

凤仙花中槲皮素和山奈酚的薄层色谱鉴别

侯文欣, 魏红立, 方新平, 徐利亚, 孟宪磊 (邢台市食品药品检验所, 河北邢台 054000)

摘要 [目的]建立凤仙花药材中槲皮素、山奈酚的提取方法,对凤仙花药材中槲皮素、山奈酚进行薄层鉴别。[方法]采用羧甲基纤维素钠硅胶 G 板分离凤仙花药材中槲皮素、山奈酚成分。[结果]供试品色谱在与对照品色谱相应位置上显相同颜色的斑点,可用于鉴别凤仙花中的槲皮素和山奈酚。[结论]薄层色谱方法简便、专属性强、重现性好,可用于凤仙花药材的鉴别。

关键词 凤仙花;槲皮素;山奈酚;薄层色谱;鉴别

中图分类号 S567 文献标识码 A 文章编号 0517-6611(2015)34-146-02

Identification of Quercetin and Kaempferol in *Impatiens balsamina* L. by TLC

HOU Wen-xin, WEI Hong-li, FANG Xin-ping et al (Xingtai Institute for Food and Drug Control, Xingtai, Hebei 054000)

Abstract [Objective] To develop a specific method for the identification of quercetin and kaempferol in *Impatiens balsamina* L. by using thin-layer chromatography (TLC). [Method] Quercetin and kaempferol were identified using plates of CMC-Na silica gel G. [Result] In the chromatography of the sample, the same-colored speckles appeared at the corresponding position of the reference compounds. [Conclusion] TLC is simple, good reproducibility and specificity. It can be used for the identification of *Impatiens balsamina* L.

Key words *Impatiens balsamina* L.; Quercetin; Kaempferol; TLC; Identification

凤仙花为凤仙花科植物凤仙(*Impatiens balsamina* L.)的干燥花^[1],尚未被《中国药典》收载,凤仙花具有祛风除湿、活血定痛功效,含有香豆素类、黄酮类等多种化学成分,其中槲皮素和山奈酚是其主要的黄酮化合物^[2]。槲皮素有抗炎、抗氧化、抗癌和抗突变等多种功能^[3],山奈酚具有止咳祛痰和消炎等作用^[4-5],具有很高药用价值。该试验考察了不同溶剂、不同提取方法提取槲皮素及山奈酚,并尝试不同展开剂和薄层板比较,最终确定了用于凤仙花中槲皮素及山奈酚的简捷、快速、分离效果好的薄层色谱鉴别方案,为凤仙花的质量控制提供了可靠依据。

1 材料与方

1.1 材料 凤仙花(采于河北邢台将军墓);槲皮素对照品(中国食品药品检定研究院,批号 100081-200907);山奈酚对照品(中国食品药品检定研究院,批号 110861-200808);电子天平(sartorius BS210S);超声波清洗机(昆山市超声仪器有限公司);硅胶 G 薄层色谱板(青岛海洋化工厂),羧甲基纤维素钠硅胶 G(天津思利达科技有限公司),高效硅胶 G(青岛市基亿达硅胶试剂厂);试剂均为国药集团化学试剂有限公司生产,均为分析纯。

1.2 样品制备 取凤仙花药材,粉碎,取粉末 0.5 g,加甲醇-稀盐酸(4:1)20 ml,超声处理 30 min,滤过,滤液加水 20 ml,用乙酸乙酯振摇提取 3 次,每次 20 ml,合并乙酸乙酯液,蒸干,残渣加甲醇 3 ml 溶解,作为供试品溶液。

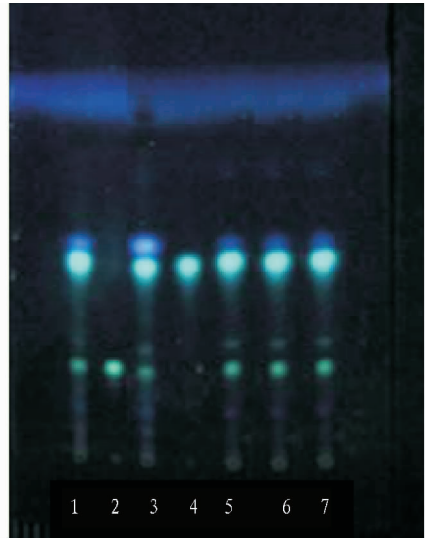
1.3 对照品溶液制备 取槲皮素和山奈酚对照品,加甲醇分别制成浓度为 0.2 和 1 mg/ml 的溶液,作为对照品溶液。

