

[成分分析]

薰衣草残渣化学成分及其生物活性

古丽妮尔·阿布力克木^{1,2}, 尼格尔热依·亚迪卡尔³, 阿吉艾克拜尔·艾萨^{2*}

(1. 新疆医科大学, 新疆 乌鲁木齐 830054; 2. 中国科学院新疆理化技术研究所植物资源化学重点实验室, 新疆 乌鲁木齐 830011; 3. 新疆农业大学食品科学与药学院, 新疆 乌鲁木齐 830052)

摘要: 目的 研究薰衣草 *Lavandula angustifolia* Mill. 残渣的化学成分及其生物活性。方法 薰衣草残渣的正丁醇部位采用硅胶、Sephadex LH-20、ODS、半制备高效液相进行分离纯化, 根据理化性质及波谱数据鉴定所得化合物的结构。检测抗氧化、降糖活性。结果 从中分离得到 10 个化合物, 分别鉴定为木樨草素-4'-O-β-D-葡萄糖醛酸苷 (1)、木樨草素-3'-O-β-D- (6'-甲基) -葡萄糖醛酸苷 (2)、木樨草素-7-O-β-D-葡萄糖醛酸苷 (3)、木樨草素-7-O-β- (6'-甲基) -葡萄糖醛酸苷 (4)、芹菜素-7-O-β-D-葡萄糖醛酸苷 (5)、芹菜素-7-O-β-D- (6'-甲基) -葡萄糖醛酸苷 (6)、芹菜素-7-O-β-D- (6'-乙基) -葡萄糖醛酸苷 (7)、芹菜素-7-O-β-D- (6'-丁基) -葡萄糖醛酸苷 (8)、(7S, 8R) -二氢去氢二愈创木基醇葡萄糖苷 (9)、木樨草素 (10)。化合物 1、3~4 对 DPPH 表现出较强的抗氧化活性, 化合物 3、7~8 对 PTP1B 表现出较好的抑制作用。结论 化合物 1、2、5、7~10 为首次从该植物中分离得到, 化合物 1、3、4、7~8 有较强的生物活性。

关键词: 薰衣草; 残渣; 化学成分; 分离鉴定; 抗氧化活性; 降糖活性

中图分类号: R284.1

文献标志码: A

文章编号: 1001-1528(2019)04-0818-05

doi: 10.3969/j.issn.1001-1528.2019.04.021

Chemical constituents from the residue of *Lavandula angustifolia* and their biological activities

GULNIGAR Ablikim^{1,2}, NIGARY Yadikar³, HAJIAKBER Aisa^{2*}

(1. Xinjiang Medical University, Urumqi 830054, China; 2. Key Laboratory of Plant Resources and Chemistry, Xinjiang Technical Institute of Physics and Chemistry, Chinese Academy of Sciences, Urumqi 830011, China; 3. College of Food Science and Pharmaceutical Science, Xinjiang Agricultural University, Urumqi 830052, China)

ABSTRACT: AIM To study the chemical constituents from the residue of *Lavandula angustifolia* Mill and their biological activities. **METHODS** The *n*-butanol fraction of the residue of *L. angustifolia* was isolated and purified by silica, Sephadex LH-20, ODS and semi-preparative HPLC, then the structures of obtained compounds were identified by physicochemical properties and spectral data. The antioxidant and hypoglycemic activities were evaluated. **RESULTS** Ten compounds were isolated and identified as luteolin-4'-O-β-D-glucopyranosiduronic acid (1), luteolin-3'-O-β-D- (6'-methyl) -glucopyranosiduronic acid (2), luteolin-7-O-β-D-glucuronopyranoside (3), luteolin-7-O-β-D- (6"-methyl) -glucuronopyranoside (4), apigenin-7-O-β-D-glucuronide (5), apigenin-7-O-β-D- (6"-methyl) -glucuronide (6), apigenin-7-O-β-D-glucopyranosiduronic acid, 5-hydroxy-2- (4-hydroxy-phenyl) -4-oxo-4H-1-benzopyran-7yl, ehtyl ester (7), apigenin-7-O-β-D-glucopyranosiduronic acid, 5-hydroxy-2- (4-hydroxyphenyl) -4-oxo-4H-1-benzopyran-7yl, ehtyl ester (8), (7S, 8R) -urolignoside (9), luteolin (10). Compounds 1, 3~4 showed strong antioxidant activities against DPPH. Compounds 3, 7~8 exhibited good inhibitory activities against PTP1B. **CONCLUSION** Compounds 1, 2, 5, 7~10 are isolated from this plant for the first time, and compounds 1, 3, 4, 7~8 have strong biological activities.

