

月季花化学成分的研究

赵倩, 刘钊, 李清娟, 陈卫平

石药集团中奇制药技术(石家庄)有限公司, 河北 石家庄 050035

摘要: 目的 研究蔷薇科植物月季 *Rosa chinensis* 干燥花的化学成分。方法 月季花 95%乙醇提取物, 浓缩后用水混悬, 依次用石油醚、醋酸乙酯、正丁醇萃取, 取醋酸乙酯层和正丁醇层分别经硅胶柱色谱、Sephadex LH-20 柱色谱、反相 C_{18} 柱色谱等分离纯化, 利用理化性质和波谱学数据鉴定化合物结构。结果 分离得到了 14 个化合物, 均为酚酸和黄酮类化合物, 分别鉴定为琥珀酸(1)、琥珀酸甲酯(2)、没食子酸乙酯(3)、原儿茶酸(4)、香草酸(5)、莽草酸(6)、没食子酸甲酯-3- O - β -D-葡萄糖苷(7)、苯甲基 6'- O -没食子酸基- β -D-葡萄糖苷(8)、苯乙基 6'- O -没食子酸基- β -D-葡萄糖苷(9)、邻苯二酚(10)、金丝桃苷(11)、山柰酚-3- O - α -L-阿拉伯糖苷(12)、山柰酚-3- O - β -D-葡萄糖苷(13)、乔松素-7- O - β -D-葡萄糖苷(14)。结论 14 个化合物均为首次从该植物中分离得到。

关键词: 月季花; 酚酸; 黄酮; 苯甲基 6'- O -没食子酸基- β -D-葡萄糖苷; 乔松素-7- O - β -D-葡萄糖苷

中图分类号: R284.1 文献标志码: A 文章编号: 0253-2670(2012)08-1484-05

Chemical constituents from flowers of *Rosa chinensis*

ZHAO Qian, LIU Fang, LI Qing-juan, CHEN Wei-ping

CSPPC Zhongqi Pharmaceutical Technology (Shijiazhuang) Co., Ltd., Shijiazhuang 050035, China

Abstract: Objective To study the chemical constituents from the flowers of *Rosa chinensis*. **Methods** Column chromatography on silica gel, RP- C_{18} , and Sephadex LH-20 column were used to separate and purify the chemical constituents in the EtOAc and *n*-BuOH fractions of the 95% ethanol extract. Their structures were elucidated by physicochemical properties and spectroscopic analyses. **Results** Fourteen compounds were obtained and identified as phenolic acids and flavonoids. These compounds were succinic acid (1), methyl succinate (2), ethyl gallate (3), protoatechuic acid (4), vanillic acid (5), shikimic acid (6), methyl 3- O -(β -D-glucopyranosyl) gallate (7), benzyl 6'- O -galloyl- β -D-glucopyranoside (8), phenylethyl 6'- O -galloyl- β -D-glucopyranoside (9), catechol (10), hypericin (11), kaempferol-3- O - α -L-arabinopyranoside (12), kaempferol-3- O - β -D-glucopyranoside (13), and pinocembrin-7- O - β -D-glucopyranoside (14). **Conclusion** The fourteen compounds are isolated from the plant for the first time.

Key words: the flowers of *Rosa chinensis* Jacq.; phenolic acid; flavone; benzyl 6'- O -galloyl- β -D-glucopyranoside; pinocembrin-7- O - β -D-glucopyranoside

月季花, 又名月月红、胜雪、瘦客、斗雪红等, 为蔷薇科植物月季 *Rosa chinensis* Jacq. 的干燥花。其味甘、微苦, 性温, 归肝经。可活血调经、消肿解郁, 主治妇女月经不调、痛经闭经、跌打损伤、胸胁胀痛、跌打肿痛、瘰癧、痈疮等^[1]。本实验从月季花醋酸乙酯部分和正丁醇部分分离得到了 14 个化合物, 均为酚酸和黄酮类化合物, 分别鉴定为琥珀酸(succinic acid, 1)、琥珀酸甲酯(methyl succinate, 2)、没食子酸乙酯(ethyl gallate, 3)、原儿茶酸(protoatechuic acid, 4)、香草酸(vanillic acid, 5)、莽草酸(shikimic acid, 6)、没食子酸甲

