

- bitter diterpenoids from the fungus *Sarcodon scabrosus* [J]. *Agric Biol Chem*, 1989, 53(12): 3373-3375.
- [5] Keller A C, Maillard M P, Hostettmann K. Antimicrobial steroids from the fungus *Fomitopsis pinicola* [J]. *Phytochemistry*, 1996, 41(4): 1041-1046.
- [6] William B S. The carbon-13 spectra of steroids on the way to Ecdysone [J]. *Org Magn Reson*, 1977, 9: 644-648.
- [7] Takaishi R, Ohashi T, Tomimatsu T. Ergosta-7, 22-dien-3 $\beta$ -ol glycoside from *Tylopilus neofelleus* [J]. *Phytochemistry*, 1989, 28(3): 945-947.

## 荨麻抗风湿活性部位的化学成分研究

王梦月<sup>1</sup>, 卫莹芳<sup>2</sup>, 李晓波<sup>1</sup>

(1. 上海交通大学药学院, 上海 200240; 2. 成都中医药大学药学院, 四川 成都 610075)

**摘要:**目的 研究荨麻抗风湿活性部位的化学成分。方法 运用柱色谱、制备型薄层色谱等方法对荨麻抗炎镇痛的活性部位进行分离; 运用 UV、IR、MS、NMR 等方法进行结构鉴定。结果 从活性部位中分离并鉴定了 12 个成分, 分别为槲皮素(querctin, I)、山柰酚(kaempferol, II)、山柰酚-3-O- $\beta$ -D-吡喃葡萄糖苷(kaempferol-3-O- $\beta$ -D-glucopyranoside, III)、槲皮素-3-O- $\beta$ -D-吡喃葡萄糖苷(querctin-3-O- $\beta$ -D-glucopyranoside, IV)、咖啡酸(caffeic acid, V)、绿原酸(chlorogenic acid, VI)、东莨菪苷(scopolin, VII)、东莨菪内酯(scopoletin, VIII)、山柰酚-3-O- $\beta$ -D-芸香糖苷(kaempferol-3-O-rutinoside, IX)、槲皮素-7-O- $\beta$ -D-吡喃葡萄糖苷(querctin-7-O- $\beta$ -D-glucopyranoside, X)、异鼠李素-3-O- $\beta$ -D-芸香糖苷(isorhamnetin-3-O- $\beta$ -D-rutinoside, XI)、 $\beta$ -谷甾醇( $\beta$ -sitosterol, XII)。结论 化合物 I ~ XII 均为首次从荨麻中分得, 其中化合物 VII、X、XI 均为首次从荨麻属植物中分得。

**关键词:** 荨麻; 分离; 鉴定

中图分类号: R284.1

文献标识码: A

文章编号: 0253-2670(2006)09-1300-04

### Chemical constituents of antirheumatism fraction from *Urtica fissa*

WANG Meng-yue<sup>1</sup>, WEI Ying-fang<sup>2</sup>, LI Xiao-bo<sup>1</sup>

(1. School of Pharmacy, Shanghai JiaoTong University, Shanghai 200240, China; 2. School of Pharmacy, Chengdu University of Traditional Chinese Medicine, Chengdu 610075, China)

**Abstract: Objective** To study the chemical constituents of the EtOAc soluble fraction from *Urtica fissa* with obviously anti-inflammatory and analgesic effect. **Methods** The compounds were isolated by polyamide and silical gel column chromatography and identified by UV, IR, NMR, and MS. **Results** Twelve compounds were isolated from *U. fissa* and identified as quercetin (I), kaempferol (II), kaempferol-3-O- $\beta$ -D-glucopyranoside (III), quercetin-3-O- $\beta$ -D-glucopyranoside (IV), caffeic acid (V), chlorogenic acid (VI), scopolin (VII), scopoletin (VIII), kaempferol-3-O-rutinoside (IX), quercetin-7-O- $\beta$ -D-glucopyranoside (X), isorhamnetin-3-O- $\beta$ -D-rutinoside (XI),  $\beta$ -sitosterol (XII). **Conclusion** Compounds I - XII are all isolated from *U. fissa* for the first time and compounds VII, X, and XI are found in plants of *Urtica* L. for the first time also.

