

glycosides from *Morina nepalensis* var. *alba* Hand. -Mazz[J]. *Magn Reson Chem*, 2002, 40: 415-420.

[8] Wang M, Zhang Y, Zhang H, *et al.* The active glycosides from *Urtica fissa* rhizome decoction[J]. *J Nat Med*, 2018, 72(2): 557-562.

[9] 田 瑛, 刘细桥, 董俊兴. 中药地锦草芹菜素糖苷类化合物[J]. *药学报*, 2009, 44(5): 496-499.

[10] Lin C N, Chung M I, Gan K H, *et al.* Flavonol and anthraquinone glycosides from *Rhamnus formosana*[J]. *Phytochemistry*, 1991, 30(9): 3103-3106.

[11] 白 冰, 孙世波, 陈宇楠, 等. 鸦胆子油对人肝癌细胞增殖的抑制作用及机制[J]. *现代肿瘤医学*, 2016, 24(8): 1177-1181.

[12] Freshney R I. Culture of animal cells: A manual of basictchnique and specialized applications, sixth edition [M]. Hoboken: John Wiley & Sons, Inc., 2011.

[13] 郑楠楠, 杨胜祥, 周 慧, 等. 筋欐花椒的化学成分及生物活性研究[J]. *中草药*, 2015, 46(2): 189-193.

[14] 刘云召, 石晋丽. 墓头回的本草考证[J]. *中医药学报*, 2011, 39(2): 120-122.

[15] 陈金秀, 王怀璋. 异叶败酱总甙片抗肿瘤作用的实验研究[J]. *中医研究*, 2006, 19(2): 17-19.

左旋多巴原料药精制母液化学成分的研究

黄 艳¹, 赵小超², 李学坚^{2*}, 卢文杰¹, 苏彩珍³, 柴 玲¹, 刘布鸣¹
(1. 广西壮族自治区中医药研究院, 广西中药质量标准研究重点实验室, 广西南宁 530022; 2. 广西中医药大学科学实验中心, 广西南宁 530222; 3. 广西邦尔药业有限公司, 广西百色 531599)

摘要: **目的** 研究左旋多巴原料药精制母液的化学成分。**方法** 精制母液 95%乙醇提取物采用硅胶、大孔树脂 D101、制备 HPLC 等进行分离纯化, 根据理化性质及波谱数据鉴定所得化合物的结构。**结果** 从中分离得到 12 个化合物, 分别鉴定为豆甾醇 (1)、棕榈酸 (2)、正三十烷醇 (3)、十八酸-2, 3-二羟基丙酯 (4)、soyasapogrnol B (5)、硬脂酸 (6)、亚油酸 (7)、5 α , 8 α -环二氧- (22*E*, 24*R*) -麦角甾-6, 22-二烯-3 β -醇 (8)、原儿茶酸 (9)、6, 7-dihydroxy-1-methyl-1, 2, 3, 4-tetrahydro-isoquinoline-3-carboylic acid (10)、6, 7-dihydroxy-1-benzyl-1, 2, 3, 4-tetrahydro-isoquinoline-3-carboylic acid (11)、苯丙氨酸 (12)。**结论** 所有化合物均为首次从该精制母液中分离得到。
关键词: 左旋多巴; 精制母液; 化学成分; 分离鉴定
中图分类号: R284.1 **文献标志码:** A **文章编号:** 1001-1528(2019)09-2122-05
doi: 10. 3969/j.issn.1001-1528. 2019. 09. 021

Chemical constituents of purification solution from raw material of levodopa

HUANG Yan¹, ZHAO Xiao-chao², LI Xue-jian^{2*}, LU Wen-jie, SU Cai-zhen³, CHAI Ling¹, LIU Bu-ming¹
(1. Guangxi Key Laboratory of Traditional Chinese Medicine Quality Standards, Guangxi Institute of Chinese Medical & Pharamaceutical Sciences, Nanning 530022, China; 2. Scientific Research Center, Guangxi University of Chinese Medicine, Nanning 530222, China; 3. Guangxi Bonres Pharmaceuticals Co., Ltd., Baise 531599, China)

