

## 黄連に含まれるアルカロイドの定性分析

### Qualitative analysis of alkaloids in Coptis Rhizome

黄連は苦味健胃薬として古くから用いられ、現在でも胃腸薬に配合されている生薬です。その活性本体であるベルベリンなどのイソキノリンアルカロイド (Fig.1) は ODSカラムを用いたHPLCで分析可能です。第13改正日本薬局方にもベルベリンの定量試験の方法が記載されています。しかし、各ピークを同定する根拠は保持時間で

あるため、ベルベリン、コプチシン、パルマチンなどの標準品を用いて確認する必要があります。さらに各成分は類似した吸収スペクトルを示すことから、慎重に定性しなければなりません。ここでは、保持時間に加えて、マススペクトルが得られるLC-MSにより黄連末中のアルカロイドを同定した例を紹介します。

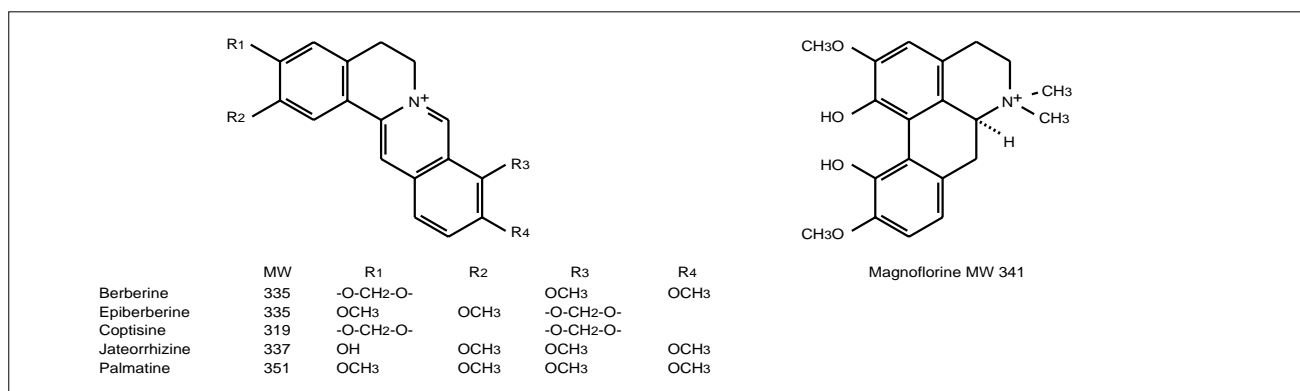


Fig.1 黄連アルカロイドの構造  
Structures of alkaloids in Coptis Rhizome

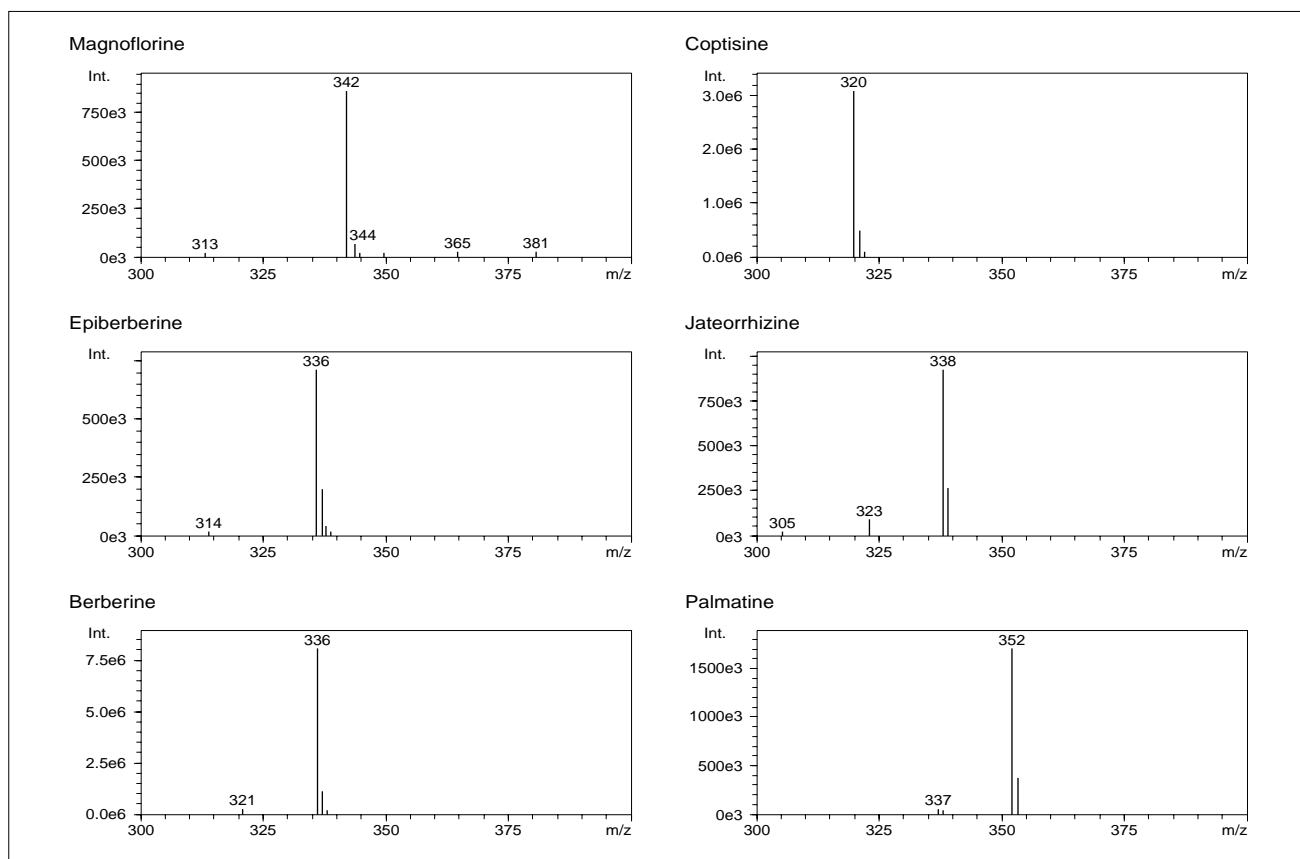


Fig.2 黄連アルカロイドのマススペクトル  
Mass spectra of alkaloids in Coptis Rhizome

ベルベリンなどは4級アンモニウム塩で存在することから、測定には正イオンのエレクトロスプレーイオン化法(ESI)を用いました。各成分はプロトン化分子が観察されるだけのシンプルなマススペクトル(Fig.2)を与えるため、同定は容易です。ベルベリンとエピベルベリンは同じ分子量であるため、マススペクトルの情報だけでは定性できませんが、保持時間が異なることや、黄連