收稿日期: 2018-11-19

基金项目: 新疆农业大学前期资助课题 (XJAU201715)

作者简介: 古丽妮尔·阿布力克木(1992—), 女(维吾尔族), 硕士生, 研究方向为生药学。E-mail: gulinigarablikim@126.com

*通信作者: 阿吉艾克拜尔·艾萨(1965—), 男(维吾尔族), 博士, 研究员, 研究方向为天然药物化学。E-mail: haji@ms.xjb.ac.cn

KEY WORDS: *Lavandula angustifolia* Mill; residue; chemical constituents; isolation and identification; antioxidant activity; hypoglycemic activity

薰衣草 *Lavandula angustifolia* Mill. 隶属于唇形科薰衣草属, 是一种名贵的香料植物, 原产于地中海地区, 1952年引入我国, 现已在新疆伊犁地区大面积种植, 占全国90%以上^[1]。薰衣草富含精油、单宁、香豆素、类黄酮、类多酚等多种化学成分^[2], 以其作为原料提取出的物质在医药、食品、化妆品等方面具有广泛应用^[3-4], 研究表明, 薰衣草精油具有抗氧化^[5]、抗真菌^[6]、镇静催眠^[7]、抗焦虑^[8]等功效, 但其在薰衣草干花中的含有量只有1.5%左右^[9], 若直接丢弃去精油后的残渣将造成极大的资源浪费^[10]。目前国内外对其研究主要集中在挥发油, 但对精油提取后残渣成分的报道很少^[11]。本实验以薰衣草经水蒸气蒸馏法提取精油后的残渣为对象, 对其正丁醇部位进行系统的成分分析, 从中分离并鉴定得到10个化合物, 并检测其抗氧化、降糖活性。

1 材料

Varian VNMRS600核磁共振仪(美国瓦里安公司); Sephadex LH-20(瑞典GE医疗集团); Dionex UltiMate 3000分析液相色谱仪(美国赛默飞世尔科技公司); Waters X-Select HSS T3色谱柱(4.6 mm×250 mm, 5 μm, 美国沃特世公司); 岛津Waters X-Select CSH Prop C₁₈色谱柱(10 mm×150 mm, 5 μm)、岛津制备液相色谱仪(日本岛津公司); 快速纯化制备色谱仪(美国赛默飞世尔科技公司); 柱色谱硅胶100~200、200~300目和薄层色谱硅胶GF₂₅₄(烟台化工科技开发实验厂)。甲醇、氯仿为工业试剂经重蒸处理; 其余均为分析纯。薰衣草地上部分于2014年6月采自于新疆伊犁地区新疆生产建设兵团农四师, 经中国科学院新疆地理生态研究所标本馆分类研究室冯樱副研究员鉴定为薰衣草改良品种新薰二号。

2 提取与分离

取药材正丁醇部位浸膏约500 g, 4 L纯净水充分溶解后吸附于6 L大孔吸附树脂中, 静置过夜, 然后依次用纯净水、5%、10%、15%、20%、25%、30%、40%、50%、65%、80%、95%乙醇洗脱, 将洗脱液浓缩蒸干, 薄层层析法(TLC)检验合并相同流份后, 得到9个组分Bu-A~Bu-I。