ABSTRACT: **AIM** To study the chemical constituents of purification solution from raw material of levodopa. **METHODS** The 95% ethanol extract of purification solution was isolated and purified by silica, macroporous resin D101 and preparative HPLC, then the structures of obtained compounds were identified by physicochemical properties and spectral data. **RESULTS** Twelve compounds were isolated and identified as stigmasterol (1), palmitic acid (2), *n*-triacontanol (3), propyl 2, 3-dihydroxy octadecanoate (4), soyasapogrnol B (5), octadecanoic acid (6), linoleic acid (7), 5 α , 8 α -epi-dioxergosta- (22*E*, 24*R*) -6, 22-dien-3 β -ol (8), proto-

收稿日期: 2018-08-28
基金项目: 广西中药质量标准研究重点实验室开放课题基金项目 (桂中重开 201507)
作者简介: 黄 艳 (1987—), 女, 副研究员, 研究方向为药物分析。Tel: (0771) 5883405, E-mail: hy2002-2006@163.com
* 通信作者: 李学坚 (1965—), 男, 博士, 教授, 高级工程师, 硕士生导师, 从事中药新产品研究开发。Tel: (0771) 3946492

catechuic acid (9), 6, 7-dihydroxy-1-methyl-1, 2, 3, 4-tetrahydro-isoquinoline-3-carboxylic acid (10), 6, 7-dihydroxy-1-benzyl-1, 2, 3, 4-tetrahydro-isoquinoline-3-carboxylic acid (11), phenylalanine (12).

CONCLUSION All the compounds are isolated from the purification solution for the first time.

KEY WORDS: levodopa; purification solution; chemical constituents; isolation and identification

左旋多巴, 即 (-)-3-(3, 4-苯基)-L-丙氨酸, 具有显著的抗帕金森综合症作用, 收载于 2015 年版《中国药典》^[1]、《欧洲药典》^[2]等; 生产工艺有化学合成法、植物提取法、微生物转化法及新兴的代谢转化法^[3]; 国内以植物提取法为主, 生产原料以猫豆为主。欧洲药典记载的相关物质(杂质)有(2s)-2-amino-3-(2, 4, 5-trihydroxyphenyl) propionic acid、3-methoxy-l-tyrosine、3-methoxy-dl-tyrosine、D-dopa。从以猫豆为原料生产的左旋多巴原料药产品中可检出 3-methoxy-l-tyrosine、3-methoxy-dl-tyrosine。在生产实践中, 虽然产品质量达到《欧洲药典》要求, 但 HPLC 图谱上仍会出现近 10 个未知成分的杂质峰, 有时欧洲市场会以某种杂质峰过高为由拒绝购买或重新议价。为了弄清这些未知的化学成分, 课题组对左旋多巴原料药生产工艺的精制母液进行研究, 从中分离出 12 个化合物, 且所有化合物均为首次从该母液中获得。

1 材料

Bruker Dre-600 MHz 核磁共振仪(德国 Bruker 公司); Waters2545-2767-2489 高压制备液相色谱仪(美国 Waters 公司); 分析型液相色谱仪(美国 Agilent 公司); Autospec Premier 776 质谱仪(美国 Waters 公司); XS205 电子天平(瑞士梅特勒-托利多公司); RE-52AA 旋转蒸发仪(上海亚荣生化仪器); HH-S 恒温水浴锅(江苏金坛市医疗仪器厂); ZWD-83-1 型电热熔点检测器(江苏沙头文教五金塑料厂); DZF-6050 真空干燥箱、DHG9246 A 电热恒温鼓风干燥箱(上海精宏实验设备有限公司); KQ5200B 超声仪(昆山市超声仪器有限公司)。柱色谱、薄层色谱用硅胶(青岛海洋化工厂)。色谱仪用化学试剂为色谱纯, 其余为分析纯。

