

# 一测多评法比较不同黄连炮制品中 4 种生物碱的含量

赵君颖<sup>1,2</sup>, 汪坤<sup>3</sup>, 张振凌<sup>3\*</sup>

(1. 河南省中医院, 郑州 450002; 2. 河南中医学院第二附属医院, 郑州 450002;  
3. 河南中医学院, 郑州 450008)

**[摘要]** **目的:**比较黄连及其不同炮制品中表小檗碱、黄连碱、巴马汀、小檗碱的含量。**方法:**应用一测多评法同时测定黄连不同炮制品中 4 种生物碱的含量。Agilent TC-C<sub>18</sub> 色谱柱(2) (4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 流动相乙腈-0.05 mol·L<sup>-1</sup>磷酸二氢钾溶液(50:50, 每 100 mL 中加十二烷基硫酸钠 0.4 g, 再以磷酸调节 pH 4.0), 检测波长 345 nm, 柱温 25 °C, 流速 1 mL·min<sup>-1</sup>, 理论塔板数以盐酸小檗碱计算应大于 2 000。**结果:**黄连经不同方法炮制后表小檗碱、黄连碱、巴马汀、小檗碱的含量均有不同程度的降低。**结论:**试验建立的含量测定方法快捷、经济, 可作为黄连不同炮制品的质量检测方法。

**[关键词]** 一测多评; 黄连; 炮制品; 生物碱

**[中图分类号]** R283.6 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2012)18-0011-03

## Comparison of Contents of Four Alkaloids in Different Processed of *Coptis chinensis* with Quantitative Analysis Multi-components by Single Marker Method

ZHAO Jun-ying<sup>1,2</sup>, WANG Kun<sup>3</sup>, ZHANG Zhen-ling<sup>3\*</sup>

(1. Henan Province Hospital of Traditional Chinese Medicine (TCM), Zhengzhou 450002, China;  
2. Second Affiliated Hospital of Henan University of TCM, Zhengzhou 450002, China;  
Henan University of TCM, Zhengzhou 450008, China)

**[Abstract]** **Objective:** To compare the contents of epiberberine, coptisine, berberine and palmatine in different processed of *Coptis chinensis*. **Method:** Quantitative analysis multi-components by single marker was used to determine the the contents of four alkaloids in different processed *C. chinensis*. Chromatographic conditions were: Agilent TC-C<sub>18</sub> column (2) (4.6 mm × 250 mm, 5 μm), mobile phase of acetonitrile-0.05 mol·L<sup>-1</sup> potassium dihydrogen phosphate (50:50, plus 0.4 g sodium dodecyl sulfate per 100 mL, phosphate-regulating pH 4.0), detection wavelength 345 nm, column temperature 25 °C, flow rate 1 mL·min<sup>-1</sup>, number of theoretical plates calculated to berberine hydrochloride should be greater than 2 000. **Result:** The contents of epiberberine, coptisine, berberine and palmatine in different processed of *C. chinensis* had different degrees of reduction. **Conclusion:** Established determination method in this test was rapid and economical, it could be used as quality testing method for different processed of *C. chinensis*.

**[Key words]** quantitative analysis multi-components by single marker; *Coptis chinensis*; processed product; alkaloid

黄连具清热燥湿、泻火解毒等功效, 临床应用中有酒黄连、萸黄连、姜黄连 3 种炮制品, 酒黄连善清

**[收稿日期]** 20120405(018)

**[基金项目]** 2010年中医药行业科研项目(201007010)

**[第一作者]** 赵君颖, 学士, 副主任药师, Tel:0371-60908834, E-mail:13608690000@139.com

**[通讯作者]** \* 张振凌, 教授, 从事中药炮制学教学与研究, Tel:0371-65680970, E-mail:zhangz6758@163.com

上焦火热,姜黄连清胃和胃止呕,萸黄连疏肝和胃止呕。黄连中主要化学成分为异喹啉类生物碱,包括小檗碱、黄连碱、巴马汀、表小檗碱等<sup>[1]</sup>。文献作者等以黄连及其不同炮制品中的小檗碱含量或生物碱总量来进行质量评价<sup>[2-3]</sup>。本试验参照 2010 年版《中国药典》,运用一测多评法,采用 HPLC 同时测定黄连中表小檗碱、黄连碱、巴马汀、小檗碱的含量,旨在为黄连及其炮制品的质量控制建立一种简便直观的检测方法。

### 1 材料

LC-2010A 型高效液相色谱仪 (CLASS—VP 数据处理系统,二极管阵列检测器,日本岛津),BS 210S 型电子天平(北京赛多利斯天平有限公司),AE240 型 1/10 万电子天平(瑞士 METTLER),DHG-9076A 型电热恒温鼓风干燥箱(上海精宏实验设备有限公司),SZ-93 型自动双重纯水蒸馏器(上海亚荣生化仪器厂),盐酸小檗碱对照品(中国药品生物制品检定所,批号 110713-200911),甲醇、乙腈为色谱纯,其余试剂均为分析纯或化学纯。

