

黃連

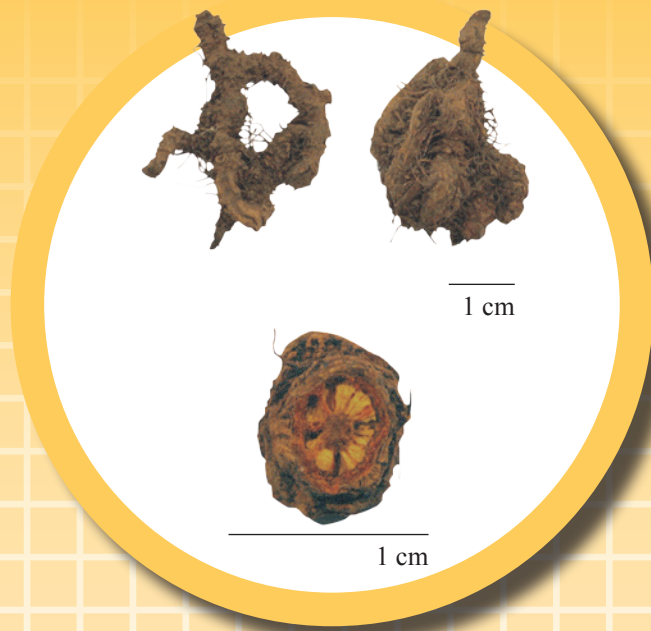


圖 1(i) 黃連外觀圖

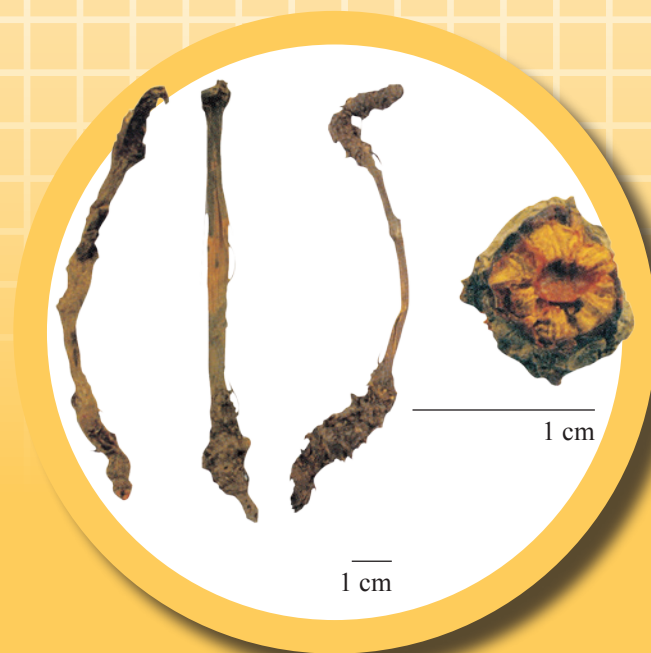


圖 1(ii) 三角葉黃連外觀圖

1. 名稱

藥材正名：Rhizoma Coptidis

中文名：黃連

漢語拼音名：Huanglian

2. 來源

本品為毛茛科植物黃連 *Coptis chinensis* Franch. 或三角葉黃連 *Coptis deltoidea* C. Y. Cheng et Hsiao 的乾燥根莖。以上二種分別習稱“味連”、“雅連”。秋季採挖根莖，除去鬚根及泥沙，乾燥。

3. 性狀

味連：多集聚成簇，常彎曲，形如雞爪，單枝根莖長 3-7 cm，直徑 3-9 mm。表面灰黃色或黃褐色，粗糙，有不規則結節狀隆起、鬚根及鬚根殘基，有的節間表面平滑如莖稈。上部多殘留褐色鱗葉，頂端常留有殘餘的莖或葉柄。質硬，斷面不整齊，皮部橙紅色或暗棕色，木部鮮黃色或橙黃色，呈放射狀排列，髓部有的中空。氣微，味極苦 [圖 1 (i)]。

雅連：多為單枝，略呈圓柱形，微彎曲，長 3-9 cm，直徑 3-10 mm。節間較長，表面平滑。頂端有少許殘莖 [圖 1 (ii)]。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

橫切面

木栓層為數列細胞，其外方有時可見鱗葉組織。皮層石細胞單個或成群散在。韌皮纖維成束，或伴有少量石細胞。木質部木化。髓部主要由薄壁細胞組成，偶有石細胞 [圖 2 (i) 和 (ii)]。