精制母液由广西邦尔药业有限公司提供, 对应的左旋多巴原料药产品批号 20160517。

2 提取与分离

精制母液用 4%NaOH 水溶液调至 pH 6.0, 低温真空浓缩成稠膏, 60℃真空干燥, 得干膏 5.28 kg, 打粉, 用 95%乙醇回流提取 3 次(12、8、8 倍

量), 冷至室温, 滤过, 合并提取液, 减压回收乙醇, 干燥, 得醇提膏 250.81 g。醇提膏用 1 500 mL 蒸馏水混悬, 依次用 1 000 mL 石油醚(60~90℃)、1 000 mL 乙酸乙酯、1 000 mL 正丁醇各萃取 2 次, 合并萃取液, 减压回收溶剂, 干燥, 得相应部位 35.88、53.95、87.82 g。石油醚部位经硅胶柱(石油醚-乙酸乙酯 100:0~1:1)、Sephadex LH-20(氯仿-甲醇 1:1)、重结晶以及制备液相等分离得化合物 1(62.95 mg)、2(46.94 mg)、3(100.21 mg)、4(32.83 mg)、5(18.11 mg)、6(62.28 mg)、7(49.92 mg)、8(68.32 mg); 乙酸乙酯部位经硅胶柱(氯仿-甲醇 100:0~1:1)、Sephadex LH-20(氯仿-甲醇 1:1)、制备液相等分离得化合物 9(15.73 mg); 正丁醇部位经 D101 型吸附树脂、G-25 凝胶柱(甲醇-水 100:0~4:1)、制备液相分离纯化得化合物 10(27.34 mg)、11(24.47 mg)、12(15.89 mg)。

3 结构鉴定

化合物 1: 无色针状结晶(氯仿-甲醇), EI-MS m/z : 412[M]⁺。¹H-NMR (CDCl₃, 500 MHz) δ: 5.35 (1H, d, J =3.9 Hz, H-6), 5.14 (1H, q, J =24.6 Hz, H-22), 5.03 (1H, q, J =21.9 Hz, H-23), 3.50 (1H, s, -OH), 1.02 (3H, s, H-21), 0.99 (3H, s, H-19), 0.85 (6H, s, H-26、H-27), 0.82 (3H, s, H-29), 0.69 (3H, s, H-18); ¹³C-NMR (CDCl₃, 125 MHz) δ: 37.3 (C-1), 31.9 (C-2), 71.8 (C-3), 42.3 (C-4), 140.7 (C-5), 121.7 (C-6), 31.9 (C-7、8), 50.1 (C-9), 36.5 (C-10), 21.2 (C-11), 39.7 (C-12), 42.2 (C-13), 56.9 (C-14), 24.3 (C-15), 29.0 (C-16), 56.0 (C-17), 11.9 (C-18), 19.4 (C-19), 40.5 (C-20), 21.1 (C-21), 138.3 (C-22), 129.3 (C-23), 51.3 (C-24), 31.7 (C-25), 21.1 (C-26), 19.0 (C-27), 25.4 (C-28), 12.1 (C-29)。以上数据与文献[4]基本一致, 故鉴定为豆腐醇。

化合物 2: 白色蜡状结晶, EI-MS m/z : 256[M]⁺。¹H-NMR (CDCl₃, 500 MHz) δ: 2.36 (2H, t, J =7.5 Hz, H-2), 1.63 (2H, m, H-15), 1.25

(br, s), 0.88 (3H, t, $J = 7.0$ Hz, CH_3); ^{13}C -NMR (CDCl_3 , 125 MHz) δ : 180.3 (C-1), 34.1 (C-2), 24.7 (C-3), 29.1 ~ 29.7 (C-4 ~ 13), 31.9 (C-14), 22.7 (C-15), 14.1 (C-16)。以上数据与文献 [5] 基本一致, 故鉴定为棕榈酸。