1.4 色谱方法 照薄层色谱法(中国药典 2010 年版一部附录 VI B)试验,分别吸取上述样品及对照品溶液各 2 μ l,分别点于同一羧甲基纤维素钠硅胶 G 薄层板上,以三氯甲烷-

乙酸乙酯-甲酸(10:3:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 2% 三氯化铝乙醇溶液,置紫外光灯(365 nm)下检视。

2 结果与分析

由图 1 可见,供试品色谱在与对照品色谱相应位置上显相同颜色的斑点。表明该方法方便、快捷,斑点圆整、清晰,分离效果佳,可作为凤仙花中槲皮素及山奈酚的鉴别方法。



注:2 为槲皮素对照品;4 为山奈酚对照品;1、3、5、6、7 为凤仙花样品。

图 1 凤仙花 TLC 鉴别图谱

3 讨论

3.1 提取方法的比较 该试验尝试了多种提取方法:①以甲醇-稀盐酸(4:1)为溶剂,超声处理 30 min,滤过,滤液加水 20 ml,用乙酸乙酯振摇提取 3 次,每次 20 ml,合并乙酸乙酯液,蒸干,残渣加甲醇 3 ml 溶解;②以甲醇为溶剂超声处理 30 min,滤过,滤液浓缩;③以乙醇为溶剂超声处理 30 min,滤过,滤液浓缩;④以硼酸饱和的水溶液为溶剂,回流 1 h,滤过,滤液加稀盐酸调 pH 至 2~3,用石油醚(60~90 $^{\circ}$ C)振摇提取 3 次,每次 25 ml,弃去石油液,用乙醚振摇提取 3 次,每