粉末

黃棕色或棕色。石細胞黃色或黃棕色，類方形、類長方形、類圓形或多角形，直徑 13-90 μm ，壁厚，具紋孔、孔溝及層紋，偏光顯微鏡下呈多彩狀。木纖維壁稍厚，直徑 8-25 μm 。韌皮纖維成束，壁較厚，可見裂縫狀、點狀紋孔。木栓細胞黃棕色，類方形、類長方形或多角形。鱗葉表皮細胞綠黃色或黃棕色，細胞壁微波狀彎曲或連珠狀增厚。有時可見導管 [圖 3 (i) 和 (ii)]。

4.2 理化鑒別

試劑

碘化鉍鉀試液 R_2

取鹼式硝酸鉍 0.4 g，加乙酸 5 mL 與水 20 mL 溶解後，加 40% (w/v) 碘化鉀溶液 25 mL。

操作程序

取本品粉末 0.2 g，置 50-mL 離心管中，加乙醇 10 mL，超聲 (560 W) 處理 30 分鐘，離心 5 分鐘 (約 $3000 \times g$)。取上清液 1 mL 置試管中，加上述試液 2 滴，生成橘紅色沉澱。

4.3 薄層色譜鑒別 [附錄 IV (A)]

對照品溶液

鹽酸小檗鹼對照品溶液

取鹽酸小檗鹼對照品 (圖 4) 1.0 mg，溶解於 2 mL 甲醇中。

鹽酸巴馬汀對照品溶液

取鹽酸巴馬汀對照品 (圖 4) 1.0 mg，溶解於 2 mL 甲醇中。

展開劑

製備甲苯-乙酸乙酯-甲醇-異丙醇-濃氨溶液 (12:6:3:3:1, v/v) 的混合溶液。

供試品溶液

取本品粉末 0.5 g，置 100-mL 錐形瓶中，加甲醇 20 mL，超聲 (560 W) 處理 30 分鐘，濾過，濾液用旋轉蒸發器減壓蒸乾，殘渣溶於 4 mL 甲醇，即得。