化合物 3: 无色片状结晶 (石油醚-乙酸乙酯), EI-MS m/z : 420 $[\text{M}-\text{H}_2\text{O}]^+$ 。 ^1H -NMR (CDCl_3 , 500 MHz) δ : 3.58 (2H, t, $J = 7.5$ Hz, $-\text{CH}_2\text{OH}$), 1.53 (2H, m, H-2、3), 1.21 (54H, m, CH_2), 0.84 (3H, t, $J = 5.0$ Hz, CH_3); ^{13}C -NMR (CDCl_3 , 125 MHz) δ : 62.7 (C-1), 32.6 (C-2), 14.0 (C-30), 22.6 ~ 31.8 (C-29 ~ 3)。以上数据与文献 [6] 基本一致, 故鉴定为正三十烷醇。

化合物 4: 无色片状结晶 (氯仿), EI-MS m/z : 358 $[\text{M}]^+$ 。 ^1H -NMR (CDCl_3 , 500 MHz) δ : 4.21 (1H, dq, $J = 4.5$ Hz, H-1'b), 4.16 (1H, dq, $J = 5.5$ Hz, H-1'a), 3.93 (1H, m, H-2'), 3.68 (2H, m, H-3'), 2.36 (2H, t, $J = 8.1$ Hz, H-2), 1.63 (2H, m, H-3), 1.24 ~ 1.32 (28H, m, H-4 ~ 17), 0.86 (3H, t, $J = 5.9$ Hz, H-18); ^{13}C -NMR (CDCl_3 , 125 MHz) δ : 174.4 (C-1), 14.0 (C-18), 70.3 (C-1'), 65.2 (C-2'), 63.3 (C-3'), 22.7 ~ 34.2 (C-17 ~ 2)。以上数据与与文献 [7] 基本一致, 故鉴定为十八酸-2, 3-二羟基丙酯。

化合物 5: 无色针状结晶 (石油醚-乙酸乙酯), EI-MS m/z : 458 $[\text{M}]^+$ 。 ^1H -NMR (CDCl_3 , 500 MHz) δ : 4.51 (1H, d, $J = 10$ Hz, H-22), 5.33 (1H, s, H-12), 3.70 (2H, m, H-24), 3.65 (1H, m, H-3), 1.24 (3H, s, H-23), 1.14 (3H, s, H-25), 1.06 (3H, s, H-26), 1.04 (3H, s, H-27), 0.96 (3H, s, H-28), 0.94 (3H, s, H-29), 0.85 (3H, s, H-30); ^{13}C -NMR (CDCl_3 , 125 MHz) δ : 38.1 (C-1), 25.8 (C-2), 80.2 (C-3), 42.3 (C-4), 56.3 (C-5), 19.1 (C-6), 33.4 (C-7), 39.0 (C-8), 48.2 (C-9), 36.1 (C-10), 23.7 (C-11), 122.4 (C-12), 144.8 (C-13), 42.4 (C-14), 28.4 (C-15), 26.5 (C-16), 37.0 (C-17), 45.3 (C-18), 46.8 (C-19), 30.0 (C-20), 42.4 (C-21), 75.6 (C-22), 23.6 (C-23), 64.6 (C-24), 16.3 (C-25), 17.1 (C-26), 25.8 (C-27), 28.7 (C-28), 33.5 (C-29), 21.2 (C-30)。以上数据与文献 [8] 基

