

· 中药农业 ·

不同产地加工方法对前胡药材品质的影响[△]

任江剑, 孙健*, 俞旭平, 沈晓霞, 王志安

浙江省中药研究所有限公司, 浙江 杭州 310023

[摘要] 目的: 明确不同产地加工处理对前胡药材品质的影响。方法: 以选育品系为材料, 统一栽培, 同时采收。将形状和质量相近的新鲜白花前胡根进行水洗、干燥、切片处理, 记录干燥时间、折干率和霉腐特征。高效液相色谱法(HPLC)测定干燥药材中白花前胡甲素、白花前胡乙素、白花前胡丙素含量。参考《中华人民共和国药典》(以下简称《中国药典》)2020年版方法, 对不同材料的灰分、酸不溶灰分进行测定。结果: 水洗处理可以很好地控制酸不溶灰分含量, 非水洗药材酸不溶灰分高达3%, 比《中国药典》2020年版规定指标高50%左右; 40、50、60℃烘干的药材中白花前胡甲素、白花前胡乙素、白花前胡丙素含量无显著差异。40、50、60℃烘干药材时间分别为18、22、56 h, 切6 mm厚片再进行60℃烘干的药材中白花前胡甲素、白花前胡乙素、白花前胡丙素含量差异无统计学意义, 烘干时间为16 h。结论: 前胡产地加工需水洗后马上进行低温烘干, 烘干温度应控制在60℃以下; 产地趁鲜切片加工, 切片厚度宜控制在6 mm以上。

[关键词] 白花前胡; 产地加工; 白花前胡甲素; 白花前胡乙素; 白花前胡丙素

[中图分类号] R283 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1673-4890(2021)05-0844-05

doi:10.13313/j.issn.1673-4890.20200526009

Effects of Different Habitat Processing Methods on Quality of Peucedani Radix

REN Jiang-jian, SUN Jian*, YU Xu-ping, SHEN Xiao-xia, WANG Zhi-an

Zhejiang Research Institute of Traditional Chinese Medicine Co., Ltd., Hangzhou 310023, China

[Abstract] **Objective:** To study the impacts of the quality of Peucedani Radix with different habitat processing methods. **Methods:** The materials of breeding lines were used in this research. In this experiment, the plant was cultivated at the same condition and harvested at the same time. Then the root with similar shape and weight were selected for the research. After the fresh root was washed, dried, and sliced, the drying times, drying rate and root-rot characteristics of the fresh root of *Peucedanum praerupterum* were recorded. Meanwhile, the (±)-praeruptorin A, (±)-praeruptorin B, (+)-praeruptorin C of the dried root was determined by HPLC. At last, the ash and acid-insoluble ash of different materials were also measured according to the 2020 edition of *Chinese Pharmacopoeia*. **Results:** The acid-insoluble ash content could meet the standards of the 2020 edition of *Chinese Pharmacopoeia* after washing during habitat processes. If not be washed, the acid-insoluble ash content of Peucedani Radix could reached to 3%, which about 50% exceeded the standard of the 2020 edition of *Chinese pharmacopoeia*. And then, to prevent root-rot, the fresh root of *P. praerupterum* should be dried immediately after washed. There was no significant different in the composition of (±)-praeruptorin A, (±)-praeruptorin B, (+)-praeruptorin C after dried by 40, 50 and 60℃. And 56, 22 and 18 h were consumed for dried progresses respectively, at 40, 50 and 60℃ heat processing condition. Contrast to directly dried root at 60℃, there was also no significant different in the composition of (±)-praeruptorin A, (±)-praeruptorin B, (+)-praeruptorin C, when the fresh materials were cut into 6 mm slice and dried at 60℃. While, the dried progress of sliced root could only use 16 h, when dried at 60℃. **Conclusion:** The results showed that the habitat processing methods of the Peucedani Radix should to be washed, and then dried immediately at low temperature. And the drying temperature is needed to be controlled below 60℃. If the habitat freshly sliced was needed, the slice should be thicker than 6 mm.

