

国家市场监督管理总局  
保健食品产品技术要求

国食健注G20190479

威尔瑞牌蜂王浆银杏叶片

【原料】 蜂王浆冻干粉、银杏叶提取物

【辅料】 微晶纤维素、羧甲基淀粉钠、交联羧甲基纤维素钠、硬脂酸镁

【生产工艺】 本品经过筛、混合、压片、包装等主要工艺加工制成。

【直接接触产品包装材料种类、名称及标准】

口服固体药用高密度瓶应符合YBB00122002的规定。口服固体药用低密度聚乙烯防潮组合瓶盖应符合YBB00172004的规定。

【感官要求】 应符合表1的规定。

表1 感官要求

| 项 目   | 指 标             |
|-------|-----------------|
| 色泽    | 淡黄色，有棕色斑点       |
| 滋味、气味 | 具本品固有的滋味、气味，无异味 |
| 性状    | 片剂，完整光洁         |
| 杂质    | 无正常视力可见外来异物     |

【鉴别】 无

【理化指标】 应符合表2的规定。

表2 理化指标

| 项 目        | 指 标   | 检测方法      |
|------------|-------|-----------|
| 蛋白质，g/100g | ≥12.0 | GB 5009.5 |
| 水分，g/100g  | ≤5.0  | GB 5009.3 |
| 灰分，g/100g  | ≤5.0  | GB 5009.4 |

|                |      |             |
|----------------|------|-------------|
| 崩解时限, min      | ≤60  | 《中华人民共和国药典》 |
| 铅（以Pb计），mg/kg  | ≤0.5 | GB 5009.12  |
| 总砷(以As计)，mg/kg | ≤0.3 | GB 5009.11  |
| 总汞(以As计)，mg/kg | ≤0.3 | GB 5009.17  |

【微生物指标】应符合表3的规定。

表3 微生物指标

| 项 目          | 指 标    | 检测方法               |
|--------------|--------|--------------------|
| 菌落总数, CFU/g  | ≤30000 | GB 4789.2          |
| 大肠菌群, MPN/g  | ≤0.92  | GB 4789.3 “MPN计数法” |
| 霉菌和酵母, CFU/g | ≤50    | GB 4789.15         |
| 沙门氏菌         | ≤0/25g | GB 4789.4          |
| 金黄色葡萄球菌      | ≤0/25g | 5GB 4789.10        |

【标志性成分含量测定】应符合表4的规定。

表4 标志性成分含量测定

| 项 目                 | 指 标  | 检测方法                               |
|---------------------|------|------------------------------------|
| 10-羟基-2-癸烯酸, g/100g | ≥2.0 | 1 10-羟基-2-癸烯酸的测定                   |
| 总黄酮(以芦丁计), g/100g   | ≥0.9 | 2 总黄酮的测定                           |
| 银杏内酯, g/100g        | ≥0.4 | 按《中华人民共和国药典》中“银杏叶提取物”项下“含量测定”规定的方法 |

## 1 10-羟基-2-癸烯酸的测定

1.1 原理：蜂王浆制品中10-羟基- $\alpha$ -癸烯酸（10-HDA）用甲醇提取，于高效液相色谱仪中反相分离后，紫外检测器检测，以外标法定量。

### 1.2 仪器

1.2.1 高效液相色谱仪（附紫外检测器）。

1.2.2 超声波振荡器。

1.2.3 微孔过滤器（滤膜0.45 $\mu$ m）。

### 1.3 试剂

1.3.1 甲醇：色谱纯。

1.3.2 水：三蒸水。

1.3.3 磷酸：优级纯。

1.3.4 10-羟基- $\alpha$ -癸烯酸（10-HDA）标准品：购自中国食品药品检定研究院。

1.3.5 标准溶液：准确称取10-羟基- $\alpha$ -癸烯酸标准品12.5mg，置于25mL容量瓶中，用甲醇溶解，摇匀，并稀释至刻度，此储备液每1mL含10-羟基- $\alpha$ -癸烯酸0.5mg。

### 1.4 色谱条件

- 1.4.1 色谱柱：ODS  $C_{18}$ 柱，250mm×4.6mm，5 $\mu$ m。
- 1.4.2 流动相：甲醇+水+磷酸（50：50：0.2，V/V/V）。
- 1.4.3 检测波长：210nm。
- 1.4.4 灵敏度：0.001。
- 1.4.5 流速：1mL/min。
- 1.4.6 进样量：10~20 $\mu$ L。

## 1.5 测定步骤

1.5.1 样品处理：准确称取100~200mg样品，置于25mL容量瓶中，加甲醇溶解并稀释至刻度，超声波振荡助溶，过滤，弃去初滤液，准确吸取0.1~0.2mL续滤液，置于10mL容量瓶中，用甲醇稀释至刻度。