酯-3- O - β -D-葡萄糖苷[methyl 3- O -(β -D-glucopyranosyl) gallate, 7]、苯甲基 6'- O -没食子酸基- β -D-葡萄糖苷(benzyl 6'- O -galloyl- β -D-glucopyranoside, 8)、苯乙基 6'- O -没食子酸基- β -D-葡萄糖苷(phenylethyl 6'- O -galloyl- β -D-glucopyranoside, 9)、邻苯二酚(catechol, 10)、金丝桃苷(hypericin, 11)、山柰酚-3- O - α -L-阿拉伯糖苷(kaempferol-3- O - α -L-arabinopyranoside, 12)、山柰酚-3- O - β -D-葡萄糖苷(kaempferol-3- O - β -D-glucopyranoside, 13)、乔松素-7- O - β -D-葡萄糖苷(pinocembrin-7- O - β -D-glucopyranoside, 14)。14 个化合物均为首次从该

收稿日期: 2012-05-18

基金项目: 科技部“十一五”重大新药创制(2008ZX09401-004)

作者简介: 赵倩(1976—), 女, 工程师, 硕士, 主要从事新药开发研究。Tel: (0311)67808831 E-mail: zhq0551@sina.com

植物中分离得到。

1 仪器与材料

自动流分收集器(上海沪西分析仪器厂有限公司), UV—1601 紫外分光光度仪(日本岛津公司), Spectrum 100 红外分光光度仪(上海珀金埃尔默仪器有限公司), LC/MS/MS: LC 为 Shimadzu 20A(日本岛津公司), ESI-MS 为 API 4000 型液相色谱-三重四级杆质谱联用仪(美国 AB 公司), Bruker Avance—400、Bruker ARX—600 型核磁共振谱仪(德国 Bruker 公司)。薄层 GF₂₅₄ 色谱板(烟台大学生物与工程研究所出品), 柱色谱硅胶(青岛海洋化工厂产品), Sephadex LH-20、Toyopearl HW-40、C-18(北京慧德易科技有限责任公司), 反相 C₁₈ 板、Lchrorep[®] RP-18 均为 Merck 公司产品, 95%乙醇为药用酒精, 甲醇、石油醚、氯仿、醋酸乙酯、正丁醇、冰醋酸均为国产分析纯。

月季花购于石家庄康泰尔医药有限公司, 并由石药集团中奇制药技术(石家庄)有限公司中药室高级工程师刘翠艳鉴定为蔷薇科植物月季 *Rosa chinensis* Jacq. 的干燥花。

2 提取与分离

月季花 5 kg 用 95%乙醇加热回流提取, 回收乙醇, 浓缩后用水混悬, 依次用石油醚、醋酸乙酯、正丁醇萃取, 取醋酸乙酯层和正丁醇层分别经硅胶柱色谱, 氯仿-甲醇(100:1→1:1)梯度洗脱; 醋酸乙酯层得 5 个流分, 正丁醇层得 2 个流分, 所得流分再反复经硅胶柱色谱、Sephadex LH-20 柱色谱、Toyopearl HW-40 柱色谱、反相 C₁₈ 开放柱色谱等, 得到化合物 **1** (850 mg)、**2** (270 mg)、**3** (79 mg)、

4 (35 mg)、**5** (20 mg)、**6** (138 mg)、**7** (12 mg)、**8** (15 mg)、**9** (12 mg)、**10** (21 mg)、**11** (54 mg)、**12** (24 mg)、**13** (19 mg)、**14** (17 mg)。

3 结构鉴定

化合物 **1**: 无色片晶, 分子式 C₄H₆O₄, ESI-MS m/z : 117 [M-H]⁻。UV $\lambda_{\max}^{\text{MeOH}}$ (nm): 214; IR $\nu_{\max}^{\text{KBr}}$ (cm⁻¹): 2 932 (-OH), 1 694 (C=O), 1 420 (-OH), 1 203 (C-O)。¹H-NMR (400 MHz, DMSO-*d*₆) δ : 2.41 (4H, s, -CH₂), 12.11 (2H, brs, -COOH); ¹³C-NMR (100 MHz, DMSO-*d*₆) δ : 28.8 (-CH₂), 173.6 (-COOH); 以上数据与文献报道一致^[2], 故鉴定化合物 **1** 为琥珀酸。