[Keywords] *Peucedanum praerupterum* Dunn; habitat processing methods; (±)-praeruptorin A; (±)-praeruptorin B; (+)-praeruptorin C

[△] [基金项目] 现代农业产业技术体系建设专项(CARS-21); 浙江省中药材新品种选育重大科技专项(2016C02058); 浙江省药用植物种质改良与质量控制技术重点实验室建设项目(2011E10015); 农业重大技术协同推广计划项目(2018XTTGYC02)

* [通信作者] 孙健, 高级工程师, 研究方向: 药材育种和品质分析; E-mail: 21116025@zju.edu.cn

前胡为伞形科植物白花前胡 *Peucedanum praerupterum* Dunn 的干燥根, 具有降气化痰、散风清热的功效^[1]。白花前胡分布较广, 药材主产区为浙江西北部、安徽南部、江西东北部^[2]。白花前胡的主要功效成分为香豆素类化合物, 包括白花前胡甲素、白花前胡乙素、白花前胡丙素等^[3]。《中华人民共和国药典》(以下简称《中国药典》)2020 年版规定前胡药材的加工方法为“除去须根, 洗净, 晒干或低温干燥”^[1]。前胡的产区传统加工方法是起土后去掉地上部分, 抖动掉根部泥土, 太阳晒干。其产地加工存在干燥程序不规范的问题, 主要表现为不提倡水洗、烘干温度不稳定等。为方便储存及控制药材品质, 许多中药材需要干燥后再销售。原药材在饮片厂进行润制、切制后得到中药饮片, 润制和切制过程可能导致中药材的化学成分损失。中药材产地的趁鲜切片可以减少再加工环节, 减少化学成分的损失, 但是需要严格的技术指标控制。目前, 趁鲜切片技术已经应用于三七、当归、槟榔等药材生产并取得较好的效果^[4-6]。白花前胡是常异花授粉植物, 导致生产中药材的指标成分含量变异度较大。邱晓霞等^[7]针对不同批次的前胡进行研究, 结果表明, 栽培模式、干燥温度和根的形状均为影响前胡化学成分组成的因素。本研究针对前胡的产地加工现状, 采用经选育的品系, 经过统一栽培管理、采收, 选取近似形状的根部组织, 论证了水洗药材的必要性、产地加工温度的控制和趁鲜加工的可行性, 为前胡药材规范化的产地加工提供参考。

1 材料

1.1 样品

样品为经过系统选育的前胡品系, 经统一栽培管理的 2 年生新鲜药材, 于 2019 年 12 月采自淳安县临岐镇浙江省中药研究所实验基地, 由浙江省中药研究所有限公司俞旭平教授级高级工程师鉴定为白花前胡 *Peucedanum praerupterum* Dunn。本研究以新鲜的白花前胡根为材料, 取样品 500 g, 起土后, 当天洗净进行实验, 样品的直径控制在 1.5 ~ 2.0 cm, 样品的长度控制在 7.0 ~ 8.0 cm。

1.2 仪器

1100 型高效液相色谱仪(美国安捷伦公司); KQ 500VDE 型超声清洗器(昆山市超声仪器有限公司); CS501/601 型博迅数显恒温水浴锅(上海博迅

实业有限公司医疗设备厂)。

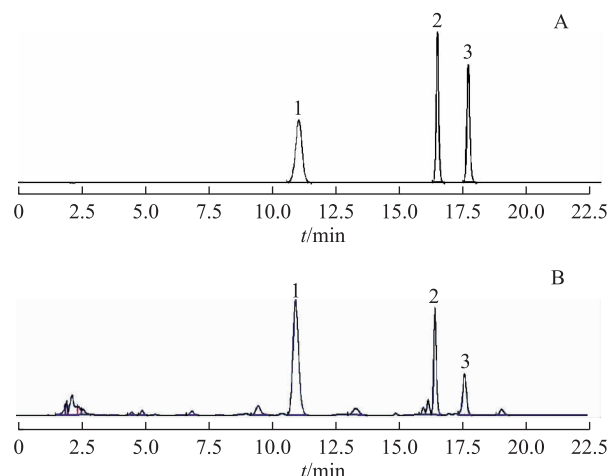
1.3 试药

对照品白花前胡甲素(批号: 111711-200602, 纯度: 100%)、白花前胡乙素(批号: 111904-201203, 纯度: 98.8%)均购于中国食品药品检定研究院; 白花前胡丙素对照品(批号: 18050304, 纯度 $\geq 98\%$, 成都曼思特生物科技有限公司); 甲醇为色谱纯; 水为超纯水; 其余试剂均为分析纯。

