

## 不同月份黔产辣蓼水提物的成分分析\*

于晓亮<sup>1</sup>, 罗俊<sup>1\*</sup>, 杨友辉<sup>1</sup>, 江心菊<sup>1</sup>, 潘年松<sup>2\*</sup>, 卢艳<sup>2</sup>

(1. 贵州医科大学基础医学院, 贵州 贵阳 550004; 2. 遵义医药高等专科学校药理学系, 贵州 遵义 563006)

**[摘要]** 目的: 比较采收于5月、8月及11月贵州产辣蓼水提物的成分差异。方法: 以辣蓼水提物收率为指标, 以料液比(A)、提取时间(B)和提取次数(C)为考察因素进行正交试验, 计算不同考察因素下辣蓼水提物的收率, 并比较K值和极差(R)值, 以确定辣蓼水提物的提取工艺条件; 采用气相色谱质谱联用仪(GC-MS)检测采集于5、8、11月的贵州辣蓼水提物的化学成分的异同。结果: 最佳提取工艺为料液比(1:12)、提取时间100 min、提取次数3次, 采集于3个不同月份的辣蓼中共鉴定出115种化学成分, 主要含有酯类、烷类、酮类、酸类、萜类和醛类等化合物; 采集于5月份的辣蓼中检测出47种化学成分, 其中含量较高的有七氟丁酸二十六烷基酯(27.48%)、三十四烷(16.28%)、二十八烷基戊基醚(11.78%)和棕榈酸(4.74%); 采集于8月份的辣蓼中检测出53种化学成分, 其中含量较高的有3,3',4,4'-四甲氧基二苯乙烯(11.84%)、(S)-2,3-二氢-5-羟基-7-甲氧基-2-苯基-4H-1-苯并吡喃-4-酮(9.55%)、三十四烷(7.70%)和三氟乙酸二十八烷基酯(7.50%); 采集于11月份的辣蓼中检测出56种化学成分, 其中含量较高的有(E)-4-(3-羟基丙-1-烯-1-基)-2-甲氧基苯酚(9.32%)、2,3-二氢-苯并呋喃(7.31%)、反式对香豆酸(7.22%)和3,3',4,4'-四甲氧基二苯乙烯(6.94%); 3个月份采集的辣蓼中共有的化学成分11种。结论: 不同季节采集的辣蓼水提物中的化学成分具有明显的差异, 硬脂酸和棕榈酸可作为辣蓼脂肪酸类的指纹图谱成分。

**[关键词]** 辣蓼; 水提物; 时间; 不同季节; 气相; 色谱法

**[中图分类号]** R284.2; RZ273 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1000-2707(2018)02-0135-09

**DOI:** 10.19367/j.cnki.1000-2707.2018.02.003

## The Analysis of Water Extracts from *Polygonum hydropiper* Collected in Different Seasons in Guizhou China

YU Xiaoliang<sup>1</sup>, LUO Jun<sup>1</sup>, YANG Youhui<sup>1</sup>, JIANG Xinju<sup>1</sup>, PAN Niansong<sup>2</sup>, LU Yan<sup>2</sup>

(1. School of Basic Medical Sciences, Guizhou Medical University, Guiyang 550004, Guizhou, China;

2. College of Pharmacy, Zunyi Medical and Pharmaceutical College, Zunyi 563006, Guizhou, China)

**[Abstract]** **Objective:** To compare and analyze the difference and similarity of the water extracts from *Polygonum hydropiper* (PH) collected in different seasons in Guizhou China. **Methods:** With the water extract yield as the index and the solid-liquid ratio, the extract time and the extract frequency as factors, the orthogonal test was conducted to determine the extract processing conditions of the water extracts from PH; GC-MS was adopted to investigate the effects on the change of chemical compositions of the water extracts from PH collected in different seasons. **Results:** The best extract solid-liquid ratio was 1:12, the extract time was 100 min', the extract frequency was three times; 115 chemical compositions of PH collected in 3 months were identified, mainly including esters, alkanes, ketones, acids, terpenoids, aldehydes etc; 47 chemical compositions of PH collected in May were detected, mainly including hexacosyl heptafluorobutyrate (27.48%), tetratriacontane (16.28%), octacosyl pentyl ether (11.78%) and hexadecanoic acid (4.74%); 53 chemical compositions of PH collected in August were detected, mainly including 3,3',4,4'-Tetramethoxystilbene (11.84%), 4H-1-Benzopyran-4-one, 2,3-dihydro-5-hydroxy-7-methoxy-2-phenyl-, (S)-(9.55%), tetratriacontane (7.70%), octa-

\*[基金项目] 贵州省科技厅、遵义市科技局、遵义医药高等专科学校联合项目[黔科合 LH 字(2015)7580 号]; 遵义市汇川区科技计划项目(遵汇科合 201502); 遵义医药高等专科学校博士科研启动经费项目(遵医专科合 BS2016002)

\*\*通信作者 E-mail: 724730885@qq.com; 783044500@qq.com

网络出版时间: 2018-02-14 网络出版地址: <http://kns.cnki.net/kcms/detail/52.1164.R.20180214.1220.025.html>

cosyl trifluoroacetate(7.50%) ; 56 chemical compositions of PH collected in November were detected, mainly including hydroxyprop-1-en-1-yl)-2-methoxyphenol(9.32%), benzofuran, 2,3-dihydro-(7.31%), p-Coumaric acid, trans(7.22%), 3,3',4,4'-Tetramethoxystilbene(6.94%); There are 11 kinds of common compositions were extracted from PH collected in the three months. **Conclusion:** There is remarkable difference in the water extracts of PH collected at different seasons. Octadecanoic acid and n-Hexadecanoic acid are recommended as fingerprints of fatty acids in PH, and the fatty acids in PH may be the main active components to promote the proliferation of *saccharomyces cerevisiae*.

