

扁蕾化学成分的研究

希古日干, 王图古拉, 宝 钢, 图诺木拉, 哈利嘎, 苏达毕力格, 拉喜那木吉拉*
(内蒙古民族大学蒙医药学院, 内蒙古 通辽 028000)

摘要:目的 研究扁蕾 *Gentianopsis barbata* (Froel.) Ma 的化学成分。方法 对扁蕾 95% 乙醇提取物采用硅胶、凝胶柱、制备液相色谱进行分离纯化, 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, 分别鉴定为木犀草素 (1)、1, 7, 8-三羟基-3-甲氧基呋喃酮 (2)、1, 7-二羟基-3, 8-二甲氧基呋喃酮 (2)、1-羟基-2, 3, 4, 5, 7-五甲氧基呋喃酮 (4)、1-羟基-2, 3, 5-三甲氧基呋喃酮 (5)、1-羟基-3, 7, 8-三甲氧基呋喃酮 (6)、1-羟基-2, 3, 4, 7-四甲氧基呋喃酮 (7)、木犀草素-7-*O*- β -D-葡萄糖苷 (8)、1-*O*-[β -D-吡喃木糖 (1 $\rightarrow$ 6)- β -D-吡喃葡萄糖]-7-羟基-3, 8-二甲氧基呋喃酮 (9)、齐墩果酸 (10)、獐牙菜苷 (11)、马钱子苷 (12)。结论 化合物 4、5、7、11、12 均为首次从该植物中发现。

关键词: 扁蕾; 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(2022)06-1850-05

doi:10.3969/j.issn.1001-1528.2022.06.022

Chemical constituents from *Gentianopsis barbata*

Xi-gu-ri-gan, Wang-tu-gu-la, Bao-gang, Tu-nuo-mu-la, Ha-li-ga, Su-da-bi-li-ge,
La-xi-na-mu-ji-la*

(College of Traditional Mongolian Medicine, Inner Mongolia University for Nationalities, Tongliao 028000, China)

ABSTRACT: **AIM** To study the chemical constituents from *Gentianopsis barbata* (Froel.) Ma. **METHODS** The 95% EtOH extract from *G. barbata* was isolated and purified by silica gel column, gel column and preparative liquid chromatography, then the structures of obtained compounds were identified by physicochemical properties and spectral data. **RESULTS** Twelve compounds were isolated and identified as luteolin (1), 1, 7, 8-trihydroxy-3-methoxyxanthone (2), 1, 7-dihydroxy-3, 8-dimethoxyxanthone (3), 1-hydroxy-2, 3, 4, 5, 7-pentamethoxyxanthone (4), 1-hydroxy-2, 3, 5-trimethoxyxanthone (5), 1-hydroxy-3, 7, 8-trimethoxyxanthone (6), 1-hydroxy-2, 3, 4, 7-tetramethoxyxanthone (7), luteolin-7-*O*- β -D-glucosine (8), 1-*O*-[β -D-xylopyranosyl-(1 $\rightarrow$ 6)- β -D-glucopyranosyl]-7-hydroxyl-3, 8-dimethoxyxanthone (9), oleanolic acid (10), sweroside (11), loganin (12). **CONCLUSION** Compounds 4, 5, 7, 11, 12 are first isolated from this plant. **KEY WORDS:** *Gentianopsis barbata* (Froel.) Ma; chemical constituents; isolation and identification

扁蕾为龙胆科一年生或二年生草本植物扁蕾 *Gentianopsis barbata* (Froel.) Ma 的全草, 其味苦, 性寒, 具有祛“协日”、清热、愈伤、健胃等功效, 作为蒙古族传统医药的特色药材, 有着良好的疗效, 尤其对“协日”病, 如黄疸型肝炎、胆囊炎、胃炎等消化道疾病^[1-2], 但目前对该植物化学

成分和药理活性的研究较少。前期从扁蕾中分离提取多种化合物^[3-7], 大多为呋喃酮、黄酮、萜类, 具有抗肿瘤、抗炎、抗菌等多种药理活性^[8-12]; 本实验在此基础上得到 12 个化合物, 其中化合物 4、5、7、11、12 均为首次从该植物中发现。