Bu-D组分(30.4 g)用Flash快速分离色谱仪进行粗分, 氯仿-甲醇梯度洗脱(4%~100%甲

醇), TLC和HPLC法分析合并, 得到16个组分BuD1~BuD16, 再依次选用Sephadex LH-20、ODS、硅胶柱层析、半制备型HPLC等分离纯化, 得化合物1~8。Bu-G组分(28.7 g)经Flash快速分化色谱仪, 水-甲醇梯度洗脱(10%~100%甲醇), HPLC法分析合并, 得6个组分BuG1~BuG6, 依次经Sephadex LH-20、硅胶柱、半制备型HPLC分离, 得化合物9、10。

3 结构鉴定

化合物1: 黄色无定型粉末(MeOH), 香草醛-浓硫酸反应显黄色, 分子式C₂₁H₁₈O₁₂; ESI-MS *m/z*: 463 [M+H]⁺。¹H-NMR(600 MHz, DMSO-*d*₆) δ: 12.90 (1H, s, -OH), 7.52 (1H, dd, *J*=8.6, 2.3 Hz, H-6'), 7.50 (1H, d, *J*=2.3 Hz, H-2'), 7.20 (1H, d, *J*=8.6 Hz, H-5'), 6.81 (1H, s, H-3), 6.49 (1H, d, *J*=2.1 Hz, H-8), 6.20 (1H, d, *J*=2.1 Hz, H-6), 5.05 (1H, d, *J*=7.3 Hz, H-1''), 3.87 (1H, d, *J*=9.4 Hz, H-5''), 3.39 (1H, dd, *J*=8.5, 9.4 Hz, H-4''), 3.36 (1H, dd, *J*=8.6, 7.3 Hz, H-2''), 3.35 (1H, dd, *J*=8.8, 8.6 Hz, H-3''); ¹³C-NMR(150 MHz, DMSO-*d*₆) δ: 181.7 (C-4), 170.3 (C-6''), 164.3 (C-7), 163.1 (C-2), 161.4 (C-5), 157.3 (C-9), 148.1 (C-4'), 147.0 (C-3'), 124.8 (C-1'), 118.4 (C-6'), 115.9 (C-5'), 113.7 (C-2'), 104.1 (C-3), 103.7 (C-10), 100.7 (C-1''), 98.9 (C-6), 94.0 (C-8), 75.3 (C-3''), 75.1 (C-5''), 72.9 (C-2''), 71.5 (C-4'')。以上数据与文献[12]基本一致, 故鉴定为木樨草素-4'-O-β-D-葡萄糖醛酸苷。

化合物2: 黄色无定型粉末(MeOH), 香草醛-浓硫酸反应显黄色, 分子式C₂₂H₂₀O₁₂; ESI-MS *m/z*: 477 [M+H]⁺。¹H-NMR(400 MHz, DMSO-*d*₆) δ: 12.90 (1H, brs, -OH), 7.53 (1H, dd, *J*=8.5, 2.2 Hz, H-6'), 7.50 (1H, d, *J*=2.2 Hz, H-2'), 7.18 (1H, d, *J*=8.5 Hz, H-5'), 6.82 (1H, s, H-3), 6.49 (1H, d, *J*=2.0 Hz, H-8), 6.21 (1H, d, *J*=2.0 Hz, H-6), 5.48 (1H, brs, -OH), 5.31 (1H, brs, -OH), 5.17 (1H, d, *J*=7.3 Hz, H-1''), 4.14 (1H, d, *J*=9.4 Hz, H-5''), 3.68 (1H, s, -OCH₃), 3.39 (1H, m, H-3''), 3.39 (1H, m, H-2''), 3.44 (1H, m, H-4''); ¹³C-NMR(100 MHz,

DMSO- d_6) δ : 181.7 (C-4), 169.1 (C-6'') 164.3 (C-2), 163.1 (C-7), 161.4 (C-5), 157.3 (C-9), 148.0 (C-4'), 146.9 (C-3'), 124.9 (C-1'), 118.4 (C-6'), 115.6 (C-5'), 113.7 (C-2'), 104.0 (C-3), 103.7 (C-10), 100.2 (C-1''), 98.9 (C-6), 94.0 (C-8), 75.1 (C-5''), 75.0 (C-3''), 72.8 (C-2''), 71.4 (C-4''), 52.0 (-OCH₃)。以上数据除了6'-甲基信号外,其余信号与文献[12]基本一致,故鉴定为木樨草素-3'-O- β -D-(6'-甲基)-葡萄糖醛酸苷。

