

# 红花中羟基红花黄色素 A 的加速稳定性研究

张国霞\*, 王维波, 陈德道, 陈根平, 张樱山, 李富银  
(甘肃奇正藏药有限公司, 兰州 730000)

**[摘要]** 目的: 考察红花药材中羟基红花黄色素 A 的加速稳定性, 为红花药材及红花相关制剂的储存提供合理的方法。方法: 利用高效液相色谱法测定羟基红花黄色素 A 的含量, 考察不同温度、湿度对红花中羟基红花黄色素 A 稳定性的影响。结果: 温度和湿度对羟基红花黄色素 A 的稳定性影响比较大。结论: 在温度和湿度相对低的条件下, 羟基红花黄色素 A 有较好的稳定性。

**[关键词]** 红花; 羟基红花黄色素 A; 稳定性; 温度; 湿度

**[中图分类号]** R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2014)15-0086-03

**[doi]** 10.13422/j.cnki.syfjx.2014150086

## Accelerated Stability of Hydroxy Saflor Yellow A in Carthami Flos

ZHANG Guo-xia\*, WANG Wei-bo, CHEN De-dao, CHEN Gen-ping, ZHANG Ying-shan, LI Fu-yin  
(Gansu Cheezheng Tibetan Medicin limited Compan., Lanzhou 730000, China)

**[Abstract]** **Objective:** To study the accelerated stability of Hydroxy safflor yellow A in Carthami Flos and provide a resonable experiment basis for Carthami Flos and its related preparation storage. **Method:** Hydroxy safflor yellow A in Carthami Flos was determined by high performance liquid chromatography, which was exposed to different temperature and humidity. **Result:** Temperature and humidity are related to the stability of Hydroxy safflor yellow A. **Conclusion:** Under lower temperature and humidity condition, Hydroxy safflor yellow A has a good stability.

**[Key words]** Carthami Flos; hydroxy safflor yellow A; stability; temperature; humidity

红花为中药、藏药品种中常用的药材,其成分及功能明确,但未对其稳定性做系统研究。羟基红花黄色素 A (hydroxy safflor yellow A, HSYA) 为红花活血化瘀活性有效成分之一<sup>[1-2]</sup>, 常用于红花相关制剂质量标准的含测指标<sup>[3-6]</sup>。HSYA 是一种查耳酮葡萄糖苷,其稳定性差,易受温度、相对湿度、光照、pH 等条件的影响<sup>[7-8]</sup>。已有文献报道<sup>[9-10]</sup>, 温度越高,加热时间越长,HSYA 越不稳定;光照对 HSYA 的稳定性也有一定影响,最好避光保存。在红花相关制剂中经常采用 HSYA 作为质量标准的主要含测成分,因此在加工生产过程中,为保证制剂中 HSYA 的含量,必须对各种处理条件进行控制。目前尚无文献报道 HSYA 在红花药材及其相关制剂中的稳定性研究,本文系统研究了红花药材中 HSYA 的加速

稳定性,为红花药材及其制剂在储藏及制备过程中控制条件提出合理依据。

本文利用高效液相色谱法,研究了温度、相对湿度对 HSYA 稳定性的影响。通过对红花药材储存条件的考察,得出最佳储存条件,为红花药材及含有红花药材的相关制剂的质量研究提供依据。

### 1 材料

**1.1 仪器** 1100 系列高效液相色谱仪(美国 Agilent 公司,包括 G1314A 型紫外可见检测器, G1315B 二极管阵列检测器, G1314A 二元泵, Agilent1100 色谱工作站), XS205DU 型分析天平[梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司], SK8200HP 型超声波清洗器(功率 250 W, 频率 40 kHz)(上海科导超声仪器有限公司), 艾科浦超纯水机。

**[收稿日期]** 20130806(008)

**[通讯作者]** \* 张国霞, 中级工程师, 硕士, 从事藏药新药的研发, Tel: 0931-8558452, Fax: 0931-8558434, E-mail: zgx0720@qzh.cn

**1.2 试药** 乙腈、甲醇(色谱纯),其余试剂均为分析纯,HSYA 对照品(中国食品药品检定研究院,批号 111637-200905)。

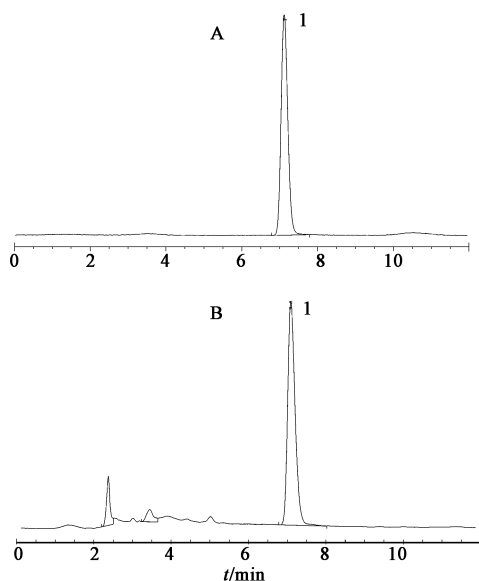
样品 A:红花细粉装入塑料瓶中,试验条件:温度(40 ± 2)℃、相对湿度(75 ± 5)% ;样品 B:红花细粉装入胶囊后装入塑料瓶中,试验条件:温度(40 ± 2)℃、相对湿度(75 ± 5)% ;样品 C:红花细粉装入塑料瓶中,试验条件:温度(30 ± 2)℃、相对湿度(65 ± 5)% ;样品 D:红花细粉装入胶囊后装入塑料瓶中,试验条件:温度(30 ± 2)℃、相对湿度(65 ± 5)% 。