1 材料

收稿日期: 2021-06-24

基金项目: 研究生科研立项 (NMDSS1974)

作者简介: 希古日干 (1994—), 男, 硕士生, 研究方向为蒙药鉴定与品种资源

* 通信作者: 拉喜那木吉拉 (1975—), 男, 教授, 博士生导师, 研究方向为蒙药鉴定与品种资源

AVAIVCE III-500 型核磁共振波谱仪 (德国 Bruker 公司); TQS 液相色谱质谱联用仪 (美国 Waters 公司); KQ-800 -E 型超声波清洗器 (昆山市超声仪器有限公司); WRX-4 显微熔点测定仪 (上海易测仪器设备有限公司); LD-20 AT 岛津制备液相色谱仪 (日本岛津公司)。Venusil MP C₁₈反相色谱柱 (100 Å, 21.2 × 250 mm, 10 μm); 薄层色谱柱色谱硅胶 (青岛海洋化工厂); Sephadex LH-20 葡聚糖凝胶 (瑞典 Pharmacia 公司); 柱色谱硅胶及 GF254 薄层板 (青岛海洋化工厂)。扁蕾采自内蒙古西乌珠穆沁旗, 经内蒙古民族大学蒙医药学院布和巴特教授鉴定为扁蕾 *Gentianopsis barbata* (Froel.) Ma。甲醇为色谱纯 (山东禹王实业有限公司化工分公司); 其他试剂均为分析纯。

2 提取与分离

取扁蕾 1.1 kg, 粉碎后用 95% 乙醇回流提取 3 次, 每次 3 h, 提取液减压浓缩得浸膏 0.5 kg, 加 500 mL 去离子水搅拌成混悬液, 依次用石油醚、二氯甲烷、正丁醇各萃取 5 次, 合并各层, 减压浓缩至干, 分别得石油醚层 120.2 g、二氯甲烷层 117.4 g、正丁醇层 113.3 g。

取石油醚层 3 g, 经硅胶柱 (500 g), 以石油醚-二氯甲烷 (3:2) 为流动相洗脱, 得流分 F. 1~F. 100, 洗脱液经 TLC 检测, 合并相似组成, 得化合物 **3** (1 g)。

取二氯甲烷层 3 g, 经凝胶柱 (500 g), 以甲醇-二氯甲烷 (3:2) 为流动相洗脱, 得流分 F. 1~F. 21、F. 2. 1~F. 2. 87, 洗脱液经 TLC 检测, 合并相似组成, 得化合物 **1** (2 g)、**2** (1.4 g)、**6** (1 g)、**8** (2 g)、**10** (3 g)。再将 F. 7~F. 21 合并, 经反相制备 HPLC, 以不同体积分数甲醇为流动相梯度洗脱, 得化合物 **9** (0.2 g)。

正丁醇层经反相制备 HPLC, 以不同体积分数甲醇为流动相梯度洗脱, 得化合物 **4** (0.5 g)、**5** (0.5 g)、**7** (0.4 g)、**11** (0.4 g)、**12** (0.3 g)。

3 结构鉴定

化合物 **1**: 黄色粉末, 溶于甲醇; ESI-MS m/z 287.0 $[M+H]^+$, C₁₅H₁₀O₆。¹H-NMR (500 MHz, CD₃OD) δ: 7.38 (brs, 1H), 7.37 (brs, 1H) 为 C 环 2' 和 6' 位苯环氢信号, 6.90 (d, $J=8.2$ Hz, 1H) 为 C 环 5' 位邻耦产生的氢信号, 6.54 (s, 1H) 位 B 环 3 位氢原子信号, 6.43 (brs, 1H), 6.20 (brs, 1H) 为 A 环 7 位和 9 位间耦产生的氢信号。¹³C-NMR (125 MHz, MeOD) δ: 182.5 (C-4), 164.9

