

銀杏葉



圖 1 銀杏葉外觀圖

1. 名稱

藥材正名：Folium Ginkgo

中文名：銀杏葉

漢語拼音名：Yinxingye

2. 來源

本品為銀杏科植物銀杏 *Ginkgo biloba* L. 的乾燥葉。秋季葉尚綠時採收，及時乾燥。

3. 性狀

本品黃綠色至淺棕黃色，呈扇形，具二叉狀平行脈，長3.5-12 cm，寬3-15 cm，2分裂，多皺折或破碎。上緣呈不規則的波狀彎曲，葉基楔形，葉柄長2-8 cm。體輕，氣微，味微苦(圖1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

橫切面

葉柄：表皮細胞1列，排列整齊，外被角質層，有時可見內陷氣孔。表皮下和角隅處有厚角組織。周圍分佈有分泌道。韌皮部含草酸鈣簇晶。維管束外韌型，成對排列(圖2)。

葉片：上表皮細胞1列，外被角質層。兩個維管束之間常存在一個離生分泌道。葉肉細胞中含葉綠素，有的細胞內含草酸鈣簇晶。維管束近等距離分佈於葉肉中，維管束內有少數纖維。下表皮細胞1列，可見內陷氣孔(圖2)。

粉末

黃綠色。草酸鈣簇晶散在，直徑23-55 μm ，偏光顯微鏡下呈多彩狀；管胞單個或數個相連，具緣紋孔，直徑8-14 μm ；纖維單個或成束，直徑10-20 μm ；葉上表皮細胞類長方形，可長達108 μm ，闊達56 μm ，外壁呈波狀彎曲；氣孔沉陷於表皮細胞下(圖3)。

4.2 薄層色譜鑒別 [附錄IV(A)]