[ **Key words** ] *Polygonum hydropiper*; water extracts; time; different seasons; gas chromatography

辣蓼 *Polygonum Hydropiper*, 又名辣蓼草、蓼子草, 为蓼科蓼属植物水蓼 *Polygonum Hydropiper L* 的全草<sup>[1]</sup>, 具有祛风理湿、散瘀止痛及解毒疗肿等功效<sup>[2]</sup>, 现代药理研究表明其具有抗微生物、杀虫、抗炎及抗氧化等多种生物活性<sup>[3-7]</sup>。辣蓼已被《贵州省中药、民族药材质量标准》收录, 具有巨大的开发应用前景<sup>[8]</sup>。本研究对 5 月、8 月、11 月采收辣蓼地上部分, 通过考察料液比、提取时间、提取次数进行三因素三水平正交提取试验, 确认辣蓼水提物的最佳提取工艺; 并利用 GC-MS 法分析比较不同采集月份的辣蓼水提物在含量和组成上的差异, 为进一步开发利用辣蓼提供科学依据。

## 1 材料和方法

### 1.1 材料、主要仪器和试剂

实验用药材辣蓼采自遵义绿普森农业有限公司的辣蓼种植基地, 经潘年松教授鉴定为蓼科 (*Polygonaceae*)、蓼属 (*Polygonum*)、水蓼 (*Polygonum Hydropiper L*) 种。TRACE\_1300GC 型气相色谱-质谱联用仪(美国 Thermo Fisher Scientific 公司)、色谱柱 TG-5MS (30 m × 0.25 mm × 0.25 μm)、0.45 μm 过滤器(津腾公司)、电子天平(0~500 g, 型号 YP5002, 上海佑科仪器仪表有限公司)、1 mL 无菌注射器(江西洪达医疗器械集团有限公司)和乙醚(AR 分析纯, 重庆川东化工集团有限公司)。

### 1.2 方法

**1.2.1 辣蓼水提物的提取** 称取辣蓼全草干燥地上部分 50 g, 剪成 1~2 cm 碎段, 与蒸馏水一起加入回流提取装置中回流提取, 水煎液以 8 层纱布过滤, 滤液加入蒸发皿中水浴蒸发, 待成膏状时放入 60℃ 烘箱中烘干, 称重并计算收率。

**1.2.2 正交试验** 参照文献[9]对辣蓼有效成分进行正交提取实验, 选取料液比(A)、提取时间(B)以及提取次数(C)进行正交试验, 参照文献[10]与辣蓼同科同属植物头花蓼 (*Polygonum capitatum*) 的正交提取试验, 当料液比为 1:8 时水分即

可充分浸没药材, 料液比为(1:10)~(1:15)时提取物收率不断上升, 故料液比选取 1:8、1:10 和 1:12 进行正交试验; 当提取时间为 1~2 h 时提取物收率升高较为明显, 故提取时间选取 60、80 和 100 min 进行正交试验; 当提取次数超过 3 次后提取物收率不再增加, 故提取次数选取 1、2、3 次进行正交试验。见表 1。计算 K 值和极差(R)值, 采用 K 值考察实验水平对收率的影响, 其为各因素在同一水平下的平均收率, K 值最大的为最优水平; 采用 R 值考察实验因素对收率的影响, 其为各因素下 k 值的最大值减去最小值, R 值越大其对实验结果的影响越大。

表 1 料液比、提取时间和提取次数的正交试验编码

Tab. 1 Lg(3<sup>3</sup>) orthogonal test using three factors and three levels

次数	A	B(min)	C
1	1:8	60	1
2	1:10	80	2
3	1:12	100	3

**1.2.3 辣蓼水提物的 GC/MS 分析** 分别精密称取采集于 5 月、8 月和 11 月的辣蓼, 按照最佳提取工艺提取, 分别合并滤液并浓缩成 1 000 mL(即每 mL 滤液相当于原药材 0.05 g), 滤液用 0.45 μm 滤膜过滤, 取滤液 2 mL 加入等体积乙醚溶液充分萃取, 收集乙醚部分再经过 0.45 μm 过滤器过滤后加入 2 mL 上样瓶中, 做好标记, 备用。气相色谱条件: 色谱柱为 TG-5MS 石英毛细管柱(30 m × 0.25 mm × 0.25 μm), 载气为氦气, 载气流速为 1.5 mL/min, 进样量 1 μL, 进样方式为不分流, 进样口温度为 250℃。程序升温: 起始温度 50℃, 保持 1 min, 以 5℃/min 升至 180℃, 保持 1 min, 以 8℃/min 升至 260℃, 保持 2 min。质谱条件: 离子源为 EI 源, 电子能量 70 eV, 离子源温度 300℃, 质谱接口温度 280℃, 质谱扫描范围为 30~

600 amu;四级杆温度 150 ℃,EM 电压 2 165 V,溶剂延迟 5 min。通过 Nist 标准质谱图库进行检索,并结合相关文献谱图解析,应用 Xcalibur 数据处理系统计算各色谱峰的峰面积,并采用峰面积归一化法计算求得各化学成分的相对质量分数。

2 结果

2.1 正交试验结果

以辣蓼水提物的收率为考察指标,表 2 结果显示,R 值为 RC > RA > RB,K 值显示 A3 > A1 和 A2,B3 > B1 和 B2,C3 > C1 和 C2,提示辣蓼水提物正交试验提取的最佳工艺为料液比 1:12,提取时间 100 min,提取次数 3 次。

表 2 正交试验结果和数据分析

序号	A	B	C	辣蓼水提物 粉末重量(g)	辣蓼水提物 收率(%)
	料:液	提取时间 (min)	提取 次数		
I	1:8	60	1	2.09	4.18
II	1:8	80	2	3.66	7.32
III	1:8	100	3	5.35	10.70
IV	1:10	60	2	3.59	7.18
V	1:10	80	3	4.04	8.08
VI	1:10	100	1	2.59	5.18
VII	1:12	60	3	5.54	11.08
VIII	1:12	80	1	3.17	6.34
IX	1:12	100	2	4.66	9.32
K1	7.40	7.48	5.23		
K2	6.81	7.25	7.94		
K3	8.91	8.40	9.95		
R	2.10	1.15	4.72		

