

## 浙产前胡栽培及野生药材的质量研究

王 维<sup>1</sup>, 陈锡林<sup>2</sup>

(1. 浙江省人民医院药剂科, 浙江 杭州 310014; 2. 浙江中医药大学药学院, 浙江 杭州 310053)

**摘要:** 目的 研究浙江省不同产地前胡栽培品和野生品的质量。方法 色谱柱为 YMC - ODS - A 柱 (250 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相为甲醇 - 水 (78 : 22); 流速为 1.0 ml·min<sup>-1</sup>; 检测波长为 321 nm。以白花前胡甲素、白花前胡丁素和白花前胡素 E 为对照品。结果 临安、淳安一带的前胡质量较佳, 同时不同产地前胡栽培品和野生品的质量相差不大。结论 文中的研究结果可为前胡的引种驯化、扩大栽培和 GAP 基地的建设提供依据。

**关键词:** 野生前胡; 栽培前胡; 质量评价; 总香豆素; 高效液相色谱法

中图分类号: R917

文献标识码: A

文章编号: 1006 - 0103 (2009) 03 - 0316 - 03

### Quality research on wild and cultivated Radix Peucedani in different habitats of Zhejiang province

WANG Wei<sup>1</sup>, CHEN Xi - lin<sup>2</sup>

(1. Department of Pharmacy, Zhejiang Provincial People's Hospital, Hangzhou, Zhejiang, 310014 P. R. China; 2. School of Pharmacy, Zhejiang Chinese Medical University, Hangzhou, Zhejiang, 310053 P. R. China)

**Abstract: OBJECTIVE** To study the quality of wild and cultivated Radix Peucedani in different habitats of Zhejiang Province. **METHODS** The chromatographic condition: YMC - ODS - A column (250 mm × 4.6 mm, 5 μm) and CH<sub>3</sub>OH : H<sub>2</sub>O (78 : 22) as mobile phase. The flow rate was 1.0 ml·min<sup>-1</sup>. The detection wavelength was set at 321 nm, and Pd - Ia, Pd - and Pd - were used as the control. **RESULTS** The quality of Radix Peucedani in Lin 'an County and Chun 'an County was excellent, meanwhile the quality was almost the same for wild and cultivated Radix Peucedani in different habitats of Zhejiang Province. **CONCLUSION** The result provides the evidences for cultivating Radix Peucedani plentifully and building the base of GAP.

**Key words:** Cultivated Radix Peucedani; Wild Radix Peucedani; Quality evaluation; Total coumarin; HPLC

CLC number: R917

Document code: A

Article ID: 1006 - 0103 (2009) 03 - 0316 - 03

前胡为伞形科白花前胡 *Peucedanum praenuptium* Dunn 的根<sup>[1]</sup>, 常用于治疗风热感冒、咳嗽痰多、咯痰黄稠等症。浙江是前胡的主产区之一, 浙江淳安、临安产量最多, 且品质较好<sup>[2]</sup>。对其品质的科学评价及与浙江其他地区的前胡药材、野生药材与栽培药材之间的质量比较未见文献报道。因此, 根据前期的研究成果和现有的科研条件, 选择前胡中的有效成分白花前胡甲素 (Pd - Ia)、白花前胡丁素 (Pd - ) 和白花前胡素 E (Pd - ) 作为含量测定的指标成分<sup>[3]</sup>, 对比研究了不同产地栽培品和野生品的白花前胡, 可为浙江省白花前胡种质资源的保护、质量的控制、合理的利用及中药材生产质量规范 (GAP) 基地的建设提供依据。

### 1 实验部分

#### 1.1 仪器与试剂

高效液相色谱系统 (Varian 公司)。实地采集的白花前胡药材干品见表 2; 白花前胡甲素、白花前胡丁素、白花前胡素 E 对照品 (上海中标医药科技

有限公司, 批号: 20060616); 甲醇为色谱纯; 水为重蒸馏水; 其余试剂为分析纯。

#### 1.2 方法与结果

**1.2.1 测定波长的选择** 取对照品的甲醇溶液, 经紫外扫描, Pd - 、Pd - 的最大吸收波长均为 321 nm, Pd - 的最大吸收波长为 340 nm, 故选定 321 nm 为检测波长。

**1.2.2 色谱条件** 色谱柱为 YMC - ODS - A 柱 (250 mm × 4.6 mm, 5 μm), 流动相为甲醇 - 水 (78 : 22), 流速为 1.0 ml·min<sup>-1</sup>, 检测波长为 321 nm, 柱温为 30。以 Pd - 、Pd - 、Pd - 为对照品, 采用外标法以峰面积定量, 按 Pd - 色谱峰测定柱效, 理论板数为 1.646 × 10<sup>4</sup>。

