植物银杏 *Ginkgo biloba* L. 的干燥叶。秋季叶尚绿时采收，及时干燥。

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 | 黄绿色或浅棕黄色 | 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 | 气微，味微苦 | 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 | 本品多皱折或破碎，完整者呈扇形，长3~12 cm，宽5~15 cm。上缘呈不规则的波状弯曲，有的中间凹入，深者可达叶长的4/5。具二叉状平行叶脉，细而密，光滑无毛，易纵向撕裂。叶基楔形，叶柄长2~8 cm。 体轻 | 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 理化指标

应符合表2的规定。

表2 理化指标

| 项目 | 指标 | 检验方法 |
|----------------|--------|--|
| 水分, % | ≤ 12.0 | 《中华人民共和国药典》2020年版四部 通则 0832 第二法 |
| 灰分, % | ≤ 10.0 | 《中华人民共和国药典》2020年版四部 通则 2302 方法 |
| 酸不溶性灰分, % | ≤ 2.0 | 《中华人民共和国药典》2020年版四部 通则 2302 方法 |
| 浸出物(乙醇), % | ≥ 25.0 | 《中华人民共和国药典》2020年版四部 通则 2201 热浸法(用稀乙醇作溶剂) |
| 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 相应类别（名称）的规定或有关规定；农药最大残留限量应符合 GB 2763 相应类别/名称的规定或国家有关规定。 | | | |

3.4 标志性成分指标

应符合表 3 的规定。

表 3 标志性成分指标

| 项目 | | 指标 | 检验方法 |
|----------------|---|------|------|
| 总黄酮醇苷（以干燥品计），% | ≥ | 0.40 | 附录 A |
| 萜类内酯（以干燥品计），% | ≥ | 0.25 | 附录 B |

3.5 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)

标志性成分总黄酮醇苷检验方法

A.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。

A.2 方法提要

本品经三氯甲烷加热回流提取除去脂溶性杂质后，采用甲醇回流提取黄酮醇苷，经酸水解后形成苷元，采用反相高效液相色谱法测定，以外标法分别测定三种苷元槲皮素、山柰酚和异鼠李素的含量，再换算成总黄酮醇苷的含量。

总黄酮醇苷为银杏叶中以黄酮醇类成分槲皮素 (quercetin)、山柰酚 (kaempferol) 和异鼠李素 (isorhamnetin) 为苷元，与多种糖形成的苷类化合物的总和。

A.3 仪器

A.3.1 分析天平：感量为 0.01 mg 和 0.0001 g。

A.3.2 索氏提取器。

A.3.3 高效液相色谱仪：配有紫外检测器。

A.4 试剂和耗材

A.4.1 三氯甲烷。

A.4.2 甲醇。

A.4.3 25%盐酸溶液：量取盐酸（质量分数为 36%~38%）58.4 mL，加水稀释至 100 mL，摇匀，即得。

A.4.4 甲醇：色谱纯。

A.4.5 磷酸。

A.4.6 水。

A.4.7 0.45 μm 微孔滤膜（有机相）。

A.4.8 对照品

槲皮素对照品、山柰酚对照品和异鼠李素对照品（均购自中国食品药品检定研究院）或其他等同对照品，其 CAS 号、分子式和相对分子量见表 A.1。

表 A.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 |
|------|--------------|----------|--|--------|
| 槲皮素 | Quercetin | 117-39-5 | C ₁₅ H ₁₀ O ₇ | 302.24 |
| 山柰酚 | Kaempferol | 520-18-3 | C ₁₅ H ₁₀ O ₆ | 286.24 |
| 异鼠李素 | Isorhamnetin | 480-19-3 | C ₁₆ H ₁₂ O ₇ | 316.26 |

A.5 色谱条件及系统适用性

A.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-0.4%磷酸溶液（50：50，v/v），等度洗脱；

