

不同产地、不同采收期前胡野生品与栽培品的质量比较

聂小忠^{1*}, 党建章¹, 王晓利¹, 龚千峰², 蔡仲希², 余香²
(1. 深圳职业技术学院, 广东 深圳 518055; 2. 江西中医药大学, 南昌 334100)

[摘要] 目的:建立不同产地、不同采收期前胡药材中白花前胡甲素和白花前胡乙素的 HPLC 含量测定方法,为其药材的质量评价和资源合理利用提供科学依据。方法:Diamonsil C₁₈ 色谱柱(2)(4.6 mm×250 mm, 5 μm),流动相为甲醇-水(75:25),流速为 1.0 mL·min⁻¹,柱温 30 ℃,检测波长为 321nm,以白花前胡甲素、白花前胡乙素为对照品。结果:白花前胡甲素、白花前胡乙素质量浓度在 0.5~40 mg·L⁻¹线性关系良好,相关系数为 1,平均回收率为 102.15%,RSD 0.82%。结论:不同产地、不同采收期前胡药材中白花前胡甲素和白花前胡乙素存在一定差异。江西产前胡药材质量好,江西产栽培品与野生品的内在成分相近,质优。

[关键词] 高效液相色谱; 前胡; 采收期; 产地; 质量

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] A [文章编号] 1005-9903(2013)20-0129-03

[doi] 10.11653/syfy2013200129

[网络出版地址] <http://www.cnki.net/kcms/detail/11.3495.R.20130808.1521.003.html>

[网络出版时间] 2013-08-08 15:21

Quality Research on Wild and Cultivated Peucedani Radix in Different Habitat and Different Harvest

NIE Xiao-zhong^{1*}, DANG Jian-zhang¹, WANG Xiao-li¹, GONG Qian-feng², CAI Zhong-xi², YU Xiang²
(1. Shenzhen Polytechnic, Shenzhen 518055, China;
2. Jiangxi University of Traditional Chinese Medicine, Nanchang 334100, China)

[Abstract] Objective: To establish a HPLC method for determination the content of Peucedani Radix in different habitat and different harvest of the praeruptorin A and B, to provide a scientific basis for the quality evaluation and the reasonable utilization of resources. Method: The chromatographic column was Diamonsil C₁₈ (2) (4.6 mm×250 mm, 5 μm), mobile phase of methanol-water (75:25), the flow rate was 1.0 mL·min⁻¹, the column temperature was 30 ℃, the detection wavelength was 321 nm, and Pd-Ia, Pd-Ib were used as the control. Result: The praeruptorin A and B have a good linear relationship between the concentration of 0.5-40 mg·L⁻¹, there are some differences between different habitat and different harvest of the praeruptorin A and B in Peucedani Radix. The coefficient of correlation for the regression equation were 1. Conclusion: The quality of Peucedani Radix in Jianxi Province was excellent, the quality was almost the same for wild and cultivated Peucedani Radix in Jianxi Province.

[Key words] HPLC; Peucedani Radix; origin; harves; quality

[收稿日期] 20130524(001)

[基金项目] 深圳职业技术学院校级科研基金项目(2209k307001)

[通讯作者] * 聂小忠, 硕士, 主管中药师, 从事中药及药事管理类课程的教学及科研研究, Tel:13923770363, E-mail: nxz9898@vip.163.com

前胡为伞形科植物白花前胡的干燥根,具有散风清热、降气化痰的功能,用以治疗风热咳嗽、痰多、痰热喘满、咯痰黄稠。药理研究表明,白花前胡具有钙通道阻滞、降压、抗肿瘤、抗病毒、抗炎及逆转肿瘤多药耐药等多种生物活性^[1-6]。目前国内外对其药理活性和鉴别研究较多^[7],对其栽培品的采收期有

报道^[8],但对不同产地、不同采收期野生品与栽培品的系统质量评价研究未见报道。本研究利用 HPLC 测定不同产地、不同采收期野生与栽培品前胡药材中白花前胡甲素(*praeruptorin* A)和白花前胡乙素(*praeruptorin* B)的含量,为其药材的质量评价和资源合理利用提供科学依据,并首次采用摇瓶法处理前胡样品,提高了有效成分的可检测性。

1 材料

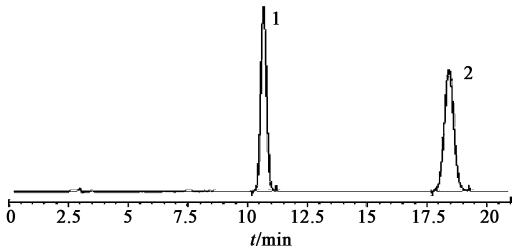
1.1 仪器与设备 高效液相色谱仪(岛津 LC-20A),Diamonsil C₁₈(2)(4.6 mm×250 mm,5 μm)色谱柱,H. S. G-IC-2 型电热恒温水浴锅,KQ3200 型超声波清洗器,1/万 Sartorius 型电子天平。

