

藥物食品檢驗局調查研究年報（暨藥物食品檢驗研究研討會論文專輯）5: 100-103, 1987  
Ann. Rept. FDB (A Proc. Symp. Exam. Res. Fd. Drug) 5: 100-103, 1987

## 市售含黃連中藥製劑之黃連鑑別調查報告

陳 本 林哲輝 曾千芳

藥物食品檢驗局第三組

### 摘 要

本調查由臺灣地區各藥局、藥房等抽購含黃連中藥製劑共 66 件，針對黃連、黃蘗在薄層層析板上所顯出之特殊螢光斑點加以檢驗分析，結果發現未依原核准處方調配黃連者計有 28 件（42.4%）。

### 前 言

黃連常用於苦味健胃、腸內殺菌、消炎解熱、鎮靜降壓或動脈硬化預防作用之中藥處方中。由於藥材市售價格不穩定，黃連之價格亦曾經暴漲，為了解市售含黃連製劑是否確實依照處方調配黃連，因此於民國 74 年 1 月至 2 月間在臺灣地區抽購含黃連製劑從事此項調查。

### 材料與方法

#### 一、材料：

(一)儀器：紫外光燈（UV lamp, 254 nm, 366 nm）。

(二)標準物質、對照品、試藥及薄層板：

1. 小蘗鹼鹽酸鹽（Berberine HCl）：Tokyo Co., LTD., Japan。

2. 黃連（Coptidis Rhizoma）對照品。

3. 本黃蘗（Phellodendri Cortex）對照品。

4. 乙醚、甲醇、正丁醇、冰醋酸均為 E. Merck G.R. 一級試藥。甲酸、乙醇、醋酸戊醋，苯、醋酸乙醋，正丙醇，乙胺均為和光一級試藥。

5. 薄層板：Silicagel 60F 254 With concentrating zone E. Merck。

(三)檢體：

1. 市售品黃連藥材 19 件。

2. 市售品黃蘗藥材 18 件。

3. 市售品含黃連中藥製劑共 66 件。

二、方法：呈色法（參照 JPX）及薄層層析法（以下簡稱 TLC 法）。

(一)呈色法（JPX）：

1. 取相當於黃連 500 mg 量之檢體，研成粉末，加水適量（約 30 ml）時時振搖 10 分鐘放置後過濾，濾液經真空濃縮至約 10 ml，取 2 - 3 滴加鹽酸 1 ml，過氧化氫試液 1 - 2 滴振混，陽性反應時，液呈紅紫色。

2. 將 1. 所得濃縮液之剩餘部加碘化鉀試液 3 ml，離心收集黃色結晶，以碘化鉀液（1 - 50）2 ml 洗，沈澱以甲醇再結晶，取此結晶少量加硫酸溶解，再加沒食子酸的乙醇溶液（1 - 20）2 - 3 滴，陽性反應時，液呈綠色。

(二)TLC 法

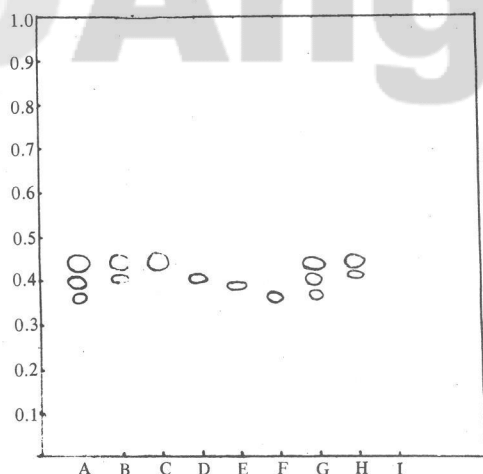
1. 檢體溶液之配製：取檢體相當於黃連 100 mg 之量，研碎後先以乙醚 30 ml 振搖、靜置、傾斜、棄去乙醚後，以甲醇 50、25、25、25、25 ml 振搖萃取五次，過濾收集濾液在 45 °C 真空減壓乾涸，殘渣加甲醇至 10 ml 過濾，濾液為檢體溶液。

