

## 附件 2

### 银杏叶配方颗粒

#### Yinxingye Peifangkeli

**【来源】** 本品为银杏科植物银杏 *Ginkgo biloba* L. 的干燥叶经炮制并按标准汤剂的主要质量指标加工制成的配方颗粒。

**【制法】** 取银杏叶饮片 3500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 15%~28%），加入辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

**【性状】** 本品为浅黄色至黄棕色的颗粒；气微，味微苦、涩。

**【鉴别】** （1）取本品 1g，研细，加甲醇 10ml，加热回流 10 分钟，放冷，滤过，滤液作为供试品溶液。另取银杏叶对照药材 1g，加水 50ml，煮沸 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 10ml，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取供试品溶液 5 $\mu$ l、对照药材溶液 7 $\mu$ l，分别点于同一含 4%醋酸钠溶液的硅胶 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，热风吹至斑点显色清晰，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

（2）取本品 1g，研细，加 50%丙酮溶液 40ml，加热回流 3 小时，滤过，滤液蒸干，残渣加水 20ml 使溶解，用乙酸乙酯振摇提取 2 次，每次 20ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣加丙酮 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取银杏叶对照药材 2g，加水 50ml，煮沸 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加 50%丙酮溶液 40ml，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取上述两种溶液各 7 $\mu$ l，分别点于同一含 4%醋酸钠溶液的硅胶 G 薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-丙酮-甲醇（10：5：5：0.6）为展开剂，在 20℃以下展开，取出，晾干，在醋酐蒸气中熏 15 分钟，在 140~160℃中加热 30 分钟，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

**【特征图谱】** 照高效液相色谱法（中国药典 2020 年版通则 0512）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，内径为 2.1mm，粒径为 1.8 $\mu$ m）；以乙腈为流动相 A，以 0.2%磷酸为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.3ml，柱温为 30℃；检测波长为 254nm。理论板数按芦丁峰计算应不低于 6000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~3	7→9	93→91
3~6	9→15	91→85
6~11	15	85
11~18	15→19	85→81

起草单位：广东一方制药有限公司

审评单位：广西壮族自治区食品药品审评查验中心

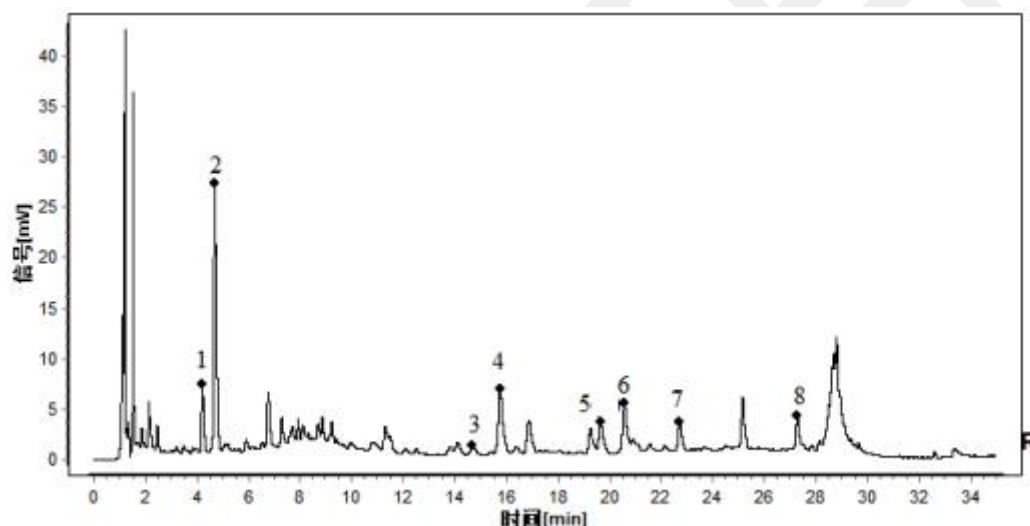
时间 (分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
18~26	19→27	81→73
26~27	27→45	73→55
27~35	45→72	55→28