**2 方法与结果**

**2.1 色谱条件**<sup>[11]</sup> ZORBAX Eclipsi plus C<sub>18</sub> 色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm),流动相甲醇-乙腈-0.2% 磷酸溶液(22:2:76),流速 1.0 mL·min<sup>-1</sup>,检测波长 403 nm,柱温 35 ℃。

**2.2 线性关系考察** 精密吸取 148.0 mg·L<sup>-1</sup> 的 HSYA 对照品溶液 0.5,1.0,2.0,4.0,10.0 mL,分别置 10 mL 量瓶中,加 25% 甲醇制成分别为 7.4,14.8,29.6,59.2,148.0 mg·L<sup>-1</sup> 的系列对照品溶液,各精密吸取 10 μL,注入液相色谱仪,测定 HSYA 峰面积,以质量浓度(X, mg·L<sup>-1</sup>)为横坐标,峰面积(Y)为纵坐标,进行线性回归分析。试验结果表明回归方程为 Y = 24.916 1X - 0.214 2 (r = 1),进样量在 74 ~ 1 480 μg 与峰面积呈良好的线性关系。

**2.3 色谱系统适用性试验** 在以上色谱条件下,HSYA 与其余杂质峰分离效果较好,理论塔板数按 HSYA 计算不低于 3 000,见图 1。



A. 对照品;B. 供试品;1. HSYA

图 1 红花 HPLC

**2.4 对照品溶液与供试品溶液的配制** 称取 HSYA 对照品适量,精密称定,加 25% 甲醇制成每 1 mL 含 HSYA 148.0 μg 的溶液,摇匀,即得对照品溶液。

供试品溶液的制备:分别取样品 A、样品 B、样品 C、样品 D,约 1.5 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,分别精密加入 25% 甲醇 50 mL,称定质量,超声处理(功率 250 W,频率 40 kHz)40 min,放冷,再称定质量,用 25% 甲醇补足减失的质量,摇匀,滤过,取续滤液,即得供试品溶液。

**2.5 温度、相对湿度对 HSYA 稳定性的影响** 将样品 A、样品 B 放置于温度为(40 ± 2)℃,相对湿度为(75 ± 5)% 的恒温恒湿培养箱内;样品 C、样品 D 放置于温度为(30 ± 2)℃,相对湿度为(65 ± 5)% 的恒温恒湿培养箱内;分别于 0,1,2,3,4,5,6,7,8,10,12,14,18,22,26 周取出,测定 HSYA 含量的变化,并对其结果进行比较,结果见表 1。

表 1 不同条件下样品间 HSYA 含量的比值

放置时间 / 周	(A/B)	(A/C)	(B/D)	(C/D)
0	1	1	1	1
1	0.988 4	0.920 4	0.919 0	0.986 9
2	0.935 8	0.847 4	0.898 1	0.991 9
3	0.950 3	0.845 4	0.888 7	0.998 9
4	0.988 4	0.837 4	0.849 8	1.003 0
5	0.996 5	0.797 4	0.800 1	0.999 8
6	0.997 0	0.714 6	0.708 9	0.989 1
7	0.983 9	0.716 1	0.698 7	0.993 5
8	0.981 9	0.660 0	0.656 6	0.976 9
10	0.984 4	0.838 4	0.692 6	0.952 1
12	0.998 4	0.634 6	0.622 8	0.979 8
14	1.008 0	0.541 1	0.528 4	0.978 8
18	0.998 7	0.493 9	0.474 3	0.959 2
22	0.988 2	0.568 5	0.579 6	1.007 4
26	0.997 6	0.501 4	0.499 9	0.994 6

**2.6 数据处理** 采用 SPSS 13.0 统计软件进行数据处理,同一时间内数据采用样品 A/样品 B 的方式处理,然后进行单样本 t 检验的方式,比较差别。

**2.7 结果**

**2.7.1 (40 ± 2)℃、(75 ± 5)% 条件下红花胶囊对 HSYA 含量的影响** 在(40 ± 2)℃、(75 ± 5)% 加速试验条件下,未装入胶囊和装入胶囊的红花药材随着放置时间的延长,HSYA 的含量呈现线性下降的

趋势,均有明显下降的趋势;加速试验12周时,样品A与样品B中HSYA含量下降已经超过了50%,加速试验14周时,HSYA含量已经不合格。样品A与样品B中HSYA的含量有显著性差异( $P < 0.05$ ),样品A中HSYA的降解速度略高于样品B(表1),说明胶囊本身具有防止吸潮的作用。

