

# 酸酯碱成分结合指纹图谱优选盐黄柏炮制工艺

程中琴<sup>1</sup>, 刘小妹<sup>1</sup>, 施崇精<sup>1</sup>, 王姗姗<sup>1</sup>, 盛蓉<sup>2\*</sup>, 袁强华<sup>2</sup>, 宋英<sup>2</sup>

<sup>1</sup>成都中医药大学药学院, 成都 610075; <sup>2</sup>成都中医药大学附属医院, 成都 610072

**摘要:**通过测定三大类成分含量, 结合盐黄柏指纹图谱优选盐黄柏炮制工艺。采用 HPLC-DAD 法测定盐黄柏中 6 种生物碱以及 2 种酸类、1 种内酯, 共 9 种, 3 大类成分含量。以 AHP 法确定各指标成分权重, 综合评分结合指纹图谱, 通过单因素及正交设计实验, 定性定量的分析炮制温度、炮制时间、炒药量对盐黄柏炮制的影响, 优选盐黄柏炮制工艺。优选炒制工艺为: 180 °C, 20 min, 300 g 药材(占容器体积 1/4)。三大类成分结合指纹图谱优选的盐黄柏炮制工艺稳定、可行; 此外, 该方法可用于类似工艺的筛选。

**关键词:**黄柏; 盐炙; 酸类; 生物碱类; 酯类; 指纹图谱

中图分类号: R932

文献标识码: A

文章编号: 1001-6880(2019)3-0482-07

DOI: 10.16333/j.1001-6880.2019.3.018

## Acids, alkaloids and ester combined with HPLC fingerprint to optimize the processing of stir-frying with salt-water for *Phellodendron chinense* Schneid bark

CHENG Zhong-qin<sup>1</sup>, LIU Xiao-mei<sup>1</sup>, SHI Chong-ying<sup>1</sup>, WANG Shan-shan<sup>1</sup>,  
SHENG Rong<sup>2\*</sup>, YUAN Qiang-hua<sup>2</sup>, SONG Ying<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Pharmacy college, Chengdu University of TCM, Chengdu 610075, China ;

<sup>2</sup>The Affiliated Hospital of Chengdu University of TCM, Chengdu 610072, China

**Abstract:** To research the HPLC fingerprint and three major chemical components changes of Cortex *Phellodendri*, HPLC was used to determine three kinds compositions in *Phellodendron chinense* Schneid bark, including six alkaloids, two acids and an ester. AHP was adopted to determine the weight of each index. Comprehensive score combined with HPLC Fingerprint used to optimize the Processing of Stir-bake with Salt-water for *Phellodendron chinense* Schneid by the design of single factor and orthogonal test. Qualitative and quantitative analysis of the effects of processing temperature, processing time and the amount of fried. The Comprehensive Study of HPLC Fingerprint and Three Major Chemical Components to Optimize the Processing of Stir-bake with Salt-water for *Phellodendron chinense* Schneid bark was as following: 180 °C, 20 min, 300 g (volume 1/4 of container). The processing technology of *Phellodendron chinense* bark was stable and feasible optimized by three kinds of ingredients combined with HPLC fingerprints, can be used for mass production. In addition, this method can be used for screening similar processes.

**Key words:** *Phellodendron chinense* Schneid; stir-bake with salt-water; alkaloids; acids; ester; HPLC fingerprint.

黄柏来源于芸香科植物黄皮树 *Phellodendron chinense* Schneid. 的干燥树皮。习称“川黄柏”<sup>[1]</sup>。始载于《神农本草经》，列为上品。<sup>[2]</sup> 该药味苦、性寒，归肾、膀胱经。具有清热燥湿，泻火除蒸，解毒疗疮之效。用于湿热泻痢、黄疸、带下、热淋、脚气、骨蒸劳热、盗汗、遗精、疮疡肿毒、湿疹瘙痒等病的治

