

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



# [12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200710055668.6

[51] Int. Cl.  
A61K 36/9068 (2006.01)  
A61P 31/04 (2006.01)  
A61P 1/08 (2006.01)  
A61K 36/71 (2006.01)

[43] 公开日 2007年10月17日

[11] 公开号 CN 101053655A

[22] 申请日 2007.5.23

[21] 申请号 200710055668.6

[71] 申请人 中国科学院长春应用化学研究所

地址 130022 吉林省长春市人民大街 5625 号

[72] 发明人 刘志强 李伟 刘淑莹 宋凤瑞  
王淑敏

[74] 专利代理机构 长春科宇专利代理有限责任公司  
代理人 马守忠

权利要求书 1 页 说明书 8 页 附图 1 页

## [54] 发明名称

一种中药姜制黄连的炮制方法

## [57] 摘要

本发明是属于中药黄连的炮制方法。在常温下，将中药黄连生品置于容器中，把生姜压榨成汁，再把姜汁淋于黄连生品上，姜汁质量是黄连生品质量的 30% ~ 50%，室温下闷润 1 ~ 2 小时待姜汁完全被吸尽后，将其放入烘箱中，烘箱温度为 50℃ ~ 70℃，加热 4 ~ 6 小时烘干，得到一种中药姜制黄连的炮制品。利用电喷雾质谱 (ESI - MS) 及高效毛细管电泳 (HPCE) 对得到的一种姜制黄连的炮制品进行检测。小檗碱的含量增加了 0.649%；巴马汀的含量增加了 0.144%；黄连碱的含量增加了 0.176%。本发明提供了一种有效的炮制方法，具有工作效率高、劳动强度轻、操作简便等特点。

1. 一种中药黄连的炮制方法，其特征在于，实施本发明的技术方案如下：

在常温下，将中药黄连生品置于容器中，把生姜压榨成汁，再把姜汁淋于黄连生品上，姜汁质量是黄连生品质量的 30%~50%，室温下闷润 1~2 小时待姜汁完全被吸尽后，将其放入烘箱中，烘箱温度为 50℃~70℃，加热 4~6 小时烘干，得到一种中药姜制黄连的炮制品。

2. 一种中药黄连的炮制方法，其特征在于，所述的将中药黄连生品置于容器中，再加入压榨好的姜汁，闷润 1.5 小时。

## 一种中药姜制黄连的炮制方法

### 技术领域

本发明属于中药领域，涉及一种中药姜制黄连的炮制方法。

### 背景技术

黄连是毛茛科多年生草本植物，药用其根，《神农本草经》列为上品。由于根呈连珠状而色黄，故名黄连。黄连也称味连、鸡爪连、川连，主要分布在长江中游30余县，产量占全国总产量的80%。黄连具有清热燥湿，泻火解毒之功效，主要用于湿热痞满，呕吐吞酸，泻痢，黄疸，高热神昏，心火亢盛，心烦不寐，目赤、牙痛、消渴、痈肿疔疮；外治湿疹、湿疮、血道流脓。炮制，古称“炮炙”，即火烤之意，中药炮制有着悠久的历史，不少中药经炮制后，不仅有量变，亦可引起质变。科学正确的炮制是提高药品疗效及保证用药安全的前提，炮制质量不合标准可直接影响医疗质量。

黄连的炮制，最早见于南北朝刘宋时期的《雷公炮炙论》，“凡使黄连，以布拭上肉毛，然后用浆水浸二伏时，漉出，于柳火中焙干用”。后历代本草都可见踪影。从古到今，黄连的炮制经过了一个从简到繁，又从繁到简的发展过程。唐代以前，中药炮制技术，炮制理论处于启蒙阶段，黄连的炮制只是简单的挑选、洗净。宋代，科学技术比较发达，众多医药家用新的方法，新的辅料炮制黄连。史堪在《史载之方》收载有“蜜浸，火上炙干，炒半焦”。朱肱所著《类证

活人书》记述到“酒煮一伏时，吸尽火上炙干用”。《小儿药证直诀》记载有“去须，炒，去头，去须，米甘浸一日”。明、清时代，炮制理论、炮制技术趋向成熟定型。《普济方》中创新运用冬瓜汁炮制黄连。《本草纲目》中将炮制方法与临床相结合，论述黄连炮制“治本脏之火，则生用之；治肝胆之实火，则以猪胆汁浸炒；治肝胆之虚火，则以醋浸炒；治上交之火，则以酒炒；治中焦之火，则以姜汁炒；治下焦之火，则以盐水或朴硝研细调水和炒；治气分湿热之火，则以吴茱萸浸炒；治血分块中伏火，则以漆末调水炒；治食积之火，则以黄土研细调和炒。近代，黄连的炮制方法归纳为：净选、切制成饮片；酒炙黄连；姜制黄连；醋炙黄连；盐水炙黄连；吴茱萸制黄连；胆汁炙黄连；炒制黄连；黄连炒炭。《全国炮制规范》，《上海中药饮片炮制规范》，《湖北中草药饮片炮制规范》，王孝清著《中药饮片炮制述要》等都提出黄连炮制方法为净选，切制饮片；酒制；吴茱萸制；姜制。2005年中国药典规定黄连饮片为：净黄连切薄片；酒黄连；吴茱萸连；姜黄连。经过一个长时期的实践发展，黄连的炮制又从繁杂到简单了。

