

- 163-168.
- [10] 李金凤, 许又凯. 望谟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] 李艳草, 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 (2S-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

75% ethanol extract from *L. brachystachys* was isolated and purified by silica, Sephadex LH-20 and semi-preparative HPLC, then the structures of obtained compounds were identified by physicochemical properties and spectral data. **RESULTS** Ten compounds were isolated and identified as globularin (**1**), globularicisin (**2**), 10-cinnamoylcatalpol (**3**), geniposidic acid (**4**), bis (2-ethylhexyl) phthalate (**5**), 1, 2-benzenedicarboxylic acid bis (2*S*-methyl heptyl) ester (**6**), vanillic acid (**7**), 4-hydroxyphenethyl alcohol (**8**), *p*-hydroxyacetophenone (**9**), daucosterol (**10**). **CONCLUSION** Compounds **4–8** are isolated from this plant for the first time.

KEY WORDS: *Lagotis brachystachys* Maxim.; chemical constituents; isolation and identification

短穗兔耳草 *Lagotis brachystachys* Maxim. 为玄参科兔耳草属植物, 用于治疗血热性化脓症、肺胃淤血、黄水病、脓疡等症状^[1]; 具有保肝^[2-4]、降尿酸^[5]、抑菌^[6]作用, 其化学类型主要有环烯醚萜^[7-8]、黄酮^[8-11]、苯丙素苷类^[12]等。课题组前期从中分离得到 17 个化合物^[8,12], 为了进一步研究短穗兔耳草的化学成分, 本实验从中分离得到 10 个化合物, 其中化合物 **4~8** 均为首次从该植物中分离得到的。

1 材料

Finnigan TSQ 700 型质谱仪 (美国 Finnigan 公司); Bruker AX-600 核磁共振波谱仪 (德国 Bruker 公司); CP-214 电子天平 (上海奥豪斯仪器有限公司); WB-2000 型水浴锅、R-1001VN 型旋转蒸发仪 (郑州长城科工贸有限公司); ZF-I 型紫外分析仪 (上海顾村电光仪器厂); DZF-6050 型真空干燥箱 (上海新苗医疗器械制造有限公司); 岛津 LC-20AT 高效液相色谱仪 (日本岛津公司); Agilent 1260 高效液相色谱仪 (美国 Agilent 公司); YMC-pack ODS-A 半制备柱 (250 mm × 10 mm, 5 μm, 日本 YMC 公司); 200~300 目硅胶 (青岛海洋化工有限公司); HSGF-254 薄层层析硅胶板 (烟台市化学工业研究所)。分析纯丙酮、甲醇、二氯、石油醚、乙酸乙酯等 (西陇化工股份有限公司); 色谱纯甲醇、乙腈 (美国天地有限公司); 超纯水 (江西鼎技科学仪器有限公司)。

短穗兔耳草由江西中医药大学张亚梅副教授鉴定为玄参科植物短穗兔耳草 *Lagotis brachystachys* Maxim. 的干燥全草, 样品保存在江西中医药大学中药资源与民族药研究中心。

2 提取与分离

将短穗兔耳草 10.0 kg 粉碎, 用乙醇-水 (75 : 25) 浸泡, 得到 4 个部位。50% 乙醇部位 (Fr3, 110.0 g) 经硅胶柱以二氯甲烷-甲醇梯度洗脱, 得 7 个组分 Fr3-1~Fr3-7。Fr3-3 (30.45 g) 经反复硅胶柱层析和凝胶色谱洗脱得组分 Fr3-3-1-1~Fr3-3-

1-8。将 Fr3-3-1-2 (35 mg) 用半制备 HPLC 以甲醇-水 (60 : 40) 洗脱得化合物 **1** (2 mg)、**2** (3 mg)。Fr3-3-1-3 (128 mg) 过 Sephadex LH-20 和半制备 HPLC 甲醇-水 (60 : 40) 洗脱得化合物 **3** (3 mg)、**4** (5 mg)。Fr3-3-1-5 (219 mg) 过硅胶柱和 Sephadex LH-20 得化合物 **5** (4 mg)、**6** (3 mg)。