疗，为临床常用药<sup>[3]</sup>。传统理论认为生黄柏性味苦寒，清热燥湿、泻火解毒作用强，但苦寒过甚，应用不当易伤脾胃；盐炙后可缓和苦寒之性，不易伤脾胃，并借盐引药入肾之功而增强滋阴泻相火之力<sup>[4]</sup>。根据 2015 年版《中国药典》的附录 II D 盐水炙法中对盐制黄柏规定：“取净药材，加盐水拌匀，闷透，置锅内，以文火加热，炒至规定的程度时，取出，放凉。每 100 kg 净药材用食盐 2 kg。”<sup>[1]</sup> 但对黄柏的盐制工艺如炮制温度和时间、炒药量并未做明确规定。本文以指纹图谱全面反映药材的化学成分，以盐黄

收稿日期: 2018-01-18

接受日期: 2018-07-18

基金项目: 国家中药标准化项目-黄柏(项目编号: ZYBZH-Y-SC-H)

\* 通信作者 Tel: 86-28-87783257; E-mail: sheng6710@126.com

柏中三大类主要成分(生物碱和酸类、酯类)为指标,定性定量的分析不同炮制工艺,以期为进一步规范黄柏盐炙工艺,确保良好的临床效果。通过探讨影响黄柏盐炙工艺的几个因素,为制定黄柏盐制的合理炮制工艺标准提供科学依据。

## 1 仪器与试剂

### 1.1 仪器

1260-II型 HPLC 仪,包括四元泵、DAD 检测器、在线脱气装置、Openl AB 工作站(Agilent 公司,美国);BP211D 型十万分之一电子分析天平(Mettler-Toledo 公司,瑞士);AS20500BD 型超声清洁仪(天津奥特赛恩斯仪器有限公司);CXP-500A 型高速多功能粉碎机(上海市晟喜制药机械有限公司);MS-5 型炒货机(迈斯机械)。

### 1.2 试剂

对照品盐酸小檗碱(批号:15401-69-1,纯度 98.0%),盐酸小檗红碱(批号 633-65-8,纯度为 98%),巴马汀(批号 10605-02-4,纯度 98.0%),木兰花碱(批号:2141-9-5,纯度 98.0%),黄柏内酯(批号:1180-71-78,纯度 99.03%),异绿原酸 B(批号:1453461-3,纯度 98.97%),3,5-*O*-二咖啡酰奎宁酸(批号:89919-62-0,纯度 99.25%),均购自成都植标化纯生物技术有限公司;盐酸黄柏碱(批号:111895-201504,纯度 94.9%),盐酸药根碱(批号:110733-201609,纯度 89.5%),均购自中国食品药品检定研究院。生黄柏(批号:170721),由四川省中药饮片有限责任公司提供,经成都中医药大学附属医院盛蓉主任药师鉴定为芸香科植物黄皮树的干燥树皮。乙腈、甲醇(天地公司,美国,色谱纯),水为纯化水(怡宝水),未加碘精制盐(厂家:中盐榆林有限公司;批号:201707041S)其余试剂为分析纯。

## 2 分析方法与结果

### 2.1 含量测定方法

#### 2.1.1 对照品溶液的制备

精密称取盐酸小檗碱、木兰花碱、盐酸小檗红碱、黄柏碱、巴马汀、药根碱、3,5-*O*-二咖啡酰奎宁酸、异绿原酸 B、黄柏内酯 25.46、10.88、7.51、9.66、10.10、11.09、8.55、6.43、9.25 mg,分别置 10 mL 量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,即得各对照品储备液。精密移取各生物碱对照品储备液 1 mL,置 10 mL 量瓶中,用甲醇稀释至刻度。得到盐酸小檗碱、木兰花碱、盐酸小檗红碱、黄柏碱、巴马汀、药根碱质量浓度分别为 249.5、106.6、73.6、91.7、99.