黄连炮制品在中医临床辨证、灵活组方上发挥着不同的治疗作用。酒黄连善清上焦火热，用于目赤，口疮。姜黄连清胃和胃止呕，用于寒热互结，湿热中阻，痞满呕吐。萸黄连舒肝和胃止呕，用于肝胃不和。用火焰法测定黄连及其炮制品中8种微量元素含量的研究中发现，随着不同辅料的加入，部分微量元素含量相对降低，但姜黄连的Sr、Cu偏高，不同炮制品的水煎物中Mn、K、Ca、Mg均高于生品

黄连；酒黄连的Zn、姜黄连的Ca及萸黄连的Cu、Zn元素的煎出率也高于生品黄连，说明炮制对其有一定的作用。对黄连及其炮制品的体外抗菌研究表明：黄连分别经酒、姜、吴茱萸制后仍有不同程度的抗菌活性；且均出现了炮制前未有的对绿脓杆菌抑制作用。黄连经姜制后对变形杆菌的抑制作用增强，并优于其他炮制品。

黄连炮制工艺虽然种样繁多，但是缺乏确切的技术参数。近年来，对黄连炮制的研究主要是采用薄层色谱法或分光光度法对黄连炮制前后的生物碱含量进行测定。薄层色谱法或分光光度法操作复杂，重现性差，分离效率低。

叶玉兰等人[叶玉兰，赵莘莘，罗泽澜。黄连及其炮制品中5种生物碱含量测定。中成药，1996，3（18）：16—17]采用1990年药典方法制得姜制黄连，具体方法为：先将生姜洗净，捣烂，加水适量，压榨取汁，姜渣再加水适量重复压榨一次，合并汁液。取净黄连，加姜汁拌匀，置锅内，用文火炒至姜汁被吸尽，取出，晾干。此种炮制方法不够科学，过于依赖操作者的经验，对压榨的姜汁质量及炮制的温度和时间没有定量控制。本文中对压榨的姜汁质量进行控制，采用烘箱烘烤技术，规定炮制的温度及时间，更科学的阐明了炮制工艺的优劣。

## 发明内容

为了解决已有技术的不足，本发明的目的是提供一种中药姜制黄连的炮制方法。

本发明的方法采用烘箱姜制黄连法，将中药黄连生品置配比量的

姜汁中闷润，待姜汁完全被吸尽后，放入烘箱中烘干后取出，即得中药黄连的姜制炮制品。本发明采用高效毛细管电泳法及电喷雾质谱法研究了姜制黄连的炮制工艺，对黄连所含的化学成分及质量标准进行了研究。

中药黄连主要有效成分是生物碱，包括小檗碱(m/z336)、巴马汀(m/z352)、黄连碱(m/z320)等。大多数研究表明，炮制后的中药黄连中的生物碱含量变化不大，但是药理作用增强，抗菌研究实验结果也表明黄连经生姜炮制后抗菌作用增强，充分说明了黄连炮制的意义。

实施本发明的技术方案如下：

在常温下，将中药黄连生品置于容器中，把生姜压榨成汁，再把姜汁淋于黄连生品上，姜汁质量是黄连生品质量的 30%~50%，室温下闷润 1~2 小时待姜汁完全被吸尽后，将其放入烘箱中，烘箱温度为 50℃~70℃，加热 4~6 小时烘干，得到一种中药姜制黄连的炮制品。

本发明的中药黄连的姜炮制品的成分检测：取中药黄连生品和中药黄连的姜炮制品粉末（过 3 号筛）0.1g，浸于 50ml 50%（v/v）乙醇中，超声处理 30 分钟后，直接用于高效毛细管电泳（HPCE）分析，用甲醇稀释 1000—10000 倍后用于电喷雾质谱（ESI-MS）分析。通过对中药黄连生品和中药黄连炮制品的电喷雾质谱分析，表明中药黄连的主要成分生物碱类化合物，包括小檗碱(m/z336)、巴马汀(m/z352)、黄连碱(m/z320)。