试验所用黄连药材自郑州瑞龙制药股份有限公司(批号 20101103),经河南中医学院生药学科董成明教授鉴定为毛茛科植物黄连 *Coptis chinensis* Franch. 的干燥根茎,自行净制加工成黄连饮片。

**酒黄连** 取黄连饮片 100 g,加入黄酒 12.5 mL,闷润,闷润透后文火炒干。

**姜黄连** 取生姜洗净,晾干后切碎榨汁机打碎,用纱布过滤,加适量水得 1 g·mL<sup>-1</sup>姜汁;取黄连饮片 100 g,加入 12.5 mL 姜汁,搅拌,闷透,闷润透后文火炒干。

**萸黄连** 取吴茱萸加适量水煎煮 30 min,滤过,滤液浓缩至 1 g·mL<sup>-1</sup>,取黄连饮片 100 g,加入 10 mL 吴茱萸汁,闷润透后文火炒干。

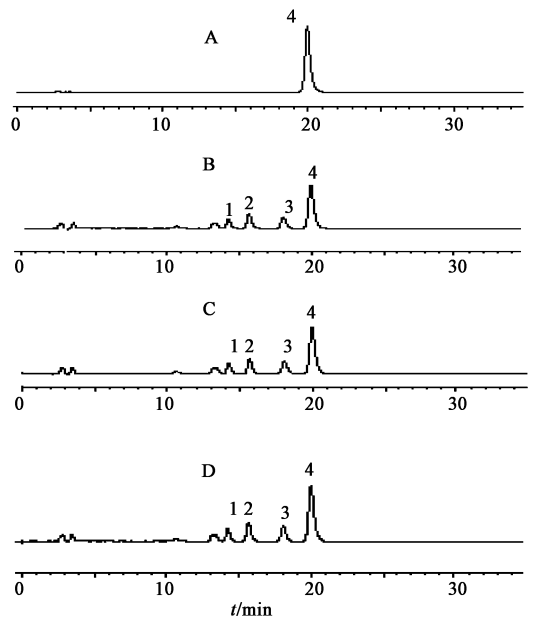
以上黄连饮片及其 3 种炮制品均用万能粉碎机粉碎至全部通过 40 目筛。

### 2 方法与结果

**2.1 不同黄连炮制品中水分的测定** 参照 2010 年版《中国药典》附录 IX H 水分测定法第一法(烘干法),取黄连及其 3 种炮制品的粉末各 2 g,平铺于干燥至恒重的扁形称量瓶中,厚度不超过 5 mm,精密称定,打开瓶盖于 105 ℃干燥 5 h 至恒重。根据减失的质量,计算黄连饮片、酒黄连、将黄连及萸黄连中水分依次为 7.9%,9.8%,8.5%,10.1%。

**2.2 色谱条件** Agilent TC-C<sub>18</sub> 色谱柱(2)(4.6 mm×250 mm,5 μm),流动相乙腈-0.05 mol·

L<sup>-1</sup>磷酸二氢钾溶液(50:50,每 100 mL 中加十二烷基硫酸钠 0.4 g,再以磷酸调节 pH 4.0),检测波长 345 nm,柱温 25 ℃,流速 1 mL·min<sup>-1</sup>,理论塔板数以盐酸小檗碱计算应大于 2 000。见图 1。



A. 对照品;B. 黄连饮片;C. 酒黄连;D. 将黄连;E. 萸黄连;  
1. 表小檗碱;2. 黄连碱;3. 巴马汀;4. 小檗碱

图 1 黄连及其 3 种炮制品 HPLC

**2.3 对照品溶液的制备** 精密称取盐酸小檗碱对照品 1.20 mg,用甲醇制成 0.12 g·L<sup>-1</sup>的对照品溶液,0.45 μm 微孔滤膜滤过,进样 10 μL。

**2.4 供试品溶液制备** 精密称取黄连饮片及 3 种炮制品粉末各 0.2 g,分别置于具塞锥形瓶中,精密加入甲醇-盐酸(100:1)混合溶液 50 mL,密塞,用电子天平称定质量,超声处理(功率 250 W,频率 40 kHz)30 min,放冷后,称定质量,用甲醇补足减失质量,摇匀,滤过,精密量取续滤液 2 mL,移置 10 mL 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,滤过,取续滤液即得。0.22 μm 微孔滤膜过滤后分别进样 10 μL。

