

# 金銀花

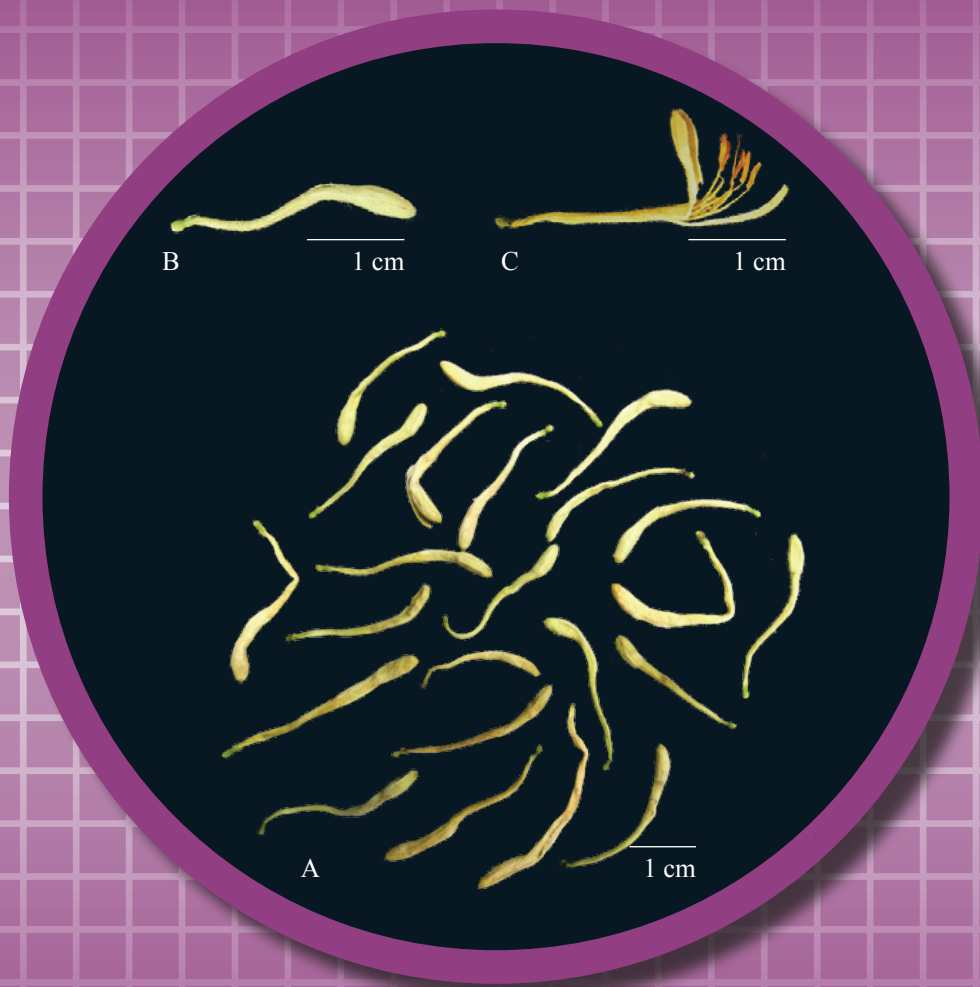


圖 1 金銀花外觀圖

A. 金銀花 B. 花蕾放大圖 C. 花放大圖

## 1. 名稱

藥材正名：Lonicerae Japonicae Flos

中文名：金銀花

漢語拼音名：Jinyinhua

## 2. 來源

本品為忍冬科植物忍冬 *Lonicera japonica* Thunb. 的乾燥花蕾。夏初花開放前採收，曬乾。

## 3. 性狀

本品呈棒狀，上粗下細，略彎曲，長 2-3 cm，上部直徑約 3 mm，下部直徑約 1.5 mm。表面黃白色或綠白色(儲久色漸深)，密被短柔毛。偶見葉狀苞片。花萼綠色，先端 5 裂，裂片有毛，長約 2 mm。開放者花冠筒狀，先端 2 唇形；雄蕊 5，附於筒壁，黃色；雌蕊 1，子房無毛。氣清香，味淡、微苦、甘(圖 1)。