(C-2), 164.7 (C-7), 161.8 (C-5), 157.9 (C-9), 149.6 (C-4'), 145.6 (C-3'), 122.2 (C-1'), 118.9 (C-6'), 115.4 (C-5'), 112.7 (C-2'), 103.9 (C-10), 102.4 (C-3), 98.7 (C-6), 93.6 (C-8)。与文献 [13] 报道的木犀草素一致。

化合物 **2**: 黄色针状结晶, 溶于甲醇; ESI-MS m/z 276.0 $[M+H]^+$, C₁₄H₁₂O₆。¹H-NMR (500 MHz, DMSO-*d*₆) δ: 11.91 (s, 1H) 和 9.51 (s, 2H) 为 1, 7, 8 位活泼氢信号, 7.30 (d, $J=8.9$ Hz, 1H) 和 6.91 (d, $J=8.9$ Hz, 1H) 为 5, 6 位邻耦氢信号, 6.62 (d, $J=2.0$ Hz, 1H) 和 6.40 (d, $J=2.1$ Hz, 1H) 为 2, 4 位间耦氢信号, 3.89 (s, 3H) 为 3 位甲氧基信号 (OCH₃)。 ¹³C-NMR (125 MHz, DMSO-*d*₆) δ: 184.8 (C=O), 167.5 (C-3), 162.4 (C-1), 158.2 (C-4a), 148.5 (C-4b), 147.6 (C-8), 141.0 (C-7), 124.6 (C-6), 107.9 (C-8a), 106.5 (C-5), 102.2 (C-8b), 97.7 (C-2), 93.3 (C-4), 56.7 (C-3)。与文献 [14] 报道的 1, 7, 8-三羟基-3-甲氧基山酮一致。

化合物 **3**: 淡黄色针状结晶, 溶于甲醇; ESI-MS m/z 289.0 $[M-H]^-$, C₁₅H₁₄O₆。¹H-NMR (500 MHz, DMSO-*d*₆) δ: 13.30 (s, 1H), 9.62 (s, 1H) 为 1, 7 位活泼氢信号, 7.39 (d, $J=9.1$ Hz, 1H), 7.23 (d, $J=9.1$ Hz, 1H) 为 2, 4 位邻耦氢信号, 6.34 (d, $J=2.3$ Hz, 1H) 和 6.54 (d, $J=2.3$ Hz, 1H) 为 2, 4 位间耦氢信号, 3.87 (s, 3H), 3.81 (s, 3H) 为 3, 8 位甲氧基信号 (OCH₃)。 ¹³C-NMR (125 MHz, DMSO-*d*₆) δ: 181.0 (C=O), 166.5 (C-3), 163.3 (C-1), 157.2 (C-4a), 149.8 (C-8), 147.5 (C-4b), 145.7 (C-7), 124.9 (C-6), 115.4 (C-8a), 113.7 (C-5), 103.7 (C-8b), 97.2 (C-2), 92.3 (C-4), 61.5 (C-3), 56.5 (C-8)。与文献 [13] 报道的 1, 7-二羟基-3, 8-二甲氧基山酮一致。

化合物 **4**: 黄色无定型粉末, 溶于甲醇; ESI-MS m/z 363.1 $[M-H]^-$, C₁₈H₂₀O₈。¹H-NMR (500 MHz, DMSO-*d*₆) δ: 12.59 (s, 1H) 为 1 位活泼氢信号, 7.15 (d, $J=2.5$ Hz, 1H), 7.07 (d, $J=2.5$ Hz, 1H) 为 6, 8 位间耦氢信号, 4.06 (s, 3H), 3.99 (s, 3H), 3.91 (s, 3H), 3.88 (s, 3H), 3.82 (s, 3H) 为 5 个甲氧基信号 (OCH₃)。 ¹³C-NMR (125 MHz, DMSO-*d*₆) δ: 180.1 (C-9), 156.4 (C-7), 154.2 (C-3), 151.9 (C-1), 141.9 (C-5), 135.3 (C-4b), 134.3 (C-4a), 132.8 (C-4),

