红花黄色素中主要成分的含量测定

梁颖，裴瑾*，万德光(成都中医药大学中药材标准化教育部重点实验室，成都 610075)

摘要：目的 对药食两用天然色素红花黄色素进行质量控制。**方法** 采用紫外分光光度法和高效液相色谱法，以总黄色素和羟基红花黄色素 A 为指标，对红花黄色素中主要化学成分进行含量测定。**结果** 自制红花黄色素与市售红花黄色素(色价 *E*=150)的总黄色素含量均＞99%，自制红花黄色素的羟基红花黄色素 A 含量最高，达 20.21%，为市售红花黄色素的 2~3 倍。**结论** 市售红花黄色素的总黄色素含量随色价的增大而显著提高，不同的红花黄色素样品中羟基红花黄色素 A 的含量也存在较大差异，本研究为红花黄色素的质量分析控制奠定了基础。

关键词：红花黄色素；总黄色素；羟基红花黄色素 A；色价；食品添加剂；质量研究

中图分类号：R927.2 **文献标志码：**B **文章编号：**1007-7693(2011)13-1349-03

Determination of Main Ingredients in Safflower Yellow

LIANG Ying, PEI Jin*, WAN Deguang(*Education Ministry Key Laboratory for Standardization of TCM, Chengdu University of Traditional Chinese Medicine, Chengdu 610075, China*)

ABSTRACT: OBJECTIVE To study the quality of safflower yellow preliminarily which was medicine and food of natural pigments. **METHODS** The content of the total safflower yellow and the hydroxy safflower yellow A in the safflower yellow were determined by UV and HPLC. **RESULTS** The total content of the homemade safflower yellow and the safflower yellow (*E*=150) sold in the market were more than 99%. The content of hydroxyl safflower yellow A extracted from homemade safflower yellow was much higher, reached 20.21%, 2–3 times of the sold. **CONCLUSION** The content of safflower yellow increases remarkably with increase of the colourity, and the content of hydroxy safflower yellow A varies in different samples of safflower yellow. The research sets up a base for the analysis and the control of safflower yellow quality.

KEY WORDS: safflower yellow; the total safflower yellow; hydroxy safflower yellow A; color value; food additives; quality reaearch

常用中药红花活血化瘀作用的有效组分为红花黄色素，其中羟基红花黄色素 A 为黄色素中含量最高的成分。红花黄色素集药用、食用于一体，具有广阔的开发利用前景。红花黄色素已作为食用天然色素广泛使用，以红花黄色素为主要成分的成方制剂的研发也越来越多。本研究对自制红花黄色素和市售红花黄色素的总黄色素含量和羟基红花黄色素 A 含量进行了测定，为红花黄色素的质量研究奠定基础。

1 材料与仪器

自制红花黄色素 201001；市售红花黄色素 201002(色价 *E*=50)、201003(色价 *E* =150)、201004 (色价 *E* =150) (珠海锦田天然色素有限公司、云南通海杨氏天然产物有限公司)；羟基红花黄色素 A 对照品(经 HPLC 检测，纯度≥99%)；甲醇、乙腈为色谱纯，其他试剂均为分析纯。

UV1100 型紫外可见分光光度仪(上海天美科学仪器有限公司)；LC-10AT SPD-10 岛津高效液相色谱仪(日本岛津公司)；320 紫外检测器(美国 Varian 公司)。

2 方法

2.1 总黄色素的含量测定

2.1.1 标准曲线的制备 精确称取羟基红花黄色素 A 对照品 1.76 mg 于 10 mL 量瓶中，加蒸馏水溶解并稀释至刻度，摇匀，备用；精密量取羟基红花黄色素 A 对照品溶液 0.5，0.8，1.0，1.3，1.6，2.0 mL 于 5 mL 量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，即得。以蒸馏水为空白，按照分光光度法[1]在 403 nm 的波长处测定吸光度。以吸光度为横坐标，羟基红花黄色素 A 浓度为纵坐标，绘制标准曲线，得羟基红花黄色素 A 浓度和吸光度的回归方程：y=0.082 9x–0.003 6，r=0.999 5，在 0.017 6~0.070 4 mg·mL^{-1} 内线性关系良好。

2.1.2 样品溶液的制备和测定 分别称取 201001，

作者简介：梁颖，女，硕士生 Tel: (028)61800231 E-mail: liang917ying@163.com *通信作者：裴瑾，女，博士，教授 Tel: (028)61800231 E-mail: peixjin@163.com

201002，201003，201004 号样品 0. 003 12，0.00 330，0.002 47，0.002 89 g 溶解于 10 mL 量瓶中，加水稀释，摇匀，作为红花黄色素待测定样品溶液。分别精密量取样品溶液 1.0 mL 置于 50 mL 量瓶中，用蒸馏水稀释至刻度，摇匀，以蒸馏水为空白对照，按照分光光度法[1]在 403 nm 的波长处测定吸光度。

2.2 羟基红花黄色素 A 的含量测定

2.2.1 色谱条件 色谱柱：Penomenex Gemini C_{18} 柱(4.6 mm×250 mm，5 μm)；以甲醇-乙腈-0.7%磷酸(26∶2∶72)为流动相；流速 1.0 mL·min^{-1}，检测波长 403 nm，理论板数按羟基红花黄色素 A 峰计算应不低于 3 000[1]。