化合物 **2**: 白色粉末, 分子式 C₅H₈O₄, ESI-MS m/z : 131 [M-H]⁻。UV $\lambda_{\max}^{\text{MeOH}}$ (nm): 206; IR $\nu_{\max}^{\text{KBr}}$ (cm⁻¹): 3 012, 2 958 (-OH), 1 732, 1 694 (C=O), 1 440 (OH), 1 203 (C-O)。¹H-NMR (500 MHz, pyridine-*d*₅) δ : 14.38 (1H, brs, -COOH), 3.70 (3H, d, J = 1.5 Hz, -OCH₃), 2.96 (2H, t, J = 6.5 Hz, H-2), 2.88 (2H, t, J = 6.5 Hz, H-3); ¹³C-NMR (100 MHz, pyridine-*d*₅) δ : 174.9 (-COOH), 173.4 (C=O), 51.6 (-OCH₃), 29.9 (C-2), 28.8 (C-3)。以上数据与文献报道一致^[2], 故鉴定化合物 **2** 为琥珀酸甲酯。

化合物 **3**: 白色粉末。ESI-MS m/z : 197 [M-H]⁻。UV $\lambda_{\max}^{\text{MeOH}}$ (nm): 219, 276; IR $\nu_{\max}^{\text{KBr}}$ (cm⁻¹): 3 452, 3 297 (-OH), 3 000~2 500 (-COOH), 1 707 (C=O), 1 620, 1 535, 1 469。¹H-NMR 和 ¹³C-NMR 数据见表 1。与文献数据对照^[3], 鉴定化合物 **3** 为没食子酸乙酯。

化合物 **4**: 白色粉末。ESI-MS m/z : 153 [M-H]⁻。UV $\lambda_{\max}^{\text{MeOH}}$ (nm): 208, 251, 290; IR $\nu_{\max}^{\text{KBr}}$ (cm⁻¹): 3 327 (-OH), 3 000~2 500 (-COOH), 1 670 (C=O), 1 601,

表 1 化合物 3~5 的 ¹H-NMR 和 ¹³C-NMR 数据 (DMSO-*d*₆)
Table 1 ¹H-NMR and ¹³C-NMR data of compounds 3—5 (DMSO-*d*₆)

碳位	3		4		5	
	δ_{H}	δ_{C}	δ_{H}	δ_{C}	δ_{H}	δ_{C}
1		119.6		116.6		121.6
2	6.95 (1H, s)	108.5	7.33 (1H, d, J = 2.0 Hz)	121.7	7.43 (1H, d, J = 1.6 Hz)	115.0
3		145.5		144.9		147.2
4		138.3		150.0		151.0
5		145.5	6.78 (1H, d, J = 8.2 Hz)	115.2	6.84 (1H, d, J = 8.0 Hz)	112.8
6	6.95 (1H, s)	108.5	7.28 (1H, dd, J = 8.2, 2.0 Hz)	122.0	7.44 (1H, dd, J = 8.0, 1.6 Hz)	123.5
-COOH		165.8	12.26 (1H, brs)	167.3	12.47 (1H, brs)	167.1
3-OH	9.22 (1H, s)		9.63 (1H, brs)			
4-OH	8.88 (1H, brs)		9.24 (1H, brs)		9.81 (1H, brs)	
5-OH	9.22 (1H, s)					
-CH ₂ -	4.20 (2H, q, J = 7.0 Hz)	60.0				
-CH ₃	1.27 (3H, t, J = 7.0 Hz)	14.2			3.80 (3H, s)	55.6

1 527, 1 446。¹H-NMR 和 ¹³C-NMR 数据见表 1。与文献数据对照^[4], 鉴定化合物 **4** 为原儿茶酸。

化合物 **5**: 白色粉末。ESI-MS m/z : 167 [M-H]⁻。UV $\lambda_{\max}^{\text{MeOH}}$ (nm): 208, 251, 285; IR $\nu_{\max}^{\text{KBr}}$ (cm⁻¹): 3 485 (-OH), 3 000~2 500 (-COOH), 1 682 (C=O), 1 598, 1 523, 1 435。¹H-NMR 和 ¹³C-NMR 数据见表 1。推测该化合物为原儿茶酸的甲基化产物, 与文献数据对照^[5], 鉴定化合物 **5** 为香草酸。

