

表 1 样品测定结果(含量 mg/g)

时间	批 号		
	980509	980518	980528
原 测	2.252	2.508	2.412
1998-06-29	2.244	2.523	2.431
1998-09-30	2.255	2.491	2.417
1999-02-14	2.238	2.496	2.422

## 5 讨论

5.1 试验中采用大孔吸附树脂对方中四味药材分别作了提取试验,并作了不同型号的大孔吸附树脂吸附率的对比试验,结果表明,AB-8 型大孔吸附树脂对方中的皂苷类有效成分吸附效果最佳。

5.2 由于款冬花成分不明确,无特征性斑

点,故文中未对其作鉴别。

5.3 用大孔吸附树脂提取桔梗、远志、款冬花、甘草的有效成分,经制备成具有高效、速效特点滴丸制剂,获得满意效果,并制定出相应的定性鉴别及含量测定指标,可作为该制剂的质量标准。

## 参 考 文 献

- 1 日本药局方,第十二改正
- 2 杨胜华. 药物分析杂志,1993,13(2):136
- 3 廖工铁,等. 药物分析杂志,1992,12(4):237
- 4 李 俊,等. 中成药,1994,16(6):13
- 6 李国峰. 现代应用药学,1996,13(2):33

(1999-05-24 收稿)

# 不同树龄的银杏叶在不同生长季节中 银杏总黄酮和总内酯的含量变化

山东省医学科学院药物研究所(济南 250062)

仲 英\* 唐文照 丁杏芭 左春旭

银杏叶为银杏科植物银杏 *Gonkgo biloba* L. 的干燥绿叶。银杏叶主要含黄酮和内酯类有效成分。前人研究<sup>[1~10]</sup>结果表明,银杏叶有效成分的含量与不同生长季节的树龄紧密相关。为了弄清本地银杏叶有效成分含量与季节变化的关系,我们用高效液相色谱法做了不同树龄的银杏叶在不同月份的总黄酮和总内酯的含量测定,结果4月份总黄酮含量最高,9月份后总黄酮含量有所降低,11月份黄酮含量最低。总内酯含量以5月份为最高,8月份开始含量显著下降,11月份含量最低。此结果为适时采收银杏叶合理开发利用,提供依据。

## 1 仪器与材料

1.1 仪器:美国 Waters Alliance 高效液相色谱仪;PDA99b 检测器;410 示差检测器;Millipore MILLIQ-2 超纯水制备仪;Resolve C<sub>18</sub>(8 mm×100 mm)径向加压机色谱柱。

1.2 材料:槲皮素、山柰素、异鼠李素、银杏内酯 C 标准品由中国药品生物制品检定所提供;白果内酯、银杏内酯 A、B 由 Sigma 公司提供。

1.3 银杏样品:于1997年4~11月的15日采自济南山东医科大学校园内30余年生与10余年生银杏树上的银杏叶。

## 2 方法与结果

2.1 色谱条件:流动相(测定黄酮):甲醇-50%磷酸溶液(48:52);流速:1 mL/min;检测波长 368 nm;进样量 10 μL,外标法计算含量。

流动相(测定内酯):甲醇-水(25:75);流速:1 mL/min;示差检测;柱温 35℃;进样量 10 μL;外标法计算含量。

## 2.2 样品制备

2.2.1 银杏总黄酮样品制备:取银杏叶 1 g,精密称定,加 70%甲醇溶液 100 mL,称重。加热回流 3 h,放冷加 70%甲醇至原重量,过滤。精密量取续滤液 40 mL,加浓盐酸 8 mL,加热回流 30 min,迅速冷却,用甲醇定量转入 50 mL 容量瓶并稀释至刻度,用 0.4 μm 的滤膜过滤,作为黄酮供试品溶液。

2.2.2 银杏总内酯样品制备:取银杏叶 3 g,精密称定,加 70%甲醇溶液 300 mL,称重。加热回流 3 h,冷

\* 仲 英 副研究员,1982年毕业于山东中医药大学药理学系,学士学位。多年来主要从事天然药物化学及分析方面的研究和新药研制工作。主要研究的药物有葛根、叶下珠、银杏叶、瓦松、槲柳、芦笋、山楂叶等,其中叶下珠、葛根、芦笋等方面的研究均获省部级科技进步奖。

却,加70%甲醇至原重,过滤。取续滤液250 mL,减压回收甲醇至无醇味,剩余溶液冷却,加2%盐酸4滴,以乙酸乙酯萃取4次(50,40,40,40 mL),合并萃取液,回收溶剂至干。残渣以70%丙酮10 mL溶解,上氧化铝小柱(板层用氧化铝,中性,200~300目,2g,柱直径10 mm),用75 mL丙酮洗脱,洗脱液回收至干,残余物以甲醇溶解至5 mL容量瓶中,并稀释至刻度。用0.4 μm的滤膜过滤,作为内酯供试品溶液。