## 4. 鑒別

### 4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

#### 粉末

淡綠色至淡黃綠色。非腺毛眾多，有兩種類型：一種是厚壁非腺毛，極多，單細胞，稀有雙細胞的，平直或稍彎曲，長 45-900  $\mu\text{m}$ ，直徑 14-37  $\mu\text{m}$ ，壁厚 5-10  $\mu\text{m}$ ；另一種是薄壁非腺毛，單細胞，極長，彎曲或皺縮，直徑 11-36  $\mu\text{m}$ ，表面有微細疣狀突起。腺毛眾多，有兩種類型：一種頭部倒圓錐形，頂端平坦，由 10-33 細胞組成，側面觀排成 2-4 層，直徑 48-108  $\mu\text{m}$ ，有的細胞含淡黃色物；柄部 1-5 細胞，長 70-250  $\mu\text{m}$ ，直徑 15-58  $\mu\text{m}$ ，壁薄，角質紋理不明顯；另一種頭部類圓

形或略扁圓形，由 6-20 細胞組成，直徑 20-80  $\mu\text{m}$ ；柄部 2-4 細胞，長 24-80 $\mu\text{m}$ ，直徑 13-32  $\mu\text{m}$ 。花粉粒極多，黃色，類球形或圓三角形，直徑 60-92  $\mu\text{m}$ ，外壁有細密短刺及顆粒狀雕紋，具 3 萌發孔。花藥細胞類多角形或形狀不規則，壁連珠狀，具稍彎曲或平直的紋理。導管多成群，主要為螺紋導管，略小，直徑 10-40  $\mu\text{m}$ 。草酸鈣簇晶散在或存於薄壁細胞中，直徑 6-45  $\mu\text{m}$ ，棱角尖；偏光顯微鏡下呈多彩狀（圖 2）。