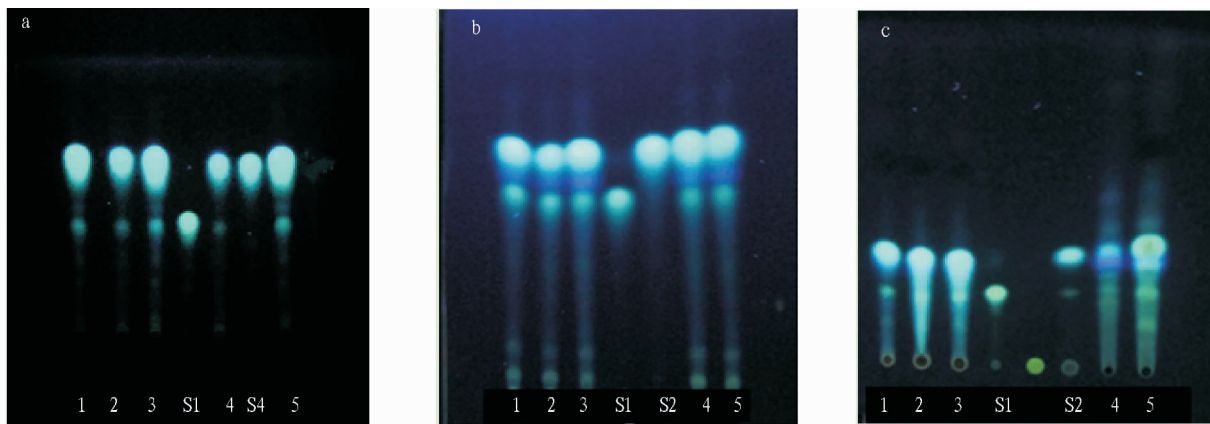
基金项目 河北省食品药品监督管理局食品药品安全科技项目(PT2014041)。

作者简介 侯文欣(1984-),女,河北邢台人,医药工程师,硕士,从事食品药品检测。

收稿日期 2015-10-31

次 25 ml,合并乙醚液,挥干,残渣加甲醇 1ml 使溶解。比较上述 4 种提取方法(图 2)发现,以方法①所得色谱图斑点清

晰、圆整,指纹斑点丰富,分离效果佳。

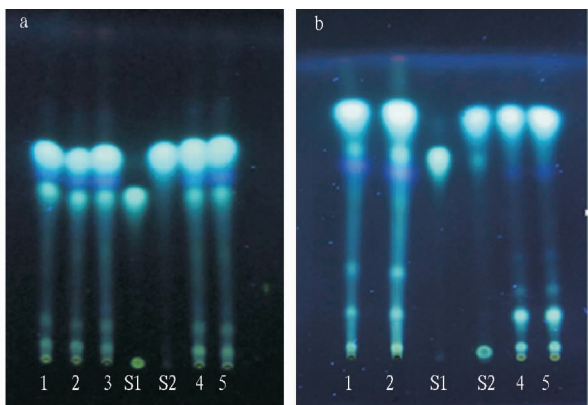


注:a. 方法①;b. 方法②;c. 方法④。S1 为槲皮素,S2 为山奈酚,1~5 为样品。

图 2 各种提取方法的凤仙花 TLC 色谱图

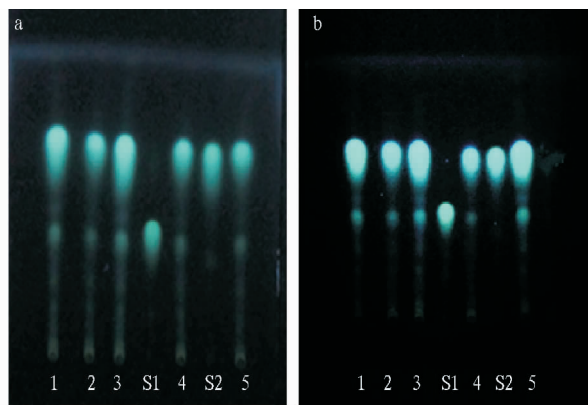
3.2 展开剂的比较 试验选用了甲苯-甲酸乙酯-甲酸(5:4:1)(图 3a)、甲苯-乙酸乙酯-甲酸(5:4:1)(图 3b)、三氯甲烷-乙酸乙酯-甲酸(10:3:1)(图 1),结果发现,以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲酸(10:3:1)为展开剂分离的效果最好。

3.3 不同薄层板的比较 试验考察了青岛海洋化工厂硅胶 G 板(图 4a)、青岛市基亿达硅胶试剂厂硅胶 G 板(图 4b)、天津思利达科技有限公司羧甲基纤维素钠硅胶 G 板(图 1),结果发现,利用羧甲基纤维素钠硅胶 G 板的分离效果最好。



注:a. 甲苯-甲酸乙酯-甲酸(5:4:1);b. 甲苯-乙酸乙酯-甲酸(5:4:1)。S1 为槲皮素,S2 为山奈酚,1~5 为样品。

图 3 选用不同展开剂的凤仙花 TLC 色谱图



注:a. 青岛海洋化工厂硅胶 G 板;b. 青岛市基亿达硅胶试剂厂硅胶 G 板。S1 为槲皮素,S2 为山奈酚,1~5 为样品。

图 4 不同薄层板下的凤仙花 TLC 色谱图

参考文献

[1] 河北省食品药品监督管理局. 河北省中药饮片炮制规范[M]. 北京: 学苑出版社,2003;30.

[2] 胡喜兰,韩照祥,刘玉芬,等. 凤仙花不同提取物中山奈酚的测定[J]. 分析实验室,2007,26(5):33.

[3] 俞一心, 戈升荣, 王桂珍. 槲皮素及其衍生物的药理作用研究进展

(上接第 103 页)

[8] DONG S Y,HU Q,YANG Z,et al. An ionic liquid-based ultrasound assisted dispersive liquid-liquid microextraction procedure followed by HPLC for the determination of low concentration of phytocides in soil[J]. Microchem J,2013,110:221-226.

[9] VAZQUEZ M,VAZQUEZ P P,GALERA M M,et al. Ultrasound-assisted ionic liquid dispersive liquid-liquid microextraction coupled with liquid chromatography-quadrupole-linear ion trap-mass spectrometry for simultaneous analysis of pharmaceuticals in wastewaters[J]. J Chromatogr A,

[J]. 中药材, 2003, 26(12):902.

[4] 王晓飞,于玲,杜华霜,等. 三白草中槲皮素的薄层色谱鉴别[J]. 中国民族民间医药,2010(23):61.

[5] 胡喜兰,程青芳,尹福军,等. 凤仙花中山奈酚的提取、分离与纯化[J]. 时珍国医国药,2010,21(4):932-933.

2013,1291:19-26.

[10] YAN H Y,LIU B M,DU J J,et al. Ultrasound-assisted dispersive liquid-liquid microextraction for the determination of six pyrethroids in river water[J]. J Chromatogr A,2010,1217(32):5152-5157.

[11] ARYAND M,BOZORGZADEH E,SHARIATI S,et al. Trace determination of linear alkylbenzene sulfonates using ionic liquid based ultrasound-assisted dispersive liquid-liquid microextraction and response surface methodology[J]. Anal Methods,2012,4(8):2272-2277.