2.2 验证实验

根据上述最佳提取条件取同一批辣蓼样品 5 等份,每份 50 g 进行回流提取,得干膏收率分别为 12.72%、12.45%、11.89%、12.02% 和 12.99%,RSD 为 3.73%,说明此提取条件稳定可靠。

2.3 辣蓼水提物的 GC/MS 分析

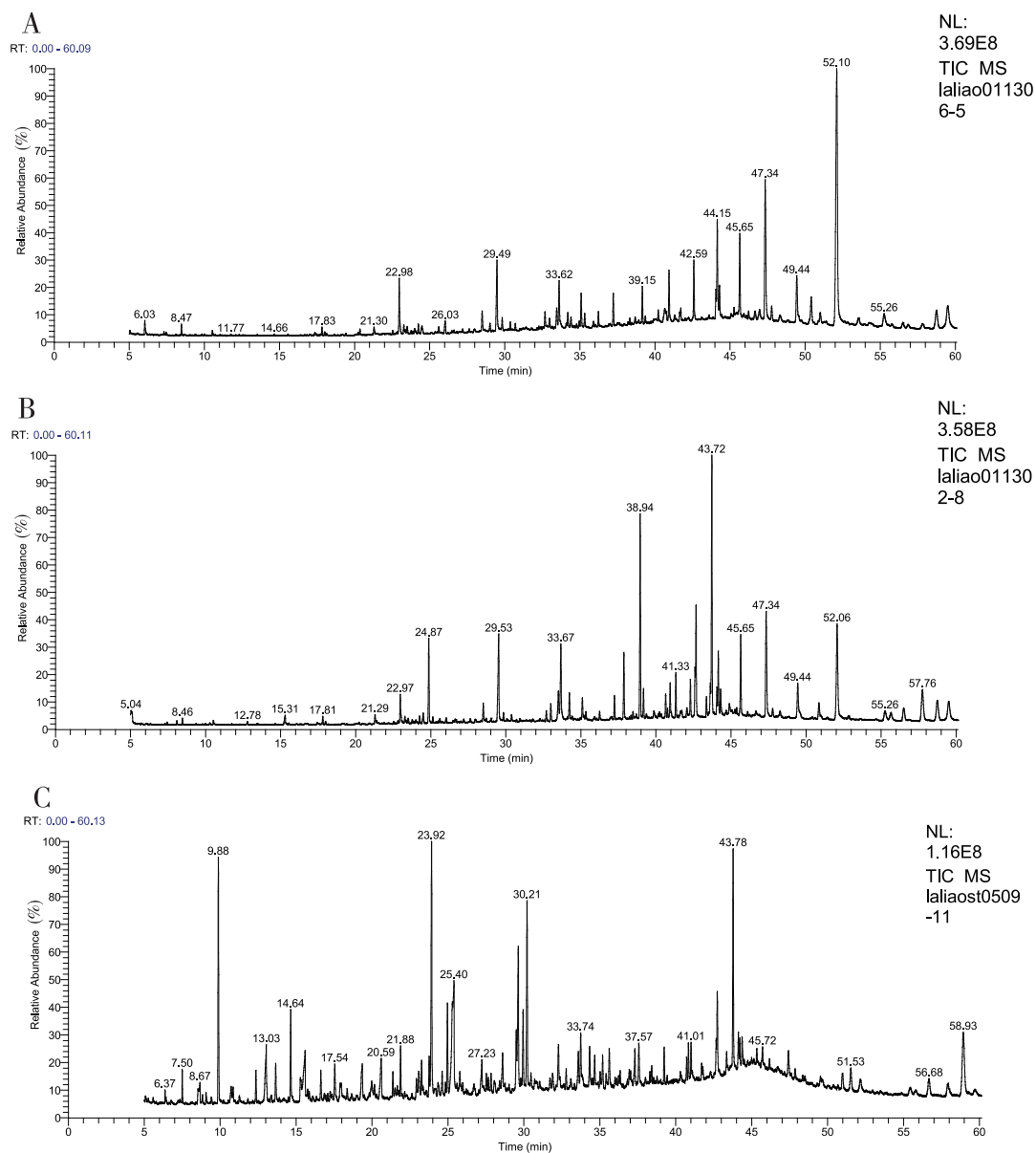
辣蓼水提物 GC/MS 分析结果显示,3 个月份共检测出 115 种化合物;主要含有酯类、烷类、酮类、酸类、萜类和醛类化合物。采集于 5 月份辣蓼水提物中共检测出 47 种化学成分,含量较高的有七氟丁酸二十六烷基酯(27.48%)、三十四烷(16.28%)、二十八烷基戊基醚(11.78%)和棕榈酸(4.74%);采集于 8 月份检测出 53 种化学成分,其中含量较高的有 3,3',4,4' - 四甲氧基二苯

乙烯(11.84%)、(S) - 2,3 - 二氢 - 5 - 羟基 - 7 - 甲氧基 - 2 - 苯基 - 4H - 1 - 苯并吡喃 - 4 - 酮(9.55%)、三十四烷(7.70%)、三氟乙酸二十八烷基酯(7.50%)和七氟丁酸二十四烷基酯(7.01%);采集于 11 月份检测出 56 种化学成分,其中含量较高的有(E) - 4 - (3 - 羟基丙 - 1 - 烯 - 1 - 基) - 2 - 甲氧基苯酚(9.32%)、2,3 - 二氢 - 苯并呋喃(7.31%)、反式对香豆酸(7.22%)和 3,3',4,4' - 四甲氧基二苯乙烯(6.94%)。3 个月份共有的化学成分有 11 种,含量较多的有棕榈酸(5 月 4.74%,8 月 5.16%,11 月 5.57%)、- 谷甾醇(5 月 2.11%,8 月 1.64%,11 月 3.81%)、硬脂酸(5 月 0.63%,8 月 1.19%,11 月 1.10%)和(Z) - 18 - 十八碳 - 9 - 烯醇化物(5 月 1.00%,8 月 1.53%,11 月 0.97%)等。见图 1 和表 3 ~ 表 6。