检测波长：360 nm；

进样量：10 μL；

流速：1.0 mL/min。

A.5.2 系统适用性

理论板数按槲皮素峰计算应不低于 2500。

A.6 操作方法

A.6.1 对照品溶液的制备

取槲皮素对照品、山柰酚对照品、异鼠李素对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1 mL 含槲皮素 0.03 mg、山柰酚 0.03 mg、异鼠李素 0.02 mg 的混合溶液，摇匀，备用。

A.6.2 供试品溶液的制备

取供试品粉碎，取粉末约 1 g，精密称定，置索氏提取器中，加三氯甲烷回流提取 2 小时，弃去三氯甲烷液，药渣挥干，加甲醇回流提取 4 小时，提取液蒸干，残渣加甲醇-25% 盐酸溶液（4：1）混合溶液 25 mL，加热回流 30 分钟，放冷，转移至 50 mL 量瓶中，加甲

醇至刻度，摇匀，经 0.45 μm 滤膜（A.4.7）滤过，取续滤液，备用。

A. 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 10 μL，注入高效液相色谱仪测定，按外标法分别计算供试品中槲皮素、山柰酚和异鼠李素的含量，再换算成总黄酮醇苷的含量。

A. 7 测定结果的计算

A. 7.1 计算公式

银杏叶中总黄酮醇苷含量以质量分数计，数值以%表示，按公式（A.1）和（A.2）计算：

$$W_i = \frac{A_{Xi} \times C_{Ri} \times V}{A_{Ri} \times m \times 10^3} \times 100\% \dots\dots\dots (A.1)$$

$$W = \sum W_i \times 2.51 \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

W_i ：供试品中各待测苷元（槲皮素、山柰酚和异鼠李素）的质量分数（%）；

A_{Xi} ：供试品中各待测苷元的峰面积；

A_{Ri} ：对照品溶液中各待测苷元的峰面积；

C_{Ri} ：对照品溶液中各待测苷元的浓度（mg/mL）；

m ：供试品的称样量（g）；

V ：供试品的稀释体积（mL）；

W ：供试品中总黄酮醇苷的质量分数（%）。

A. 7.2 重复性

每个供试品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%。

附录 B

(规范性附录)

标志性成分萜类内酯检验方法

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

本品经石油醚脱脂后，采用甲醇提取萜类内酯，再经酸性氧化铝柱色谱去除杂质，用甲醇-水混合溶液再次超声提取得到目标物，采用反相高效液相色谱法测定，以外标两点法对数方程分别计算银杏内酯 A、银杏内酯 B、银杏内酯 C 和白果内酯的含量，供试品中萜类内酯的含量以上述 4 个成分的总含量计。

萜类内酯为银杏叶中二萜内酯类成分和倍半萜内酯类成分的总和，其中二萜内酯类主要包括银杏内酯 A (ginkgolide A)、银杏内酯 B (ginkgolide B) 和银杏内酯 C (ginkgolide C)，倍半萜内酯类主要指白果内酯 (bilobalide)。

B.3 仪器

B.3.1 分析天平：感量为 0.01 mg 和 0.0001 g。

B.3.2 索氏提取器。

B.3.3 恒温水浴锅。

B.3.4 鼓风干燥箱。

B.3.5 超声波清洗仪。

B.3.6 高效液相色谱仪：配有蒸发光散射检测器。

B.4 试剂和耗材

B.4.1 石油醚（30~60℃）。

B.4.2 甲醇。

B.4.3 甲醇：色谱纯。

B.4.4 四氢呋喃：色谱纯。

B.4.5 水。

B.4.6 酸性氧化铝（200~300目）。

B.4.7 0.45 μm 微孔滤膜（有机相）。

B.4.8 对照品

银杏内酯 A 对照品、银杏内酯 B 对照品、银杏内酯 C 对照品和白果内酯对照品（均购自中国食品药品检定研究院）或其他等同对照品，其 CAS 号、分子式和相对分子量见表 C.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 |
|--------|--------------|------------|---|--------|
| 银杏内酯 A | Ginkgolide A | 15291-75-5 | C ₂₀ H ₂₄ O ₉ | 408.40 |
| 银杏内酯 B | Ginkgolide B | 15291-77-7 | C ₂₀ H ₂₄ O ₁₀ | 424.40 |
| 银杏内酯 C | Ginkgolide C | 15291-76-6 | C ₂₀ H ₂₄ O ₁₁ | 440.40 |
| 白果内酯 | Bilobalide | 33570-04-6 | C ₁₅ H ₁₈ O ₈ | 326.30 |