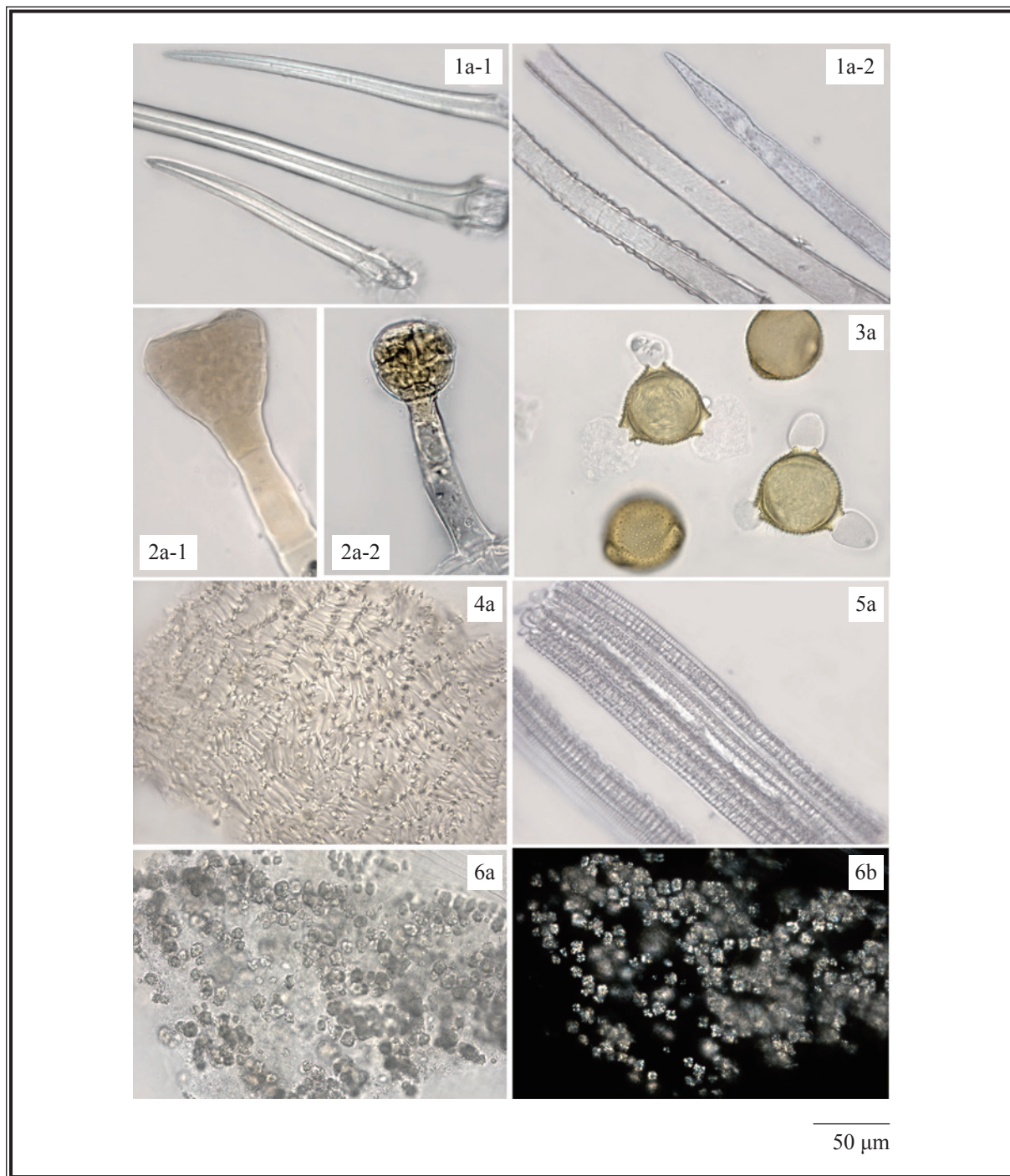


圖 2 金銀花粉末顯微特徵圖

1. 非腺毛 (1-1 厚壁非腺毛，1-2 薄壁非腺毛)
2. 腺毛 (2-1 頭部倒圓錐形，2-2 頭部類圓形或略扁圓形)
3. 花粉粒
4. 花藥細胞
5. 導管
6. 草酸鈣簇晶

a. 光學顯微鏡下特徵 b. 偏光顯微鏡下特徵

## 4.2 薄層色譜鑒別 [附錄 IV (A)]

### 對照品溶液

#### 綠原酸對照品溶液

取綠原酸對照品(圖 3) 1.0 mg，溶解於 1 mL 70% 乙醇中。

#### 木犀草苷對照品溶液

取木犀草苷對照品(圖 3) 1.0 mg，溶解於 1 mL 70% 乙醇中。

### 展開劑

製備乙酸乙酯－丙酮－甲酸－水 (20:3:1.5:1.5, v/v) 的混合溶液。

### 顯色劑

取三氯化鐵 2 g，溶解於 100 mL 乙醇中。

### 供試品溶液

取本品粉末 1.0 g，置 25-mL 錐形瓶中，加 70% 乙醇 5 mL，超聲 (100 W) 處理 20 分鐘，濾過，即得。

### 操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取綠原酸對照品溶液、木犀草苷對照品溶液和供試品溶液各 8  $\mu$ L，點於同一高效硅膠 F<sub>254</sub> 薄層板上。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。均勻噴上顯色劑，晾乾。置可見光下檢視，並計算 R<sub>f</sub> 值。

