

黄柏生品与盐炙品中生物碱类成分在大鼠肾组织脏器中的吸收差异

张 凡^{1,2}, 孟 莉^{1,2}, 刘蓬蓬^{1,2}, 王 旭¹, 王 锐¹, 宋 成¹, 贾天柱^{1,2*}
(1. 辽宁中医药大学 药学院, 辽宁 大连 116600; 2. 辽宁省中药炮制工程技术研究中心, 辽宁 大连 116600)

摘要: **目的** 探究黄柏生品与盐炙品中生物碱类成分在大鼠肾组织脏器中的吸收差异。**方法** 在大鼠口服灌胃给药后, 采用 UPLC-QqQ-MS 法测定黄柏生品与盐炙品中黄柏碱、木兰花碱、药根碱、巴马汀、小檗碱成分在肾组织脏器中的含药浓度。**结果** 给药后相同时间内, 盐炙后的黄柏在肾组织脏器中生物碱类成分的含药浓度要比生品的含药浓度高。**结论** 盐炙后的黄柏肾脏吸收效果较生品好, 并在一定程度验证了黄柏“盐炙入肾”的炮制传统理论。
关键词: 黄柏; 中药炮制; 生物碱类; UPLC-QqQ-MS
中图分类号: R284.1 **文献标志码:** A **文章编号:** 1001-1528(2020)11-2954-06
doi: 10.3969/j.issn.1001-1528.2020.11.024

Absorption differences between the raw and salt-water processed *Phellodendron chinense* in rats kidney

ZHANG Fan^{1,2}, MENG Li^{1,2}, LIU Peng-peng^{1,2}, WANG Xu¹, WANG Rui¹, SONG Cheng¹, JIA Tian-zhu^{1,2*}
(1. College of Pharmacy, Liaoning University of Traditional Chinese Medicine, Dalian 116600, China; 2. Traditional Chinese Materia Medica Processing Engineering Center of Liaoning Province, Dalian 116600, China)

ABSTRACT: **AIM** To study the absorption differences between the raw and salt-water processed *Phellodendron chinense* Schneid. in rats kidney. **METHODS** UPLC-QqQ-MS method was used to determine the content of phellodendrine, magnoflorine, jatrorrhizine, palmatine, berberine in rats kidney between the products of raw and salt-water processed *P. chinense* after oral administration. **RESULTS** Within the same time after administration, the content of alkaloids in the kidney tissue organs of salt-water processed of *P. chinense* was higher than the raw products. **CONCLUSION** The absorption effect of salt-water processed *P. chinense* is better than the raw ones, and to a certain extent, it verifies the theory of “entering into the kidney through salt-water processing”.
KEY WORDS: *Phellodendron chinense* Schneid; TCM processing; alkaloids; UPLC-QqQ-MS

黄柏为芸香科植物黄皮树 *Phellodendron chinense* Schneid. 的干燥树皮。其味苦, 性寒, 归肾、膀胱、大肠经, 具有清热燥湿、泻火除蒸、解毒疗疮的功效, 为中医传统的清热燥湿药^[1]。《本草纲目》载有“黄檗性寒而沉, 生用则降实火, 熟用则不伤胃, 酒炙则治上, 盐炙则治下, 蜜炙则治中”。这是对黄柏炮制作用最精辟的论述。生黄

柏具苦寒之性, 清热燥湿作用强, 酒炙缓和苦寒之性, 而盐炙则增强苦寒之性, 又引药下行入肾, 还可增强滋阴降火的作用。此外在其他医书中, 针对黄柏的盐炙也有相关的记载。黄柏经盐炙后可引药下行入肾, 其滋肾阴、泻肾火、退虚热的功效增强, 可用于阴虚发热、梦遗滑精、骨蒸劳热、盗汗、咳嗽咯血等证。而目前黄柏的“盐炙入肾”