3 讨论

本实验采用回流提取法提取辣蓼水提液,对料液比、提取时间、提取次数三因素三水平进行正交试验,确定的最佳工艺为料液比 1:12,提取时间 100 min,提取次数 3 次。通过极差 RC > RA > RB 分析可知,提取次数对最终收率的影响大于料液比和提取时间,提取次数越多其水提物收率越高。

刘瑜新等<sup>[11]</sup>采用 GC - MS 法从辣蓼中分离鉴定了 16 个脂肪酸成分,本实验鉴定出 6 个脂肪酸成分,其中的硬脂酸、棕榈酸、花生油酸也在上述 16 个脂肪酸成分之中,同时硬脂酸、棕榈酸在 3 个月份中都有较高的含量,因此推荐硬脂酸和棕榈酸可以作为辣蓼脂肪酸类的指纹图谱成分,用于辣蓼脂肪酸成分的质量控制。在酿酒工业中,辣蓼作为酿制董酒酒曲的重要原料,在一定范围内添加辣蓼草对酵母质量具有良好的促进作用<sup>[12-14]</sup>。脂肪酸类可以促进酿酒酵母的增殖活性,尤其以硬脂酸的作用最为明显<sup>[15-16]</sup>。因此辣蓼中脂肪酸类成分可能是辣蓼促进酿酒酵母增殖活性的主要成分<sup>[17-21]</sup>。而这些脂肪酸类在各个月份含量是有差异的,硬脂酸(5 月 0.63%,8 月 1.19%,11 月 1.10%),棕榈酸(5 月 4.74%,8 月 5.16%,11 月 5.57%),顺式十八碳烯酸(5 月 0%,8 月 0%,11 月 1.41%),亚麻酸(5 月 2.79%,8 月 4.01%,11 月 0%)。因此,各个月份辣蓼中脂肪酸含量的差异对于确定辣蓼的最佳采收期,从而获得最佳的酿酒活性具有重大的应用价值。



注:A、B、C 分别为 5、8 和 11 月

图 1 采集于 5、8、11 月产辣蓼水提物总离子流(GC-MS)

Fig. 1 The total Ion chromatograms of the water extracts of *Polygomon hydriper* collected in different months in Guizhou province

表 3 5 月辣蓼水提物成分及其相对百分含量

Tab. 3 The water extracts of *Polygomon hydriper* collected in May

序号	保留时间 (min)	化合物名称(中文名/英文名)	分子式	相对百分 含量(%)
1	6.03	D - 柠檬烯/D-Limonene	C10H16	0.56
2	10.53	己内酰胺/Caprolactam	C6H11NO	0.08
3	17.83	丁基化羟基甲苯/Butylated Hydroxytoluene	C15H24O	0.28
4	20.36	表莪术呋喃酮/Epicurzerenone	C15H18O2	0.12
5	23.28	4 - (1,1 - 二甲基丙基) - 苯酚/Phenol,4 - (1,1 - dimethylpropyl) -	C11H16O	0.46
6	24.00	(E,E) - 8 - 甲基 - 7 - (1 - 甲基乙基) - 3,5,7 - 壬三烯 - 2 - 酮/3,5,7 - Nonatrien - 2 - one, 8 - methyl - 7 - (1 - methylethyl) - , (E,E) -	C13H20O	0.05

续表

序号	保留时间 (min)	化合物名称(中文名/英文名)	分子式	相对百分 含量(%)
7	24.25	2-(1,1,3,3-四甲基丁基)-苯酚/phenol,2-(1,1,3,3-tetramethylbutyl)-	C14H22O	0.32
8	24.49	地芩普内酯/6-Hydroxy-4,4,7a-trimethyl-5,6,7,7a-tetrahydrobenzofuran-2(4H)-one	C11H16O3	0.28
9	25.60	异戊二烯环氧化物/Isoaromadendrene epoxide	C15H24O	0.14
10	26.03	3-甲基-4-(1,3,3-三甲基-7-氧杂双环[4.1.0]庚-1-基)-3-丁烯-2-酮/3-Buten-2-one,3-methyl-4-(1,3,3-trimethyl-7-oxabicyclo[4.1.0]heptan-1-yl)	C14H22O2	0.66
11	28.50	2-(2-羟乙硫基)-苯并噻唑/Benzothiazole,2-(2-hydroxyethylthio)-	C9H9NOS2	1.08
12	29.02	十氢-6,6,9a-三甲基-苯并[e]异苯并呋喃-1,4-二酮/Decahydro-6,6,9a-trimethyl-Benzo[e]isobenzofuran-1,4-dione	C15H20O3	0.41
13	29.48	棕榈酸/n-Hexadecanoic acid	C16H32O2	4.74
14	30.36	二十烷/Eicosane	C20H42	0.99
15	32.98	植醇/Phytol	C20H40O	0.33
16	33.46	(Z)-18-十八碳-9-烯醇化物/(Z)-18-Octadec-9-enolide	C18H32O2	1.00
17	33.62	亚麻酸/9,12,15-Octadecatrienoic acid,(Z,Z,Z)-	C18H30O2	2.79
18	34.20	硬脂酸/Octadecanoic acid	C18H36O2	0.63
19	35.08	1-氯二十烷/1-Chloroeicosane	C20H41Cl	1.90
20	35.10	1-氯二十七烷/Heptacosane,1-chloro-	C27H55Cl	-
21	35.32	乙酸正十八烷基酯/Acetic acid n-octadecyl ester	C20H40O2	0.72
22	35.90	十六烷酸-2-羟乙基酯/Hexadecanoic acid,2-hydroxyethyl ester	C18H36O3	0.13
23	36.23	N,N-二甲基十二酰胺/N,N-Dimethyldodecanamide	C14H29NO	0.63
24	37.23	二十四烷/Tetracosane	C24H50	3.52
25	38.33	(Z)-9-十八碳烯酰胺/9-Octadecenamide,(Z)-	C18H35NO	0.16
26	38.68	氨基二硫代羧酸-N,N-二甲基-亚甲基酯/carbamodithioic acidN,N-dimethyl-,methylene ester	C7H14N2S4	0.16
27	40.22	肉豆蔻酰胺/Myristamide,N-ethyl-	C16H33NO	0.36
28	40.65	三十四烷/Tetatriacontane	C34H70	16.28
29	40.75	三十五碳-17-烯/17-Pentatriacontene	C35H70	2.08
30	41.31	异硬脂酸/Allogibberic acid	C18H20O3	0.15
31	41.65	顺-2,4,5,6,7,7a-六氢-4,4,7a-三甲基-2-苯并呋喃甲醇/2-Benzofuranmethanol,2,4,5,6,7,7a-hexahydro-4,4,7a-trimethyl-,cis-	C12H20O2	0.31
32	41.72	邻苯二甲酸-二(2-丙基戊基)酯/Phthalic acid,di(2-propylpentyl) ester	C24H38O4	0.54
33	44.06	正二十四醇/n-Tetracosanol-1	C24H50O	1.25
34	44.30	1-萘乙酸戊酯/1-Naphthaleneacetic acid,pentyl ester	C17H20O2	1.29
35	45.27	(Z)-13-二十二碳烯酰胺/13-Docosenamide,(Z)-	C22H43NO	0.28
36	46.24	正二十六醛/Hexacosanal	C26H52O	0.26
37	46.67	3-乙基-5-(2-乙基丁基)-十八烷/Octadecane,3-ethyl-5-(2-ethylbutyl)-	C26H54	0.41
38	46.97	11-癸基-二十四烷/Tetracosane,11-decyl-	C34H70	0.47
39	47.34	二十八烷基戊基醚/Octacosyl pentyl ether	C33H68O	11.78
40	47.78	1-萘乙酸庚酯/1-Naphthaleneacetic acid,heptyl ester	C19H24O2	0.71
41	48.33	Ç-谷甾醇/Ç-Sitosterol	C29H50O	2.11
42	49.44	四十四烷/Tetratetracontane	C44H90	4.05
43	50.40	八聚山梨醇/Octacosanal	C28H56O	2.00
44	51.01	庚基二十八烷基/Heptyl octacosyl ether	C35H72O	0.56
45	52.10	七氟丁酸二十六烷基酯/Hexacosyl heptafluorobutyrate	C30H53F7O2	27.48
46	56.51	豆甾醇/Stigmasterol	C29H48O	0.08
47	57.80	五氟丙酸三十六烷基酯/Hexatriacontyl pentafluoropropionate	C39H73F5O2	0.06

