

## 玫瑰花口服液质量标准研究

凯赛尔·阿不拉, 沙拉麦提·艾力, 苏来曼·哈力克\*  
(新疆维吾尔自治区食品药品检验所, 乌鲁木齐 830004)

**[摘要]** 目的: 建立玫瑰花口服液的质量标准。方法: 采用硅胶 G 预制板, 以乙酸乙酯-甲酸-水 (15:0.4:0.5) 为展开剂, 进行 TLC 鉴别; 以色谱柱 Allteck-kromasil C<sub>18</sub> (4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 流动相乙腈-0.4% 磷酸梯度洗脱, 流速 1 mL·min<sup>-1</sup>, 检测波长 254 nm, 柱温 35 °C, 进行 RP-HPLC 含量测定。结果: TLC 鉴别色谱清晰; RP-HPLC 测定没食子酸进样量在 0.196 8 ~ 5.904 μg 线性关系良好, 平均加样回收率为 97.61%, RSD 0.70%, 槲皮素进样量在 0.005 5 ~ 0.165 6 μg 线性关系良好, 平均回收率为 120.0%, RSD 1.42%。结论: 所用 TLC 和 RP-HPLC 方法简便、快速、准确, 可用于本品质量控制。

**[关键词]** 玫瑰花口服液; 质量标准; 薄层色谱鉴别; 高效液相色谱含量测定; 没食子酸; 槲皮素

**[中图分类号]** R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2013)04-0085-04

## Studies on Qualitative and Quantitative Methods for Rose Oral Liquid

KAI Sai-er · A Bu-la, SHA La Mai-ti · Ai-li, SU Ley-man · Ha-lik\*

(Xinjiang Uyghur Autonomus Region Institute for Food and Drug Control, Urumqi 830004, China)

**[Abstract]** **Objective:** To study qualitative and quantitative methods for Rose Oral Liquid. **Method:** TLC test was based on silica gel plate with ethyl acetate-acetic acid-water (15:0.4:0.5) as mobile phase. The analytical column was Allteck-Kromasil C<sub>18</sub> (4.6 mm × 250 mm, 5 μm) with acetonitrile and 0.4% phosphoric acid as mobile phase in gradient mode; the flow rate was 1 mL·min<sup>-1</sup>; the detecting wavelength was at 254 nm and the column temperature was set at 35 °C. **Result:** The liner response ranged from 0.196 8 to 5.904 μg and the average recovery was 97.61% with RSD 0.70% for gallic acid; the liner response ranges from 0.005 5-0.165 6 μg and the average recovery was 120.0% with RSD 1.42% for quercetin. **Conclusion:** The TLC and HPLC methods are simple, accurate with a good reproducibility and can be used for the quality control of the oral liquid.

**[Key words]** Rose Oral Liquid; quality standards; RP-HPLC; TLC; gallic acid; quercetin

玫瑰花口服液是维吾尔医常用成方制剂, 是由新疆地产新鲜玫瑰花加工制成的单味制剂, 收载于《卫生部药品标准-维吾尔药分册》(1998 年)。

本品具有补益心、脑、肝支配器官, 扩张血管, 抗氧化, 抗衰老, 抗菌, 抗病毒, 解毒等作用, 临床用于心慌气短、胃疼呕吐、肢瘫疼痛、神疲乏力<sup>[1-8]</sup>。玫瑰花药材中没食子酸、芦丁及槲皮苷的 HPLC 含量

测定已见报道<sup>[9-15]</sup>, 未见玫瑰花口服液中酚类及黄酮类成分的同时测定的文献报道。文献报道玫瑰花中含有没食子酸、芦丁、槲皮苷、异槲皮苷、槲皮素等化学成分<sup>[9-15]</sup>。本文参照有关文献<sup>[16-18]</sup>, 采用高效液相色谱法同时测定玫瑰花口服液中没食子酸和槲皮素的含量。

### 1 材料

**1.1 试药** 供试品玫瑰花口服液 (批号 20100526, 20100531, 20090511, 20100523, 20090515, 20100524, 20100525, 20100532, 20100534, 20100533) 由新疆喀什昆仑维吾尔药业股份有限公司提供。没食子酸对照品 (批号 110831-200803), 芦丁 (批号 100080-200707), 金丝桃苷 (批号 1521-200202), 槲皮苷 (批号 11538-200403), 槲皮素 (批号 10081-200907) 均为含量测定用, 购于中国食品药品检定研究院。异

