

[成分分析]

小白薇根化学成分的研究

林玉萍^{1,2}, 李欣坪², 付胜男², 周正兵², 华 燕^{1*}
(1. 西南林业大学, 西南山地森林资源保育与利用教育部重点实验室, 云南 昆明 650224; 2. 云南中医药大学中药学院, 云南 昆明 650500)

摘要: **目的** 研究小白薇 *Tylophora yunnanensis* Schltr 根的化学成分。**方法** 小白薇根茎 90% 乙醇提取物采用硅胶和 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 11 个化合物, 分别鉴定为对羟基苯乙酮 (1)、2, 4-二羟基苯乙酮 (2)、3, 4-二羟基苯乙酮 (3)、3-羟基-4-甲氧基苯乙酮 (4)、新白前醇 (5)、新白前酮 (6)、 β -香树脂醇 (7)、娃儿藤乙素 (8)、硬脂酸 (9)、 β -谷甾醇 (10)、胡萝卜苷 (11)。**结论** 所有化合物均为首次从该植物中分离得到。
关键词: 小白薇; 根; 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(2020)09-2342-05
doi: 10.3969/j.issn.1001-1528.2020.09.018

Chemical constituents from the roots of *Tylophora yunnanensis*

LIN Yu-ping^{1,2}, LI Xin-ping², FU Sheng-nan², ZHOU Zheng-bing², HUA Yan^{1*}
(1. Key Laboratory for Forest Resources Conservation and Use in the Southwest Mountains of China, Southwest Forestry University, Kunming 650224, China; 2. School of Chinese Material Medica, Yunnan University of Traditional Chinese Medicine, Kunming 650500, China)

ABSTRACT: AIM To study the chemical constituents from the roots of *Tylophora yunnanensis* Schltr. **METHODS** The 70% ethanol extract from the roots of *T. yunnanensis* was isolated and purified by silica and Sephadex LH-20, then the structures of obtained compounds were identified by physicochemical properties and spectral data. **RESULTS** Eleven compounds were isolated and identified as 4-hydroxyacetophenone (1), 2, 4-dihydroxy acetophenone (2), 3, 4-dihydroxyacetophenone (3), 3-hydroxy-4-acetophenone (4), hancolupenol (5), hancolupenone (6), β -amyrin (7), tylolupenol B (8), stearic acid (9), β -sitosterol (10), daucosterol (11). **CONCLUSION** All the compounds are isolated from this plant for the first time.
KEY WORDS: *Tylophora yunnanensis* Schltr; roots; chemical constituents; isolation and identification

小白薇彝药名阿科牛, 汉药名老君须, 来源于萝藦科娃儿藤属植物云南娃儿藤 *Tylophora yunnanensis* Schltr 的根, 其生长于海拔 2 000 m 以下山坡、向阳旷野及草地上, 主产于云南、贵州等地, 资源丰富^[1-2]。小白薇味苦、性寒, 归肝、脾、胃路, 具有清火利湿、解毒消痈等功效, 民间常用于治疗肝炎 (腮哈佐)、肾炎、痢疾等, 在《中国彝药学》《云南中草药》《全国中草药汇编》等均有记载^[3-5]。国内外学者先后对其同属植物卵叶娃儿

藤、七层楼进行化学成分的研究, 发现娃儿藤属植物主要含有生物碱^[6-8]、三萜^[7-9]、多酚类成分^[7-9]。陈珠等^[10]研究发现云南娃儿藤醇提物具有显著的抗炎活性; 杨超燕等^[11]研究发现光叶娃儿藤水提物具有镇痛抗炎作用; 甄月英等^[6]、张成刚等^[12]、王远兴等^[13]研究发现卵叶娃儿藤总生物碱具有显著的抗肿瘤活性。为进一步探索其药理活性的物质基础和开发利用民族药用资源, 本研究对小白薇根的化学成分进行研究, 从中分离鉴定了

