

連翹

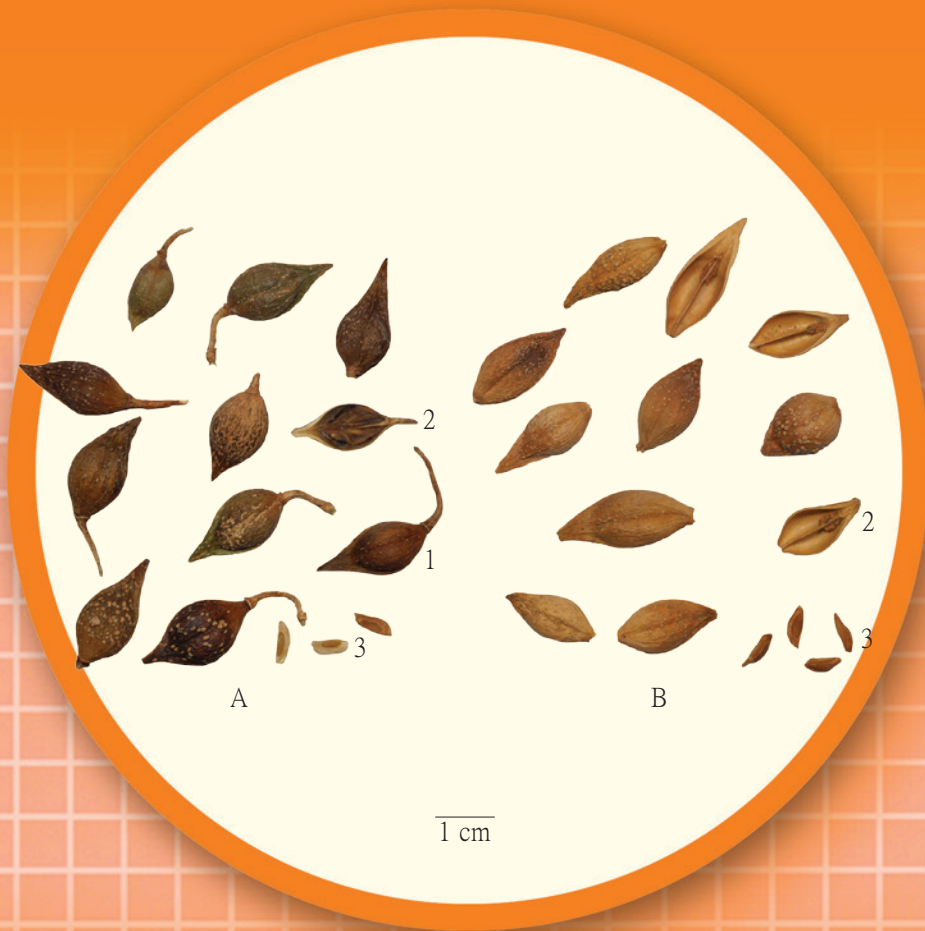


圖1 連翹外觀圖（A. 青翹 B. 老翹）
1. 果實 2. 果實開裂的果皮及種子 3. 種子

1. 名稱

藥材正名：Fructus Forsythiae

中文名：連翹

漢語拼音名：Lianqiao

2. 來源

本品為木犀科植物連翹 *Forsythia suspensa* (Thunb.) Vahl 的乾燥果實。秋季果實初熟尚帶綠色時採收，除去雜質，蒸熟，曬乾，習稱“青翹”；果實熟透時採收，除去雜質，曬乾，習稱“老翹”。

3. 性狀

本品呈長卵形至卵形，稍扁，長1.5-2.5 cm，直徑5-10.3 mm。表面有不規則的縱皺紋及多數突起的小斑點，兩面各有1條明顯的縱溝。頂端銳尖，基部有小果梗或有果梗痕。“青翹”多不開裂，表面綠褐色至褐色，質硬；種子多數，黃綠色至棕色，細長，一側有翅。“老翹”自頂端開裂或裂成兩瓣，外表面黃棕色至紅棕色，內表面多為淡黃棕色，平滑，具一縱隔，質脆；種子棕色，多已脫落。氣微香，味苦（圖1）。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別（附錄III）

果皮橫切面

外果皮為1列切向延長的細胞，被角質層。中果皮薄壁細胞排列不規則，外側薄壁組織中散有維管束，維管束有時可見石細胞或纖維，中果皮內側為多列石細胞並夾有纖維，石細胞長圓形至類圓形，壁厚薄不一，多切向鑲嵌狀排列。內果皮為1列較小的扁平薄壁細胞（圖2）。