對照品溶液

白果內酯對照品溶液

取白果內酯對照品(圖4) 1.0 mg，溶解於1 mL 甲醇中。

銀杏內酯A對照品溶液

取銀杏內酯A對照品(圖4) 1.0 mg，溶解於1 mL 甲醇中。

銀杏內酯B對照品溶液

取銀杏內酯B對照品(圖4) 1.0 mg，溶解於1 mL 甲醇中。

銀杏內酯C對照品溶液

取銀杏內酯C對照品(圖4) 1.0 mg，溶解於1 mL 甲醇中。

銀杏內酯J對照品溶液

取銀杏內酯J對照品(圖4) 1.0 mg，溶解於1 mL 甲醇中。

展開劑

製備環己烷-乙酸乙酯-丙酮-甲醇(10:8:8:0.6, v/v)的混合溶液。

顯色劑

醋酐。

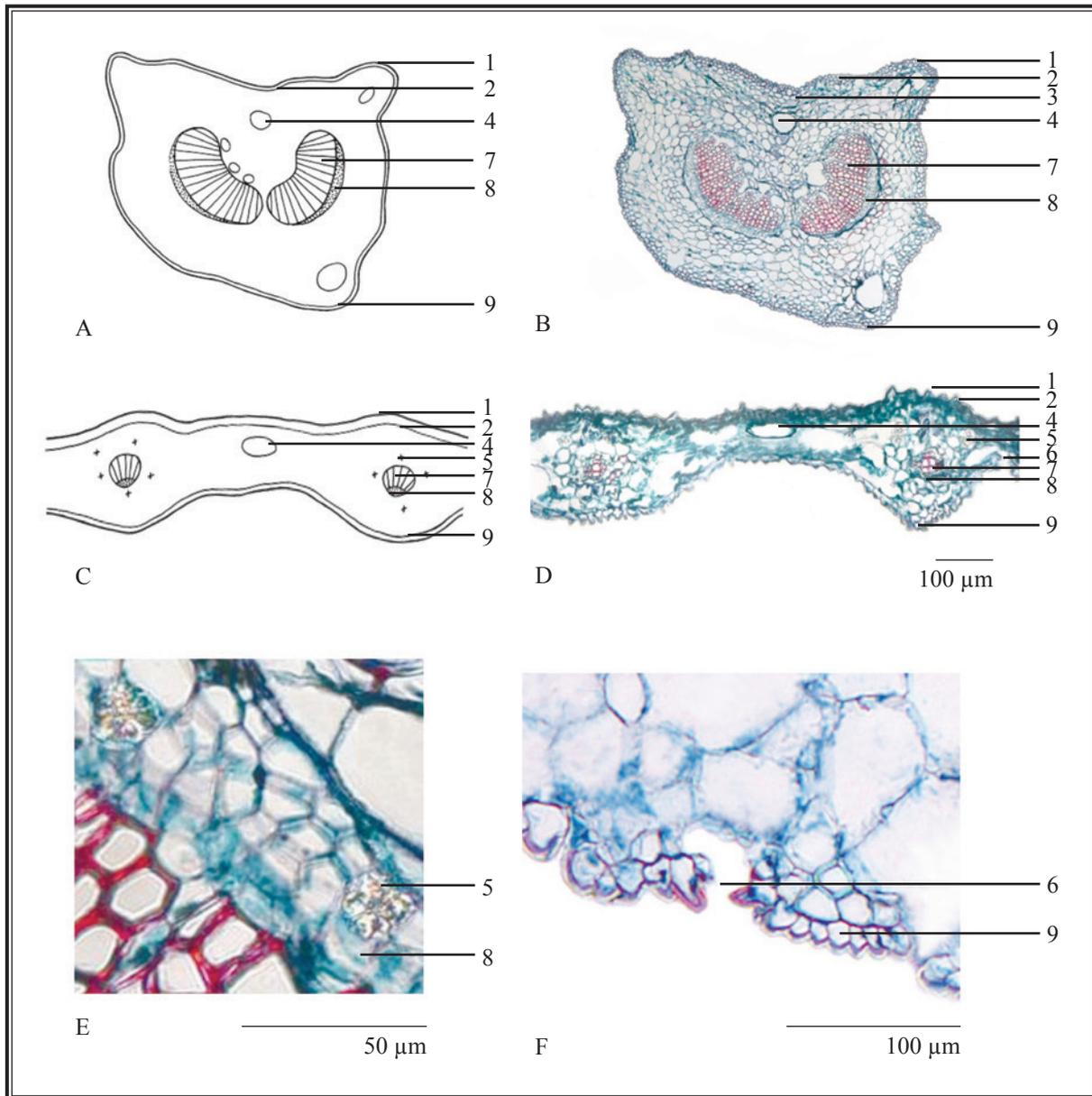


圖 2 銀杏葉橫切面顯微特徵圖

A. 葉柄簡圖 B. 葉柄橫切面圖 C. 葉片簡圖 D. 葉片橫切面圖

E. 葉柄維管束 F. 下表皮氣孔

- 1. 角質層 2. 上表皮 3. 厚角組織 4. 分泌道 5. 草酸鈣簇晶 6. 氣孔
- 7. 木質部 8. 韌皮部 9. 下表皮

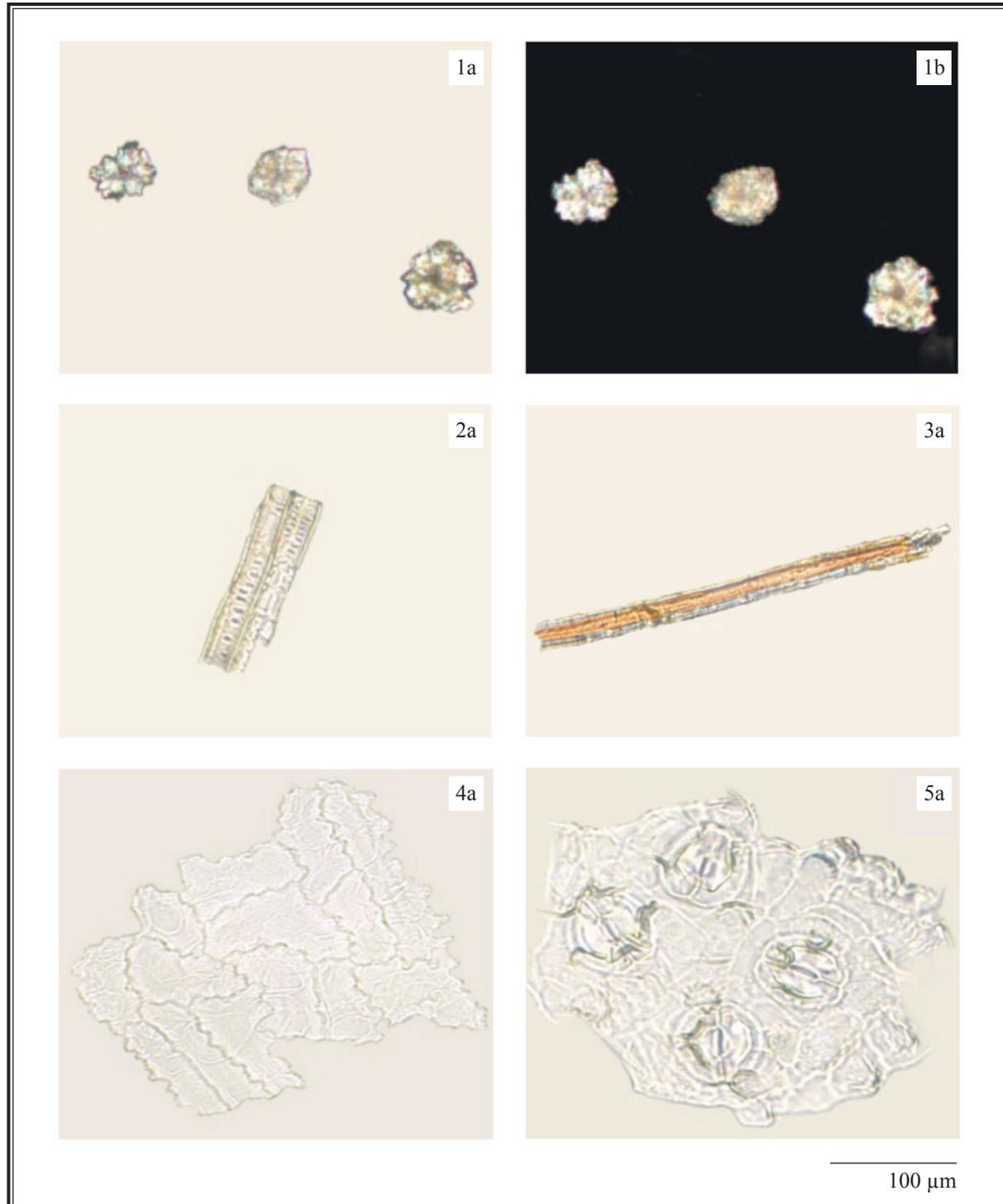


圖 3 銀杏葉粉末顯微特徵圖
 1. 草酸鈣簇晶 2. 管胞 3. 纖維 4. 上表皮細胞 5. 鑲嵌在下表皮細胞中的氣孔
 a. 光學顯微鏡下特徵 b. 偏光顯微鏡下特徵