末中の含有量に顕著な差があることなど、総合的に判断することにより判定できます。LC-MS分析では、移動相に難揮発性緩衝液を使用することができないので、ギ酸を含む移動相を用いましたが、良好な分離が得られました。各成分のプロトン化分子の質量数によるマスクロマトグラム(Fig.3)を表示することにより、各成分の分離を確認し、同定することができました。

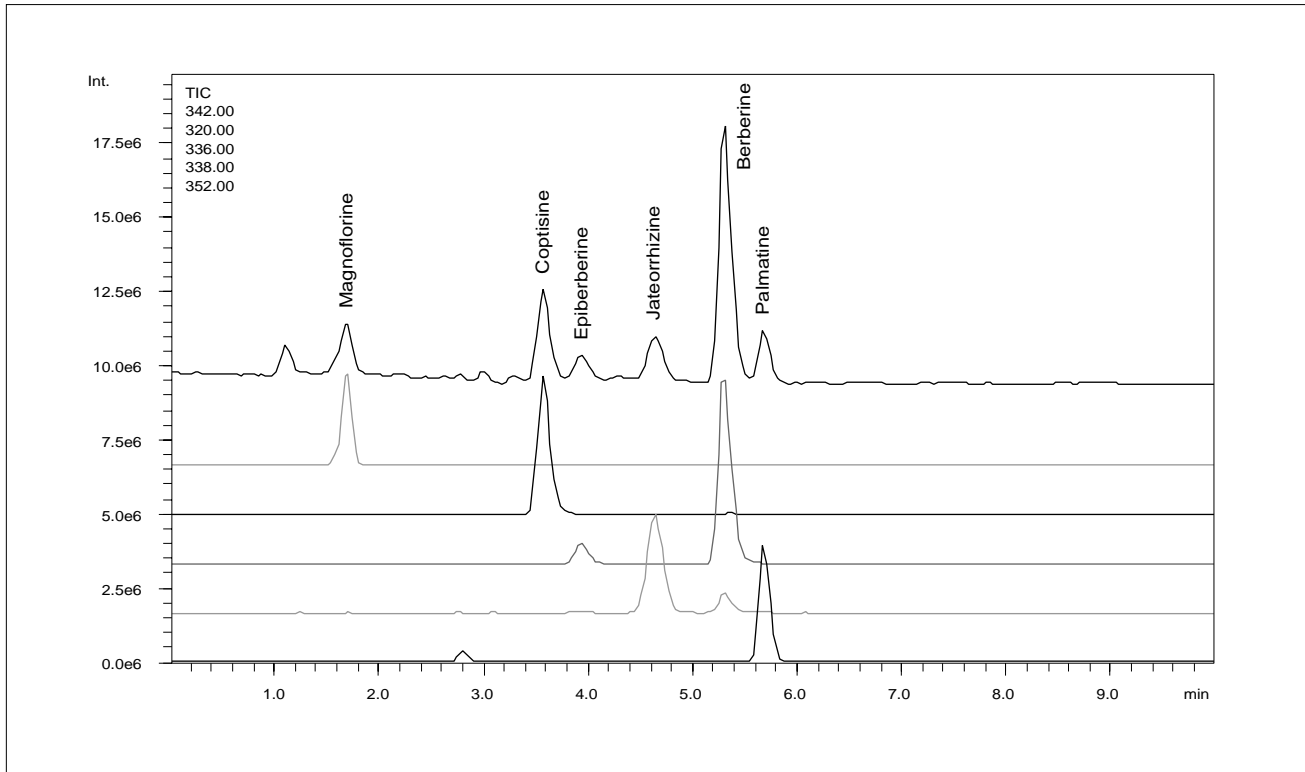


Fig.3 黄連アルカロイドのマスクロマトグラム  
Mass chromatograms of alkaloids in Coptis Rhizome

Table 1 分析条件  
Analytical conditions for LC-MS

Column	: STR ODS- (2.0mmI.D. x 150mmL)	Column temperature	: 40
Mobile phase A	: 0.1% formic acid	ESI probe voltage	: +4.5kV (ESI positive)
Mobile phase B	: methanol	Scan range	: m/z 300 - 400
Total flow rate	: 0.2mL/min	Nebulizing gas flow	: 4.5L/min
Gradient program	: 30%B 70%B (10-15min)		