130.5 (C-2), 120.9 (C-8a), 113.3 (C-8b), 107.8 (C-6), 95.6 (C-8), 61.9 (C-1'), 61.1 (C-2'), 61.1 (C-3'), 57.2 (C-4'), 56.2 (C-5')。与文献报道的 1-羟基-2, 3, 4, 5, 7-五甲氧基吡喃酮一致^[15]。

化合物 5: 黄色粉末, 溶于甲醇; ESI-MS m/z 303.1 $[M-H]^-$, $C_{16}H_{16}O_6$ 。 1H -NMR (500 MHz, DMSO- d_6) δ : 12.71 (s, 1H) 为 1 位活泼氢信号, 7.70 (d, $J=8.0$ Hz, 1H), 7.42 (t, $J=8.0$ Hz, 1H), 7.54 (d, $J=7.9$ Hz, 1H) 为苯环上 6, 7, 8 位氢信号, 3.98 (d, $J=8.6$ Hz, 6H), 3.74 (s, 3H) 为 3 个甲氧基信号 (OCH_3)。 ^{13}C -NMR (125 MHz, DMSO- d_6) δ : 180.6 (C-9), 160.2 (C-3), 153.1 (C-1), 152.7 (C-4a), 148.1 (C-5), 145.6 (C-4b), 131.3 (C-2), 124.2 (C-7), 120.3 (C-8a), 116.7 (C-8), 115.6 (C-6), 103.4 (C-8b), 91.7 (C-4), 60.1 (C-1'), 56.7 (C-2'), 56.3 (C-3')。与文献 [16] 报道的 1-羟基-2, 3, 5-三甲氧基吡喃酮一致。

化合物 6: 黄色无定型粉末, 易溶于甲醇; ESI-MS m/z 303.0 $[M-H]^-$, $C_{16}H_{16}O_6$ 。 1H -NMR (500 MHz, DMSO- d_6) δ : 13.29 (s, 1H) 为 1 位活泼氢信号, 7.22 (d, $J=9.1$ Hz, 1H) 和 7.39 (d, $J=9.1$ Hz, 1H) 为 5, 6 位邻耦氢信号, 6.32 (d, $J=2.3$ Hz, 1H) 和 6.52 (d, $J=2.3$ Hz, 1H) 为 2, 4 位间耦氢信号, 3.81 (s, 3H) 和 3.87 (brs, 6H) 为 3, 7, 8 位甲氧基信号 (OCH_3)。与文献 [17] 报道的 1-羟基-3, 7, 8-三甲氧基吡喃酮一致。

化合物 7: 黄色针状结晶, 易溶于甲醇; ESI-MS m/z 333.0 $[M-H]^-$, $C_{17}H_{18}O_7$ 。 1H -NMR (500 MHz, DMSO- d_6) δ : 12.62 (s, 1H) 为 1 位活泼氢信号, 7.71 (d, $J=9.9$ Hz, 1H) 为 5 位三旋体系 (AB_2) 结构氢信号, 7.52 (dd, $J=9.9, 3.1$ Hz, 1H) 为 6 位三旋体系 (AB_2) 结构氢信号, 7.51 (d, $J=3.1$ Hz, 1H) 为 8 位三旋体系 (AB_2) 结构氢信号, 4.06 (s, 3H)、3.89 (brs, 6H) 和 3.83 (s, 3H) 为 4 个甲氧基信号 (OCH_3)。 ^{13}C -NMR (125 MHz, DMSO- d_6) δ : 181.3 (C-9), 156.4 (C-7), 154.4 (C-3), 150.8 (C-1), 150.2 (C-4a), 145.9 (C-4b), 135.2 (C-2), 132.6 (C-4), 125.9 (C-6), 120.3 (C-8a), 120.2 (C-6), 105.5 (C-8), 104.7 (C-8b), 62.2 (C-1'), 61.9 (C-2'), 61.1 (C-3'), 56.3 (C-4')。与文献 [18] 报道的 1-羟基-2, 3, 4, 7-四甲氧基吡喃酮一致。

