

[成分分析]

毡毛马兰酚性成分及其抗肿瘤活性

黄宇飞^{1,2}, 张楠^{1,2}, 周忠玉³, 杨家欣⁴, 刘劲松^{1,2}, 王国凯^{1,2*}

(1. 安徽中医药大学药学院, 中药与开发安徽省重点实验室, 安徽 合肥 230012; 2. 安徽省中医药科学院药物化学研究所, 安徽 合肥 230012; 3. 中国科学院华南植物园, 中国科学院植物资源保护与可持续利用重点实验室, 广东 广州 510650; 4. 台湾中国医药大学附属医院医学研究部, 台湾 台中 40447)

摘要: **目的** 研究毡毛马兰 *Kalimeris shimadae* (Kitam.) Kitam. 的酚性成分及其抗肿瘤活性。**方法** 毡毛马兰乙醇提取物采用硅胶、凝胶及制备液相等进行分离纯化, 根据理化性质及波谱数据鉴定所得化合物的结构。MTT 法测定其抗肿瘤活性。**结果** 从中分离得到 12 个酚性化合物, 分别鉴定为香草醛 (1)、丁香醛 (2)、阿魏酸 (3)、2- (4-羟基-3-甲氧苯基) -3- (2-羟基-5-甲氧苯基) -3-氧-1-丙醇 (4)、金色酰胺醇乙酸酯 (5)、对羟基苯甲酸 (6)、丁香酸 (7)、对羟基苯甲醛 (8)、3-羟基-1- (4-羟基-3, 5-二甲氧苯基) -1-丙酮 (9)、对羟基苯乙醇 (10)、2, 3-二羟基-1- (4-羟基-3, 5-二甲氧苯基) -1-丙酮 (11)、5, 7-二羟基-4', 6, 8-三甲氧基黄酮 (12)。化合物 6、8 对 8 种细胞有一定的抑制作用。**结论** 所有化合物均为首次从该植物中分离得到。化合物 6、8 有一定的细胞毒活性。

关键词: 毡毛马兰; 酚性成分; 分离鉴定; 抗肿瘤活性

中图分类号: R284.1

文献标志码: A

文章编号: 1001-1528(2020)11-2922-05

doi:10.3969/j.issn.1001-1528.2020.11.018

Phenolic constituents from *Kalimeris shimadae* and their antitumor activity

HUANG Yu-fei^{1,2}, ZHANG Nan^{1,2}, ZHOU Zhong-yu³, YANG Jia-xing⁴, LIU Jin-song^{1,2}, WANG Guo-kai^{1,2*}

(1. Anhui Key Laboratory of Research Development of Chinese Medicine, School of Pharmacy, Anhui University of Chinese Medicine, Hefei 230012, China; 2. Department of Medicinal Chemistry, Anhui Academy of Chinese Medicine, Hefei 230012, China; 3. Key Laboratory of Plant Resources Conservation and Sustainable Utilization, South China Botanical Garden, Chinese Academy of Sciences, Guangzhou 510650, China; 4. Department of Medical Research, China Medical University Hospital, China Medical University, Taichung 40447, China)

ABSTRACT: AIM To study the phenolic constituents from *Kalimeris shimadae* (Kitam.) Kitam. and their anti-tumor activity. **METHODS** The ethanol extract from *K. shimadae* was isolated and purified by silica, Sephadex LH-20 and pre-HPLC, then the structures of obtained compounds were identified by physicochemical properties and spectral data. Their antitumor activities were evaluated by MTT. **RESULTS** Twelve phenolic compounds were isolated and identified as 3-methoxy-4-hydroxybenzaldehyde (1), syringaldehyde (2), ferulic acid (3), 2- (4-hydroxy-3-methoxyphenyl) -3- (2-hydroxy-5-methoxyphenyl) -3-oxo-1-propanol (4), aurantiamide acetate (5), *p*-hydroxybenzoic acid (6), syringic acid (7), *p*-hydroxy benzaldehyde (8), 3-hydroxy-1- (4-hydroxy-3, 5-dimethoxyphenyl) -1-propanone (9), *p*-hydroxy phenylethanol (10), 2, 3-dihydroxy-1- (4-hydroxy-3, 5-dimethoxyphenyl) -1-propanone (11), 5, 7-dihydroxy-4', 6, 8-trimethoxyflavone (12). Compounds 6, 8 had a certain inhibitory effect on the eight cells. **CONCLUSION** All the compounds are isolated from the plant for the first time, and compounds 6 and 8 have a certain cytotoxic activities.