本发明方法所得的中药黄连姜制品的化学成分与中药黄连生品

一致。通过中药黄连生品和姜制品高效毛细管电泳分析,表明中药黄连生品中的小檗碱含量在 7.297%,本发明方法所得的中药黄连姜制品的小檗碱含量在 7.946%,小檗碱的含量增加了 0.649%;中药黄连生品中的巴马汀含量在 1.987%,本发明方法所得的中药黄连姜制品的巴马汀含量在 2.131%,巴马汀的含量增加了 0.144%;中药黄连生品中黄连碱含量为 1.953%,本发明方法所得的中药黄连姜制品中的黄连碱含量为 2.129%,黄连碱的含量增加了 0.176%。在叶玉兰等人的研究中,黄连经姜制后,小檗碱的含量降低 0.09%;巴马汀的含量降低 0.47%;黄连碱的含量降低 0.33%。本发明提供了一种有效的炮制方法,具有工作效率高、劳动强度轻、操作简便等特点。

## 附图说明

图 1 是对照品的电喷雾质谱图。

图 2 是本发明方法炮制品的电喷雾质谱图。

## 具体实施方式

### 实施例 1

取中药黄连生品 500g,把生姜压榨成汁,把质量为 150g 的姜汁淋于生品上,室温下拌匀闷润 1.5 小时,待姜汁完全被吸尽后,再将闷润姜汁的黄连放入烘箱中 50℃下加热 4 个小时后取出,得到一种中药姜制黄连的炮制品。

取中药黄连姜制品粉末 0.1g(过三号筛),置 50ml 50%(v/v)乙醇中,超声波提取 30 分钟后,用甲醇稀释 1000—10000 倍用于电喷雾质谱分析,主要成分有小檗碱(m/z336)、巴马汀(m/z352)、黄连碱(m/z320)(对照品的电喷雾质谱见图 1,炮制品的电喷雾质谱见图 2)。经高效毛细管电泳法分析,黄连生品中小檗碱含量为 7.297%,巴马汀含量为 1.987%;黄连碱含量为 1.953%。此方法炮制的姜制黄连中小檗碱含量为 6.587%,与生品相比较下降了 0.710%;巴马汀含量为 1.876%,与生品相比较下降了 0.111%;黄连碱含量为 1.893%,与生品相比较下降了 0.060%。

### 实施例 2

取中药黄连生品 500g,把生姜压榨成汁,把质量为 250g 的姜汁淋于生品上,室温下拌匀闷润 1.5 小时,待姜汁完全被吸尽后,再将闷润姜汁的黄连放入烘箱中 70℃下加热 6 个小时后取出,得到一种中药姜制黄连的炮制品。

取中药黄连姜制品粉末 0.1g(过三号筛),置 50ml 50%(v/v)乙醇中,超声波提取 30 分钟后,用甲醇稀释 1000—10000 倍用于电喷雾质谱分析,主要成分同实施例 1。经高效毛细管电泳法分析,黄连生品中小檗碱含量为 7.297%,巴马汀含量为 1.987%,黄连碱含量为 1.953%。此方法炮制的姜制黄连中小檗碱含量为 6.781%,与生品相比较下降了 0.516%;巴马汀含量为 1.886%,与生品相比较下降了 0.101%;黄连碱含量为 1.800%,与生品相比较下降了 0.153%。

### 实施例 3



取中药黄连生品 500g, 把生姜压榨成汁, 把质量为 200g 的姜汁淋于生品上, 室温下拌匀闷润 1.5 小时, 待姜汁完全被吸尽后, 再将闷润姜汁的黄连放入烘箱中 70℃下加热 4 个小时后取出, 得到一种中药姜制黄连的炮制品。

取中药黄连姜制品粉末 0.1g(过三号筛), 置 50ml 50%(v/v)乙醇中, 超声波提取 30 分钟后, 用甲醇稀释 1000—10000 倍用于电喷雾质谱分析, 主要成分同实施例 1。经高效毛细管电泳法分析, 黄连生品中小檗碱含量为 7.297%, 巴马汀含量为 1.987%, 黄连碱含量为 1.953%。此方法炮制的姜制黄连中小檗碱含量为 7.022%, 与生品相比较下降了 0.275%; 巴马汀含量为 2.006%, 与生品相比较上升了 0.019%; 黄连碱含量为 1.947%, 与生品相比较下降了 0.006%。

#### 实施例 4

取中药黄连生品 500g, 把生姜压榨成汁, 把质量为 250g 的姜汁淋于生品上, 室温下拌匀闷润 1.5 小时, 待姜汁完全被吸尽后, 再将闷润姜汁的黄连放入烘箱中 50℃下加热 5 个小时后取出, 得到一种中药姜制黄连的炮制品。