供試品溶液

取本品粉末 2.0 g，置 50-mL 離心管中，加 10% 甲醇 20 mL，超聲 (240 W) 處理 30 分鐘，濾過，取濾液轉移於 50-mL 錐形瓶中，用 2% 甲醇 5 mL 洗滌殘渣，濾過，取洗液轉移於同一錐形瓶中，載入預先分別用甲醇 10 mL 和 2% 甲醇 10 mL 預處理的十八烷基鍵合硅膠 (ODS) 固相萃取柱 (6 mL, 1000 mg)，收集洗脫液，轉移於 50-mL 圓底燒瓶中，再用 50% 甲醇 10 mL 洗脫，收集洗脫液，轉移於同一圓底燒瓶中，用旋轉蒸發器於 80°C 減壓蒸乾。殘渣溶於 2 mL 甲醇，超聲 (240 W) 處理 5 分鐘，用 0.45- μ m 微孔濾膜 (nylon) 濾過，即得。

操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取白果內酯、銀杏內酯 A、銀杏內酯 B、銀杏內酯 C、銀杏內酯 J 對照品溶液各 1 μ L 和供試品溶液 5 μ L，點於同一高效硅膠 F₂₅₄ 薄層板上 [預先浸入 5% (w/v) 醋酸鈉溶液 20 秒，晾乾，在 70 °C 加熱 30 分鐘。置乾燥器中放冷]。將薄層板置雙槽層析缸一槽中，加上述新製備的展開劑於另一槽內，預先飽和 15 分鐘，再將展開劑小心傾入置薄層板的槽中，展開約 8 cm，取出，標記溶劑前沿，晾乾。在醋酐蒸氣中燻約 15 分鐘，在約 140 °C 加熱約 30 分鐘。置紫外光 (366 nm) 下檢視，並計算 R_f 值。

