

ICS 65-050  
B 72

LY

# 中华人民共和国林业行业标准

LY/T 1699—2007

LY/T 1699—2007

## 银杏叶提取物

Extract of *Ginkgo biloba* L.

中华人民共和国林业  
行业标准  
银杏叶提取物  
LY/T 1699—2007

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 17 千字  
2007年12月第一版 2007年12月第一次印刷

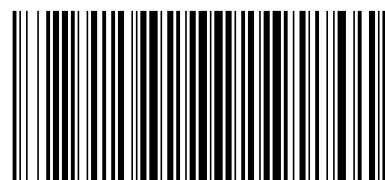
\*

书号:155066·2-18320 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



LY/T 1699-2007

2007-06-04 发布

2007-10-01 实施

国家林业局 发布

5.6 总银杏酸含量的测定

5.6.1 原理

银杏酸侧链主要为 C<sub>13:0</sub>、C<sub>15:1</sub> 和 C<sub>17:1</sub> 银杏酸,选择其中之一(C<sub>13:0</sub>)作为银杏酸的标准品,用 HPLC/UV 定量检测。

5.6.2 试剂和溶液

- a) 甲醇(GB/T 683);
- b) 冰醋酸(GB/T 676—1990);
- c) 甲醇-1%醋酸溶液(90:10,体积分数);
- d) 石油醚(30℃~60℃,GB/T 15894);
- e) C<sub>13:0</sub> 银杏酸标准样品和 C<sub>13:0</sub>、C<sub>15:1</sub> 和 C<sub>17:1</sub> 银杏酸混合标准品。

5.6.3 仪器设备

- a) 分析天平:感量 0.000 1 g;
- b) 水浴锅;
- c) 超声波清洗器;
- d) 旋转蒸发器;
- e) ODS C<sub>18</sub> 色谱柱(5.0 μm,200 mm×4.6 mm);
- f) 高压液相色谱仪(HPLC),匹配紫外检测仪。

5.6.4 HPLC 分析条件

色谱柱以十八烷基化学键合固定相为填充剂,即 ODS C<sub>18</sub> 柱;ODS C<sub>18</sub> 预处理柱;紫外检测波长 310 nm,流动相为甲醇-1%冰醋酸溶液,流速为 1 mL/min。

5.6.5 对照品标准溶液的制备

称取 C<sub>13:0</sub> 银杏酸标准样品适量,精确到 0.000 1 g,加甲醇制成 5 μg/mL 的溶液,作为标准样品溶液。另取总银杏酸标准样品适量,加甲醇制成每 1 mL 含 100 μg 的溶液,作为定性用对照溶液。

5.6.6 标准样品标准曲线

分别吸取 C<sub>13:0</sub> 银杏酸标准样品标准溶液(5 μg/mL) 1 μL、5 μL、10 μL、15 μL、20 μL,每个进样量平行测定 3 次,计算其峰面积的平均值,由峰面积对浓度绘制 C<sub>13:0</sub> 银杏酸标准样品标准曲线,计算其回归方程。本方法的最佳线性范围为 10 ng~100 ng。

5.6.7 供试样品的制备

称取银杏叶提取物 10 g,精确到 0.01 g,置于具塞锥形瓶中,加入 50 mL 石油醚(30℃~60℃),加热回流 2 h,过滤,重复提取一次,合并两次提取滤液,挥干石油醚,残渣加适量甲醇溶解,并转移至 5 mL 容量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,微孔滤膜(0.45 μm)过滤,制成供试样品溶液。

5.6.8 HPLC 测试

吸取 10 μL 供试样品溶液,按 5.6.4 HPLC 分析条件进样,由 HPLC 中 C<sub>13:0</sub>、C<sub>15:1</sub> 和 C<sub>17:1</sub> 银杏酸峰面积总和,根据 5.6.6 标准样品标准曲线,计算供试样品中总银杏酸的含量。

5.6.9 总银杏酸含量计算

总银杏酸含量按式(6)计算:

$$X_5 = \frac{\rho \times V_3}{m_3} \dots\dots\dots(6)$$

式中:

- X<sub>5</sub>——供试样品中总银杏酸的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- ρ——由 C<sub>13:0</sub>、C<sub>15:1</sub> 和 C<sub>17:1</sub> 银杏酸峰面积总和,根据 5.6.6 标准样品标准曲线回归方程,计算供试样品中总银杏酸的浓度,单位为纳克每微升(ng/μL);
- V<sub>3</sub>——样品定容体积,单位为毫升(mL);
- m<sub>3</sub>——样品的质量,单位为克(g)。

