

2701-4723

# DISSERTATIONES BOTANICÆ

BAND 167

---

## Methodenentwicklungen zur Identitätsprüfung pflanzlicher Drogen

mit weiterführenden Untersuchungen an den  
Infloreszenzen von *Calendula officinalis* L.

von

WOLFGANG HEISIG

Mit zahlreichen Abbildungen



J. CRAMER

in der Gebrüder Borntraeger Verlagsbuchhandlung

BERLIN · STUTTGART 1991

**I Einleitung**

1.1. Themenentwicklung der Arbeit . . . . .	1
1.2. Dünnschichtchromatographie – eine Methode mit experimentellen Möglichkeiten . . . . .	3

**II Methodenentwicklungen  
in der Dünnschichtchromatographie**

2.1. Derivatisierung von Substanzzonen: „Das DC-Reaktionskammer-Verfahren“ . . . . .	5
2.1.1. Die DC-Reaktionskammer . . . . .	5
2.1.2. Durchführung des DC-Reaktionskammer- Verfahrens . . . . .	7
2.1.3. Diskussion . . . . .	10
2.2. Detektion von Dünnschichtchromatogrammen: „Die Mikrowellen-Bedampfungstechnik“ . . . . .	11
2.2.1. Methodendurchführung . . . . .	11
2.2.2. Ergebnisse und Diskussion . . . . .	13

**III Allgemeiner Teil****Prüfungen auf Identität und Reinheit**

Qualitative Untersuchungen mit Hilfe des DC-Reaktionskammer-Verfahrens . . . . .	14
3.1. Anthracen-Drogen . . . . .	17

Aloe	<i>Aloe barbadensis</i> MILLER (Curaçao-Aloe) . . . . .	18
	<i>Aloe ferox</i> MILLER (Kap-Aloe)	19
Rhamni cathartici fructus	<i>Rhamnus catharticus</i> L. . . . .	20
Rhamni frangulae cortex	<i>Rhamnus frangula</i> L. . . . .	21
Rhamni purshiani cortex	<i>Rhamnus purshiana</i> DC. . . . .	22
Rhei radix	<i>Rheum palmatum</i> L. . . . .	24

		Seite
Sennae folium	<i>Cassia senna</i> L. . . . .	25
Sennae fructus	<i>Cassia angustifolia</i> VAHL. . . . .	26
3.2. Flavonoid-Drogen . . . . .		27
Arnicae flos	<i>Arnica chamissonis</i> ssp. <i>foliosa</i> (NUTT.) MAGUIRE . . . . .	28
	<i>Arnica montana</i> L. . . . .	29
Betulae folium	<i>Betula pendula</i> ROTH . . . . .	30
	<i>Betula pubescens</i> EHRH. . . . .	31
Calendulae flos	<i>Calendula officinalis</i> L. . . . .	32
Equiseti Herba	<i>Equisetum arvense</i> L. . . . .	33
Salviae Folium	<i>Salvia officinalis</i> L. . . . .	34
	<i>Salvia triloba</i> L. fil. . . . .	35
Tiliae Flos	<i>Tilia americana</i> L. . . . .	36
	<i>Tilia cordata</i> MILL. . . . .	37
	<i>Tilia tomentosa</i> (≙ <i>argentea</i> ) MOENCH . . . . .	38
3.3. Zusammenfassung der Versuchsergebnisse . . . . .		39

IV Spezieller Teil	Seite
<b>Untersuchungen an den Infloreszenzen von <i>Calendula officinalis</i> L.</b>	
4.1. <i>Calendula officinalis</i> L.	
4.1.1. Botanische Beschreibung der Gattung <i>Calendula</i> L. unter besonderer Berücksichtigung von <i>Calendula officinalis</i> L. . . . .	41
4.1.2. Bedeutung der Arzneipflanze <i>Calendula officinalis</i> L. . . . .	43
4.1.3. Inhaltsstoffe von <i>Calendula officinalis</i> L. . . . .	45
4.1.3.1. Flavonoide . . . . .	45
4.1.3.2. Saponine . . . . .	47
4.1.3.3. Triterpenalkohole . . . . .	49
4.1.3.4. Sterole . . . . .	50
4.1.3.5. Carotinoide . . . . .	50
4.1.3.6. Vitamine . . . . .	51
4.1.3.7. Organische Säuren . . . . .	51
4.1.3.8. Bitterstoffe . . . . .	51
4.1.4. Problemstellung . . . . .	52
4.2. Gewinnung des Pflanzenmaterials	
4.2.1. Anbau . . . . .	53
4.2.2. Ernte	
4.2.2.1. Bestimmung und Durchführung der Erntekonzepte . . . . .	54
4.2.2.2. Ernteauswertung . . . . .	56
4.3. Qualitative Untersuchungen der Drogeninhaltsstoffe von <i>Calendula officinalis</i> L.	
4.3.1. Drogenaufbereitung . . . . .	63
4.3.2. Bestimmung der Flavonoide . . . . .	64
4.3.2.1. Dünnschichtchromatographische Identifizierung . . . . .	65
4.3.2.2. Säulenchromatographische Identifizierung . . . . .	66

