

$J=7.2, 2.7$  Hz), 7.65 (2H, d,  $J=7.2, 2.7$  Hz), 结合碳谱中  $\delta$  129.5, 128.9 的 2 个对称芳碳, 示有一苯基。  $\delta$  7.30~6.97 (4H, m), 示有一邻位取代的苯环。其  $^1\text{H-NMR}$ 、 $^{13}\text{C-NMR}$  光谱数据与文献对照<sup>[7]</sup>, 鉴定为颠茄苷。

化合物 X: 其 TLC 的斑点位置、显色行为及熔点和  $\beta$ -胡萝卜苷相一致, 所以将其结构鉴定为  $\beta$ -胡萝卜苷。

化合物 XI: 白色针晶, mp 206~207 °C (甲醇)。浓硫酸香草醛显色为黄色。氢谱中  $\delta$  6.6 (1H, dd,  $J=8.7, 2.9$  Hz), 6.7 (1H, d,  $J=2.8$  Hz), 7.0 (1H, d,  $J=8.8$  Hz) 和 7.5 (2H, m), 7.6 (1H, m), 8.0 (2H, d,  $J=8.5$  Hz) 分别是 2 个苯环的质子, 而碳谱中只有 10 个芳香碳, 表明其中一个有对称结构。其 IR、 $^1\text{H-NMR}$ 、 $^{13}\text{C-NMR}$  光谱数据与文献对照<sup>[7]</sup>, 鉴定为匍匐柳苷。

化合物 XII: mp 215~216 °C (甲醇)。与化合物 V 比较, 除有葡萄糖外, 较为相似, 结合碳谱中  $\delta$  190, 78, 44 的峰推测其为二氢黄酮类化合物。氢谱中  $\delta$  4.82 (1H, d,  $J=7.2$  Hz) 为糖上端基质子, 表明

有一  $\beta$ -D 葡萄糖。其 IR、 $^1\text{H-NMR}$ 、 $^{13}\text{C-NMR}$  光谱数据与文献对照<sup>[8]</sup>, 鉴定为樱花苷。

致谢: 核磁共振谱由中国科学院上海有机化学研究所及金陵石化研究院测定, 质谱由中国药科大学分析计算中心测定, 红外光谱由中国药科大学药化室测定, 山杨原植物由吉林长春中药研究所严仲铨研究员采集并鉴定。

#### References:

- [1] Amarendra P, Alok K M, Sarojietal G, et al. Carbon-13 NMR spectroscopy of some pentacyclic triterpenoids [J]. *Org Magn Resonance*, 1981, 15: 399-400.
- [2] Standard Infrared Grating Spectre [S]. Vol. 11-12, 20768.
- [3] Standard Infrared Grating Spectre [S]. Vol. 15-16, 15571.
- [4] Vasconceios J M J, Sliva A M S, Cavaleiro J A S. Chromones and flavanones from *Artemisia campestris* subsp. *maritima* [J]. *Phytochemistry*, 1998, 49(5): 1421-1424.
- [5] Shafizadeh F. Coumarins of *Artemisia tridentata* ssp. *vaseyana* [J]. *Phytochemistry*, 1970, 9(6): 1311-1313.
- [6] Chiappini I, Fardella G, Menghini A, et al. Flavonoids from *Ditrichia viscosa* [J]. *Planta Med*, 1982, 44(3): 159-161.
- [7] Dommissse R A, Hoof L V, Ulietnek A J. Structure analysis of phenolic glucosides from Salicaceae by NMR spectroscopy [J]. *Phytochemistry*, 1986, 25(5): 1201-1204.
- [8] Kiyoshi Y, Norio S, Yutaka S, et al. Flavanone xyloside and lignans from *Prunus jamasakura* bark [J]. *Phytochemistry*, 1990, 29(5): 1675-1678.