**参照物溶液的制备** 取原儿茶酸对照品、芦丁对照品、山柰酚-3-O-芸香糖苷对照品和水仙苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 各含 50 $\mu$ g 的混合溶液，作为对照品参照物溶液。另取银杏叶对照药材约 1.0g，置具塞锥形瓶中，加入 70%甲醇 50ml，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，取出，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。

**供试品溶液的制备** 取本品适量，研细，取约 0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 70%甲醇 50ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，取出，放冷，再称定重量，用 70%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

**测定法** 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 2 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 8 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 8 个特征峰保留时间相对应，其中峰 1、峰 4、峰 5、峰 6 应分别与相应对照品参照物峰的保留时间相一致。



银杏叶配方颗粒对照特征图谱

峰 1：原儿茶酸；峰 4：芦丁；峰 5：山柰酚-3-O-芸香糖苷；峰 6：水仙苷

色谱柱：Agilent SB C18, 2.1mm×150mm, 1.8 $\mu$ m

**【检查】** 应符合颗粒剂项下有关的各项规定（中国药典 2020 年版通则 0104）。

**【浸出物】** 照醇溶性浸出物测定法（中国药典 2020 年版通则 2201）项下的热浸法测定，用乙醇作溶剂，不得少于 19.0%。

**【含量测定】** 总黄酮醇苷 照高效液相色谱法（中国药典 2020 年版通则 0512）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 250mm，内径为 4.6mm，粒径为 5 $\mu$ m）；以甲醇-0.4%磷酸溶液（50：50）为流动相；柱温为 35 $^{\circ}$ C；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、山柰素对照品、异鼠李素对照品适量，精密称定，加甲醇分别制成每 1ml 含槲皮素 10 $\mu$ g、山柰素 10 $\mu$ g、异鼠李素 5 $\mu$ g 的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入乙醇-25%盐酸溶液（4：1）混合溶液 25ml，称定重量，加热回流 30 分钟，取出，放冷，转移至 50ml 量瓶中，并加乙醇至刻度，摇匀，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，分别计算槲皮素、山柰素和异鼠李素的含量，按下式换算成总黄酮醇苷的含量。

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

本品每 1g 含总黄酮醇苷应为 3.5mg~25.0mg。

**萜类内酯** 照高效液相色谱法（中国药典 2020 年版通则 0512）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 250mm，内径为 4.6mm，粒径为 5 $\mu$ m）；以甲醇为流动相 A，以水为流动相 B，按下表中规定进行梯度洗脱；蒸发光散射检测器检测；流速为每分钟 1.0ml，柱温为 30 $^{\circ}$ C。理论板数按白果内酯峰计算应不低于 3000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~20	25→40	75→25
20~25	40→45	60→55
25~30	45→85	55→15

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，加甲醇制成每 1ml 含银杏内酯 A 0.20mg、银杏内酯 B 0.10mg、银杏内酯 C 0.15mg、白果内酯 0.20mg 的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.5g，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，回收溶液至干，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 分别精密吸取对照品溶液 5 $\mu$ l、10 $\mu$ l，供试品溶液 10 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，用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、白果内酯的含量，即得。

萜类内酯以银杏内酯 A（C<sub>20</sub>H<sub>24</sub>O<sub>9</sub>）、银杏内酯 B（C<sub>20</sub>H<sub>24</sub>O<sub>10</sub>）、银杏内酯 C（C<sub>20</sub>H<sub>24</sub>O<sub>11</sub>）和白果内酯（C<sub>15</sub>H<sub>18</sub>O<sub>8</sub>）的总量计，本品每 1g 含萜类内酯应为 3.0mg~12.0mg。

**【规格】** 每 1g 配方颗粒相当于饮片 3.5g

**【贮藏】** 密封。