2 方法

2.1 色谱条件

色谱柱为 Agilent XDB C₁₈ (250 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相为甲醇(A)-水(B)溶液, 梯度洗脱(0 ~ 11 min, 70% A; 11 ~ 12 min, 70% ~ 85% A; 12 ~ 19 min, 85% A; 19 ~ 20 min, 85% ~ 70% A; 20 ~ 23 min, 70% A); 流速 1.0 mL·min⁻¹; 检测波长 321 nm; 柱温 30 $^{\circ}\text{C}$; 进样量 10.0 μL 。对照品和供试品 HPLC 图见图 1。



注: A. 混合对照品; B. 供试品; 1. 白花前胡甲素; 2. 白花前胡乙素; 3. 白花前胡丙素。

图 1 混合对照品及前胡供试品的 HPLC 图

2.2 对照品溶液制备

精密称取各对照品适量, 加甲醇配制含白花前胡甲素 50.40 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 、白花前胡乙素 50.20 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 、白花前胡丙素 47.70 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 的混合对照品溶液。

2.3 供试品溶液制备

称取前胡药材粉末 0.5 g (过二号筛), 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入三氯甲烷 25.0 mL, 密塞, 称定质量, 低温超声处理(功率 100 W, 频率

50 Hz) 10 min, 放冷, 用三氯甲烷补足减失质量, 摇匀, 滤过, 精密量取续滤液 5.0 mL, 蒸干残渣, 加甲醇溶解, 转移至 25 mL 量瓶中, 定容, 摇匀, 即得。

2.4 方法学考察

2.4.1 线性关系考察 分别精密吸取 2.2 项下对照品储备液各 2.0、4.0、8.0、12.0、16.0 mL, 分别置 20 mL 量瓶中, 甲醇定容, 制成不同质量浓度的对照品溶液, 按 2.1 项下色谱条件依法进样。以质量浓度 (X) 对峰面积 (Y) 进行线性回归, 结果见表 1, 表明各成分的线性关系良好。

2.4.2 精密度试验 取批号为 20180116 的前胡药材提取溶液, 连续进样 6 次, 测定白花前胡甲素、白花前胡乙素和白花前胡丙素的峰面积值, 计算峰面积的 RSD 分别为 0.146%、0.092%、0.173%。

2.4.3 稳定性试验 取批号为 20180116 的前胡样品粉末, 制备供试品溶液, 分别在 0、3、6、9、12 h 进样 10.0 μ L, 进行测定, 白花前胡甲素、白花前胡乙素和白花前胡丙素的峰面积 RSD 分别为 0.420%、0.344%、0.412%, 表明供试品溶液在 12 h 内稳定。

2.4.4 重复性试验 取批号为 20180116 的样品粉末 0.5 g, 精密称定, 制备供试品溶液, 平行试验 6 份, 进样 10 μ L, 进行测定, 白花前胡甲素、白花前胡乙素和白花前胡丙素质量分数 RSD 分别为 0.373%、0.898%、0.710%。

2.4.5 加样回收率试验 取已知含量的前胡药材样品 6 份 (批号: 20180116), 精密称定, 每份约 0.250 g。上述各份分别加入白花前胡甲素对照品 3.398 mg、白花前胡乙素对照品 1.478 mg、白花前胡丙素对照品 0.835 mg, 按供试品溶液制备方法提取, 进样, 测定, 计算加样回收率。白花前胡甲素、白花前胡乙素和白花前胡丙素的平均回收率分别为 99.98%、101.94% 和 102.22%, RSD 分别为 1.10%、0.79% 和 1.00%。

2.5 新鲜药材的前处理

新鲜药材采收后, 采用水洗后 50 $^{\circ}$ C 烘干、直接

50 $^{\circ}$ C 烘干、晒后 50 $^{\circ}$ C 烘干处理。加工完毕后, 干燥药材置于干燥皿中室温保存, 进行后续的品质测定。总灰分和酸不溶灰分的检测参考《中国药典》2020 年版。分别随机取 50 株水洗后和不水洗的白花前胡根茎, 室温堆放 3、6 d, 统计具有腐烂根的数量。

2.6 烘干温度和时间

新鲜药材采收后, 洗去泥沙, 用 40、50、60、70、80、90 $^{\circ}$ C 将前胡新鲜药材直接烘干, 每 6 h 称质量 1 次, 目测干燥后, 每 30 min 称质量 1 次, 记录烘干至恒重时间。加工完毕后, 干燥药材置于干燥皿中室温保存, 进行后续的品质测定。干燥药材水分的检测方法参考《中国药典》2020 年版。

