

凤仙花不同提取物中山奈酚的测定

胡喜兰*, 韩照祥, 刘玉芬, 顾海星, 孙银鹤, 王 革
(淮海工学院化工系, 连云港 222005)

摘 要:为寻求有效的山奈酚分离、纯化条件, 并从凤仙花中提取山奈酚; 分别采用不同溶剂和不同方法对凤仙花红色花瓣进行了提取, 并利用高效液相色谱法对其主成分进行了测定; 实验结果表明: 9 种提取物中均含有山奈酚, 乙酸乙酯提取物中山奈酚的含量最高: 1 g 凤仙花红色花瓣的乙酸乙酯提取液中含有 8.1 mg 的山奈酚。

关键词:凤仙花; 提取物; 山奈酚; 测定

中图分类号: R284.1 文献标识码: A 文章编号: 1000-0720(2007)05-033-03

山奈酚(又名黄芪苷元, 山奈黄素, Kaempferol)的结构为 5, 7, 4'-三羟基黄酮醇, 药理筛选表明山奈酚具有止咳祛痰和消炎等作用, 凤仙为凤仙花科植物凤仙的全草, 我国大部分地区均有分布, 资源丰富。其花具有活血通经、利尿止痛的作用, 在临床上具有散寒、生发、润肤之功效, 还具有收敛、止血、抗肿瘤、降低血压、镇静止痛作用^[1,2]。凤仙花含有香豆素类、黄酮类等多种化学成分, 其中山奈酚是其主要的黄酮化合物^[3,4]。为了更好的提取、分离、纯化制备山奈酚, 进一步地开发利用该资源, 我们对其进行了研究。

1 实验部分

1.1 材料、试剂和仪器

凤仙花红色花瓣: 采于新疆石河子, 自然凉干揉碎储存于密闭的玻璃瓶中备用。

石油醚、环己烷、乙酸乙酯、正丁醇、无水乙醇等均为分析纯; 二次蒸馏水; 芦丁、槲皮素、山奈酚均为标准品, 购于中国药品生物制品鉴定所。

LC-10ADVP 型高效液相色谱仪、CLASS-VP 工作站、SPD-M10AVP 二极管阵列检测器(日本岛津公司); HH-S 恒温水浴锅; RE-5285 型旋转蒸发器; 722 型可见分光光度计; SK-1 快速混匀器; CL-2 型恒温加热磁力搅拌器; SHZ-D 型循环水式多用真空泵; 赛多利斯电子天平; KDM 型调温电热套

(1000 mL); WKY 微量移液管; DK-8A 型电热恒温水槽; SYZ-B 型石英亚沸高纯水蒸馏器。

1.2 实验方法

1.2.1 样品制备及对照品溶液的配制^[5] (1) 样品 H₀ 的提取。称取 0.5049 g 的凤仙花红色花瓣, 用 15 mL 甲醇浸泡 17 h 后, 再用超声提取 20 min, 共 3 次, 完全转移并定容于 50 mL 容量瓶中, 标为 H₀, 避光保存备用。

(2) 样品 H₁ ~ H₅ 的提取。称取 9.2 g 的凤仙花红色花瓣, 用索式提取器按极性大小以石油醚, 环己烷, 乙酸乙酯, 丙酮, 无水乙醇的顺序进行依次分别回流提取, 直到回流液基本无色(每次约 3 ~ 4 h), 所得各提取液减压浓缩后用提取剂定容于 50 mL 容量瓶中, 分别标为 H₁、H₂、H₃、H₄、H₅, 避光保存备用。

(3) 样品 H₆ ~ H₈ 的提取。称取凤仙花红色花瓣 25 g, 放入 1000 mL 圆底烧瓶中, 加入 250 mL 食用酒精浸泡 24 h, 将浸泡好的凤仙花放入恒温水浴锅内水浴加热回流, 待 2 h 后用布式漏斗抽滤, 滤渣中加入 200 mL 食用酒精, 加热煮沸 1.5 h 后再用布式漏斗抽滤, 重复 1 次, 合并滤液, 减压浓缩至 30 mL (密度约为 0.954 g/mL) 浓缩液(无醇