2. 黃連對照液之配製：將黃連研粉取 100 mg，依檢體溶液之配製法予以配製。

3. 黃蘗對照液之配製：將黃蘗研粉取 100 mg，依檢體溶液之配製法予以配製。

4. 小蘗鹼標準溶液之配製：精確稱取小蘗鹼鹽酸鹽 100 mg 置入 100 ml 量瓶內，加甲醇加溫使其溶

含黃連中藥製劑之黃連鑑別調查報告



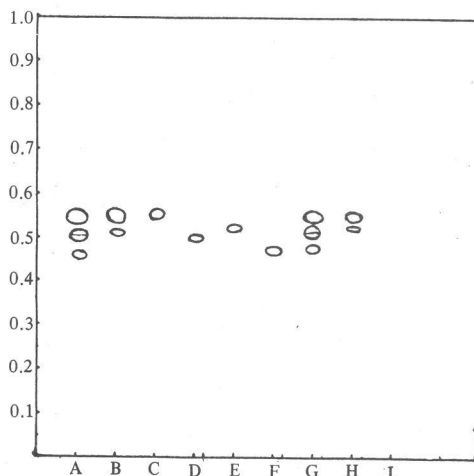
圖一 黃連、黃藥對照標準品及其製劑薄層層析圖譜

薄層板：Silicagel 60 F 254。

展開液：正丁醇：醋酸：水  
( 7 : 1 : 2 ) 上層液。

檢出器：UV 366 nm。

- A. 川黃連對照液
- B. 本黃藥對照液
- C. 小檗鹼鹽酸鹽標準液
- D. Palmatine HCl 標準液
- E. Coptisine HCl 標準液
- F. Epiberberine HCl 標準液
- G H I 係抽購市售中藥製劑



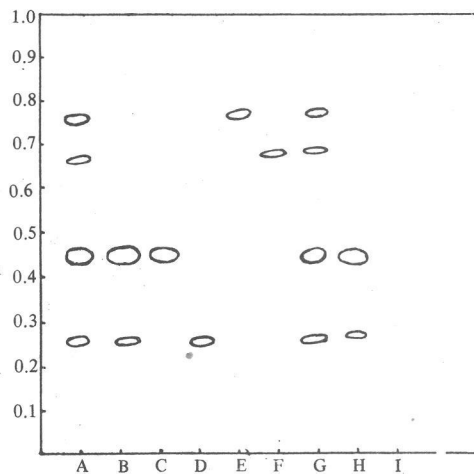
圖二 黃連、黃藥對照標準品及其製劑薄層層析圖譜

薄層板：Silicagel 60 F 254。

展開液：醋酸戊酯：甲酸：乙醇  
( 7.2 : 1.8 : 1 )。

檢出器：UV 366 nm。

- A. 川黃連對照液
- B. 本黃柏對照液
- C. 小檗鹼鹽酸鹽標準液
- D. Palmatine HCl 標準液
- E. Coptisine HCl 標準液
- F. Epiberberine HCl 標準液
- G, H, I: 係抽購市售中藥製劑



圖三 黃連、黃藥對照標準品及其製劑薄層層析圖譜

薄層板：Silicagel 60 F 254。

展開液：苯：醋酸乙酯：正丙醇：甲醇：乙胺 (70 %)  
( 8 : 4 : 2 : 1 : 1 )。

檢出器：UV 366 nm。

- A. 川黃連對照液
- B. 本黃藥對照液
- C. 小檗鹼鹽酸鹽標準液
- D. Palmatine HCl 標準液
- E. Coptisine HCl 標準液
- F. Epiberberine HCl 標準液
- G H I: 係抽購市售中藥製劑

解，冷卻後加醇至全量 100 ml。

5. Palmatine、Coptisine、Epiberberine 標準溶液之製裝同 4。

川黃連對照液、本黃藥對照液、檢體溶液及小藥驗、Palmatine、Coptisine、Epiberberine 標準溶液分別各點 10  $\mu$ l 於螢光薄層板上。