化合物 **6**: 白色粉末, 分子式 C₇H₁₀O₅。ESI-MS m/z : 173 [M-H]⁻; UV $\lambda_{\max}^{\text{MeOH}}$ (nm): 206; IR $\nu_{\max}^{\text{KBr}}$ (cm⁻¹): 3 482, 3 385, 3 222 (-OH), 3 000~2 500 (-COOH), 1 682 (C=O), 1 648 (C=C)。¹H-NMR (500 MHz, pyridine-*d*₅) δ : 6.77 (1H, s, H-2), 4.34 (1H, s, H-3), 3.96 (1H, dd, J = 12.0, 5.3 Hz, H-4), 3.64 (1H, dd, J = 7.0, 4.0 Hz, H-5), 2.67 (1H, m, H-6 α), 2.16 (1H, m, H-6 β); ¹³C-NMR (125 MHz, pyridine-*d*₅) δ : 170.4 (-COOH), 138.9 (C-2), 131.1 (C-1), 73.1 (C-3), 68.7 (C-4), 67.6 (C-5), 32.0 (C-6)。以上数据与文献报道一致^[6], 故鉴定化合物 **6** 为莽草酸。

化合物 **7**: 无色针晶, 分子式 C₁₄H₁₈O₁₀。ESI-MS m/z : 345 [M-H]⁻。三氯化铁反应呈蓝黑色, 推测该化合物为酚类化合物。再结合该化合物的相对分子质量推测该化合物为没食子酸甲酯的葡萄糖苷。¹H-NMR (500 MHz, pyridine-*d*₅) δ : 9.46 (1H, brs, 5-OH), 9.04 (1H, brs, 4-OH), 7.27 (1H, d, J = 1.8 Hz, H-2), 7.14 (1H, d, J = 1.8 Hz, H-6), 4.69 (1H, d, J = 7.1 Hz, H-1'), 3.75 (3H, s, -OCH₃), 3.10~3.50 (Glc-H-2'~6'); ¹³C-NMR (125 MHz, pyridine-*d*₅) δ : 166.2 (-COOH), 145.7 (C-4), 145.7 (C-5), 140.4 (C-3), 119.7 (C-1), 111.8 (C-2), 109.8 (C-6), 102.8 (C-1'), 77.3 (C-5'), 75.9 (C-3'), 73.4 (C-2'), 69.7 (C-4'), 60.7 (C-6'), 51.9 (-OCH₃)。以上数据与文献报道一致^[7], 故鉴定化合物 **7** 为没食子酸甲酯-3-*O*- β -D-葡萄糖苷。

化合物 **8**: 无色针晶, 分子式 C₂₀H₂₂O₁₀。ESI-MS m/z : 421 [M-H]⁻。¹H-NMR 谱中可看出 δ 7.25~7.33 有 5 个氢信号, 推测为苯环氢信号; δ 7.00 (2H, s) 为两个烯氢信号; δ 3.08~3.50 应为 1 个糖的氢信号, δ 4.28 (1H, d, J = 7.4 Hz) 为糖的端基氢信号; δ 4.74 (1H, d, J = 12.2 Hz) 和 4.55 (1H, d, J = 12.2 Hz) 为 2 个互为耦合的同碳氢信号, 推测为 1 个连氧亚甲基; δ 4.46 (1H, d, J = 10.6 Hz) 和 δ 4.25 (1H, m) 为 2 个互为耦合的氢信号, 推测也为 1 个连氧亚甲基。¹³C-NMR 谱推断苯环的存在, 以及 δ 165.8 的 1 个