KEY WORDS: *Kalimeris shimadae* (Kitam.) Kitam.; phenolic constituents; isolation and structure identification; antitumor activity

收稿日期: 2019-12-09

基金项目: 国家自然科学基金 (81303220); 中国科学院植物资源保护与可持续利用重点实验室开放基金 (PCU201804); 安徽省高校优秀青年人才支持计划重点项目 (gxyqZD2019035)

作者简介: 黄宇飞 (1995—), 女, 硕士生, 研究方向为天然药物化学成分。E-mail: hyufeil217@163.com

* 通信作者: 王国凯 (1981—), 男, 副教授, 硕士生导师, 研究方向为天然药物化学成分。E-mail: wanggk@ahcm.edu.cn

毡毛马兰 *Kalimeris shimadae* (Kitam.) Kitam. 为菊科马兰属的一种多年生草本植物, 有根状茎, 别名岛田马兰、毡毛鸡儿肠等。产于安徽、浙江、福建、台湾、江苏南部、江西南部、湖北及湖南北部等, 生于林缘、草坡或溪岸等。可用于清热解毒、利尿、凉血、止血, 也用于目赤^[1]。本课题组近十多年一直从事马兰属相关研究, 分离并鉴定了三萜、黄酮、酚酸类等多种成分^[2-8]。本实验对毡毛马兰进行化学成分研究, 从中分离鉴定了 12 个酚性化合物, 且所有化合物均为首次从该植物中分离得到。化合物 **6**、**8** 对 8 种肿瘤细胞有一定的细胞毒活性。

1 材料

Waters AutoSpec Premier P776 质谱仪 (美国 Waters 公司); Bruker AV-400 和 DRX-500 核磁共振波谱仪 (德国 Bruker 公司); Agilent 1100 型和 1260 型 HPLC (美国 Agilent 公司); 柱层析硅胶 (200~300 目)、GF₂₅₄ 硅胶板 (青岛海洋化工厂); RP-18 反相填料 (40~75 μm , 日本富士公司); Sephadex LH-20 为 (瑞典 GE 公司); 色谱纯试剂 (德国默克公司); 其他试剂均为分析纯。

毡毛马兰药材于 2016 年 7 月采集于安徽合肥市少荃湖, 经安徽中医药大学杨青山老师鉴定为菊科马兰属毡毛马兰 *Kalimeris shimadae* (Kitam.) Kitam. 干燥全草。凭证标本 (201601) 保存于安徽中医药大学药学院天然药物化学研究室。

2 提取与分离

干燥药材 20 kg, 80% 乙醇回流提取 3 次, 每次 2 h, 合并提取液, 减压浓缩得到 3.2 kg 流浸膏。经硅胶柱二氯甲烷-甲醇 (100 : 0~0 : 100) 梯度洗脱, 得 11 个组分 (L1-L11)。

组分 L5 经硅胶柱 石油醚-丙酮 (100 : 0、50 : 1、10 : 1、1 : 1) 梯度洗脱, 得 5 个亚组分 L5.1~L5.5, 组分 L5.4 经硅胶柱二氯甲烷-甲醇 (100 : 0、50 : 1、30 : 1、10 : 1、1 : 1) 梯度洗脱, 得 4 个亚组分 L5.4.1~L5.4.4, 组分 L5.4.2 经反相 Rp-18 柱甲醇-水 (25 : 75~100 : 0) 梯度洗脱, 得 10 个亚组分 L5.4.2.1~L5.4.2.10, 组分 L5.4.2.2 经凝胶柱氯仿-甲醇 (1 : 1) 和制备 HPLC 乙腈-水 (5 : 95~25 : 75) 纯化得化合物 **1** (5.2 mg); 组分 L5.4.2.3 经凝胶柱 (甲醇) 色谱和制备 HPLC 乙腈-水 (8 : 92~8 : 92) 纯化得化合物 **2** (8.4 mg); 组分 L5.4.3.1.3 析出无色针状结晶, 经反复重结晶并经凝胶柱 (丙酮) 色谱纯化