90% 乙醇部位 (100.0 g) 经硅胶柱以二氯甲烷-甲醇 (100 : 5、100 : 8、90 : 10、85 : 15、80 : 20、75 : 25、70 : 30) 洗脱, 得 6 个组分 Fr1~Fr6。Fr2 (9.3 g) 经硅胶柱以石油醚-乙酸乙酯 (90 : 10、80 : 20、75 : 25、70 : 30、50 : 50) 进行洗脱得 Fr2-1~Fr2-13 组分和化合物 **10** (1 g)。Fr2-9 (476.4 mg) 经半制备 HPLC 甲醇-水 (45 : 55) 得化合物 **7** (8 mg)、**8** (140 mg)。Fr2-10 (629.9 mg) 经 Sephadex LH-20 和岛津半制备 HPLC 得化合物 **9** (12 mg)。

3 结构鉴定

化合物 **1**: 白色粉末。ESI-MS m/z : 491.2 [M-H]⁻。¹H-NMR (600 MHz, CD₃OD) δ: 7.73 (1H, d, $J=16.2$ Hz, H-8'), 7.63 (2H, m, H-2'', 6''), 7.41 (3H, m, H-3'', 4'', 5''), 6.58 (1H, d, $J=16.2$ Hz, H-7''), 6.31 (1H, dd, $J=6.0, 1.8$ Hz, H-3), 5.07 (1H, m, H-4), 5.03 (1H, d, $J=9.8$ Hz, H-1), 4.77 (1H, d, $J=7.8$ Hz, H-1'); ¹³C-NMR (150 MHz, CD₃OD) δ: 95.7 (C-1), 142.0 (C-3), 103.9 (C-4), 39.2 (C-5), 78.0 (C-6), 63.2 (C-7), 63.7 (C-8), 43.8 (C-9), 64.7 (C-10), 168.6 (C-11), 100.4 (C-1'), 75.0 (C-2'), 79.6 (C-3'), 71.6 (C-4'), 78.0 (C-5'), 62.9 (C-6'), 135.9 (C-1''), 129.7 (C-2'', 6''), 129.5 (C-3'', 5''), 131.7 (C-4''), 146.8 (C-7''), 118.8 (C-8'')。以上数据与文献 [13] 基本一致, 故鉴定为 globularin。

化合物 **2**: 白色粉末。ESI-MS m/z : 491.2 [M-H]⁻。¹H-NMR (600 MHz, CD₃OD) δ: 7.63 (2H, m, H-2'', 6''), 7.41 (3H, m, H-3'', 4'', 5''),

7.02 (1H, d, $J=16.2$ Hz, H-8'), 6.36 (1H, dd, $J=6.0, 1.8$ Hz, H-3), 5.82 (1H, d, $J=15.6$ Hz, H-7''), 5.08 (1H, m, H-4), 5.03 (1H, d, $J=9.6$ Hz, H-1); $^{13}\text{C-NMR}$ (150 MHz, CD_3OD) δ : 95.6 (C-1), 141.8 (C-3), 103.7 (C-4), 39.0 (C-5), 79.5 (C-6), 63.5 (C-7), 63.0 (C-8), 43.6 (C-9), 64.5 (C-10), 168.4 (C-11), 100.3 (C-1'), 74.8 (C-2'), 78.4 (C-3'), 71.5 (C-4'), 77.8 (C-5'), 62.8 (C-6'), 135.7 (C-1''), 131.6 (C-2''), 129.3 (C-3'', 5''), 130.0 (C-4''), 146.7 (C-7''), 118.6 (C-8''). 以上数据与文献 [6] 基本一致, 故鉴定为 globularicisin。

化合物 3: 白色粉末。ESI-MS m/z : 491.2 $[\text{M-H}]^-$ 。 $^1\text{H-NMR}$ (600 MHz, DMSO) δ : 7.88 (2H, m, H-2'', 6''), 7.82 (1H, d, $J=15.6$ Hz, H-8'), 7.58 (3H, m, H-3'', 4'', 5''), 6.79 (1H, d, $J=16.2$ Hz, H-7''), 6.54 (1H, dd, $J=6.0, 1.8$ Hz, H-3), 5.20 (1H, m, $J=3.0$ Hz, H-7), 5.16 (1H, m, H-4), 5.12 (1H, d, $J=9.7$ Hz, H-1), 4.76 (1H, d, $J=7.8$ Hz, H-1'); $^{13}\text{C-NMR}$ (150 MHz, DMSO) δ : 93.7 (C-1), 140.5 (C-3), 103.2 (C-4), 37.4 (C-5), 77.4 (C-6), 61.4 (C-7), 61.6 (C-8), 42.0 (C-9), 62.8 (C-10), 166.0 (C-11), 98.5 (C-1'), 73.4 (C-2'), 76.4 (C-3'), 70.2 (C-4'), 77.1 (C-5'), 61.8 (C-6'), 134.1 (C-1''), 129.0 (C-2'', 6''), 128.5 (C-3'', 5''), 130.6 (C-4''), 144.6 (C-7''), 118.1 (C-8'')。以上数据与文献 [14] 基本一致, 故鉴定为 10-cinnamoylcatalpol。