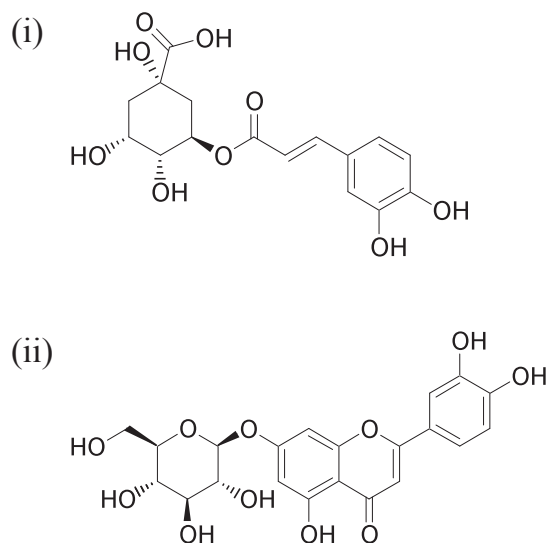


圖 3 化學結構式 (i) 綠原酸 (ii) 木犀草苷

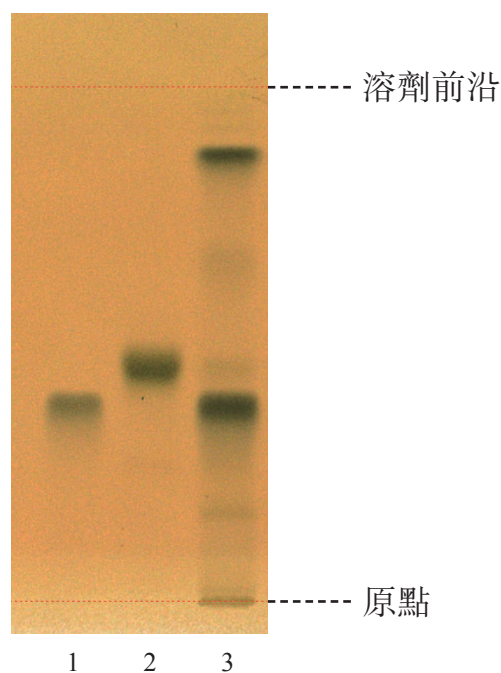


圖 4 金銀花提取液對照高效薄層色譜圖 (顯色後在可見光下檢視)

1. 綠原酸對照品溶液 2. 木犀草苷對照品溶液 3. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與綠原酸和木犀草苷色澤相同、 $R_f$  值相應的特徵斑點或條帶(圖 4)。

### 4.3 高效液相色譜指紋圖譜法(附錄 XII)

#### 對照品溶液

綠原酸對照品溶液 *Std-FP* (1000 mg/L)

取綠原酸對照品 5.0 mg，溶解於 5 mL 50% 甲醇中。

木犀草苷對照品溶液 *Std-FP* (20 mg/L)

取木犀草苷對照品 1.0 mg，溶解於 50 mL 50% 甲醇中。

#### 供試品溶液

取本品粉末 2.0 g，置 100-mL 錐形瓶中，加 50% 甲醇 50 mL，超聲(100 W)處理 30 分鐘。取溶液轉移於 50-mL 離心管中，離心 5 分鐘(約 3000 × *g*)。取上清液轉移於 50-mL 量瓶中，加 50% 甲醇至刻度，用 0.45- $\mu$ 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 350 nm；4.6 × 250 mm 苯基改性十八烷基鍵合硅膠(5  $\mu$ 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)	0.2% 磷酸 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 5	92	8	等度
5 – 15	92 → 80	8 → 20	綫性梯度
15 – 35	80	20	等度
35 – 45	80 → 70	20 → 30	綫性梯度
45 – 60	70 → 92	30 → 8	綫性梯度

#### 系統適用性要求

吸取綠原酸對照品溶液 *Std-FP* 和木犀草苷對照品溶液 *Std-FP* 各 10  $\mu$ 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：綠原酸和木犀草苷的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%；綠原酸峰和木犀草苷峰的保留時間相對標準偏差均應不大於 2.0%；理論塔板數按綠原酸峰和木犀草苷峰計算分別應不低於 30000 和 20000。