0、99.1  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的混合对照品溶液。置 4 $^{\circ}\text{C}$  的冰箱中保存备用。

#### 2.1.2 HPLC 色谱条件

色谱柱:Inertsil ODS-3 5  $\mu\text{m}$  4.6  $\times$  250 mm; 流相:乙腈 A-0.1% 磷酸 B(15:85、PH=2.10),进行梯度洗脱(见表 1);柱温:30  $^{\circ}\text{C}$ ;流速:1.0 mL/min,进样量:5  $\mu\text{L}$ ;检测波长:327 nm。

表 1 梯度洗脱表

Table 1 Gradient elution table

时间 Time (min)	乙腈 A Acetonitrile A (%)	流动相 B Mobile phase B (%)
0	5	95
20	5.5	94.5
22	22	78
37	23	77
42	29	71
74	31	69

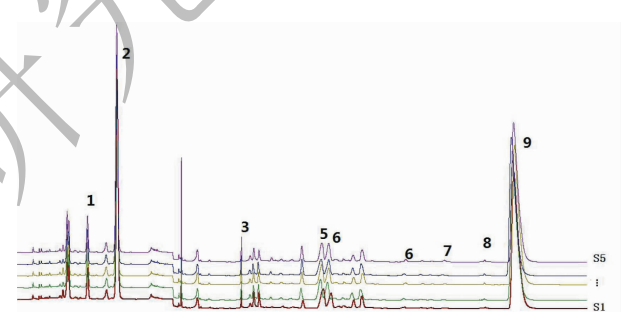


图 1 不同炮制温度下盐黄柏三类主要成分 HPLC 指纹图谱

Fig. 1 HPLC fingerprint of three main components of Phellodendron chinensis under different processing temperatures

注:S1 120  $^{\circ}\text{C}$ ;S2 140  $^{\circ}\text{C}$ ;S3 160  $^{\circ}\text{C}$ ;S4 180  $^{\circ}\text{C}$ ;S5 200  $^{\circ}\text{C}$ ;1 异绿原酸 B;2 3,5-*O*-二咖啡酰奎宁酸;3 黄柏内酯;4 黄柏碱;5 木兰花碱;6 药根碱;7 巴马汀;8 盐酸小檗红碱;9 盐酸小檗碱。

Note:S1 120  $^{\circ}\text{C}$ ;S2 140  $^{\circ}\text{C}$ ;S3 160  $^{\circ}\text{C}$ ;S4 180  $^{\circ}\text{C}$ ;S5 200  $^{\circ}\text{C}$ ;

1 Isochlorogenic acid B; 2 3,5-Isochlorogenic acid;  
3 obakulactone;4 Phellodendrine;5 magnoflorine;  
6 jatcorhizine;7 palmatine;8 berberubine;9 berberine.

#### 2.1.3 供试品溶液得制备

精密称取盐黄柏药材粉末(过三号筛)1.0 g,置 100 mL 锥形瓶中,精密加入 25 mL 盐酸:甲醇(1:100)混合溶液,称定重量,超声处理 1 h,冷却后加入盐酸:甲醇(1:100)混合溶液,补足失去的重量,静置,取上清液过 0.45  $\mu\text{m}$  滤膜,即得供试品溶液。

## 2.2 单因素炮制工艺考察

### 2.2.1 炮制温度考察

称取 100 g 黄柏饮片 10 份,按每 100 g 药材加入 2 g 未加碘精制盐的比例,分别加入 40 mL 水将 2 g 盐溶解,用喷壶均匀喷洒在药材表面,并置密闭容

器中闷润 60 min,分别 120、140、160、180、200 °C 炮制 15 min,粉碎,按 2.1.3 进行含量测定。记录峰面积,计算含量,结果见表 2、图 1。

表 2 炮制温度对盐黄柏指标成分含量影响 (mg/g)

Table 2 Content of the index components influenced by processed temperature (mg/g)