1.5.2 标准曲线的绘制：分别准确吸取储备液0.1、0.2、0.3、0.4、0.6mL，置于10mL容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，使10-HDA浓度为5、10、15、20、30 $\mu$ g/mL，各取10 $\mu$ L注入高效液相色谱仪中，以10-HDA峰面积为纵坐标、标准浓度为横坐标绘制标准曲线。

1.5.3 样品测定：以上样品提取液经滤膜（0.45 $\mu$ m）精滤后，取10~20 $\mu$ L于高效液相色谱仪进行测定，记录组分峰面积，在标准曲线上查出相应的10-HDA的质量。

## 1.6 结果计算

$$X = \frac{c \times n \times 100}{m \times 10^6}$$

式中：

X—样品中10-HDA的含量，g/100g（mL）；

c—由标准曲线上查出的相应10-HDA质量， $\mu$ g；

n—样液稀释倍数；

m—样品质量，g或mL；

$10^6$ — $\mu$ g换算成g的换算系数。

## 2 总黄酮的测定

### 2.1 试剂

2.1.1 聚酰胺粉。

2.1.2 芦丁标准溶液：称取5.0mg芦丁，加甲醇溶解并定容至100mL，即得50 $\mu$ g/mL。

2.1.3 乙醇：分析纯。

2.1.4 甲醇：分析纯。

### 2.2 分析步骤

2.2.1 试样处理：称取0.6g（精确至0.0001g）混合均匀的试样，加乙醇定容至25mL，摇匀后，超声提取20min，放置，吸取上清液1.0mL，于蒸发皿中，加1g聚酰胺粉吸附，于水浴上挥去乙醇，然后转入层析柱。先用20mL苯洗，苯液弃去，然后用甲醇洗脱黄酮，定容至25mL。此液于波长360nm测定吸收值。同时以芦丁为标准品，测定标准曲线，求回归方程，计算试样中总黄酮含量。

2.2.2 芦丁标准曲线：吸取芦丁标准溶液0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0mL于10mL比色管中，加甲醇至刻度，摇匀，于波长360nm比色。求回归方程，计算试样中总黄酮含量。

### 2.3 计算和结果表示：

$$X = \frac{A \times V_2 \times 100}{V_1 \times M \times 1000 \times 1000}$$

式中：

X—试样中总黄酮的含量，g/100g；

A—由标准曲线算得被测液中黄酮量， $\mu$ g；

M—试样质量，g；

$V_1$ —测定用试样体积，mL；

$V_2$ ——试样定容总体积，mL。

【装量或重量差异指标/净含量及允许负偏差指标】

应符合《中华人民共和国药典》中“制剂通则”项下“片剂”的规定。

【原辅料质量要求】

1. 蜂王浆冻干粉:应符合GB/T 21532《蜂王浆冻干粉》的规定。

2. 银杏叶提取物

| 项 目            | 指 标                                                                                               |
|----------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 来源             | 银杏叶<br>应符合《中华人民共和国药典》的规定                                                                          |
| 制法             | 经提取（8、6、6倍70%乙醇分别回流提取3次，每次分别3、2、1h）、过滤、浓缩、萃取（乙酸乙酯2次，六号轻汽油3次）、真空干燥（0.06~0.08MPa，>95℃）、粉碎、包装等主要工艺制成 |
| 提取率，%          | 约6                                                                                                |
| 感官要求           | 浅棕色至棕褐色粉末，无结块，无霉变                                                                                 |
| 乙酸乙酯残留，%       | 0.5                                                                                               |
| 总黄酮醇苷，%        | 11~20                                                                                             |
| 萜类内酯，%         | 4.0~10.0                                                                                          |
| 水分，g/100g      | ≤5.0                                                                                              |
| 灰分，g/100g      | ≤2.0                                                                                              |
| 铅（以Pb计），mg/kg  | ≤2.0                                                                                              |
| 总砷(以As计)，mg/kg | ≤1.0                                                                                              |
| 总汞(以Hg计)，mg/kg | ≤0.3                                                                                              |
| 细菌总数，CFU/g     | ≤1000                                                                                             |
| 大肠菌群，MPN/g     | ≤0.92                                                                                             |
| 霉菌和酵母，CFU/g    | ≤100                                                                                              |
| 沙门氏菌           | 不得检出                                                                                              |
| 金黄色葡萄球菌        | 不得检出                                                                                              |
| 总银杏酸，mg/kg     | ≤10                                                                                               |
| 槲皮素，mg/kg      | ≤10                                                                                               |
| 山柰素，mg/kg      | ≤10                                                                                               |
| 异鼠李素，mg/kg     | ≤4                                                                                                |

3. 微晶纤维素:应符合《中华人民共和国药典》的规定。

4. 羧甲基淀粉钠:应符合《中华人民共和国药典》的规定。

5. 交联羧甲基纤维素钠:应符合《中华人民共和国药典》的规定。

6. 硬脂酸镁:应符合《中华人民共和国药典》的规定。

---