## 白花酸藤果中苯酚类化学成分的研究

林鹏程<sup>1,2</sup>, 李 帅<sup>1</sup>, 王素娟<sup>1</sup>, 杨永春<sup>1</sup>, 石建功<sup>1\*</sup>

(1. 中国医学科学院药物研究所, 北京 100050; 2. 青海民族学院 化学系, 青海 西宁 810007)

**摘要:** 目的 研究白花酸藤果中的化学成分。方法 用硅胶、凝胶柱色谱及高效制备液相色谱等方法分离化合物, 用波谱方法鉴定其结构。结果 从白花酸藤果中分离鉴定了 5 个长链烷基取代的苯酚类化合物 5-(8-十五烯基)-1,3-苯二酚(I)、5-(8,11-十七二烯基)-1,3-苯二酚(II)、5-十五烷基-1,3-苯二酚(III)、5-(8-十七烯基)-1,3-苯二酚(IV) 和 3-甲氧基-5-戊烷基苯酚(3-methoxy-5-pentyl-phenol, V), 以及 2 个酚苷 3,5-二甲氧基-4-羟基-苯酚-1-O- $\beta$ -D-吡喃葡萄糖苷(3,5-dimethoxy-4-hydroxyphenyl-1-O- $\beta$ -D-glucopyranoside, VI)、2,6-二甲氧基-4-羟基-苯酚-1-O- $\beta$ -D-葡萄糖苷(2,6-dimethoxy-4-hydroxyphenyl-1-O- $\beta$ -D-glucopyranoside, VII)。结论 化合物 I~VII 均为首次从该属植物中得到。

**关键词:** 紫金牛科; 酸藤子属; 白花酸藤果; 苯酚类

**中图分类号:** R284.1

**文献标识码:** A

**文章编号:** 0253-2670(2006)06-0818-04

### Phenolic constituents in *Embelia ribes*

LIN Peng-cheng<sup>1,2</sup>, LI Shuai<sup>1</sup>, WANG Su-juan<sup>1</sup>, YANG Yong-chun<sup>1</sup>, SHI Jian-gong<sup>1</sup>

(1. Institute of Materia Medica, Chinese Academy of Medical Science and Peking Union Medical College, Beijing 100050, China; 2. Department of Chemistry, Qinghai Nationalities Institute, Xining 810007, China)

收稿日期: 2005-09-25

基金项目: 国家自然科学基金重点资助项目(20432030)和新世纪优秀人才支持计划

作者简介: 林鹏程(1966-), 男, 副教授, 现为青海民族学院 化学系副主任, 主要从事天然药物的分析工作, 2004 年“西部之光”访问学者, 在中国医学科学院药物研究所从事天然药物化学研究工作。

\* 通讯作者 石建功 Tel: (010)53154789 E-mail: shijg@imm.ac.cn

**Abstract: Objective** To investigate the chemical constituents in *Embelia ribes*. **Methods** Silica gel column, Sephadex LH-20, and HPLC were used to separate and purify the chemical constituents. The structures were elucidated by spectroscopic analysis. **Results** Five phenolic derivatives with different aliphatic chains and two phenolic glucosides were obtained, then their structures were identified as: 5-(8-pentadecenyl)-1, 3-benzenediol (I), 5-(8, 11-heptadecadienyl)-1, 3-benzenediol (II), 5-pentadecyl-1, 3-benzenediol (III), 5-(8-heptadecenyl)-1, 3-benzenediol (IV), 3-methoxy-5-pentane-1-phenol (V), 3, 5-dimethoxy-4-hydroxyphenyl-1-O- $\beta$ -D-glucopyranoside (VI), and 2, 6-dimethoxy-4-hydroxyphenyl-1-O- $\beta$ -D-glucopyranoside (VII), respectively. **Conclusion** All compounds are isolated from the plants of *Embelia* Burm. f. for the first time.