化合物3: 黄色无定型粉末(MeOH),香草醛-浓硫酸反应显黄色,分子式C₂₁H₁₈O₁₂; ESI-MS m/z : 463 [M+H]⁺。¹H-NMR (600 MHz, DMSO- d_6) δ : 12.99 (1H, brs, 5-OH), 7.44 (1H, m, H-6') 7.43 (1H, m, H-2'), 6.90 (1H, d, J =8.2 Hz, H-5'), 6.80 (1H, d, J =2.1 Hz, H-8), 6.74 (1H, s, H-3), 6.45 (1H, d, J =2.1 Hz, H-6), 5.45 (1H, brs, -OH), 5.20 (1H, d, J =7.5 Hz, H-1''), 3.88 (1H, brd, J =7.1 Hz, H-5''), 3.32 (1H, m, H-3''), 3.32 (1H, m, H-4''), 3.28 (1H, m, H-2''); ¹³C-NMR (150 MHz, DMSO- d_6) δ : 181.8 (C-4), 170.8 (C-6''), 164.4 (C-2), 162.6 (C-7), 161.1 (C-5), 156.9 (C-9), 149.9 (C-4'), 145.7 (C-3'), 121.3 (C-1'), 119.1 (C-6'), 116.0 (C-5'), 113.5 (C-2'), 105.3 (C-10), 103.1 (C-3), 99.4 (C-6), 99.3 (C-1''), 94.5 (C-8), 75.9 (C-3''), 74.8 (C-5''), 72.8 (C-2''), 71.5 (C-4'')。以上数据与文献[13]基本一致,故鉴定为木樨草素-7-O- β -D-葡萄糖醛酸苷。

化合物4: 黄色无定型粉末(MeOH),香草醛-浓硫酸反应显黄色,分子式C₂₂H₂₀O₁₂; ESI-MS m/z : 477 [M+H]⁺。¹H-NMR (400 MHz, DMSO- d_6) δ : 13.01 (1H, s, -OH), 9.85 (1H, brs, -OH), 9.48 (1H, brs, -OH), 7.45 (1H, dd, J =8.3, 2.2 Hz, H-6'), 7.42 (1H, d, J =2.2 Hz, H-2'), 6.91 (1H, d, J =8.3 Hz, H-5'), 6.82 (1H, d, J =2.1 Hz, H-8), 6.75 (1H, s, H-3), 6.47 (1H, d, J =2.1 Hz, H-6), 5.56 (1H, brs, -OH), 5.48 (1H, brs, -OH), 5.34 (1H, d, J =7.5 Hz, H-1''), 4.21 (1H, J =9.4 Hz, H-5''), 3.67 (1H, s, -OCH₃), 3.41 (1H, dd, J =8.9, 9.4 Hz, H-4''), 3.35 (1H, t, J =8.9 Hz, H-3''), 3.31 (1H, dd, J =8.9, 7.5 Hz, H-2''); ¹³C-NMR (100 MHz, DMSO- d_6) δ : 181.8 (C-4), 169.1 (C-6''), 164.5 (C-2), 162.4

(C-7), 161.1 (C-5), 156.9 (C-9), 149.9 (C-4'), 145.7 (C-3'), 121.3 (C-1'), 119.1 (C-6'), 115.9 (C-5'), 113.5 (C-2'), 105.4 (C-10), 103.1 (C-3), 99.3 (C-6), 99.0 (C-1''), 94.5 (C-8), 75.3 (C-3''), 75.1 (C-5''), 72.7 (C-2''), 71.3 (C-4''), 51.9 (-OCH₃)。以上数据与文献[14]基本一致,故鉴定为木樨草素7-O- β -(6'-甲基)-葡萄糖醛酸苷。