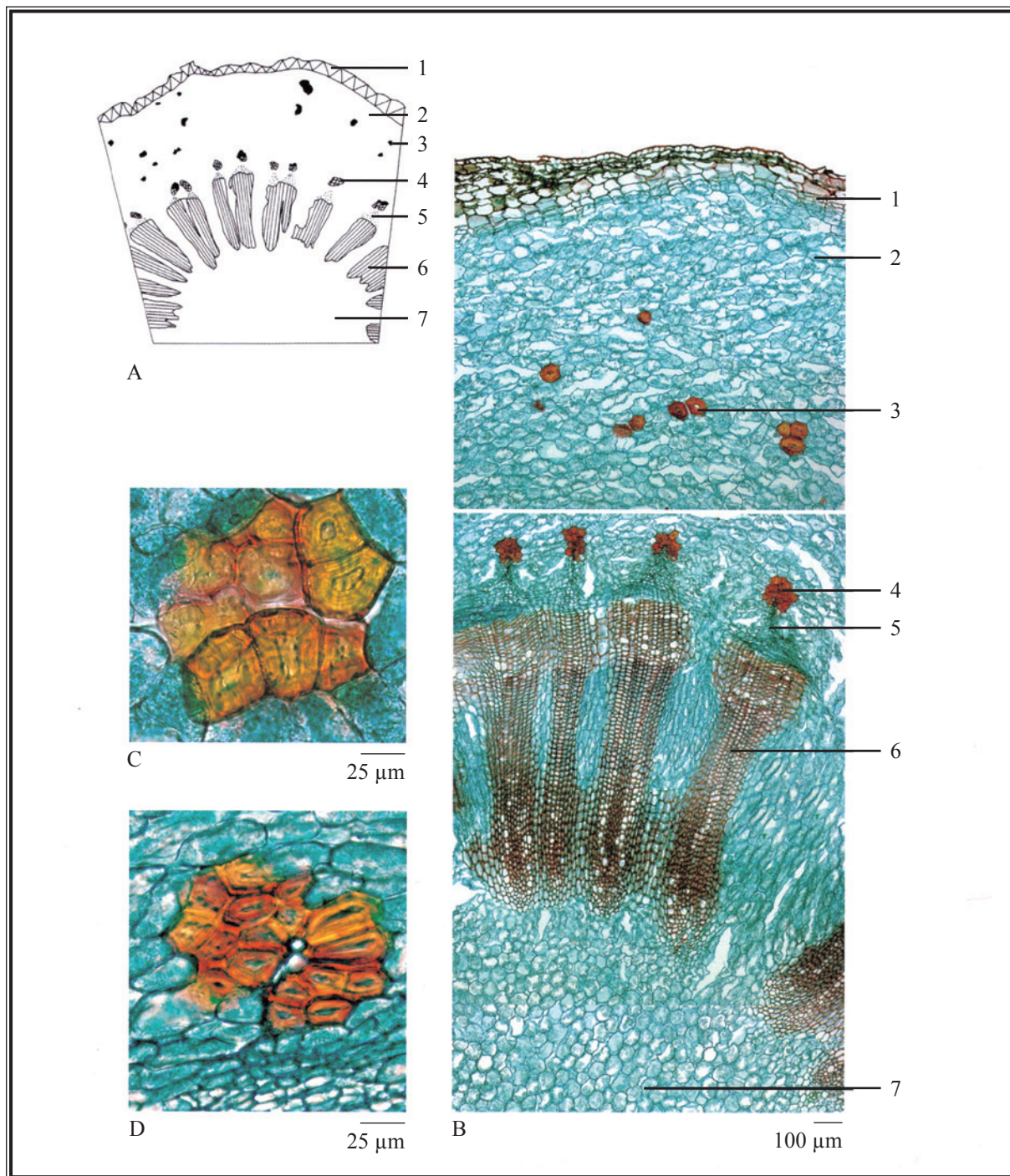


圖 2(i) 黃連橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 石細胞 D. 韌皮纖維

1. 木栓層 2. 皮層 3. 石細胞 4. 韌皮纖維 5. 韌皮部 6. 木質部 7. 髓部

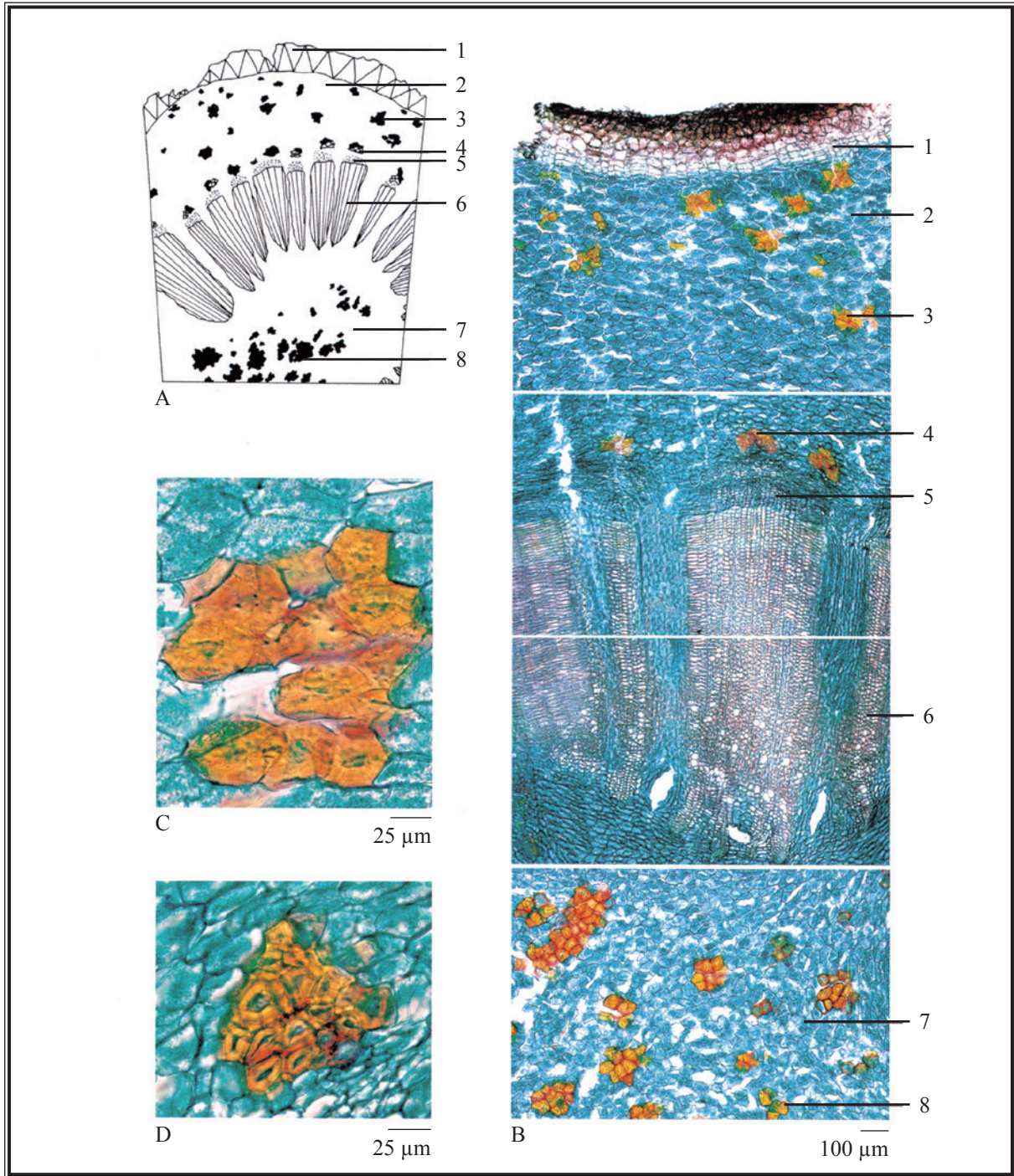


圖 2(ii) 三角葉黃連橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 石細胞 D. 韌皮纖維

- 1. 木栓層 2. 皮層 3. 石細胞 4. 韌皮纖維 5. 韌皮部 6. 木質部 7. 髓部
- 8. 髓部石細胞