**Key words:** Myrsinaceae; *Embelia* Burm. f.; *Embelia ribes* Burm. f.; phenols

白花酸藤果 *Embelia ribes* Burm. 为紫金牛科酸藤子属植物,又名信筒子、拟茶藨子、羊公板仔,产于我国广西、广东等地。民间药用其根,名咸酸菴,治妇女闭经、小儿头疮、跌打损伤等症<sup>[1]</sup>,在印度还用作避孕药<sup>[1]</sup>,藏药以其果入药,用于杀灭缘虫<sup>[2]</sup>。文献调研表明,国内外近期对该属植物化学成分的研究报道较少,前人主要从该植物中分离得到具有驱虫作用的恩贝素(embelin)<sup>[3]</sup>、威兰精<sup>[4]</sup>(viligin)等苯醌类化合物,另从本属植物中分离得到三萜<sup>[5]</sup>、黄酮苷等化学成分<sup>[6,7]</sup>。为从传统药用资源中寻找结构多样的代谢产物供药理活性筛选,对其化学成分进行了较系统的研究,从醋酸乙酯部位分离得到 5 个长链烷基取代的苯酚类化合物(I~V),从水溶性部位中分离得到 2 个苯酚苷类化合物(VI、VII),以上化合物均为首次从该属植物中分离得到。

## 1 实验仪器与材料

Inova 500 MHz 核磁共振仪, VGZAB-2F 质谱仪, Agilent 1100 SL 离子阱质谱仪(APPI 和 ESI 离子源), Waters 600E 高效液相色谱仪(Alltech 公司 Ecnosphere C<sub>18</sub> 制备柱), Sephadex LH-20(Pharmacia 公司产品), HPD-100 型大孔吸附树脂(沧州宝恩化工有限公司产品), 柱色谱硅胶(160~200 目)及薄层色谱硅胶 GF<sub>254</sub> 均为青岛海洋化工厂产品。化学试剂均为分析纯。

实验药材于 2002 年采自广西壮族自治区,由中国医学科学院药物研究所宋万志研究员鉴定为白花酸藤果 *Embelia ribes* Burm., 标本保存于中国医学科学院药物研究所标本室。

## 2 提取与分离

取干燥粉碎的白花酸藤果 5 kg, 用 95% 乙醇超声提取 2 次, 每次 40 min, 合并提取液, 浓缩, 得总浸膏 206 g。浸膏悬浮于水中, 分别以石油醚、醋酸乙酯萃取, 得石油醚萃取物 1.8 g、醋酸乙酯萃取物 36

g, 经硅胶柱色谱分离, 氯仿-甲醇(100:0~2:1)梯度洗脱后得到的氯仿-甲醇(50:1)洗脱部分, 再经硅胶柱色谱、Sephadex LH-20 凝胶柱色谱和制备 HPLC(80% 甲醇洗脱)反复分离纯化, 得化合物 I~V。水相蒸除残留有机溶剂后, 过 HPD-100 型大孔吸附树脂柱, 分别用水, 30%、50% 和 95% 乙醇洗脱, 得 30% 乙醇洗脱物 24.5 g, 再经硅胶柱色谱, 氯仿-甲醇(15:1~2:1)梯度洗脱, 其中氯仿-甲醇(6:1)洗脱部位经 Sephadex LH-20 凝胶纯化, 得化合物 VI 和 VII。

## 3 结构鉴定

化合物 I: 红色油状物, EI-MS  $m/z$ : 318[M]<sup>+</sup>(14), 166(7), 137(20), 124(100); <sup>1</sup>H-NMR(CDCl<sub>3</sub>)  $\delta$ : 6.26(2H, s, H-4, 6), 6.17(1H, s, H-2), 2.43(2H, t,  $J=7.8$  Hz, H-1'), 5.37(2H, m, H-8', 9'), 2.02(4H, m, H-7', 10'), 1.51(2H, br. t,  $J=6.5$  Hz, H-2'), 1.27~1.51(16H, H-3'~6', 11'~14'), 0.90(3H, t,  $J=6.5$  Hz, H-15'); <sup>13</sup>C-NMR(CDCl<sub>3</sub>)  $\delta$ : 156.1(C-1, 3), 100.3(C-2), 108.2(C-4, 6), 146.3(C-5), 35.8(C-1'), 31.7(C-2'), 31.0(C-3'), 29.7(C-4', 11'), 29.5(C-5', 12'), 29.3(C-6'), 27.2(C-7'), 129.9(C-8', 9'), 26.9(C-10'), 31.9(C-13'), 22.3(C-14'), 13.9(C-15')。以上数据与文献报道<sup>[8]</sup>的 5-(8-十五烯基)-1, 3-苯二酚波谱数据一致, 因此鉴定化合物 I 为 5-(8-十五烯基)-1, 3-苯二酚。