1.2 药材 前胡药材均自江西、浙江、安徽、重庆等产地采集及深圳药店购买,经江西中医药大学范崔生教授鉴定为 *Peucedanum praeruptiorm* Dunn 正品前胡。

1.3 试剂 白花前胡甲素(国家食品药品检定研究院,批号 MUST-12010307)、白花前胡乙素对照品(国家食品药品检定研究院,批号 111904-201203),甲醇(色谱纯,天津赛孚瑞科技有限公司),纯净水(杭州娃哈哈集团),甲醇、无水乙醇、三氯甲烷(以上均为分析纯)。

2 方法与结果

2.1 对照品溶液的制备 取白花前胡甲素对照品和白花前胡乙素对照品适量,精密称定,加甲醇制成每 1 mL 各含 55 μg 的混合溶液,即得。见图 1。

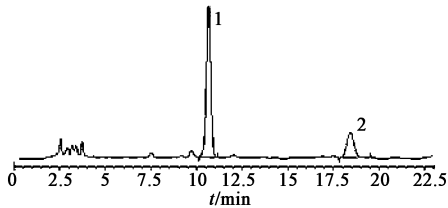


1. 白花前胡甲素; 2. 白花前胡乙素
图 1 前胡对照品高效液相色谱

2.2 供试品溶液的制备 取本品粉末(过 60 目筛)约 0.1 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇 25 mL,摇瓶 50 min,摇匀,滤过,并转移至 25 mL 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,即得。见图 2。

2.3 色谱条件 Diamonsil C₁₈(2)(4.6 mm×250 mm,5 μm)为色谱柱,流速 1.0 mL·min⁻¹,柱温 30 ℃,进样量 10 μL,甲醇-水(75:25)流动相,检测波长 321 nm。

2.4 线性关系考察 精密吸取上述对照品溶液 0.5、10、20、30、40 μL,注入液相色谱仪,进行分析。以进样量(*X*, μg)为横坐标对峰面积积分值(*Y*)为



1. 白花前胡甲素; 2. 白花前胡乙素
图 2 前胡样品高效液相色谱

纵坐标作图,用最小二乘法进行线性回归,得标准曲线回归方程, $Y_{\text{白花前胡甲素}} = 114\ 902X - 5573.9$ ($R^2 = 1$); $Y_{\text{白花前胡乙素}} = 124\ 857X - 6\ 567.5$ ($R^2 = 1$)。结果表明白花前胡甲素、白花前胡乙素峰面积值与进样量均有良好的线性关系。

2.5 精密度试验 精密吸取上述对照品溶液 10 μL,于同一天内连续进样 5 次,测定峰面积,计算含量。结果表明白花前胡甲素的日内精密度 RSD 0.14%,白花前胡乙素的日内精密密度为 RSD 0.08% 日内精密度良好,表明仪器较为稳定。

2.6 稳定性试验 精密吸取同一供试品溶液 10 μL 分别于配制后的 0、2、4、6、8、10 h 进样,按上述色谱条件测定峰面积,计算含量,白花前胡甲素稳定性的 RSD 0.17%,白花前胡乙素稳定性的 RSD 0.5%,表明处理后的样品在 10 h 内稳定。

2.7 重复性试验 取同一产地白花前胡样品 6 份,每份约 0.5 g,精密称定,按样品溶液制备方法制备样品。精密吸取上述供试品溶液各 10 μL 进行分析,测定其峰面积积分值,计算平均含量,白花前胡甲素 RSD 1.13%,白花前胡乙素 RSD 0.87%。

2.8 回收率试验 取样品(甲素含量 2.73%,)50 mg,加入甲醇 25 mL,摇瓶结束后,过滤,取 1 mL 定量,加对照品(3.3 g·L⁻¹)10 μL 加进 1 mL 中,在上述色谱条件下测定。见表 1。

表 1 白花前胡甲素回收率试验

取样量 /mg	样品甲 素含量 /μg /10 μL	检测甲 素含量 /μg /10 μL	回收率 /%	平均值 /%	RSD /%
51.60	0.56	0.894 09	101.07	102.15	0.82
50.10	0.54	0.894 09	102.96		
50.70	0.55	0.894 09	102.19		
51.20	0.55	0.894 09	101.57		
50.10	0.54	0.894 10	102.96		

注:加入量均为 0.33 mg。

2.9 样品测定 精密称取 10 个产地的白花前胡药材,按 2.2 项下方法操作制备供试品溶液,按上述液相色谱条件进样 10 μL,进行含量测定,测定峰面积积分值,计算样品含量,见表 2。

表2 不同产地前胡药材中白花前胡甲、乙素含量比较 %

No.	样品采集地	白花前胡 甲素纯度	白花前胡 乙素纯度
1	深圳购(湖南产)	0.01	0.08
2	深圳购(湖南产)	0.07	0.11
3	深圳购(湖南产)	0.70	0.15
4	深圳购(湖南产)	0.01	0.01
5	江西玉山	1.40	0.16
6	江西栽培	2.73	0.99
7	江西玉山	2.16	0.52
8	江西玉山	1.61	0.17
9	安徽栽培	2.10	0.19
10	浙江栽培	1.12	0.12
11	重庆栽培	1.15	1.49

