

品溶液,精密吸取20 μ L测定并计算表告依春的量,RSD为1.42%,表明本法重现性较好。

2.7 稳定性试验:精密量取同一供试品溶液20 μ L,分别在0、2、4、8、16、24 h进样,测定,峰面积的RSD为1.01%。表明供试品在24 h内稳定。

2.8 回收率试验:取已测定的板蓝根药材粉末约0.1 g(含表告依春约424 μ g),精密称定9份,分别加入0.350 9、0.438 6、0.526 3 mg 表告依春对照品,制备供试品溶液,测定,计算得平均回收率为98.99%,RSD为1.31%。

2.9 样品测定:称取不同产地的板蓝根药材约0.2 g,精密称定,制成供试品溶液,按“2.1”项下色谱条件进行测定,并计算各样品中表告依春的量,结果见表1。

表1 不同产地板蓝根中的表告依春($n=3$)
Table 1 Epigoitrin in *Radix Isatidis* from different habitats ($n=3$)

药材产地	表告依春 ($\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$)	RSD/%	药材产地	表告依春 ($\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$)	RSD/%
安徽亳州	0.98	1.97	河北安国	4.2	1.42
河南禹州	0.66	0.54	甘肃岷县	0.68	2.04
安徽阜阳	2.4	2.49	黑龙江大庆	1.92	2.16

3 讨论

3.1 板蓝根的产地比较广,文献记载主要分布河北、安徽、江苏、河南等省,其他各省也有少量分布。对于板蓝根的道地产区,仅有文献记载河北为道地产区,而具体地域并不明确^[5]。但近年来,由于受市场经济的影响,板蓝根的产区发生了很大变化,甘肃、黑龙江为新型的板蓝根产区,产量较大,而传统的大产区,如江苏近年来已基本不种植,河南的种植面积也大大减少,故对新产区 and 传统产区所产板蓝根的质量差异研究显得尤为重要。本实验结果表明,几大主要产地的板蓝根药材中表告依春的量差异较大,其中以河北安国产的板蓝根量最高,安徽阜阳和黑龙江大庆的次之,其他几个产地的量相对较低。

3.2 比较了甲醇-水、甲醇-含酸水、乙腈-含酸水流动相系统的洗脱情况,结果表明乙腈-含酸水流动相系统明显优于甲醇-水和甲醇-含酸水系统;因甲醇-水系统使表告依春和其他成分较难分开,甲醇-含酸水系统也不能实现较好的分离,故选择乙腈-含酸水流动相系统。供试品如果直接以甲醇溶解样品进样,则使表告依春对应的峰产生肩峰,可能是在此条件下,表告依春存在分子型和离子型两种状态引起,故最后选择酸性流动相稀释样品,以使表告依春以离子状态存在;不同的酸性条件下分离有显著差异,通过比较不同的加酸量,最后确定500 mL水中加入4 mL磷酸条件较好;三乙胺为峰形改良剂,同时也起到了调节酸碱度的作用。

3.3 在样品提取过程中,比较了6种不同提取溶媒(甲醇、无水乙醇、70%乙醇、50%乙醇、30%乙醇、水),结果表明水提取效率远远高于其他5种溶媒;以水为提取溶媒,比较了3种不同的提取方法,冷浸法、热回流提取法、超声提取法,结果后者提取率明显高于前两种提取方法;采用超声提取法,分别考察了加入10、20、30、40、50 mL水的提取效率,结果表明20、30、40、50 mL提取率无明显差别,故选择20 mL水进行提取;采用超声提取法,加入20 mL水,又分别考察了提取20、30、40、50、60、70 min的提取效率,结果表明提取60、70 min提取率无明显差别,故提取时间选择60 min。

参考文献:

- [1] 中国药典[S].一部.2005.
- [2] 国家中医药管理局《中华本草》编委会.中华本草(上册)[M].上海:上海科学技术出版社,1998.
- [3] 徐丽华,黄芳,陈婷,等.板蓝根中的抗病毒活性成分[J].中国天然药物,2005,3(6):359-360.
- [4] 黄芳,熊雅婷,徐丽华,等.板蓝根不同提取物中抗病毒成分表告依春在大鼠体内的药代动力学[J].中国药科大学学报,2006,37(6):519-522.
- [5] 胡世林.中国道地药材[M].哈尔滨:黑龙江科技出版社,1989.