化合物 8: 黄色颗粒状, 少量溶于甲醇; ESI-MS m/z 449.1 $[M+H]^+$, $C_{15}H_{16}O_6$ 。 1H -NMR (500 MHz, DMSO- d_6) δ : 13.00 (s, 1H) 为活泼氢信号, 7.46 (dd, $J=8.4, 2.3$ Hz, 1H) 为 C 环 6' 位氢信号, 7.42 (d, $J=2.3$ Hz, 1H) 为 C 环 2' 位氢信号, 6.91 (d, $J=8.4$ Hz, 1H) 为 C 环 5' 邻耦氢信号, 6.79 (d, $J=2.1$ Hz, 1H) 和 6.45 (d, $J=2.1$ Hz, 1H) 为 A 环 8, 5 位间耦氢信号, 6.76 (s, 1H) 为 B 环 3 位孤立氢信号, 5.09 (d, $J=7.5$ Hz, 1H) 位端基碳原子上的氢信号, 3.72~3.16 (m, 10H) 为链接糖苷上的氢信号。 ^{13}C -NMR (125 MHz, DMSO- d_6) δ : 182.4 (C-4), 164.9 (C-2), 163.4 (C-7), 161.6 (C-5), 157.4 (C-9), 150.4 (C-4'), 146.3 (C-3'), 121.9 (C-1'), 119.6 (C-6'), 116.5 (C-5'), 114.0 (C-2'), 105.8 (C-10), 103.6 (C-3), 100.4 (C-1''), 100.0 (C-6), 95.2 (C-8), 77.6 (C-5''), 76.9 (C-3''), 73.6 (C-2''), 70.0 (C-4''), 61.1 (C-6'')。与文献 [19] 报道的木犀草素-7- O - β -D-葡萄糖苷一致。

化合物 9: 黄色无定型粉末, 溶于甲醇; ESI-MS m/z 581.3 $[M-H]^-$, $C_{26}H_{32}O_{15}$ 。 1H -NMR (500 MHz, DMSO- d_6) δ : 7.16 (d, $J=9.0$ Hz, 1H) 和 7.30 (d, $J=9.1$ Hz, 1H) 为 5, 6 位邻耦氢信号, 6.77 (d, $J=2.3$ Hz, 1H) 和 6.73 (d, $J=2.3$ Hz, 1H) 为 4, 2 位间耦氢信号, 4.92 (d, $J=7.7$ Hz, 1H) 和 4.18 (d, $J=7.6$ Hz, 1H) 为两个糖的端基碳上的氢信号, 3.88 (s, 3H) 和 3.80 (s, 3H) 为 8, 3 位甲氧基信号 (OCH_3)。 ^{13}C -NMR (125 MHz, DMSO- d_6) δ : 175.1 (C=O), 164.6 (C-3), 159.5 (C-1), 158.2 (C-4a), 148.9 (C-8), 147.3 (C-4b), 145.6 (C-7), 123.5 (C-6), 117.8 (C-7a), 113.1 (C-5), 107.9 (C-8b), 104.6 (C-1'), 103.1 (C-1''), 100.6 (C-2), 95.3 (C-4), 80.8 (C-5'), 77.0 (C-3''), 76.8 (C-3'), 73.8 (C-2''), 73.8 (C-2'), 69.9 (C-4'), 69.6 (C-4''), 66.1 (C-6'), 64.6 (C-5''), 61.3 (C-3), 56.5 (C-8)。与文献 [20] 报道的 1- O - [β -D-吡喃木糖 (1 $\rightarrow$ 6)- β -D-吡喃葡萄糖]-7-羟基-3, 8-二甲氧基吡喃酮一致。

化合物 10: 白色粉末, 易溶于甲醇; ESI-MS m/z 455.1 $[M-H]^-$, $C_{30}H_{48}O_3$ 。 1H -NMR (500 MHz, DMSO- d_6) δ : 12.03 (s, 1H), 5.16 (s, 1H), 4.30 (d, $J=5.2$ Hz, 1H), 2.99 (dd, $J=10.2, 5.3$ Hz, 1H), 2.81~2.69 (m, 1H) 为连氧碳上的氢信号,