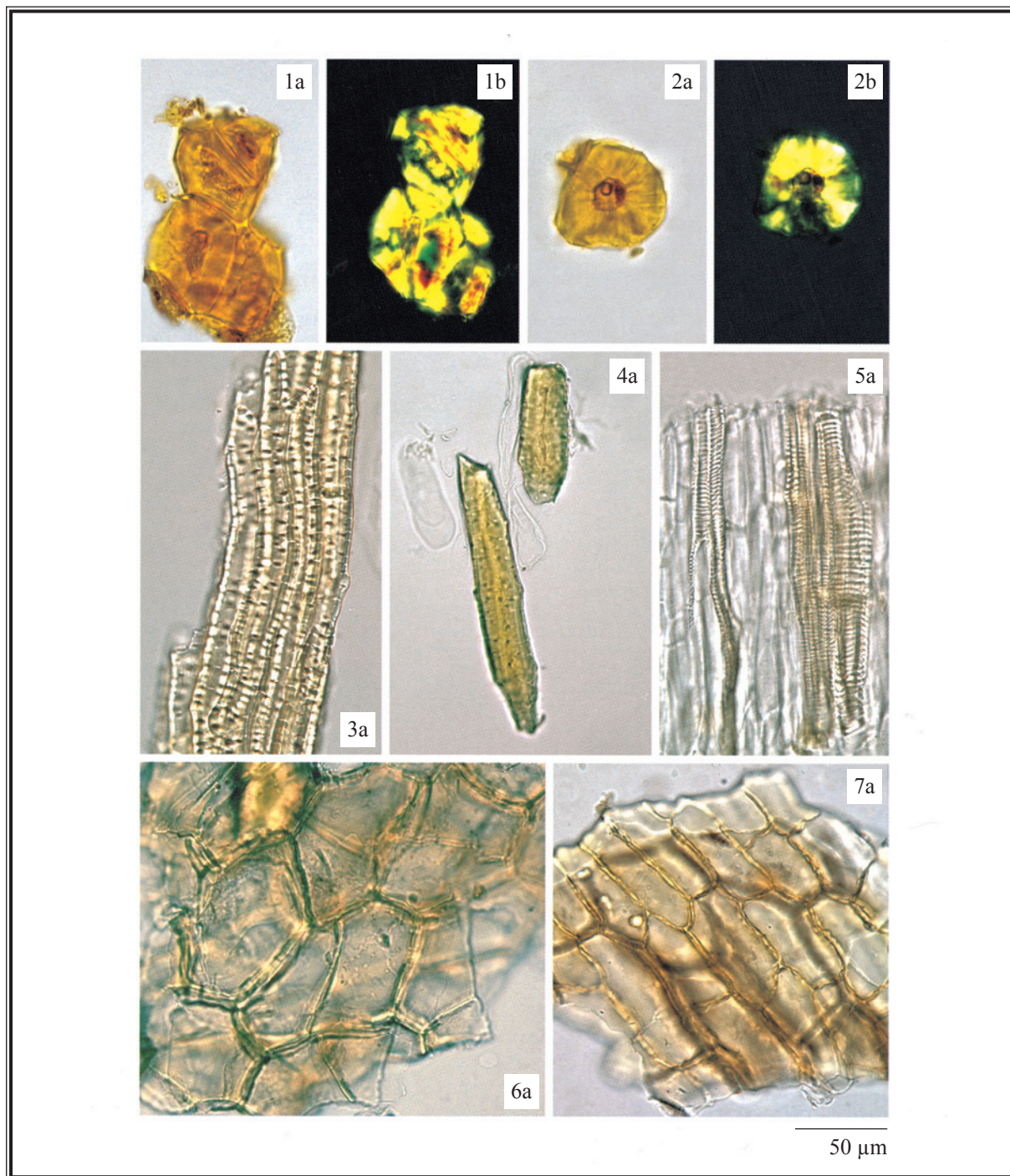


圖 3(i) 黃連粉末顯微特徵圖

1. 石細胞成群
2. 石細胞
3. 木纖維
4. 韌皮纖維
5. 導管
6. 木栓細胞
7. 鱗葉表皮細胞

a. 光學顯微鏡下特徵 b. 偏光顯微鏡下特徵

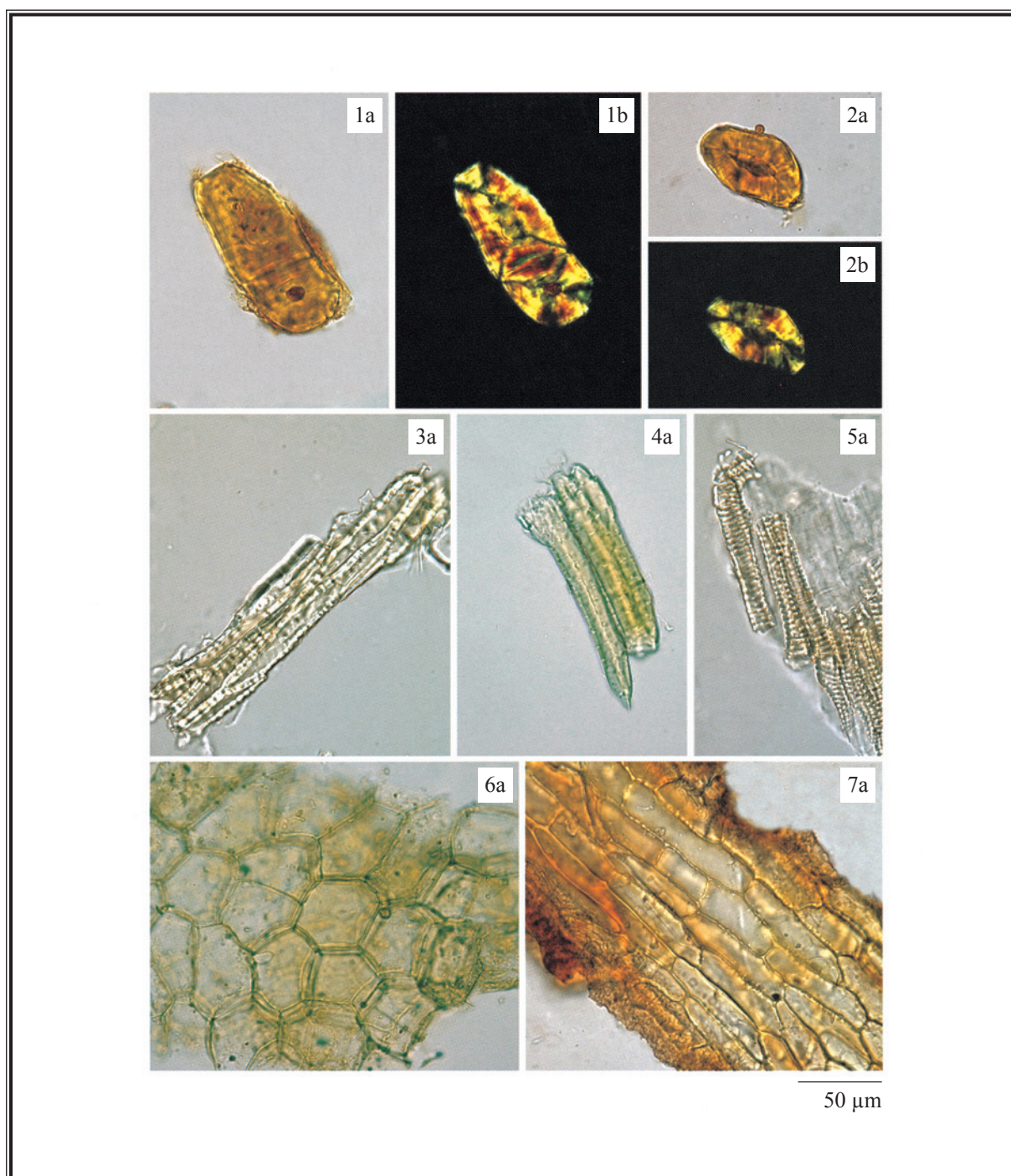


圖 3(ii) 三角葉黃連粉末顯微特徵圖

- 1. 石細胞成群 2. 石細胞 3. 木纖維 4. 韌皮纖維 5. 導管 6. 木栓細胞
- 7. 鱗葉表皮細胞

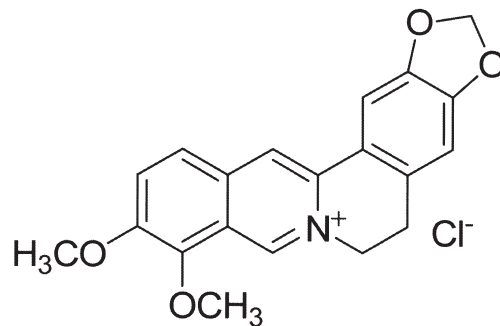
a. 光學顯微鏡下特徵 b. 偏光顯微鏡下特徵