收稿日期: 2019-11-16
基金项目: 云南省科学技术厅云南中医学院应用基础研究联合专项 [2017FF117 (022)]; 云南中医药大学中药学院学科建设经费支持 (2019ZY005)
作者简介: 林玉萍 (1975—), 女, 博士生, 从事中药活性成分研究。Tel: 13529273362, E-mail: 11217005@qq.com
* 通信作者: 华 燕 (1969—), 女, 博士, 教授, 研究方向为中药活性成分。Tel: 13888668877, E-mail: 1026535163@qq.com

11 个单体化合物,且所有化合物均为首次从该植物中分离得到。

1 材料

AM-400 型核磁共振波谱仪 (TMS 为内标,德国 Bruker 公司); Autospec-3000 型质谱仪 (美国 Beckman 公司); Yanaco-241 型显微熔点仪测定 (温度未校正,日本 Yanaco 公司); 柱色谱所用硅胶 G (100~200、200~300 目)、薄层色谱硅胶 G 板 (青岛海洋化工厂); Sephadex LH-20 凝胶 (瑞士 Pharmacia 公司)。所用试剂为工业纯 (云南滇药业) 或分析纯 (中国天津市化学试剂一厂); 核磁氘代试剂 (美国 CIL 公司)。

小白薇药材 2018 年采自云南昆明,经云南中医药大学张洁副教授鉴定为萝藦科植物云南娃儿藤 *Tylophora yunnanensis* Schltr 的根。

2 提取与分离

小白薇根粗粉 (9.7 kg),用 90% 乙醇加热回流提取 3 次,每次 4 h,合并提取液浓缩得浸膏 (2.4 kg),加入适量水混悬至悬浮液,依次用石油醚、乙酸乙酯、正丁醇萃取,回收溶剂,得石油醚、乙酸乙酯、正丁醇萃取物。

取乙酸乙酯萃取物 (389.6 g) 经硅胶柱 (100~200 目),以石油醚-丙酮 (100:1~5:1),氯仿-甲醇 (50:1~1:1) 梯度洗脱,经 TLC 检查合并,划分为 20 个组分 A-1~A-20。其中 A-1 组分经硅胶柱 (200~300 目),石油醚-丙酮 (50:1~1:1),氯仿-甲醇 (50:1~10:1) 梯度洗脱,得 7 个组分,组分 2 经硅胶柱 (200~300 目),石油醚-丙酮 (50:1) 洗脱,分离得化合物 **9** (100 mg); 其中 A-3 组分经硅胶柱色谱 (200~300 目),石油醚-丙酮 (10:1~1:1),氯仿-甲醇 (50:1~10:1) 梯度洗脱,合并得 6 个组分,组分 3 经硅胶柱 (200~300 目),氯仿-甲醇 (20:1) 洗脱,分离得到化合物 **1** (200 mg); 组分 5 经硅胶柱 (200~300 目),石油醚-丙酮 (5:1) 洗脱, Sephadex LH-20 反复纯化,分离得化合物 **2** (23 mg); 组分 6 经硅胶柱色谱 (200~300 目),石油醚-丙酮 (3:1) 洗脱, Sephadex LH-20 纯化 (丙酮) 后,再经硅胶柱 (200~300 目),石油醚-乙酸乙酯 (5:1) 洗脱,分离得化合物 **3** (26 mg)。其中 A-7 组分经硅胶柱 (200~300 目),氯仿-甲醇 (20:1~10:1) 梯度洗脱,合并得 8 个组分,组分 2 经硅胶柱 (200~300 目),石油醚-丙酮 (10:1) 洗脱,再经 Sephadex LH-20 (氯仿-甲醇=3:2) 谱纯化,分离得化合物 **4**