1.96~0.62 (m, 21H) 为 7 个甲基质子信号。¹³C-NMR (125 MHz, DMSO-*d*₆) δ: 144.3 (C-13), 121.9 (C-12), 77.3 (C-3), 55.3 (C-5), 47.5 (C-9), 40.6 (C-14), 38.9 (C-8), 38.5 (C-4), 37.1 (C-1), 33.8 (C-10), 32.6 (C-7), 27.4 (C-2), 26.1 (C-15), 23.4 (C-11), 23.1 (C-16), 18.5 (C-6)。与文献 [21] 报道的齐墩果酸一致。

化合物 11: 淡黄色粉末, 溶于甲醇; ESI-MS *m/z* 359.1 [M+H]⁺, C₁₆H₂₂O₉。¹H-NMR (500 MHz, DMSO-*d*₆) δ: 7.49 (s, 1H) 为双键上 3 位氢信号, 4.50 (d, *J*=7.9 Hz, 1H) 为连糖端基碳上的 1' 位氢原子信号。¹³C-NMR (125 MHz, DMSO-*d*₆) δ: 164.7 (C-11), 151.5 (C-3), 132.4 (C-8), 120.4 (C-10), 104.9 (C-4), 98.1 (C-1'), 95.6 (C-1), 77.4 (C-5'), 76.4 (C-3'), 73.1 (C-2'), 70.1 (C-4'), 67.7 (C-7), 61.1 (C-6'), 41.5 (C-9), 26.8 (C-5), 24.3 (C-6)。与文献 [22] 报道的獐牙菜苷一致。

化合物 12: 淡黄色粉末, 溶于甲醇; ESI-MS *m/z* 413.1 [M+Na]⁺, C₁₇H₂₆O₁₀。¹H-NMR (500 MHz, DMSO-*d*₆) δ: 7.36 (s, 1H, H-3) 为 3 位双键上的氢信号, 5.12 (d, *J*=5.0 Hz, 1H) 为 1 位连氧碳上的氢信号, 4.47 (m, 1H) 为 7 位氢信号, 3.88 (m, 1H) 为连糖 6' 氢信号, 3.62 (s, 3H) 为 12 位甲基 (CH₃) 上的氢信号, 3.16 (m, 1H) 为 5 位氢信号, 2.06 (m, 1H) 为 9 位氢信号, 1.84 (m, 1H) 为 8 位氢信号, 1.76 (m, 2H) 为 6 位氢信号, 0.98 (d, *J*=6.8 Hz, 3H) 为 10 位甲基 (CH₃) 上的氢信号。¹³C-NMR (125 MHz, DMSO-*d*₆) δ: 167.0 (C-11), 150.6 (C-3), 112.1 (C-4), 98.6 (C-1'), 96.1 (C-1), 77.2 (C-3'), 76.7 (C-5'), 73.1 (C-2'), 72.1 (C-7), 70.1 (C-4'), 61.1 (C-6'), 51.0 (C-12), 44.7 (C-8), 41.7 (C-6), 40.5 (C-9), 30.8 (C-5), 13.5 (C-10)。与文献 [23] 报道的马钱素一致。

4 结论

本实验从扁蕾 95 % 乙醇提取物中分离鉴定了 12 个化合物, 其中化合物 4、5、7、11、12 均为首次从该植物中发现, 可为其今后开发利用提供依据。

参考文献:

[1] 巴根那. 蒙医方剂学[M]. 呼和浩特: 内蒙古人民出版社, 2007: 93-104.