**1.2.3 溶液的制备** 分别取适量 Pd - 、Pd - 、Pd - 对照品, 精密称定后混合, 加甲醇制成 50 μg·ml<sup>-1</sup> Pd - 、46.7 μg·ml<sup>-1</sup> Pd - 、40 μg·ml<sup>-1</sup> Pd - 的对照品溶液。取约 0.5 g 前胡药材粉末 (过 3 号筛), 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入 25 ml 三氯甲烷, 称定重量, 超声处理 10 min, 放冷, 再称定重量, 用三氯

甲烷补足减失的重量,摇匀,过滤,精密量取续滤液 5 ml,蒸干,残渣加甲醇溶解并转移至 25 ml量瓶中,加甲醇定容,即得供试品溶液。

**1.2.4 标准曲线与线性范围** 精密吸取对照品溶液,分别进样 1、2、5、8、10、15、20  $\mu\text{l}$ ,按“1.2.2 项的条件测定峰面积。以峰面积为纵坐标、进样量为横坐标进行线性回归计算,分别得回归方程为:  
 $Y_{\text{Pd-I}} = 1.040 \times 10^7 X - 4.388 \times 10^5$  ( $r = 0.9998$ ),  
 $Y_{\text{Pd-II}} = 9.765 \times 10^6 X - 3.984 \times 10^5$  ( $r = 0.9998$ ),  
 $Y_{\text{Pd-III}} = 1.070 \times 10^7 X - 3.561 \times 10^5$  ( $r = 0.9998$ )。  
 结果表明, Pd-I 进样量 0.05 ~ 1.00  $\mu\text{g}$ , Pd-II 进样量 0.047 ~ 0.940  $\mu\text{g}$ , Pd-III 进样量 0.04 ~ 0.80  $\mu\text{g}$ 与峰面积的线性关系均良好。

**1.2.5 精密度试验** 精密吸取供试品溶液,连续进样 6 次,每次 5  $\mu\text{l}$ ,测定其精密度。计算得 Pd-I、Pd-II、Pd-III 峰面积的 RSD 分别为 0.64%、0.91%、0.99%。

**1.2.6 稳定性试验** 精密吸取 5  $\mu\text{l}$ “1.2.3 项的

供试品溶液,分别在 0、1、2、4、8、12、24 h 时进样,依法测定, Pd-I、Pd-II、Pd-III 峰面积的 RSD 分别为 1.48%、1.70%、1.78%。结果表明供试品溶液在 24 h 内保持稳定。

**1.2.7 重复性试验** 精密称取约 0.5 g 同一批前胡药材粉末(过 3 号筛)共 6 份,按“1.2.3 项的方法制备供试品溶液,在“1.2.2 项的条件下进行分析测定。样品中 Pd-I、Pd-II、Pd-III 含量的 RSD 分别为 1.22%、1.42%、2.01%,表明方法重复性良好。

**1.2.8 加样回收率试验** 精密称取约 0.25 g 已知含量的同一药材粉末样品 9 份,每 3 份分别以 1:0.8、1:1、1:1.2 的比例精密加入适量 Pd-I、Pd-II 和 Pd-III 对照品,按“1.2.3 项的条件处理,并按“1.2.2 项的条件进行测定。计算得 Pd-I、Pd-II 和 Pd-III 的回收率分别为 102.29%、101.36%、101.62%, RSD 分别为 1.98%、1.74%、1.78% (表 1)。