(24 mg); 组分 5 经 Sephadex LH-20 纯化后,再经硅胶柱 (200~300 目),氯仿-甲醇 (20:1) 洗脱纯化,分离得化合物 **6** (14.2 mg); 组分 7 经硅胶柱 (200~300 目),石油醚-乙酸乙酯 (10:1) 洗脱,分离得化合物 **10** (200 mg)。其中 A-9 组分经硅胶柱 (200~300 目),氯仿-甲醇 (30:1~10:1) 梯度洗脱,得 5 个组分,组分 2 经硅胶柱 (200~300 目),石油醚-乙酸乙酯 (20:1) 洗脱,再经 Sephadex LH-20 纯化,分离得化合物 **7** (25.3 mg); 组分 3 经硅胶柱 (200~300 目),石油醚-乙酸乙酯 (10:1) 洗脱,再经 Sephadex LH-20 (丙酮) 纯化,分离得化合物 **5** (46 mg); 组分 3 经硅胶柱 (200~300 目),石油醚-丙酮 (10:1) 洗脱,再经 Sephadex LH-20 (氯仿-甲醇=3:2) 纯化,分离得化合物 **8** (38 mg)。其中 A-18 组分经硅胶柱 (200~300 目),氯仿-甲醇 (10:1~5:1) 梯度洗脱,合并得到 4 个组分,组分 3 经硅胶柱 (200~300 目),氯仿-甲醇 (10:1) 洗脱,再经重结晶,分离得化合物 **11** (50 mg)。

3 结构鉴定

化合物 **1**: 白色结晶 (甲醇), mp 106~109 °C; FeCl₃ 反应呈阳性。根据 EI-MS m/z : 137.2 [M + H]⁺, 推测分子式 C₈H₈O₂。¹H-NMR (400 MHz, CD₃OD) δ : 7.88 (2H, d, J = 8.4 Hz, H-2, 6), 6.84 (2H, d, J = 8.4 Hz, H-3, 5), 2.52 (3H, s, H-2'); ¹³C-NMR (100 MHz, CD₃OD) δ : 129.7 (C-1), 131.2 (C-2, 6), 163.4 (C-4), 115.9 (C-3, 5), 199.0 (C-1'), 25.8 (C-2')。以上数据与文献 [14] 基本一致,故鉴定为对羟基苯乙酮。

化合物 **2**: 白色粉末 (氯仿-甲醇), mp 142~144 °C; FeCl₃ 反应呈阳性。根据 EI-MS m/z : 153.2 [M + H]⁺, 推测分子式为 C₈H₈O₃。¹H-NMR (400 MHz, CD₃OD) δ : 7.66 (1H, d, J = 7.2, H-6), 6.34 (1H, dd, J = 7.2, 2.0, H-5), 6.23 (1H, d, J = 2.0 Hz, H-3), 2.48 (3H, s, H-2'); ¹³C-NMR (100 MHz, CD₃OD) δ : 113.4 (C-1), 164.2 (C-2), 104.7 (C-3), 163.8 (C-4), 109.2 (C-5), 130.6 (C-6), 198.8 (C-1'), 26.1 (C-2')。以上数据与文献 [15] 基本一致,故鉴定为 2, 4-二羟基苯乙酮。

化合物 **3**: 白色粉末 (甲醇), mp 112~113 °C; FeCl₃ 反应呈阳性。根据 EI-MS m/z : 153.2 [M + H]⁺, 推测分子式 C₈H₈O₃。¹H-NMR (400 MHz, CD₃OD) δ : 7.20 (1H, d, J = 2.4 Hz, H-2),

6.98 (1H, dd, $J = 7.1, 3.0$ Hz, H-6), 6.76 (1H, d, $J = 7.1$ Hz, H-5), 2.56 (3H, s, H-2'); $^{13}\text{C-NMR}$ (100 MHz, CD_3OD) δ : 125.9 (C-1), 119.6 (C-2), 150.6 (C-3), 156.5 (C-4), 116.4 (C-5), 120.7 (C-6), 206.0 (C-1'), 27.0 (C-2')。以上数据与文献 [16] 基本一致, 故鉴定为 3, 4-二羟基苯乙酮。