得化合物 **5** (3.5 mg)。组分 L5.4.3.1.7 析出黄色针状结晶, 经反复重结晶得化合物 **12** (33.5 mg)。组分 L5.4.3.2 经凝胶柱 (甲醇) 色谱分离得 4 个亚组分 L5.4.3.2.1~L5.4.3.2.4, 组分 L5.4.3.2.2 经制备 HPLC 乙腈-水 (12 : 88~12 : 88) 纯化得化合物 **9** (8.5 mg); 组分 L5.4.3.2.3 经制备 HPLC 乙腈-水 (12 : 88~32 : 68) 纯化得化合物 **8** (2.5 mg); 组分 L5.4.3.2.4 经硅胶柱石油醚-丙酮 (15 : 1~1 : 1) 梯度洗脱分离得化合物 **6** (3.4 mg)、**7** (15.5 mg)。组分 L5.4.3.3 析出无色针状结晶, 经反复重结晶和制备 HPLC 乙腈-水 (15 : 85~30 : 70) 纯化得化合物 **3** (16.5 mg); 组分 L5.4.3.3 母液经硅胶柱色谱石油醚-丙酮 (5 : 1) 洗脱, 经凝胶柱 (丙酮) 色谱纯化得化合物 **4** (1.8 mg)。组分 L6 经反相 Rp-18 中压柱色谱甲醇-水 (20 : 80~100 : 0) 梯度洗脱分离得 26 个亚组分 L6.1~L6.26。组分 L6.4 硅胶柱色谱石油醚-丙酮 (10 : 1~8 : 1) 梯度洗脱得 4 个亚组分 L6.4.1~L6.4.4, 组分 L6.4.2 经制备 HPLC 乙腈-水 (10 : 90~30 : 70) 纯化得化合物 **10** (4.9 mg); 组分 L6.4.4 经制备 HPLC 乙腈-水 (5 : 95~20 : 80) 纯化得化合物 **11** (6.6 mg)。

3 结构鉴定

化合物 **1**: 紫色粉末, 易溶于甲醇, ESI-MS m/z : 151.2 $[\text{M}-\text{H}]^-$ 。¹H-NMR (400 MHz, CD₃OD) δ : 9.71 (1H, s, -CHO), 7.41 (1H, brd, H-6), 7.40 (1H, brs, H-2), 6.92 (1H, d, $J=8.5$ Hz, H-5), 4.95 (1H, brs, -OH), 3.89 (3H, s, -OCH₃); ¹³C-NMR (100 MHz, CD₃OD) δ : 129.1 (C-1), 115.0 (C-2), 153.5 (C-3), 148.3 (C-4), 109.9 (C-5), 126.6 (C-6), 191.5 (-CHO), 55.0 (-OCH₃)。以上数据与文献 [9] 基本一致, 故鉴定为香草醛。

化合物 **2**: 淡紫色针状结晶, 易溶于氯仿, ESI-MS m/z : 181.1 $[\text{M}-\text{H}]^-$ 。¹H-NMR (400 MHz, CDCl₃) δ : 9.81 (1H, s, -CHO), 7.14 (2H, s, H-2, 6), 6.13 (1H, s, -OH), 3.96 (6H, s, 3, 5-OCH₃); ¹³C-NMR (125 MHz, CDCl₃) δ : 128.4 (C-1), 106.7 (C-2, C-6), 147.4 (C-3, C-5), 140.8 (C-4), 190.8 (-CHO), 56.5 (3, 5-OCH₃)。以上数据与文献 [10] 基本一致, 故鉴定为丁香醛。