**Key words:** *Urtica fissa* E. Pritz.; isolation; identification

荨麻为荨麻科植物荨麻 *Urtica fissa* E. Pritz. 的干燥全草, 始载于《图经本草》, 为一常用的民族药和民间药, 汉族、羌族、彝族、维吾尔族、布依族等广泛用于风湿性关节炎、类风湿性关节炎等病的治疗, 疗效确切, 且无明显的毒副作用<sup>[1]</sup>。关于荨麻有效成分研究尚未见报道, 有关化学成分的研究成分也仅

有少量文献报道<sup>[2]</sup>; 同时目前荨麻药材也缺乏质量控制指标, 因此寻找荨麻有效成分具有十分重要的意义。前期研究证实, 荨麻确有显著的抗炎、镇痛作用<sup>[3]</sup>, 因此以抗炎镇痛作用为导向对荨麻的活性部位进行了跟踪, 确定了荨麻抗炎镇痛的活性部位, 并对活性部位进行了化学成分研究, 从中分离并鉴定

收稿日期: 2006-02-28

基金项目: 上海市卫生局资助项目; 四川省中医药管理局资助项目

作者简介: 王梦月, 男, 中药学博士, 讲师。 Tel: (021)34205222(O) E-mail: mywang@sjtu.edu.cn

了 12 个化合物,分别鉴定为:槲皮素(queracetin, I)、山柰酚(kaempferol, II)、山柰酚-3-O-β-D-吡喃葡萄糖苷(kaempferol-3-O-β-D-glucopyranoside, III)、槲皮素-3-O-β-D-吡喃葡萄糖苷(queracetin-3-O-β-D-glucopyranoside, IV)、咖啡酸(caffeic acid, V)、绿原酸(chlorogenic acid, VI)、东莨菪苷(scopolin, VII)、东莨菪内酯(scopoletin, VIII)、山柰酚-3-O-β-D-芸香糖苷(kaempferol-3-O-rutinoside, IX)、槲皮素-7-O-β-D-吡喃葡萄糖苷(queracetin-7-O-β-D-glucopyranoside, X)、异鼠李素-3-O-β-D-芸香糖苷(isorhamnetin-3-O-β-D-rutinoside, XI)和 β-谷甾醇(β-sitosterol, XII)。化合物 I ~ XI 均为首次从荨麻中分得,化合物 VII、X 和 XI 均为首次从该属植物中分得。

### 1 仪器与材料

WC-1 显微熔点测定仪(熔点未校正);MX-IE 型红外光谱仪;Varian UNITY INOVA-400 型核磁共振仪,TMS 为内标,CDCl<sub>3</sub> 或 DMSO-d<sub>6</sub> 为溶剂;Finnigan/MAT 4510 型质谱仪;色谱用硅胶为青岛海洋化工厂产品,柱色谱用聚酰胺粉(100~200 目)为浙江省台州市四季青生化材料厂产品。

荨麻药材:笔者 2002 年 7 月采于四川温江,经鉴定为荨麻 *U. fissa* E. Pritz., 晒干备用。

### 2 荨麻抗炎镇痛有效部位的提取与分离

荨麻干燥全草 8 kg,粉碎成粗粉。95%工业乙醇 150 L 分 3 次回流提取,提取液合并回收部分乙醇,放冷,析出大量白色针状结晶(经鉴定为硝酸钾)。滤去结晶,继续回收乙醇至干得醇浸膏 685 g。将醇浸膏悬浮于水,用石油醚(30~60 °C)萃取 3 次,每次 2 500 mL 回收石油醚得浸膏 A 306 g;继用乙醚萃取 3 次,每次 2 500 mL,回收乙醚得浸膏 B 22 g;醋酸乙酯萃取 3 次,每次 3 000 mL,回收醋酸乙酯得浸膏 C 95 g;母液减压浓缩得浸膏 D 242 g。药理筛选实验结果证实浸膏 C、D 具有明显的抗炎镇痛作用,能明显抑制醋酸扭体法、热板法所致小鼠疼痛及二甲苯所致小鼠耳廓肿胀、棉球肉芽肿。相同剂量下浸膏 C 抗炎、镇痛作用均较浸膏 D 强,因此对浸膏 C 进行了化学成分研究。