- [2] 罗布桑. 蒙药学[M]. 呼和浩特: 内蒙古人民出版社, 2006: 94-97.
- [3] Cui Z H, Li Y, Wang Z W, *et al.* Chemical constituents from *Gentianopsis barbata* var. *sinensis* Ma (Gentianaceae) [J]. *Biochem Syst Ecol*, 2013, 47: 101-103.
- [4] 尚 军, 金盼盼, 陈 志. 高速逆流色谱法分离纯化藏药湿生扁蕾有效成分[J]. 青海师范大学学报 (自然科学版), 2014, 30(3): 51-54.
- [5] 李 玥. 湿生扁蕾的利胆有效成分研究[J]. 西北药学杂志, 2013, 28(4): 346-349.
- [6] 罗洲飞, 刘妮娜, 徐彦军, 等. 扁蕾不同部位的化学成分研究[J]. 湖南农业科学, 2012(9): 99-102; 112.
- [7] 阿如罕, 赵冬冬, 穆永旭, 等. “地格达类”蒙药中国扁蕾全草的化学成分研究[J]. 中国现代中药, 2015, 17(11): 1148-1150; 1159.
- [8] 王雅莉, 景 明, 张艳霞, 等. 藏药湿生扁蕾对人结肠癌细胞 SW480 增殖调控因子 CyclinD₁、CDK4、PCNA 和 p21^{Kip1} mRNA 表达的影响[J]. 中国民族民间医药, 2014, 23(3): 1-2.
- [9] 景 明, 罗永皎, 陈正君, 等. 藏药湿生扁蕾对三硝基苯磺酸诱导的大鼠溃疡性结肠炎模型的影响[J]. 时珍国医国药, 2011, 22(2): 351-352.
- [10] 景 明, 罗永皎, 刘喜平, 等. 藏药湿生扁蕾提取物的止泻作用及其急性毒性研究[J]. 中成药, 2011, 33(6): 1049-1050.
- [11] 张艳霞, 景 明, 蔺兴遥, 等. 藏药湿生扁蕾提取物对人结肠癌 SW480 细胞增殖和周期的影响[J]. 西部中医药, 2014, 27(9): 50-52.
- [12] 罗小文, 李佳川, 谭 睿, 等. 湿生扁蕾对小鼠抗炎镇痛作用研究[J]. 中药药理与临床, 2013, 29(1): 97-99.
- [13] 石 峥, 戴宇轩, 梁 晨, 等. 川西獐牙菜乙酸乙酯部位的化学成分及活性研究[J]. 天然产物研究与开发, 2018, 30(11): 1918-1922; 2016.
- [14] 尚 军, 金盼盼, 陈 志. 高速逆流色谱法分离纯化藏药湿生扁蕾有效成分[J]. 青海师范大学学报 (自然科学版), 2014, 30(3): 51-54.
- [15] 刘 霞, 刘 勇, 师彦平. 藏药椭圆叶花锚中酮苷类成分的研究[J]. 中国中药杂志, 2009, 34(5): 580-582.
- [16] 高瑞锡, 梅枝意, 黄先菊, 等. 黄秦艽根化学成分研究[J]. 中草药, 2018, 49(3): 521-529.
- [17] 王洪玲, 陈 浩, 耿长安, 等. 椭圆叶花锚的化学成分研究[J]. 中国中药杂志, 2011, 36(11): 1454-1457.
- [18] Feng R, Sh G, Liu X J, *et al.* Identification of the metabolites of biologically active xanthenes isolated from *Halenia elliptica* D. Don by high performance liquid chromatography coupled to ion trap time-of-flight mass spectrometry [J]. *Chin Chem Lett*, 2010, 22(7): 839-842.
- [19] 陈美安, 林春花, 梁 雪. 兰香草乙酸乙酯部位化学成分的研究[J]. 中成药, 2021, 43(4): 939-943.

- [20] 潘 莉, 张晓峰, 王明奎, 等. 祁连山牙菜化学成分研究[J]. 中草药, 2002, 33(7): 10-13.
- [21] 黄艳萍, 宋家玲, 吴继平, 等. 凉粉草化学成分分离鉴定[J]. 中国实验方剂学杂志, 2018, 24(6): 77-81.
- [22] Yao C Y, Song Z J, Ruan L J, et al. A new methoxylated flavone from *Lonicera hypoglauca* and its chemotaxonomic significance[J]. *Biochem Syst Ecol*, 2021, 97: 1-4.
- [23] Xue H Q, Ma X M, Wu S X, et al. Xanthones from *Gentianopsis paludosa*[J]. *Chem Nat Compd*, 2011, 46(6): 979-981.