化合物 4: 无色针状结晶 (丙酮), mp 168~170 $^{\circ}\text{C}$; FeCl_3 反应呈阳性。根据 EI-MS m/z : 167.2 $[\text{M} + \text{H}]^+$, 推测分子式 $\text{C}_9\text{H}_{10}\text{O}_3$ 。 $^1\text{H-NMR}$ (400 MHz, CDCl_3) δ : 7.24 (1H, d, $J = 1.5$ Hz, H-2), 6.93 (1H, dd, $J = 8.6, 1.5$ Hz, H-6), 6.76 (1H, d, $J = 8.6$ Hz, H-5), 3.79 (3H, s, 4- OCH_3), 2.34 (3H, s, H-2'); $^{13}\text{C-NMR}$ (100 MHz, CDCl_3) δ : 129.5 (C-1), 116.2 (C-2), 148.7 (C-3), 155.4 (C-4), 114.3 (C-5), 121.8 (C-6), 203.5 (C-1'), 26.8 (C-2'), 58.4 (6- OCH_3)。以上数据与文献 [17] 基本一致, 故鉴定为 3-羟基-4-甲氧基苯乙酮。

化合物 5: 白色粉末 (氯仿), mp 190~194 $^{\circ}\text{C}$; Liebermann-Burchard 反应呈红色。根据 EI-MS m/z : 426.7 $[\text{M}]^+$, 推测分子式 $\text{C}_{30}\text{H}_{50}\text{O}$ 。 $^1\text{H-NMR}$ (400 MHz, CDCl_3) δ : 5.32 (1H, m, H-11), 3.23 (1H, m, 3-OH), 1.02, 0.98, 0.92, 0.81, 0.75, 0.72, 0.78, 0.76 (18H, s, $6 \times \text{CH}_3$), 0.90 (3H, d, $J = 4.6$ Hz, H-29), 0.88 (3H, d, $J = 4.6$ Hz, H-30); $^{13}\text{C-NMR}$ (100 MHz, CDCl_3) δ : 35.9 (C-1), 27.9 (C-2), 79.0 (C-3), 39.1 (C-4), 52.6 (C-5), 21.7 (C-6), 27.2 (C-7), 42.2 (C-8), 148.3 (C-9), 39.5 (C-10), 113.8 (C-11), 37.0 (C-12), 37.1 (C-13), 37.4 (C-14), 28.0 (C-15), 32.6 (C-16), 41.2 (C-17), 54.3 (C-18), 49.6 (C-19), 36.0 (C-20), 28.9 (C-21), 38.6 (C-22), 28.2 (C-23), 15.6 (C-24), 21.8 (C-25), 15.7 (C-26), 16.0 (C-27), 32.3 (C-28), 22.3 (C-29), 23.4 (C-30)。以上数据与文献 [18] 基本一致, 故鉴定为新白前醇。

化合物 6: 白色粉末 (氯仿), mp 241~243 $^{\circ}\text{C}$; Liebermann-Burchard 反应呈红色。根据 EI-MS m/z : 424.7 $[\text{M}]^+$, 推测分子式 $\text{C}_{30}\text{H}_{48}\text{O}$ 。 $^1\text{H-NMR}$ (400 MHz, CDCl_3) δ : 5.31 (1H, m, H-12), 1.21, 1.08, 1.06, 0.92, 0.78, 0.76 (18H, s, $6 \times \text{CH}_3$), 0.89 (3H, d, $J = 5$ Hz, H-29), 0.86 (3H, d, $J = 5$ Hz, H-30); $^{13}\text{C-NMR}$ (100 MHz,