展開液：

(1) 正丁醇：醋酸：水 = 7 : 1 : 2 上層 (圖一)。

(2) 醋酸戊酯：甲酸：乙醇 = 7.2 : 1.8 : 1 (圖二)。

(3) 苯：醋酸乙酯：正丙醇：甲醇：乙胺 (70%) = 8 : 4 : 2 : 1 : 1 (圖三)。

展開高度：10 cm。

紫外光燈 (366 nm) 下照射。

## 結 論

中藥黃連與黃藥之主成分皆為小藥驗 (berberine)，中華藥典及日本藥局方第十版中皆針對小藥驗之呈色反應為鑑別法，故無法判別中藥製劑中之黃連與黃藥。根據文獻記載，黃連含生物驗包括 berberine, coptisine, palmatine, jateorrhizine, worenine, magnoflorine, epiberberine, columbamine, groenlandicine 等<sup>1,3</sup>，黃藥所含生物驗為 berberine, palmatine, magnoflorine, phellodendrine, jateorrhizine, candicine, menispermene 等<sup>1</sup>，未有含 coptisine 之記載。1982 年 Misaki 等氏<sup>2</sup> 以高速液相層析法對黃連及黃藥藥材及其製劑所含之生物驗加以檢驗，結果均檢出 coptisine, palmatine, 及 berberine 等，但黃藥藥材及其製劑則僅檢出 berberine 及微量 palmatine，而未檢出 coptisine。1983 年 Ikuta 氏報告<sup>3</sup>，利用薄層層析法，以矽膠為吸附劑，苯：醋酸乙酯：正丙醇：甲醇：乙胺 (70%) = 8 : 4 : 2 : 1 : 1 為展開溶媒時，berberine, coptisine, palmatine 及 epiberberine 可以分開，於 1984 年<sup>4</sup> 又利用此法配合 TLC-DM Zigzag scanning system, 對 39 種黃連檢體包括 *Coptis chinensis*, *C. japonica*, *C. teetoides*, *C. teeta* 及 *C. deltooides* 等所含之 berberine, palmatine, coptisine, epiberberine 及 berberastine 加以定量

，結果發現所有 39 種檢體均含 berberine, palmatine, 及 coptisine；epiberberine 則存在 *C. chinensis*, *C. deltooides* 中，而未於 *C. teetoides*, *C. teeta* 及 *C. japonica* 中檢出，又據楊藏雄教授等<sup>5</sup> 之報告，*C. quinquefolia* 含有 berberine, coptisine, jateorrhizine, columbamine 及 magnoflorine 等。由以上各文獻報告顯示，用薄層層析法，以 coptisine 之有無可分辨黃連與黃藥，而由 epiberberine 之有無可做為鑑別黃連基源之參考。

經抽購市售黃連藥材 19 件及黃藥藥材 18 件，利用上述薄層層析法鑑別，得到相同之結果。此外，本局曾針對市售黃連之 berberine 含量加以調查，結果含量在 3.2 - 6.0% 之間<sup>6</sup>。又依上述薄層層析法檢驗時，berberine 之最低檢出量為 0.004  $\mu$ g，而以黃連藥材計算其最低檢出量為 0.25  $\mu$ g，此外又自行配製含黃連中藥製劑如三黃瀉心湯、黃連解毒湯、犀角解毒丸等，同法檢驗亦可清楚辨認製劑中黃連成分。

重點抽購臺灣地區市售黃連製劑檢體 66 件，利用上述 TLC 法就黃連、黃藥在薄層層析板上所呈黃色、黃綠色螢光斑點予以鑑定，其檢驗結果如下 (表一)。

表一 市售含黃連中藥製劑之黃連鑑別調查結果

檢驗結果	檢體標示	含黃連件數 (%)	含黃連與黃藥件數 (%)	計件數 (%)
黃連檢出		19 (52.8)	19 (63.3)	38 (57.6)
黃連未檢出	黃藥檢出	14 (38.9)	9 (30.0)	28 (42.4)
	黃藥未檢出	3 (8.3)	2 (6.7)	
計		36 (100)	30 (100)	66 (100)

