

# 两种常用食用玫瑰的 HPLC 指纹图谱建立

谢美玉, 张凤清\*, 解耸林

(长春工业大学化学与生命科学学院, 长春 130012)

**摘要:** [目的]建立两种常用食用玫瑰花—滇红玫瑰及墨红玫瑰的 HPLC 指纹图谱, 可用于有效地控制其质量并进行科学评价。[方法]利用 HPLC 方法分别测定了两种食用玫瑰各 10 批样品, 根据中国药典委员会颁布的“中药色谱指纹图谱相似度评价”2004A 系统分别建立了两种食用玫瑰的指纹图谱, 并对其进行相似度评价。[结果]分别建立了两种食用玫瑰的标准指纹图谱, 可准确地进行品种鉴定。

**关键词:** 滇红玫瑰花; 墨红玫瑰花; HPLC; 指纹图谱

中图分类号: S567.1

文献标识码: A

文章编号: 1003-8701(2016)03-0109-04

## Establishment of the HPLC Fingerprint of Two Kinds of Edible Rose

XIE Meiyu, ZHANG Fengqing\*, XIE Songlin

(College of Chemistry and Life Science, Changchun University of Technology, Changchun 130012, China)

**Abstract:** Objective of the study was establishing the HPLC fingerprint of two kinds of edible rose, Dianhong rose and crimson glory rose, and to provide reliable methods for scientific evaluation. Ten batches of each edible rose were determined by HPLC, and analyzed by “Evaluation on Similarity of Traditional Chinese Medicine Chromatographic Fingerprint” 2004 A system. The standard fingerprints of two kinds of edible roses were established and they were accurate for cultivar identification.

**Key words:** Dianhong rose; Crimson glory rose; HPLC; Fingerprint

玫瑰花有很多品种, 原始的品种(包括野生玫瑰)存在 250 种不同的类别, 而混种与变种则不计其数。广义的食用玫瑰既包括植物学上的玫瑰, 也包括突厥蔷薇, 主要指可用于食用或食品加工原料的蔷薇、月季和玫瑰品种<sup>[1]</sup>。食用玫瑰的种类有很多, 同物异名或同名异物的现象十分严重, 从而使玫瑰花药材在市场上比较混乱。目前食用玫瑰的品种鉴别主要依靠性状鉴别及溯源, 不能满足质量控制的需求。高效液相色谱法

在测定某种单一物质上应用广泛, 且具有灵敏度高的特点<sup>[2]</sup>。本文尝试采用高效液相法, 建立云南省两个最主要的玫瑰栽培品种—滇红玫瑰与墨红玫瑰各自特征指纹图谱, 可有效地控制玫瑰花药材的质量, 并进行科学的评价<sup>[3]</sup>。

## 1 材料与方法

### 1.1 实验仪器

戴安高效液相色谱仪(Uitimate-3000), 合肥国创分析仪器有限公司; 双量程电子天平(梅特勒-托利多 ME204E), 苏州金钻称量设备系统开发有限公司; 超声波提取器(THC), 济宁天华超声电子仪器有限公司。

### 1.2 实验材料

收稿日期: 2016-02-26

基金项目: 吉林省医药产业发展专项资金计划项目(20130727079YY)

作者简介: 谢美玉(1991-), 女, 在读硕士, 研究方向: 天然产物提取与保健品研发。

通讯作者: 张凤清, 女, 硕士, 教授, E-mail: 1044424827@qq.com

滇红玫瑰及墨红玫瑰均购于昆明铿锵玫瑰食品生产有限公司,没食子酸对照品(批号 110831-201204)及槲皮苷对照品(批号 111538-201105)均购自中国食品药品检定研究院。

### 1.3 实验试剂

乙腈为色谱纯,其他试剂均为分析纯,实验用水为超纯水。

### 1.4 色谱条件与系统适用性实验

色谱柱 Aglient C18- XB(4.6 mm × 250 mm, 5 $\mu$ m),流动相采用梯度洗脱(表1),检测波长 310 nm,柱温 25 $^{\circ}$ C,流速 1 mL/min,进样 10 $\mu$ L,理论塔板数按没食子酸计应不低于 2 500。

表 1 梯度洗脱表

时间(min)	乙腈	0.5% 磷酸水溶液
0	5%	95%
8	5%	95%
55	30%	70%
60	5%	95%
65	5%	95%

### 1.5 对照品溶液的配制

分别精确称取没食子酸及槲皮苷对照品 5 mg,加甲醇溶解制成 1 mg/mL 溶液,作为对照品溶液。

### 1.6 供试品溶液的制备

准确称量玫瑰花药材 1 g,放置于具塞锥形瓶中,准确加入 50 mL 甲醇溶液,密塞,称量并记录其质量,置于超声波中,30 min 后取出、放置,冷却后称量质量,用甲醇溶液补足减少的质量,摇匀后过滤,续滤液即为供试品溶液。