2.7 趁鲜切片

新鲜药材采收后, 洗去泥沙, 切片和不切片样品均在 50 $^{\circ}$ C 直接烘干, 切片厚度为 3、6 mm。加工完毕后, 干燥药材置于干燥皿中室温保存, 进行后续的品质测定。

2.8 数据处理

所有实验重复 3 次, 实验数据采用 SPSS 21 软件进行统计分析, 多重比较采用 Duncan's 方法, 单因素比较采用 t 检验。

3 结果

3.1 不同加工处理对前胡药材品质的影响

目前, 前胡产区主要的鲜药材的前处理方式有生晒、水洗后烘干、非水洗烘干 3 种形式。研究表明, 50 $^{\circ}$ C 烘干和太阳晒干对于白花前胡化学成分的影响差异无统计学意义 (表 2)。但是, 非水洗的样品, 总灰分接近于 8.0%, 有超过《中国药典》2020 年版指标 (不得超过 8.0%) 的风险; 酸不溶灰分达到 3.0%, 超过《中国药典》2020 年版指标 (不得超过 2.0%)。同一批次鲜药材水洗后再加工, 总灰分降至 5.0% 左右, 酸不溶灰分为 0.18%, 远低于《中国药典》2020 年版指标。该结果表明, 前胡药材的酸不溶灰分主要来源于根部携带的泥土杂质。

表 1 前胡中 3 种成分的线性关系考察结果

成分	回归方程	r	线性范围/ $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$
白花前胡甲素	$Y = 1.3034 \times 10^3 X + 1.230$	0.999 5	5.04 ~ 40.32
白花前胡乙素	$Y = 1.3081 \times 10^3 X - 2.987$	0.999 7	5.02 ~ 40.16
白花前胡丙素	$Y = 1.2997 \times 10^3 X + 0.045$	0.999 8	4.77 ~ 38.16

表 2 不同加工方法处理的前胡的质量指标($\bar{x} \pm s$, $n=3$)

加工方式	质量分数/%			总灰分/%	酸不溶灰分/%	水分/%
	白花前胡甲素	白花前胡乙素	白花前胡丙素			
太阳晒干	1.619 ± 0.028a	0.260 ± 0.014a	0.472 ± 0.006a	7.86 ± 0.04a	3.02 ± 0.02a	6.56 ± 0.02a
50 ℃ 烘干	1.631 ± 0.063a	0.258 ± 0.018a	0.489 ± 0.010a	7.90 ± 0.02a	3.06 ± 0.02a	6.26 ± 0.03b
水洗后 50 ℃ 烘干	1.609 ± 0.006a	0.268 ± 0.003a	0.468 ± 0.011a	4.90 ± 0.02b	0.18 ± 0.01b	6.20 ± 0.02b

注: 同列不同小写字母表示 $P < 0.05$; 下同。

然而, 传统加工方法是不提倡水洗的, 其原因可能是水洗后的前胡鲜药材如果不能及时加工, 堆放后会快速腐烂。水洗 3 d 后常温堆放不加工的药材腐烂率为 $(22.5 \pm 1.4)\%$, 显著高于非水洗样品 $(4.5 \pm 1.2)\%$; 水洗 6 d 后常温堆放不加工的药材腐烂率为 $(53.3 \pm 5.4)\%$, 同样显著高于非水洗样品 $(9.0 \pm 3.6)\%$, 即水洗后不立即烘干严重影响药材生产。