炮制温度 Processed temperature (°C)	生物碱总量 Alkaloid	3,5- <i>O</i> -二咖啡酰奎酸 3,5-Isochlorogenic acid	异绿原酸 B Isochlorogenic acid B	黄柏内酯 obakulactone
120 °C-1	51.8508	34.1015	3.3448	5.9024
120 °C-2	55.5572	38.5736	3.4379	6.0040
140 °C-1	57.2770	37.9526	3.5801	6.8954
140 °C-2	54.5715	37.4959	3.3463	6.3939
160 °C-1	52.7880	34.5519	3.3530	7.1297
160 °C-2	53.4172	35.1659	3.4610	6.7737
180 °C-1	54.4209	35.5105	3.6592	7.4579
180 °C-2	53.8566	34.8647	3.6812	7.9598
200 °C-1	52.8461	32.9795	3.6517	8.3788
200 °C-2	55.7747	35.6337	3.8590	9.0521

实验过程发现,炮制温度对盐黄柏得炮制有一定影响,特别是盐酸小檗红碱的含量,随着温度得升高,盐酸小檗红碱含量增加,以及内酯成分亦有所提高,并且温度过低,盐黄柏不易炒干,但温度过高容易炒焦,故综合考虑,最终确定盐黄柏炮制温度范围为 120 ~ 180 °C。

### 2.2.2 炮制时间考察

称取 100 g 黄柏饮片 10 份,按每 100 g 药材加入 2 g 盐的比例,分别加入 40 mL 水将 2 g 盐溶解,用喷壶均匀喷洒在药材表面,并置密闭容器中闷润 90 min,在 150 °C 炮制 10、15、20、25、30 min,粉碎,按 2.1.3 进行含量测定。记录峰面积,计算含量,结果见表 3、图 2。

结论:盐黄柏炮制时间不同,生物碱总量变化较小,但个别成分得含量变化较大,炮制温度不同,炮制时间亦有相应调整,但为节约生产成本,应将其

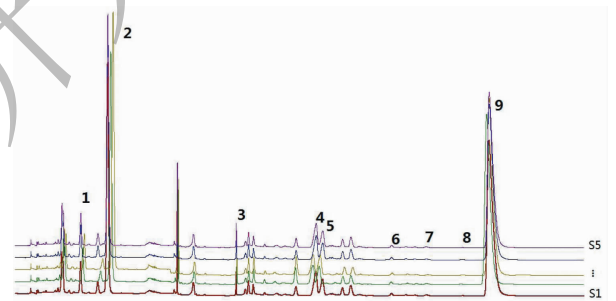


图 2 不同炮制时间下盐黄柏三类主要成分 HPLC 指纹图谱

Fig. 2 HPLC fingerprint of three main components of Phellodendron chinensis under different processing time

注: S1 10 min; S2 15 min; S3 20 min; S4 25 min; S5 30 min; 1 异绿原酸 B; 2 3,5-*O*-二咖啡酰奎酸; 3 黄柏内酯; 4 黄柏碱; 5 木兰  
花碱; 6 药根碱; 7 巴马汀; 8 盐酸小檗红碱; 9 盐酸小檗碱。

Note: S1 10 min; S2 15 min; S3 20 min; S4 25 min; S5 30 min;

1 Isochlorogenic acid B; 2 3,5-Isochlorogenic acid; 3 obakulactone;  
4 Phellodendrine; 5 magnoflorine; 6 jateorhizine;  
7 palmatine; 8 berberubine; 9 berberine.

表 3 炮制时间对盐黄柏指标成分含量影响 (mg/g)

Table 3 Content of the index components influenced by processed time (mg/g)

炮制时间 Processed temperature (min)	生物碱总量 Alkaloid	3,5- <i>O</i> -二咖啡酰奎酸 3,5-Isochlorogenic acid	异绿原酸 B Isochlorogenic acid B	黄柏内酯 Obakulactone	水分 Water (%)
10 min-1	60.8195	37.3865	1.4704	8.1529	25.36
10 min-2	53.5928	34.3106	1.4372	7.6055	25.75
15 min-1	57.3909	36.9732	1.4443	8.0624	18.74