**[收稿日期]** 20120313(019)

**[基金项目]** 国家药典会国家药品 (中药) 标准提高项目 (529)

**[第一作者]** 凯赛尔·阿不拉, 副主任中药师, 从事中药民族药检验及质量标准研究, Tel: 13999980643, E-mail: ceacer@163.com

**[通讯作者]** \* 苏来曼·哈力克, 主任药师, 从事维吾尔药材及制剂质量研究, Tel: 0991-2305956, E-mail: suleyman@sina.com

槲皮苷(批号 21637-25-2, 含量测定用), 购于鼎瑞化工上海有限公司; 玫瑰花对照药材(新疆维吾尔自治区食品药品检验所制备)。

**1.2 仪器** 岛津高效液相色谱仪, 包括 LC-10AT<sub>vp</sub> 泵, SPD-M10A 二极管阵列检测器 CTO-10A 柱温箱, SIL-20A 自动进样器(日本岛津仪器公司); KLZ-UP 型超纯水仪(台湾艾柯成都康宁实验专用纯水设备厂); Sartorius CPA225D 型 1/10 万电子分析天平(德国赛多利斯公司), AE200 型 1/万电子分析天平(瑞士梅特勒托雷多公司), 定量毛细管(美国 Drummond scientific company), CAMAG REPROSTAR 薄层色谱成像系统(瑞士卡玛公司)。

**1.3 试剂** 薄层色谱硅胶 G(预制板, 青岛海洋化工集团公司), 乙腈为色谱纯(TEDIA 公司), 水(超纯水), 其他化学试剂均为分析纯。

## 2 方法与结果

### 2.1 薄层色谱鉴别

取本品 10 mL, 用乙酸乙酯振荡提取 2 次, 每次 10 mL, 合并乙酸乙酯提取液, 蒸干, 残渣加甲醇 1 mL 使溶解, 作为供试品溶液。另取玫瑰花对照药材 1 g, 加水 30 mL, 煎煮 30 min, 放冷, 滤过, 取滤液 10 mL, 同法制成对照药材溶液。再取没食子酸、金丝桃苷、槲皮苷、异槲皮苷、槲皮素对照品, 加甲醇制成每 1 mL 各含 1 mg 的溶液, 作为对照品溶液。照《中国药典》2010 年版一部附录 VI B 薄层色谱法试验, 吸取上述 3 种溶液各 3  $\mu$ L, 分别点于同一以羧甲基纤维素钠为黏合剂的硅胶 G 薄层板上, 以乙酸乙酯-甲酸-水(15:0.4:0.5)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 5% 三氯化铝乙醇溶液, 静置 1 h 后置紫外光灯(365 nm)下检视。供试品色谱中, 在与对照药材及对照品色谱相应的位置上, 显相同颜色的荧光斑点。

### 2.2 含量测定

**2.2.1 色谱条件** 色谱柱为 Allteck-kromasil C<sub>18</sub>(4.6 mm  $\times$  250 mm, 5  $\mu$ m), 流速 1 mL  $\cdot$  min<sup>-1</sup>, 柱温 35  $^{\circ}$ C, 以乙腈为流动相 A, 以 0.4% 磷酸水溶液为流动相 B 进行梯度洗脱(表 1), 检测波长 254 nm。理论板数按没食子酸峰计算应不得少于 6 000。

**2.2.2 对照品溶液的制备** 分别精密称取没食子酸及槲皮素对照品, 加 80% 甲醇制成每 1 mL 含没食子酸 200  $\mu$ g, 槲皮素 5  $\mu$ g 的混合溶液, 即得。

**2.2.3 供试品溶液的制备** 精密量取供试品 1.0 mL, 置 5 mL 量瓶中, 加 80% 甲醇至刻度, 摇匀, 用 0.45  $\mu$ m 微孔滤膜滤过, 取续滤液, 即得。

表 1 流动相洗脱程序

t/min	流动相 A/%	流动相 B/%
0 ~ 10	5	95
10 ~ 30	5 ~ 25	95 ~ 75
30 ~ 45	25 ~ 35	75 ~ 65
45 ~ 55	35 ~ 80	65 ~ 20
55 ~ 56	5	95

