

银杏叶提取物

Yinxingye Tiquwu

GINKGO LEAVES EXTRACT

本品为银杏科植物银杏 *Ginkgo biloba* L. 的干燥叶经加工制成的提取物。

【制法】取银杏叶，粉碎，用稀乙醇加热回流提取，合并提取液，回收乙醇并浓缩至适量，加在已处理好的大孔吸附树脂柱上，依次用水及不同浓度的乙醇洗脱，收集相应的洗脱液，回收乙醇，喷雾干燥；或回收乙醇，浓缩成稠膏，真空干燥，粉碎，即得。

【性状】本品为浅棕黄色至棕褐色的粉末；味微苦。

【鉴别】(1) 取本品 0.2g，加正丁醇 15ml，置水浴中温浸 15 分钟并时时振摇，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加乙醇 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取银杏叶对照提取物 0.2g，同法制成对照提取物溶液。照薄层色谱法（附录 VI B）试验，吸取上述两种溶液各 1 μ l，分别点于同一含 4% 醋酸钠的羧甲基纤维素钠溶液为黏合剂的硅胶 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，取出，晾干，喷以 3% 三氯化铝乙醇溶液，在紫外光（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照提取物色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

(2) 取本品，照〔含量测定〕萜类内酯项下的方法试验，供试品色谱中应呈现与银杏叶总内酯对照提取物色谱峰保留时间相对应的色谱峰。

【检查】水分 不得过 5.0%（附录 IX H 第一法）。

炽灼残渣 不得过 0.8%（附录 IX J）。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣，依法检查（附录 IX E），不得过百万分之二十。

黄酮苷元峰面积比 按〔含量测定〕项下的总黄酮醇苷色谱计算，槲皮素与山柰素的峰面积比应为 0.8~1.2，异鼠李素与槲皮素的峰面积比值应大于 0.15。

总银杏酸 照高效液相色谱法（附录 VI D）测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（柱长为 150mm，柱内径为 4.6mm，粒径为 5 μ m）；以含 0.1% 三氟乙酸的乙腈为流动相 A，含 0.1% 三氟乙酸的水为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为 310nm。理论板数按白果新酸峰计算应不低于 4000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~30	75→90	25→10
30~35	90	10
35~36	90→75	10→25
36~45	75	25

对照品溶液的制备 取白果新酸对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 1 μ g 的溶液，作为对照品溶液；另取总银杏酸对照品适量，用甲醇制成每 1ml 含 20 μ g 的溶液，作为定位用对照溶液。

供试品溶液的制备 取本品粉末约 2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 10ml，称定重量，超声使其溶解，放冷，用甲醇补足缺失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 精密吸取供试品溶液、对照品溶液及定位用对照溶液各 50 μ l，注入液相色谱仪，计算供试品溶液中与总银杏酸对照品相应色谱峰的总峰面积，以白果新酸对照品外标法计算总银杏酸含量，即得。

本品含总银杏酸不得过百万分之十。

【含量测定】总黄酮醇苷 照高效液相色谱法（附录 VI D）测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-0.4%磷酸溶液(50:50)为流动相；检测波长为 360nm。理论板数按槲皮素峰计算应不低于 2500。

对照品溶液的制备 取槲皮素对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 30 μ g 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品约 35mg，精密称定，加甲醇-25%盐酸溶液(4:1)的混合溶液 25ml，置水浴中加热回流 30 分钟，迅速冷却至室温，转移至 50ml 量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，以槲皮素对照品的峰面积为对照，分别按下表相对应的校正因子计算槲皮素、山柰素和异鼠李素的含量，用待测成分色谱峰与槲皮素色谱峰的相对保留时间确定槲皮素、山柰素和异鼠李素的峰位，其相对保留时间应在规定值的 $\pm 5\%$ 范围之内（若相对保留时间偏离超过 5%，则应以相应的被替代对照品确证为准），

即得。相对保留时间及校正因子 (F) 见下表:

待测成分 (峰)	相对保留时间	F
槲皮素	1.00	1.0000
山柰素	1.77	1.0020
异鼠李素	2.00	1.0890

总黄酮醇苷含量 = (槲皮素含量 + 山柰素含量 + 异鼠李素含量) $\times 2.51$

本品按干燥品计, 含总黄酮醇苷不得少于 24.0%。

萜类内酯 照高效液相色谱法 (附录 VI D) 测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 以正丙醇-四氢呋喃-水 (1:15:84) 为流动相; 用蒸发光散射检测器检测。理论板数按白果内酯峰计算应不低于 2500。

对照提取物溶液的制备 取银杏叶总内酯对照提取物适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1ml 含 2.5mg 的溶液, 即得。

供试品溶液的制备 取本品约 0.15g, 精密称定, 加水 10ml, 置水浴中温热使溶散, 加 2% 盐酸溶液 2 滴, 用乙酸乙酯振摇提取 4 次 (15ml、10ml、10ml、10ml), 合并提取液, 用 5% 醋酸钠溶液 20ml 洗涤, 分取醋酸钠液, 再用乙酸乙酯 10ml 洗涤, 合并乙酸乙酯提取液及洗涤液, 用水洗涤 2 次, 每次 20ml, 分取水液, 用乙酸乙酯 10ml 洗涤, 合并乙酸乙酯液, 回收溶剂至干, 残渣用甲醇溶解并转移至 5ml 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

测定法 分别精密吸取对照提取物溶液 5 μ l、10 μ l, 供试品溶液 5~10 μ l, 注入液相色谱仪, 测定, 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。

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%。

【贮藏】 遮光, 密封。

【制剂】 银杏叶制剂。