收稿日期: 2019-12-18

基金项目: 国家自然科学基金项目 (81274083, 8190140513); 辽宁省自然科学基金项目 (20180550942); 辽宁中医药大学大学生创新创业项目 (201910162044)

作者简介: 张 凡 (1985—), 男, 博士, 研究方向为中药炮制。E-mail: zhangfan11123@163.com

* 通信作者: 贾天柱 (1951—), 男, 教授, 博士生导师, 研究方向为中药炮制。E-mail: jiatzh@126.com

的炮制理论仍然停留在传统表述之中，并无现代科研数据支撑。本实验通过大鼠肾组织中对黄柏有效成分的吸收差异，对其“盐炙入肾”的理论进行验证^[2]。

黄柏中富含生物碱类及少部分柠檬苦素类成分，其中生物碱类包含小檗碱、黄柏碱、巴马汀、药根碱、木兰花碱等，这些都是黄柏中具有代表性的活性成分，具有清热、抗炎、降血压等功效^[3]。此外，除生物碱成分，黄柏还含有少量的柠檬苦素类成分，如黄柏酮和黄柏内酯等^[4]。本实验拟通过对黄柏生品及盐炙品的水煎液进行大鼠灌胃给药后，并分别在不同时间点摘取其肾组织，采用液质联用的方法对肾组织脏器中生物碱类成分进行含有量测定，从而分析黄柏生制品在肾组织脏器的吸收差异。

1 材料

1.1 仪器 Waters ACQUITY UPLC/Xevo TQD 超高效液相色谱串联飞行质谱仪（美国 Waters 公司）；METTLER AE240 型分析天平（十万分之一，瑞士 Mettler 公司）；FA1004B 型电子天平（上海精密科学仪器有限公司）；KQ-250DB 型数控超声波清洗器（昆山市超声仪器有限公司）；TGL-16G 型离心机（上海安亭科学仪器厂）；FSH-2 可调高速电动匀浆器（江苏佳美仪器有限公司）；XW-80A 涡旋混合器（上海青浦沪西仪器厂）；Thermo Fisher Finnpiptette Steppers 单道连续分配移液器（芬兰雷勃公司）；HGC-12A 氮吹仪（天津恒奥科技有限公司）；Milli-Q 纯水仪（德国 Millipore 公司）。

1.2 试剂与药物 黄柏碱、木兰花碱、盐酸药根碱、盐酸巴马汀、盐酸小檗碱、尼莫地平对照品（大连美伦生物技术有限公司，批号分别为 M0107AS、M0717AS、B0613AS、S0913AS、J0918AS、M0503AS）；质谱级甲醇、乙腈、色谱级甲醇（美国 Sigma 公司）；水为超纯水，无碘盐（大连盐业有限公司）；其他试剂均为高级分析纯。

1.3 药材 黄柏药材采自四川省雅安市荥经县，经辽宁中医药大学王冰教授鉴定为芸香科植物黄皮树 *Phellodendron chinense* Schneid. 的干燥树皮。

2 方法

2.1 实验动物 SD 雄性大鼠 66 只，体质量 180~200 g，6~8 周龄，辽宁长生生物技术有限公司提供，许可证号 SCXK（辽）2010-0001。在正式实验前，大鼠适应性喂养一周，预饲养期间自由饮食饮水，室温（22±2）℃，湿度（60±2）%。

2.2 黄柏生制炮制制备

2.2.1 生黄柏制备 取黄柏原药材，洗净，润透，切细丝，干燥，既得。

2.2.2 盐黄柏制备 取净制后的黄柏丝，放入适宜的容器中，加适量盐水拌匀，闷润 2 h，待黄柏吸进辅料盐水后取出。在炒制容器内于 150~160℃下，炒制 6 min，取出，放凉，即得。每 100 g 黄柏加 2 g 盐，30% 蒸馏水^[5]。