化合物 **3**: 无色针状结晶, 易溶于甲醇, ESI-MS m/z : 193.0 $[\text{M}-\text{H}]^-$ 。¹H-NMR (400 MHz, CD₃OD) δ : 7.58 (1H, d, $J=16.2$ Hz, β -H), 7.12

(1H, H-2), 7.03 (1H, H-6), 6.81 (1H, d, $J = 8.0$ Hz, H-5), 6.30 (1H, d, $J = 15.7$ Hz, α -H), 3.86 (3H, s, 3-OCH₃); ¹³C-NMR (125 MHz, CD₃OD) δ : 127.8 (C-1), 116.0 (C-2), 149.3 (C-3), 150.3 (C-4), 116.5 (C-5), 124.0 (C-6), 147.0 (C- α), 111.7 (C- β), 171.3 (-C=O), 56.5 (-OCH₃)。以上数据与文献 [11] 基本一致, 故鉴定为阿魏酸。

化合物 4: 淡黄色油状物, 易溶于甲醇, ESI-MS m/z : 319.1 [M + H]⁺。¹H-NMR (400 MHz, CD₃OD) δ : 7.61 (1H, dd, $J = 8.4, 1.9$ Hz, H-4''), 7.56 (1H, H-6''), 6.89 (1H, d, $J = 1.5$ Hz, H-2'), 6.80 (1H, d, $J = 8.2$ Hz, H-3''), 6.76 (1H, dd, $J = 8.2, 2.0$ Hz, H-6'), 6.72 (1H, d, $J = 8.2$ Hz, H-5'), 4.75 (1H, dd, $J = 8.7, 5.2$ Hz, H-2), 4.25 (1H, dd, $J = 10.6, 8.9$ Hz, H-1b), 3.86 (3H, s, 5''-OCH₃), 3.82 (3H, s, 3'-OCH₃), 3.71 (1H, dd, $J = 10.6, 5.1$ Hz, H-1a); ¹³C-NMR (125 MHz, CD₃OD) δ : 65.5 (C-1), 129.8 (C-1'), 130.4 (C-1''), 56.3 (C-2), 112.7 (C-2'), 153.1 (C-2''), 199.6 (C-3), 149.3 (C-3'), 115.7 (C-3''), 147.0 (C-4'), 125.2 (C-4''), 116.4 (C-5'), 148.9 (C-5''), 122.2 (C-6'), 112.5 (C-6''), 56.4 (3'-OCH₃), 56.3 (5''-OCH₃)。以上数据与文献 [12] 基本一致, 故鉴定为 2-(4-羟基-3-甲氧基)-3-(2-羟基-5-甲氧基)-3-氧-1-丙醇。

化合物 5: 无色针状结晶, 易溶于氯仿, ESI-MS m/z : 445.2 [M + H]⁺。¹H-NMR (400 MHz, CDCl₃) δ : 7.71 (2H, d, $J = 7.0$ Hz, H-2'), 7.53 (1H, t, $J = 7.2$ Hz, H-4'), 7.44 (2H, t, $J = 7.4$ Hz, H-3'), 7.26 (5H, m, H-2'''~6'''), 7.15 (2H, m, H-3'', 4''), 6.76 (1H, d, $J = 7.6$ Hz, H- β), 5.99 (1H, d, $J = 8.7$ Hz, H- α), 4.77 (1H, m, H-3), 4.34 (1H, m, H-1), 3.93 (1H, dd, $J = 11.3, 4.6$ Hz, H-2a), 3.82 (1H, dd, $J = 11.3, 4.0$ Hz, H-2b), 3.24 (1H, dd, $J = 13.9, 6.0$ Hz, H-8a), 3.06 (1H, dd, $J = 13.5, 8.3$ Hz, H-8b), 2.75 (2H, m, H-9), 2.02 (3H, s, H-7); ¹³C-NMR (125 MHz, CDCl₃) δ : 49.4 (C-1), 64.6 (C-2), 55.0 (C-3), 170.2 (C-4), 167.1 (C-5), 170.8 (C-6), 20.8 (C-7), 38.4 (C-8), 37.4 (C-9), 133.6 (C-1'), 127.1 (C-2'), 128.7 (C-3'), 131.9 (C-4'), 136.6 (C-1''), 129.1 (C-2''), 128.6 (C-3''), 126.8 (C-4''), 136.6 (C-1'''), 129.3 (C-2'''),