化合物 II: 红色油状物, EI-MS  $m/z$ : 344[M]<sup>+</sup>(55), 217(10), 177(13), 163(30), 124(100); <sup>1</sup>H-NMR(CDCl<sub>3</sub>)  $\delta$ : 6.26(3H, br. s, H-2, 4, 6), 5.37(4H, m, H-8', 9', 11', 12'), 2.44(2H, t,  $J=7.5$  Hz, H-1'), 2.78(2H, t,  $J=6.8$  Hz, H-10'), 2.06(4H, m, H-7', 13'), 1.54(2H, m, H-2'), 1.29~1.39(16H, m, H-3'~6', 13'~16'), 0.90(3H, t,  $J=6.8$  Hz, H-17'); <sup>13</sup>C-NMR(CDCl<sub>3</sub>)  $\delta$ : 156.8(C-1, 3),

100.2 (C-2), 108.1 (C-4, 6), 146.2 (C-5), 35.8 (C-1'), 25.6~31.4 (C-2'~7', 10', 13'~15'), 130.1, 130.2 (C-8', 12'), 127.9 (C-9', 11'), 22.5 (C-16'), 14.0 (C-17')。以上数据与文献报道<sup>[9]</sup>的 5-(8,11-十七二烯基)-1,3-苯二酚波谱数据一致,因此鉴定化合物 I 为 5-(8,11-十七二烯基)-1,3-苯二酚。

化合物 II: 白色粉末, EI-MS  $m/z$ : 320 [M]<sup>+</sup> (20), 166 (7), 137 (15), 124 (100); <sup>1</sup>H-NMR (CD<sub>3</sub>COCD<sub>3</sub>) δ: 6.18 (2H, br. d,  $J=2.0$  Hz, H-4, 6), 6.16 (1H, br. d,  $J=2.0$  Hz, H-2), 2.44 (2H, t,  $J=7.3$  Hz, H-1'), 1.56 (2H, br. t,  $J=7.5$  Hz, H-2'), 1.29~1.32 (28H, H-3'~14'), 0.88 (3H, t,  $J=7.0$  Hz, H-15'); <sup>13</sup>C-NMR (CD<sub>3</sub>COCD<sub>3</sub>) δ: 158.6 (C-1, 3), 100.3 (C-2), 107.0 (C-4, 6), 145.2 (C-5), 35.9 (C-1'), 32.0 (C-2'), 28.7~29.7 (C-3'~12'), 31.4 (C-13'), 22.7 (C-14'), 13.7 (C-15')。以上数据与文献报道<sup>[10]</sup>的 5-十五烷基-1,3-苯二酚波谱数据基本一致,因此鉴定化合物 II 为 5-十五烷基-1,3-苯二酚。

化合物 III: 红色蜡状, EI-MS  $m/z$ : 346 [M]<sup>+</sup> (20), 166 (10), 137 (25), 124 (100); <sup>1</sup>H-NMR (CDCl<sub>3</sub>) δ: 6.25 (2H, br. s, H-4, 6), 6.18 (1H, br. s, H-2), 5.35 (2H, m, H-8', 9'), 2.47 (2H, t,  $J=7.8$  Hz, H-1'), 2.01 (4H, m, H-7', 10'), 1.55 (2H, m, H-2'), 1.27~1.29 (20H, H-3'~6', 10'~15'), 0.88 (3H, t,  $J=6.3$  Hz, H-17'); <sup>13</sup>C-NMR (CDCl<sub>3</sub>) δ: 156.5 (C-1, 3), 101.2 (C-2), 108.1 (C-4, 6), 146.2 (C-5), 35.8 (C-1'), 31.0 (C-2'), 29.0~29.7 (C-3'~6', 11'~14'), 27.2 (C-7', 10'), 129.9, 129.8 (C-8', 9'), 31.8 (C-15'), 22.6 (C-16'), 14.1 (C-17')。以上数据与文献报道<sup>[10]</sup>的 5-(8-十七烷基)-1,3-苯二酚波谱数据一致,因此鉴定化合物 III 为 5-(8-十七烷基)-1,3-苯二酚。