粉末

淡黃棕色至褐色。纖維多成束，壁厚。石細胞長圓形至類圓形。中果皮薄壁細胞類圓形、類方形、多角形或形狀不規則，部分細胞壁略呈連珠狀增厚。導管多為螺紋（圖3）。

4.2 薄層色譜鑒別 [附錄IV(A)]

對照品溶液

連翹苷對照品溶液

取連翹苷對照品（圖4）1.0 mg，溶解於1 mL 乙醇中。

展開劑

製備二氯甲烷 - 乙醇 - 冰乙酸（8:1:0.5, v/v）的混合溶液。

顯色劑

取硫酸 20 mL，緩緩加至 80 mL 乙醇中。

供試品溶液

取本品粉末 3.0 g，置 50-mL 離心管中，加 50% 乙醇 20 mL，超聲（560 W）處理 30 分鐘，離心 5 分鐘（約 3000 × g）。上清液轉移於 50-mL 圓底燒瓶中，用旋轉蒸發器減壓蒸乾，殘渣溶於 10 mL 水，轉移於分液漏斗中，用正己烷 - 乙酸乙酯（1:1, v/v）振搖提取三次，每次 10 mL，棄去上層溶液，水層用乙酸乙酯提取三次，每次 15 mL。合併乙酸乙酯提取液，用旋轉蒸發器減壓蒸乾，殘渣溶於 1 mL 乙醇中，即得。

操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV(A)] 進行。分別吸取連翹苷對照品溶液和供試品溶液各 5 μL，點於同一高效硅膠 F₂₅₄ 薄層板上。用上述新製備的展開劑展開約 6 cm，取出，標記溶劑前沿，晾乾。均勻噴上顯色劑，在約 120°C 加熱，直至斑點或條帶清晰可見（約 5-10 分鐘）。置可見光下檢視，並計算 R_f 值。