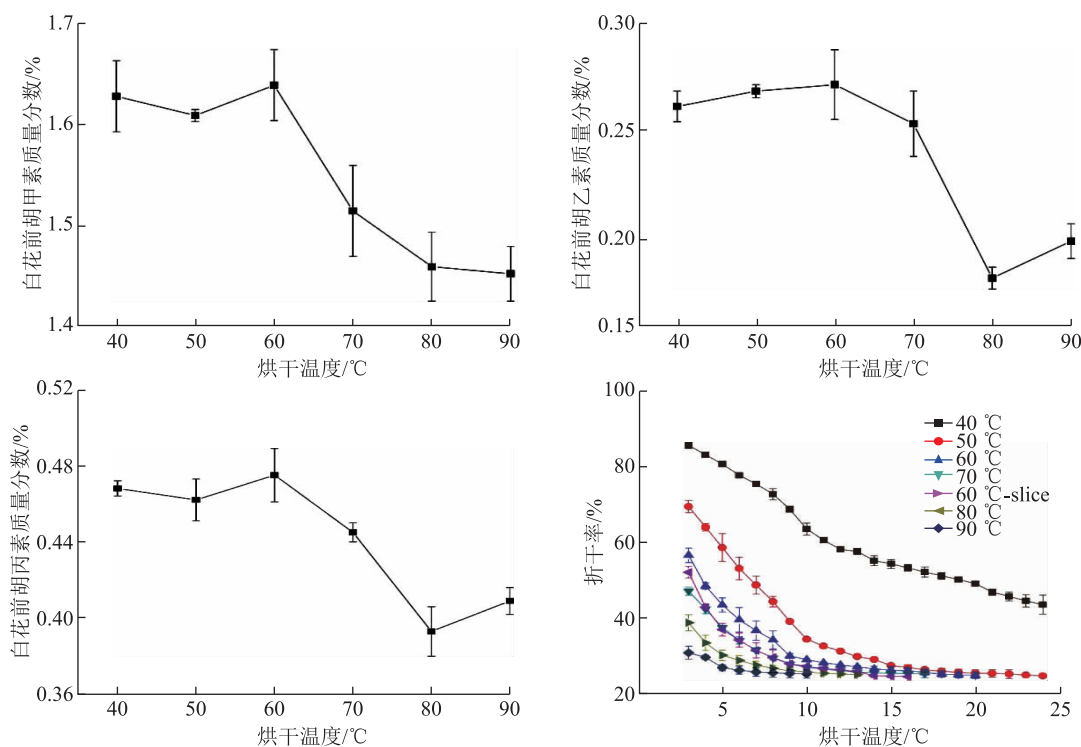
3.2 烘干温度对前胡药材的影响

鲜药材的烘干温度是药材产地加工的重要技术指标, 直接影响药材的品质和加工成本^[8-9]。传统加工方式建议低温干燥, 但是没有进行加工温度量化。本研究表明, 高温加工后的前胡会导致化学成分含量降低, 超过 60 ℃ 后, 白花前胡甲素和白花前丙素含量显著下降, 超过 70 ℃ 后白花前胡乙素含量显著下降。导致该现象的原因可能是化学成分的挥发或

者降解。其具体原因需要进一步的实验分析。当烘干温度为 40 ~ 60 ℃ 时, 白花前胡甲素、白花前胡乙素、白花前胡丙素的组成差异无统计学意义(图 3, 表 3)。前胡根茎的烘干时间随温度降低而逐渐缩短, 最终折干率在 30% 左右(图 3)。采用 40 ℃ 烘干需要连续烘干 56 h 以上, 而 60 ℃ 的烘干时间为 18 h 以上。因此, 为保证前胡药材的品质, 综合考虑采收季加工效率, 可以采用 50 ~ 60 ℃ 进行药材烘干。

3.3 前胡的趁鲜切片加工

本研究表明, 前胡趁鲜切片会影响化学成分的含量, 尤其是白花前胡乙素, 当切片厚度在 3 mm 时, 出现了显著下降的现象, 但控制切片厚度在 6 mm 时, 化学成分差异无统计学意义(表 4)。与不切片处理的前胡相比, 前胡切厚片后, 烘干速度可以加快, 在 60 ℃ 烘干条件下, 烘干时间可以缩短 2 h(图 3)。



注: 60 ℃-slice 表示材料切片后 60 ℃ 烘干。

图 3 不同温度烘干前胡有效成分质量分数和失水规律($\bar{x} \pm s$, $n=3$)

表3 不同烘干温度和时间前胡的质量指标($\bar{x} \pm s$, $n=3$)

温度/℃	时间/h	白花前胡甲素 质量分数/%	白花前胡甲素质量分数/ 白花前胡乙素质量分数	白花前胡乙素 质量分数/%	白花前胡甲素质量分数/ 白花前胡丙素质量分数	白花前胡丙素 质量分数/%	折干率/%
40	56	1.628 ± 0.035aA	6.23	0.261 ± 0.007aA	3.48	0.468 ± 0.004aA	2.36aA
50	22	1.609 ± 0.006aA	6.00	0.268 ± 0.003aA	3.48	0.462 ± 0.011aA	2.45bB
60	18	1.639 ± 0.035aA	6.05	0.271 ± 0.016aA	3.45	0.475 ± 0.014aA	2.47bB
70	14	1.515 ± 0.045bB	5.98	0.253 ± 0.015aA	3.40	0.445 ± 0.005bB	2.49bB
80	11	1.460 ± 0.034cB	8.02	0.182 ± 0.005cB	3.72	0.393 ± 0.013dC	2.51bB
90	8	1.453 ± 0.027cB	7.30	0.199 ± 0.008bB	3.55	0.409 ± 0.007cC	2.48bB