128.8 (C-3'''), 127.2 (H-4''')。以上数据与文献 [13] 基本一致, 故鉴定为金色酰胺醇乙酸酯。

化合物 6: 淡黄色针状结晶, 易溶于甲醇, ESI-MS m/z : 137.0 [M-H]⁻。¹H-NMR (400 MHz, CD₃OD) δ : 7.77 (2H, d, $J = 8.5$ Hz, H-2, 6), 6.91 (2H, d, $J = 8.6$ Hz, H-3, 5); ¹³C-NMR (125 MHz, CD₃OD) δ : 122.9 (C-1), 131.7 (C-2, 6), 115.2 (C-3, 5), 163.7 (C-4), 169.1 (-COOH)。以上数据与文献 [14] 基本一致, 故鉴定为对羟基苯甲酸。

化合物 7: 白色粉末, 易溶于甲醇, ESI-MS m/z : 199.1 [M + H]⁺。¹H-NMR (400 MHz, CD₃OD) δ : 7.32 (2H, s, H-2, 6), 3.88 (6H, s, 3, 5-OCH₃); ¹³C-NMR (125 MHz, CD₃OD) δ : 120.5 (C-1), 106.9 (C-2, 6), 147.4 (C-3, 5), 140.3 (C-4), 168.6 (-COOH), 55.4 (3, 5-OCH₃)。以上数据与文献 [15] 基本一致, 故鉴定为丁香酸。

化合物 8: 白色粉末, 易溶于甲醇, ESI-MS m/z : 123.0 [M + H]⁺。¹H-NMR (400 MHz, CD₃OD) δ : 9.76 (1H, s, -CHO), 7.77 (2H, d, $J = 8.5$ Hz, H-2, 6), 6.91 (2H, d, $J = 8.7$ Hz, H-3, 5); ¹³C-NMR (125 MHz, CD₃OD) δ : 130.1 (C-1), 132.6 (C-2, 6), 116.4 (C-3, 5), 161.8 (C-4), 191.1 (-CHO)。以上数据与文献 [16] 基本一致, 故鉴定为对羟基苯甲醛。

化合物 9: 白色针状结晶, 易溶于甲醇, ESI-MS m/z : 227.1 [M + H]⁺。¹H-NMR (400 MHz, CD₃OD) δ : 7.31 (2H, s, H-3, 5), 3.95 (2H, m, H-9), 3.90 (6H, s, 2, 6-OCH₃), 3.18 (2H, m, H-8); ¹³C-NMR (100 MHz, CD₃OD) δ : 129.2 (C-1), 149.0 (C-2, 6), 107.3 (C-3, 5), 142.6 (C-4), 199.7 (C-7), 41.7 (C-8), 58.9 (C-9), 56.9 (2, 6-OCH₃)。以上数据与文献 [17] 基本一致, 故鉴定为 3-羟基-1-(4-羟基-3, 5-二甲氧苯基)-1-丙酮。

化合物 10: 淡黄色油状物, 易溶于甲醇, ESI-MS m/z : 137.1 [M-H]⁻。¹H-NMR (400 MHz, CD₃OD) δ : 7.03 (2H, d, $J = 8.5$ Hz, H-2, 6), 6.70 (2H, d, $J = 8.5$ Hz, H-3, 5), 3.68 (2H, t, $J = 7.1$ Hz, H-8), 2.71 (2H, t, $J = 7.1$ Hz, H-7); ¹³C-NMR (125 MHz, CD₃OD) δ : 130.9 (C-1), 130.7 (C-2, 6), 115.9 (C-3, 5), 155.8 (C-4), 39.0 (C-7), 63.9 (C-8)。以上数据与文献 [18]