化合物5: 黄色无定型粉末(MeOH),香草醛-浓硫酸反应显黄色,分子式C₂₁H₁₈O₁₁; ESI-MS m/z : 447 [M+H]⁺。¹H-NMR (400 MHz, DMSO- d_6) δ : 12.97 (1H, brs, 5-OH), 7.94 (1H, d, J =8.5 Hz, H-2'), 7.94 (1H, d, J =8.5 Hz, H-6'), 6.94 (1H, d, J =8.5 Hz, H-3'), 6.94 (1H, d, J =8.5 Hz, H-5'), 6.84 (1H, s, H-3), 6.84 (1H, d, J =2.0 Hz, H-8), 6.45 (1H, d, J =2.0 Hz, H-6), 5.49 (1H, brs, OH), 5.21 (1H, d, J =7.4 Hz, H-1''), 3.92 (1H, brd, J =8.5 Hz, H-5''), 3.34 (1H, m, H-4''), 3.33 (1H, m, H-3''), 3.29 (1H, m, H-2''); ¹³C-NMR (100 MHz, DMSO- d_6) δ : 181.9 (C-4), 170.7 (C-6''), 164.2 (C-2), 162.6 (C-7), 161.4 (C-4') 161.1 (C-5), 156.9 (C-9), 128.5 (C-2'), 128.5 (C-6'), 120.9 (C-1'), 116.0 (C-3'), 116.0 (C-5'), 105.3 (C-10), 103.0 (C-3), 99.4 (C-6), 99.2 (C-1''), 94.6 (C-8), 75.9 (C-3''), 74.8 (C-5''), 72.8 (C-2''), 71.4 (C-4'')。以上数据与文献[15]基本一致,故鉴定为芹菜素-7-O- β -D-葡萄糖醛酸苷。

化合物6: 黄色无定型粉末(MeOH),香草醛-浓硫酸反应显黄色,分子式C₂₂H₂₀O₁₁; ESI-MS m/z : 461 [M+H]⁺。¹H-NMR (400 MHz, DMSO- d_6) δ : 12.99 (1H, s, 5-OH), 10.40 (1H, s, -OH), 7.96 (1H, d, J =8.8 Hz, H-2'), 7.96 (1H, d, J =8.8 Hz, H-6'), 6.95 (1H, d, J =8.8 Hz, H-5'), 6.87 (1H, s, H-3), 6.86 (1H, d, J =2.0 Hz, H-8), 6.48 (1H, d, J =2.0 Hz, H-6), 5.57 (1H, d, J =4.6 Hz, -OH), 5.48 (1H, d, J =5.4 Hz, -OH), 5.32 (1H, d, J =7.2 Hz, H-1''), 4.21 (1H, d, J =9.4 Hz, H-5''), 3.67 (1H, s, -OCH₃), 3.27~3.46 (m, H-2''), 3.27~3.46 (m, H-3''), 3.27~3.46 (m, H-4''); ¹³C-NMR (100 MHz, DMSO- d_6) δ : 181.9 (C-4), 169.1 (C-6''), 164.2 (C-2), 162.40 (C-7), 161.3 (C-4'),

161.1 (C-5), 156.9 (C-9), 128.6 (C-2'), 128.6 (C-6'), 121.0 (C-1'), 115.9 (C-3'), 115.9 (C-5'), 105.4 (C-10), 103.1 (C-3), 99.2 (C-6), 99.0 (C-1''), 94.6 (C-8), 75.4 (C-3''), 75.1 (C-5''), 72.7 (C-2''), 71.3 (C-4''), 51.98 (-OCH₃)。以上数据与文献[15]基本一致,故鉴定为芹菜素-7-O- β -D-(6'-甲基)-葡萄糖醛酸苷。