2.3 给药水煎液制备 分别取黄柏生品和盐炙品适量置于煎药锅中，先加入 10 倍量水浸泡 30 min，而后煎煮 60 min，滤过；此后药渣再加入 8 倍量水，再次煎煮 60 min，滤过。合并 2 次滤液，水浴浓缩至质量浓度为 1 g/mL^[6-7]。

2.4 给药方案及样品采集 66 只大鼠随机分成 2 组，分别为生黄柏组 30 只，盐黄柏组 30 只，空白组 6 只。各组给药体积为 10 mL/kg，灌胃给予相应黄柏炮制品药液。分别于 0.5、1、3、6、9 h 时间点上，每组脱颈椎处死 6 只动物，立即取出肾脏组织，生理盐水冲洗干净，用滤纸吸干表层水分，分装于自封袋中，置-80℃冰箱中保存待测。

2.5 溶液制备

2.5.1 对照品溶液 精密称取黄柏碱、木兰花碱、药根碱、巴马汀、小檗碱对照品适量，置 50 mL 量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，制备成质量浓度分别为 74.8 μg/mL 的黄柏碱、63.4 μg/mL 的黄柏碱、63.2 μg/mL 的药根碱、60.1 μg/mL 的巴马汀、61.2 μg/mL 的小檗碱对照品贮备液，置于冰箱中 4℃保存备用。

2.5.2 内标溶液 精密称取尼莫地平对照品适量，置 50 mL 量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，制备成质量浓度为 5.0 μg/mL 的内标溶液，并置于 4℃的环境中保存备用。

2.6 肾组织样品处理 精密称量肾组织样品 200 mg，剪碎后，加入 2 mL 生理盐水，用组织匀浆机处理。之后以 4 000 r/m 离心，取上清组织匀浆液 100 μL，加内标溶液 10 μL，涡旋混合 30 s，再加入乙腈 400 μL，涡旋混合 180 s，12 000 r/m 离心 10 min 后，取上清液。将上清溶液，于 35℃氮气吹干，残渣加入乙腈-水（1：1）混合溶液 100 μL 复溶，涡旋混匀 3 min 进行混匀，最后以 12 000 r/m 冷冻离心 5 min，取上清液 5 μL 进样分析^[8-9]。

2.7 分析条件

2.7.1 色谱条件 Waters Acquity UPLC BEH C₁₈ 色

谱柱 (2.1 mm×50 mm, 1.7 μm); 流动相 0.1% 甲酸水 (A) -0.1% 甲酸乙腈 (B), 梯度洗脱, 程序见表 1; 体积流量 0.3 mL/min; 柱温 30 ℃。

表 1 梯度洗脱程序

Tab. 1 Gradient elution programs		
时间/min	A 0.1% 甲酸水/%	B 0.1% 甲酸乙腈/%
0	75	25
2.5	75	25
4.5	40	60
7.5	0	100
10	0	100
10.01	75	25
12	75	25

2.7.2 质谱条件 采用 ESI 源; 正离子 MRM 模式检测; 离子源能量 3.0 kV, 采样锥电压 50 V, 离子源温度 150 ℃, 脱溶剂温度 450 ℃; 锥孔气体体积流量 50 L/h, 脱溶剂气体体积流量 900 L/h。