CDCl_3) δ : 36.6 (C-1), 34.9 (C-2), 217.1 (C-3), 47.7 (C-4), 53.5 (C-5), 22.8 (C-6), 26.3 (C-7), 42.4 (C-8), 146.9 (C-9), 39.2 (C-10), 115.1 (C-11), 36.6 (C-12), 37.1 (C-13), 37.4 (C-14), 28.1 (C-15), 32.3 (C-16), 41.2 (C-17), 54.3 (C-18), 49.6 (C-19), 36.4 (C-20), 29.2 (C-21), 38.6 (C-22), 25.6 (C-23), 22.1 (C-24), 21.6 (C-25), 16.4 (C-26), 15.7 (C-27), 32.6 (C-28), 22.3 (C-29), 23.4 (C-30)。以上数据与文献 [18] 基本一致, 故鉴定为新白前酮。

化合物 7: 白色粉末 (甲醇), mp 155~157 $^{\circ}\text{C}$; Liebermann-Burchard 反应呈红色。根据 EI-MS m/z : 426.7 $[\text{M}]^+$, 推测分子式 $\text{C}_{30}\text{H}_{50}\text{O}$ 。 $^1\text{H-NMR}$ (400 MHz, $\text{C}_5\text{D}_5\text{N}$) δ : 5.13 (1H, t, H-12), 3.44 (1H, t, $J = 7.9$ Hz, H-3), 1.24, 1.21, 1.03, 1.02, 0.99, 0.94, 0.88 (21H, s, $7 \times \text{CH}_3$); $^{13}\text{C-NMR}$ (100 MHz, $\text{C}_5\text{D}_5\text{N}$) δ : 39.0 (C-1), 28.3 (C-2), 79.2 (C-3), 38.8 (C-4), 55.5 (C-5), 18.6 (C-6), 35.0 (C-7), 40.0 (C-8), 47.5 (C-9), 37.2 (C-10), 26.2 (C-11), 122.0 (C-12), 145.4 (C-13), 42.0 (C-14), 28.6 (C-15), 27.6 (C-16), 32.7 (C-17), 47.5 (C-18), 47.1 (C-19), 31.7 (C-20), 35.0 (C-21), 32.9 (C-22), 28.3 (C-23), 15.7 (C-24), 15.7 (C-25), 17.0 (C-26), 26.2 (C-27), 27.4 (C-28), 35.0 (C-29), 23.9 (C-30)。以上数据与文献 [19] 基本一致, 故鉴定为 β -香树脂醇。

化合物 8: 白色针状结晶 (氯仿), mp 178~179 $^{\circ}\text{C}$; Liebermann-Burchard 反应呈红色。根据 EI-MS m/z : 426.7 $[\text{M}]^+$, 推测分子式 $\text{C}_{30}\text{H}_{50}\text{O}$ 。 $^1\text{H-NMR}$ (400 MHz, CDCl_3) δ : 5.55 (1H, m, H-11), 3.47 (1H, m, H-3), 1.13, 1.04, 0.93, 0.88, 0.87, 0.80 (18H, s, $6 \times \text{CH}_3$), 0.88 (3H, d, $J = 5.6$ Hz, H-29), 0.89 (3H, d, $J = 5.6$ Hz, H-30); $^{13}\text{C-NMR}$ (100 MHz, $\text{C}_5\text{D}_5\text{N}$) δ : 35.9 (C-1), 28.3 (C-2), 76.8 (C-3), 41.3 (C-4), 54.5 (C-5), 21.2 (C-6), 28.7 (C-7), 44.7 (C-8), 140.7 (C-9), 33.4 (C-10), 121.5 (C-11), 39.3 (C-12), 42.5 (C-13), 37.3 (C-14), 29.5 (C-15), 39.7 (C-16), 33.4 (C-17), 48.3 (C-18), 29.5 (C-19), 36.4 (C-20), 30.7 (C-21), 40.0 (C-22), 25.3 (C-23), 23.4 (C-24), 20.6 (C-25), 16.6 (C-26), 15.4 (C-27),