化合物 4: 白色粉末。ESI-MS m/z : 374.1 $[\text{M-H}]^-$ 。 $^1\text{H-NMR}$ (600 MHz, CD_3OD) δ : 7.45 (1H, brs, H-3), 5.73 (1H, br s, H-7), 5.09 (1H, d, $J=7.6$ Hz, H-1), 4.65 (1H, d, $J=7.7$ Hz, H-1'), 4.25 (1H, d, $J=14.4$ Hz, H-10b), 4.14 (1H, d, $J=14.4$ Hz, H-10a); $^{13}\text{C-NMR}$ (150 MHz, CD_3OD) δ : 98.1 (C-1), 153.2 (C-3), 112.6 (C-4), 36.5 (C-5), 39.5 (C-6), 128.3 (C-7), 144.6 (C-8), 46.8 (C-9), 61.3 (C-10), 171.0 (C-11), 100.1 (C-1'), 74.6 (C-2'), 77.6 (C-3'), 71.3 (C-4'), 78.1 (C-5'), 62.4 (C-6')。以上数据与文献 [15] 基本一致, 故鉴定为京尼平苷酸。

化合物 5: 白色粉末。ESI-MS m/z : 390.3 $[\text{M+H}]^+$ 。 $^1\text{H-NMR}$ (600 MHz, DMSO) δ : 7.70

(2H, m, H-3, 6), 7.66 (2H, m, H-4, 5), 4.19 (4H, m, H-1', 1''), 1.62 (2H, m, H-2', 2''), 1.33 (4H, m, H-7', 7''), 1.27 (4H, m, H-3', 3''), 1.25 (8H, m, H-4', 5', 4'', 5''), 0.86 (6H, m, H-8', 8''), 0.83 (6H, m, H-6', 6''); $^{13}\text{C-NMR}$ (150 MHz, DMSO) δ : 131.9 (C-1, 2), 127.4 (C-3, 6), 129.0 (C-4, 5), 167.8 (C-7, 8), 67.4 (C-1'), 38.3 (C-2'), 30.0 (C-3'), 28.6 (C-4'), 23.5 (C-1''), 11.0 (C-2''), 22.6 (C-5'), 14.1 (C-6')。以上数据与文献 [16] 基本一致, 故鉴定为 bis (2-ethylhexyl) phthalate。

化合物 6: 白色粉末。ESI-MS m/z : 390.3 $[\text{M+H}]^+$ 。 $^1\text{H-NMR}$ (600 MHz, DMSO) δ : 7.72 (2H, m, H-4, 5), 7.67 (2H, m, H-3, 6), 4.13 (4H, m, H-1', 1''), 1.67 (6H, s, $-\text{CH}_3$), 1.24~1.35 (16H, m, H-3', 3'', 4', 4'', 5', 5''', 6', 6''), 0.92 (2H, d, $J=7.2$ Hz, H-2', 2''), 0.86 (6H, m, H-7', 7''); $^{13}\text{C-NMR}$ (150 MHz, DMSO) δ : 131.8 (C-1, 2), 131.6 (C-3, 6), 128.7 (C-4, 5), 167.0 (C-7, 8), 67.4 (C-1', 1''), 38.1 (C-2', 2''), 23.3 (C-3', 3''), 29.8 (C-4', 4''), 28.4 (C-5', 5''), 24.8 (C-6', 6''), 13.9 (C-7', 7''), 10.8 (C-2', 2''- CH_3)。以上数据与文献 [17] 基本一致, 故鉴定为 1, 2-benzenedicarboxylic acid bis (2*S*-methyl heptyl) ester。