2.8 分析方法确证

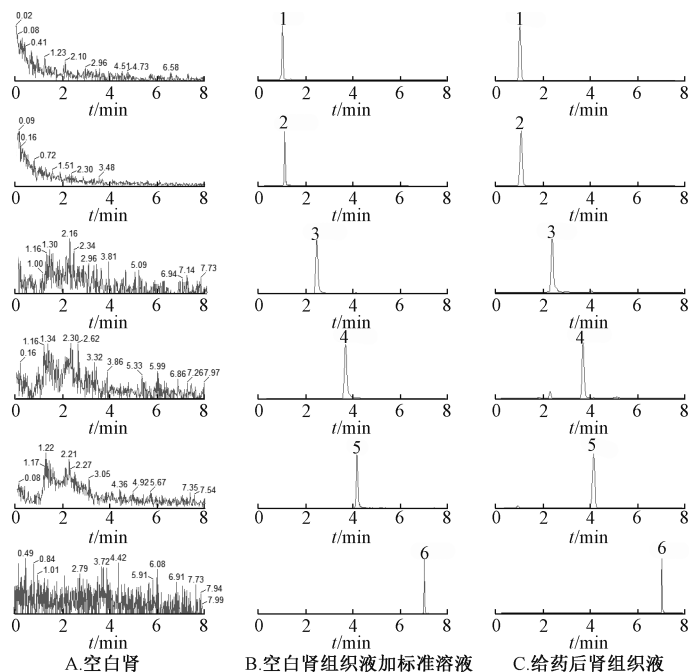
2.8.1 专属性试验 黄柏碱、木兰花碱、药根碱、巴马汀、小檗碱和内标物尼莫地平成分在 ESI 正离子电离方式下, 主要生成 [M+H]⁺ 离子峰, 分别为 m/z 342.17, m/z 342.18, m/z 338.15, m/z 352.15, m/z 336.07, m/z 419.21。选择性对 [M+H]⁺ 离子进行产物离子全扫描质谱分析, 上述指

标性成分和内标物的主要碎片离子分别为 m/z 192.15, m/z 265.16, m/z 323.03, m/z 336.20, m/z 320.29, m/z 343.17, 并将这些主要碎片离子作为定量分析时监测的产物离子 (MRM 模式), 各检测成分的母离子和产物离子见表 2。

表 2 MRM 模式下各检测成分和内标物的母离子和产物离子

Tab. 2 Optimized multiple reaction monitoring parameters for analytes and internal standard			
成分	质谱多反应监测 (MRM)	锥孔电压/V	碰撞能量/V
黄柏碱	342.17~192.15	62	22
木兰花碱	342.18~265.16	26	28
药根碱	338.15~323.03	50	22
巴马汀	352.15~336.20	50	30
小檗碱	336.07~320.29	50	28
尼莫地平	419.21~343.17	18	10

分别取大鼠空白肾脏组织匀浆液及给药后肾脏组织样品 100 μL, 按“2.6”项下方法操作, 得到 MRM 色谱图, 见图 1。由图可见, 黄柏给药后指标性成分和内标物成分出峰保留时间分别为黄柏碱 1.02 min、木兰花碱 1.10 min、药根碱 2.42 min、巴马汀 3.69 min、小檗碱 4.15 min、尼莫地平 7.05 min, 各组分色谱峰之间分离良好, 表明组织中内源性物质对所测定成分无干扰^[10-11]。



1. 黄柏碱 2. 木兰花碱 3. 药根碱 4. 巴马汀 5. 小檗碱 6. 尼莫地平 (内标)
1. phellodendrine 2. magnoflorine 3. jatrorrhizine 4. palmatine 5. berberine 6. nimodipine (IS)

图 1 黄柏中生物碱及内标物生物样品质谱 TIC 图

Fig. 1 TIC spectrum of alkaloids and internal standard biological samples in *P. chinense*

2.8.2 线性关系及定量下限

2.8.2.1 线性关系考察 取大鼠空白肾脏组织匀浆液 100 μL，加内标溶液和黄柏碱、木兰花碱、药根碱、巴马汀、小檗碱系列溶液，分别制备成黄柏碱组织质量浓度分别为 3.74、7.48、14.96、24.93、59.88、119.76、239.51、437.03 ng/mL；木兰花碱组织质量浓度分别为 15.85、31.70、63.40、126.80、253.60、507.20、1 014.40、2 028.80 ng/mL；药根碱组织质量浓度分别为 15.80、31.6、63.20、126.40、252.80、505.60、1 011.20、2 022.40 ng/mL；巴马汀组织质量浓度分别为 15.02、30.04、60.08、120.16、240.32、480.64、961.28、1 922.56 ng/mL；小檗碱组织质量浓度分别为 15.30、30.60、61.20、122.40、244.80、489.60、979.20、1 958.4 ng/mL；内标