注: 同列不同大写字母表示 $P < 0.01$; 下同。

表4 切片加工后前胡的前胡的质量指标($\bar{x} \pm s$, $n=3$)

处理	白花前胡甲素 质量分数/%	白花前胡甲素质量分数/ 白花前胡乙素质量分数	白花前胡乙素 质量分数/%	白花前胡甲素质量分数/ 白花前胡丙素质量分数	白花前胡丙素 质量分数/%
切片 3 mm	1.595 ± 0.067A	7.02	0.227 ± 0.026Bb	3.95	0.404 ± 0.015Bb
切片 6 mm	1.628 ± 0.033A	5.81	0.280 ± 0.026Aa	3.75	0.434 ± 0.015Aa
不切片	1.639 ± 0.035A	6.05	0.271 ± 0.016Aa	3.45	0.475 ± 0.014Aa

4 讨论

新鲜药材的产地加工是中药饮片生产的重要环节,采用规范化和精细化的产地加工技术可以提高中药饮片的质量。本研究表明,主产区非水洗加工模式主要是为了控制药材起土后的腐烂发生。目前,除了化学成分之外,药材的灰分也是药材品质评价的重要指标^[10],水洗后可以很好地控制前胡药材的灰分指标,尤其是酸不溶灰分指标。但是水洗后的药材易发霉腐烂,需要迅速干燥加工,不能长时间堆放。在烘干过程中生晒和低温烘干均有利于化学成分的保留,采用烘干加工方式应该控制烘干温度在 60℃ 以下。以白花前胡甲素、白花前胡乙素、白花前胡丙素为指标评价趁鲜切片加工,结果表明,切 6 mm 的厚片再低温烘干,前胡药材的主要化学成分没有显著变化。本研究表明,传统的前胡散户加工,干燥后再进入饮片厂的模式,不利于保证前胡饮片药效品质的稳定,并且存在酸不溶灰分超标的风险,统一标准化加工有利于前胡品质的提升。本研究表明,产地采收的前胡,需要水洗泥沙,避免酸不溶灰分超标;水洗后需要快速低温烘干,烘干温度控制在 50~60℃;产地切片加工有利于前胡饮片品质的提升,以切 6 mm 片、50~60℃ 烘干为宜。

参考文献

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典:一部[M]. 北京:中国医药科技出版社,2020:277.
- [2] 熊永兴,陈科力,刘义梅,等. 药用植物白花前胡资源调查[J]. 时珍国医国药,2013,24(11):2786-2789.
- [3] 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):575-576.
- [4] 李越峰,吴平安,刘峰林,等. 当归趁鲜切片对当归中阿魏酸含量的影响[J]. 中国中医药信息杂志,2014,21(9):90-93.
- [5] 徐常本. 槟榔传统切制与产地趁鲜切制槟榔碱含量的比较研究[J]. 中药材,2016,39(4):764-766.
- [6] 刘勇,陈骏飞,徐娜,等. 趁鲜切制加工对三七药材干燥速率和质量的影响[J]. 中国中药杂志,2019,44(7):1381-1391.
- [7] 邱晓霞,张玲,岳婧怡,等. 宁前胡中 3 种香豆素含量影响因素的考察[J]. 中药材,2016,39(4):713-716.
- [8] 黄朝润,吴发明,姚秋阳,等. 产地加工过程中干燥温度对党参药材性状特征及内在质量的影响[J]. 中药材,2017,40(10):2325-2330.
- [9] 李芸,苗小楼,吴平安,等. 不同产地加工方法对掌叶大黄药材质量的影响[J]. 中药材,2011,34(8):1196-1199.
- [10] 黄慧莲,邵峰,任刚,等. 主产地附子炮制品水分、灰分和浸出物测定[J]. 中药材,2010,33(9):1386-1388.

(收稿日期:2020-05-26 编辑:戴玮)