酮羰基的碳信号, δ 69.6 为连氧亚甲基的碳信号, δ 102.0 为糖的端基碳信号, 而 δ 76.3~63.8 为糖除端基外的 5 个碳信号。在 HMBC 谱中, δ 69.6 的碳信号与苯环的氢信号相关, 提示该碳为连在苯环上的亚甲基; δ 165.8 的碳信号与 δ 7.00 (2H, s) 的氢信号相关, 同时该碳还与 δ 4.46 (1H, d, J = 10.6 Hz)、 δ 4.25 (1H, m) 互为耦合的两个氢信号相关, 提示没食子酸的羧基与葡萄糖的 6 位羟基成酯; δ 102.0 的糖端基碳信号与 2 个互为耦合的氢信号 δ 4.74 (1H, d, J = 12.2 Hz) 和 4.55 (1H, d, J = 12.2 Hz) 相关, 提示苯甲基与葡萄糖的 1 位羟基相连, 再结合该化合物的质谱推测该化合物可能为苯甲基 6'-*O*-没食子酸基- β -D-葡萄糖苷, 具体核磁数据见表 2。与文献数据对照^[8], 鉴定化合物 **8** 为苯甲基 6'-*O*-没食子酸基- β -D-葡萄糖苷。

化合物 **9**: 无色针晶; 分子式 C₂₁H₂₄O₁₀。ESI-MS m/z : 345 [M-H]⁻。¹H-NMR 谱中可看出 δ 7.15~7.22 有 5 个氢信号, 提示为苯环信号; δ 6.98 (2H, s) 为 2 个烯氢信号; δ 3.01~3.5 应为 1 个糖的氢信号, δ 4.26 (1H, d, J = 8.1 Hz) 为糖的端基氢信号; δ 4.41 (1H, d, J = 11.1 Hz) 和 δ 4.28 (1H, m) 为 2 个互为耦合的氢信号, 推测为 1 个连氧亚甲基; δ 3.85 (1H, m) 和 3.67 (1H, m) 为 2 个互为耦合的氢信号, 推测也为 1 个连氧亚甲基; 该化合物与化合物 **8** 相比较, 多了 δ 2.83 (2H, m) 的亚甲基氢信号。¹³C-NMR 谱中可以推断苯环的存在, 以及 δ 165.8 的 1 个酮羰基的碳信号, δ 69.6 为连氧亚甲基的碳信号, δ 103.0 为糖的端基碳信号, 而 δ 76.3~63.8 为糖除端基外的 5 个碳信号, 比化合物 **8** 多了 δ 35.7 的 1 个亚甲基的碳信号。在 HMBC 谱中, 可见 δ 2.83 (2H, m) 的亚甲基氢与 δ 69.6 的连氧亚甲基碳相关, 与苯环的碳信号相关, 提示存在 1 个苯乙基片断。再结合该化合物的质谱推测它为含有没食子酸、葡萄糖和 1 个苯乙基的化合物, 与化合物 **8** 相比较, 鉴定化合物 **9** 为苯乙基 6'-*O*-没食子酸基- β -D-葡萄糖苷。核磁数据见表 2。

化合物 **10**: 无色状晶; ESI-MS: m/z 109 [M-H]⁻。¹H-NMR (500 MHz, DMSO-*d*₆) δ : 8.76 (1H, brs, -OH), 6.71 (2H, m, H-4, 5), 6.59 (2H, m, H-3, 6); ¹³C-NMR (125 MHz, DMSO-*d*₆) δ : 145 (C-1, 2), 119.2 (C-3, 6), 115.6 (C-4, 5)。结合该化合物的相对分子质量, 推测其为对称结构, 与文献数据对照^[9], 鉴定化合物 **10** 为邻苯二酚。

表2 化合物8和9的¹H-NMR和¹³C-NMR数据(DMSO-*d*₆)
Table 2 ¹H-NMR and ¹³C-NMR data of compounds 8 and 9 (DMSO-*d*₆)