化合物 7: 无色粉末。ESI-MS m/z : 167.0 $[\text{M-H}]^-$ 。 $^1\text{H-NMR}$ (600 MHz, CD_3OD) δ : 7.54 (2H, overlapped, H-2, 6), 6.82 (1H, d, $J=8.7$ Hz, H-5), 3.87 (3H, s, $-\text{OCH}_3$); $^{13}\text{C-NMR}$ (150 MHz, CD_3OD) δ : 123.0 (C-1), 113.7 (C-2), 152.7 (C-3), 148.6 (C-4), 115.8 (C-5), 125.3 (C-6), 170.0 ($-\text{C}=\text{O}$), 56.4 ($-\text{OCH}_3$)。以上数据与文献 [18] 基本一致, 故鉴定为香草酸。

化合物 8: 无色粉末。ESI-MS m/z : 137.1 $[\text{M-H}]^-$ 。 $^1\text{H-NMR}$ (600 MHz, CD_3OD) δ : 7.00 (2H, d, $J=8.4$ Hz, H-3, 5), 6.68 (2H, d, $J=8.4$ Hz, H-2, 6), 3.66 (2H, t, $J=7.3$ Hz, H-8), 2.69 (2H, t, $J=7.3$ Hz, H-7); $^{13}\text{C-NMR}$ (150 MHz, CD_3OD) δ : 130.9 (C-1), 130.8 (C-2, 6), 156.7 (C-4), 116.1 (C-3, 5), 39.3 (C-7), 64.5 (C-8)。以上数据与文献 [19] 基本一致, 故鉴定为 4-羟基苯乙醇。

化合物 9: 无色粉末。ESI-MS m/z : 135.1 $[\text{M-H}]^-$ 。 $^1\text{H-NMR}$ (600 MHz, CD_3OD) δ : 7.86

(2H, d, $J=9.6$ Hz, H-2, 6), 6.82 (2H, d, $J=9.6$ Hz, H-3, 5), 2.53 (3H, s, $-\text{CH}_3$); $^{13}\text{C-NMR}$ (150 MHz, CD_3OD) δ : 130.1 (C-1), 132.6 (C-2, 6), 164.1 (C-4), 116.2 (C-3, 5), 199.5 (C-7), 26.3 (C-8)。以上数据与文献 [20] 基本一致, 故鉴定为对羟基苯乙酮。

化合物 10: 白色粉末。ESI-MS m/z : 577.8 $[\text{M} + \text{H}]^+$ 。 $^1\text{H-NMR}$ (600 MHz, DMSO) δ : 5.34 (1H, m, H-6), 4.87 (1H, m, H-1'), 4.43 (2H, t, $J=5.9$ Hz, H-6'), 4.21 (1H, d, $J=7.8$ Hz, H-4'), 0.95 (3H, s, H-21), 0.89 (3H, d, $J=6.4$ Hz, H-4'), 0.83 (3H, m, H-29), 0.81 (3H, m, H-27), 0.64 (3H, m, H-18); $^{13}\text{C-NMR}$ (150 MHz, DMSO) δ : 37.3 (C-1), 25.8 (C-2), 77.3 (C-3), 38.7 (C-4), 140.9 (C-5), 121.7 (C-6), 31.9 (C-7), 31.8 (C-8), 50.0 (C-9), 36.7 (C-10), 21.0 (C-11), 40.2 (C-12), 42.3 (C-13), 56.6 (C-14), 24.3 (C-15), 28.2 (C-16), 55.8 (C-17), 12.2 (C-18), 20.2 (C-19), 35.9 (C-20), 19.1 (C-21), 29.7 (C-22), 33.8 (C-23), 46.6 (C-24), 29.1 (C-25), 19.4 (C-26), 19.6 (C-27), 23.0 (C-28), 12.1 (C-29), 101.2 (C-1'), 73.9 (C-2'), 77.3 (C-3'), 70.5 (C-4'), 77.2 (C-5'), 61.5 (C-6')。以上数据与文献 [21] 基本一致, 故鉴定为胡萝卜苷。

4 讨论

本研究从短穗兔耳草 75% 乙醇提取物中分离鉴定 10 个化合物, 主要涉及环烯醚萜、酚性及甾体类, 进一步丰富了其化合物的数量。本课题前期研究发现短穗兔耳草具有降尿酸作用^[2], 从中发现 2 个抑制黄嘌呤氧化酶活性的化合物^[12], 而酚类化合物具有降尿酸的功效^[22-23], 环烯醚萜苷化合物具有抗炎、抗癌、保肝利胆等功效^[24], 下一步将继续对短穗兔耳草分离得到的单体化合物进行活性筛选, 以期为其后期开发及利用提供参考。

参考文献:

[1] 西藏、青海、四川等卫生局. 藏药标准. [M]. 1 版. 青海: 青海人民出版社, 1978: 94-95.
[2] 熊雯雯, 张红阳, 文 乐, 等. 短穗兔耳草提取物对高尿酸血症小鼠黄嘌呤氧化酶和肾脏尿酸转运体的影响研究[J]. 中国新药杂志, 2018, 27(13): 1538-1543.
[3] 朱继孝, 张红阳, 李雪激, 等. 两种兔耳草对四氯化碳致肝损伤小鼠保护作用的比较研究[J]. 中药新药与临床药理, 2016, 27(2): 210-214.