供試品色譜應顯出與白果內酯、銀杏內酯 A、銀杏內酯 B、銀杏內酯 C 和銀杏內酯 J 色澤相同、R_f 值相應的特徵斑點或條帶。

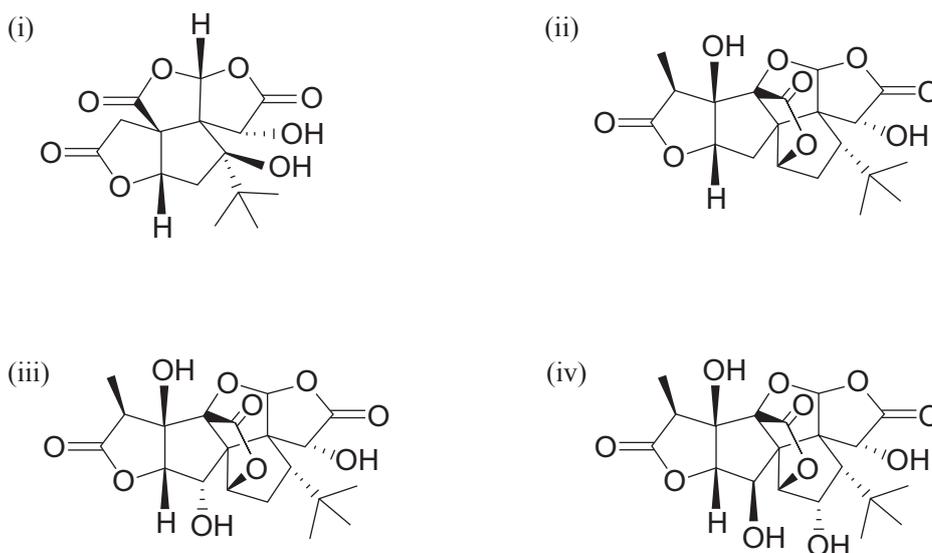


圖 4 化學結構式 (i) 白果內酯 (ii) 銀杏內酯 A (iii) 銀杏內酯 B (iv) 銀杏內酯 C

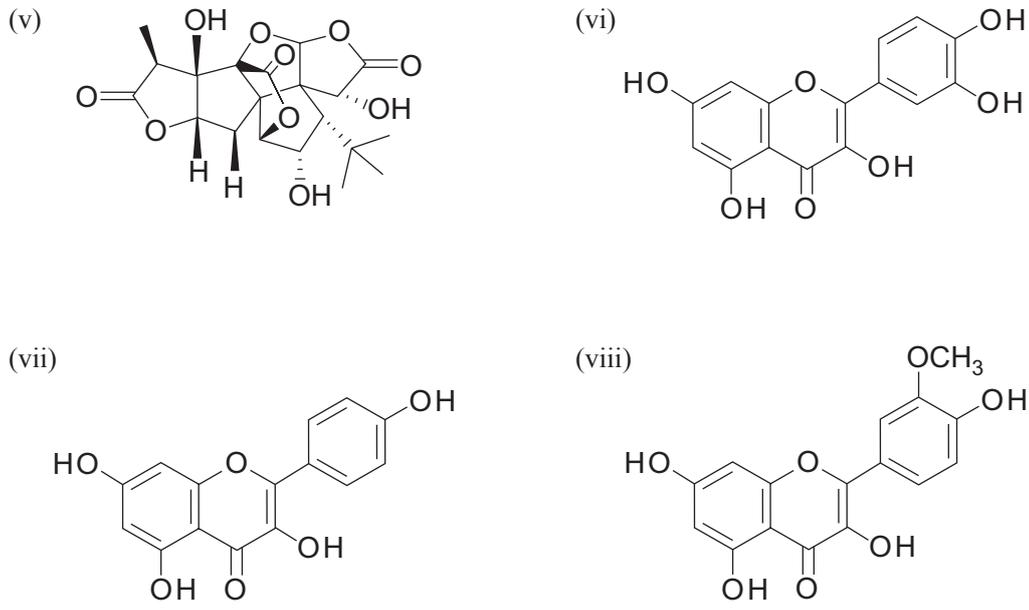


圖 4 化學結構式 (v) 銀杏內酯J (vi) 槲皮素 (vii) 山柰素 (viii) 異鼠李素

4.3 高效液相色譜指紋圖譜法 (附錄 XII)

對照品溶液

白果內酯對照品溶液 *Std-FP* (540 mg/L)

取白果內酯對照品 5.4 mg，溶解於 10 mL 50% 甲醇中。

銀杏內酯 A 對照品溶液 *Std-FP* (300 mg/L)

取銀杏內酯 A 對照品 3.0 mg，溶解於 10 mL 50% 甲醇中。

銀杏內酯 B 對照品溶液 *Std-FP* (240 mg/L)

取銀杏內酯 B 對照品 2.4 mg，溶解於 10 mL 50% 甲醇中。

銀杏內酯 C 對照品溶液 *Std-FP* (240 mg/L)

取銀杏內酯 C 對照品 2.4 mg，溶解於 10 mL 50% 甲醇中。

銀杏內酯 J 對照品溶液 *Std-FP* (180 mg/L)

取銀杏內酯 J 對照品 1.8 mg，溶解於 10 mL 50% 甲醇中。

試劑

磷酸鹽緩衝液

取磷酸氫二鈉 1.19 g 和磷酸二氫鉀 8.25 g，溶解於 1000 mL 水，用磷酸調 pH 值至 5.8。

供試品溶液

取本品粉末 2.5 g，置 50-mL 離心管中，加 90% 甲醇 40 mL，超聲 (240 W) 處理 30 分鐘，離心 5 分鐘 (約 4500 × g)。取上清液轉移於 500-mL 圓底燒瓶中，重覆提取 2 次，合併提取液，用旋轉蒸發器於約 50 °C 減壓蒸乾。殘渣溶於 10 mL 磷酸鹽緩衝液，超聲 (240 W) 處理 5 分鐘，載入層析用硅藻土固相淨化柱 (能載 20 mL 溶液)，重覆洗滌圓底燒瓶 2 次，每次用 5 mL 磷酸鹽緩衝液，載入淨化柱。15 分鐘後用乙酸乙酯 100 mL 洗脫，收集洗脫液於 200-mL 圓底燒瓶中，用旋轉蒸發器於約 50 °C 減壓蒸乾。殘渣溶於 5 mL 甲醇，轉移於 10-mL 量瓶中，用 5 mL 水洗滌燒瓶並轉移於同一量瓶中，超聲 (240 W) 處理 15 分鐘，加 50% 甲醇至刻度，用 0.45- μ m 微孔濾膜 (PTFE) 濾過，即得。

色譜系統

液相色譜：蒸發光散射檢測器 [漂移管溫度：102 °C；霧化氣 (N₂) 流速：2.8 L/min]；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠 (5 μ m) 填充柱；流速約 1.0 mL/min。色譜洗脫程序如下 (表 1)：

表 1 色譜洗脫條件

時間 (分鐘)	水 (%, v/v)	甲醇 (%, v/v)	洗脫
0 – 45	75 → 52	25 → 48	綫性梯度

系統適用性要求

分別吸取白果內酯、銀杏內酯 A、銀杏內酯 B、銀杏內酯 C 和銀杏內酯 J 對照品溶液 Std-FP 各 20 μ L，注入液相色譜儀，至少重複 5 次。系統適用性參數的要求如下：白果內酯、銀杏內酯 A、銀杏內酯 B、銀杏內酯 C 和銀杏內酯 J 的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%；白果內酯、銀杏內酯 A、銀杏內酯 B、銀杏內酯 C 和銀杏內酯 J 峰的保留時間相對標準偏差均應不大於 2.0%；理論塔板數按白果內酯、銀杏內酯 A、銀杏內酯 B、銀杏內酯 C 和銀杏內酯 J 峰計算均應分別不低於 15000、35000、40000、20000 和 20000。