浸膏 C 51 g 经聚酰胺柱色谱(水-乙醇梯度洗脱),分为 Fr. 1~28,薄层检测,合并相同流分;主要流分进一步经反复硅胶柱色谱(氯仿-甲醇、氯仿-甲醇-水洗脱)及制备型薄层色谱(氯仿-甲醇展开),得化合物 I (52 mg)、II (27 mg)、III (21 mg)、IV (15 mg)、V (33 mg)、VI (30 mg)、VII (25 mg)、VIII (39

mg)、IX (20 mg)、X (12 mg)、XI (17 mg)、XII (65 mg)。

### 3 结构鉴定

化合物 I:黄色粉末,mp 310~313 °C(分解)。易溶于甲醇、无水乙醇、丙酮等有机溶液。HCl-Mg 反应阳性,AlCl<sub>3</sub> 反应显黄绿色。与对照品 TLC 行为一致,经鉴定为槲皮素。

化合物 II:黄色针晶(甲醇),mp 276~278 °C(分解)。易溶于甲醇、乙醇、丙酮。盐酸-镁粉反应阳性,三氯化铁反应现黄绿色荧光。UV λ<sub>max</sub><sup>EtOH</sup> nm:207, 266, 355。IR ν<sub>max</sub><sup>KBr</sup>(cm<sup>-1</sup>):3 361, 1 613, 1 560, 1 500, 1 450, 1 360, 1 300, 1 200, 877。<sup>1</sup>H-NMR(CDCl<sub>3</sub>) δ: 6.19(1H, d, J=2.0 Hz, H-6), 6.44(1H, d, J=2.0 Hz, H-8), 8.04(2H, d, J=8.9 Hz, H-2', 6'), 6.92(2H, d, J=8.9 Hz, H-3', 5'), 9.40(1H, s, 3-OH), 12.50(1H, s, 5-OH), 10.78(1H, s, 7-OH), 10.10(1H, s, 4'-OH)。EI-MS m/z:286(M<sup>+</sup>, 基峰) 285, 258, 257, 229, 213, 146, 121。经鉴定为山柰酚。

化合物 III:淡黄色针状结晶(丙酮),mp 265~257 °C(分解)。溶于甲醇、水。紫外灯下呈黄绿色荧光。经盐酸水解所得苷元与 II 一致,纸色谱证实,糖基为葡萄糖。IR、<sup>1</sup>H-NMR、<sup>13</sup>C-NMR 光谱数据与文献报道<sup>[4]</sup>一致,经鉴定为山柰酚 3-O-β-D-吡喃葡萄糖苷。

化合物 IV:黄色粒状结晶(甲醇),mp 221~223 °C。溶于乙醇、甲醇、水。IR ν<sub>max</sub><sup>KBr</sup>(cm<sup>-1</sup>):3 292, 2 931, 1 655, 1 606, 1 566, 1 510, 1 446, 1 360, 1 302, 1 272, 1 205, 1 170, 880, 796。<sup>1</sup>H-NMR(CDCl<sub>3</sub>) δ:7.71(1H, d, J=2.5 Hz, H-2'), 7.57(1H, dd, J=2.5, 8.5 Hz, H-6'), 6.86(1H, s, J=8.5 Hz, H-5'), 6.39(1H, d, J=2.0 Hz, H-8), 6.20(1H, d, J=2.0 Hz, H-6), 5.45(1H, d, J=7.2 Hz, 示苷键为 β 构型), 4.30(3H, s, OCH<sub>3</sub>), 9.40(1H, s, 3'-OH), 9.31(1H, s, 4'-OH), 12.50(1H, s, 5-OH), 10.85(1H, s, 7-OH)。<sup>13</sup>C-NMR(DMSO-d<sub>6</sub>) δ:156.5(C-2), 133.5(C-3), 177.5(C-4), 161.3(C-5), 98.9(C-6), 164.2(C-7), 93.8(C-8), 156.5(C-9), 104.2(C-10), 121.3(C-1'), 115.4(C-2'), 144.1(C-3'), 148.6(C-4'), 116.4(C-5'), 121.8(C-6'), 101.0(C-1''), 74.0(C-2''), 76.5(C-3''), 70.1(C-4''), 77.5(C-5''), 61.0(C-6'')。EI-MS m/z:465(M<sup>+</sup>+1), 302(苷元, 基峰), 301, 274, 273, 137, 109。进行酸水解,纸色谱证实糖基为葡萄糖。根据以上光谱数据并与文献核对<sup>[4]</sup>,确定该化合物为槲皮素-3-O-β-D-吡喃葡萄糖