供試品色譜應顯出與連翹苷色澤相同、R_f 值相應的特徵斑點或條帶。

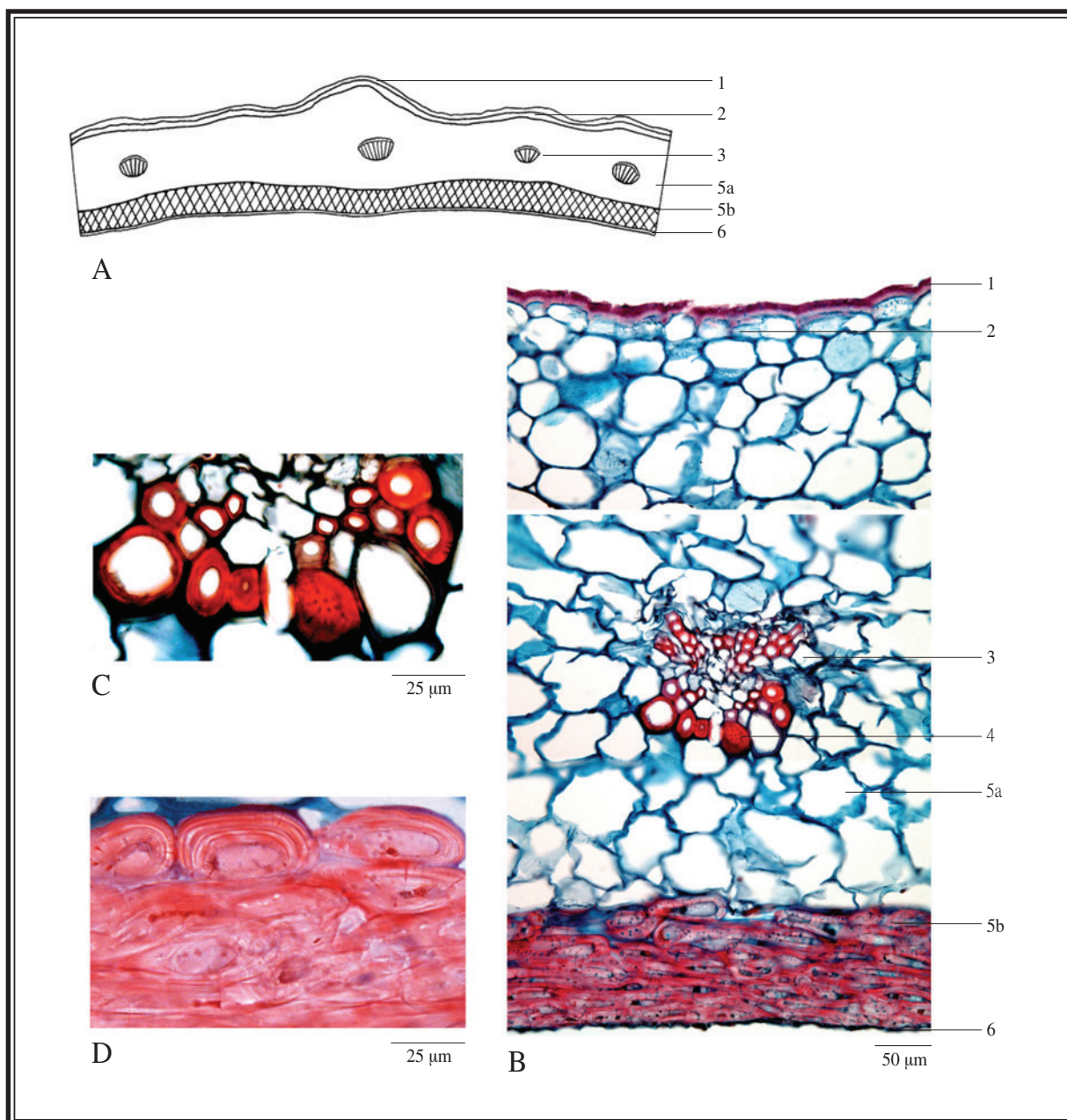


圖 2 連翹果皮橫切面顯微特徵圖

- A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 木質部石細胞 D. 中果皮內側石細胞與內嵌纖維
 1. 角質層 2. 外果皮 3. 維管束 4. 石細胞 5a. 中果皮外側
 5b. 中果皮內側為多列石細胞和內嵌纖維 6. 內果皮