供試品測試中白果內酯、銀杏內酯 A、銀杏內酯 B、銀杏內酯 C 和銀杏內酯 J 峰與鄰近峰之間的分離度均應不低於 1.5 (圖 5)。

操作程序

分別吸取白果內酯、銀杏內酯A、銀杏內酯B、銀杏內酯C和銀杏內酯J對照品溶液 Std-FP 和供試品溶液各 20 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。測定對照品溶液 Std-FP 色譜圖中白果內酯、銀杏內酯A、銀杏內酯B、銀杏內酯C和銀杏內酯J峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中5個特徵峰(圖5)的保留時間。在相同液相色譜條件下，與相對照品溶液 Std-FP 色譜圖中各峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中白果內酯、銀杏內酯A、銀杏內酯B、銀杏內酯C和銀杏內酯J峰。二色譜圖中白果內酯、銀杏內酯A、銀杏內酯B、銀杏內酯C和銀杏內酯J峰相應的保留時間相差均應不大於 2.0%。

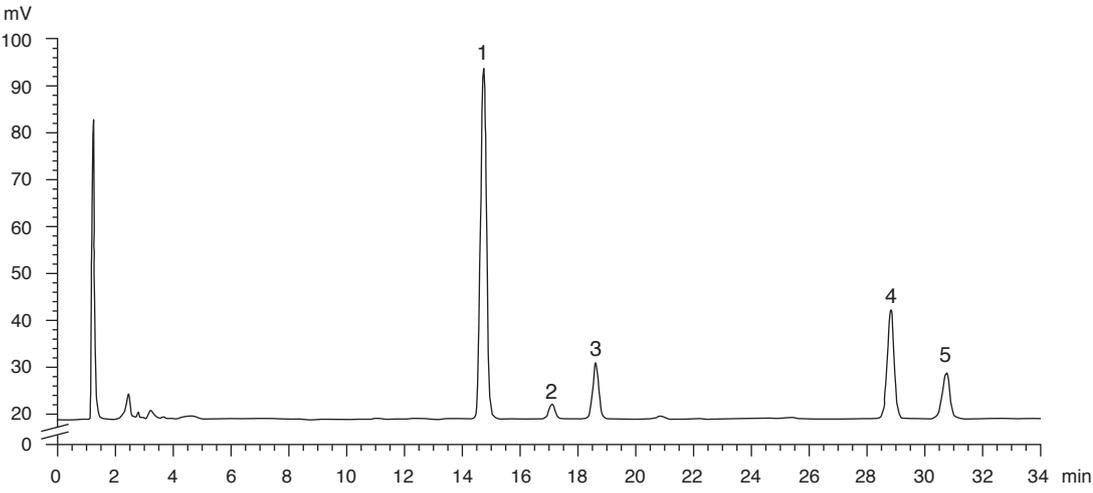


圖5 銀杏葉提取液對照指紋圖譜

供試品色譜圖中應有以上的5個特徵峰(峰1為白果內酯；峰2為銀杏內酯J；峰3為銀杏內酯C；峰4為銀杏內酯A；峰5為銀杏內酯B)，與對照品溶液相應色譜峰的保留時間均應一致(圖5)。

5. 檢查

5.1 重金屬 (附錄 V)：應符合有關規定。

5.2 農藥殘留 (附錄 VI)：應符合有關規定。

5.3 霉菌毒素 (附錄 VII) : 應符合有關規定。

5.4 二氧化硫殘留 (附錄 XVIII) : 應符合有關規定。

5.5 雜質 (附錄 VIII) : 不多於 2.0%。

5.6 灰分 (附錄 IX)

總灰分 : 不多於 12.5%。

酸不溶性灰分 : 不多於 2.0%。

5.7 水分 (附錄 X) : 不多於 12.0%。

6. 浸出物 (附錄 XI)

水溶性浸出物 (冷浸法) : 不少於 20.0%。

醇溶性浸出物 (熱浸法) : 不少於 24.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV(B) 進行。

7.1 槲皮素、山柰素和異鼠李素的總含量測定

對照品溶液

槲皮素、山柰素和異鼠李素混合對照品儲備液 *Std-Stock* (槲皮素和山柰素各 100 mg/L, 異鼠李素 40 mg/L)

精密稱取槲皮素對照品 (圖 4) 和山柰素對照品 (圖 4) 各 5.0 mg 和異鼠李素對照品 2.0 mg (圖 4), 溶解於 50 mL 甲醇中。

槲皮素、山柰素和異鼠李素混合對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取槲皮素、山柰素和異鼠李素混合對照品儲備液適量, 以甲醇稀釋製成含槲皮素和山柰素各分別為 2.5、10、20、30、40 mg/L, 異鼠李素為 1、4、8、12、16 mg/L 系列的混合對照品溶液。

供試品溶液

精密稱取本品粉末 1.0 g，置 250-mL 圓底燒瓶中，加乙醇-水-鹽酸 (50:20:8, v/v) 的混合溶液 80 mL，加熱回流 1 小時，放冷至室溫，離心 5 分鐘 (約 4000 × g)。取上清液轉移於 100-mL 量瓶中。殘渣加 20 mL 甲醇，超聲 (240 W) 處理 30 分鐘，離心 5 分鐘 (約 4000 × g)。取上清液轉移於同一量瓶中，加甲醇至刻度，用 0.45- μ m 微孔濾膜 (PTFE) 濾過，即得。

色譜系統

液相色譜：二極管陣列檢測器，檢測波長 365 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠 (5 μ m) 填充柱；流速約 1.0 mL/min。流動相為 0.2% 磷酸-甲醇 (47:53, v/v) 的混合溶液；流程約 30 分鐘。