收稿日期: 2006-03-27; 修订日期: 2006-05-17

基金项目: 江苏省海洋生物技术重点实验室(2005HS008); 淮海工学院引进人才启动资助基金(KK01060)项目资助

作者简介: 胡喜兰(1961-), 女, 教授

味), 分别用等体积的石油醚、乙酸乙酯、正丁醇依次萃取 4 次, 所得萃取液浓缩后用萃取液定容至 50 mL 容量瓶中, 依次标为 H_6 、 H_7 、 H_8 , 避光保存备用。

(4) 对照品溶液的配制。山奈酚标准贮备液: 准确称取 19.00 mg 的山奈酚, 加甲醇溶解, 完全转移并定容至 100.0 mL 容量瓶中备用。

槲皮素标准贮备液: 准确称取 29.60 mg 的槲皮素, 加甲醇溶解, 完全转移并定容至 100.0 mL 容量瓶中备用。

芦丁标准贮备液: 准确称取 10.00 mg 的芦丁, 加甲醇溶解, 完全转移并定容至 100.0 mL 容量瓶中备用。

标准对照液: 分别移取一定量的上述标准贮备液, 加甲醇定容至 50.0 mL 容量瓶中, 使其中山奈酚、槲皮素、芦丁的量分别为 19.00、17.28 和 32.10 $\mu\text{g/mL}$ 。

1.2.2 各提取物中黄酮的测定 色谱条件: 色谱柱 VP-ODS(150 L \times 4.6 mm); 流动相为 V(甲醇): V(0.1% 乙酸的水溶液) = 1:1, 梯度程序: 0~30 min 甲醇体积分数 50%~100%; 检测波长: 360 nm; 柱温: 室温。

各提取液移取一定体积, 挥干溶剂后, 用一定体积的甲醇溶解后, 分别进样进行测定。

2 结果与讨论

2.1 各提取物中黄酮的测定

测定结果见表 1、图 1 和图 2。

表 1 各提取物的黄酮测定结果

Tab.1 Determination results of flavone content of different extracts

样品	芦丁 $w/(\text{mg/g})$	槲皮素 $w/(\text{mg/g})$	山奈酚 $w/(\text{mg/g})$
H_0	1.096	0.9772	6.346
$H_1/10^3$	4.396	1.079	2.441
$H_2/10^3$	1.304	0.4341	0.7628
H_3	0.6326	0.4084	8.104
H_4	0.2621	0.08349	1.424
H_5	0.7567	0.09501	0.7797
$H_6/10^3$	2.336	0.2616	4.680
H_7	2.744	0.4893	5.353
H_8	1.400	0.2552	2.786