表 1 白花前胡甲素、白花前胡丁素和白花前胡素 E 的加样回收率试验结果

Table 1 Recovery results of Pd-I, Pd-II and Pd-III

No.	Pd-I/mg						Pd-II/mg						Pd-III/mg					
	original	added	detected	recovery/%	$\bar{X}$ /%	RSD/%	original	added	detected	recovery/%	$\bar{X}$ /%	RSD/%	original	added	detected	recovery/%	$\bar{X}$ /%	RSD/%
1	3.01	2.96	6.02	101.9	102.3	1.98	0.74	0.75	1.48	98.8	101.4	1.74	0.79	0.84	1.66	103.3	101.6	1.78
2	3.11	3.01	6.12	99.9			0.76	0.83	1.61	102.4			0.82	0.85	1.69	102.3		
3	3.08	3.08	6.10	97.9			0.76	0.76	1.53	101.4			0.81	0.86	1.69	101.0		
4	3.57	3.62	7.29	102.8			0.88	0.98	1.88	102.0			0.94	0.96	1.93	102.9		
5	3.70	3.96	7.74	101.9			0.91	0.91	1.83	101.7			0.98	1.06	2.03	98.8		
6	3.98	3.97	8.08	103.2			0.98	1.09	2.10	103.0			1.05	1.18	2.25	101.7		
7	4.48	4.20	8.62	98.5			1.10	1.05	2.17	102.4			1.18	1.15	2.37	103.2		
8	4.52	4.45	9.09	102.7			1.11	1.10	2.19	98.0			1.19	1.20	2.38	98.6		
9	4.25	4.32	8.69	102.9			1.06	1.07	2.15	102.6			1.14	1.14	2.31	102.7		

**1.2.9 样品的测定** 精密吸取供试品溶液进样,按“1.2.2 项的条件进行测定,记录色谱图(图 1),测定 Pd-I、Pd-II、Pd-III 的含量,测定结果见表 2。

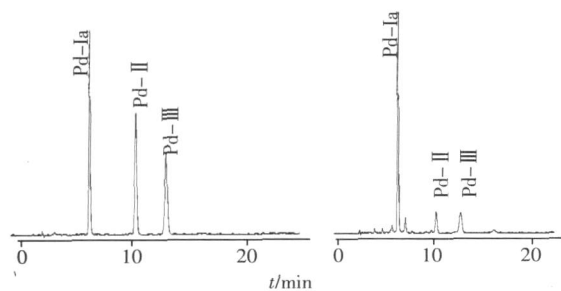


图 1 对照品(A)和药材供试品(B)溶液的 HPLC 色谱图

Fig 1 HPLC chromatograms of control solution (A) and sample solution (B)

表 2 不同产地栽培品与野生品前胡中白花前胡甲素、白花前胡丁素和白花前胡素 E 的含量 (n=3, %)

Table 2 The contents of Pd-I, Pd-II and Pd-III of wild and cultivated Radix Peucedani in different habitats of Zhejiang Province (n=3, %)

Habitats	Pd-I		Pd-II		Pd-III	
	detected	RSD	detected	RSD	detected	RSD
临安栽培	1.549	1.02	0.380	1.96	0.414	1.55
临安野生	1.551	1.13	0.617	1.75	0.451	1.65
淳安栽培	1.677	0.92	0.314	1.46	0.400	0.04
淳安野生	1.791	0.99	0.351	1.83	0.661	0.83
磐安栽培	1.512	1.51	0.436	1.34	0.473	1.74
磐安野生	1.575	0.35	0.457	1.01	0.517	1.18
泰顺野生	1.549	0.84	0.346	1.61	0.513	1.47
临海野生	1.579	0.64	0.381	1.34	0.604	1.59

## 2 讨论

取对照品适量,以甲醇作为溶剂,于 190 ~ 400 nm 对 Pd-I、Pd-II、Pd-III 扫描,前两者在 321 nm 处有最大吸收,而 Pd-III 在 340 nm 处有最大吸

收,但在 321 nm 处也有较大吸收,且在 321 nm 处,其进样量与峰面积成正比,相关系数为 0.9998,故选定 321 nm 为检测波长。参考文献<sup>[1]</sup>,选用甲醇-水为流动相系统,并调整流动相比例为甲醇-水(78:22)、流速 1.0 ml·min<sup>-1</sup>时,分离效果较好且 14 min 内能完成分析,故确定其为流动相。

