

# 草珊瑚野生品与栽培品中异 皮 含量测定及品质比较

邓思珊<sup>1\*</sup>, 胡明芳<sup>2</sup>, 刘洪旭<sup>1</sup>, 马振菁<sup>1</sup>, 张韬<sup>1</sup>

1. 福建省医学科学研究所 福建省医学测试重点实验室, 福州 350001;

2. 福建省野生动植物保护管理中心, 福州 350003)

[摘要] 目的: 比较草珊瑚野生品与栽培品中异 皮 含量。方法: HPLC 法, 采用 Kromasil C<sub>18</sub> 色谱柱 (4.6 mm × 250 mm, 5 μm); 流动相乙腈-0.1% 磷酸溶液 (20 : 80); 流速 1 mL · min<sup>-1</sup>; 柱温室温; 检测波长 342 nm。野生品来源不同产地草珊瑚, 人工栽培品来自林下套种 2 年半的草珊瑚。结果: 异 皮 线性良好, 相关系数为 0.999 9; 平均回收率 (n=9) 为 98.19%, RSD 1.59%。结论: 野生草珊瑚与栽培草珊瑚中异 皮 含量均符合药典规定。野生品含量略高于栽培品, 野生品与栽培品 HPLC 色谱图有差异。

[关键词] 草珊瑚; 异 皮 ; HPLC

[中图分类号] R283.6 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2010)10-0048-03

## Content Determination of Isofraxidin and Quality Comparison in Wild and Cultivated *Herba Sarcandrae*

DENG Si-shan<sup>1\*</sup>, HU Ming-fang<sup>2</sup>, LIU Hong-xu<sup>1</sup>, MA Zhen-jing<sup>1</sup>, ZHANG Tao

(1. Fujian Institute of Medical Sciences Fuzhou 350001, China; 2. Fujian Administration Center of Wild Animals and Plants Protection, Fuzhou 350003, China)

**[Abstract] Objective:** To determine and compare content of isofraxidin in wild and cultivation *Sarcandrae glabra* from different places. **Method:** A Kromasil C<sub>18</sub> column was used, with the mobile phase of CH<sub>3</sub>CN-0.1% H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> (20 : 80). The detection wavelength was at 342 nm. **Result:** The calibration curves of isofraxidin (r = 0.999 9) was linear. The average recovery was 98.19%. **Conclusion:** Isofraxidin content in *S. grabra* of wild and cultivation was different, chromatogram print was different.

**[Key words]** *Sarcandar glabra*; isofraxidin; HPLC

草珊瑚系金粟兰科草珊瑚属植物 *Sarcandra glabra* (Thunb.) Nakai 的全草。具有抗菌、消炎、清热解毒、祛风除湿、活血散瘀、通经接骨之功效。含挥发油、黄酮苷、香豆素以及甾萜类等多种成分。近年来研究对治疗多种恶性肿瘤如胰腺癌、胃癌、直肠癌、肝癌和食道癌有明显效果<sup>[1]</sup>。研究野生品与栽培品的质量, 对于保护野生资源、推广种植草珊瑚具有重要意义。异 皮 为草珊瑚中香豆素类代表成分, 体

外活性试验中显示出一定的肿瘤细胞抑制作用<sup>[2]</sup>。2005 年版《中国药典》一部规定肿节风中异 皮 含量必须大于等于 0.02%<sup>[3]</sup>。由于遗传、生态环境、人工栽培等因素的影响, 使不同产地野生及栽培草珊瑚中异 皮 的含量有很大的差异。本文采用 HPLC 法对来源于福建泰宁、长乐、永泰、尤溪以及江西新干县、浙江龙泉市的 7 个野生草珊瑚和 4 个泰宁试验区人工栽培草珊瑚中的异 皮 含量进行比较分析。

### 1 仪器和试剂

美国惠普 HP1 100 型液相色谱仪, DAD 二极管阵列检测器; AE 240 型 1/万电子分析天平; KR-250 型超声波清洗仪。采于各地的鲜品草珊瑚全株, 经烘干、粉碎等处理, 由福建省野生动植物保护管理中

[收稿日期] 20100115(007)

[基金项目] 福建省自然科学基金项目(2009J01114)

[通讯作者] \* 邓思珊, 副研究员, 从事中药化学和质量标准研究, Tel: 13860638586, E-mail: fzdss@ 163. com

心提供。对照品异皮购自中国药品生物制品检定所,纯度 >99.0%;乙腈、甲醇为色谱纯,水为超纯水,其它试剂均为分析纯。

## 2 方法与结果

**2.1 色谱条件** Kromasil C<sub>18</sub>柱(4.6 mm ×250 mm, 5 μm)(天津市兰博实验仪器设备有限公司);流动相乙腈-0.1%磷酸溶液(20:80);流速 1 mL · min<sup>-1</sup>;检测波长 342 nm;柱温室温;进样量 20 μL。