操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取鹽酸小檗鹼、鹽酸巴馬汀對照品溶液和供試品溶液各 1 μL ，點於同一高效矽膠 F_{254} 薄層板上。用上述新製備的展開劑置雙槽層析缸一槽中，另加入等量的濃氨溶液於另一槽內，預飽和 15 分鐘。將薄層板置展開劑的槽中，展開約 8 cm，取出，標記溶劑前沿，晾乾。置紫外光 (365 nm) 下檢視，並計算 R_f 值。

供試品色譜應顯出與鹽酸小檗鹼和鹽酸巴馬汀色澤相同、 R_f 值相應的特徵斑點或條帶。

(i)



(ii)

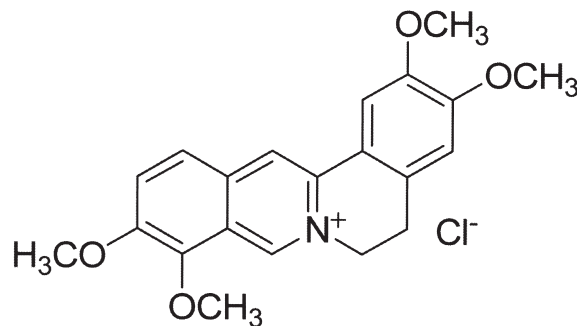


圖 4 化學結構式 (i) 鹽酸小檗鹼 (ii) 鹽酸巴馬汀

4.4 高效液相色譜指紋圖譜法 (附錄 XII)

對照品溶液

鹽酸小檗鹼對照品溶液 *Std-FP* (100 mg/L)

取鹽酸小檗鹼對照品 1.0 mg，溶解於 10 mL 甲醇中。

供試品溶液

取本品粉末 0.2 g，置 50-mL 離心管中，加甲醇 10 mL，超聲 (560 W) 處

理 30 分鐘，離心 5 分鐘(約 3000×g)，用 0.45- μ m 微孔濾膜(RC)濾過，即得。

色譜系統

液相色譜：檢測波長 346 nm；4.6×250 mm 十八烷基鍵合硅膠(5 μ m) 填充柱；流速約 1.0 mL/min。色譜洗脫程序如下：

時間 (分鐘)	0.1% 三氟乙酸 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 48	100 → 50	0 → 50	綫性梯度
48 – 55	50 → 0	50 → 100	綫性梯度
55 – 60	0	100	等度