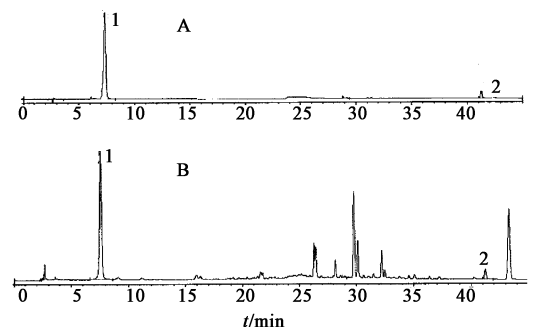
**2.2.4 精密度** 精密吸取供试品(批号 20100526)溶液, 重复进样 6 次, 测定没食子酸及槲皮素的峰面积, 结果 RSD 分别 0.42%, 0.63%, 结果表明精密度良好。

**2.2.5 重复性** 取同一批号(批号 20100526)样品, 照前述方法分别制备供试品溶液 6 份, 照含量测定方法进行测定, 结果没食子酸的平均质量浓度为 0.919 2 g  $\cdot$  L<sup>-1</sup>, RSD 2.68%, 槲皮素的平均质量浓度为 0.030 7 g  $\cdot$  L<sup>-1</sup>, RSD 2.31%, 表明供试品重复性良好。见表 2。

表 2 槲皮素加样回收试验(n=6)

No.	取样量 /mL	样品 含量 /mg	加入量 /mg	测得量 /mL	回收率 /%	平均 回收率 /%	RSD /%
1	2.5	0.076 8	0.069	0.146 4	100.87	102.0	1.4
2	2.5	0.076 8	0.069	0.146 4	100.87		
3	2.5	0.076 8	0.069	0.147 0	101.74		
4	2.5	0.076 8	0.069	0.1465	101.01		
5	2.5	0.076 8	0.069	0.148 0	103.19		
6	2.5	0.076 8	0.069	0.148 8	104.35		

**2.2.6 测定法** 分别吸取供试品溶液, 没食子酸及槲皮素混合对照溶液各 10  $\mu$ L, 注入高效液相色谱仪。见图 1。



A. 对照品; B. 供试品溶液; 1. 没食子酸; 2. 槲皮素

图 1 玫瑰花口服液 HPLC

**2.2.7 线性关系考察** 分别精密称取没食子酸及槲皮素对照品, 加 80% 甲醇制成每 1 mL 含没食子

酸 0.196 8 mg、槲皮素 0.005 52 mg 的混合对照品溶液。取此混合对照品溶液 1,5,10,15,20,25,30 μL 进样,以对照品进样量( $X, \mu\text{g}$ )对峰面积的积分值  $Y$  进行线性回归。回归方程及相关系数见表 3。

表 3 没食子酸、槲皮素回归方程

成分	回归方程	线性范围/ $\mu\text{g}$	相关系数
没食子酸	$Y = 1\ 763\ 757.1X + 20\ 770.8$	0.196 8 ~ 5.904	0.999 9
槲皮素	$Y = 3\ 933\ 099.9X - 2\ 175.3$	0.005 52 ~ 0.165 6	0.999 9

**2.2.8 稳定性** 精密吸取同一供试品(批号 20100526)溶液 10 μL,在同一色谱条件下,分别于 0,2,4,6,8,12,24 h 进样测定,峰面积的 RSD 分别 0.91%,1.57%,表明样品溶液在室温下 24 h 稳定。

**2.2.9 加样回收率** 分别精密量取供试品(批号 20100526 含没食子酸  $0.919\ 5\ \text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ ,槲皮素  $0.030\ 7\ \text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ )2.5 mL,共 6 份,置 25 mL 量瓶中,分别加入  $2.40\ \text{g}\cdot\text{L}^{-1}$  的没食子酸对照品 1.0 mL,  $0.138\ \text{g}\cdot\text{L}^{-1}$  槲皮素对照品 0.5 mL,按 2.2.3 方法制备加样回收供试品溶液,按 2.2.1 项下色谱条件测定各成分的含量,结果见表 3,4。