基本一致，故鉴定为对羟基苯乙醇。

化合物 **11**: 白色针状结晶，易溶于甲醇，ESI-MS m/z : 243.1 [M + H]⁺。¹H-NMR (400 MHz, CD₃OD) δ : 7.35 (2H, d, J =3.9 Hz, H-2', 6'), 5.14 (1H, d, J =3.8 Hz, H-2), 3.75 (1H, m, H-3b); ¹³C-NMR (125 MHz, CD₃OD) δ : 199.6 (C-1), 75.5 (C-2), 66.3 (C-3), 107.7 (C-2', 6'), 149.2 (C-3', 5'), 56.9 (3', 5'-OCH₃)。以上数据与文献 [19] 基本一致，故鉴定为 2, 3-二羟基-1-(4-羟基-3, 5-二甲氧苯基)-1-丙酮。

化合物 **12**: 黄色针状结晶，微溶于甲醇、丙酮，ESI-MS m/z : 347.1 [M + H]⁺。¹H-NMR (400 MHz, CDCl₃) δ : 12.76 (1H, s, 5-OH), 7.88 (2H, d, J =8.9 Hz, H-2', 6'), 7.03 (2H, d, J =8.7 Hz, H-3', 5'), 6.58 (1H, s, H-3), 4.03 (3H, s, 6-OCH₃), 4.01 (3H, s, 8-OCH₃), 3.89 (3H, s, 4'-OCH₃); ¹³C-NMR (125 MHz, CDCl₃) δ : 163.8 (C-2), 103.7 (C-3), 183.0 (C-4), 162.7 (C-4'), 55.6 (4'-OCH₃), 148.4 (C-5), 130.7 (C-6), 61.9 (6-OCH₃), 148.8 (C-7), 128.1 (C-8), 61.0 (8-OCH₃) 145.8 (C-9), 104.6 (C-10), 123.5 (C-1'), 127.4 (C-2', 6'), 114.6 (C-3', 5')。以上数

据与文献 [20] 一致，故鉴定为 5, 7-二羟基-4', 6, 8-三甲氧基黄酮。

4 抗肿瘤活性

采用 MTT 法^[7]测定化合物 **6**、**8** 分别对 8 种肿瘤细胞株，包括 Cal27、SCC-4、SCC-9、HSC-3 4 种口腔癌细胞株、A549、H460 2 种肺癌细胞株以及 HT29、Colo205 2 种结肠癌细胞株（台湾中国医药大学附设医院提供）的细胞存活率。将化合物 **6**、**8** 分别制备成 0、1、10、20 $\mu\text{mol/L}$ 的浓度作为加药组，同时采用紫杉醇（0、0.1、0.5、1 $\mu\text{mol/L}$ ）作阳性对照药，同时设置空白对照组，先将癌细胞（10 000/孔）分别接种于 96 孔板，每孔 100 μL ，加入上述不同浓度化合物 **6**、**8**，以及阳性对照药组，孵育 20 h 后，加入 5 mg/mL 每孔的 MTT 10 μL ，继续培养 4 h 后弃去上清液，每孔再加入 100 μL DMSO 溶解，490 nm 测定吸光度。肿瘤细胞存活率是加药组与空白组比较，细胞存活率 = ($OD_{\text{加药组}}$) / ($OD_{\text{空白组}}$) $\times$ 100%，抑制率 = (1-存活率) $\times$ 100%，IC₅₀ 由抑制率通过 Graphpad 软件进行拟合计算所得。化合物 **6**、**8** 分别对 8 种肿瘤细胞株的 IC₅₀ 值见表 1，结果表明化合物 **6**、**8** 对肿瘤细胞具有一定的抑制作用。

表 1 各化合物抗肿瘤细胞 IC₅₀ 值 ($\bar{x}\pm s$, $\mu\text{mol/L}$)
Tab. 1 IC₅₀ values of various compounds on cancer cells ($\bar{x}\pm s$, $\mu\text{mol/L}$)