糖苷。

化合物 V: 黄色针状结晶, mp 223~225.5 °C (分解)。与对照品 TLC 行为一致, 且混合后熔点不下降。经鉴定为咖啡酸。

化合物 VI: 无色针晶(甲醇), mp 204~207 °C。易溶于乙醇、丙酮。荧光灯下呈蓝色荧光。与文献报道<sup>[5]</sup>一致, 经鉴定为绿原酸。

化合物 VII: 白色针晶(甲醇), mp 202~204 °C。紫外灯下具强烈蓝色荧光。酸水解, 氯仿抽提苷元与 VIII 一致, 母液中糖基经纸色谱鉴定为葡萄糖。易溶于甲醇、乙醇、丙酮。IR  $\nu_{\max}^{\text{KBr}}$  (cm<sup>-1</sup>): 3 650~3 070 (-OH), 1 707 (内酯基), 1 620, 1 570, 1 518, 1 280, 1 085, 887。<sup>1</sup>H-NMR (CDCl<sub>3</sub>)  $\delta$ : 7.96 (1H, d,  $J=9.0$  Hz, H-4), 7.29 (1H, s, H-8), 7.15 (1H, s, H-5), 6.32 (1H, d,  $J=9.5$  Hz, H-3), 5.60 (1H, d,  $J=7.8$  Hz, H-1', 示苷键为  $\beta$  构型), 3.81 (3H, s, OMe)。<sup>13</sup>C-NMR (DMSO-d<sub>6</sub>)  $\delta$ : 160.7 (C-2), 113.5 (C-3), 143.9 (C-4), 109.8 (C-5), 145.6 (C-6), 149.8, 150.5 (C-7), 103.6 (C-8), 149.4 (C-9), 112.6 (C-10), 109.7 (C-1'), 73.6 (C-2'), 78.1 (C-3'), 69.5 (C-4'), 77.8 (C-5'), 62.3 (C-6'), 56.0 (OCH<sub>3</sub>)。经鉴定为东莨菪苷。

化合物 VIII: 白色针状结晶(甲醇), mp 201~202 °C。与对对照品 TLC 行为一致, 且混合溶点不下降, 经鉴定为东莨菪内酯。

化合物 IX: 黄色针状结晶(结晶), mp 190~192 °C。UV  $\lambda_{\max}^{\text{EtOH}}$  nm: 262, 290。IR  $\nu_{\max}^{\text{KBr}}$  (cm<sup>-1</sup>): 3 422, 1 658, 1 606, 1 560, 1 508, 1 452, 1 362, 1 286, 1 260, 1 208, 1 182, 1 143, 1 063, 970, 912。<sup>1</sup>H-NMR (CDCl<sub>3</sub>)  $\delta$ : 12.50 (1H, s, 5-OH), 10.80 (1H, s, 7-OH), 10.10 (1H, s, 4'-OH), 6.21 (1H, d,  $J=2.0$  Hz, H-6), 6.42 (1H, d,  $J=2.0$  Hz, H-8), 8.02 (2H, d,  $J=8.9$  Hz, H-2', 6'), 6.91 (2H, d,  $J=8.9$  Hz, H-3', 5'), 8.02 (1H, d,  $J=8.9$  Hz, H-6'), 5.35 (1H, d,  $J=7.2$  Hz, H-1'', glu-H,  $\beta$  构型), 5.13 (1H, m, H-1, rha-1,  $\alpha$ -构型), 4.46 (1H, s, H-1''), 3.00~3.50 (m, 糖基氢), 1.00 (3H, d,  $J=6.0$  Hz, CH<sub>3</sub>)。 <sup>13</sup>C-NMR (DMSO-d<sub>6</sub>)  $\delta$ : 157.0 (C-2), 133.5 (C-3), 177.5 (C-4), 161.5 (C-5), 99.0 (C-6), 164.0 (C-7), 94.0 (C-8), 156.5 (C-9), 104.0 (C-10), 121.0 (C-1'), 131 (C-2'), 115.0 (C-3'), 160.0 (C-4'), 115.0 (C-5'), 131.0 (C-6'), 101.5 (C-1''), 74.5 (C-2''), 76.5 (C-3''), 70.5 (C-4''), 76.0 (C-5''), 67.1 (C-6''), 101.2 (C-1'''), 70.8 (C-2'''), 71.3 (C-3'''),