[4] 李雪激, 魏春华, 王洪玲, 等. 短穗兔耳草对 α -萘异硫氰酸脂致肝损伤小鼠保护作用的研究[J]. 中药新药与临床药理, 2016, 27(5): 613-617.
[5] 史亚夫, 李雪激, 文 乐, 等. 短穗兔耳草和短管兔耳草抗急性酒精肝损伤小鼠作用机制的研究[J]. 中药新药与临床药理, 2017, 28(5): 600-605.
[6] 羊晓东, 赵静峰, 杨丽娟, 等. 云南兔耳草中环烯醚萜苷类成分的研究[J]. 中国药理学杂志, 2004, 39(2): 101-103.
[7] 赵怀德. 藏药短穗兔耳草体外抑菌实验研究[J]. 青海医药杂志, 2005, 35(10): 39.
[8] 朱继孝, 史亚夫, 程虹毓, 等. 短穗兔耳草化学成分研究[J]. 中药材, 2019, 42(3): 552-555.
[9] 杨云裳, 何 荔, 杨爱梅, 等. 藏药短穗兔耳草化学成分研究[J]. 中国中药杂志, 2005, 30(2): 153-154.
[10] 刘辅玥, 王歆竹, 谭继华, 等. 短穗兔耳草的化学成分研究[J]. 西北药学杂志, 2017, 32(3): 287-290.
[11] 陈耀祖, 张惠迪, 张所明, 等. 藏药短穗兔耳草化学成分的研究[J]. 高等学校化学学报, 1989, 10(3): 260-262.
[12] Zhu J X, Shi Y F, Wang H L, et al. Two new phenylpropanoid glycosides from *Lagotis brachystachya* Maxim and their xanthine oxidase inhibitions [J]. *Nat Prod Res*, 2019, DOI: 10.1080/14786419.2019.1662008.
[13] 田 亮, 周金云. 鞭打绣球的化学成分研究[J]. 中国中药杂志, 2004, 29(6): 528-531.
[14] Kikuchi Y, Miyaichi Y, Tomimori T. Studies on the Nepalese crude drugs. XIII. On the flavonoid and iridoid constituents of the root of *Scutellaria grossa* WALL [J]. *Chem Pharm Bull*, 1991, 39(4): 1051-1054.
[15] 彭庆华, 韩竹箴, 董仁超, 等. 车前子降糖活性部位的化学成分研究[J]. 中国中药杂志, 2017, 42(21): 4150-4153.
[16] 阮汉利, 张 悦, 张勇慧, 等. 湖北大戟化学成分研究[J]. 中国中药杂志, 2006, 31(9): 742-744.
[17] 孟欣欣, 葛 锋, 曾 英, 等. 虎皮楠内生真菌 *Aspergillus* sp. DCS31 化学成分研究[J]. 天然产物研究与开发, 2013, 25(2): 190-192.
[18] 王 暉, 杨崇仁, 张颖君. 草果果实中的酚性成分[J]. 云南植物研究, 2009, 31(3): 284-288.
[19] 姚星宇, 牛婉蓉, 崔秀明, 等. 龙褐纹口发酵液的化学成分研究[J]. 中药材, 2017, 40(6): 1322-1325.
[20] 李翼鹏, 周玉枝, 陈 刚, 等. 徐长卿中酚类成分的分离与鉴定[J]. 沈阳药科大学学报, 2014, 31(6): 444-447.
[21] 王宁宁, 杨秀芳, 马养民. 猫儿屎 DS37 菌株次生代谢产物化学成分的研究. [J]. 2019, 中成药, 41(3): 580-584.
[22] Shen L, Ji H F. Insights into the inhibition of xanthine oxidase by curcumin [J]. *Bioorg Med Chem Lett*, 2009, 19(21): 5990-5993.
[23] Liang D L, Yong T Q, Chen S D, et al. Hypouricemic effect of 2, 5-dihydroxyacetophenone, a computational screened bioactive compound from *Ganoderma applanatum*, on hyperuricemic mice. [J]. *Int J Mol Sci*, 2018, 19(5): 1394-1407.