本一致, 故鉴定为 soyasapogrol B。

化合物 6: 无色针状结晶 (氯仿-甲醇), 进行溴甲酚绿反应呈阳性, 即有羧基的存在。EI-MS m/z : 284 $[\text{M}]^+$, 185 $[(\text{CH}_2)_{10}\text{COOH}]$ 、129 $[(\text{CH}_2)_6\text{COOH}]$ 、73 $[(\text{CH}_2)_2\text{COOH}]$ 呈现饱和脂肪酸的特征裂解, 碎片离子峰在 257 之后均相差 1 个 14 (CH_2) 质量单位, 为直碳链的特征裂解方式。 ^1H -NMR ($\text{Pyr}-d_5$, 500 MHz) δ : 0.86 (3H, t, $J = 5$ Hz, H-18), 1.28 (28H, br, $-\text{CH}_2$), 1.78 (2H, m, H-3), 2.52 (2H, t, $J = 7.5$ Hz, H-2); ^{13}C -NMR ($\text{Pyr}-d_5$, 125 MHz) δ : 176.0 (C-1), 14.3 (C-18), 22.9 ~ 34.9 (C-17 ~ 2)。以上数据与文献 [9] 基本一致, 故鉴定为硬脂酸。

化合物 7: 无色油状物, EI-MS m/z : 282 $[\text{M}]^+$ 。 ^1H -NMR ($\text{Pyr}-d_5$, 500 MHz) δ : 5.43 ~ 5.46 (4H, m, H-9、10、12、13), 2.54 (2H, m, H-11), 2.48 (2H, t, $J = 6.0$ Hz, H-2), 2.07 (2H, m, H-14), 2.06 (2H, m, H-8), 1.74 (2H, m, H-3), 0.85 (3H, t, $J = 5.9$ Hz, H-18), 1.25 ~ 1.384 (14H, m, CH_2); ^{13}C -NMR ($\text{Pyr}-d_5$, 125 MHz) δ : 176.2 (C-1), 34.9 (C-2), 25.7 (C-3), 29.5 (C-4), 29.5 (C-5), 29.7 (C-6), 29.4 (C-7), 25.7 (C-8), 130.2 (C-9), 135.3 (C-10), 25.6 (C-11), 135.5 (C-12), 123.8 (C-13), 27.6 (C-14), 32.2 (C-15), 32.1 (C-16), 30.1 (C-17), 14.3 (C-18)。以上数据与文献 [10] 基本一致, 故鉴定为亚油酸。

化合物 8: 无色针状结晶, EI-MS m/z : 428 $[\text{M}]^+$, 397 (100), 基峰与离子分子峰相差 1 个 O_2 符合麦角醇的裂解规律。 ^1H -NMR ($\text{Pyr}-d_5$, 500 MHz) δ : 5.16 (1H, dd, $J = 13.2, 6.5$ Hz, H-23), 5.19 (1H, dd, $J = 13.1, 5.9$ Hz, H-22), 6.52 (1H, d, $J = 13.5$ Hz, H-7), 6.31 (1H, d, $J = 8.5$ Hz, H-6), 4.31 (1H, m, H-3), 1.09 (3H, s, H-19), 0.96 (3H, d, $J = 15.0$ Hz, H-21), 0.90 (3H, d, $J = 3.8$ Hz, H-28), 0.85 (3H, d, $J = 3.8$ Hz, H-27), 0.82 (3H, d, $J = 3.8$ Hz, H-26), 0.81 (3H, s, H-18); ^{13}C -NMR (CDCl_3 , 500 MHz) δ : 35.5 (C-1), 31.3 (C-2), 65.9 (C-3), 37.5 (C-4), 82.3 (C-5), 135.4 (C-6), 131.0 (C-7), 79.3 (C-8), 52.0 (C-9), 37.5 (C-10), 23.7 (C-11), 39.6 (C-12), 44.7 (C-13), 52.0 (C-14), 20.2 (C-15), 29.1 (C-

16), 56.3 (C-17), 13.0 (C-18), 19.9 (C-19), 39.6 (C-20), 21.1 (C-21), 135.4 (C-22), 132.3 (C-23), 43.1 (C-24), 33.3 (C-25), 20.2 (C-26), 18.4 (C-27), 17.9 (C-28)。以上数据与文献 [11] 基本一致, 故鉴定为 5 α , 8 α -环二氧- (22*E*, 24*R*)-麦角甾-6, 22-二烯-3 β -醇。