2.2.2 标准曲线的制备 精确称取羟基红花黄色素 A 对照品 10 mg 于 25 mL 量瓶中，加蒸馏水溶解并稀释至刻度，摇匀，作为羟基红花黄色素 A 对照品贮备液。分别精密量取羟基红花黄色素 A 对照品贮备液 1.0，2.5，4.0，5.0，7.5 mL 于 10 mL 量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，作为对照品溶液。分别精密吸取各对照品溶液 10 μL 进样，测定峰面积。以峰面积为横坐标，羟基红花黄色素 A 浓度为纵坐标，绘制标准曲线，得羟基红花黄色素 A 浓度和峰面积的回归方程：y=0.001 5x+0.019 3，r=0.999 5，在 0.04~0.3 mg·mL^{-1} 内线性关系良好。

2.2.3 样品溶液的制备和测定 分别称取 201001，201002，201003，201004 号样品 0.008 45，0.007 59，0.007 38，0.008 31 g，溶解于 10 mL 量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，再用 0.45 μm 滤膜过滤，作为羟基红花黄色素 A 待测定样品溶液。分别吸取样品溶液 10 μL 进样，测定峰面积，计算样品含量。

3 结果

含量测定结果见表 1。自制红花黄色素与市售红花黄色素(色价 E=150)的总黄色素含量均>99%；自制红花黄色素中羟基红花黄色素 A 的含量最高，为市售红花黄色素的 2~3 倍。

表 1 红花黄色素含量测定结果(n=3)

Tab 1 The content determination result of safflower yellow (n=3)

编号	以总黄色素计		以羟基红花黄色素 A 计	
	均值/%	RSD/%	均值/%	RSD/%
201001	99.57	1.02	20.21	2.98
201002	28.91	1.94	6.40	2.58
201003	99.71	0.29	8.74	1.10
201004	99.68	0.12	9.28	1.79

4 讨论

红花的化学成分主要为黄酮和脂肪油 2 大类，其中查尔酮类化合物红花黄色素为主要有效成分[2]。近几年来，国内外对红花黄色素的提取纯化及药理研究较多，但红花黄色素的化学分析研究却很少。据文献[2-3]报道，红花黄色素主要含有羟基红花黄色素 A、红花黄色素 A、红花黄色素 B、红花黄色素 C、槲皮素、山奈酚、山奈酚-3-葡萄糖苷、槲皮素-3-葡萄糖苷、槲皮素-7-葡萄糖苷、山奈酚-3-芸香糖苷等化学成分，其中羟基红花黄色素 A 为主要成分。赵明波等[4]采用 HPLC 测定了 26 个不同来源的红花中羟基红花黄色素 A 的含量，为 0.60%~2.65%。刘月庆等[5]以香草酸为内标物，用 HPLC 测得 4 个不同产地红花中红花黄色素 A 的含量，为 1.04%~1.25%。本试验自制红花黄色素所用原料药材红花中总黄色素的含量为 22.62%，羟基红花黄色素 A 含量为 1.28%，经提取纯化所得红花黄色素的总黄色素含量＞99%，羟基红花黄色素 A 的含量约为原药材的 15.79 倍。

红花黄色素作为天然食品色素添加剂已广泛使用。对于天然食品色素添加剂的染色力，国际上通常以色价这一指标来评价，色价又称为比吸光值，指单位质量原料的提取物的吸光度，即 100 mL 溶液中含有 1.0 g 着色剂，在对应的波长下，光程为 1 cm 时的吸光值，计算方法为：色价(E)=Af/100m，A 为实测试样的吸光度，f 为稀释倍数，m 为试样质量。天然食品色素生产厂家主要看重产品的着色力，即色价，并不看重主要成分的含量。实验结果表明：市售红花黄色素的总黄色素含量随色价的增大而明显提高，羟基红花黄色素 A 含量的提高率则相对较小，可见红花黄色素的色价主要与总黄色素含量相关。

“三聚氰胺事件”使食品安全问题再次成为世人关注的焦点，食品添加剂的安全性成为主要焦点。在《食品安全法》中，提出对食品添加剂实施许可制度，但并未作详细表述。2010 年国家大力改进食品添加剂安全管理工作。国家质检总局直接负责食品添加剂生产环节监督管理工作，并公布《食品添加剂生产监督管理规定》，于 2010 年 6 月 1 日实施。该规定要求生产者应当对出厂销售的食品添加剂进行出厂检验，合格后方可销售，但不同厂家的质量控制存在差异。目前我国天然食品色素添加剂统一的质量控制指标仅有色

价和卫生指标，未对主要成分进行分析。化学成分与食品添加剂安全性密切相关，同时化学成分的未知性也直接影响着食品添加剂其他价值的开发利用。在普通食品中添加某些功能性配料的功能食品，已成为近年世界食品工业新的增长点，也是食品添加剂的发展动向。食品添加剂的化学成分分析及检验技术尤为重要。红花黄色素作为天然食用色素、天然抗氧化剂，对心血管系统具有良好的保护作用，亦可作为功能性食品添加剂。因此为进一步开发利用红花黄色素，主要成分的分析是必不可少的。

参考文献

[1] 中国药典 2010 年版. 一部[S]. 2010：141.

[2] 施峰，刘焱文. 红花的化学成分及药理研究进展[J]. 时珍国医国药，2006，17(9)：1666-1667.

[3] 肖文英. 红花黄色素研究进展[J]. 临床医药实践杂志，2006，15(9)：646-649.

[4] 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)：593-595.

[5] 刘月庆，王睿，毕开顺. HPLC 法测定红花中红花黄色素 A 的含量[J]. 药物分析杂志，2004，24(4)：356-358.

收稿日期：2010-10-28

http://www.cnki.net