紫外分光光度法测定前胡药材中总香豆素

宣志红

(浙江省诸暨市中医院,浙江诸暨 311800)

前胡为常用中药材,《中国药典》2005年版一部前胡为伞形科植物白花前胡 *Peucedanum praerup-*

torum Dumn. 的干燥根及根茎,有散风清热、降气化痰的功效,用于风热咳嗽痰多,痰热喘满,咯痰黄

收稿日期:2008-03-15

作者简介:宣志红(1970—),男,浙江诸暨人,主管中药师,研究方向为天然药物的研究。Tel:13819596883 E-mail:xuanhanfei@163.com

稠^[1]。现代化学与药理研究证明,前胡中白花前胡甲素、乙素、丙素、E素等香豆素类成分为其活性成分^[2]。但《中国药典》中仅规定了白花前胡甲素的定量测定,往往不能全面地反映药材的质量,故本实验对不同来源的前胡药材进行总香豆素的定量测定,为更好地控制前胡药材质量提供依据。

1 材料与仪器

1.1 材料:前胡药材分别来源于浙江诸暨(野生)、临安(栽培)和本院中药房,经浙江省中医药研究院浦锦宝副研究员鉴定,为伞形科植物白花前胡 *Peucedanum praeruptorum* Dumn.。7-羟香豆素对照品(石家庄伟天科学技术有限公司,质量分数98%),其他试剂均为分析纯。

1.2 仪器:VARIAN CARY100 紫外分光光度计, SARTORIUS BP211D 电子分析天平(万分之一,十万分之一),水浴锅。

2 方法

2.1 测定波长的选择:取对照品乙醇溶液、样品乙醇提取液分别在波长200~400 nm进行光谱扫描,结果均在322 nm处有最大吸收,光谱图形亦基本相同,故选择波长为322 nm。

2.2 对照品溶液的制备:精密称取7-羟香豆素对照品8.02 mg,置100 mL量瓶中,加乙醇溶解并稀释至刻度,摇匀,即得0.16 mg/mL溶液。

2.3 标准曲线的制备:精密吸取7-羟香豆素对照品溶液0.5、1、2、3、5 mL,置25 mL量瓶中,加乙醇至刻度,摇匀,以乙醇为空白,于322 nm处测定吸光度。以对照品溶液的质量浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,得回归方程: $Y = 0.04 X - 0.0038$, $r = 0.9997$,质量浓度在3.2~32 $\mu\text{g/mL}$ 与吸光度有良好的线性关系。

2.4 供试品溶液的制备:取前胡药材粉末约0.5 g,精密称定,加乙醇40 mL,加热回流1 h,滤过,残渣再加乙醇40 mL回流1 h,滤过,合并两次滤液,用少量乙醇洗涤药渣,合并滤液与洗液,定容至100 mL量瓶中,摇匀,精密吸取上述溶液1 mL于25 mL量瓶中,用95%乙醇定容至刻度,摇匀^[3],即得。

2.5 精密度试验:精密吸取对照品溶液2 mL,置25 mL量瓶中,加乙醇至刻度,摇匀,对照品溶液连续测定5次,吸光度的RSD为0.25%。结果表明该方法精度良好。

2.6 稳定性试验:取前胡药材粉末约0.5 g,精密称定,制备供试品溶液,分别于0、0.5、1、2、4、8、24、48、72 h测定吸光度,结果日内RSD为1.67%,日间RSD为2.36%,表明样品溶液在72 h内稳定。

2.7 重现性试验:取同一批前胡药材粉末6份,每份约0.5 g,分别制备供试品溶液,测定吸光度,计算质量分数分别为2.79%、2.87%、2.72%、2.85%、2.95%、2.80%,RSD为2.78%,结果表明本方法重现性良好。

2.8 加样回收率试验:取已测定的前胡样品6份,每份约0.25 g,精密称定,置圆底烧瓶中,各精密加入7-羟香豆素对照品约7 mg,制备供试品溶液,测定质量分数,计算,平均回收率为99.27%,RSD为2.35%。

2.9 样品测定:取前胡药材粉末约0.5 g,精密称定,制备供试品溶液,测定吸光度,计算质量分数,结果见表1。

表1 不同产地栽培品与野生品前胡中总香豆素的量($n=3$)

Table 1 Content of coumarin in *Radix Peucedani* from different habitats ($n=3$)

来源地	总香豆素/%
诸暨野生	3.35
临安栽培	3.11
本院药房(存2年)	2.05
本院药房(存1年)	2.83
本院药房(当年)	3.08

3 小结与讨论

本研究采用了紫外分光光度法测定前胡总香豆素,以7-羟香豆素作为对照品,测定了浙江诸暨(野生)、临安(栽培)和本院中药房前胡药材的总香豆素的量。

本院药房的前胡饮片分别存放两年、一年和当年的样品测定结果可见,存放时间越长总香豆素的量越低。香豆素类为挥发性成分,所以存放时间越长,损失就越多。

参考文献:

- [1] 中国药典[S].一部.2005.
- [2] 潘九英,吴飞华,金芝贵.白花前胡有效成分药理作用研究进展[J].上海中医药杂志,2006,40(5):64-65.
- [3] 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):452-453.