化合物 **9**: 白色片状结晶, EI-MS *m/z*: 154 [M]⁺。¹H-NMR (CD₃OD, 500 MHz) δ : 7.28 (1H, d, *J*=3.1 Hz, H-4), 6.76 (1H, d, *J*=3.2 Hz, H-2), 6.61 (1H, d, *J*=8.6 Hz, H-6); ¹³C-NMR (CD₃OD, 500 MHz) δ : 120.3 (C-1), 117.4 (C-2), 149.8 (C-3), 155.6 (C-4), 117.0 (C-5), 121.3 (C-6)。以上数据与文献 [12] 报道基本一致, 故鉴定为原儿茶酸。

化合物 **10**: 无色针状结晶, EI-MS *m/z*: 223 [M]⁺。¹H-NMR (CD₃OD, 500 MHz) δ : 6.60 (1H, s, H-7), 6.59 (1H, s, H-4), 4.49 (1H, q, *J*=6.9 Hz, H-1), 3.93 (1H, dd, *J*=11.1, 5.7 Hz, H-2), 3.21 (1H, dd, *J*=16.9, 11.5 Hz, H-3), 2.97 (1H, dd, *J*=10.7, 16.8 Hz, H-3), 1.59 (3H, d, *J*=6.9 Hz, H-10); ¹³C-NMR (CD₃OD, 125 MHz) δ : 53.3 (C-1), 51.8 (C-2), 30.1 (C-3), 123.3 (C-4), 146.6 (C-5), 146.0 (C-6), 125.7 (C-7), 115.9 (C-8), 113.7 (C-9), 20.4 (C-10), 173.6 (C-11)。以上数据与文献 [13] 基本一致, 故鉴定 6, 7-dihydroxy-1-methyl-1, 2, 3, 4-tetrahydro-isoquinoline-3-carboylic acid。

化合物 **11**: 无色针状结晶, EI-MS *m/z*: 299 [M]⁺。¹H-NMR (CD₃OD, 500 MHz) δ : 3.03 (2H, d, *J*=7.5 Hz, H-3), 3.12 (1H, d, *J*=711.3 Hz, H-12), 3.87 (1H, d, *J*=16.8 Hz, H-2), 4.55 (1H, m, H-1), 6.23 (1H, s, H-5), 6.55 (1H, s, H-8), 7.37 (2H, s, H-13、13'), 7.38 (2H, s, H-14、14'), 2.03 (1H, s, NH); ¹³C-NMR (CD₃OD, 125 MHz) δ : 58.4 (C-1), 49.5 (C-2), 30.8 (C-3), 125.2 (C-4), 113.6 (C-5), 145.8 (C-6), 146.5 (C-7), 116.2 (C-8), 125.2 (C-9), 41.2 (C-10), 172.9 (C-11), 145.8 (C-12), 128.5 (C-13), 130.1 (C-14), 125.2 (C-15)。以上数据与文献 [14] 基本一致, 故鉴定为 6, 7-dihydroxy-1-benzyl-1, 2, 3, 4-tetrahydro-isoquinoline-3-carboylic acid。

化合物 **12**: 无色针状结晶, EI-MS *m/z*: 165

[M]⁺。¹H-NMR (CD₃OD, 500 MHz) δ : 7.25 (2H, d, *J*=7.0 Hz, H-2'、6'), 7.35 (2H, m, H-3'、5'), 7.30 (1H, d, *J*=6.7 Hz, H-4'), 3.78 (1H, dd, *J*=9.0, 4.7 Hz, H-2), 3.29 (1H, dd, *J*=2.2, 4.9 Hz, H-3a), 3.01 (1H, dd, *J*=14.6, 5.6 Hz, H-3b); ¹³C-NMR (CD₃OD, 125 MHz) δ : 173.7 (C-1), 57.6 (C-2), 38.2 (C-3), 137.3 (C-1'), 130.4 (C-2'、6'), 129.2 (C-3'、5'), 128.4 (C-4')。以上数据与文献 [15] 基本一致, 故鉴定为苯丙氨酸。

