

连翘（老翘）配方颗粒

Lianqiao(laoqiao) Peifangkeli

【来源】本品为木犀科植物连翘 *Forsythia suspensa* (Thunb.) Vahl 的干燥成熟果实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】取连翘饮片 6000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 9.0%~16.0%），干燥（或干燥，粉碎），加辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】本品为浅棕黄色至黄棕色的颗粒；气微香，味苦。

【鉴别】取本品适量，研细，精密称取 1g，加乙醇 20ml，超声处理 30 分钟，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加乙醇 8ml 使溶解，作为供试品溶液，另取连翘对照药材 1g，同法制成对照药材溶液。再取连翘苷对照品，加甲醇制成每 1ml 含 0.5mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取上述三种溶液各 2 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇（8：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【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；以乙腈为流动相 A，以 0.1%磷酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；柱温为 25℃；检测波长为 235nm。理论板数按连翘苷峰计算应不低于 3000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~5	6→16	94→84
5~25	16	84
25~60	16→48	84→52

参照物溶液的制备 取连翘对照药材 0.3g，置圆底烧瓶中，加水 20ml，加热回流 30 分钟，放冷，离心，取上清液，蒸干，加 50%甲醇 25ml，超声处理 40 分钟，放冷，摇匀，滤过，滤液作为对照药材参照物溶液。另取连翘苷对照品、连翘脂苷 A 对照品适量，精密称定，分别加甲醇制成每 1ml 含 0.1mg 的溶液，作为对照品参照物溶液。

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 50%甲醇 25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用 50%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 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 6 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 6 个特征峰保留时间相对应，其中峰 4、峰 6 应与连翘苷、连翘脂苷 A 对照品参照物峰保留时间相对应。与连翘脂苷 A 参照物峰相应的峰为 S 峰，计算各特征峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的 $\pm 10\%$ 范围之内。规定值为：0.29（峰 1）、0.81（峰 2）、0.95（峰 3）、1.32（峰 5）。

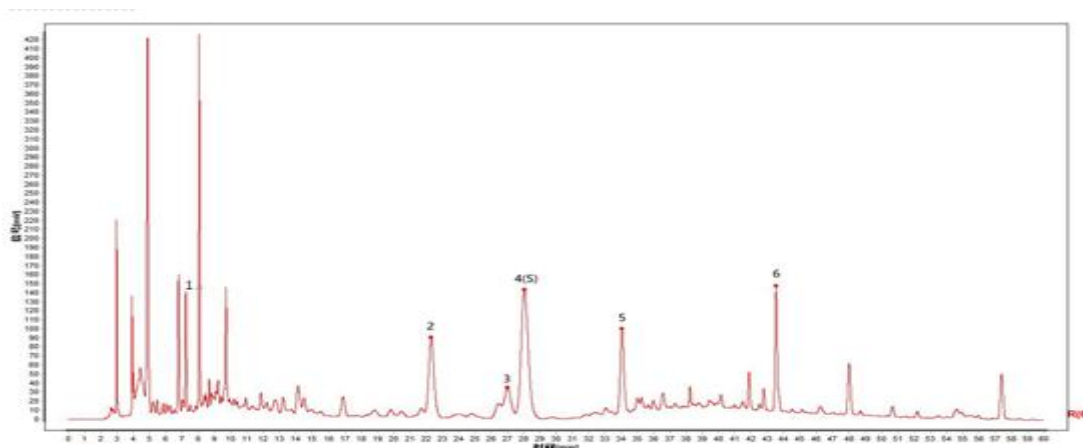


图 1 对照特征图谱

峰 2: 连翘酯苷 I 峰 3: 连翘酯苷 H 峰 4 (S): 连翘脂苷 A 峰 6: 连翘苷
参考色谱柱: Eclipse XDB C18, 250mm × 4.6mm, 5 μm

【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 32.0%。

【含量测定】连翘苷 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；以乙腈为流动相 A, 以水为流动相 B, 按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为 277nm。理论板数按连翘苷峰计算应不低于 3000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0 ~ 25	25	75
25 ~ 30	25→80	75→20

对照品溶液的制备 取连翘苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 0.1mg 的溶液，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，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）25 分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取滤液 10ml，置 25ml 量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含连翘苷（C₂₇H₃₄O₁₁）应为 1.8mg ~ 17.2mg。

连翘脂苷 A 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；以乙腈为流动相 A，以 0.4%冰醋酸为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为 330nm。理论板数按连翘脂苷 A 峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0 ~ 18	10→17	90→83
18 ~ 25	17	83
25 ~ 28	17→80	83→20
28 ~ 30	80	20

对照品溶液的制备 取连翘脂苷 A 对照品适量,精密称定,加甲醇制成每 1ml 含 0.1mg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.1g，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 300W，频率 40kHz）30 分钟，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 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含连翘脂苷 A（ $C_{29}H_{36}O_{15}$ ）应为 4.0mg ~ 9.0mg。

【规格】每 1g 配方颗粒相当于饮片 6g

【贮藏】密封。