化合物	IC ₅₀ 值							
	Cal27	SCC-4	SCC-9	HSC-3	A549	H460	HT29	Colo205
6	10.25±2.12	15.39±3.37	19.65±2.11	17.96±3.56	15.62±3.26	18.13±4.25	16.25±1.98	20.22±3.45
8	9.58±3.25	16.62±3.21	17.47±3.28	16.58±2.69	17.39±4.12	19.21±1.98	15.59±2.36	18.18±2.66
紫杉醇	0.47±0.01	0.53±0.03	0.55±0.02	0.55±0.03	0.02±0.01	0.03±0.01	0.02±0.01	0.02±0.01

5 讨论

毡毛马兰为菊科马兰属草本植物，关于其研究报道较少。本课题组多年从事马兰属植物的相关研究，前期研究结果表明酚性成分是其重要的一类成分。本研究从中分离鉴定了 12 个酚性化合物，且所有化合物均为首次从该植物中分离得到，其中，阿魏酸具有降血脂、抗氧化、抗菌消炎、抗突变、防癌等作用^[21]。丁香酸具有抗鼻咽癌 CNE-1 细胞株和 CNE-2 细胞株活性^[22]。抗肿瘤活性实验结果显示化合物 **6**、**8** 对 8 种肿瘤细胞有抑制其生长活性的作用，以期为毡毛马兰药效物质基础的深入研究提供参考。

参考文献:

[1] 傅立国. 中国高等植物(十一卷) [M]. 青岛: 青岛出版社, 2001: 164-165.

[2] 季 鹏, 王国凯, 刘劲松, 等. 马兰中的五个酚性化合物 [J]. 天然产物研究与开发, 2014, 26(2): 212-214.

[3] 王国凯, 刘劲松, 张聪偲, 等. 马兰化学成分研究 [J]. 中药材, 2015, 38(1): 81-84.

[4] 钟文武, 刘劲松, 张聪偲, 等. 马兰化学成分研究 (II) [J]. 广西植物, 2012, 32(2): 261-263.

[5] 王 刚, 王国凯, 刘劲松, 等. 马兰化学成分研究 [J]. 中药材, 2010, 33(4): 551-554.

[6] Wang G K, Yu Y, Wang Z, *et al.* Two new terpenoids from *Kalimeris indica* [J]. *Nat Prod Res*, 2017, 31 (20): 2348-2353.

[7] 王国凯, 孙云鹏, 王 诤, 等. 全叶马兰中两个新的黄酮类化合物 [J]. 有机化学, 2017, 37(4): 1016-1019.

[8] Wang G K, Wang Z, Yu Y, *et al.* A new sesquiterpene from *Kalimeris integrifolia* [J]. *Nat Prod Res*, 2018, 32 (9): 1004-1009.

[9] 朱小芳, 马亚娟, 白文婷, 等. 宽筋藤脂溶性部位的化学成分分离鉴定 [J]. 中国实验方剂学杂志, 2019, 25(2):

163-168.

[10] 李金凤, 许又凯. 望漠崖摩枝叶的化学成分及其抗炎活性研究[J]. 天然产物研究与开发, 2018, 30(8): 1361-1366.

[11] 李广志, 李晓瑾, 曹 丽, 等. 新疆阿魏种子化学成分的研究[J]. 中草药, 2015, 46(12): 1730-1736.

[12] Rahman M A A, Moon S S. Isoetin 5'-methyl ether, a cytotoxic flavone from *Trichosanthes kirilowii*[J]. *B Korean Chem Soc*, 2007, 28(8): 81-84.

[13] 黄卫华, 李友宾, 蒋建勤. 白花蛇舌草化学成分研究[J]. 中国中药杂志, 2008, 33(5): 524-526.

[14] 王治阳, 安 华. 石草鞋化学成分分离鉴定[J]. 中国实验方剂学杂志, 2017, 23(14): 82-85.