### 2.3 对照品溶液的制备

2.3.1 黄酮对照品溶液的制备:配制槲皮素0.1 mg/mL、山柰素0.1 mg/mL、异鼠李素0.06 mg/mL的储备液,临用前精密量取各1 mL,混匀,作为黄酮对照品液。

2.3.2 内酯对照品溶液的制备:精密称取白果内酯、银杏内酯A、B、C的对照品,加甲醇制成每1 mL分别含2,1,1,1 mg的混合溶液,作为内酯对照品溶液。

2.4 标准曲线制备:进样测定并算得各对照品的回归方程为槲皮素:  $Y = 179861.75X - 2666.3$ ,  $r = 0.9998$ , 线性范围0.15~0.45 μg; 山柰素  $Y = 219357.75X + 9502.66$ ,  $r = 0.9994$ , 线性范围0.15~0.45 μg; 异鼠李素  $Y = 121920.75X - 1488.66$ ,  $r =$

0.9996, 线性范围0.10~0.40 μg; 白果内酯  $Y = 735747.30X - 8112.53$ ,  $r = 0.9993$ , 线性范围10~40 μg; 银杏内酯A  $Y = 223514.75X - 251.33$ ,  $r = 0.9996$ , 线性范围5~25 μg; 银杏内酯B  $Y = 275020.00X + 4811.66$ ,  $r = 0.9992$ , 线性范围5~25 μg; 银杏内酯C  $Y = 221941.00X + 221.66$ ,  $r = 0.9993$ , 线性范围5~25 μg。

2.5 精密度试验:试验结果RSD为:槲皮素2.54%;山柰素2.85%;异鼠李素2.63%;白果内酯1.93%;银杏内酯A 2.02%;银杏内酯B 2.22%;银杏内酯C 2.90% ( $n=6$ )。

2.6 回收试验:加样测定结果为:槲皮素98.03%;山柰素97.28%;异鼠李素96.58%;白果内酯99.23%;银杏内酯A 96.43%;银杏内酯B 96.82%;银杏内酯C 97.35% ( $n=6$ )。

2.7 样品含量测定:分别精密吸取银杏黄酮对照品和供试品溶液、银杏内酯对照品和供试品溶液各10 μL,按色谱条件测定,外标法计算含量。黄酮分别计算3种黄酮苷元含量,按下式换算成总黄酮苷含量。总黄酮苷含量=(槲皮素含量+山柰素含量+异鼠李素含量)×2.51。内酯含量为4种内酯含量之和。银杏黄酮、内酯对照品及不同树龄银杏叶在不同月份黄酮、内酯含量见表1。

表1 不同树龄银杏叶在不同月份黄酮、内酯含量(%)

月份	4		5		6		7		8		9		10		11	
	大树	小树														
槲皮素	0.163	0.291	0.103	0.133	0.087	0.127	0.080	0.123	0.075	0.119	0.059	0.131	0.063	0.064	0.059	0.095
山柰素	0.183	0.314	0.071	0.133	0.065	0.131	0.071	0.127	0.064	0.127	0.055	0.089	0.047	0.123	0.055	0.083
异鼠李素	0.063	0.103	0.019	0.039	0.035	0.043	0.031	0.047	0.030	0.036	0.019	0.024	0.019	0.056	0.008	0.036
总黄酮	1.026	1.777	0.484	0.765	0.469	0.755	0.456	0.745	0.424	0.707	0.334	0.612	0.324	0.609	0.306	0.537
总内酯	0.28	0.50	0.59	0.72	0.52	0.68	0.49	0.57	0.39	0.43	0.37	0.42	0.37	0.41	0.36	0.38

### 3 小结与讨论

综上所述,提高银杏叶浸膏与制剂质量的关键是银杏叶的质量,这与树龄、采收季节、产地有很大关系。另外,必须选择准确、稳定、可靠的检测方法,才能切实控制好银杏叶浸膏与制剂的质量,在解决了银杏叶质量与检测手段这两个关键问题后,再进行浸膏与制剂的生产工艺的研究,方能取得较满意的结果。

#### 参考文献

1 陈仲良. 中国药学杂志,1996,31(6):326

2 杨义方,等. 国外医药-植物药分册,1995,10(4):147  
 3 钟郁青,等. 药学报,1995,30(9):694  
 4 虞杏英,等. 药物分析杂志,1993,13(2):85  
 5 池静端,等. 药学报,1997,32(8):625  
 6 庄向平,等. 中草药,1992,23(8):122  
 7 陶巧凤,等. 中成药,1993,15(12):14  
 8 苑可武,等. 中草药,1997,28(4):211  
 9 Teris A, et al. Planta Med, 1992,58:413  
 10 Lobstein A, et al. Planta Med,1991,57:430

(1998-11-05 收稿)