表 4 8 月辣蓼水提物成分及其相对百分含量  
Tab. 4 The water extracts of *Polygonum hydropiper* collected in August

序号	保留时间 (min)	化合物名称(中文名/英文名)	分子式	相对百分 含量(%)
1	5.04	双甘油/Diglycerol	C6H14O5	0.08
2	5.10	甘油/Glycerin	C6H14O5	0.31
3	15.31	反式肉桂酸/trans - Cinnamic acid	C9H8O2	0.33
4	17.81	丁基化羟基甲苯/Butylated Hydroxytoluene	C15H24O	0.24
5	23.27	4 - (1,1 - 二甲基丙基) - 苯酚/Phenol,4 - (1,1 - dimethylpropyl) -	C11H16O	0.42
6	24.49	地芡普内酯/6 - Hydroxy - 4,4,7a - trimethyl - 5,6,7,7a - tetrahydrobenzofuran - 2(4H) - one	C11H16O3	0.39
7	24.87	去甲绵马酚/Desaspidinol	C11H14O4	3.85
8	25.14	(S,E) - 4 - 羟基 - 3,5,5 - 三甲基 - 4 - (3 - 氧代丁 - 1 - 烯 - 1 - 基) 环己 - 2 - 烯酮/ (S,E) - 4 - Hydroxy - 3,5,5 - trimethyl - 4 - (3 - oxobut - 1 - en - 1 - yl) cyclohex - 2 - enone	C13H18O3	0.12
9	26.03	3 - 甲基 - 4 - (1,3,3 - 三甲基 - 7 - 氧杂双环[4.1.0]庚 - 1 - 基) - 3 - 丁烯 - 2 - 酮 3 - Buten - 2 - one,3 - methyl - 4 - (1,3,3 - trimethyl - 7 - oxabicyclo[4.1.0]heptan - 1 - yl)	C14H22O2	0.10
10	28.50	2 - (2 - 羟乙硫基) - 苯并噻唑/Benzothiazole,2 - (2 - hydroxyethylthio) -	C9H9NOS2	0.70
11	29.53	棕榈酸/n - Hexadecanoic acid	C16H32O2	5.16
12	30.38	二十烷/Eicosane	C20H42	0.49
13	32.99	植醇/Phytol	C20H40O	0.78
14	33.50	(Z) - 18 - 十八碳 - 9 - 烯醇化物/(Z) - 18 - Octadec - 9 - enolide	C18H32O2	1.53
15	33.67	亚麻酸/9,12,15 - Octadecatrienoic acid,(Z,Z,Z) -	C18H30O2	4.01
16	34.24	硬脂酸/Octadecanoic acid	C18H36O2	1.19
17	35.10	1 - 氯二十七烷/Heptacosane,1 - chloro -	C27H55Cl	0.93
18	35.34	乙酸正十八烷基酯/Acetic acid n - octadecyl ester	C20H40O2	0.19
19	36.25	N,N - 二甲基十二酰胺/N,N - Dimethyldodecanamide	C14H29NO	0.40
20	37.24	二十四烷/Tetracosane	C24H50	3.94
21	37.86	去甲氧基醉椒素/(E) - 4 - Methoxy - 6 - styryl - 2H - pyran - 2 - one	C14H12O3	3.06
22	38.47	花生油酸/Eicosanoic acid	C20H40O2	0.20
23	38.94	(S) - 2,3 - 二氢 - 5 - 羟基 - 7 - 甲氧基 - 2 - 苯基 - 4H - 1 - 苯并吡喃 - 4 - 酮/(4H - 1 - Benzopyran - 4 - one,2,3 - dihydro - 5 - hydroxy - 7 - methoxy - 2 - phenyl - , (S) -	C16H14O4	9.55
24	39.37	乙酸二十二酯/1 - Docosanol,acetate	C24H48O2	0.06
25	39.87	对二苯基 - $\alpha$ - 甲基 - 1,2 - 苯二甲醇/1,2 - Benzenedimethanol, $\hat{\alpha}$ , $\hat{\alpha}$ - diphenyl - $\hat{\alpha}$ ' - meth	C21H20O2	0.24
26	40.36	4' - 甲基 - $\alpha$ - 吡咯烷基己酰苯/4' - Methyl - a - pyrrolidinohexaphenone	C17H25NO	0.07
27	40.64	N - 3 - 甲氧基 - N - 苯基 - N' - 苯甲酰基 - 肼/N - 3 - Tollyl - N - phenyl - N' - benzoyl - hydrazin	C20H18N2O	0.92
28	40.65	三十四烷/Tetratriacontane	C34H70	7.70
29	40.75	三十五碳 - 17 - 烯/17 - Pentatriacontene	C35H70	1.28
30	40.77	正二十四醇/n - Tetracosanol - 1	C24H50O	0.26
31	41.33	2,4,5 - 三甲氧基 - 苯甲醛/Benzaldehyde,2,4,5 - trimethoxy -	C10H12O4	6.82
32	41.66	顺 - 2,4,5,6,7,7a - 六氢 - 4,4,7a - 三甲基 - 2 - 苯并呋喃甲醇/2 - Benzofuranmethanol, 2,4,5,6,7,7a - hexahydro - 4,4,7a - trimethyl - , cis -	C12H20O2	0.29
33	41.72	邻苯二甲酸 - 二(2 - 丙基戊基)酯/Phthalic acid,di(2 - propylpentyl) ester	C24H38O4	0.16
34	42.06	二十二烷酸酐/Docosanoic anhydride	C44H86O3	0.26
35	42.29	1 - (4 - 羟基 - 3,5 - 二甲氧基苯基) - 乙酮/Ethanone, 1 - (4 - hydroxy - 3,5 - dimethoxyphenyl) -	C10H12O4	1.44
36	43.36	1,3 - 二异丙基萘/1,3 - di - iso - propylnaphthalene	C16H20	0.81
37	43.62	6 - 甲氧基 - 1,2 - 二甲基 - $\beta$ - 咔啉/Beta - carboline,6 - methoxy - 1,2 - dimethyl -	C14H14N2O	1.18
38	43.72	3,3',4,4' - 四甲氧基二苯乙烯/3,3',4,4' - Tetramethoxystilbene	C18H20O4	11.84
39	44.31	裸麦角碱/Chanoclavine	C16H20N2O	1.05
40	45.27	(Z) - 13 - 二十二碳烯酰胺/13 - Docosenamide,(Z) -	C22H43NO	0.06