取中药黄连姜制品粉末 0.1g(过三号筛), 置 50ml 50%(v/v)乙醇中, 超声波提取 30 分钟后, 用甲醇稀释 1000—10000 倍用于电喷雾质谱分析, 主要成分同实施例 1。经高效毛细管电泳法分析, 黄连生品中小檗碱含量为 7.297%, 巴马汀含量为 1.987%, 黄连碱含量为 1.953%。此方法炮制的姜制黄连中小檗碱含量为 7.496%, 与生品相比较上升了 0.199%; 巴马汀含量为 2.162%, 与生品相比较上升了

0.175%；黄连碱含量为 2.072%，与生品相比较上升了 0.119%。

#### 实施例 5

取中药黄连生品 500g，把生姜压榨成汁，把质量为 200g 的姜汁淋于生品上，室温下拌匀闷润 1.5 小时，待姜汁完全被吸尽后，再将闷润姜汁的黄连放入烘箱中 50℃下加热 6 个小时后取出，得到一种中药姜制黄连的炮制品。

取中药黄连姜制品粉末 0.1g(过三号筛)，置 50ml 50%(v/v)乙醇中，超声波提取 30 分钟后，用甲醇稀释 1000—10000 倍用于电喷雾质谱分析，主要成分同实施例 1。经高效毛细管电泳法分析，黄连生品中小檗碱含量为 7.297%，巴马汀含量为 1.987%，黄连碱含量为 1.953%。此方法炮制的姜制黄连中小檗碱含量为 6.937%，与生品相比较下降了 0.360%；巴马汀含量为 1.989%，与生品相比较上升了 0.002%；黄连碱含量为 2.002%，与生品相比较上升了 0.049%。

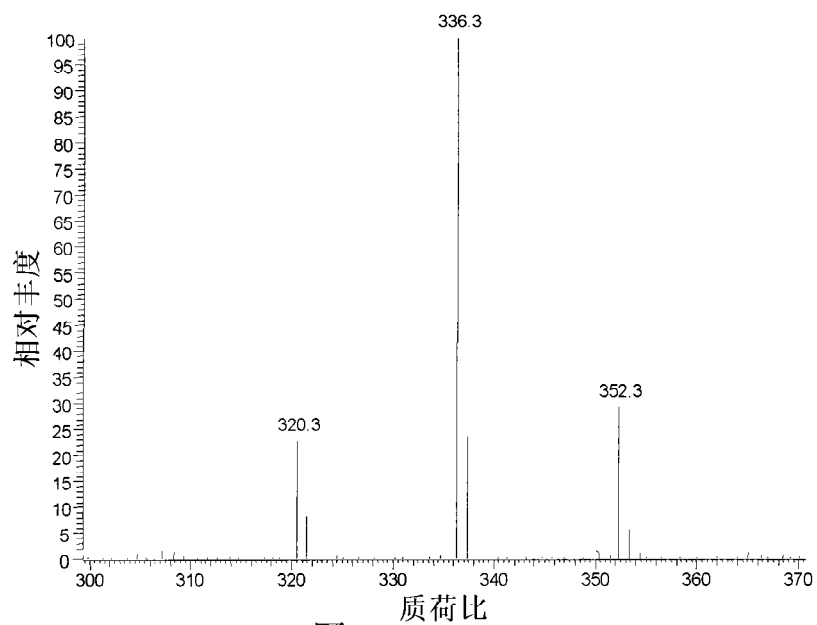


图 1

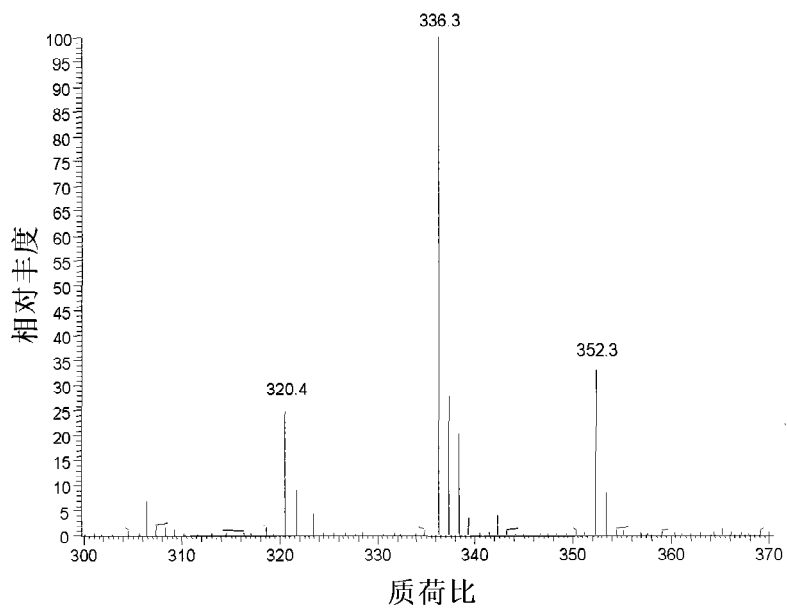


图 2