表 4 没食子酸加样回收试验

No.	取样量 /mL	样品 含量 /mg	加入量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均 /%	RSD /%
1	2.5	2.298 8	2.40	4.617 3	96.60	97.61	0.70
2	2.5	2.298 8	2.40	4.634 3	97.31		
3	2.5	2.298 8	2.40	4.636 3	97.40		
4	2.5	2.298 8	2.40	4.645 2	97.77		
5	2.5	2.298 8	2.40	4.649 5	97.95		
6	2.5	2.298 8	2.40	4.665 9	98.63		

**2.2.10 样品含量测定** 分别精密吸取 10 批玫瑰花口服液 1.0 mL,按 2.2.3 项下方法制备供试品溶液及 2.2.1 项下的色谱条件测定,结果见表 5。

### 3 讨论

经二极管阵列检测器全波长扫描(190 ~ 400 nm)后,发现没食子酸最大吸收波为 270 nm,槲皮素在 256,360 nm 处有最大吸收,同时考虑到样品在 254 nm 检测时峰形最好,故最终确定检测波长为 254 nm。

在供试品 HPLC 色谱中,金丝桃苷、槲皮苷、异槲皮苷的分离度不理想,芦丁响应值很小,故采用没食子酸、槲皮素为对照,HPLC 对玫瑰花口服液进行了含量测定,结果满意。

表 5 样品中没食子酸及槲皮素测定( $n=3$ )

样品批号	没食子酸/ $\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$	槲皮素/ $\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$	RSD/%
20100526	0.919 5	0.030 7	0.56
20100531	1.029 1	0.033 2	0.61
20090511	0.432 1	0.001 0	0.75
20100523	0.500 0	0.010 4	0.82
20090515	0.883 9	0.010 9	0.70
20100524	1.060 5	0.042 4	0.65
20100525	0.766 0	0.023 4	0.91
20100528	0.805 8	0.030 3	0.85
20100531	0.354 8	0.014 4	0.95
20100530	1.242 8	0.053 4	1.02

在供试品 TLC 色谱中,未显与绿原酸,咖啡酸,芦丁相同颜色的斑点。而显与没食子酸、金丝桃苷、槲皮苷、异槲皮苷、槲皮素相同颜色的斑点。故以 2.1.1 方法建立了薄层色谱鉴别。

### [参考文献]

[1] 中华人民共和国卫生部药典委员会. 卫生部药品标准——维吾尔药分册[S]. 乌鲁木齐:新疆科技卫生出版社,1998:152.

[2] 曾佑炜,赵金莲,彭永宏. 玫瑰花抗氧化活性研究[J]. 中国农学通报,2008,24(3):205.

[3] 齐亚娥,吴冬青,安红钢,等. 玫瑰花黄酮类化合物提取及清除羟自由基能力[J]. 食品科技,2007:33(4):82.

[4] 李红芳,庞锦江,丁永辉. 玫瑰花水煎剂对兔离体主动脉平滑肌张力的影响[J]. 中药药理与临床,2002,8(2):20.

[5] 邵伟,刘赵昆. 玫瑰花提取物抗衰老作用的研究[J]. 南开大学学报:自然科学版,2008,41(3):64.

[6] 冯作山,谢琼,余永婷,等. 玫瑰花渣中抗氧化成分提取工艺研究[J]. 食品工业科技,2007,28(8):143.

[7] 牛淑敏,李巍,李乐,等. 玫瑰花中两种抗氧化成分的分选鉴定与活性测定[J]. 南开大学学报:自然科学版,2006,39(1):91.

[8] 牛淑敏,朱颂华,李巍. 等. 中药材玫瑰花抗氧化及作用机制的研究[J]. 南开大学学报:自然科学版,2004,37(2):30.

[9] 闰雪生,姚乾元,刘昭强. 玫瑰花药材中没食子酸含量 HPLC 测定法[J]. 现代中医药,2008,28(6):80.

[10] 符继红,张丽静. 高效液相色谱法测定新疆玫瑰花中芦丁的含量[J]. 分析仪器,2008,38(1):44.

[11] 张丽平,程远征,王学东,等. 正交设计优化玫瑰花中没食子酸的提取工艺[J]. 安徽农业科学,2010,38(14):7304.