续表

序号	保留时间 (min)	化合物名称(中文名/英文名)	分子式	相对百分 含量(%)
41	45.38	1,2,3,4-四氢-5,8-二甲基-吖啶-9-胺/Acridin-9-amine, 1,2,3,4-tetrahydro-5,8-dimethyl	C15H18N2	0.17
42	46.11	角鲨烯/Squalene	C30H50	0.09
43	46.67	1,5-二溴-五十四烷/Tetrapentacontane,1,54-dibromo-	C54H108Br2	0.11
44	46.67	3-乙基-5-(2-乙基丁基)-十八烷/Octadecane,3-ethyl-5-(2-ethylbutyl)-	C26H54	0.48
45	47.34	七氟丁酸二十四烷基酯/Tetracosyl heptafluorobutyrate	C28H49F7O2	7.01
46	47.77	1-萘乙酸庚酯/1-Naphthaleneacetic acid,heptyl ester	C19H24O2	0.26
47	48.26	二十烯酸/cis-13-Eicosenoic acid	C20H38O2	0.16
48	49.44	四十四烷/Tetratetracontane	C44H90	1.91
49	50.85	4-羟基-3,5,5-三甲基-4-(1-甲基-3-氧代-1-丁烯基)-2-环己烯-1-酮2 -Cyclohexen-1-one,4-hydroxy-3,5,5-trimethyl-4-(1-methyl-3-oxo-1-butenyl)	C14H20O3	0.92
50	52.06	三氟乙酸二十八烷基酯/Octacosyl trifluoroacetate	C30H57F3O2	7.50
51	55.67	5-十五烷基-1,3-苯二酚/1,3-Benzenediol,5-pentadecyl-	C21H36O2	0.26
52	56.50	豆甾醇/Stigmasterol	C29H48O	0.82
53	58.72	β-谷甾醇/β-Sitosterol	C29H50O	1.64