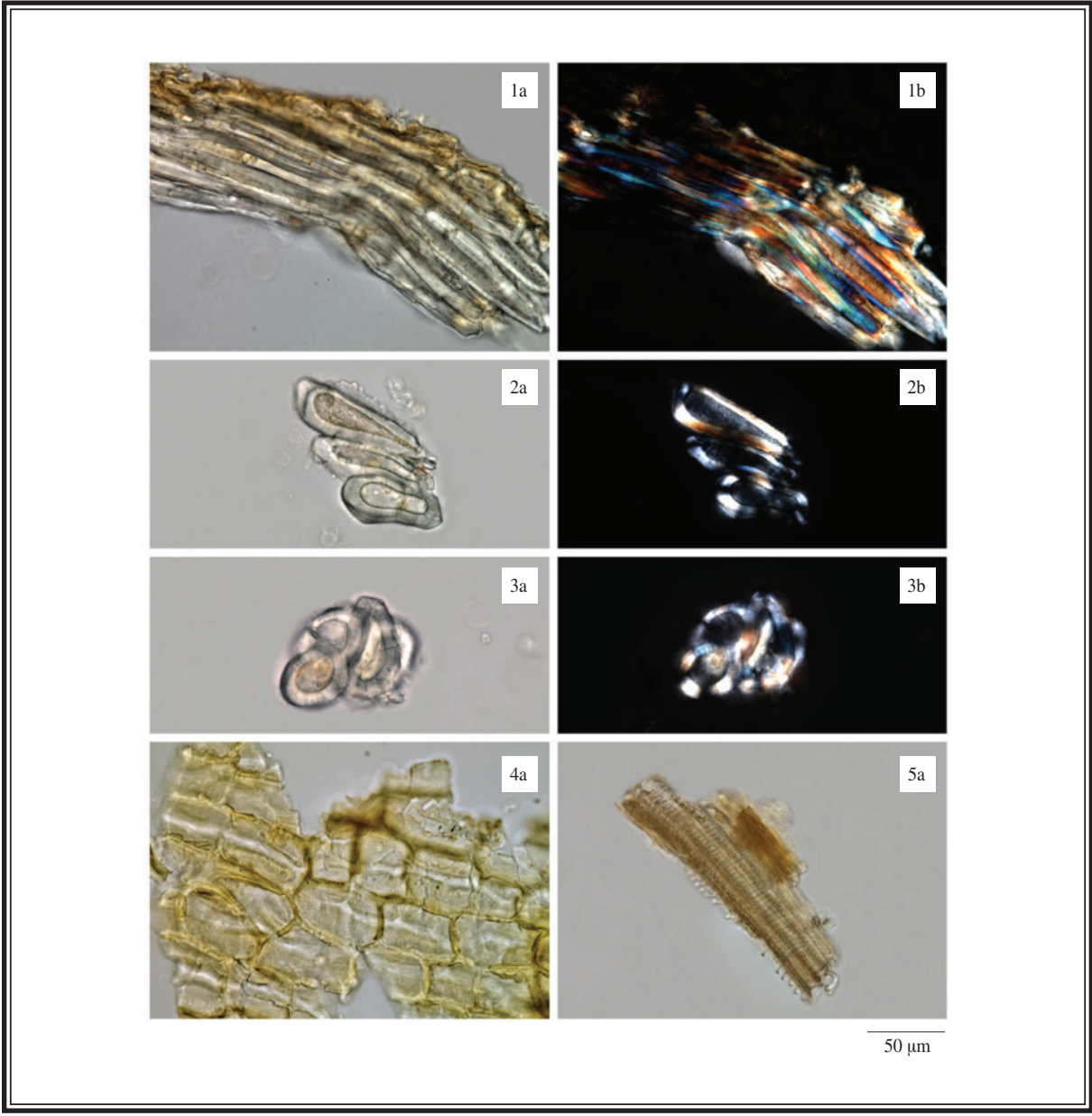


圖 3 連翹粉末顯微特徵圖
 1. 纖維 2. 長圓形石細胞 3. 類圓形石細胞 4. 中果皮薄壁細胞 5. 導管
 a. 光學顯微鏡下特徵 b. 偏光顯微鏡下特徵

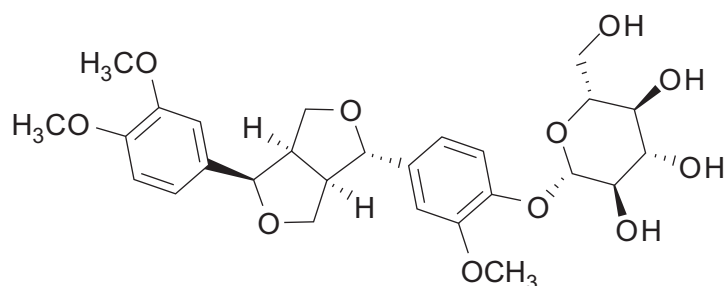


圖4 連翹苷化學結構式

4.3 高效液相色譜指紋圖譜法 (附錄XII)

對照品溶液

連翹苷對照品溶液 Std-FP (10 mg/L)

取連翹苷對照品1.0 mg，溶解於100 mL 50% 乙醇中。

供試品溶液

取本品粉末0.2 g，置50-mL 試管中，加50% 乙醇10 mL，超聲(560 W)處理30分鐘，用0.45- μm 微孔濾膜(RC)濾過，即得。

色譜系統

液相色譜：二極管陣列檢測器，檢測波長229 nm；4.6×250 mm 十八烷基鍵合硅膠(5 μm) 填充柱；流速約0.8 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)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 - 10	80	20	等度
10 - 35	80→55	20→45	綫性梯度
35 - 50	55→0	45→100	綫性梯度

系統適用性要求

吸取連翹苷對照品溶液 Std-FP 10 μL ，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：連翹苷的峰面積相對標準偏差應不大於5.0%；連翹苷峰的保留時間相對標準偏差應不大於2.0%；理論塔板數按連翹苷峰計算應不低於100000。

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5）。

操作程序

分別吸取連翹苷對照品溶液 Std-FP 和供試品溶液各10 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。測定對照品溶液 Std-FP 色譜圖中連翹苷峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中4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 色譜圖中連翹苷峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中連翹苷峰。二色譜圖中連翹苷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。

連翹提取液4個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表2。

表2 連翹提取液4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	0.40	±0.05
2	0.66	±0.04
3（指標成份峰，連翹苷）	1.00	-
4	1.80	±0.05

