

小过路黄和苦荞粉中化学成分的初步分析*

陶 明¹, 罗 茜¹, 阿子阿越²

(1.西昌学院 轻化工程学院, 四川 西昌 615013; 2.西昌彝医药研究所, 四川 西昌 615000)

【摘 要】通过系统化学预试验法, 采用3种不同极性的常用溶剂对小过路黄和苦荞粉进行了萃取, 并分别对萃取物进行有机成分的定性检测, 初步分析了小过路黄和苦荞粉中的化学成分。结果表明小过路黄和苦荞粉中含有酚类、生物碱、还原糖、黄酮等成分。通过分析小过路黄和苦荞粉中的化学成分, 为今后进一步开发利用提供可靠依据。

【关键词】小过路黄; 苦荞粉; 化学成分; 初步分析

【中图分类号】R284.2 **【文献标识码】**A **【文章编号】**1673-1891(2010)03-0031-03

小过路黄为报春花科排草属植物, 具有祛风散寒, 止咳化痰, 消积解毒的功效^[1]。凉山彝族将其作为消肿、利尿的药物来使用。苦荞麦为蓼科植物种子, 为食药两用植物, 有降脂和降糖作用^[2]。对于苦荞粉、小过路黄的化学成分虽然已有一些报道^[3,4], 但对二者所含有的活性成分则未作过系统的研究。本文利用多种化学试验方法对苦荞粉、小过路黄中的有机活性成分进行了鉴定, 确定了所含有的有机活性成分。

1 仪器和试剂

1.1 仪器

恒温干燥箱 HX·GZ-450B(中国江苏, 连云港医疗器械设备厂); 旋转蒸发仪 RE-52AA(上海亚荣生化仪器厂); 集热式磁力搅拌器 DF-101S(江苏省金坛市正基仪器有限公司)。

1.2 试剂

本文所使用试剂均为分析纯试剂, 使用时按文献[5,6]配制。

1.3 小过路黄、苦荞粉样品

小过路黄由西昌彝医药研究所提供, 苦荞粉购自超市。

2 实验方法

2.1 样品的处理

取一定量的样品, 于80~90℃干燥2h, 粉碎后备用。

2.2 活性成分的提取

2.2.1 水溶性成分提取

称取中药粗粉15g, 加60mL水, 在50~60℃的水浴上加热1h, 过滤, 滤液分别作糖、有机酸、酚类、鞣质、氨基酸、蛋白质、皂苷、生物碱试验。

2.2.2 醇溶性成分提取

称取中药粗粉10g, 加5~12倍的95%乙醇, 水

浴加热回流1h, 过滤, 滤液留2mL作酚类、鞣质、有机酸试验, 其余浓缩成浸膏。浸膏分为两部分, 一部分加少量2% HCl, 过滤, 分出酸液, 作生物碱试验, 附在滤纸上的残渣再加少量乙醇溶解, 作黄酮、蒽醌试验; 另一部分浸膏以少量的乙酸乙酯溶解, 溶液置分液漏斗中加适量5% NaOH 振摇, 使酚性物及有机酸等转入下层氢氧化钠水溶液中, 剩下的乙酸乙酯为中性部分, 用蒸馏水洗至中性即可备用, 取乙酸乙酯液2~3mL, 在水浴上蒸干, 以1~2 mL 乙醇溶解作香豆素与萜类内酯、强心苷试验。

2.2.3 酯溶性成分提取

取中药粗粉1g, 加10mL石油醚(沸程60~90℃), 放置2~3h, 过滤, 滤液置表面皿上挥发, 残留物进行甾体、三萜类、挥发油和油脂试验。

2.3 活性成分的鉴别

2.3.1 挥发油

油斑实验: 将试液滴于滤纸上, 能自然挥发或加热后挥发者为挥发油。

2.3.2 蒽醌类

(1) 碱液试验: 取试液1mL加10% KOH 溶液1mL, 溶液呈红色, 加H₂O₂, 红色不褪色, 加酸, 红色褪去。

(2) 氨熏试验: 将醇浸液氨熏, 观察是否出现红色环, 再置紫外灯下观察荧光环。

2.3.3 香豆素

(1) 开环与闭环反应: 取试品的乙醇液2mL, 加1% NaOH 氢氧化钠1mL, 于沸水浴上加热10min(若有沉淀过滤除去), 于澄清液中加2% HCl 溶液酸化后, 溶液变混浊。

(2) 脲基羟酯酸铁试验: 取乙醇液1mL, 加6滴盐酸羟胺的饱和乙醇溶液混匀后加入6滴 KOH 的饱和乙醇液, 使其显强碱性再转入试管中加热

收稿日期: 2010-05-23

*基金项目: 四川省教育厅重点项目资助(项目编号: 07ZA099)。

作者简介: 陶 明(1961-), 男, 四川冕宁人, 教授, 主要从事分析化学和有机化学的教学和研究工作。

10min左右(有气泡产生),冷却加5% HCl 使其呈弱酸性($pH=6$ 左右),倾入比色盘或蒸发皿中,沿器壁滴10% $FeCl_3$ 溶液,约半分钟后紫色出现或加深(后消失)。