表 5 11 月辣蓼水提物成分及其相对百分含量

Tab.5 The water extracts of *Polygonum hydropiper* collected in November

序号	保留时间 (min)	化合物名称(中文名/英文名)	分子式	相对百分 含量(%)
1	7.50	甘油/Glycerin	C6H14O5	0.55
2	8.54	脱水甲羟戊酸内酯/Dehydromevalonic lactone	C6H8O2	0.29
3	8.67	苯甲酸/Benzoic acid	C7H6O2	0.62
4	9.88	2,3-二氢-苯并呋喃/Benzofuran,2,3-dihydro-	C8H8O	7.31
5	10.71	苯乙酸/Benzeneacetic acid	C8H8O2	0.24
6	12.35	2-甲氧基-4-乙烯基苯酚/2-Methoxy-4-vinylphenol	C9H10O2	0.71
7	13.03	氢化肉桂酸/Hydrocinnamic acid	C9H10O2	2.33
8	13.65	4-羟基-苯甲醛/Benzaldehyde,4-hydroxy-	C7H6O2	0.90
9	14.64	香兰素/Vanillin	C8H8O3	2.54
10	15.28	2-辛基-噻吩/Thiophene,2-octyl-	C12H20S	0.47
11	15.60	3-苯基-2-丙烯酸/2-Propenoic acid,3-phenyl-	C9H8O2	1.99
12	16.63	乙酸-[4-(1-羟基-1-甲基乙基)环己-1-烯基]甲酯/ [4-(1-hydroxy-methylethyl)cyclohex-1-enyl]methyl ester	C12H20O3	0.66
13	17.54	2,5-二甲氧基-1,4-苯二酚/1,4-benzenediol,2,5-dimethoxy-	C8H10O4	1.04
14	17.90	丁基化羟基甲苯/Butylated Hydroxytoluene	C15H24O	0.25
15	17.98	4-羟基-苯甲酸/Benzoic acid,4-hydroxy-Benzoic acid,4-hydroxy-	C7H6O3	0.21
16	19.35	2,4'-二氯-4-甲氧基二苯醚/2,4'-Dichloro-4-methoxydiphenyl ether	C13H10Cl2O2	1.31
17	20.59	3,4,5-三甲氧基苯酚/3,4,5-Trimethoxyphenol	C9H12O4	1.60
18	21.88	4-羟基-3,5-二甲氧基-苯甲醛/Benzaldehyde,4-hydroxy-3,5-dimethoxy-	C9H10O4	1.35
19	22.93	1-十七碳-1-炔基-环戊醇/1-Heptadec-1-ynyl-cyclopentanol	C22H40O	0.33
20	23.26	四氢-4-羟基-6-戊基-2H-吡喃-2-酮/2H-Pyran-2-one, tetrahydro-4-hydroxy-6-pentyl	C10H18O3	0.81
21	23.76	松柏醛/Coniferyl aldehyde	C10H10O3	0.91
22	23.92	(E)-4-(3-羟基丙-1-烯-1-基)-2-甲氧基苯酚(松柏醇)/(E)-4-( 3-Hydroxyprop-1-en-1-yl)-2-methoxyphenol	C10H12O3	9.32

续表

序号	保留时间 (min)	化合物名称(中文名/英文名)	分子式	相对百分 含量(%)
23	24.62	6-羟基-4,4,7a-三甲基-5,6,7,7a-四氢苯并呋喃-2(4H)-酮/6-Hydroxy-4,4,7a-trimethyl-5,6,7,7a-tetrahydrobenzofuran-2(4H)-one	C11H16O3	0.46
24	25.29	反式对香豆酸/p-Coumaric acid,trans	C9H8O3	7.22
25	25.78	3-羟基-1-(4-羟基-3-甲氧基苯基)-1-丙酮/1-Propanone,3-hydroxy-1-(4-hydroxy-3-methoxyphenyl)-	C10H12O4	0.33
26	27.23	3-(4-羟基-3-甲氧基苯基)-2-丙烯酸/2-Propenoic acid,3-(4-hydroxy-3-methoxyphenyl)-	C10H10O4	0.93
27	27.84	异白菖蒲脑/Isocalamenediol	C15H26O2	0.31
28	28.60	2-(2-羟乙硫基)-苯并噻唑/Benzothiazole,2-(2-hydroxyethylthio)-	C9H9NOS2	1.08
29	29.63	棕榈酸/n-Hexadecanoic acid	C16H32O2	5.57
30	29.50	1,3,3-三甲基-2-(2-甲基-环丙基)-环己烯/1,3,3-Trimethyl-2-(2-methyl-cyclopropyl)-cyclohexene	C13H22	1.76
31	29.95	反式芥子醛/trans-Sinapaldehyde	C11H12O4	2.38
32	30.21	反式芥子醇/trans-Sinapyl alcohol	C11H14O4	6.65
33	31.89	正三十七醇/1-Heptatriacotanol	C37H76O	0.32
34	32.78	二十烷/Eicosane	C20H42	3.04
35	33.58	(Z)-18-十八碳-9-烯醇化物/(Z)-18-Octadec-9-enolide	C18H32O2	0.97
36	33.74	顺式-十八碳烯酸/cis-Vaccenic acid	C18H34O2	1.41
37	34.33	硬脂酸/Octadecanoic acid	C18H36O2	1.10
38	34.66	16-[2-(甲基羰基氧基)-1-氧代乙基]-雄甾-4,9(11),16-三烯-3-酮/Androst-4,9(11),16-trien-3-one,16-[2-(methylcarbonyloxy)-1-oxoethyl]-	C23H28O4	0.74
39	36.34	N,N-二甲基十二酰胺/N,N-Dimethyldodecanamide	C14H29NO	0.19
40	37.23	二十四烷/Tetracosane	C24H50	0.95
41	37.57	3-异丙基三环[4.3.1.1(2,5)]十一碳-3-烯-10-醇/3-Isopropyltricyclo[4.3.1.1(2,5)]und	C14H22O	1.18
42	38.42	(Z)-9-十八碳烯酰胺/9-Octadecenamide,(Z)-	C18H35NO	0.28
43	40.71	N-3-甲基-N-苯基-N'-苯甲酰基-胍/N-3-Tolyl-N-phenyl-N'-benzoyl-hydrazin	C20H18N2O	0.41
44	40.83	甲酸二十一酯/1-Heneicosyl formate	C22H44O2	0.85
45	42.66	二十一烷/Heneicosane	C21H44	1.30
46	42.73	2,4,5-三甲氧基-苯甲醛/Benzaldehyde,2,4,5-trimethoxy-	C10H12O4	2.54
47	43.78	3,3',4,4'-四甲氧基二苯乙烯/3,3',4,4'-Tetramethoxystilbene	C18H20O4	6.94
48	44.12	正二十四烷醇/n-Tetracosanol-1	C24H50O	0.75
49	44.37	5-壬基-2-噻吩羧酸/2-Thiophenecarboxylic acid,5-nonyl-	C14H22O2S	0.65
50	45.33	(Z)-13-二十二碳烯酰胺/13-Docosenamide,(Z)-	C22H43NO	0.23
51	45.72	二甲基二十烷/Eicosane,2-methyl-	C21H44	0.37
52	47.42	二十八烷基戊基醚/Octacosyl pentyl ether	C33H68O	0.69
53	50.98	(3 $\alpha$ )-胆甾-4,6-二烯-3-醇/Cholesta-4,6-dien-3-ol,(3 $\alpha$ )-	C27H44O	0.36
54	51.53	豆甾-3,5-二烯/Stigmasta-3,5-diene	C29H48	0.58
55	56.68	豆甾醇/Stigmasterol	C29H48O	0.39
56	58.93	甾-谷甾醇/Stosterol	C29H50O	3.81