尼莫地平溶液质量浓度相当于 500 ng/mL 的标准样品，按“2.6”项下方法处理，记录色谱图；以待测物指标性成分质量浓度为横坐标（*X*），待测物与内标物的面积比为纵坐标（*Y*），用加权（*w* = 1/*x*²）最小二乘法进行回归运算，求得直线回归方程，结果表明各成分在各自范围内线性关系良好。结果见表 3。

2.8.2.2 定量下限 取大鼠空白肾脏组织匀浆液 100 μL，加入对照品溶液制备成 3.74 ng/mL 黄柏碱、15.85 ng/mL 木兰花碱、15.80 ng/mL 药根碱、15.02 ng/mL 巴马汀、15.30 ng/mL 小檗碱溶液，按“2.6”方法操作，并根据当日标准曲线计算每一样本测得浓度，考察定量下限。结果见表 3。发现上述各浓度对照品的准确度偏差在±20% 以内，精密度 RSD≤15%^[12]。

表 3 各成分线性关系

Tab. 3 Linear relationships of various constituents

成分	回归方程	<i>r</i>	线性范围/(ng·mL ⁻¹)	定量下限/(ng·mL ⁻¹)
黄柏碱	<i>Y</i> = 35.554 5 <i>X</i> - 79.435 7	0.997 2	3.74~437.03	3.74
木兰花碱	<i>Y</i> = 21.616 8 <i>X</i> - 188.401	0.998 1	15.85~2 028.8	15.85
药根碱	<i>Y</i> = 11.715 4 <i>X</i> - 141.026	0.995 3	15.80~2 022.40	15.80
巴马汀	<i>Y</i> = 74.301 9 <i>X</i> - 1 222.74	0.990 6	15.02~1 922.56	15.02
小檗碱	<i>Y</i> = 53.373 6 <i>X</i> - 698.551	0.994 4	15.30~1 958.40	15.30

2.8.3 精密度和准确度试验 取空白肾组织匀浆样品 100 μL，按“2.8.2”项下方法制备低、中、高 3 个浓度的质量控制样品，每一浓度平行分析 6 份，连续测定 3 d，根据质量控制样品测定的结果计算本方法的准确度与精密度，结果表明，样品日内、日间精密度 RSD 均小于 15%，准确度均在±15% 的范围之间，表明该方法准确度与精密度良好。

2.8.4 提取回收率和和基质效应

2.8.4.1 提取回收率 取空白肾组织匀浆液 100 μL，按“2.8.3”项下方法操作，制备低、中、高 3 个浓度的质量控制样品，每个浓度平行测定 6 份，记录色谱峰，测定各组分和内标物的峰面积记为 A。同时另取空白肾组织匀浆液 100 μL，除不加内标物溶液外，其余按“2.6”项下方法操作所得残渣加入各组分对照品溶液和内标物溶液，并在 35 ℃氮气流吹干后，再用乙腈-水（1：1）溶液复溶，涡旋充分混合，离心后取上清液进样分析，每个浓度平行制备 6 份，记录色谱图。测量各组分和内标物的峰面积记为 B。以前种处理方法所得的峰面积 A 与后种处理方法获得的峰面积 B 均值分别计算药物的和内标物的提取回收率。结果见

表 4。

2.8.4.2 基质效应 取各组分标准溶液和内标物溶液，置于 EP 管中，35 ℃下氮气流吹干后用乙腈-水（1：1）溶液溶解残渣，涡旋混合，离心后取上清液进样分析，每个浓度 3 个样本，记录色谱图，测定各组分色谱峰面积和内标物峰面积为 C。以“2.8.4.1”项下所得峰面积 B，与峰面积 C 均值的比值分别计算各组分和内标物的基质效应。结果见表 4。结果表明各组分和内标物不存在明显的离子抑制或离子增强现象^[13]。