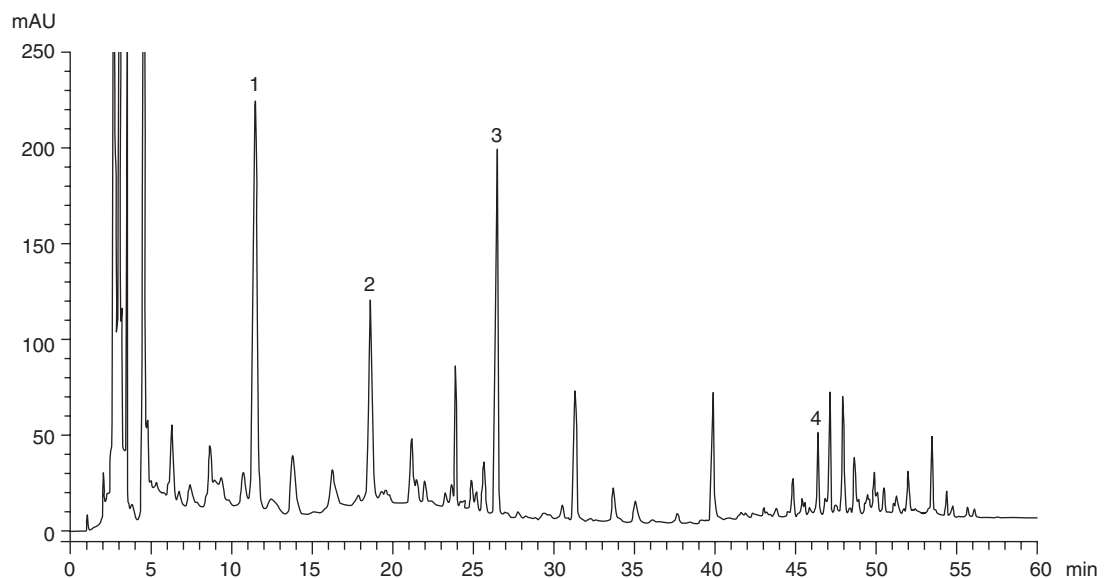


圖5 連翹提取液對照指紋圖譜

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4個特徵峰（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XV）：應符合有關規定。
- 5.5 雜質（附錄VIII）：不多於6.0%。
- 5.6 灰分（附錄IX）
- 總灰分：不多於4.5%。
- 酸不溶性灰分：不多於1.0%。
- 5.7 水分（附錄X）：不多於10.0%。

6. 浸出物（附錄XI）

- 水溶性浸出物（熱浸法）：不少於12.0%。
- 醇溶性浸出物（熱浸法）：不少於17.0%。

7. 含量測定

照附錄IV(B)進行。

對照品溶液

連翹苷對照品儲備液 *Std-Stock* (1000 mg/L)

精密稱取連翹苷對照品10.0 mg，溶解於10 mL 50% 乙醇中。

連翹苷對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取連翹苷對照品儲備液適量，以50% 乙醇稀釋製成含連翹苷分別為0.5、1、5、10、50 mg/L 系列的對照品溶液。

供試品溶液

精密稱取本品粉末 0.2 g，置 50-mL 離心管中，加 50% 乙醇 10 mL，超聲（560 W）處理 30 分鐘，離心 5 分鐘（約 3000 × g）。取上清液轉移於 25-mL 量瓶中。用 50% 乙醇重複提取 2 次，每次 5 mL，合併提取液，加 50% 乙醇至刻度，用 0.45- μ m 微孔濾膜(RC) 濾過，即得。

色譜系統

液相色譜：二極管陣列檢測器，檢測波長 229 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠（5 μ m）填充柱；流速約 0.8 mL/min。色譜洗脫程序如下（表 3）：

表 3 色譜洗脫條件

時間 (分鐘)	水 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 - 25	75→45	25→55	綫性梯度
25 - 30	45→0	55→100	綫性梯度

系統適用性要求

將連翹苷對照品溶液 Std-AS（5 mg/L）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：連翹苷的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；連翹苷峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按連翹苷峰計算應不低於 40000。

供試品測試中連翹苷峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

標準曲綫

將連翹苷系列對照品溶液 Std-AS 各 10 μ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以連翹苷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 10 μ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與連翹苷對照品溶液 Std-AS 色譜圖中連翹苷峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中連翹苷峰。二色譜圖中連翹苷相應峰的保留時間相差應不大於 5.0%。測定峰面積，按附錄 IV (B) 公式計算供試品溶液中連翹苷的濃度 (mg/L)，並計算樣品中連翹苷的百分含量。

杜仲 Cortex Eucommiae	桑寄生 Herba Taxilli	補骨脂 Fructus Psoraleae	桑白皮 Cortex Mori	粉葛 Radix Puerariae Thomsonii	西洋參 Radix Panacis Quinquefolii
葛根 Radix Puerariae Lobatae	女貞子 Fructus Ligustri Lucidi	浙貝母 Bulbus Fritillariae Thunbergii	麥冬 Radix Ophiopogonis	益母草 Herba Leonuri	平貝母 Bulbus Fritillariae Ussuriensis
連翹					吳茱萸 Fructus Evodiae

限度

按乾燥品計算，本品含連翹苷 ($C_{27}H_{34}O_{11}$) 不少於0.015%。