系統適用性要求

將槲皮素、山柰素和異鼠李素對照品溶液 Std-AS (槲皮素和山柰素各 10 mg/L，異鼠李素 4 mg/L) 20 μ L，注入液相色譜儀，至少重複 5 次。系統適用性參數的要求如下：槲皮素、山柰素和異鼠李素的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%；槲皮素、山柰素和異鼠李素峰的保留時間相對標準偏差均應不大於 2.0%；理論塔板數按槲皮素、山柰素和異鼠李素峰計算均應分別不低於 6500、9000 和 8500。

供試品測試中槲皮素、山柰素和異鼠李素峰與鄰近峰之間的分離度均應不低於 1.5。

標準曲綫

將槲皮素、山柰素和異鼠李素系列對照品溶液 Std-AS 各 20 μ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以槲皮素、山柰素和異鼠李素的峰面積與相應濃度作圖，從相應 5 點的標準曲綫得斜率、截距與相關系數。

操作程序

將供試品溶液 20 μ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與槲皮素、山柰素和異鼠李素對照品溶液 Std-AS 色譜圖中各成份峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中槲皮素、山柰素和異鼠李素峰。二色譜圖中槲皮素、山柰素和異鼠李素相應峰的保留時間相差均應不大於 2.0%。測定峰面積，按附錄 IV (B) 公式計算供試品溶液中槲皮素、山柰素和異鼠李素的濃度 (mg/L)，並計算樣品中槲皮素、山柰素和異鼠李素的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含槲皮素(C₁₅H₁₀O₇)、山柰素(C₁₅H₁₀O₆)和異鼠李素(C₁₆H₁₂O₇)的總量不少於0.22%。

7.2 白果內酯、銀杏內酯A、銀杏內酯B、銀杏內酯C和銀杏內酯J的總含量測定

對照品溶液

白果內酯、銀杏內酯A、銀杏內酯B、銀杏內酯C和銀杏內酯J混合對照品儲備液 *Std-Stock* (白果內酯900 mg/L、銀杏內酯A 500 mg/L、銀杏內酯B和銀杏內酯C各400 mg/L和銀杏內酯J 300 mg/L)

精密稱取白果內酯對照品4.5 mg、銀杏內酯A對照品2.5 mg、銀杏內酯B對照品2.0 mg、銀杏內酯C對照品2.0 mg和銀杏內酯J對照品1.5 mg，溶解於5 mL 50%甲醇中。超聲(240 W)處理使其溶解。

白果內酯、銀杏內酯A、銀杏內酯B、銀杏內酯C和銀杏內酯J混合對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取白果內酯、銀杏內酯A、銀杏內酯B、銀杏內酯C和銀杏內酯J混合對照品儲備液適量，以50%甲醇稀釋製成含白果內酯為234、360、540、720、900 mg/L；銀杏內酯A為130、200、300、400、500 mg/L；銀杏內酯B和銀杏內酯C各分別為104、160、240、320、400 mg/L和銀杏內酯J為78、120、180、240、300 mg/L系列的混合對照品溶液。

試劑

磷酸鹽緩衝液

取磷酸氫二鈉1.19 g和磷酸二氫鉀8.25 g，溶解於1000 mL水，用磷酸調pH值至5.8。

供試品溶液

精密稱取本品粉末2.5 g，置50-mL離心管中，加90%甲醇40 mL，超聲(240 W)處理30分鐘，離心5分鐘(約4500 × g)。取上清液轉移於500-mL圓底燒瓶中，重覆提取2次，合併提取液，用旋轉蒸發器於約50 °C減壓蒸乾。殘渣溶於10 mL磷酸鹽緩衝液，超聲(240 W)處理5分鐘，載入層析用硅藻土固相淨化柱(能載20 mL溶液)，重覆洗滌圓底燒瓶2次，每次用5 mL磷酸鹽緩衝液，載入淨化柱。15分鐘後用乙酸乙酯100 mL洗脫，收集洗脫液於200-mL圓底燒瓶中，用旋轉蒸發器於約50 °C減壓蒸乾。殘渣溶

於 5 mL 甲醇，轉移於 10-mL 量瓶中，用 5 mL 水洗滌燒瓶並轉移於同一量瓶中，超聲 (240 W) 處理 15 分鐘，加 50% 甲醇至刻度，用 0.45- μ m 微孔濾膜 (PTFE) 濾過，即得。

色譜系統

液相色譜：蒸發光散射檢測器 [漂移管溫度：102°C；霧化氣 (N₂) 流速：2.8 L/min]；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠 (5 μ m) 填充柱；流速約 1.0 mL/min。色譜洗脫程序如下 (表 2)：

表 2 色譜洗脫條件

時間 (分鐘)	水 (%, v/v)	甲醇 (%, v/v)	洗脫
0 – 10	75 → 52	25 → 48	綫性梯度

系統適用性要求

將白果內酯、銀杏內酯 A、銀杏內酯 B、銀杏內酯 C 和銀杏內酯 J 混合對照品溶液 Std-AS (白果內酯 540 mg/L、銀杏內酯 A 300 mg/L、銀杏內酯 B、銀杏內酯 C 各 240 mg/L 和銀杏內酯 J 180 mg/L) 20 μ L，注入液相色譜儀，至少重複 5 次。系統適用性參數的要求如下：白果內酯、銀杏內酯 A、銀杏內酯 B、銀杏內酯 C 和銀杏內酯 J 的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%；白果內酯、銀杏內酯 A、銀杏內酯 B、銀杏內酯 C 和銀杏內酯 J 峰的保留時間相對標準偏差均應不大於 2.0%；理論塔板數按白果內酯、銀杏內酯 A、銀杏內酯 B、銀杏內酯 C 和銀杏內酯 J 峰計算均應分別不低於 15000、35000、40000、20000 和 20000。