碳位	8		9	
	δ_{H}	δ_{C}	δ_{H}	δ_{C}
1		137.7		138.6
2	7.33 (1H, m)	127.8	7.22 (1H, m)	128.2
3	7.30 (1H, m)	128.1	7.18 (1H, m)	128.8
4	7.26 (1H, m)	127.4	7.15 (1H, m)	126.0
5	7.30 (1H, m)	128.1	7.18 (1H, m)	128.8
6	7.33 (1H, m)	127.8	7.22 (1H, m)	128.2
7	4.74 (2H, d, <i>J</i> = 12.2 Hz)	69.6	2.83 (2H, m)	35.7
8			3.85 (2H, m)	69.7
1'	4.28 (1H, d, <i>J</i> = 7.4 Hz)	102.0	4.26 (1H, d, <i>J</i> = 8.1 Hz)	103.0
2'	3.08 (1H, dd, <i>J</i> = 7.8 Hz)	73.3	3.01 (1H, m)	73.3
3'	3.22 (1H, t, <i>J</i> = 9.0 Hz)	76.3	3.21 (1H, m)	76.4
4'	3.19 (1H, t, <i>J</i> = 9.0 Hz)	69.9	3.21 (1H, m)	70.0
5'	3.43 (1H, m)	73.8	3.44 (1H, m),	73.7
6'	4.46 (1H, brd, <i>J</i> = 10.6 Hz)	63.6	4.41 (1H, brd, <i>J</i> = 11.1 Hz)	63.5
1''		119.6		119.5
2''	7.00 (1H, s)	108.6	6.98 (1H, s)	108.7
3''		145.4		145.4
4''		137.7		138.6
5''		145.4		145.4
6''	7.00 (1H, s)	108.6	6.98 (1H, s)	108.6
7''		165.8		165.8

化合物 **11**: 黄色针晶, 与三氯化铁反应显蓝色; ESI-MS *m/z*: 463 [M-H]⁻; 分子式 C₂₁H₂₀O₁₂; ¹H-NMR (500 MHz, pyridine-*d*₅) δ : 12.62 (1H, brs, 5-OH), 10.85 (1H, brs, 7-OH), 9.70 (1H, brs, 4'-OH), 9.13 (1H, brs, 3'-OH), 7.67 (1H, dd, *J* = 8.5, 2.0 Hz, H-6'), 7.53 (1H, d, *J* = 2.0 Hz, H-2'), 6.82 (1H, d, *J* = 8.5 Hz, H-5'), 6.40 (1H, d, *J* = 1.8 Hz, H-8), 6.20 (1H, d, *J* = 1.8 Hz, H-6), 5.37 (1H, d, *J* = 7.6 Hz, H-1''), 3.63~3.25 (5H, m, Glc-H); ¹³C-NMR (125 MHz, pyridine-*d*₅) δ : 177.4 (C-4), 164.1 (C-7), 161.2 (C-5), 156.3 (C-9), 156.2 (C-2), 148.4 (C-4'), 144.8 (C-3'), 133.5 (C-3), 121.9 (C-6'), 121.1 (C-1'), 115.9 (C-5'), 115.1 (C-2'), 103.9 (C-10), 101.8 (C-1''), 98.6 (C-6), 93.5 (C-8), 75.8 (C-5''), 73.2 (C-3''), 71.2 (C-2''), 67.9 (C-4''), 60.1 (C-6''). 以上数据与文献报道一致^[10], 故鉴定化合物 **11** 为金丝桃苷。

化合物 **12**: 黄色针晶, 三氯化铁反应显蓝绿色; ESI-MS *m/z*: 417 [M-H]⁻; 分子式 C₂₀H₁₈O₁₀; ¹H-NMR (500 MHz, pyridine-*d*₅) δ : 12.63 (1H, brs, 5-OH), 10.89 (1H, brs, 7-OH), 10.20 (1H, brs, 4'-OH), 8.02 (2H, d, *J* = 8.6 Hz, H-2', 6'), 6.90 (2H, d, *J* = 8.6

Hz, H-3', 5'), 6.46 (1H, s, H-8), 6.22 (1H, s, H-6), 5.62 (1H, s, H-1''), 5.55~3.20 (8H, m, Ala-H)。以上数据与文献报道一致^[11], 故鉴定该化合物 **12** 为山柰酚-3-*O*- α -L-阿拉伯糖苷。