供試品測試中 1 號峰和 3 號峰分別與其鄰近峰之間的分離度均應不低於 1.0 (圖 5)。

## 操作程序

分別吸取綠原酸、木犀草苷對照品溶液 Std-FP 和供試品溶液各 10  $\mu$ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。測定對照品溶液 Std-FP 色譜圖中綠原酸峰和木犀草苷峰的保留時間，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，與相應對照品溶液 Std-FP 色譜圖中二成份峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中綠原酸峰和木犀草苷峰。二色譜圖中綠原酸峰和木犀草苷峰的保留時間相差均應不大於 2.0%。按附錄 XII 公式計算特徵峰的相對保留時間。

金銀花提取液 5 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 金銀花提取液 5 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 (綠原酸)	0.62	$\pm 0.03$
2	0.88	$\pm 0.03$
3 (指標成份峰，木犀草苷)	1.00	-
4	1.27	$\pm 0.03$
5	1.49	$\pm 0.05$

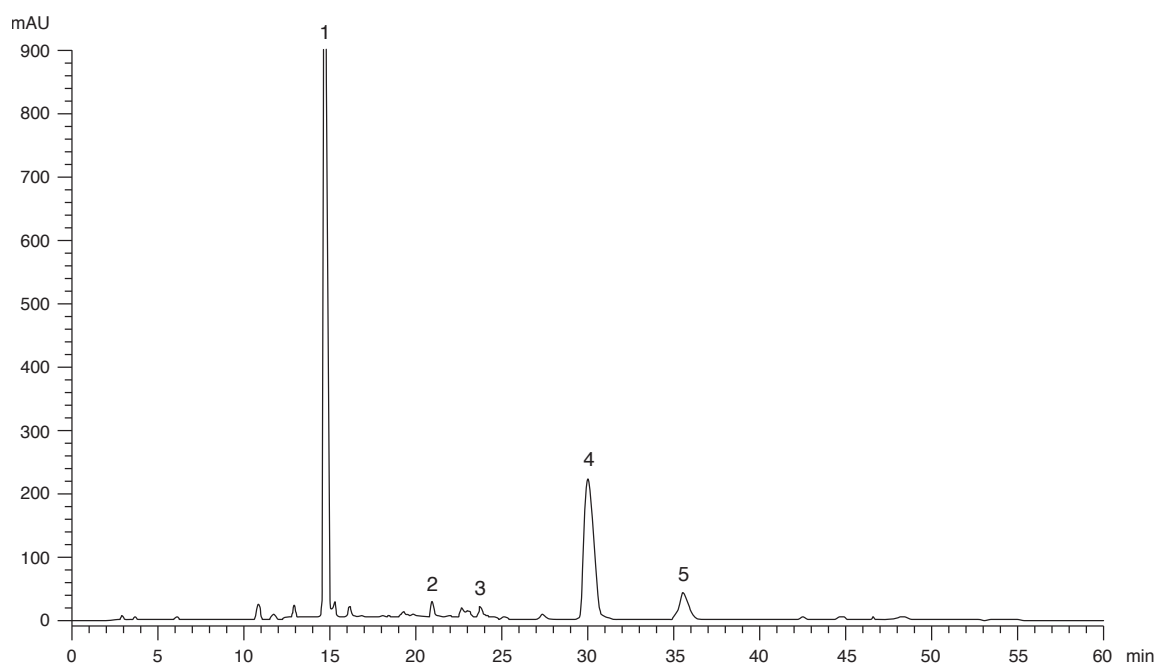


圖 5 金銀花提取液對照指紋圖譜



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 5 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 XVII)：**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 7.5%。

酸不溶性灰分：不多於 1.5%。

**5.7 水分(附錄 X)**

烘乾法：不多於 12.0%。

## 6. 浸出物(附錄 XI)

水溶性浸出物(熱浸法)：不少於 37.0%。

醇溶性浸出物(熱浸法)：不少於 32.0%。

## 7. 含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

## 7.1 綠原酸含量測定

### 對照品溶液

綠原酸對照品儲備液 *Std-Stock* (1000 mg/L)