2.8.5 稳定性试验 按“2.8.3”项下方法制备各组分的低、中、高 3 个浓度的质量控制溶液，每一浓度平行 3 份。按“2.6”项下方法，经过室温 6 h，-80 ℃保存 14 d，3 个冻融循环后测定其浓度，实验结果表明，所测的各组分在大鼠肾组织样品中稳定性均在±15% 范围之间，表明本实验的生物样品相对稳定。

3 结果

大鼠灌胃给予生黄柏和盐黄柏水煎液后，在不同时刻摘取大鼠肾组织脏器，采用 UPLC-QqQ-MS 法对肾组织中的生物碱类组分的浓度进行测定，结果见表 5。

表 4 各检测组分的提取回收率和基质效应 (n=6)

Tab. 4 Extraction recovery and matrix effects and for the analytes in rats kidney tissue (n=6)

检测指标	质量控制样品/(ng·μL ⁻¹)	提取回收率/%	RSD/%	基质效应/%	RSD/%
黄柏碱	8	89.62	2.03	103.25	13.14
	50	91.15	7.07	107.25	10.87
	320	90.54	9.89	96.67	7.86
木兰花碱	30	88.57	13.50	103.25	0.28
	200	93.05	5.47	100.58	7.79
	1 500	86.32	12.50	97.58	0.76
药根碱	30	95.25	14.06	92.25	2.74
	200	91.33	3.94	108.25	8.68
	1 500	89.67	3.45	91.56	3.58
巴马汀	30	85.57	4.11	93.57	1.27
	200	91.30	12.16	105.60	4.47
	1 500	87.59	1.97	93.57	1.32
小檗碱	30	96.27	4.77	87.72	8.01
	200	91.75	3.66	96.35	7.91
	1 500	90.37	10.58	101.77	4.87
尼莫地平	500	90.05	6.21	95.52	4.25

表 5 大鼠给予生制黄柏后肾组织中各检测组分质量浓度 (ng/mL, $\bar{x}\pm s$, n=6)

Tab. 5 Concentrations of each analytes in rats kidney tissue after oral administration of raw and processed *P. chinense* (ng/mL, $\bar{x}\pm s$, n=6)

时间/h	黄柏碱		木兰花碱		药根碱		巴马汀		小檗碱	
	盐黄柏	生黄柏	盐黄柏	生黄柏	盐黄柏	生黄柏	盐黄柏	生黄柏	盐黄柏	生黄柏
0.5	11.03±1.26	7.55±0.65	30.92±3.24	22.30±2.35	15.32±1.02	14.44±1.61	30.67±2.57	27.58±3.14	85.64±6.47	51.25±4.26
1	9.92±0.65	6.50±0.54	17.13±1.23	21.35±2.74	15.12±1.97	14.95±2.35	29.83±3.34	24.73±2.01	57.38±4.52	53.73±4.25
3	7.70±0.61	8.03±0.67	19.03±1.46	17.63±1.61	13.03±1.38	14.63±2.20	22.53±3.97	23.02±0.35	52.68±7.55	43.76±4.36
6	6.53±0.23	6.40±0.57	15.10±1.96	12.97±1.97	13.63±2.45	14.03±1.47	23.01±3.01	16.91±1.85	67.43±6.37	56.34±5.74
9	6.56±0.34	3.70±0.44	17.65±1.34	12.05±1.67	13.78±2.01	13.44±1.76	39.85±4.23	20.03±2.36	32.28±2.78	27.24±2.97

表 5 显示，大多数生物碱成分的含有量，在大鼠灌胃给药后，随着时间推移，其浓度逐渐降低，而少部分生物碱如巴马汀和小檗碱在灌胃给药约 6 h 后，其浓度又有小幅升高，推测黄柏生物碱成分在大鼠体内的吸收可能存在肝肠循环^[14-17]。此外，同一检测组分，在同一给药时间后，盐黄柏相对于生黄柏在大鼠肾组织脏器中的生物碱含药浓度较高，表明盐炙后各组分有增强趋向肾组织作用效果。