化合物7:黄色无定型粉末(MeOH),香草醛-浓硫酸反应显黄色,分子式C₂₃H₂₂O₁₁;ESI-MS m/z: 475 [M+H]⁺。¹H-NMR (600 MHz, DMSO-d₆) δ : 12.94 (1H, brs, 5-OH), 7.95 (1H, d, J=8.4 Hz, H-6'), 7.95 (1H, d, J=8.4 Hz, H-2'), 6.94 (1H, d, J=8.4 Hz, H-3'), 6.94 (1H, d, J=8.4 Hz, H-5'), 6.87 (1H, s, H-3), 6.86 (1H, brs, H-8), 6.47 (1H, brs, H-6), 5.31 (1H, d, J=7.23 Hz, H-1''), 4.17 (1H, d, J=9.6 Hz, H-5''), 4.12 (2H, m, -OCH₂), 3.42 (1H, m, H-4''), 3.35 (1H, m, H-3''), 3.31 (1H, m, H-2''), 1.20 (1H, t, J=7.1 Hz, -CH₃); ¹³C-NMR (150 MHz, DMSO-d₆) δ : 181.9 (C-4), 168.6 (C-6'), 164.3 (C-2), 162.4 (C-7), 162.4 (C-4'), 161.5 (C-5), 156.9 (C-9), 128.5 (C-2'), 128.5 (C-6'), 120.8 (C-1'), 116.0 (C-3'), 116.0 (C-5'), 105.5 (C-10), 103.1 (C-3), 99.3 (C-6), 99.1 (C-1''), 94.6 (C-8), 75.4 (C-3''), 75.2 (C-5''), 72.7 (C-2''), 71.2 (C-4''), 60.7 (-OCH₂), 13.9 (-CH₃)。以上数据与文献[16]基本一致,故鉴定为芹菜素-7-O- β -D-(6'-乙基)-葡萄糖醛酸苷。

化合物8:黄色无定型粉末(MeOH),香草醛-浓硫酸反应显黄色,分子式C₂₅H₂₆O₁₁;ESI-MS m/z: 503 [M+H]⁺。¹H-NMR (600 MHz, DMSO-d₆) δ : 12.94 (1H, brs, 5-OH), 7.95 (1H, d, J=8.8 Hz, H-2'), 7.95 (1H, d, J=8.8 Hz, H-6'), 6.94 (1H, d, J=8.8 Hz, H-3'), 6.94 (1H, d, J=8.8 Hz, H-5'), 6.87 (1H, s, H-3), 6.85 (1H, d, J=2.0 Hz, H-8), 6.47 (1H, d, J=2.0 Hz, H-6), 5.58 (1H, brs, -OH), 5.46 (1H, brs, -OH), 5.31 (1H, d, J=7.4 Hz, H-1''), 4.17 (1H, d, J=9.7 Hz, H-5''), 4.11 (1H, dt, J=11.0, 6.6 Hz, -OCH₂), 4.06 (1H, dt, J=11.0, 6.5 Hz, -OCH₂), 3.42 (1H, m, H-4''), 3.35 (1H, m, H-3''), 3.31 (1H, m, H-2''), 1.55 (2H, m, -CH₂), 1.32 (2H, m, -CH₂), 0.83 (3H, t, J=7.4 Hz, -CH₃); ¹³C-NMR (150 MHz, DMSO-d₆) δ : 181.9 (C-4),

168.6 (C-6''), 164.2 (C-2), 162.3 (C-7), 161.5 (C-4''), 161.1 (C-5), 156.9 (C-9), 128.5 (C-2''), 128.5 (C-6''), 120.8 (C-1''), 116.0 (C-3''), 116.0 (C-5''), 105.4 (C-10), 103.0 (C-3), 99.3 (C-6), 99.2 (C-1''), 94.6 (C-8), 75.5 (C-3''), 75.1 (C-5''), 72.7 (C-2''), 71.1 (C-4''), 64.3 (-OCH₂), 29.99 (-CH₂), 18.45 (-CH₂), 13.4 (-CH₃)。以上数据与文献[15]基本一致,故鉴定为芹菜素-7-O- β -D-(6'-丁基)-葡萄糖醛酸苷。