精密稱取綠原酸對照品 2.0 mg，溶解於 2 mL 50% 甲醇中。

綠原酸對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取綠原酸對照品儲備液適量，以 50% 甲醇稀釋製成含綠原酸分別為 20、40、60、200、400 mg/L 系列的對照品溶液。

### 供試品溶液

精密稱取本品粉末 0.5 g，置 100-mL 離心管中，加 50% 甲醇 50 mL，超聲(100 W)處理 30 分鐘，離心 10 分鐘(約 3500 × g)。取上清液轉移於 100-mL 量瓶中，重複提取 1 次，合併上清液，加 50% 甲醇至刻度。精密吸取溶液 10 mL 於 25-mL 量瓶中，加 50% 甲醇至刻度，用 0.45- $\mu$ 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 327 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠(5  $\mu$ m) 填充柱；流速約 1.0 mL/min。色譜洗脫程序如下(表 3)：

表 3 色譜洗脫條件

時間 (分鐘)	0.4% 磷酸 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 5	95	5	等度
5 – 10	95 → 87	5 → 13	綫性梯度
10 – 30	87	13	等度

### 系統適用性要求

將綠原酸對照品溶液 *Std-AS* (60 mg/L) 10  $\mu$ 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：綠原酸的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；綠原酸峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按綠原酸峰計算應不低於 40000。

供試品測試中綠原酸峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

### 標準曲綫

將綠原酸系列對照品溶液 Std-AS 各 10  $\mu$ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以綠原酸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  $\mu$ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與綠原酸對照品溶液 Std-AS 色譜圖中綠原酸峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中綠原酸峰。二色譜圖中綠原酸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綠原酸的濃度 (mg/L)，並計算樣品中綠原酸的百分含量。

### 限度

按乾燥品計算，本品含綠原酸 ( $C_{16}H_{18}O_9$ ) 不少於 3.5%。

## 7.2 木犀草苷含量測定

### 對照品溶液

木犀草苷對照品儲備液 *Std-Stock* (500 mg/L)

精密稱取木犀草苷對照品 1.0 mg，溶解於 2 mL 70% 乙醇中。

木犀草苷對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取木犀草苷對照品儲備液適量，以 70% 乙醇稀釋製成含木犀草苷分別為 3、6.25、12.5、25、50 mg/L 系列的對照品溶液。

### 供試品溶液

精密稱取本品粉末 1.0 g，置 100-mL 圓底燒瓶中，加 70% 乙醇 50 mL，加熱回流 3 小時，冷卻至室溫。濾過，取濾液轉移於 50-mL 量瓶中，加 70% 乙醇至刻度，用 0.45- $\mu$ 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 350 nm；4.6  $\times$  250 mm 十八烷基鍵合硅膠 (5  $\mu$ m) 填充柱；流速約 0.8 mL/min。色譜洗脫程序如下 (表 4)：

表 4 色譜洗脫條件

時間 (分鐘)	0.5% 醋酸 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 5	92	8	等度
5 – 15	92 → 80	8 → 20	綫性梯度
15 – 35	80	20	等度
35 – 45	80 → 70	20 → 30	綫性梯度

**系統適用性要求**

將木犀草苷對照品溶液 Std-AS (12.5 mg/L) 20 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：木犀草苷的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；木犀草苷峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按木犀草苷峰計算應不低於 25000。

供試品測試中木犀草苷峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

**標準曲綫**

將木犀草苷系列對照品溶液 Std-AS 各 20 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以木犀草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 20 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與木犀草苷對照品溶液 Std-AS 色譜圖中木犀草苷峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中木犀草苷峰。二色譜圖中木犀草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木犀草苷的濃度 (mg/L)，並計算樣品中木犀草苷的百分含量。

**限度**

按乾燥品計算，本品含木犀草苷 (C<sub>21</sub>H<sub>20</sub>O<sub>11</sub>) 不少於 0.059%。