4 讨论

黄柏作为盐炙品种的代表中药之一，其经过盐炙之后可以引药下行入肾，增强了滋肾阴、泻肾火、退虚热的作用。结果表明，黄柏中的生物碱类成分黄柏碱、木兰花碱、药根碱、巴马汀以及小檗碱类，在黄柏盐炙之后，同一给药时间后，其大多数都是盐炙品中的生物碱浓度高于生品中的生物碱，从而表明黄柏经过盐炙之后，生物碱类成分更加趋向于肾组织脏器的分布，进而治疗肾脏相关的疾病。前期实验，课题组复制了肾阴虚的大鼠模型，考察不同黄柏炮制品对于肾阴虚大鼠的治疗效

果，并通过实验结果可以看出黄柏经过盐炙之后有更好的滋肾阴、泻肾火的作用^[9]。本实验将前期的药效学进行机理上的验证，即为黄柏经过盐炙之后，可以增强其有效成分在肾组织的吸收。

本实验通过给予大鼠不同炮制品的黄柏水煎液，考察其中生物碱类成分在肾组织脏器的药物浓度情况，发现盐炙品浓度高于生品，从肾组织吸收率的角度验证了黄柏“盐炙入肾”的理论。而黄柏如何经过盐炙后，使其生物碱类成分在肾组织吸收效率提高，还需要从黄柏有效成分与肾组织的靶标酶以及生物碱类成分与肾小管上皮细胞的透过率进一步深入研究。

参考文献：

[1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典：2015 年版一部[S]. 北京：中国医药科技出版社，2015：305-307.
[2] 贾天柱. 中药炮制学[M]. 上海科学技术出版社，2008：195-197.
[3] 李丹丹，江 培，杨书美，等. 黄柏的化学成分、药理作用及临床应用研究进展[J]. 黑龙江医药，2014，27(3)：601-605.

[4] 廉 莲, 咸晓燕, 楚冬海, 等. 川黄柏的化学成分研究 [J]. 中国实验方剂学杂志, 2013, 19(19): 149-152.

[5] 刘蓬蓬, 徐 珊, 张 凡, 等. 黄柏炮制前后生物碱和柠檬苦素类成分的变化研究 [J]. 现代药物与临床, 2015, 30(1): 18-23.

[6] 徐 珊, 张 凡, 刘蓬蓬, 等. 基于大鼠物质、能量代谢研究炮制对黄柏药性的影响 [J]. 中药材, 2015, 38(9): 1835-1841.

[7] 徐 珊, 张 凡, 刘蓬蓬, 等. 黄柏及其酒和盐炙品改善热证大鼠能量代谢及其机制的研究 [J]. 现代药物与临床, 2014, 29(12): 1334-1339.

[8] 张 凡, 徐 珊, 刘蓬蓬, 等. 黄柏不同炮制品对甲亢型肾阴虚模型大鼠甲状腺和肾上腺皮质功能的影响 [J]. 中国药房, 2017, 28(1): 27-30.

[9] 毕肖林, 王 亚, 池玉梅, 等. 液-质联用研究黄连生物碱类成分在大鼠体内的组织分布 [J]. 中药材, 2016, 39(8): 1849-1853.

[10] 梁瑞峰, 张 峰, 李更生, 等. 吴茱萸对黄连有效成分在大鼠体内组织分布的影响 [J]. 中国实验方剂学杂志, 2016, 22(23): 89-93.

[11] 张 晗. 三种天然产物中生物碱类化合物的液质联用分析 [D]. 上海: 东华大学, 2013.

[12] 裴国丽. 黄连—吴茱萸药对的体内分析及药动学研究 [D]. 杭州: 浙江大学, 2005.