化合物 **13**: 黄色针晶, 三氯化铁反应显蓝绿色; ESI-MS *m/z*: 447 [M-H]⁻, 分子式 C₂₁H₂₀O₁₁, 推测为山柰酚的 1 个六碳糖苷。¹H-NMR (500 MHz, pyridine-*d*₅) δ : 12.61 (1H, brs, 5-OH), 10.86 (1H, brs, 7-OH), 10.17 (1H, brs, 4'-OH), 8.04 (2H, d, *J* = 8.6 Hz, H-2', 6'), 6.88 (2H, d, *J* = 8.6 Hz, H-3', 5'), 6.43 (1H, s, H-8), 6.21 (1H, s, H-6), 5.45 (1H, d, *J* = 7.2 Hz, H-1''), 3.55~3.01 (5H, m, Glc-H)。以上数据与文献报道一致^[12], 故鉴定化合物 **13** 为山柰酚-3-*O*- β -D-葡萄糖苷。

化合物 **14**: 白色羽毛状结晶, 盐酸-镁粉反应显红色; ESI-MS *m/z*: 417 [M-H]⁻; 分子式 C₂₁H₂₂O₉; 结合其相对分子质量, 推测为二氢黄酮的 1 个六碳糖苷。¹H-NMR (500 MHz, pyridine-*d*₅) δ : 12.57 (5-OH), 7.62 (2H, d, *J* = 7.6 Hz, H-2', 6'), 7.46 (3H, m, H-3', 4', 5'), 6.71 (1H, d, *J* = 1.5 Hz, H-8), 6.68 (1H, d, *J* = 1.5 Hz, H-6), 5.83 (1H, dd, *J* = 12.9,

2.8 Hz, H-2), 5.53 (1H, d, $J = 7.6$ Hz, H-1'), 4.00~4.60 (5H, m, Glc-H), 3.26 (1H, dd, $J = 17.1, 12.9$ Hz, H-3a), 2.97 (1H, dd, $J = 17.1, 2.8$ Hz, H-3b)。以上数据与文献报道一致^[13], 故鉴定化合物 **14** 为乔松素-7-*O*- β -D-葡萄糖苷。

参考文献

- [1] 丁安伟. 现代中药临床手册 [M]. 南京: 江苏科学技术出版社, 2000.
- [2] 陈 玉, 杨光忠, 李援朝. 雷公藤化学成分的研究 [J]. 天然产物研究与开发 2005, 17(3): 301-302.
- [3] 张海龙, 陈 凯, 裴月湖, 等. 诃子化学成分的研究 [J]. 沈阳药科大学学报, 2001, 18(6): 417-418.
- [4] 孙彦君, 周 巍, 陈 虹, 等. 桃儿七中酚类成分研究 [J]. 中草药, 2012, 43(2): 226-229.
- [5] 何明芳, 孟正木, 沃联群. 积雪草化学成分的研究 [J]. 中国药科大学学报, 2000, 31(2): 91-93.
- [6] 郑晓珂, 史社坡, 毕跃峰, 等. 卷柏中一个新木脂素苷的分离与鉴定 [J]. 药科学报, 2004, 39(9): 719-721.
- [7] 雷海民, 魏露雪, 林文翰. 粗根老鹳草化学成分的研究 [J]. 药科学报, 2000, 35(1): 67-69.
- [8] Isaza J H, Ito H, Yoshida T. A flavonol glycoside-lignan ester and accompanying acylated glucosides from *Monochaetum multiflorum* [J]. *Phytochemistry*, 2001, 58: 321-327.
- [9] 封士兰, 石民彦, 胡芳弟, 等. 山生柳中的酚类衍生物 [J]. 兰州大学学报: 自然科学版, 2003, 39(3): 107-108.
- [10] 王秋红, 刘玉婕, 苏 阳, 等. 线叶菊抗感染有效部位化学成分的研究 (I) [J]. 中草药, 2012, 43(1): 43-46.
- [11] 易 衍, 巫 鑫, 王 英, 等. 霸王花黄酮类成分研究 [J]. 中药材, 2011, 34(5): 712-714.
- [12] 周应军, 徐绥绪, 孙启时, 等. 巴东栎中的黄酮类成分 [J]. 沈阳药科大学学报, 2000, 17(4): 263-266.
- [13] 冯 浩, 王智民, 董歌扬, 等. 赶黄草化学成分的研究 [J]. 中国中药杂志, 2001, 26(4): 260-262.