化合物 IV: 无色蜡状, EI-MS  $m/z$ : 194 [M]<sup>+</sup> (10), 138 (38), 137 (20), 57 (75); <sup>1</sup>H-NMR (CDCl<sub>3</sub>) δ: 6.33 (1H, d,  $J=1.5$  Hz, H-4), 6.27 (1H, d,  $J=1.5$  Hz, H-6), 6.24 (1H, t,  $J=1.5$  Hz, H-2), 3.78 (3H, s, OCH<sub>3</sub>), 2.52 (2H, t,  $J=7.5$  Hz, H-1'), 1.62 (2H, p,  $J=7.5$  Hz, H-2'), 1.28~1.32 (4H, m, H-3', 4'), 0.88 (3H, t,  $J=7.5$  Hz, H-5'); <sup>13</sup>C-NMR (CDCl<sub>3</sub>) δ: 161.0 (C-3), 156.7 (C-1), 146.0 (C-5), 108.1 (C-6), 107.0 (C-4), 98.9 (C-2), 55.5 (OCH<sub>3</sub>), 36.3 (C-1'), 31.1 (C-2'), 31.7 (C-3'),

22.8 (C-4'), 14.3 (C-5'), 以上数据借助 DEPT, HMQC, HMBC 进行了准确的归属。参照文献鉴定化合物 V 为 3-甲氧基-5-戊烷基苯酚<sup>[11]</sup>。

化合物 VI: 白色粉末, ESI-MS  $m/z$ : 355 [M+Na]<sup>+</sup>, 333 [M+H]<sup>+</sup>, 171 [M+H-C<sub>6</sub>H<sub>10</sub>O<sub>5</sub>]<sup>+</sup>, 146; <sup>1</sup>H-NMR (DMSO-d<sub>6</sub>) δ: 6.36 (2H, s, H-2, 6), 4.67 (1H, d,  $J=8.0$  Hz, H-1'), 3.69 (6H, s, 2×OCH<sub>3</sub>); <sup>13</sup>C-NMR (DMSO-d<sub>6</sub>) δ: 151.0 (C-1), 95.7 (C-2, 6), 148.8 (C-3, 5), 131.0 (C-4), 102.3 (C-1'), 73.9 (C-2'), 77.9 (C-3'), 70.7 (C-4'), 77.4 (C-5'), 61.5 (C-6'), 56.5 (2×OCH<sub>3</sub>)。以上数据与文献报道<sup>[12]</sup>的 3,5-二甲氧基-4-羟基-苯酚-1-O-β-D-吡喃葡萄糖苷波谱数据基本一致,因此,鉴定化合物 VI 为 3,5-二甲氧基-4-羟基-苯酚-1-O-β-D-吡喃葡萄糖苷。

化合物 VII: 白色粉末, ESI-MS  $m/z$ : 355 [M+Na]<sup>+</sup>, 333 [M+H]<sup>+</sup>, 171 [M+H-C<sub>6</sub>H<sub>10</sub>O<sub>5</sub>]<sup>+</sup>, 146; <sup>1</sup>H-NMR (DMSO-d<sub>6</sub>) δ: 9.19 (1H, s, Ar-OH), 6.05 (2H, s, H-3, 5), 4.65 (1H, d,  $J=8.0$  Hz, H-1'), 3.69 (6H, s, 2×OCH<sub>3</sub>); <sup>13</sup>C-NMR (DMSO-d<sub>6</sub>) δ: 153.9 (C-1), 153.2 (C-2, 6), 93.8 (C-3, 5), 127.5 (C-4), 103.4 (C-1'), 74.2 (C-2'), 77.0 (C-3'), 70.0 (C-4'), 76.4 (C-5'), 61.0 (C-6'), 56.1 (2×OCH<sub>3</sub>)。以上数据与文献报道<sup>[13]</sup>的 2,6-二甲氧基-4-羟基-苯酚-1-O-β-D-吡喃葡萄糖苷波谱数据基本一致,因此,鉴定化合物 VII 为 2,6-二甲氧基-4-羟基-苯酚-1-O-β-D-吡喃葡萄糖苷。