系統適用性要求

吸取鹽酸小檗鹼對照品溶液 Std-FP 5 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：鹽酸小檗鹼的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；鹽酸小檗鹼峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按鹽酸小檗鹼峰計算應不低於 20000。

供試品測試中 3 號峰與 4 號峰之間的分離度應不低於 1.5 [圖 5(i) 或(ii)]。

操作程序

分別吸取鹽酸小檗鹼對照品溶液 Std-FP 和供試品溶液各 5 μ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。測定對照品溶液 Std-FP 色譜圖中鹽酸小檗鹼峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中 7 個特徵峰 [圖 5(i) 或(ii)] 的保留時間。在相同液相色譜條件下，與相對照品溶液 Std-FP 色譜圖中鹽酸小檗鹼峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中鹽酸小檗鹼峰。二色譜圖中鹽酸小檗鹼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。

黃連提取液 7 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 1。

表 1 黃連提取液 7 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	0.81	±0.03
2	0.88	±0.03
3 (鹽酸藥根鹼)	0.89	±0.03
4	0.90	±0.03
5 (鹽酸黃連鹼)	0.92	±0.03
6 (鹽酸巴馬汀)	0.98	±0.03
7 (指標成份峰, 鹽酸小檗鹼)	1.00	-

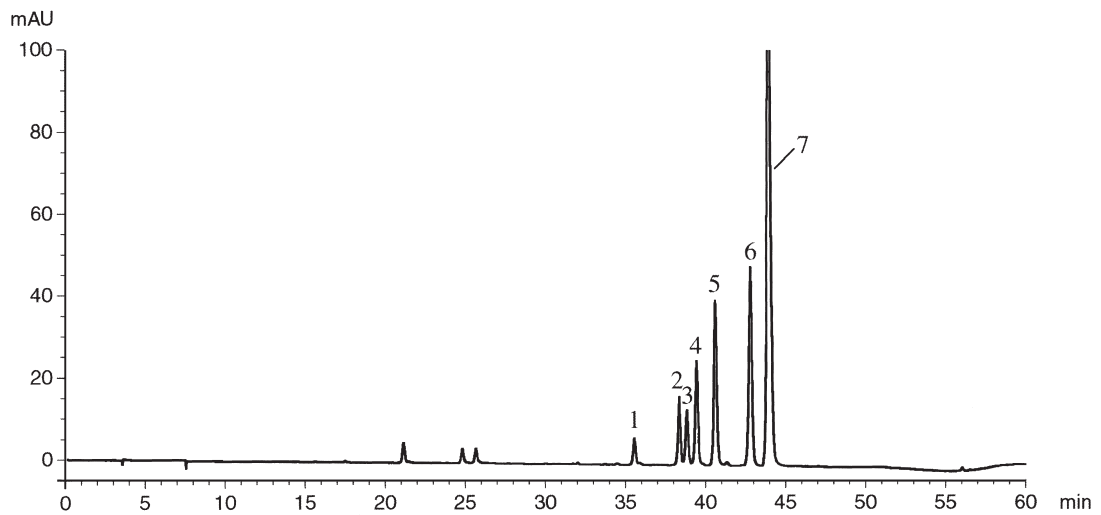


圖 5 (i) 黃連提取液對照指紋圖譜

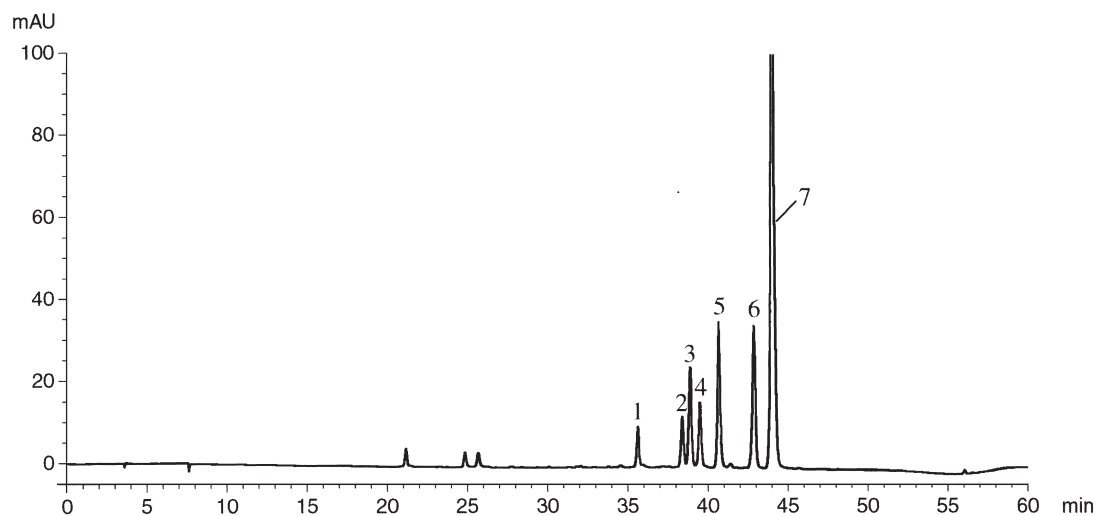


圖 5 (ii) 三角葉黃連提取液對照指紋圖譜

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 7 個特徵峰 [圖 5 (i) 或 (ii)] 。

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 5.0%。

酸不溶性灰分 : 不多於 2.5%。

5.7 水分 (附錄 X) : 不多於 12.0%。

6. 浸出物 (附錄 XI)

水溶性浸出物 (熱浸法) : 不少於 17.0%。

醇溶性浸出物 (冷浸法) : 不少於 14.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

對照品溶液

鹽酸小檗鹼和鹽酸巴馬汀混合對照品儲備液 *Std-Stock* (各 1000 mg/L)

精密稱取鹽酸小檗鹼對照品和鹽酸巴馬汀對照品各 10.0 mg, 溶解於 10 mL 甲醇中。