4 相关物质检测

参照《欧洲药典》方法^[2], 将化合物 **1~12** 和左旋多巴原料药溶液分别注入高效液相色谱仪, 未见有相同时间的出峰。

分别制订所有化合物 TLC 展开条件, 然后取化合物和左旋多巴原料药产品分别点样, 在该化合物的展开系统中展开, 未出现相同位置的斑点。

5 讨论

猫豆主要含有左旋多巴、猫豆胍等成分^[16-17], 但因左旋多巴有显著的抗帕金森综合症活性, 因此与猫豆相关的研究, 大多与左旋多巴相关。以猫豆为原料生产左旋多巴的工艺中没有化学合成工序, 不会产生新化合物, 课题组从精制母液中分离得到的 12 个化合物, 溯其根源, 也是猫豆的化学成分。

采用 HPLC 和 TLC 方法进行检测, 均未在左旋多巴产品中检出 12 个化合物, 表明这些化合物不残留于左旋多巴原料药产品中, 即应与左旋多巴原料药的相关物质无关。

参考文献:

[1]

国家药典委员会. 中华人民共和国药典: 2015 年版二部[S]. 北京: 中国医药科技出版社, 2015: 157.

[2]

欧洲药典委员会. 欧洲药典 EP8.0[S]. 2013.

[3]

罗栋源. 从猫豆中提取左旋多巴的清洁生产工艺研究[D]. 湖北: 湖北工业大学, 2011.

[4]

董 芳. 三年生北沙参中化学成分的初步研究 [D]. 青岛: 青岛农业大学, 2010.

[5]

谢 纲, 段文达, 陶保全, 等. 青杞的化学成分研究[J]. 天然产物研究与开发, 2008(20): 627-629, 643.

[6]

梁志远, 杨小生, 朱海燕, 等. 肾蕨的化学成分研究[J]. 广西植物, 2008, 28(3): 420-421.

[7]

周勤梅, 彭 成, 陆廷亚, 等. 暗紫贝母化学成分研究[J]. 中药材, 2016, 39(10): 2237-2239.

[8]

杨 婷, 王 莉, 刘 卓, 等. 广豆根化学成分的研究[J]. 中成药, 2016, 38(4): 837-840.

[9]

解宝仙, 唐文照, 王利红, 等. 马钱子化学成分研究[J].

中药材, 2016, 39(1): 86-89.

[10] 郑黎花, 郝小江, 苑春茂, 等. 羊耳菊化学成分研究[J]. 中国中药杂志, 2015, 40(4): 672-678.

[11] Lu W, Aachi I, Kano K, *et al.* Platelet aggregation potentiators from cho-rei [J]. *Chem Pharm Bull*, 1985, 33 (11): 5083-5087.

[12] 刘布鸣, 董晓敏, 黄 艳, 等. 互叶白千层的化学成分研究[J]. 中草药, 2011, 42(7): 1282-1284.

[13] Tadashi S, Ryuichi K. Optical resolution by preferential crystallization of (1*RS*, 3*RS*) -1, 2, 3, 4-tetrahydro-6, 7-dihydroxy-1-methyl-3-isoquinolinecarboxylic acid [J]. *Chem*

Pharm Bull (Tokyo), 2005, 53(9): 1197-1199.

[14] Laxminarain M, Hildebert W. Alkaloidal constituents of *Mucuna pruriens* seeds [J]. *Phytochemistry*, 2004, 65 (18): 2565-2567.