#### References:

- [1] Jiangsu New Medical College. *Dictionary of Chinese Materia Medica* (中药大辞典) [M]. Shanghai: Shanghai Scientific and Technical Publishers, 1995.
- [2] Xizang, Qinghai, Sichuan, Gansu, Yunnan, Xinjiang Boards of Health. *Standards of Tibetan Medicine* (藏药标准) [M]. Xining, Qinghai People's Publishing House, 1979.
- [3] Du Y C, Wei J X. Study of vermifuges [J]. *Acta Pharm Sin* (药学报), 1963, 10(9): 578-579.
- [4] Ogawa H, Natori S. Hydroxybenzoquinones from Myrsinaceae plants- I [J]. *Phytochemistry*, 1968, 7: 773-782.
- [5] Machocho A K, Kiprono P C, Grinberge S, et al. Pentacyclic triterpenoids from *Embelia schimperi* [J]. *Phytochemistry*, 2003, 62(4): 573-577.
- [6] Lawrence O M A, Luar V, Peter L, et al. Further flavonolglycosides of *Embelia schimperi* leaves [J]. *Bull Chem Soc Ethiop*, 2004, 18(1): 51-57.
- [7] Lawrence O M A, Lawrence A D. A flavonol glycoside from *Embelia schimperi* leaves [J]. *Phytochemistry*, 1997, 44(7): 1397-1398.
- [8] Barrero A F, Sanchez J F, Barron A, et al. Resorcinol derivatives and other components of *Ononis speciosa* [J]. *Phytochemistry*, 1989, 28(1): 161-164.
- [9] Sumino M, Sekine T, Ruangrunsi N, et al. Ardisiphenols

- A-C, novel antioxidants from the fruits of *Ardisia colorata* [J]. *Chem Pharm Bull*, 2001, 49(12): 1664-1665.
- [10] Suzuki Y, Esumi Y, Hyakutake H, et al. Solution of 5-(8Z-heptadecenyl)-resorcinol from etiolated rice seedlings as an antifungal agent [J]. *Phytochemistry*, 1996, 41(6): 1485-1489.
- [11] Jiang Y Q, Zuo C X. Studies of chemical constituents from *Tamarix chinensis* Lour. [J]. *Acta Pharm Sin* (药学报), 1988, 23(10): 749-755.
- [12] Chung M H, Lai M H, Yen M H. Phenolics from *Hypericum geniflorum* [J]. *Phytochemistry*, 1997, 44(5): 943-947.
- [13] Otsuka H, Takeuchi M, Inoshiri S, et al. Phenolic compounds from *Coix lachryma-jobi. ma-yuen* [J]. *Phytochemistry*, 1989, 28(3): 883-886.

## 芨芨草中的黄酮类化学成分的分离与鉴定

叶冠, 范明松, 黄成钢\*

(中国科学院上海生命科学研究院 上海药物研究所, 上海 201203)