30.8 (C-28), 27.3 (C-29), 27.8 (C-30)。以上数据与文献 [9] 基本一致, 故鉴定为娃儿藤乙素。

化合物 **9**: C₁₈H₃₆O₂, 白色粉末 (丙酮)。EI-MS *m/z*: 284.5 [M]⁺, 241.4, 185.3, 129.2, 73.1, 60.6, 43.0。¹H-NMR (400 MHz, CDCl₃) δ: 2.22 (2H, t, *J* = 7.5 Hz, H-2), 1.53 (2H, m, H-17), 1.18 (28H, brs, H-3 ~ 16), 0.83 (3H, t, *J* = 6.8 Hz, H-18); ¹³C-NMR (100 MHz, CDCl₃) δ: 177.5 (C-1), 34.2 (C-2), 24.9 (C-3), 29.1~29.7 (C-4~15), 32.4 (C-16), 22.7 (C-17), 14.1 (C-18)。以上数据与文献 [20] 基本一致, 故鉴定为硬脂酸。

化合物 **10**: 无色针状晶体 (丙酮), Liebermann-Burchard 反应先呈紫红色渐变为污绿色, mp 135~137 °C。¹H-NMR (CDCl₃, 400 MHz) δ: 5.34 (1H, d, *J* = 5.2 Hz), 3.50 (1H, m), 1.15 (3H, d, *J* = 7.2 Hz), 0.94 (3H, d, *J* = 6.5 Hz), 0.86 (3H, d, *J* = 7.5 Hz), 0.83 (3H, t, *J* = 2.5, 9.5 Hz), 0.82 (3H, s), 0.67 (3H, s); ¹³C-NMR (CDCl₃, 100 MHz) δ: 37.5 (C-1), 31.8 (C-2), 72.1 (C-3), 45.9 (C-4), 140.7 (C-5), 121.8 (C-6), 33.7 (C-7), 31.9 (C-8), 50.2 (C-9), 36.8 (C-10), 21.2 (C-11), 39.7 (C-12), 42.3 (C-13), 56.5 (C-14), 24.5 (C-15), 28.4 (C-16), 56.3 (C-17), 11.8 (C-18), 19.6 (C-19), 36.4 (C-20), 18.7 (C-21), 31.8 (C-22), 23.3 (C-23), 30.3 (C-24), 29.5 (C-25), 19.9 (C-26), 18.6 (C-27), 26.3 (C-28), 11.6 (C-29)。以上数据与文献 [21] 基本一致, 故鉴定为 β-谷甾醇。

化合物 **11**: 白色针状结晶 (丙酮), 乙酸酐-浓硫酸反应先紫红色渐变为污绿色。与胡萝卜苷标准品进行 TLC 对照, 多种展开系统下 R_f 值均一致, 故鉴定为胡萝卜苷。

4 讨论

本研究从小白薇根中分离得到 11 个化合物, 主要是三萜和多酚类, 其中化合物 **9** 为娃儿藤属植物中已报道的化合物。研究表明, 化合物 **1**、**3** 具有降血脂作用^[22-23]、化合物 **4** 具有降低肺动脉高压作用^[24]、化合物 **6~7** 具有抗炎作用^[25-26]、化合物 **8** 具有抗肿瘤作用^[27]。化合物 **6~7** 与民间常用小白薇治疗肝炎、肾炎等密切相关; 化合物 **8** 与小白薇具有清火利湿、解毒消痈等有关。三萜和多酚

类是彝药小白薇的活性物质基础, 将进一步进行化学成分和药理活性研究, 以期有助于佐证彝药小白薇的民间应用, 并为彝药小白薇植物资源的深入开发利用奠定基础。

参考文献:

[1] 中国科学院《中国植物志》编辑委员会. 中国植物志[M]. 北京: 科学出版社, 2002: 526.

[2] 杨本雷, 于惠祥. 中国彝族药学[M]. 昆明: 云南民族出版社, 2004: 156.

[3] 杨本雷, 饶文举. 中国彝族医学基础理论[M]. 昆明: 云南民族出版社, 2004: 42, 50, 187.

[4] 云南中草药整理组. 云南中草药[M]. 昆明: 云南人民出版社, 2011: 134.

[5] 王国强. 全国中草药汇编 (二) [M]. 北京: 人民卫生出版社, 2014: 200.