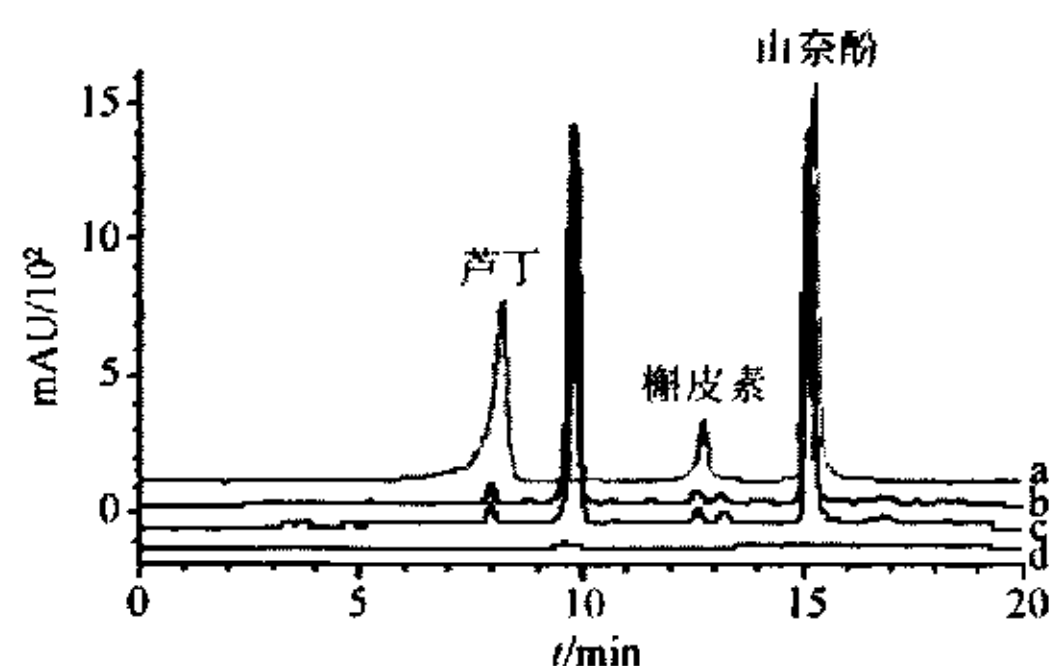


图 1 样品色谱图

Fig.1 Chromatograms of the samples

a - 标准对照液; b - H_0 ; c - H_3 ; d - H_8

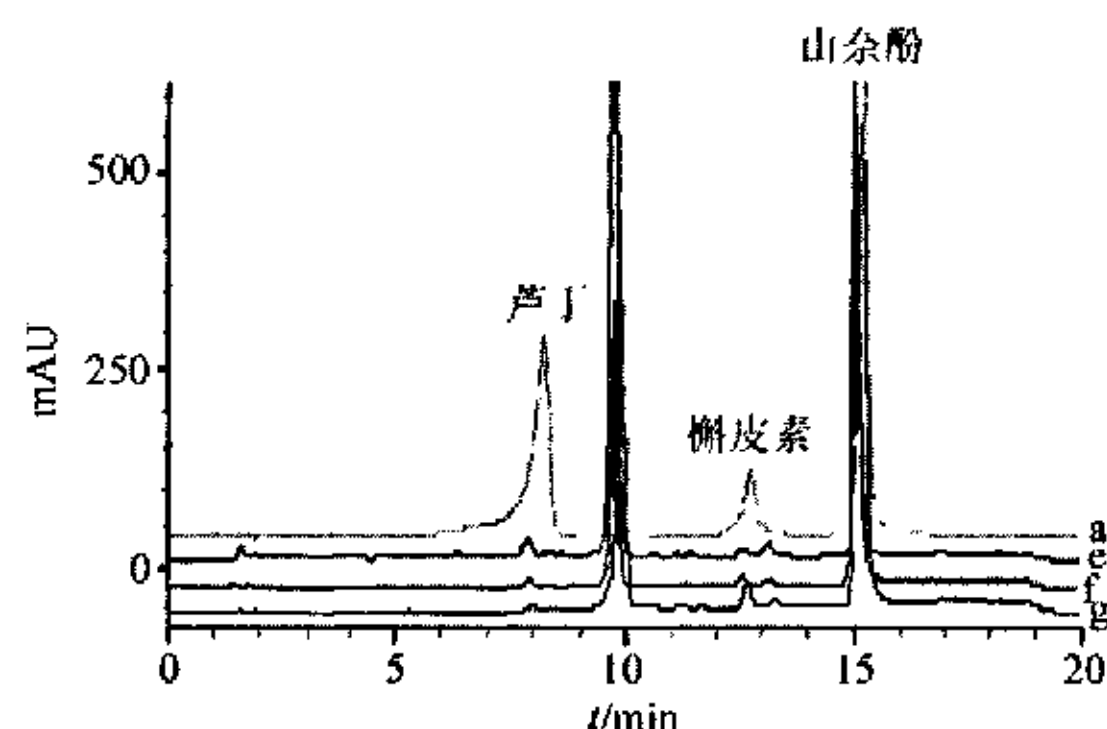


图 2 样品色谱图

Fig.1 Chromatograms of the samples

a - 标准对照液; e - H_6 ; f - H_7 ; g - H_8

由表 1、图 1 及图 2 可知, 各提取物中, 均含有芦丁、槲皮素和山奈酚, 且山奈酚是主要成分, 在乙酸乙酯提取物中山奈酚的含量最高, 1 g 凤仙花用乙酸乙酯提取可得到 8.1 mg 的山奈酚。另外从图 1 和图 2 还可以看出, 在各提取物中除含有芦丁、槲皮素和山奈酚外, 还存在一种成分, 且在乙酸乙酯和醇提取物中含量还相当高, 根据前期的工作和有关文献^[3,4]判断可能是山奈酚的糖苷。