续表 3 (Continued Tab. 3)

炮制时间 Processed temperature (min)	生物碱总量 Alkaloid	3,5- <i>O</i> -二咖啡酰奎酸 3,5-Isochlorogenic acid	异绿原酸 B Isochlorogenic acid B	黄柏内酯 Obakulactone	水分 Water (%)
15 min-2	54.9747	35.0181	1.3385	7.8240	18.76
20 min-1	57.2725	36.2313	1.4918	8.0359	12.20
20 min-2	54.0945	35.2515	1.3562	7.5952	12.98
25 min-1	54.9512	38.0161	1.3453	7.4163	10.44
25 min-2	58.0796	39.0776	1.4354	8.0289	10.42
30 min-1	52.6592	34.0534	1.3415	8.1283	7.27
30 min-2	53.7386	34.3242	1.3826	7.5260	7.31

炒药时间控制在 30 min 以内, 并且时间过长, 会使黄柏饮片炒焦, 此外, 时间太短, 盐黄柏未炒干, 会影响黄柏的储存, 综上所述, 本实验最终确定时间范围为 15 ~ 25 min。

### 2.2.3 炒药量考察

分别取生黄柏饮片 50、100、150、200、250、300 g 饮片各 2 份, 分别按每 100 g 药材加入 40 mL 水 (含 2 g 盐) 的比例, 浸润 60 min, 150℃ 炮制 15 min, 粉碎, 按 2.1.3 进行含量测定。记录峰面积, 计算含量。结果见表 4、图 3。

实验结果表明, 炒药量对各类成分影响较小, 炒药量对炮制品的影响主要与所配置机器容量得总体积相关, 调查多个药厂, 根据多名炒药师傅多年炮制经验, 炒药量一般不多于炒药机总容量 1/4, 本实验所用炒药机所容纳黄柏饮片总量约为 1200 g, 炒药量太少容易炒焦甚至炒碳, 影响饮片质量, 炒药量过多容易造成饮片翻炒不均匀, 部分饮片未炒干, 影响

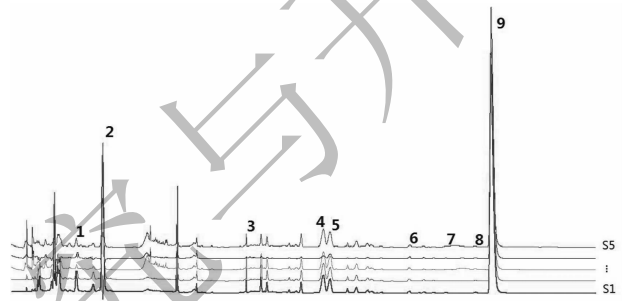


图 3 不同炒药量下盐黄柏三类主要成分 HPLC 指纹图谱  
Fig. 3 HPLC fingerprint of three main components of Phellodendron chinensis under different processing amount

注: S1 50g; S2 100g; S3 150g; S4 200g; S5 250g; 1 异绿原酸 B; 2 3,5-*O*-二咖啡酰奎酸; 3 黄柏内酯; 4 黄柏碱; 5 木兰花碱; 6 药根碱; 7 巴马汀; 8 盐酸小檗红碱; 9 盐酸小檗碱。

Note: S1 50g; S2 100g; S3 150g; S4 200g; S5 250g; 1 Isochlorogenic acid B; 2 3,5-Isochlorogenic acid; 3 obakulactone; 4 Phellodendrine; 5 magnoflorine; 6 jateorhizine; 7 palmitine; 8 berberubine; 9 berberine.