	Seite
4.3.2.3. UV-Spektroskopische Charakterisierung .	69
4.3.2.4. Nachweis unbekannter Flavonoide in <i>Calendula officinalis</i> L. . . . .	71
4.3.3. Bestimmung der Saponine . . . . .	75
4.3.3.1. Dünnschichtchromatographische Identifizierung . . . . .	76
4.3.3.2. Säulenchromatographische Identifizierung . . . . .	81
4.4. Quantitative Untersuchungen . . . . .	83
4.4.1. Entwicklung von Bestimmungsmethoden . . . . .	83
4.4.1.1. Photometrische Gehaltsbestimmung . . . . .	86
4.4.1.2. Gehaltsbestimmung durch HPLC . . . . .	98
4.4.2. Methodenvergleich . . . . .	104
4.4.3. Untersuchung der Ernte von 1987 . . . . .	107
4.4.4. Untersuchung der Ernte von 1988 . . . . .	109
4.4.4.1. Flavonoide der Zungenblüten . . . . .	110
4.4.4.2. Flavonoide der Röhrenblüten . . . . .	111
4.4.4.3. Entwicklung des Flavonoid-Gesamtgehalts. . . . .	114
4.5. Zusammenfassung der Untersuchungsergebnisse . . . . .	115

V Experimenteller Teil	Seite
5.1. Chemikalien, Lösungsmittel und Vergleichssubstanzen . . . . .	118
5.2. Allgemeine Methoden und Geräte	
5.2.1. Dünnschichtchromatographie . . . . .	118
5.2.2. Säulenchromatographie . . . . .	119
5.2.3. Photometrische Bestimmungen	
5.2.3.1. Aufnahme von UV-Spektren . . . . .	120
5.2.3.2. UV-Absorptionsmessungen für die quantitative Analyse . . . . .	120
5.2.4. Dokumentation . . . . .	120
 Teil A	
5a. Drogenuntersuchungen mit Hilfe des DC-Reaktionskammer-Verfahrens . . . . .	121
5a.1. Anthracen-Drogen	
Analysenparameter der dünn-schichtchromato- graphischen Untersuchungen von:	
5a.1.1. Curaçao-Aloe und Kap-Aloe . . . . .	122
5a.1.2. Frangulae cortex , Rhamni cathartici fructus , und Rhamni purshiani cortex <sup>(1)</sup> . . . . .	123
5a.1.3. Rhamni purshiani cortex <sup>(2)</sup> . . . . .	124
5a.1.4. Rhei radix . . . . .	125
5a.1.5. Sennae folium und Sennae fructus . . . . .	126
5a.2. Flavonoid-Drogen . . . . .	127
Analysenparameter der dünn-schichtchromato- graphischen Untersuchungen von:	
5a.2.1. Arnicae chamissonis flos und Arnicae montanae flos . . . . .	128
5a.2.2. Betulae pendulae folium und Betulae pubescentis folium . . . . .	129
5a.2.3. Calendulae flos . . . . .	130
5a.2.4. Equiseti herba . . . . .	131
5a.2.5. Salviae folium und Salviae trilobae folium . . .	132
5a.2.6. Tiliae americanae flos, Tiliae cordatae flos und Tiliae tomentosae flos . . . . .	133

Teil B	Seite
5b. Untersuchungen an den Infloreszenzen von <i>Calendula officinalis</i> L.	
5b.1. Qualitative Untersuchungen	
5b.1.1. Dünnschichtchromatographie . . . . .	134
5b.1.1.1. Probelösungen . . . . .	134
5b.1.1.2. Referenzlösungen . . . . .	134
5b.1.1.3. Fließmittelsysteme . . . . .	135
5b.1.1.4. Detektion . . . . .	136
5b.1.2. Säulenchromatographie . . . . .	138
5b.1.2.1. Probelösungen . . . . .	138
5b.1.2.2. Referenzlösungen . . . . .	138
5b.1.2.3. Fließmittelsysteme . . . . .	139
5b.1.3. UV-Spektren der Flavonoidglykoside . . . . .	139
5b.2. Quantitative Untersuchungen	
5b.2.1. Photometrische Gehaltsbestimmung . . . . .	141
5b.2.2. Gehaltsbestimmung durch HPLC . . . . .	143
5b.2.3. Methodenvergleich . . . . .	144
5b.2.4. Auswertung der 1987 geernteten Droge . . . . .	145
5b.2.5. Auswertung der 1988 geernteten Droge . . . . .	146
5b.3. Präparative HPLC . . . . .	152
VI Literaturverzeichnis . . . . .	154