**2.2 对照品溶液的制备** 精密称取异皮对照品 8.0 mg,置 25 mL 量瓶中,加 50% 甲醇溶解至刻度,得 0.32 g · L<sup>-1</sup>的储备液。

**2.3 线性关系考察** 取异皮对照品母液,用 50% 甲醇稀释成浓度为 3, 6, 12, 24, 48, 96 μg · mL<sup>-1</sup>的系列标准溶液,测定。以峰面积(A)对浓度(C)作线性回归。结果表明,异皮在 3 ~96 μg · mL<sup>-1</sup>呈良好的线性关系,回归方程为  $Y = 51.116X + 11.351$ ,  $r = 0.9999$ 。

**2.4 样品溶液的制备** 取草珊瑚样品 1 g,精密称定,置具塞三角烧瓶中,加 50 mL 甲醇,称定质量,超声处理 45 min,放冷,称定质量,补足减失的质量,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5 mL 置 10 mL 量瓶中,加水至刻度,摇匀,滤过,即得。

**2.5 精密度试验** 取福建长乐市 2 号野生样品溶液,按 2.4 项下方法制备,连续进样 5 次,进样量为 20 μL, RSD 为 0.87%。

**2.6 稳定性试验** 以福建长乐市 2 号野生样品,按 2.4 项下方法制备,进行稳定性考察试验,供试液放置 1, 6, 12, 24, 36, 48 h 后进样测定,计算异皮峰面积的 RSD 为 1.3%。

**2.7 重复性实验** 取同一产地的草珊瑚药材(江西新干县),按 2.4 项下方法制备,按 2.1 项下色谱条件测定,平行 6 份,计算草珊瑚中异皮质量分数为 1.02 mg · g<sup>-1</sup>, RSD 为 1.19%。

**2.8 回收率试验** 以异皮含量为 1.02 mg · g<sup>-1</sup>的野生草珊瑚(江西新干县)做回收率实验,取样品 0.5 g,精密称取 9 份,每份加入浓度为 0.32 mg · mL<sup>-1</sup>的异皮母液 1.3, 1.6, 2.0 mL 各 3 份,按 2.4 项下方法制备,2.1 项下色谱条件测定,结果见表 1。

**2.9 样品测定** 取 7 个不同产地的野生草珊瑚样品及 4 个泰宁试验区人工栽培草珊瑚样品,按 2.4 项下方法制备,进样,测定异皮含量,结果见表 2,对照品与样品 3D 色谱图见图 1, 11 个样品 3D

表 1 异皮回收率试验

称样量/g	样品含量/mg	加入量/mg	测得量/mg	回收率/%	平均回收率/%	RSD/%
0.5045	0.5146	0.416	0.9195	97.33		
0.5032	0.5133	0.416	0.9172	97.09		
0.5047	0.5148	0.416	0.9183	97.00		
0.5037	0.5138	0.512	1.0080	96.52		
0.5031	0.5132	0.512	1.0116	97.34	98.15	1.57
0.5049	0.5150	0.512	1.0328	101.13		
0.5028	0.5129	0.640	1.1425	98.38		
0.5029	0.5030	0.640	1.1431	100.02		
0.5034	0.5135	0.640	1.1442	98.55		

表 2 草珊瑚药材样品测定

No.	来源	异皮/%
1	福建泰宁县	0.1219
2	长乐市 1	0.0901
3	长乐市 2	0.1157
4	永泰县	0.0393
5	江西新干县	0.0850
6	浙江龙泉市	0.1022
7	福建尤溪县	0.0723
8	福建泰宁试验 A 区	0.0693
9	试验 B 区	0.0761
10	试验 C 区	0.0578
11	试验 D 区	0.0776

色谱图见图 2, 图 3。

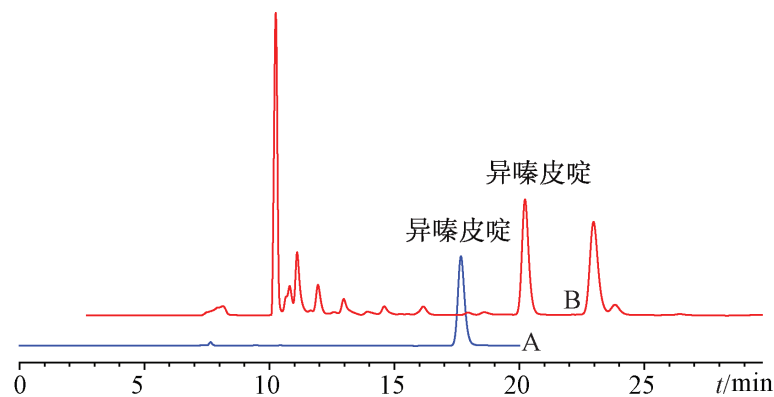


图 1 对照品与草珊瑚样品 3D 色谱图

A. 对照品色谱图; B. 样品色谱图

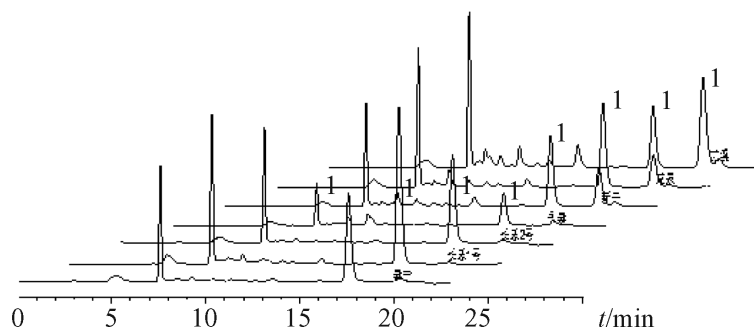


图 2 人工栽培草珊瑚 3D 色谱图

1. 异皮

(下转第 52 页)