表 4 炒药量对盐黄柏指标成分含量影响 (mg/g)

Table 4 Content of the index components influenced by processed amount (mg/g)

炒药量 Processed amount (g)	生物碱总量 Alkaloid	3,5- <i>O</i> -二咖啡酰奎酸 3,5-Isochlorogenic acid	异绿原酸 B Isochlorogenic acid B	黄柏内酯 Obakulactone
50g-1	42.7308	29.9081	1.0453	4.5867
50g-2	41.7418	29.7123	1.4587	4.7394
100g-1	44.8444	32.6735	1.0965	5.0910
100g-2	43.3765	31.8935	1.0099	5.2639
150g-1	42.9663	28.4300	1.0009	5.0139
150g-2	42.0820	29.5022	0.9690	5.2438
200g-1	41.5969	27.2429	0.9911	5.3217
200g-2	42.2396	29.1061	1.0506	5.0719
250g-1	39.9821	27.3980	0.8098	5.4976
250g-2	45.6852	28.7517	1.0633	6.1125

饮片的储存,最终确定正交炒药范围为 100 g ~ 300 g。

### 2.3 AHP 法确定各指标成分权重

根据各成分药效作用以及各成分含量多少,将指标成分含量作为权重予以量化,即将 4 个指标成

分分成 4 个层次,并确定各指标得优先顺序:生物碱总量 > 3.5-二咖啡酰奎酸 > 黄柏内酯 > 异绿原酸 B。以此构成成对比较的优先矩阵,并获得各指标的相对评分,指标成对比较的判断优先矩阵见表 5。

表 5 指标成对比较的判断优先矩阵

Table 5 Judgment priority matrix for comparison of indexes

权重指标 Weight index	生物碱总量 Alkaloid	3.5-O-二咖啡酰奎酸 3.5-Isochlorogenic acid	异绿原酸 B Isochlorogenic acid B	黄柏内酯 Obakulactone
生物碱总量 Alkaloid	1	2	3	4
3.5-二咖啡酰奎酸 3.5-Isochlorogenic acid	1/2	1	2	3
异绿原酸 B Isochlorogenic acid B	1/3	1/2	1	2
黄柏内酯 Obakulactone	1/4	1/3	1/2	1

根据表 5 评分结果,AHP 法计算生物碱总量、3.5-二咖啡酰奎酸、黄柏内酯、异绿原酸 B 各项指标权重系数分别为 0.466 8、0.277 6、0.160 3、0.095 3,一致性比例因子  $CR = 0.007 3 < 0.1$ ,即指标优先比较判断矩阵具有一致性,权重系数有效。

### 2.4 正交设计优选炮制工艺

根据单因素实验,优选炒制温度、炒制时间、炒药量三个因素三水平优选炮制工艺。根据因素和水平数,选择  $L_9(3^4)$  正交表。因素、水平设定和实验安排见下表。

表 6 正交因素水平表

Table 6 Factors and levels for orthogonal design

水平 Levels	因素 Factors		
	A 温度 A Temperature ( $^{\circ}C$ )	B 时间 B Time (mins)	C 炒药量 C Amount (g)
1	120	15	100
2	150	20	200
3	180	25	300

表 7 正交实验安排与结果

Table 7 Design and results of orthogonal test

试验号 No.	生物碱总量 Alkaloid	3.5-O-二咖啡酰奎酸 3.5-Isochlorogenic acid	异绿原酸 B Isochlorogenic acid B	黄柏内酯 Obakulactone	评分 Score
1	44.6166	20.3959	4.1413	2.4436	76.49
2	42.2168	24.6821	4.2718	2.7179	78.80
3	41.5302	26.1509	4.5400	2.8603	80.37
4	44.7383	27.6083	4.5875	3.1264	85.46
5	42.3019	26.6839	4.5822	3.0337	82.07
6	42.7928	26.8492	4.6800	3.0392	82.93
7	42.6644	28.3719	4.2805	2.8139	82.68
8	33.9909	26.7233	6.7009	4.3379	81.94
9	47.9255	31.8746	5.0710	3.3580	93.95