鹽酸小檗鹼和鹽酸巴馬汀混合對照品溶液 Std-AS

精密吸取鹽酸小檗鹼和鹽酸巴馬汀混合對照品儲備液適量，以甲醇稀釋製成含鹽酸小檗鹼和鹽酸巴馬汀分別為 10、50、100、200、400 mg/L 系列的混合對照品溶液。

供試品溶液

精密稱取本品粉末 0.2 g，置 50-mL 離心管中，加甲醇 10 mL，超聲(560 W)處理 30 分鐘，離心 5 分鐘(約 3000 × g)。上清液用 0.45-μm 微孔濾膜(RC)濾過，重複提取 2 次，合併濾液，轉移於 50-mL 量瓶中，加甲醇至刻度，用 0.45-μm 微孔濾膜(RC)濾過，即得。

色譜系統

液相色譜：檢測波長 346 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：

時間 (分鐘)	0.1% 三氟乙酸 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 - 20	90 → 10	10 → 90	綫性梯度

系統適用性要求

將鹽酸小檗鹼和鹽酸巴馬汀混合對照品溶液 Std-AS (各 50 mg/L) 5 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：鹽酸小檗鹼和鹽酸巴馬汀的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%；鹽酸小檗鹼和鹽酸巴馬汀峰的保留時間相對標準偏差均應不大於 2.0%；理論塔板數按鹽酸小檗鹼和鹽酸巴馬汀峰計算均應不低於 80000。

供試品測試中鹽酸小檗鹼峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

標準曲綫

將鹽酸小檗鹼和鹽酸巴馬汀系列混合對照品溶液 Std-AS 各 5 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以鹽酸小檗鹼和鹽酸巴馬汀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 5 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與鹽酸小檗鹼和鹽酸巴馬汀混合對照品溶液 Std-AS 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鹽酸小檗鹼和鹽酸巴馬汀峰。二色譜圖中鹽酸小檗鹼和鹽

酸巴馬汀相應峰的保留時間相差均應不大於 5.0%。測定峰面積，按附錄 IV (B) 公式分別計算供試品溶液中鹽酸小檗鹼和鹽酸巴馬汀的濃度 (mg/L)，並計算樣品中鹽酸小檗鹼和鹽酸巴馬汀的百分含量。

限度

按乾燥品計算，黃連含小檗鹼 [以鹽酸小檗鹼 ($C_{20}H_{18}NO_4Cl$) 計] 不少於 4.1%；巴馬汀 [以鹽酸巴馬汀 ($C_{21}H_{22}NO_4Cl$) 計] 不少於 0.30%。

按乾燥品計算，三角葉黃連含小檗鹼 [以鹽酸小檗鹼 ($C_{20}H_{18}NO_4Cl$) 計] 不少於 2.3%；巴馬汀 [以鹽酸巴馬汀 ($C_{21}H_{22}NO_4Cl$) 計] 不少於 0.30%。