- [24] 朱继孝, 张红阳, 钟国跃, 等. 藏族药兔耳草属药用植物化学成分与药理作用研究进展. [J]. 中国实验方剂学杂志, 2017, 23(12): 214-222.

缬草化学成分的研究

樊浩¹, 李玉泽¹, 严淑婷¹, 黄文丽¹, 张化为¹, 姜祎¹, 邓翀¹, 宋小妹^{1,2*}

(1. 陕西中医药大学药学院, 陕西 咸阳 712046; 2. 陕西省中药基础与新药研究重点实验室, 陕西 咸阳 712046)

摘要: 目的 研究缬草 *Valeriana officinalis* L. 的化学成分。方法 缬草 80% 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、波谱数据及单晶 X 射线衍射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 8-acetoxy-pathchouli alcohol (**1**)、*n*-hexacos-5, 8, 11-trienoic acid (**2**)、4-epipenlanbutenolide (**3**)、xylariamide (**4**)、(2*R*, 3*S*)-3-methyl-2-(5-oxo-2-isopropenylhexyl)-cyclopentanone (**5**)、木蜡酸 (**6**)、棕榈酸 (**7**)、豆甾醇 (**8**)、月桂酸 (**9**)、bis(4-hydroxyphenyl) methanol (**10**)。结论 化合物 **2~4** 为首次从缬草属中分离得到, 化合物 **1**、**6**、**9** 为首次从该植物中分离得到, 首次得到化合物 **1** 的单晶 X 射线衍射晶体结构数据。

关键词: 缬草; 化学成分; 分离鉴定; 单晶 X 射线衍射

中图分类号: R284.1

文献标志码: A

文章编号: 1001-1528(2020)11-2930-05

doi:10.3969/j.issn.1001-1528.2020.11.020

Chemical constituents from *Valeriana officinalis*

FAN Hao¹, LI Yu-ze¹, YAN Shu-ting¹, HUANG Wen-li¹, ZHANG Hua-wei¹, JIANG Yi¹,
DENG Chong¹, SONG Xiao-mei^{1,2*}

(1. School of Pharmacy, Shaanxi University of Chinese Medicine, Xianyang 712046, China; 2. Shaanxi Key Laboratory of Traditional Chinese Medicine Foundation and New Drug Research, Xianyang 712046, China)

ABSTRACT: AIM To study the chemical constituents from *Valeriana officinalis* L. **METHODS** The 80% ethanol extract from *V. officinalis* was isolated and purified by silica, Sephadex LH-20 and semi-preparative HPLC, then the structures of obtained compounds were identified by physicochemical properties, spectral data and single crystal X-ray diffraction. **RESULTS** Ten compounds were isolated and identified as 8-acetoxy-pathchouli alcohol (**1**), *n*-hexacos-5, 8, 11-trienoic acid (**2**), 4-epipenlanButenolide (**3**), xylariamide (**4**), (2*R*, 3*S*)-3-methyl-2-(5-oxo-2-isopropenyl-hexyl)-cyclopentanone (**5**), lignoceric acid (**6**), palmitic acid (**7**), stigmasterol (**8**), dodecanoic acid (**9**), bis(4-hydroxyphenyl) methanol (**10**). **CONCLUSION** Compounds **2-4** are identified from genus *Valeriana* for the first time. Compounds **1**, **6**, **9** are isolated from this plant for the first time. The crystal structure data of compound **1** by single crystal X-ray diffraction are obtained for the first time.

KEY WORDS: *Valeriana officinalis* L.; chemical constituents; isolation and identification; single crystal X-ray diffraction

收稿日期: 2020-04-17

基金项目: 陕西省科技厅项目 (2019ZDLSF04-03-02); 陕西中医药大学学科创新团队项目 (2019-YL12)

作者简介: 樊浩 (1994—), 男, 硕士生, 研究方向为中草药药效物质基础。Tel: 15399457708, E-mail: 710501600@qq.com

* 通信作者: 宋小妹 (1963—), 女, 教授, 博士, 研究方向为中草药药效物质基础。Tel: 13636733632, E-mail: 2051087@sntcm.edu.cn