化合物9:黄色油状物(MeOH),分子式C₂₆H₃₄O₁₁;ESI-MS m/z: 545 [M+Na]⁺。¹H-NMR (600 MHz, DMSO-d₆) δ : 7.06 (1H, d, J=8.4 Hz, H-5), 6.97 (1H, brs, H-2), 6.85 (1H, d, J=8.4 Hz, H-6), 6.69 (1H, brs, H-2''), 6.69 (1H, brs, H-6''), 5.47 (1H, d, J=6.4 Hz, H-7), 4.89 (1H, d, J=6.7 Hz, H-1''), 3.78 (1H, s, 3'-OCH₃), 3.75 (1H, s, 3-OCH₃), 3.71 (1H, dd, J=10.7, 5.4 Hz, H-9), 3.66 (1H, dd, J=11.7, 4.4 Hz, H-6''), 3.61 (1H, m, H-9), 3.45 (1H, m, H-6''), 3.42 (1H, m, H-8), 3.41 (2H, t, J=6.4 Hz, H-9''), 3.28 (1H, m, H-5''), 3.25 (1H, m, H-2''), 3.25 (1H, m, H-3''), 3.15 (1H, m, H-4''), 2.53 (2H, t, J=7.5 Hz, H-7''), 1.69 (2H, m, H-8'); ¹³C-NMR (150 MHz, DMSO-d₆) δ : 148.9 (C-3), 146.1 (C-4), 145.5 (C-4'), 143.3 (C-3'), 135.5 (C-1), 135.2 (C-1''), 128.8 (C-5''), 118.0 (C-6), 116.4 (C-6''), 115.3 (C-5), 112.4 (C-2''), 110.3 (C-2), 100.0 (C-1''), 86.5 (C-7), 77.0 (C-5''), 76.8 (C-3''), 73.2 (C-2''), 69.6 (C-4''), 63.0 (C-9), 60.6 (C-6''), 60.2 (C-9''), 55.7 (3-OCH₃), 55.7 (3'-OCH₃), 53.5 (C-8), 34.7 (C-8''), 31.5 (C-7'')。以上数据与文献[17]基本一致,故鉴定为(7S, 8R)-二氢去氢二愈创木基醇葡萄糖苷。

化合物10:黄色无定型粉末(MeOH),香草醛-浓硫酸反应显黄色,分子式C₁₅H₁₀O₆;ESI-MS m/z: 287 [M+H]⁺。¹H-NMR (400 MHz, DMSO-d₆) δ : 12.98 (1H, s, 5-OH), 10.79 (1H, brs, -OH), 9.56 (1H, brs, -OH), 7.41 (1H, dd, J=8.2, 2.2 Hz, H-6''), 7.40 (1H, d, J=2.2 Hz, H-2''), 6.89 (1H, d, J=8.2 Hz, H-5''), 6.67 (1H, s, H-3), 6.45 (1H, d, J=2.1 Hz, H-8), 6.19 (1H, d, J=2.1 Hz, H-6); ¹³C-NMR (100 MHz, DMSO-d₆) δ : 181.6 (C-4), 164.1 (C-2), 163.8 (C-7), 161.4

(C-5), 157.2 (C-9), 149.6 (C-4'), 145.7 (C-3'), 121.0 (C-1'), 118.9 (C-6'), 116.0 (C-2'), 113.3 (C-5'), 103.6 (C-10), 102.8 (C-3), 98.8 (C-6), 93.8 (C-8)。以上数据与文献[18]基本一致, 故鉴定为木樨草素。

4 活性筛选

薰衣草精油具有抗氧化、抗真菌、抗炎止痛、抗焦虑^[8]等功效, 因此对已分离得到的化合物进行了抗氧化活性(DPPH)和降糖活性(PTP1B)筛选, 结果见表1。

表1 生物活性 IC_{50} 值 ($\bar{x} \pm s$)

Fig. 1 IC_{50} values of biological activities ($\bar{x} \pm s$)

化合物	抗氧化活性 IC_{50} / ($\mu\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$)	降糖活性 IC_{50} / ($\mu\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$)
1	32.71 \pm 2.11	-
2	173.33 \pm 9.96	-
3	26.83 \pm 1.94	56.57 \pm 3.82
4	16.98 \pm 0.94	-
5	134.72 \pm 7.26	-
6	300.77 \pm 15.17	-
7	-	12.12 \pm 0.73
8	-	17.64 \pm 0.98
9	-	-
10	-	-
维生素C	30.32 \pm 2.38	-
PTP1B抑制剂	-	1.94 \pm 0.27