供試品測試中白果內酯、銀杏內酯 A、銀杏內酯 B、銀杏內酯 C 和銀杏內酯 J 峰與鄰近峰之間的分離度均應不低於 1.5。

標準曲綫

將白果內酯、銀杏內酯 A、銀杏內酯 B、銀杏內酯 C 和銀杏內酯 J 系列混合對照品溶液 Std-AS 各 20 μ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以白果內酯、銀杏內酯 A、銀杏內酯 B、銀杏內酯 C 和銀杏內酯 J 的峰面積與相應濃度的自然對數值作圖。從相應 5 點的標準曲得斜率、截距與相關系數。

操作程序

將供試品溶液 20 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與白果內酯、銀杏內酯 A、銀杏內酯 B、銀杏內酯 C 和銀杏內酯 J 混合對照品溶液 Std-AS 色譜圖中各成分峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中白果內酯、銀杏內酯 A、銀杏內酯 B、銀杏內酯 C 和銀杏內酯 J 峰。二色譜圖中白果內酯、銀杏內酯 A、銀杏內酯 B、銀杏內酯 C 和銀杏內酯 J 相應峰的保留時間相差均應不大於 2.0%。測定峰面積，按下列公式計算供試品溶液中白果內酯、銀杏內酯 A、銀杏內酯 B、銀杏內酯 C 和銀杏內酯 J 的濃度 (mg/L)：

$$\frac{\text{白果內酯 / 銀杏內酯 A / 銀杏內酯 B / 銀杏內酯 C / 銀杏內酯 J 的濃度 (mg/L)}}{\text{銀杏內酯 C / 銀杏內酯 J 的濃度 (mg/L)}} = e^{[Ln(A) - I]/m}$$

- 式中
- A = 供試品溶液中白果內酯 / 銀杏內酯 A / 銀杏內酯 B / 銀杏內酯 C / 銀杏內酯 J 的峰面積；
 - I = 白果內酯 / 銀杏內酯 A / 銀杏內酯 B / 銀杏內酯 C / 銀杏內酯 J 5 點標準曲綫的截距；
 - m = 白果內酯 / 銀杏內酯 A / 銀杏內酯 B / 銀杏內酯 C / 銀杏內酯 J 5 點標準曲綫的斜率。

按附錄 IV (B) 公式計算樣品中白果內酯、銀杏內酯 A、銀杏內酯 B、銀杏內酯 C 和銀杏內酯 J 的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含白果內酯 (C₁₅H₁₈O₈)、銀杏內酯 A (C₂₀H₂₄O₉)、銀杏內酯 B (C₂₀H₂₄O₁₀)、銀杏內酯 C (C₂₀H₂₄O₁₁) 和銀杏內酯 J (C₂₀H₂₄O₁₀) 的總量不少於 0.32%。

Aurantii Fructus
枳殼

Orpiment
雌黃

Cistanches Herba
仙茅 肉苁蓉

雄黃
Realgar

Houttuyniae Herba
魚腥草

墨旱蓮
Ecliptae Herba

Smilacis Glabrae Rhizoma
土茯苓

五味子

Calomelas

Curculiginis Rhizoma

前胡

Peucedani Radix

蛇床子

Cnidii Fructus

Scutellariae Barbatae Herba

半枝蓮

Sophorae Flavescentis Radix

苦參

Hydrargyri Oxydum Rubrum

Schisandrae Chinensis Fructus

紅粉

銀杏葉

Isatidis Radix

板藍根

補充資料

加入薄層色譜鑒別及高效液相色譜指紋圖譜法以供參閱：

1. 薄層色譜鑒別 [附錄 IV (A)]

對照品溶液

蘆丁對照品溶液

取蘆丁對照品 (圖 1) 1.5 mg，溶解於 1 mL 甲醇中。

展開劑

製備乙酸乙酯－水－甲酸－乙酸 (67.5:17.5:7.5:7.5, v/v) 的混合溶液。

顯色劑

顯色劑 1

取二苯基硼酸-2-氨基乙酯 0.1g，溶解於 10 mL 甲醇中。

顯色劑 2

取聚乙二醇 400 0.5 g，溶解於 10 mL 乙醇中。

供試品溶液

取本品粉末 1.0 g，置 50-mL 錐形瓶中，加甲醇 10 mL，超聲 (240 W) 處理 30 分鐘，濾過，即得。

操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取蘆丁對照品溶液 2 μ L 和供試品溶液 10 μ L，點於同一高效硅膠 F₂₅₄ 薄層板上。將薄層板置雙槽層析缸一槽中，加上上述新製備的展開劑於另一槽內，預先飽和 20 分鐘，再將展開劑傾入置薄層板的槽中，展開約 8.5 cm，取出，標記溶劑前沿，在約 105°C 加熱 (約 3 分鐘)。均勻噴上顯色劑 1 和顯色劑 2，晾乾，直至斑點或條帶清晰可見 (約 30 分鐘)。置紫外光 (366 nm) 下檢視，並計算 R_f 值。