由图 1 可知,表小檗碱、黄连碱、巴马汀、小檗碱 4 种化合物的相对保留时间分别为 0.71,0.78,0.91,1。以盐酸小檗碱对照品峰面积为对照,计算黄连及其不同炮制品中表小檗碱、黄连碱、巴马汀、小檗碱的含量,结果见表 1。

由表 1 结果可知,黄连经过炮制后,各种生物碱含量较生品均有不同程度的降低,这可能是导致其功效发生变化的原因,有待于进一步研究。

表1 黄连及其炮制品中表小檗碱、黄连碱、巴马汀、小檗碱质量分数测定

样品	成分质量分数/%			
	表小檗碱	黄连碱	巴马汀	小檗碱
黄连饮片	1.34	2.54	1.97	8.34
酒黄连	1.28	2.23	1.67	7.83
姜黄连	1.11	2.12	1.68	7.51
黄黄连	1.23	2.21	1.94	7.70

### 3 讨论

黄连经过吴茱萸炙、酒炙、姜制后所含小檗碱、巴马汀等生物碱均有不同程度地降低,可能是不同辅料浸润之后炒制过程中受热所致,说明黄连中生物碱成分受热不稳定。本研究为黄连炮制过程中成分的变化提供了实验依据,为完善不同炮制品的质量标准提供参考。

“一测多评法”在中药质量控制中的应用越来越多<sup>[4-6]</sup>,根据1种对照品与其他物质间的相对校正因子计算多种成分的含量,方便快捷,节约成本;匡艳辉等<sup>[7]</sup>报道盐酸小檗碱对小檗碱、表小檗碱、黄连碱、巴马汀的相对校正因子均接近1.0,参考2010年版《中国药典》,把盐酸小檗碱对小檗碱、表小檗

碱、黄连碱、巴马汀的相对校正因子以1.0计,以盐酸小檗碱对照品的峰面积为对照,从而计算表小檗碱、黄连碱、巴马汀的含量。

### [参考文献]

- [1] 王琦,李志锋,陈刚,等. 黄连的化学成分研究[J]. 中国实验方剂学杂志,2012,18(7):74.
- [2] 任世禾,杨春秋. 黄连不同炮制品的质量考察[J]. 中药材,2007,30(8):915.
- [3] 樊冬丽,廖底文,鄢丹,等. 黄连不同炮制品生物碱类成分的比较研究[J]. 解放军药学学报,2006,22(4):276.
- [4] 王智民,高慧敏. “一测多评”法中药质量评价模式方法学研究[J]. 中国中药杂志,2006,31(23):1925.
- [5] 孟江,卢国勇,程轩轩,等. 一测多评法同时测定干姜中4种姜酚类成分的含量[J]. 中国实验方剂学杂志,2012,18(7):77.
- [6] 汪坤,贾秀梅,张振凌. 一测多评法优选黄连最佳提取工艺[J]. 中国实验方剂学杂志,2011,17(24):9.
- [7] 匡艳辉,朱晶晶. 一测多评法测定黄连中小檗碱、巴马汀、黄连碱、表小檗碱、药根碱含量[J]. 中国药学杂志,2009,44(5):390.

[责任编辑 仝燕]

## 欢迎订阅 2013 年度《中国实验方剂学杂志》

《中国实验方剂学杂志》由国家中医药管理局主管,中国中医科学院中药研究所和中国中西医结合学会中药专业委员会主办的学术刊物,已成为“中国科技论文统计源期刊”(中国科技核心期刊)、“中国中文核心期刊”;“中国学术期刊综合评价数据库来源”期刊、“中国期刊网、中国学术期刊光盘版”全文收录期刊;并被评为“中国中医药优秀期刊”及“中国学术期刊优秀期刊”。本刊创刊于1995年10月,本着提高为主,提高与普及相结合的办刊方针,主要设置:工艺与制剂、化学与分析、资源与鉴定、药物代谢、药理、毒理、临床、综述、学术交流、信息等栏目,交流方剂的药效学、毒理学、药物动力学、药物化学、制剂学、质量标准、配伍研究、临床研究、学术专论以及方剂主要组成药物的研究结果与最新进展。本刊的读者对象是从事中西医药,尤其是方剂教学、科研、医疗、生产的高、中级工作者,以及中医药院校的高年级学生等。

本刊现为半月刊,16开本,320页,标准刊号:ISSN1005-9903;CN11-3495/R。每期定价35元,全年840元。国内外公开发行,国内由北京市报刊发行局办理总发行,邮发代号:2-417;国外由中国国际图书贸易总公司办理发行,代号:SM4655。欢迎订阅。本刊编辑部也办理邮购。地址:北京市东直门内南小街16号,《中国实验方剂学杂志》编辑部,邮编:100700,联系电话:(010)84076882,电子邮件:syfjx\_2010@188.com,网址:www.syfjxzz.com。