- 一、66 件檢體其處方均標示有黃連。其中黃連檢出者 38 件，占 57.6%。其餘 28 件 (42.4%) 未能檢出黃連之螢光斑點。
- 二、66 件檢體中，處方標示含黃連不含黃藥者 36 件。經 TLC 法鑑別，僅 19 件黃連檢出占 52.8%。其餘 17 件中有 14 件黃藥檢出，3 件黃藥及小藥驗均未檢出。
- 三、其餘 30 件檢體處方標示兼含黃連與黃藥。經以 TLC 法鑑別，發現有 19 件黃連檢出，占 63.3%，其餘 11 件黃連未檢出者，有 9 件黃藥檢出，

## 含黃連中藥製劑之黃連鑑別調查報告

2 件黃蘗及小蘗驗均未檢出。

四、以呈色法及 TLC 法均未能檢出黃連或黃蘗之小蘗驗者計 5 件，佔全部之 7.6%，其中處方標示僅含黃連者 3 件，含黃連、黃蘗者 2 件。

五、上述 66 件檢體中，未有僅小蘗驗檢出者。

依中華藥典第三版所載，黃連鑑別乃以其中所含小蘗驗呈色反應為主，並規定小蘗驗含量應在 4.0% 以上。日本藥局方中亦規定乾燥黃連、黃蘗中所含小蘗驗應分別在 3.5% 及 1.0% 以上，因此以薄層析法未能檢出之製劑，其所使用黃連或黃蘗之品質甚為可疑，其原因有待更進一步探討。

### 參考文獻

1. 高木敬次郎等編．1982．和漢藥物學．pp. 92～90．南山堂．
2. T. Misaki, K. Sagara, M. Ojima, S. Kakizawa, T. Oshima and H. Yoshizawa. 1982. Simultaneous Determination of Berberine, Pal-

matine and Coptisine in Crude Drugs and Oriental Pharmaceutical Preparations by Ion-Pair High-Performance Liquid Chromatography. *Chem. Pharm. Bull.*, 30(1), 354.

3. A. Ikuta and H. Itokawa. 1983. Estimation of Coptis Rhizomeson TLC. *Shoyakugaku Zasshi*, 37(2), 195.
4. A. Ikuta, A. Kobayashi and H. Itokawa. 1984. Studies on the Quantitative Analysis Protoberberine Alkaloids in Japanese, Chinese and Other Countries Coptis Rhizomes by Thin Layer Chromatograph-Densitometry. *Shoyakugaku Zasshi*, 38(3), 279.
5. 楊藏雄，陳國棟．1969．臺灣產五加葉黃連之生物驗成分研究．臺灣科學．23，(3-4)，16．
6. 鄭建詒，王昭昭，劉宜祝，劉芳淑．1982．利用薄層析斑點掃描法測定黃連黃蘗及其製劑中小蘗驗之含量．藥物食品檢驗局調查研究年報，第 2 號，45．

## SURVEY ON THE CHINESE MEDICINE PREPARATION CONTAINING COPTIDIS RHIZOMA

BEEN CHEN, JER-HUEI LIN AND CHIEN-FANG TSENG

### ABSTRACT

Both *Coptidis Rhizoma* and *Phellodendri cortex* contain berberine and other similar constituents but they can be distinguished easily by TLC due to the characteristic fluorescent spots of their berberine type alkaloids.

In order to know if the ingredient, *coptidis Rhizoma*, in a Chinese medicine preparation was

replaced with *Phellodendri Cortex* or berberine, 66 samples were collected from the market and examined by the TLC method.

The result showed that 28 samples were devoid of *Coptis Rhizoma* (42.4%) among the samples tested.