## 2.5 提取工艺的确定

采用 AHP 法得到的权重系数对实验结果进行

综合评分, 利用 SPSS 19.0 对正交结果进行分析, 直

观分析结果见表 8, 方差分析结果见表 9。

表 8 正交试验综合评分结果

Table 8 Comprehensive score results of orthogonal design

因素 Factor 试验号 No.	1	2	3	4	综合评分 Comprehensive score
	A	B	C	D	
1	1.00	1.00	1.00	1.00	76.49
2	1.00	2.00	2.00	2.00	78.80
3	1.00	3.00	3.00	3.00	80.37
4	2.00	1.00	2.00	3.00	85.46
5	2.00	2.00	3.00	1.00	82.07
6	2.00	3.00	1.00	2.00	82.93
7	3.00	1.00	3.00	2.00	82.68
8	3.00	2.00	1.00	3.00	81.94
9	3.00	3.00	2.00	1.00	93.95
K <sub>1</sub>	235.66	244.64	241.36	252.50	
K <sub>2</sub>	250.46	242.81	258.21	244.42	
K <sub>3</sub>	258.57	257.25	245.12	247.76	
R	7.63	4.81	5.61	2.69	

表 9 方差分析

Table 9 Analysis of variance

方差来源 Source of variance	离差平方和 Sum of squares of deviations	自由度 Freedom	F 值	P
A	89.91	2.00	23.97	*
B	41.21	2.00	10.99	
C	52.13	2.00	13.90	
D(误差)	11.00	2		

注:  $F_{0.05}(2, 2) = 99.0$ 。

Note:  $F_{0.05}(2, 2) = 99.0$ 。

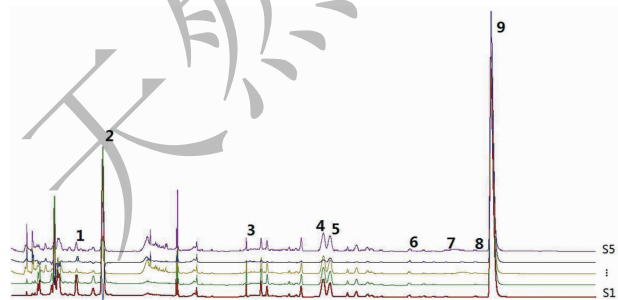


图 4 正交实验 HPLC 指纹图谱

Fig. 4 HPLC fingerprint of orthogonal design

正交实验结果表明, 不同的炮制工艺对盐黄柏个别成分影响较大, 直观分析表明, 影响炮制工艺的

主次为:  $A > C > B$ , A 因素对综合评分具有显著影响, 得最佳工艺为  $A_3B_3C_2$ , 但由于 B 因素和 C 因素对实验结果影响不显著, 考虑工业化大生产, 为节约成本, 同时保证饮片炒干, 最终确定炮制工艺为:  $A_3B_2C_3$ , 即  $180\text{ }^\circ\text{C}$ , 炒 20 min, 加入容器体积 1/4 饮片量。

## 2.6 正交验证试验

称取 300g 黄柏饮片 (三份), 分别加入 80 mL 盐水 (含 4 g 盐), 闷润 90 min, 放入预热至  $180\text{ }^\circ\text{C}$  炒药机翻炒 20 min, 粉碎, 过筛, 按“2.1 项”进行含测。实验结果表明,  $RSD < 5\%$ , 该工艺稳定、可行, 可运用于盐黄柏炮制工艺生产。

表 10 验证结果

Table 10 Verification testing results

试验号 No.	生物碱总量 Alkaloid	3,5- <i>O</i> -二咖啡酰奎酸 3,5-Isochlorogenic acid	异绿原酸 B Isochlorogenic acid B	黄柏内酯 Obakulactone	评分 Score
	(mg/g)	(mg/g)	(mg/g)	(mg/g)	
1	43.7383	27.7083	4.6002	3.1302	99.72
2	42.9384	27.6936	4.5869	3.1262	98.79
3	44.00024	27.6102	4.6021	3.1198	99.87
RSD/%	4.35	0.92	1.27	0.52	0.98