[15] 洪 奎, 谢 雪, 王雪晶, 等. 红花中含氮类化学成分研究[J]. 中草药, 2014, 45(21): 3071-3073.

[16] 欧阳建光, 蒋 林, 陈元生, 等. 猫豆各部位不同生长期左旋多巴含量的动态研究[J]. 中成药, 2008, 30(11): 1657-1661.

[17] 黄增琼, 蒋伟哲, 黄兴振, 等. 猫豆荚的质量研究[J]. 中成药, 2010, 32(10): 1834-1836.

中华小苦蕒化学成分的研究

梁 爽^{1,2}, 卢森华³, 吴秀彩¹, 朱 华^{1*}
(1. 广西中医药大学, 广西南宁 530022; 2. 广西民族大学, 广西南宁 530006; 3. 玉林市食品药品检验检测中心, 广西 玉林 537000)

摘要: **目的** 研究中华小苦蕒 *Ixeriduum chinese* 的化学成分。**方法** 中华小苦蕒 95%乙醇提取物采用硅胶、Sephadex LH-20 进行分离纯化, 根据理化性质及波谱数据鉴定所得化合物的结构。**结果** 从中分离得到 13 个化合物, 分别鉴定为槲皮素 (1)、5, 7, 4'-三羟基-6, 8-二甲氧基黄酮 (2)、木犀草素 (3)、β-谷甾醇 (4)、蒲公英萜醇 (5)、芹菜素-7-*O*-β-*D*-葡萄糖苷 (6)、β-胡萝卜苷 (7)、蒲公英甾醇 (8)、芹菜素 (9)、豆甾醇 (10)、蒲公英甾醇乙酸酯 (11)、木犀草苷 (12)、棕榈酸 (13)。**结论** 化合物 2、5、8、11~13 为首次从该植物中分离得到。

关键词: 中华小苦蕒; 化学成分; 分离鉴定

中图分类号: R284.1 文献标志码: A 文章编号: 1001-1528(2019)09-2126-05
doi:10.3969/j.issn.1001-1528.2019.09.022

Chemical constituents from *Ixeriduum chinese*

LIANG Shuang^{1,2}, LU Sen-hua³, WU Xiu-cai¹, ZHU Hua^{1*}
(1. Guangxi University of Traditional Chinese Medicine, NanNing 530022, China; 2. Guangxi University for Nationalities, Nanning 530006, China; 3. Yulin Institute for Food and Drug Control, Yulin 537000, China)

ABSTRACT: **AIM** To study the chemical constituents from *Ixeriduum chinese* (Thunb.) Tzvel.. **METHODS** The 95% ethanol extract from *I. chinese* was isolated and purified by silica column and Sephadex LH-20, then the structures of obtained compounds were identified by physicochemical properties and spectral data. **RESULTS** Thirteen compounds were isolated and identified as quercetin (1), 5, 7, 4'-trihydroxy-6, 8-dimethoxyflavone (2), luteolin (3), β-sitosterol (4), taraxasterol (5), apigenin-7-*O*-β-*D*-glucopyranoside (6), β-daucosterol

收稿日期: 2018-09-14
基金项目: 广西重点学科 (壮药学) 项目 (桂科教研 [2013] 16); 广西壮瑶药重点实验室项目 (桂科基字 [2014] 32); 壮瑶药协同创新中心项目 (桂科教研 [2013] 20); “中药创新理论与药效研究” 八桂学者项目 (桂科政字 [2013] 25); 广西壮族自治区中医药管理局瑶药质量标准项目 (2018)
作者简介: 梁 爽 (1986—), 女, 博士生, 助理研究员, 从事中药、民族药活性成分研究。Tel: 18169648727, E-mail: 1160666186@qq.com
* 通信作者: 朱 华 (1957—), 男 (壮族), 博士, 教授, 博士生导师, 从事中药品种、质量及资源开发研究。Tel: 18977165885, E-mail: zhuhuagx@163.com