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-四氢呋喃-水（25：10：65, v/v/v），等度洗脱；

检测器：蒸发光散射检测器；

进样量：对照品溶液 10 μL、20 μL；供试品溶液 10~20 μL；

流速：1.0 mL/min。

B.5.2 系统适用性

理论板数按白果内酯峰计算应不低于 3000。

B.6 操作方法

B.6.1 对照品溶液的制备

取银杏内酯 A 对照品、银杏内酯 B 对照品、银杏内酯 C 对照品、白果内酯对照品适量，精密称定，加 50% 甲醇制成每 1 mL 含银杏内酯 A 0.18 mg、银杏内酯 B 0.08 mg、银杏内酯 C 0.10 mg、白果内酯 0.20 mg 的混合溶液，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 1.5 g，精密称定，置索氏提取器中，加石油醚（30~60℃）在 70℃ 水浴上回流提取 1 小时，弃去石油醚（30~60℃）液，药渣和滤纸挥尽石油醚，置于 60℃ 鼓风干燥箱中烘干，再加甲醇回流提取 6 小时，提取液蒸干，残渣加甲醇使溶解，转移至 10 mL 量瓶中，超声处理（功率 300 W，频率 50 kHz）30 分钟，取出，放冷，加甲醇至刻度，摇匀，静置，精密量取上清液 5 mL，加入酸性氧化铝柱（200~300 目，3 g，内径为 1 cm，用甲醇湿法装柱）上，用甲醇 25 mL 洗脱，收集洗脱液，回收溶剂至干，残渣用甲醇 5 mL 分次转移至 10 mL 量瓶中，加水约 4.5 mL，超声处理（功率 300 W，频率 50 kHz）30 分钟，取出，放冷，加甲醇至刻度，摇匀，经 0.45 μm 滤膜（C.4.7）滤过，取续滤液，备用。

B. 6. 3 样品溶液的测定

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 10 μL、20 μL，供试品溶液 10~20 μL，注入高效液相色谱仪测定，分别以对照品溶液中各待测成分的进样质量（即浓度与进样体积的乘积）的以 10 为底的对数值为横坐标，以峰面积的以 10 为底的对数值为纵坐标，采用最小二乘回归分析法建立回归方程，根据供试品溶液中各待测成分的峰面积以 10 为底的对数值由回归方程计算得到供试品中银杏内酯 A、银杏内酯 B、银杏内酯 C 和白果内酯的含量，萜类内酯的含量以上述四个成分的总量计。

B. 7 测定结果的计算

B. 7. 1 计算公式

银杏叶中萜类内酯的含量以质量分数计，数值以%表示，按公式（B.1）和（B.2）计算：

$$W_i = \frac{m_{1i} \times V_1}{V_2 \times m_2 \times 10^3} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (B.1)$$

$$W = \sum W_i \quad \dots\dots\dots (B.2)$$

式中：

W_i ：供试品中各待测成分（银杏内酯 A、银杏内酯 B、银杏内酯 C 和白果内酯）的质

量分数 (%)；

m_{1i} : 由回归方程算得的供试品中各待测成分的进样质量 (μg)；

V_1 : 供试品的稀释体积 (mL)；

V_2 : 供试品溶液的进样体积 (μL)；

m_2 : 供试品的称样量 (g)；

W : 供试品中萜类内酯的质量分数 (%)。

B.7.2 重复性

每个供试品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%。