# 根际土壤化学性质对防风色原酮、香豆素含量的影响

孙晶波<sup>1,2</sup>, 杨鹤<sup>1</sup>, 李鑫<sup>2</sup>, 张连学<sup>1\*</sup>

(1. 吉林农业大学中药材学院, 长春 130118; 2. 北华大学药学院, 吉林 吉林 132013)

**[摘要]** 目的: 研究不同时间、不同地点采集的防风根际土壤化学性质对防风色原酮及香豆素含量的影响。方法: 甲醇回流提取, HPLC 测定防风中 8 种有效成分的含量; 根据国家标准规定方法测定根际土壤 pH, 速效 N, P, K, 全 N 及有机质含量。用 SPSS 13.0 软件进行相关分析。结果: 总体上, 1 批防风样品中 4 种色原酮含量高于 2 批样品, 且受其根际土壤影响不显著。2 批防风有效成分含量受其根际土壤影响显著, 土壤 pH 与药材中补骨脂素和花椒毒素呈显著负相关 ( $P < 0.05$ ), 与欧前胡素呈显著正相关 ( $P < 0.01$ ); 土壤速效 P 的含量与除升麻素苷之外的 7 种有效成分均呈显著正相关 ( $P < 0.01$ )。结论: 防风色原酮和香豆素类化合物的含量在不同采收期受其根际土壤的影响不同, 采集于 10 月中旬的防风有效成分含量受其根际土壤的各种化学性质影响显著。

**[关键词]** 防风; 根际土壤; 色原酮; 香豆素; 高效液相色谱

**[中图分类号]** R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2013)04-0088-05

## Effects of Rhizosphere Soil Chemical Properties on Content of Chromones and Coumarins in Radix Saposhnikovia Divaricata

SUN Jing-bo<sup>1,2</sup>, YANG He<sup>1</sup>, LI Xin<sup>2</sup>, ZHANG Lian-xue<sup>1\*</sup>

(1. College of Chinese Medicinal Materials Jilin Agricultural University, Changchun 130118, China;  
2. Pharmaceutical College of Beihua University, Jilin 132013, China)

**[Abstract]** **Objective:** To study the effects of rhizosphere soil chemical properties on content of chromones and coumarins in radix Saposhnikovia divaricata collected from different regions in different harvest times. **Method:** The HPLC method was adopted for determination content of eight effective components in

**[收稿日期]** 20120518(003)

**[基金项目]** 国家科技支撑计划项目(2011BAI03B01)

**[第一作者]** 孙晶波, 在读博士, 讲师, 从事中草药活性成分及质量评价研究, Tel: 18604498617, E-mail: sjb781219@163.com

**[通讯作者]** \* 张连学, 教授, 博士生导师, 从事中药材 GAP 规范化种植及中药活性成分的研究, Tel: 0431-84532952, E-mail: zlx863@163.com

- [12] 葛尔宁. 玫瑰花和月季花中槲皮苷含量的 HPLC 法测定[J]. 浙江中医药大学学报, 2001, 31(27): 207.
- [13] 王月伶, 吕元琦, 袁倬斌. 毛细管区带电泳法测定玫瑰花中的槲皮苷、绿原酸和咖啡酸[J]. 生命科学仪器, 2004, 2(6): 47.
- [14] 徐怡, 李先恩, 秦民坚, 等. 不同品种玫瑰花药材的 HPLC 指纹图谱研究[J]. 中国野生植物资源, 2010, 29(4): 31.
- [15] 刘红燕. 不同产地玫瑰花总黄酮含量的比较研究[J]. 中医药导报, 2010, 16(5): 101.
- [16] 王本晓, 彭艳丽. HPLC 法测定玫瑰花药材中黄酮类成分的含量[J]. 辽宁中医药大学学报, 2010, 12(9): 57.
- [17] 李玉兰, 李军, 王乃利, 等. RP-HPLC 法测定小花鬼针草中原儿茶酸、芦丁、金丝桃苷和槲皮苷的含量[J]. 沈阳药科大学学报, 2009, 26(8): 640.
- [18] 阿合买提江·吐尔逊, 赵文惠, 孙莲, 等. RP-HPLC 法测定新疆不同产地药桑叶中芦丁、异槲皮苷的含量[J]. 新疆医科大学学报, 2010, 33(10): 1194.
- [19] 肖飞, 向阳, 杨友玲, 等. HPLC 测定玫瑰花中槲皮素、没食子酸的含量[J]. 中国药师, 2010, 23(8): 1145.

[责任编辑 顾雪竹]