72.1 (C-4''), 68.4 (C-5''), 18.1 (C-6'')。盐酸水解, 水解液中分别检测出山柰酚、葡萄糖、鼠李糖。与文献报道<sup>[6]</sup>的山柰酚-3-O- $\beta$ -D-芸香糖苷一致, 经鉴定为山柰酚-3-O-芸香糖苷。

化合物 X: 黄色粒状结晶(甲醇), mp 221~223 °C。溶于乙醇、甲醇、水。<sup>1</sup>H-NMR (CDCl<sub>3</sub>)  $\delta$ : 7.71 (1H, d,  $J=2.5$  Hz, H-2'), 7.57 (1H, dd,  $J=2.5$ , 8.5 Hz, H-6'), 6.86 (1H, s,  $J=8.5$  Hz, H-5'), 6.39 (1H, d,  $J=2.0$  Hz, H-8), 6.30 (1H, d,  $J=2.0$  Hz, H-6), 5.45 (1H, d,  $J=7.2$  Hz, 示苷键为  $\beta$  构型), 4.30 (3H, s, OCH<sub>3</sub>), 3.40 (5H, m), 9.40 (1H, s, 3'-OH), 9.62 (1H, s, 3-OH), 9.31 (1H, s, 5-OH), 12.50 (1H, s, 5-OH)。 <sup>13</sup>C-NMR (DMSO-d<sub>6</sub>)  $\delta$ : 148.0 (C-2), 136.0 (C-3), 176.1 (C-4), 160.4 (C-5), 98.9 (C-6), 162.9 (C-7), 94.7 (C-8), 155.7 (C-9), 104.9 (C-10), 121.9 (C-1'), 115.4 (C-2'), 114.5 (C-3'), 148.2 (C-4'), 116.5 (C-5'), 121.8 (C-6'), 101.0 (C-1''), 74.3 (C-2''), 76.5 (C-3''), 70.1 (C-4''), 77.5 (C-5''), 61.0 (C-6'')。EI-MS  $m/z$ : 465 (M<sup>+</sup>+1), 302 (苷元, 基峰), 301, 274, 273, 137, 109。进行酸水解, 纸色谱证实糖基为葡萄糖。根据以上光谱数据与文献核对<sup>[7]</sup>, 确定该化合物为槲皮素-7-O- $\beta$ -D-吡喃葡萄糖苷。