5 讨论

本研究采用多种现代色谱手段从薰衣草去精油后残渣的正丁醇部位分离得到10个黄酮苷类化合物, 发现化合物1、3~4具有较强的抗氧化活性, 与阳性对照(维生素C)相当; 化合物3、7~8具有温和的降糖活性, 有待进一步研究, 其余化合物未表现出抗氧化或降糖活性。实验结果可为伊犁地区薰衣草的开发利用和残渣中化学成分及其生物活性的筛选提供理论和实验依据。

参考文献:

[1] 李紫薇, 张艺, 欧阳艳, 等. 薰衣草叶子化学成分分析与抗氧化活性[J]. 广州化工, 2016, 44(10): 64-65, 75.

- [2] 宋旺弟, 刘盼盼, 陈文. 分子蒸馏纯化薰衣草精油主要成分的HS_SPME_GC分析[J]. 食品工业科技, 2018, 39(2): 196-201, 206.
- [3] 尼格尔热依·亚迪卡尔. 薰衣草精油蒸馏残渣化学成分及其生物活性研究[D]. 北京: 中国科学院大学, 2017.
- [4] 张秋霞, 江英, 张志强. 薰衣草精油的研究进展[J]. 香料香精化妆品, 2006, 12(6): 21-24.
- [5] 胡喜兰, 韩照祥, 刘玉芬, 等. 薰衣草挥发油的抗氧化活性测定和成分比较[J]. 食品科技, 2006, 9(3): 115-117.
- [6] 胡坤. 薰衣草精油化学成分及抗菌活性研究[J]. 黑河学院学报, 2018, 9(1): 215-216.
- [7] 王玉芹, 孙亚军, 施献儿. 薰衣草精油的化学成分与药理活性[J]. 国外医药(植物药分册), 2004, 19(1): 5-8.
- [8] 朱丽云, 高永生, 宋林珍, 等. 薰衣草挥发油的响应面法优化提取及抗菌活性分析[J]. 中国食品添加剂试验研究, 2018(2): 130-137.
- [9] 胡星麟. 薰衣草精油品质评价及杂花薰衣草精油蒸馏残渣化学成分的研究[D]. 南京: 南京师范大学, 2014.
- [10] 黄梅桂, 徐云巧, 张忠明, 等. 薰衣草残渣中黄酮的超声辅助提取工艺及其抗氧化活性[J]. 食品工业科技, 2018, 39(1): 214-220.
- [11] 陈斌, 周谦, 钱骅, 等. 伊犁杂花薰衣草叶化学成分研究[J]. 中国野生植物资源, 2018, 37(5): 8-9, 29.
- [12] 易湘茜, 高程海. 海草化学成分及其生物活性研究进展[J]. 天然产物研究与开发, 2013, 25(7): 1001-1005.
- [13] Tadrent W, Magid A A, Kabouche A, et al. A new sulfonylated flavonoid and other bioactive compounds isolated from the aerial parts of *Cotula anthemoides* L[J]. *Nat Prod Res*, 2017, 31(12): 1437-1445.
- [14] Nguyen D H, Seo U M, Bing T Z, et al. Ellagitannin and flavonoid constituents from *Agrimonia pilosa* Ledeb. with their protein tyrosine phosphatase and acetylcholinesterase inhibitory activities[J]. *Bioorg Chem*, 2017, 72: 293-300.
- [15] 晏小云, 殷晓静, 王国凯, 等. 南苜蓿的化学成分研究[J]. 中国药学杂志, 2012, 47(6): 415-418.
- [16] 洪俊丽, 秦民坚, 吴刚, 等. 水蔓菁中的酚性成分[J]. 中国天然药物, 2008, 6(2): 126-129.
- [17] Hai X K, Yong G X, Bing Y Y, et al. Lignan constituents from *Chloranthus japonicus* Sieb[J]. *Arch Pharmacal Res*, 2009, 32(3): 329-334.
- [18] 斯鑫, 时圣明, 张东方, 等. 穿心莲化学成分的研究(Ⅱ)[J]. 中草药, 2014, 45(2): 164-169.