[6] 甄月英, 黄学石, 于德泉, 等. 卵叶娃儿藤中的抗癌活性生物碱 (英文) [J]. 植物学报, 2002, 44 (3): 349-353.

[7] 王红刚, 马远刚, 余伯阳, 等. 娃儿藤抗肿瘤活性部位的成分[J]. 中国天然药物, 2006, 4(5): 352-354.

[8] 黄学石. 有毒中草药三分丹抗肿瘤活性成份研究及非甾吡啶里西丁生物碱全合成研究[D]. 北京: 中国协和医科大学, 2002.

[9] 何顺志, 徐文芬. 贵州中草药资源研究[M]. 贵州科技出版社, 2007: 546-554.

[10] 陈 珠, 陈海丰, 杨彩霞, 等. 民族药小白薇的抗炎活性成分的初步研究[J]. 云南中医中药杂志, 2015, 36(8): 68-70.

[11] 杨超燕, 陈艳芬, 陶曙红, 等. 光叶娃儿藤镇痛抗炎作用的实验研究[J]. 中国民族民间医药, 2012, 21 (16): 47-48.

[12] 张成刚, 李建军, 汪晓慧, 等. 娃儿藤生物碱及其类似物的抗肿瘤构效关系研究进展[J]. 中国药物化学杂志, 2010, 20(5): 379-388.

[13] 王远兴, 贾素花, 曾雯瑜, 等. 卵叶娃儿藤生物碱对宫颈癌细胞株 HeLa 的体外作用[J]. 食品科学, 2008, 29(11): 609-611.

[14] 张树军, 马耀玲, 王金兰, 等. 艾蒿化学成分研究[J]. 中草药, 2019, 50(8): 1906-1914.

[15] 孙得峰, 孙敬勇, 郑重飞, 等. 泰山白首乌的化学成分研究[J]. 食品与药品, 2015, 17(2): 90-93.

[16] 丁华琴, 张玉娇, 蒋旭亮, 等. 3, 4-二羟基苯乙酮的合成[J]. 精细化工中间体, 2016, 46(5): 25-26; 44.

[17] 黄学石, 郜 嵩, 范丽华, 等. 三分丹化学成分的研究[J]. 中国中药杂志. 2004, 29(11): 1108-1109.

[18] 娄红祥, 李 铎, 朱廷儒. 华北白前中的新三萜成分[J]. 药学报, 1991, 26(8): 584-592.

[19] 娄京荣, 郑重飞, 李 莹, 等. 花椒茎的化学成分[J]. 中国实验方剂学杂志, 2019, 25(11): 161-166.

[20] 付小梅, 吴志瑰, 裴建国, 等. 蒙古苍耳草化学成分研究 (II) [J]. 中药材, 2017, 40(2): 350-353.

[21] 李婷婷, 王德智, 钟惠民. 植物狮子尾的化学成分[J]. 青岛科技大学学报 (自然科学版), 2007, 28(4): 294-295; 299.

[22] 张 瑱, 贺兴冬, 季 申, 等. 对羟基苯乙酮降血脂作用的研究[J]. 世界临床药物, 2010, 31(10): 599-602.

[23] 张代娟, 刘江月, 王建英. 3, 4-二羟基苯乙酮通过 AMPK 途径降低肝细胞及肝脏组织的甘油三酯含量[J]. 中国病理生理杂志, 2018, 34(10): 1855-1860.

[24] 林春龙, 张珍祥, 徐永健, 等. 青心酮对慢性阻塞性肺疾病的治疗机制探讨[J]. 中华结核和呼吸杂志, 1995, 18(2): 97-8.

[25] 王建寰, 吴秀丽, 万清玉, 等. 大鼠大脑皮层细胞膜色谱法筛选老瓜头镇痛活性成分研究[J]. 天然产物研究与开发, 2016, 28(7): 996-1000; 1028.