表 6 5、8 和 11 月辣蓼水提物的共有成分及其相对百分含量

Tab. 6 The water extracts of *Polygonum hydropiper* collected in May, August and November

序号	保留时间 (min)	化合物名称(中文名/英文名)	分子式	相对百分含量(%)		
				5 月	8 月	11 月
1	17.83	丁基化羟基甲苯/Butylated Hydroxytoluene	C15H24O	0.28	0.24	0.25
2	28.50	2-(2-羟乙硫基)-苯并噻唑/Benzothiazole,2-(2-hydroxyethylthio)-	C9H9NOS2	1.08	0.70	1.08
3	29.48	棕榈酸/n-Hexadecanoic acid	C16H32O2	4.74	5.16	5.57
4	30.36	二十烷/Eicosane	C20H42	0.99	0.49	3.04
5	33.46	(Z)-18-十八碳-9-烯醇化物/(Z)-18-Octadec-9-enolide	C18H32O2	1.00	1.53	0.97
6	34.20	硬脂酸/Octadecanoic acid	C18H36O2	0.63	1.19	1.10
7	36.23	N,N-二甲基十二酰胺/N,N-Dimethyldodecanamide	C14H29NO	0.63	0.40	0.19
8	37.23	二十四烷/Tetracosane	C24H50	3.52	3.94	0.95
9	45.27	(Z)-13-二十二碳烯酰胺/13-Docosenamide,(Z)-	C22H43NO	0.28	0.06	0.23
10	48.33	Ç-谷甾醇/Ç-Sitosterol	C29H50O	2.11	1.64	3.81
11	56.51	豆甾醇/Stigmasterol	C29H48O	0.08	0.82	0.39

4 参考文献

[1] 王国强. 全国中草药汇编(卷二)[M]. 北京:人民卫生出版社,2014;1110-1111.

[2] 何立美. 辣蓼与牛耳枫中黄酮类成分的提取及发酵工艺优化研究[D]. 广州:广东药学院, 2015.

[3] 陈春林,郑华,曹国文,等. 复方辣蓼提取液对大肠杆菌抑菌效果的试验[J]. 上海畜牧兽医通讯, 2012,(3):52.

[4] 曾维爱. 辣蓼杀虫活性成分研究[D]. 长沙:湖南农业大学, 2007.

[5] 李明,刘笑甫,张可锋. 辣蓼醇提液对 HepG2. 2. 15 细胞分泌 HBsAg 和 HBeAg 的影响[J]. 中国民族民间医药, 2014,23(13):2-3.

[6] 张建永,李卓,潘年松,等. 栽培辣蓼提取物清除 DPPH 反应体系的优化及抗氧化能力评价[J]. 基因组学与应用生物学, 2017,36(1):318-323.

[7] 杨新周,郝志云,朱以常,等. 辣蓼不同部位的抗氧化活性[J]. 江苏农业科学, 2014,42(2):284-285.

[8] 林聪明,王道平,崔范洙,等. 贵州产辣蓼挥发性成分分析[J]. 广西植物, 2012,32(3):410-414.

[9] 杨家楷,杨新周,李学娇. 高速匀浆法提取辣蓼茎中总黄酮[J]. 云南化工, 2014,41(6):23-25.

[10] 师仲,杜莹,廖莉玲,等. 头花蓼总黄酮提取工艺的研究[J]. 安徽农业科学, 2012,40(32):15655-15658.

[11] 刘瑜新,秦俊锋,张贝贝,等. GC-MS 法分析辣蓼脂肪酸成分[J]. 河南大学学报:医学版, 2009,28(1):32-34.

[12] 刘亮,潘年松,刘英波,等. 蓼子草的研究进展[J]. 中国民族民间医药, 2016,25(1):27-28.

[13] 高永强,徐大新. 辣蓼草对机械化黄酒酵母菌的影响研究[J]. 酿酒, 2009,36(6):67-68.

[14] 陆步诗,李新社. 辣蓼草对小曲质量的影响研究[J]. 酿酒科技, 2006,(11):42-43.

[15] 邢建宇,李春荣,林挺花,等. 脂肪酸对酿酒酵母乙醇耐受性的影响[J]. 食品研究与开发, 2009,30(6):33-35.

[16] 胡铁功,朱文众,刘广慧. 添加脂肪酸对玉米固态生料发酵乙醇中酵母酒精耐性的影响[J]. 食品与发酵工业, 2008,34(1):97-99.

[17] 黄红泓,甄汉深. 中草药辣蓼近年来的研究进展[J]. 中国民族民间医药, 2013,22(1):38-40.

[18] 冯华,刘英波,刘亮,等. 黔产辣蓼及其混淆品高效液相指纹图谱研究[J]. 中草药, 2015,46(19):2943-2945.

[19] 刘亮,冯华,刘英波,等. 黔产辣蓼中槲皮素的薄层鉴别与含量测定[J]. 贵州农业科学, 2015,43(10):191-194.

[20] AYAZ M, JUNAID M, AHMED J, et al. Phenolic contents, antioxidant and anticholinesterase potentials of crude extract, subsequent fractions and crude saponins from *Polygonum hydropiper* L[J]. Bmc Complementary & Alternative Medicine, 2014,14(1):145.

[21] HUANG J, HOU P Y, LI-JUN W U, et al. Isolation and identification of chemical constituents from whole plant of *Polygonum hydropiper* L[J]. Journal of Shenyang Pharmaceutical University, 2012,29(1):22-25.

(2017-11-08 收稿,2018-01-31 修回)

中文编辑: 文箫颖; 英文编辑: 丁廷森