[13] Lin A H, Li J H, Li D, et al. Tissue distribution study of mangiferin after intragastric administration of mangiferin monomer, *Rhizoma Anemarrhenae*, and *Rhizoma Anemarrhenae-Phellodendron* decoctions in normal or type 2 diabetic rats by LC-MS/MS [J]. *J Chromatogr B*, 2019, 1122-1123: 18-28.

[14] Liu R X, Chen Y, Zhao S, et al. Determination and tissue distribution studies of dantrolene sodium with hydroxypropyl- β -cyclodextrin in rat tissue by HPLC/MS/MS [J]. *Biomedical Chromatography*, 2019, 33(3): e4616.

[15] Sun L L, Ding F F, You G J, et al. Development and validation of an UPLC-MS/MS method for pharmacokinetic comparison of five alkaloids from JinQi Jiangtang tablets and its monarch drug *Coptidis Rhizoma* [J]. *Pharmaceutics*, 2017, 10(1): 4.

[16] Liu L, Wang Z B, Song Y, et al. Simultaneous determination of eight alkaloids in rat plasma by UHPLC-MS/MS after oral administration of *Coptis deltoidea* C. Y. Cheng et Hsiao and *Coptis chinensis* Franch [J]. *Molecules*, 2016, 21(7): 913.

[17] Luo H, Zhang L, Xu W, et al. Simultaneous determination of four main isosteroidal alkaloids of *Bulbus Fritillariae Cirrhosae* in rat plasma by LC-MS-MS [J]. *Chromatographia*, 2012, 75(13-14): 729-737.

干燥方式对丹参茎叶中酚酸类成分及其抗氧化活性的影响

敖青霞¹, 姜媛媛¹, 许 轲², 丰先红³, 赵茂俊¹, 张 利^{1*}
(1. 四川农业大学理学院, 四川 雅安 625014; 2. 四川省园艺作物技术推广总站, 四川 成都 610041; 3. 甘孜藏族自治州农业科学研究所, 四川 康定 626000)

摘要: **目的** 探究干燥方式对丹参茎叶中酚酸类成分及其抗氧化活性的影响。**方法** 采用福林-酚比色法测定丹参茎叶中总酚酸含量, HPLC 法测定丹酚酸 B、迷迭香酸、丹参素、咖啡酸的含量; 采用铁氰化钾还原法、DPPH 自由基和超氧阴离子自由基清除法测定其抗氧化活性。**结果** 经真空冷冻干燥的丹参茎叶中总酚酸、迷迭香酸、丹参素和咖啡酸的含量均最高, 分别为 112. 12、25. 94、0. 70、0. 69 mg/g, 干燥方式对丹酚酸 B 含量无显著影响。3 种干燥方式处理抗氧化活性强弱依次为真空冷冻干燥、自然阴干、恒温鼓风干燥。**结论** 真空冷冻干燥为丹参茎叶的最佳干燥方式。

关键词: 丹参; 茎; 叶; 干燥方式; 酚酸类; 抗氧化活性

中图分类号: R284. 1 **文献标志码:** A **文章编号:** 1001-1528(2020)11-2959-06

doi:10. 3969/j. issn. 1001-1528. 2020. 11. 025

收稿日期: 2019-12-01
基金项目: 四川省科技计划项目 (2018TJPT0013); 四川省科技计划重点研发项目 (2019YFS0021); 四川省科技计划重点研发项目 (2019YFN0099); 国家现代农业产业技术体系四川创新团队道地中药材岗位 (SCCXTD-2020-19); 四川省科技计划项目 (2020YFN0002, 2020YFS0328); 国家现代农业产业技术体系四川创新团队道地中药材岗位 (SCCXTD-2020-19)
作者简介: 敖青霞 (1993—), 女, 硕士生, 研究方向为生物资源化学。E-mail: 1067284594@qq.com
*** 通信作者:** 张 利 (1969—), 女, 教授, 从事植物化学、分子生物学和药用植物资源评价与利用等研究。E-mail: zhang8434@sina.com