[26] Pinto S A H, Pinto L M S, Cunha G M A, *et al.* Anti-inflammatory effect of α , β -amyrin, a pentacyclic triterpene from *Protium heptaphyllum* in rat model of acute periodontitis[J]. *Inflammopharmacology*, 2008, 16(1): 48-52.

[27] 张民庆, 龚惠明. 抗肿瘤中药的临床应用[M]. 北京: 人民卫生出版社, 1998.

血三七正丁醇部位化学成分的研究

赵 凡^{1,2}, 戴 湾^{1#}, 李翎熙¹, 李 漓¹, 蔡 佳¹, 肖玉琴¹, 许光明^{1*}, 周小江^{1*}
(1. 湖南中医药大学, 湖南 长沙 410208; 2. 岳阳市中医院, 湖南 岳阳 414000)

摘要: **目的** 研究血三七 (*Polygonum amplexicaule* D. Don var. *Sinense* Forbes et Hemsl) 正丁醇部位的化学成分。 **方法** 血三七 70% 乙醇提取物正丁醇部位采用薄层色谱、正相硅胶、反相硅胶、大孔树脂、Sephadex LH-20、制备薄层、半制备 HPLC 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 11 个化合物, 分别鉴定为大黄素 (1)、槲皮素 (2)、阿魏酸 (3)、对羟基苯乙醇 (4)、胡萝卜苷 (5)、白藜芦醇 (6)、苯甲醇-*O*- β -*D*-吡喃葡萄糖苷 (7)、对甲氧基甲苯 (8)、(1*R*, 2*R*, 4*S*) -*p*-menthane-1, 2, 8-triol 1-*O*- β -*D*-glucopyranoside (9)、bergenin-11-*O*-*p*-hydroxybenzoate (10)、11-*O*-(4'-*O*-methylgalloyl)-bergenin (11)。 **结论** 化合物 6~11 均为首次从该植物中分离得到。

关键词: 血三七; 正丁醇部位; 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(2020)09-2346-05

doi: 10.3969/j.issn.1001-1528.2020.09.019

Chemical constituents from the *n*-butanol fraction of *Polygonum amplexicaule*

ZHAO Fan^{1,2}, DAI Wan^{1#}, LI Ling-xi¹, LI Li¹, CAI Jia¹, XIAO Yu-qin¹, XU Guang-ming^{1*}, ZHOU Xiao-jiang^{1*}
(1. Hunan University of Chinese Medicine, Changsha 410208, China; 2. Yueyang Manicipal Hospital of Traditional Chinese Medicine, Yueyang 414000, China)

ABSTRACT: AIM To study the chemical constituents from *n*-butanol fraction of *Polygonum amplexicaule* D. Don var. *sinense* Forbes et Hemsl. **METHODS** The *n*-butanol fraction of 70% ethanol extract extract from *P. amplexicaule* was isolated and purified by TLC, normal-phase silica, reverse silica, macroporous resin, Sephadex LH-20, preparative TLC and semi-preparative HPLC, then the structures of obtained compounds were identified by

收稿日期: 2019-09-28

基金项目: 湖南省科技计划项目 (2015JC3074); 湖南省中药饮片标准化及功能工程技术研究中心项目 (BG201803); 湖南省大学生研究性学习和创新实验计划课题 (201824); 湖南中医药大学一层次学科中药学资助 (2018-3)

作者简介: 赵 凡 (1993—), 男, 硕士生, 研究方向为中药学。Tel: 18773158135, E-mail: 939423556@qq.com

#并列第一作者: 戴 湾 (1996—), 女, 研究方向为中药学。Tel: 13548941347, E-mail: 937756198@qq.com

*通信作者: 许光明 (1969—), 男, 博士, 副教授, 从事中药药效物质基础研究。Tel: 13768138416, E-mail: 1052262329@qq.com

周小江 (1968—), 男, 博士, 博士生导师, 从事中药有效成分研究与新药开发。Tel: 13975881166, E-mail: gale9888@163.com