化合物 XI: 黄色针状结晶, mp 214~216 °C (分解)。溶于甲醇、水。盐酸镁粉反应阳性, Molish 反应阳性。盐酸水解, 得苷元与 II 一致, 经纸色谱鉴别糖基为葡萄糖和鼠李糖。IR  $\nu_{\max}^{\text{KBr}}$  (cm<sup>-1</sup>): 3 500~2 500 (COOH), 1 640 (C=O), 1 520, 1 446 (Ar)。 <sup>1</sup>H-NMR (CDCl<sub>3</sub>)  $\delta$ : 6.19 (1H, d,  $J=2.0$  Hz, H-6), 6.42 (1H, d,  $J=2.0$  Hz, H-8), 7.73 (2H, d,  $J=8.9$  Hz, H-2', 6'), 6.93 (1H, d,  $J=8.9$  Hz, H-5'), 12.50 (1H, s, 5-OH), 10.78 (1H, s, 7-OH), 9.80 (1H, s, 4'-OH), 5.03 (1H, d,  $J=7.2$  Hz, H-1'', 即 3-O- $\beta$ -D-葡萄糖基端基氢), 5.16 (1H, 2d,  $J=2.0$  Hz, H-1''', 即  $\alpha$ -L-鼠李糖基端基氢), 3.83 (3H, s, 3'-OCH<sub>3</sub>), 3.63 (2H, s, H-6'', 即葡萄糖基端基末端氢), 0.97 (3H, d,  $J=6.0$  Hz, H-6'', 即鼠李糖基末端氢)。 <sup>13</sup>C-NMR (DMSO-d<sub>6</sub>)  $\delta$ : 156.2 (C-2), 133.0 (C-3), 177.3 (C-4), 161.2 (C-5), 98.8 (C-6), 164.1 (C-7), 93.8 (C-8), 156.5 (C-9), 104.0 (C-10), 121.3 (C-1'), 113.4 (C-2'), 149.3 (C-3'), 148.0 (7.5) (C-4'), 115.4 (C-5'), 121.0 (120.2) (C-6'), 55.6 (-OCH<sub>3</sub>), 101.0 (C-1''), 74.3 (C-2''), 76.4 (C-3''), 70.9 (C-4''), 76.0 (C-5''), 66.8 (C-6''), 55.6 (-OCH<sub>3</sub>), 100.2 (C-

1<sup>m</sup>), 70.3 (C-2<sup>m</sup>), 70.6 (C-3<sup>m</sup>), 72.5 (C-4<sup>m</sup>), 68.4 (C-5<sup>m</sup>), 17.7 (C-6<sup>m</sup>)。与文献<sup>[8]</sup>一致, 经鉴定为异鼠李素-3-O-β-D-芸香糖苷。

化合物 XI: 白色针状结晶, mp 137~139 °C。紫外灯下无荧光, 硫酸-乙醇显色为红色。Liebermann-Burchard 反应阳性。IR 与 β-谷甾醇标准图谱一致。且 TLC 行为与对照品一致, 经鉴定为 β-谷甾醇(β-sitosterol)。

References:

[1] Wang M Y, Wei Y F. The vestigation of official *Urtica* plants in folk [J]. *Chin J Ethnomed Ethnopharm* (中国民族民间医药杂志), 2001 (6): 345-346.  
 [2] Qing L, Kang S H, Yuan A X. Studies on chemical constituents of *Urtica fissa* [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 1989, 20(6): 9.  
 [3] Wang M Y, Wei Y F, Si Y, et al. Preliminary pharmacody-

namie study of nettles in Sichuan [J]. *Chin J Ethnomed Ethnopharm* (中国民族民间医药杂志), 2001, 51: 229-231.  
 [4] Yu J P, Ye H, Gu L Q. The Flavonoids from *Litsea coreans* [J]. *J Sun Yat-sen Univ; Nat Sci* (中山大学学报: 自然科学版), 2001, 40(6): 110-112.  
 [5] Ling Y, Zhang Y L, Cai S, et al. Studies on chemical constituents of *Taraxacum sinicum* Kitag [J]. *China J Chin Mater Med* (中国中药杂志), 1998, 23(4): 232-233.  
 [6] Yu D Q, Yang J S, Xie J X. *Handbook of Analytical Chemistry: Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy Nucleus Resonance Spectrum Analytisis* (分析化学手册: 核磁共振波谱分析) [M]. Beijing: Chemical Industry Press, 1989.  
 [7] Qin B, Wang H Q, Zhu D Y. Investigation on the chemical constituents of *Debregeasia longi* Folia [J]. *Nat Prod Res Dev* (天然产物研究与开发), 2003, 15(1): 21-23.  
 [8] Duan J A, Zhou R H, Zhao S X, et al. The chemical constituents of flavonoids and phenolic acid compounds of leaves from *Nitraria tangutorum* Bor. in China [J]. *J Plant Resour Environ* (植物资源与环境), 1998, 8(1): 6-9.