前 言

本标准由中国林业科学研究院林产化学工业研究所提出并归口。  
本标准负责起草单位:中国林业科学研究院林产化学工业研究所。  
本标准主要起草人:王成章、沈兆邦、郑光耀。

## 引 言

中国是银杏的原产地,又是世界上银杏的主产区,目前我国的银杏资源占全世界的70%。银杏叶提取物是以银杏叶为原料,采用适当的溶剂,提取和富集银杏黄酮、萜内酯等有效成分的植物提取物产品。以银杏叶提取物为原料制成的各种制剂,广泛应用于药物、保健品、食品添加剂、功能性饮料、化妆品等领域,很受消费者欢迎。为了保护原产地域产品,提高银杏叶提取物质量和出口创汇能力,特制定本标准。

### 5.5.4 HPLC 分析条件

色谱柱以十八烷基化学键合固定相为填充剂,即 ODS C<sub>18</sub>柱;示差器检测,Range 8;流动相为甲醇-水溶液;流速为 1 mL/min,柱温 35℃。

### 5.5.5 标准样品溶液的制备

分别称取白果内酯、银杏内酯 A、银杏内酯 B 和银杏内酯 C 标准样品适量,精确到 0.000 1 g,分别加甲醇制成 1 mg/mL 的标准溶液。再分别稀释成 100 μg/mL~1 000 μg/mL 的标准系列溶液。本方法的最佳线性范围为 1 μg~10 μg。

### 5.5.6 标准样品标准曲线

分别吸取上述白果内酯、银杏内酯 A、银杏内酯 B 和银杏内酯 C 标准样品溶液 10 μL 进样,每个进样量平行测定 3 次,记录白果内酯、银杏内酯 A、银杏内酯 B 和银杏内酯 C 标准样品的峰面积的平均值,计算峰面积对浓度的回归方程,分别绘制白果内酯、银杏内酯 A、银杏内酯 B 和银杏内酯 C 标准样品标准曲线。本方法的最佳线性范围为 1 μg~10 μg。

### 5.5.7 供试样品的制备

取一根带活塞阀的玻璃柱(1 cm×30 cm),下端用少许脱脂棉衬垫,半开活塞阀。称取 5.0 g 已活化的酸性氧化铝粉,放入 50 mL 的小烧杯,加入 15 mL 甲醇,边搅拌边加入层析柱内,再用 15 mL 甲醇将烧杯内残留的氧化铝粉转移到层析柱,待甲醇液面接近氧化铝上层时,关闭活塞阀,备用。

称取银杏叶提取物供试样品 0.15 g,精确到 0.001 g,用 5 mL 甲醇溶解,转移到酸性氧化铝层析柱进行层析,再用 30 mL 甲醇洗脱,收集全部的洗脱液,50℃下旋转真空浓缩至干后,残渣用甲醇溶解并转移至 5 mL 容量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,微孔滤膜(0.45 μm)过滤,制成供试样品溶液。

### 5.5.8 HPLC 测试

用 10 μL 微量进样器,取 5 μL 供试样品溶液,注入 HPLC 液相色谱仪,根据 5.5.6 标准样品标准曲线,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。

### 5.5.9 总萜内酯含量计算

总萜内酯含量按式(4)和式(5)计算:

$$G_j = \frac{\rho_j \times V_2}{m_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

$G_j$ ——分别对应于白果内酯、银杏内酯 A、银杏内酯 B 和银杏内酯 C 的含量( $j=1,2,3,4$ ),%;  
 $\rho_j$ ——分别由白果内酯、银杏内酯 A、银杏内酯 B 和银杏内酯 C 标准曲线计算出供试样品中白果内酯、银杏内酯 A、银杏内酯 B 和银杏内酯 C 的浓度( $j=1,2,3,4$ ),单位为毫克每毫升(mg/mL);  
 $V_2$ ——供试样品溶液体积,单位为毫升(mL);  
 $m_2$ ——样品的质量,单位为毫克(mg)。

$$X_4 = G_1 + G_2 + G_3 + G_4 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

$X_4$ ——供试样品中总萜内酯的含量,%;  
 $G_1$ ——样品中白果内酯的含量,%;  
 $G_2$ ——样品中银杏内酯 A 的含量,%;  
 $G_3$ ——样品中银杏内酯 B 的含量,%;  
 $G_4$ ——样品中银杏内酯 C 的含量,%。

### 5.5.10 精确度的测定

用配制好的上述白果内酯、银杏内酯 A、银杏内酯 B 和银杏内酯 C 标准样品溶液,重复 5 次测试,其 RSD 值应小于 3%。

### 5.5.11 重复性试验

取同一批次银杏叶提取物,平行测试 5 次,其 RSD 值应小于 5%。