## 2 实验结果

### 2.1 方法学考察结果

#### 2.1.1 稳定性实验

取供试品溶液分别在 0, 2, 4, 8, 12, 24 和 48 h 进样,统计单峰面积大于 5% 总峰面积的色谱峰,并计算其相对峰面积与保留时间,结果各色谱峰相对保留时间基本一致,相对峰面积的 RSD 均小于 3%,因此供试品溶液在 48 h 内稳定。

#### 2.1.2 精密度考察

取供试品溶液 10 $\mu$ L,连续进样 6 次统计单峰面积大于 5% 总峰面积的色谱峰,并计算其相对峰面积与保留时间。结果显示:各色谱峰相对保留时间基本一致,相对峰面积的 RSD 均小于 3%,结果表明:仪器精密度良好,符合指纹图谱检测的技术要求。

#### 2.1.3 重复性考察

取与稳定性考察相同的样品 6 份,制备供试品溶液,分别进样测定,统计单峰面积大于 5% 总峰面积的色谱峰,并计算其相对峰面积与保留时间。结果各色谱峰相对保留时间基本一致,相对峰面积的 RSD 均小于 3%,结果表明:方法重现性良好,符合指纹图谱检测的技术要求。

### 2.2 两种食用玫瑰花的 HPLC 指纹图谱的建立

#### 2.2.1 两种玫瑰花指纹图谱的总体特征

按上述方法分别对两种玫瑰花各 10 批的样品进行测定,选择单峰面积大于 5% 总峰面积的使

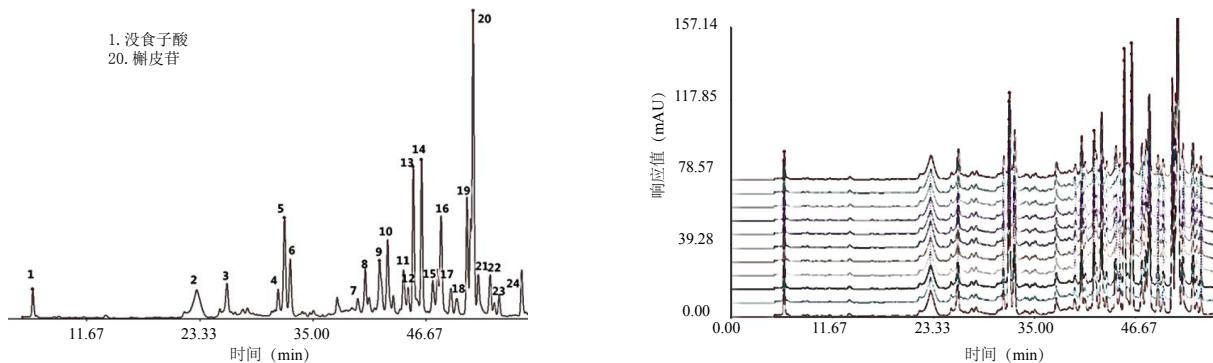


图 1 滇红玫瑰标准指纹图谱及 10 批样品谱峰匹配

用中药色谱指纹图谱相似度评价系统 2004 A1.0 版软件进行分析比较,获得标准指纹图谱,结果滇红玫瑰共 24 个共有特征峰(图 1),且 10 批样品

图谱相似度均大于 0.9(见表 2),墨红玫瑰共 15 个共有特征峰(图 2),且 10 批样品图谱相似度均大于 0.9(表 3)。

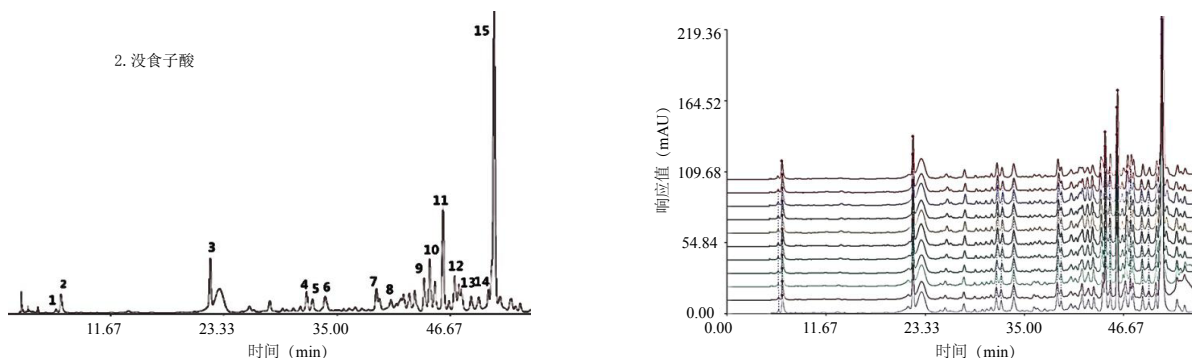


图 2 墨红玫瑰标准指纹图谱及 10 批样品谱峰匹配

表 2 10 批滇红玫瑰指纹图谱相似度评价

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
2	0.998									
3	0.999	0.998								
4	0.998	0.998	0.996							
5	0.988	0.991	0.984	0.995						
6	0.977	0.982	0.971	0.986	0.997					
7	0.994	0.993	0.995	0.993	0.983	0.973				
8	0.988	0.985	0.992	0.985	0.967	0.953	0.991			
9	0.988	0.984	0.991	0.986	0.971	0.958	0.99	0.999		
10	0.934	0.946	0.925	0.949	0.973	0.984	0.931	0.895	0.902	
对照指纹图谱	0.997	0.998	0.996	0.999	0.995	0.987	0.995	0.987	0.988	0.952

表 3 10 批墨红玫瑰指纹图谱相似度评价