俄色叶 HPLC 指纹图谱建立及 7 种成分测定

徐 俊, 陈华林, 陈 蓉, 康晋梅, 李 敏*

(成都中医药大学, 中药材标准化教育部重点实验室, 省部共建西南特色中药资源国家重点实验室, 四川成都 611137)

摘要:目的 建立俄色叶 HPLC 指纹图谱, 并测定绿原酸、金丝桃苷、异槲皮苷、槲皮苷、根皮苷、槲皮素、根皮素的含量。方法 该药材 75% 甲醇的分析采用 Inertsil ODS-3 色谱柱 (4.6 mm×250 mm, 5 μm); 流动相乙腈-0.1% 磷酸; 梯度洗脱; 体积流量 1 mL/min; 柱温 30 ℃; 检测波长 340 nm。采用中药色谱指纹图谱相似度评价系统 2012A 版计算相似度, 建立指纹图谱, 通过 SPSS 25.0 软件进行聚类分析。结果 13 批样品 HPLC 指纹图谱中有 17 个共有峰, 相似度均大于 0.9。7 种成分在各自范围内线性关系良好 ($r \geq 0.999 5$), 平均加样回收率为 96.4%~100.1%, RSD 为 0.7%~2.9%。结论 该方法简便准确, 可为综合评价俄色叶质量提供参考。

关键词: 俄色叶; 指纹图谱; 化学成分; HPLC

中图分类号: R284.1

文献标志码: A

文章编号: 1001-1528(2022)06-1854-05

doi:10.3969/j.issn.1001-1528.2022.06.023

Establishment of HPLC fingerprints and determination of seven constituents for Eseye

XU Jun, CHEN Hua-lin, CHEN Rong, KANG Jin-mei, LI Min*

(Key Laboratory for Standardization of Chinese Herbal Medicine, State Key Laboratory of Southwestern Chinese Medicine Resources, College of Pharmacy, Chengdu University of Traditional Chinese Medicine, Chengdu 611137, China)

KEY WORDS: Eseye; fingerprints; chemical constituents; HPLC

俄色叶为蔷薇科苹果属植物变叶海棠 *Malus toringoide* (Rehd.) Hughes. 或花叶海棠 *Malus transitoria* (Batal.) Schneid. 的干燥叶及叶芽^[1], 在《四部医典》^[2]、《晶珠本草》^[3]、《藏药晶镜本草》^[4]中均有记载, 具有攻坚化积、除腻涤滞、保肝利胆的功效, 它已被开发的雪域俄色茶^[5-9]、功能性食品^[10-11]、保肝药物^[12-13]、俄色黄酮分子胶囊^[14]、俄色-A 毛囊靶向脂质体^[15]、俄色总黄酮缓

释栓剂与片剂^[16-17]、俄色黄酮微囊^[18]、俄色黄酮-β-环糊精包合物^[19]、复方颗粒剂^[20-21]等, 在药用、食用方面均具有重要价值。另外, 该属植物包括多种海棠, 在性状、成分方面存在相似性^[22]。

目前, 俄色叶质量标准仅以根皮素为含量测定指标, 不能有效地控制其质量^[23]。因此, 建立俄色叶 HPLC 指纹图谱, 并同时测定绿原酸、金丝桃苷、异槲皮苷、槲皮苷、根皮苷、槲皮素、

收稿日期: 2021-05-25

基金项目: 四川省科技计划项目 (2020YFS0495); “杏林学者”学科人才科研提升计划 (CXTD2018016)

作者简介: 徐 俊 (1996—), 女, 硕士生, 研究方向为中药品种、质量与资源开发应用。Tel: 18408287885, E-mail: 2950771580@qq.com

*通信作者: 李 敏 (1962—), 女, 教授, 博士生导师, 研究方向为中药品种、质量及资源。Tel: 13980038316, E-mail: 028limin@163.com