注:称取质量均为0.1 g。

精密称取不同采收期的白花前胡药材,按2.2项下方法操作制备供试品溶液,按上述液相色谱条件进样10 μL,进行含量测定,测定峰面积积分值,计算样品含量,结果见表3。

表3 不同采收期栽培与野生前胡药材中
白花前胡甲、乙素含量比较 %

No.	采收期	白花前 胡甲素	RSD	白花前 胡乙素	RSD
1	2011年9月栽培	1.41	0.22	0.39	0.036
2	2011年9月野生	1.75	0.59	0.17	1.3
3	2011年10月栽培	1.55	1.9	0.13	0.17
4	2011年10月野生	1.93	0.1	0.22	0.044
5	2011年11月栽培	1.53	0.025	0.09	0.037
6	2011年11月野生	1.73	0.37	0.13	0.049
7	2011年12月栽培	2.08	0.73	0.12	0.11
8	2011年12月野生	1.70	0.3	0.12	0.047
9	2012年1月栽培	1.79	0.026	0.30	0.022
10	2012年1月野生	0.91	0.069	0.42	0.071
11	2012年3月栽培	4.29	0.34	0.23	0.052
12	2012年3月野生	2.69	0.21	0.14	0.077

3 讨论

3.1 市场药材质量分析 从赣、浙、皖、渝、湘等地所采集药材样品进行有效成分含量分析发现,江西产野生与栽培品含量均明显超过药典标准1~3倍(只有一个样的乙素含量未达标),重庆前胡样品达标。而浙、皖、湘等地所采样品,均有不同程度的白花前胡甲、乙素未达标。

一些样品达不到药典标准可能原因如下:一是样品的采集时间不一,储存时间的不同,导致白花前胡乙素不达标;二是该样品为前胡伪品,几个湖南产地的样品几乎没有检测出白花前胡甲素比较可能的原因是误将紫花前胡代替前胡正品来使用。

3.2 采收期对质量的影响分析 从表3测定结果可以看出,江西产地栽培品与野生品的内在成分相近,栽培品有效成分含量显著高于野生品,质优。从表3含量分析结果可以看出,不同采收期的前胡药材野生品

中白花前胡甲素、乙素的含量存在较大差异,其中白花前胡甲素含量次年3月>10月>9月,白花前胡乙素含量次年1月>10月>9月。从有效成分累积总量看,江西产前胡药材的最佳采收期为栽培次年的1~3月,而野生品的采收时间为当年的10~12月。

3.3 产地对药材质量的分析 从表2测定结果可以看出,收集不同产地前胡药材中白花前胡甲素的含量存在显著的差异。由于药材的采收地的生长环境影响其化学成分,所以药材的品质与产地存在着重要的关系,通过对不同产地的前胡样品的分析,可以更全面地控制前胡的品质。

江西栽培品有效成分含量明显高于浙江、安徽等产区前胡药材的40%~120%。通过含量的比较研究,江西、重庆等产地的白花前胡甲、乙素都符合药典标准,而浙江、安徽等地前胡药材中的白花前胡甲素符合药典标准,白花前胡乙素含量不达标;深圳药店购买的4批湖南产的白花前胡甲素、乙素均不符合药典标准。由此可见,江西道地产区前胡有效成分含量较高,质优。

[参考文献]

[1] 杨红兵,陈科力,余捷婧,等.前胡药材的质量状况考察[J].中国药房,2012(39):3701.

[2] 何冬梅,吴斐华,孔令义.白花前胡药理作用的研究进展[J].药学与临床研究,2007,15(3):167.

[3] Wu J Y, Fong W F, Zhang J X, et al. Reversal of multidrug resistance in cancer cells by pyranocoumarins isolated from Radix Peucedani[J]. Eur J Pharmacol, 2003,473(1):9.

[4] 代丽萍,李汉伟,董诚明. HPLC法测定不同产地白花前胡中白花前胡甲素的含量[J]. 中国中医药现代远程教育,2010,8(11):258.

[5] 岳文艳,梁泰刚,杜雪,等. 白花前胡丁素在人结肠腺癌细胞系细胞模型上的吸收转运特征研究[J]. 中国药物与临床,2012,12(7):851.

[6] 郑皓,王秋娟,潘志伟,等. 白花前胡丙素对实验性心肌缺血损伤的影响[J]. 中国新药与临床杂志,2007,26(6):409.

[7] 李意,杨智,姚念环,等. 白花前胡根中白花前胡丙素的分离鉴定及其有效成分含量的 HPLC 分析[J]. 中草药,1999,30(8):575.

[8] 张胜,周日宝,陈玉秀,等. 不同采收期两种栽培前胡总香豆素含量变化[J]. 中药材,2005,28(6):452.

[责任编辑 邹晓翠]