芨芨草系禾本科植物 *Achnatherum splendens* (Trin.) Nerski 的地上部分, 为高大的多年生密丛禾草, 广泛分布于我国东部的高寒草甸草原到西部的荒漠区。芨芨草不仅是一种重要的牧草, 而且在民间还有许多用途, 西北地区将麝香、蘑菇、芨芨草称为大草滩上的 3 件宝。除此之外, 芨芨草的茎、颖果、花序及根还可入药, 能清热利尿, 主治尿路感染、小便不利、尿闭, 花序还有止血的功效<sup>[1]</sup>。迄今未有对其他化学成分进行研究的报道。本研究经过预试, 发现其主要成分为黄酮类化合物。本文报道从其乙醇提取物中分离得到的 10 个化合物, 分别是: 鼠李素 (rhamnetin, I)、商陆素 (ombuin, II)、柞柳素 (tamarixetin, III)、木犀草素 (luteolin, IV)、槲皮素 (quercetin, V)、山柰酚-3-O-β-D-葡萄糖苷 (kaempferol-3-O-β-D-glucoside, VI)、山柰酚-3-O-α-L-鼠李糖苷 (kaempferol-3-O-α-L-rhamnoside, VII)、木犀草素-7-O-β-D-葡萄糖苷 (luteolin-7-O-β-D-glucoside, VIII)、槲皮素-3-O-β-D-葡萄糖苷 (quercetin-3-O-β-D-glucoside, IX)、槲皮素-3-O-α-L-鼠李糖苷 (quercetin-3-O-α-L-rhamnoside, X)。

### 1 材料和仪器

XT<sub>4A</sub> 数字显示双目显微熔点仪, 未校正; 核磁共振仪为 VXR-300 型; 质谱仪为 VG20-253 型; Sephadex LH-20 为 Pharmacia 公司产品; 柱色谱和薄层色谱硅胶均为青岛海洋化工厂产品。芨芨草于 2003 年 5 月采自新疆和田, 由南京中医药大学中药鉴定教研室王春根教授鉴定为禾本科芨芨草属植物 *A. splendens* (Trin.) Nerski。

### 2 提取和分离

芨芨草粗粉 5 kg, 95% 乙醇提取 3 次, 将减压回收得到的乙醇提取物 (500 g, 收率 10%) 悬浮于热水中, 用石油醚萃取脱脂, 减压回收乙醇得到的提取物 (270 g, 收率 5.4%) 用硅胶拌匀行硅胶柱色谱, 用氯仿-甲醇梯度洗脱, 将分别得到的不同组分再行硅胶柱色谱, 并结合 Sephadex LH-20 进行纯化, 分别得到化合物 I ~ X。

### 3 结构鉴定

化合物 I: 黄色针晶 (EtOH), mp 295~296 °C; EI-MS  $m/z$ : 316 [M]<sup>+</sup>; <sup>1</sup>H-NMR (300 MHz, DM-SO-d<sub>6</sub>) δ: 3.87 (3H, s, OMe-7), 6.36 (1H, s, H-6), 6.71 (1H, s, H-8), 6.90 (1H, d,  $J=8.4$  Hz, H-5'), 7.57 (1H, d,  $J=8.4$  Hz, H-6'), 7.73 (1H, s, H-2'); <sup>13</sup>C-NMR 数据如表 1 所示。波谱数据与文献报道一致<sup>[2]</sup>, 鉴定该化合物为鼠李素。

化合物 II: 黄色针晶 (EtOH), mp 221~223 °C; EI-MS  $m/z$ : 330 [M]<sup>+</sup>; <sup>1</sup>H-NMR (300 MHz, DM-SO-d<sub>6</sub>) δ: 3.86 (6H, s, OMe-7, 4'), 6.35 (1H, s, H-6), 6.72 (1H, s, H-8), 7.08 (1H, d,  $J=8.6$  Hz, H-5'), 7.67 (1H, d,  $J=8.6$  Hz, H-6'), 7.71 (1H, s, H-2'); <sup>13</sup>C-NMR 数据如表 1 所示。波谱数据与文献报道一致<sup>[2]</sup>, 鉴定该化合物为商陆素。

化合物 III: 黄色粉末, EI-MS  $m/z$ : 316 [M]<sup>+</sup>; <sup>1</sup>H-NMR (300 MHz, DMSO-d<sub>6</sub>) δ: 3.87 (6H, s, OMe-4'), 6.25 (1H, s, H-6), 6.46 (1H, s, H-8), 7.08 (1H, d,  $J=8.6$  Hz, H-5'), 7.67 (1H, d,  $J=8.6$  Hz, H-6'), 7.72 (1H, s, H-2'); <sup>13</sup>C-NMR 数据如表 1 所示。波谱数据与文献报道一致<sup>[2]</sup>, 鉴定该化合物为柞柳素。