[15] 易文芳, 彭加兵, 任 刚, 等. 二色波罗蜜根化学成分研究[J]. 中药材, 2015, 38(5): 972-974.

[16] 杜文鹏, 徐 彭, 刘 波, 等. 毛竹笋化学成分研究 (I) [J]. 中草药, 2015, 46(3): 334-338.

[17] Nakasone Y, Takara K, Wada K, *et al.* Antioxidative compounds isolated from Kokuto, non-centrifugal cane sugar [J]. *Biosci Biotech Bioch*, 1996, 60(10): 1714-1716.

[18] 李艳茸, 李 春, 王智民, 等. 藏药甘青乌头化学成分研究 (III) [J]. 中国中药杂志, 2014, 39(7): 1163-1167.

[19] 王春辉, 魏攀蕾, 严诗楷, 等. 滇南羊耳菊乙酸乙酯部位化学成分研究[J]. 天然产物研究与开发, 2014, 26(1): 33-37.

[20] Brahmachari G, Mandal N C, Jash S K, *et al.* Evaluation of the antimicrobial potential of two flavonoids isolated from *Limnophila* plants[J]. *Chem Biodivers*, 2011, 8(6): 1139-1151.

[21] 张国治, 杨徐宁, 许 柠. 阿魏酸的功能性研究进展[J]. 粮食加工, 2019, 44(6): 52-56.

[22] 王 刚, 才 谦, 李三华, 等. 石上柏双黄酮类和酚酸类成分体外抗氧化和抗肿瘤活性研究[J]. 辽宁中医药大学学报, 2018, 20(7): 5-8.

短穗兔耳草化学成分的研究

王 陆, 张红阳, 史亚夫, 李 敏, 慕泽泾, 钟国跃, 朱继孝*, 王洪玲*
(江西中医药大学中药资源与民族药研究中心, 江西南昌 330004)

摘要: **目的** 研究短穗兔耳草 *Lagotis brachystachy* Maxim. 的化学成分。**方法** 短穗兔耳草 75% 乙醇提取物采用硅胶、Sephadex LH-20、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 10 个化合物, 分别鉴定为 globularin (1)、globularicisin (2)、10-cinnamoylcatalpol (3)、京尼平苷酸 (4)、bis (2-ethylhexyl) phthalate (5)、1, 2-benzenedicarboxylic acid bis (2*S*-methyl heptyl) ester (6)、香草酸 (7)、4-羟基苯乙醇 (8)、对羟基苯乙酮 (9)、胡萝卜苷 (10)。**结论** 化合物 4~8 均为首次从该植物中分离得到。
关键词: 短穗兔耳草; 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)11-2926-05
doi:10.3969/j.issn.1001-1528.2020.11.019

Chemical constituents from *Lagotis brachystachy*

WANG Lu, ZHANG Hong-yang, SHI Ya-fu, LI Min, MU Ze-jing, ZHONG Guo-yue, ZHU Ji-xiao*, WANG Hong-ling*
(Research Center for the Resourcing of Traditional Chinese Medicine and Minority Medicine, Jiangxi University of Traditional Chinese Medicine, Nanchang 330004, China)

ABSTRACT: **AIM** To study the chemical constituents from *Lagotis brachystachys* Maxim.. **METHODS** The

收稿日期: 2019-11-01
基金项目: 国家自然科学基金项目 (81660702, 31660098); 江西省自然科学基金项目 (20192BAB205104); “江西民族药现代科技与产业发展协同创新中心” 开放基金项目 (JXXT2017004)
作者简介: 王 陆 (1994—), 男, 硕士生, 研究方向为中药与民族药有效成分与作用机制。Tel: (0791) 87119067, E-mail: 287452951@qq.com
***通信作者:** 朱继孝 (1981—), 男, 副教授, 硕士生导师, 研究方向为中药与民族药有效成分与作用机制。Tel: (0791) 87119067, E-mail: zhujx81@sina.com
王洪玲 (1983—), 女, 博士, 从事中药药效物质基础研究。Tel: (0791) 87119067, E-mail: centurymaomao2008@163.com