## 泥胡菜化学成分的研究

邹忠杰, 杨峻山\*, 鞠建华

(中国医学科学院 中国协和医科大学药用植物研究所, 北京 100094)

泥胡菜 *Hemistepta lyrata* Bunge 为菊科泥胡菜属植物, 广泛分布于我国各地。有清热解暑、消肿祛瘀的作用<sup>[1]</sup>, 临床用于治疗痔漏、痈肿、疔疮、外伤出血和骨折等。为探索其有效成分, 笔者对其化学成分进行了系统研究。本研究报道从其醋酸乙酯部分分离得到的 5 个化合物, 分别鉴定为粗毛豚草素(I)、芹菜素(II)、芹菜素-7-O-β-D-吡喃葡萄糖醛酸乙酯(III)、芹菜素-7-O-β-D-吡喃葡萄糖醛酸甲酯(IV)、原儿茶酸(V)。

### 1 仪器和材料

药材于 2003 年采自江西省九江县, 经江西九江森林植物研究所谭策铭研究员鉴定为 *Hemistepta lyrata* Bunge。Fisher-Johns 型显微熔点仪(温度未校正), Autospec-Ultima ETOF 质谱仪, INOVA-500 核磁共振仪。柱色谱硅胶、薄层色谱硅胶板均为青岛海洋化工厂产品, Sephadex LH-20 为 Pharmacia 公司产品。

### 2 提取分离

泥胡菜全草 20 kg, 粉碎, 95% 乙醇回流提取 3 次, 提取液浓缩得浸膏 2.0 kg。浸膏悬浮于水中, 依

次用石油醚、氯仿、醋酸乙酯和正丁醇萃取。醋酸乙酯部分经反复硅胶柱色谱及 Sephadex LH-20 纯化得化合物 I (8 mg)、II (150 mg)、III (6 mg)、IV (55 mg)、V (17 mg)。

### 3 结构鉴定

化合物 I: 黄色粉末, mp 286~287 °C, HCl-Mg 粉反应阳性。EI-MS *m/z*: 300 (M<sup>+</sup>, 100), 167 ([A<sub>1</sub>-CH<sub>3</sub>]<sup>+</sup>, 10), 139 ([A<sub>1</sub>-CH<sub>3</sub>-CO]<sup>+</sup>, 14), 119 ([B<sub>1</sub>+H]<sup>+</sup>, 26)。<sup>1</sup>H-NMR (DMSO-d<sub>6</sub>) δ: 6.76 (1H, s, H-3), 6.60 (1H, s, H-8), 7.92 (2H, d, *J*=9.0 Hz, H-2', 6'), 6.92 (2H, d, *J*=9.0 Hz, H-3', 5'), 3.74 (3H, s, 6-OCH<sub>3</sub>)。 <sup>13</sup>C-NMR (DMSO-d<sub>6</sub>) δ: 164.0 (C-2), 102.5 (C-3), 182.3 (C-4), 152.9 (C-5), 131.5 (C-6), 157.4 (C-7), 94.9 (C-8), 152.6 (C-9), 104.2 (C-10), 121.4 (C-1'), 128.6 (C-2', 6'), 116.1 (C-3', 5'), 161.3 (C-4'), 60.1 (6-OCH<sub>3</sub>)。以上数据与文献报道<sup>[2]</sup>的一致, 故鉴定为 5, 7, 4'-三羟基-6-甲氧基黄酮, 即粗毛豚草素。

化合物 II: 黄色粉末, mp 341~342 °C, HCl-Mg 粉反应阳性。EI-MS *m/z*: 270 (M<sup>+</sup>, 100), 242 (25),

收稿日期: 2006-03-26

基金项目: 国家自然科学基金青年科学基金资助项目(20202014); 博士点基金资助项目(20020023001)

作者简介: 邹忠杰, 男, 博士研究生。

\* 通讯作者 杨峻山 Tel: (010)62899707 Fax: (010)62898425 E-mail: junshanyang@hotmail.com