从表 1 可知,浙江省各地前胡栽培品和野生品中 Pd- 含量均大于 1.549%,大大高于药典规定的 0.9%,证实了古代本草记载的白花前胡在临安、淳安一带质量较佳的说法。同时浙江省内各地方间其 3 种有效成分的含量无显著性差异,说明前胡的道地产区范围有潜在扩大的可能。野生前胡中其 3 种有效成分的含量均略高于本地区的栽培品种,但相差不大。这为前胡的引种驯化、扩大栽培和 GAP 基地建设提供了依据。实验建立了前胡中白花前胡

甲素、白花前胡丁素和白花前胡素 E 3 个成分同时测定的 HPLC 法,具有分离效果好,出峰快,灵敏、准确、重复性好等优点,可作为控制前胡质量的有效方法。文中运用此法首次对浙江省不同产地栽培和野生的前胡进行了比较,为前胡的资源保护及开发利用提供了技术依据。

#### 参考文献:

- [1] 中华人民共和国国家药典委员会. 中国药典 [S]. 一部. 北京: 化学工业出版社, 2005. 187.
- [3] 肖培根. 新编中药志 (第一卷) [M]. 北京: 化学工业出版社, 2002. 728 - 729.
- [3] 刘晓阳. 白花前胡提取成分对心血管作用的研究进展 [J]. 沈阳药科大学学报, 2002, 19 (6): 462 - 465.

收稿日期: 2008 - 09

## HPLC 测定 PVC 输液袋中的邻苯二甲酸二 (2 - 乙基己基) 酯

朱九群<sup>1</sup>, 兰婉玲<sup>2</sup>, 张罗红<sup>2</sup>

(1. 四川省人民医院药剂科, 四川 成都 610072; 2. 四川省食品药品检验所, 四川 成都 610036)

**摘要:** 目的 测定 PVC 输液袋中增塑剂邻苯二甲酸二 (2 - 乙基己基) 酯 (DEHP) 的含量。方法 采用 HPLC 法, 流动相为甲醇-水 (90:10), 流速为 1.0 ml·min<sup>-1</sup>, 检测波长为 222 nm。结果 峰面积与 DEHP 浓度的线性关系良好 ( $r=0.9999$ )。结论 所用方法简便, 结果准确可靠。

**关键词:** 邻苯二甲酸二 (2 - 乙基己基) 酯; 高效液相色谱法; PVC 输液袋

中图分类号: R917

文献标识码: A

文章编号: 1006 - 0103 (2009) 03 - 0318 - 02

### Content determination of DEHP contained in PVC transfusion - bags by HPLC

ZHU Jiu - qun<sup>1</sup>, LAN Wan - ling<sup>2</sup>, ZHANG Luo - hong<sup>2</sup>

(1. Department of Pharmacy, Sichuan Provincial People's Hospital, Chengdu, Sichuan, 610072 P. R. China; 2. Sichuan Institute for Food and Drug Control, Chengdu, Sichuan, 610036 P. R. China)

**Abstract:** **OBJECTIVE** To determine the content of DEHP contained in PVC transfusion - bags **METHODS** HPLC method was selected. The mobile phase composed of methanol and water (90:10) with a C<sub>18</sub> column (150 mm × 4.6 mm, 5 μm). The flow rate was 1 ml·min<sup>-1</sup> and the wavelength was set at 222 nm. **RESULTS** The method has a good correlation between the concentration and the peak area. **CONCLUSION** It's a convenient, accurate and reliable method for the analysis of DEHP in transfusion - bags

**Key words:** DEHP; HPLC; PVC transfusion - bags

CLC number: R917

Document code: A

Article ID: 1006 - 0103 (2009) 03 - 0318 - 02

邻苯二甲酸二 (2 - 乙基己基) 酯 (DEHP) 作为增塑剂可改进 PVC 输液袋的柔软性和耐寒性、增大可塑性、提高强度<sup>[1]</sup>。但 DEHP 具有毒性, 可影响胎儿的肌肉骨骼系统和中枢神经系统<sup>[2]</sup>。曾有文献<sup>[3]</sup>用 LC - MS/MS 测定 PVC 袋中的 DEHP, 现采用 HPLC 测定 PVC 输液袋中 DEHP 的含量, 方法简

便、结果准确。

### 1 实验部分

#### 1.1 试剂与仪器

邻苯二甲酸二 (2 - 乙基己基) 酯 (DEHP, Fluka 公司, 含量 99.5%); 甲醇为色谱纯; 环己烷为分析