本次实验初步分析对比了凤仙花各提取物中各黄酮的含量, 可以看出凤仙花中的山奈酚是能用乙酸乙酯提取的, 对于含量较高的山奈酚的糖苷可用酸分解后再用乙酸乙酯萃取, 进一步的分离、纯化工作还在进行。

参考文献

- [1] 江苏新医学院编. 中药大辞典, 上海: 上海人民出版社, 1983, 486
- [2] 危建安, 谢 琪. 时珍国医国药, 2001, 12(2): 164

- [3] 胡喜兰, 朱 慧, 屠鹏飞. 中成药, 2003, 25(10): 833
[4] Lin Hua, Zhao Feng Peng, Lian Sai Chia *et al.* J Chromatogr A, 2001, (909): 297
[5] 刘成梅, 游海主编. 天然产物有效成分的分离与应用, 北京: 化学工业出版社, 2003: 173

Determination of kaempferol in different extracts from the flowers of *Impatiens balsamina* L.

HU Xi-lan*, HAN Zhao-xiang, LIU Yu-fen, GU Hai-xing, SUN Yin-he and WANG Ge (Department of Chemical Engineering, Huai-hai Institute of Technology, Lianyungang 222005), Fenxi Shiyanshi, 2007, 26(5): 33 ~ 35

Abstract: Try to explore the conditions of isolation and purification of kaempferol, and lay foundation for further research on how to extract the kaempferol from the flowers of *Impatiens balsamina* L., different solvents and different methods were used separately to the red flower petals for the extraction, and its main ingredients were determined by high-performance liquid chromatography (HPLC). The results show that all of the 9 extracts contain kaempferol, and the content of kaempferol is the highest in the etoAc extracts (8.1 mg/g).

Keywords: *Impatiens balsamina* L.; Extracts; Kaempferol; Determination

第三届全国实验室管理科学研讨会会议通知

(第二轮)

由中国分析测试协会主办、《分析试验室》编辑部承办的“第三届全国实验室管理科学研讨会”定于 2007 年 7 月 10 ~ 14 日在青海省西宁市召开。

会议内容包括实验室管理科学、实验室认证认可、实验室比对、实验室信息管理系统(LIMS)、实验室仪器设备运行及考核、实验技术人员培训等有关方面的学术研讨。会议将邀请国内有关专家做大会报告。欢迎全国各行业的实验室管理人员及实验室科研工作人员参加会议。

现将已落实的大会邀请报告预告如下, 其他大会报告尚在邀请确认中:

1. 中国分析测试协会 汪正范教授 题目: 实验室能力验证与比对
2. 北京钢铁研究总院 佟艳春教授 题目: 实验室认证与认可
3. 广州分析测试中心 陈江韩 题目: 分析检测实验室的市场化
4. 北京有色金属研究总院 臧慕文教授 题目: 常规分析测试中的质量管理控制
5. 岛津国际贸易(上海)有限公司 李大为先生 题目: 建立全面符合 FDA Part 11 的实验室
6. 安捷伦公司 周珊女士 题目: 安捷伦最新产品介绍及其应用

欲参加会议的各界人士, 请填写下列回执, 于 2007 年 6 月 15 日前寄回筹备组, 以便会议筹备组安排。

筹备组地址: 北京新外大街 2 号 603 室实验室管理会议筹备组 邮政编码: 100088

电话/传真: 010 - 82013328 E-mail: ana-info@263.net

联系人: 孙臣良

中国分析测试协会
2007 年 4 月 18 日