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
2	0.999									
3	0.981	0.983								
4	0.971	0.97	0.976							
5	0.969	0.968	0.979	0.999						
6	0.973	0.97	0.978	0.998	0.998					
7	0.974	0.97	0.974	0.979	0.978	0.983				
8	0.97	0.969	0.977	0.977	0.978	0.979	0.997			
9	0.971	0.969	0.976	0.976	0.977	0.98	0.982	0.981		
10	0.959	0.96	0.972	0.965	0.97	0.967	0.968	0.975	0.995	
对照指纹图谱	0.987	0.986	0.99	0.991	0.992	0.993	0.991	0.991	0.991	0.983

### 2.2.2 两种食用玫瑰标准指纹图谱比较

将两种食用玫瑰标准指纹图谱对比分析,结果两种食用玫瑰指纹图谱差异性较大,相似度仅

为 0.536,说明本方法对两个品种具有较强的专属性,可以将这两种食用玫瑰有效区分(图 3)。

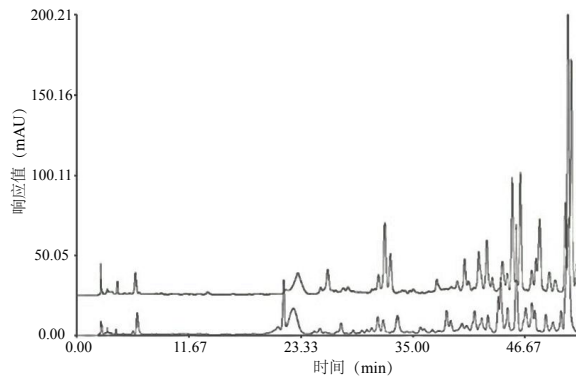


图3 两种食用玫瑰标准指纹图

### 3 讨论

两种食用玫瑰的标准图谱对比可知两者的成分组成有一定的差异,墨红玫瑰实为月季,两者的种源差异较大<sup>[4]</sup>,与本文的实验结果一致。由图1可见1号峰为没食子酸,20号峰为槲皮苷,图2中2号峰为没食子酸峰,而保留时间为51.27 min的15号峰与同次所进对照品对比证明并非槲皮苷峰,但极性与槲皮苷接近,有文献报道月季中含有槲皮素-3-O-6"-反式-香豆酰基- $\beta$ -D-葡萄糖苷、槲皮素-3-O-2"-没食子酰基- $\beta$ -D-葡萄

糖苷等结构相似物质<sup>[5]</sup>,怀疑15号峰可在其中找到物质归属。

本文建立的两种植食用玫瑰标准指纹图谱,10批样品图谱的相似度均大于0.9,参考《中药注射剂指纹图谱研究技术要求》中的规定及方法学验证方法,可知本方法设计合理,重现性较好,可准确地进行品种鉴定。

#### 参考文献:

- [1] 王多宁. 玫瑰花的综合利用及开发前景[J]. 黑龙江农业科学, 2010(1): 117-120.
- [2] 魏春雁, 孟繁磊, 樊慧梅, 等. 高效液相色谱-串联质谱法测定粮油食品中 $\alpha$ -玉米赤霉烯醇和玉米赤霉烯酮[J]. 吉林农业科学, 2014, 39(4): 84-88.
- [3] 陆继亮. 食用鲜花已成为烘焙行业创新新元素[J]. 中国花卉园艺, 2012(11): 36.
- [4] 时俊锋, 徐凌彦, 李枝林. 墨红玫瑰的组织培养研究[J]. 现代园艺, 2008(8): 10-12.
- [5] 赵倩, 刘钊, 李清娟, 等. 月季花化学成分的研究[J]. 中草药, 2012, 43(8): 1484-1488.

(责任编辑: 范杰英)