**2.7.2 未装入胶囊条件下温度和湿度对HSYA含量的影响** 未装入胶囊的红花药材分别在 $(40 \pm 2)^\circ\text{C}$ ,  $(75 \pm 5)\%$ 和 $(30 \pm 2)^\circ\text{C}$ ,  $(65 \pm 5)\%$ 加速试验条件下,随着放置时间的延长,HSYA的含量呈现线性下降的趋势,其中样品A的下降趋势较为明显, $(40 \pm 2)^\circ\text{C}$ ,  $(75 \pm 5)\%$ 加速试验12周时,样品A中HSYA含量下降已经超过了50%,加速试验14周时,HSYA含量已经不合格。样品A与样品C中HSYA的含量有极显著性差异( $P < 0.01$ ),样品A中HSYA的降解速度明显高于样品C(表1),说明温度和相对湿度越高,HSYA越不稳定。

**2.7.3 装入胶囊条件下温度和湿度对HSYA含量的影响** 装入胶囊的红花药材分别在 $(40 \pm 2)^\circ\text{C}$ ,  $(75 \pm 5)\%$ 和 $(30 \pm 2)^\circ\text{C}$ ,  $(65 \pm 5)\%$ 加速试验条件下,随着放置时间的延长,HSYA的含量呈现线性下降的趋势,其中样品B的下降趋势较为明显, $(40 \pm 2)^\circ\text{C}$ ,  $(75 \pm 5)\%$ 加速试验12周时,样品B中HSYA含量下降已经超过了50%,加速试验14周时,HSYA含量已经不合格。样品B与样品D中HSYA的含量有极显著性差异( $P < 0.01$ ),样品B中HSYA的降解速度明显高于样品D(表1),说明温度和相对湿度越高,HSYA越不稳定。

**2.7.4  $(30 \pm 2)^\circ\text{C}$ ,  $(65 \pm 5)\%$ 条件下胶囊对HSYA含量的影响** 在 $(30 \pm 2)^\circ\text{C}$ ,  $(65 \pm 5)\%$ 加速试验条件下,未装入胶囊和装入胶囊的红花药材随着放置时间的延长,HSYA的含量均有下降的趋势,但不明显;样品C与样品D中HSYA的含量有显著性差异( $P < 0.05$ ),样品C中HSYA的降解速度略高于样品D(表1),说明胶囊本身具有防止吸潮的作用。

### 3 讨论

本研究对红花药材中HSYA稳定性进行系统研究,结果表明,温度、相对湿度均影响红花药材中HSYA的稳定性。在红花药材及红花相关制剂生产过程中,又经常需要进行加热浓缩等处理,应对提取、浓缩、干燥温度等处理过程进行严格控制,尽量采取真空技术,加热温度不宜过高,提取时间不宜过长,提取液等中间产物应冷藏保存;另外,必须严格控制含水量,包装需密闭遮光。

### [参考文献]

- [1] 赵明波,邓秀兰,王亚玲,等. 高效液相色谱法测定红花中的羟基红花黄色素A[J]. 色谱,2003,21(6):593.
- [2] 罗晶,黄宇玫,曾文雪. 红花中羟基红花黄色素A的提取工艺及其热稳定性研究[J]. 江西中医学院学报,2009,21(5):39.
- [3] 杨日丽,刘静. HPLC法测定红花中羟基红花黄色素A含量的研究[J]. 广东化工,2007,(7):112.
- [4] 姚苗苗,董仲才,任爱农. 羟基红花黄色素A的研究进展[J]. 中南药学,2009,7(12):931.
- [5] 祁玉清,陈珏蓓. HPLC法测定七味红花殊胜丸中羟基红花黄色素A的含量[J]. 青海医药杂志,2012,42(4):74.
- [6] 白凤英. HPLC法测定新红花-8味丸中羟基红花黄色素A的含量[J]. 北方药学,2012,9(4):2.
- [7] 李红,黄罗生,平其能,等. 红花黄色素的稳定性考察[J]. 海峡药学,2009,21(1):12.
- [8] 李秀梅,黄罗生,富志军. 光照条件对红花黄色素稳定性的影响[J]. 海峡药学,2011,23(5):64.
- [9] 王慧,张立伟,晋民杰. 羟基红花黄色素A稳定性研究[J]. 太原科技大学学报,2010,31(1):81.
- [10] 金鸣,臧宝霞,李金荣,等. 羟基红花黄色素A热稳定性的初步研究[J]. 中国中药杂志,2003,28(12):1197.
- [11] 陈常莲,胡斯乐. HPLC测定蒙药德都红花七味丸中羟基红花黄色素A的含量[J]. 中国中药杂志,2012,37(23):3673.

[责任编辑 顾雪竹]