2.3.4 黄酮类

(1)盐酸镁粉反应:试品的乙醇溶液5滴,加入浓盐酸5滴及少量镁粉,在沸水浴上加热1~2min,如呈现红色,表明含有游离黄酮类化合物。

(2)氨熏试验:将滴有试液的滤纸,加上一滴氨水,立即置紫外灯下观察,有极明显的黄色荧光斑点。

2.3.5 糖、低聚糖和甙类

(1)Molish反应:取供试液1mL加10% α -萘酚1~2滴,振摇,倾斜试管,沿管壁加入浓硫酸1mL,界面出现紫红色环,表示含糖甙类。

(2)斐林反应:取试品水溶液1~2mL,加入碱性酒石酸铜试剂1mL,沸水浴上加热2~3min,产生棕红或砖红色沉淀(氧化亚铜),表示含多糖和甙。

2.3.6 甙体、三萜皂甙

(1)皂甙泡沫试验:取试品的中性或弱碱性热水溶液2mL,用力振摇1min,如产生多量泡沫,放置10min后泡沫没有显著消失即表明含有皂甙成分。

(2)浓硫酸醋酐反应:取试品少许置白瓷板上,加入醋酐2~3滴,沿白瓷板加入一微滴(用毛细管加入)浓 H_2SO_4 ,交置面出现红色,渐变为紫-兰-绿色等,最后褪色。

2.3.7 有机酸

(1) pH 试纸反应: pH 试纸检查(pH 在3以下可能含有有机酸)。

(2)溴甲酚兰试验:将试液滴于滤纸上,喷洒0.1%溴酚兰的乙醇液,立即在兰色背景上显黄色斑点。

2.3.8 酚类与鞣质

(1)三氯化铁试验:取中性或酸性液3滴,置试

管中,加1% $FeCl_3$ 溶液1滴,出现兰、绿、紫色,表明可能含有酚类或鞣质(必要时可加热)。

(2)明胶沉淀试验:取供试品水溶液,过滤,加入明胶试液1~2滴,出现混浊或白色沉淀可能有鞣质。

2.3.9 生物碱

(1)试品酸性水溶液加碘化铋钾试剂产生棕色沉淀或混浊为阳性反应。

(2)试品酸性水溶液,加碘-碘化钾试剂产生橙红色沉淀或混浊为阳性反应。

(3)试品中性水溶液与苦味酸试剂作用产生黄色沉淀或混浊为阳性反应。

(4)试品酸性水溶液与碘化汞钾试剂作用产生白色或浅黄色沉淀为阳性反应。

2.3.10 强心苷

(1)三氯化铁-冰醋酸反应:取醇提液或经处理后的 $CHCl_3$ 或醇液1mL,水浴上蒸干,残渣溶于2mL冰醋酸中,加入1% $FeCl_3$ 乙醇液1滴,混合均匀,倾入干燥小试管中,再沿管壁缓慢加入等体积浓硫酸,静置,二液交界处显棕色(苷元),渐变为浅绿,兰色,最后上面醋酸层全呈兰色或兰绿色。

(2)碱性苦味酸:取样品醇液1mL,加入碱性苦味酸试剂数滴,呈现橙或橙红色。

2.3.11 蛋白质、多肽及氨基酸

(1)双缩脲试验:取试样0.5mL,加入1% $NaOH$ 溶液1~2滴,滴加0.5% $CuSO_4$ 试液2滴,摇匀,出现紫色,红紫色表明含多肽或蛋白质。

(2)茚三酮试验:取试样0.5mL,加入试剂1~2滴摇匀,在沸水浴上加热数十分钟,应出现兰色,紫色或红紫色。

3 结论

经以上试验,鉴定出苦荞粉和小过路黄中所含有的活性成分见表1:

表1 苦荞粉和小过路黄活性成分表

活性成分	小过路黄	苦荞粉	活性成分	小过路黄	苦荞粉
糖	有	有	生物碱	无	有
有机酸	有	无	黄酮	有	有
酚类	有	有	蒽醌	有	无
鞣质	有	无	香豆素与萜类内酯	有	有
氨基酸	有	有	强心苷	有	有
蛋白质	无	有	甙体及三萜类	无	无
皂苷	无	无	挥发油和油脂	有	有

注释及参考文献:

- [1]全国中草药汇编编辑室.全国中草药汇编[M].北京:人民卫生出版社,1996:4.
- [2]崇厚.中药化学[M].上海:上海科技出版社,1997.
- [4]赵钢,唐宇,王安虎.苦荞的成分功能研究与开发应用[J].四川农业大学学报,2001,19(4):355-358.
- [5]彭炳先,黄振中,陈受惠.色谱峰面积归一化法测定中药小过路黄挥发油化学成分[J].时珍国医国药,2007,18(10):2465-2466.
- [6]王军.天然药物化学实验教程[M].南京:中山大学出版社,2007.
- [7]李嘉蓉.天然药物化学实验(供药学专业用)[M].北京:中国医药科技出版社,1998.

Preliminary Analysis on Chemical Constituents of *Lysimachia Congestiflora* Hemsl and Buckwheat Flour

TAO Ming¹, LUO Qian¹, A ZI A-yue²

(1.School of Applied and Chemical Engineering, Xichang College, Xichang, Sichuan 615013;
2.Xichang Institute of Yi Nationality Medicine, Xichang, Sichuan 615000)

Abstract: The mixture from *Lysimachia congestiflora* Hemsl and Buckwheat flour dry powder was extracted in three different solutions. The chemical constituents of *Lysimachia congestiflora* Hemsl and Buckwheat flour were then preliminarily studied with systematical chemical pre-trial method. The results indicated that *Lysimachia congestiflora* Hemsl and Buckwheat flour contained phenols, alkaloid, reducing sugar, flavone, etc. To analyze the chemical constituents of the *Lysimachia congestiflora* Hemsl and Buckwheat flour is to provide evidence for the further development of it.

Key words: *Lysimachia congestiflora* Hemsl; Buckwheat flour; Chemical constituents; Preliminary analysis