# 左卡尼汀注射液细菌内毒素检查法研究

王莉, 张红宇, 赵祎, 来国防\*  
(云南省食品药品检验所, 昆明 650011)

[摘要] 目的: 对左卡尼汀注射液进行细菌内毒素检查法研究, 建立其细菌内毒素检查方法。方法: 采用《中国药典》2005 年版二部附录 XI E 细菌内毒素检查法进行。结果: 左卡尼汀注射液经 10 倍及以上稀释, 即在  $20 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$  以下浓度对鲎试剂与内毒素的反应无干扰。结论: 左卡尼汀注射液可以建立细菌内毒素检查法。

[关键词] 左卡尼汀注射液; 细菌内毒素检查; 干扰试验

[中图分类号] R283.6 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2010)10-0050-03

## Study on Bacterial Endotoxin Test of Levocarnitine Injection

WANG Li, ZHANG Hong-yu, ZHAO Yi, LAI Guo-fang\*  
(Yunnan Institute for Food And Drug Control, Kunming 650011, China)

**[Abstract] Objective:** To establish a method for the bacterial endotoxin test of Levocarnitine Injection. **Method:** The bacterial endotoxin test was carried out according to the method of bacterial endotoxin test in Appendix XI E of China Pharmacopoeia 2005 Edition. **Result:** After more than ten times of dilution, ie below the concentration of  $20 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ , the Injection was found no interference in the reaction of endotoxin with TAL. **Conciusion:** Bacterial endotoxin test is applicable to Levocarnitine.

**[Key words]** Levocarnitine Injection; bacterial endotoxin test; interference test

左卡尼汀注射液临床用于慢性肾衰长期血透病人因继发性肉碱缺乏产生的一系列并发症, 经检索该品种国内检验标准为热原检查, 未收载细菌内毒素检查。笔者参照《中国药典》2005 年版二部附录 XI E 细菌内毒素检查法对该品种进行细菌内毒素方法学验证试验<sup>[1]</sup>, 建立其细菌内毒素检查标准。

### 1 仪器与试药

**1.1 鲎试剂 (TAL)** 批号 0808202,  $0.5 \text{ EU} \cdot \text{mL}^{-1}$ , 规格  $0.1 \text{ mL} \cdot \text{Amp}^{-1}$ , 湛江安度斯生物有限

公司; 批号 0903111,  $0.5 \text{ EU} \cdot \text{mL}^{-1}$ , 规格  $0.1 \text{ mL} \cdot \text{Amp}^{-1}$ , 湛江博康海洋生物有限公司; 批号 0811100,  $0.25 \text{ EU} \cdot \text{mL}^{-1}$ , 规格  $0.1 \text{ mL} \cdot \text{Amp}^{-1}$ , 湛江博康海洋生物有限公司。

**1.2 细菌内毒素检查用水 (WBET)** 批号 0810230, 规格  $0.1 \text{ mL} \cdot \text{Amp}^{-1}$ , 湛江安度斯生物有限公司; 批号 081222, 规格  $50 \text{ mL}/\text{瓶}$ , 湛江博康海洋生物有限公司。

**1.3 细菌内毒素工作对照品 (WSE)** 批号 200861, 规格  $150 \text{ EU} \cdot \text{Amp}^{-1}$ , 中国药品生物制品检定所。

**1.4 左卡尼汀注射液** 批号 20090701, 20090702, 20090703, 规格  $5 \text{ mL} \text{ } 1\text{g}$ , 均为云南龙海天然植物药业有限公司产品。

**1.5 仪器** 电热恒温鼓风干燥箱 DHG-9075A 型, 上海一恒科学仪器有限公司; GL-88B 旋涡混合器, 江苏海门麒麟医用仪器厂; 恒温水浴 SUB28, Grant Instrument Ltd. England.

[收稿日期] 20100415(004)

[基金项目] 云南省技术创新人才培养对象第九批(2009CI107)

[第一作者] 王莉, 硕士, 主管药师, 主要从事药检药理、药品药理及毒理学研究工作; Tel: 0871-3136820, E-mail: liwangmail@163.com

[通讯作者] \* 来国防, 副主任药师, 博士, 主要从事中草药活性成分及中药质量标准研究; Tel: 0871-3135806, E-mail: lguofang@yahoo.com.cn