供試品色譜應顯出與蘆丁色澤相同、R_f 值相應的特徵斑點或條帶。

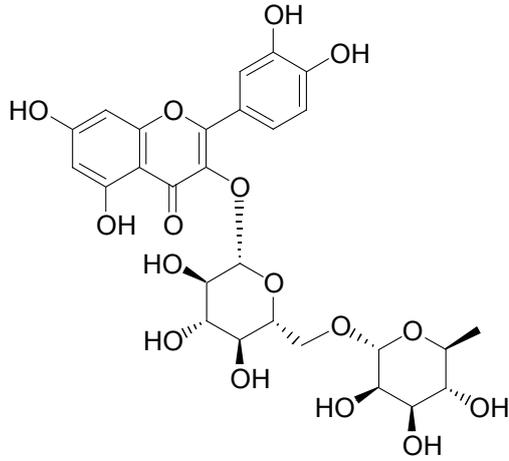


圖1 蘆丁化學結構式

2. 高效液相色譜指紋圖譜法(附錄 XII)

對照品溶液

蘆丁對照品溶液 *Std-FP* (60 mg/L)

取蘆丁對照品 0.6 mg，溶解於 10 mL 甲醇中。

供試品溶液

取本品粉末 1.0 g，置 50-mL 離心管中，加 60% 甲醇 20 mL，超聲 (240 W) 處理 30 分鐘，離心 10 分鐘 (約 4000 × g)，用 0.45- μ m 微孔濾膜 (PTFE) 濾過，即得。

色譜系統

液相色譜：二極管陣列檢測器，檢測波長 360 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠 (5 μ m) 填充柱；流速約 1.0 mL/min。色譜洗脫程序如下(表1)：

表1 色譜洗脫條件

時間 (分鐘)	0.1% 甲酸 (%, v/v)	甲酸：乙腈 (0.1：99.9, v/v) (%, v/v)	洗脫
0 – 40	90 → 74	10 → 26	綫性梯度
40 – 60	74 → 58	26 → 42	綫性梯度

系統適用性要求

吸取蘆丁對照品溶液 Std-FP 10 μ L，注入液相色譜儀，至少重複5次。系統適用性參數的要求如下：蘆丁的峰面積相對標準偏差應不大於5.0%；蘆丁峰的保留時間相對標準偏差應不大於2.0%；理論塔板數按蘆丁峰計算應不低於40000。

供試品測試中3號峰與鄰近峰之間的分離度應不低於1.5（圖2）。

操作程序

分別吸取蘆丁對照品溶液 Std-FP 和供試品溶液各10 μ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。測定對照品溶液 Std-FP 色譜圖中蘆丁峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中8個特徵峰（圖2）的保留時間。在相同液相色譜條件下，與相對照品溶液 Std-FP 色譜圖中蘆丁峰保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中蘆丁峰。二色譜圖中蘆丁峰的保留時間相差應不大於2.0%。按附錄 XII 公式計算特徵峰的相對保留時間。

銀杏葉提取液8個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表2。

表2 銀杏葉提取液8個特徵峰的相對保留時間及可變範圍

峰號	相對保留時間	可變範圍
1	0.26	± 0.03
2	0.79	± 0.03
3 (指標成份峰，蘆丁)	1.00	-
4	1.03	± 0.03
5	1.17	± 0.03
6	1.20	± 0.03
7	1.49	± 0.03
8	1.66	± 0.03

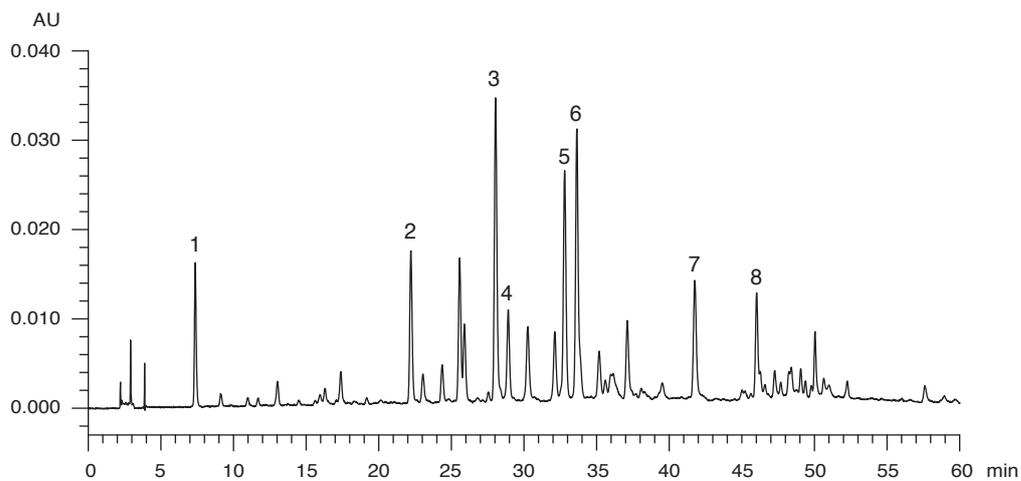


圖2 銀杏葉提取液對照指紋圖譜

供試品色譜圖中應有與對照指紋圖譜相對保留時間範圍內一致的8個特徵峰(圖2)。