### 3 讨论

#### 3.1 指纹图谱分析

试验发现盐黄柏不同炮制品均存在这 9 个共有峰,但各成分含量有一定差异。不同炮制品中生物碱总量变化较小,主要变化成分为盐酸小檗红碱及黄柏内酯。盐酸小檗红碱可能是由于加热使某些成分发生了转变,研究发现黄柏炮制后,小檗红碱含量增加是由盐酸小檗碱转化而来。但不同炮制温度对化学成分的转化有所不同,研究发现,加碘盐和非加碘盐黄柏内酯含量相差较大,其主要原因可能是碘使其溶出率的变化所致。黄柏生熟药效有异,生品性寒而沉;盐炙后缓和苦燥之性,不伤脾胃,引药下行入肾,增强资肾阴、泻肾火的作用。通过指纹图谱比较,发现黄柏炮制前后存在化学成分的变化,这可能是导致其药效发生变化的原因。<sup>[4]</sup>

#### 3.2 盐黄柏饮片质量评价

实验结果表明,不同盐黄柏炮制品各类成分含量不呈正比趋势增长,故以单一成分来评价药材质量的优劣是不全面的,需多成分,多指标进行综合考虑。本实验通过三类有效成分的精确定量测定,为盐黄柏药材质量的控制和评价提供更好技术参考<sup>[5-7]</sup>,并结合指纹图谱,定性定量得反映盐黄柏质量,为本课题接下来进一步盐黄柏的炮制工艺参数研究奠定基础。

#### 3.3 炮制工艺的确定

本实验初期采用单因素实验,确定各影响因素的范围,<sup>[8]</sup>筛选出对盐黄柏质量影响较大的炮制影响因素,并采用正交设计进一步优选,实验结果采用多成分、多方面评价,<sup>[9]</sup>使筛选工艺更具科学性、可行性,所筛选的工艺对盐黄柏炮制稳定、可行,适用于实际生产中进一步验证,同时该试验为阐释黄柏

的炮制机理提供了一定的参考依据,所建立的方法也可用于盐黄柏的质量控制。

#### 参考文献

- 1 Chinese Pharmacopoeia Commission. Pharmacopoeia of the Peoples Republic of China Vol I (中华人民共和国药典:第一部)[M]. Beijing: China Medical Science Press, 2015: 305.
- 2 Wang M, Ji TF, Yang JB, et al. Studies on the Chemical Constituents of Phellodendron chinense[J]. Chin Med Mat(中药材), 2009, 2: 208-210.
- 3 Yu YJ, Li JS, Chen ZP, et al. The comparative study of HPLC fingerprint between Cortex Phellodendri and Cortex Phellodendri processed products [J]. Guid J Tradit Chin Med Pharm(中医药导报), 2011, 17(9): 76-78.
- 4 Lin F, Wang YH, Wang L, et al. Study on the Quality Control of Eucommiae Cortex by Multi-components Quantitation by One Marker Method and Fingerprint [J]. Chin J Exp Tradit Med Form(中国实验方剂学杂志), 2012, 13: 78-82.
- 5 Cheng ZQ, Shi CJ, Liu XM, et al. Application of Golden section method with Dynamic Optimization in Extraction Process Optimization of Salt Cortex Phellodendri [J]. Nat Prod Res Dev(天然产物研究与开发), 2018, 30: 1030-1036.
- 6 Wu SS, Hu CJ, Lyu FF, et al. Determination of five alkaloids from Phellodendri cortex by HPLC[J]. Chin Tradit Pat Mde(中成药), 2010, 32: 443-447.
- 7 Qi DL, Jia TZ, Lian L. Change of constituents in cortex Phellodendri after processing [J]. Chin Tradit Pat Mde(中成药), 2010, 32: 443-447.
- 8 Yang AX, Yi K, Yi YD, et al. Study on Water Extraction Process of Traditional Chinese Medicine Qubai Granule by Orthogonal Test [J]. China Pharm(中国药师), 2016, 19: 1849-1852.