

入5 g/L MTT溶液10 μ L避光培养4 h;加入100 μ L DMSO溶解形成甲臍,于570 nm测定吸光度值。以10 μ g/L胰岛素样生长因子-I(IGF-I)作为阳性对照。细胞的增殖情况用增殖率表示[增殖率=($A_{\text{样品}}/A_{\text{对照}}$ - 1) $\times$ 100%],结果以Student's *t* 检验其统计学意义。

化合物 I ~ IV 对大鼠 UMR106 增殖影响见表 2。化合物 II ~ IV 有促进 UMR106 细胞增殖的作用。

表 2 化合物 I ~ IV 对 UMR106 细胞增殖的影响($n=4$)

Table 2 Effects of compounds I ~ IV on proliferation of UMR106 cells ($n=4$)

组别	C/(μ mol $\cdot$ L $^{-1}$)	A	增殖率/%
对照	—	0.580 $\pm$ 0.012	—
IGF-1	10 ng $\cdot$ mL $^{-1}$	0.653 $\pm$ 0.051	12.63**
化合物 I	20	0.584 $\pm$ 0.014	0.69
	10	0.583 $\pm$ 0.021	0.52
	1	0.567 $\pm$ 0.022	—
	0.1	0.578 $\pm$ 0.023	—
	0.02	0.572 $\pm$ 0.015	—
对照	—	0.563 $\pm$ 0.016	—
IGF-1	10 ng $\cdot$ mL $^{-1}$	0.655 $\pm$ 0.017	16.44**
化合物 II	20	0.647 $\pm$ 0.012	14.91**
	10	0.638 $\pm$ 0.013	13.43**
	1	0.660 $\pm$ 0.025	17.19**
	0.1	0.729 $\pm$ 0.028	29.48**
	0.02	0.701 $\pm$ 0.035	24.51**
化合物 III	20	0.548 $\pm$ 0.030	—
	10	0.566 $\pm$ 0.015	0.53
	1	0.586 $\pm$ 0.042	4.14
	0.1	0.625 $\pm$ 0.018	11.06**
	0.02	0.617 $\pm$ 0.021	9.64**
化合物 IV	20	0.615 $\pm$ 0.007	9.34**
	10	0.601 $\pm$ 0.014	6.74*
	1	0.618 $\pm$ 0.024	9.86**
	0.1	0.649 $\pm$ 0.009	15.33**
	0.02	0.684 $\pm$ 0.018	21.50**

与对照组比较: * $P<0.05$ ** $P<0.01$

* $P<0.05$ ** $P<0.01$ vs control group

致谢:本研究项目为国家自然科学基金委员会

与香港研究资助局联合科研资助项目,同时也得到了深圳市政府的资助。本课题在深圳中药及天然药物研究中心完成,核磁共振谱由该中心张雪测定,质谱由该中心唐金山测定。

References:

- [1] Jiangsu New Medical College. *Dictionary of Chinese Materia Medica* (中药大辞典) [M]. Shanghai: Shanghai Scientific and Technical Publishers, 2001.
- [2] An S J. Effect of kidney-tonifying herbs on ovary function and bone mass in postmenopausal women [J]. *Chin J Osteoporosis*, 2000, 6(2): 55-59.
- [3] Wang J S. Clinical study of treatment of female osteoporosis with Yishen Jiangu Pills [J]. *Chin J Osteoporosis*, 1997, 3(4): 61-63.
- [4] Li W K, Xiao P G, Zhang P Y, et al. The chemical constituents of *Epimedium koreanum* Nakai [J]. *Nat Prod Res Dev* (天然产物研究与开发), 1994, 6(3): 4-8.
- [5] Li W K, Xiao P G, Zhang P Y, et al. The chemical constituents of *Epimedium koreanum* Nakai (I) [J]. *Nat Prod Res Dev* (天然产物研究与开发), 1994, 6(4): 12-18.
- [6] Li W K, Xiao P G, Pan J Q, et al. The chemical constituents of *Epimedium koreanum* Nakai (II) [J]. *Chin Pharm J* (中国药理学杂志), 1995, 30(8): 455-456.
- [7] Li W K, Xiao P G, Liao M C, et al. Isolation and structure of caohuoside E [J]. *Chem J Chin Univ* (高等学校化学学报), 1995, 16(12): 1892-1895.
- [8] Li W K, Pan J Q, Lu M J, et al. A 9, 10-dihydrophenanthrene derivate from *Epimedium koreanum* [J]. *Phytochemistry*, 1995, 39(1): 231-233.
- [9] Sun P Y, Xu Y, Wen Y, et al. The chemical constituents of *Epimedium koreanum* Nakai I [J]. *Chin J Med Chem* (中国药物化学杂志), 1998, 8(2): 122-125.
- [10] Sun P Y, Xu Y, Wen Y, et al. The chemical constituents of *Epimedium koreanum* Nakai I [J]. *Chin J Med Chem* (中国药物化学杂志), 1998, 8(4): 281-284.
- [11] Sun P Y, Xu Y, Wen Y, et al. The chemical constituents of *Epimedium koreanum* Nakai [J]. *Acta Pharm Sin* (药理学学报), 1998, 33(12): 919-922.
- [12] Miyase T, Ueno A, Takizawa N, et al. Studies on the glycosides of *Epimedium grandiflorum* Morr. var. *thunbergianum* (Miq.) Nakai I [J]. *Chem Pharm Bull*, 1987, 35(3): 1109-1117.
- [13] Miyase T, Ueno A. Ionone and bibenzyl glycosides from *Epimedium grandiflorum* var. *thunbergianum* [J]. *Phytochemistry*, 1991, 30(5): 1727-1728.

沉香化学成分研究(II)

刘军民,高幼衡*,徐鸿华,徐梓勤**

(广州中医药大学中药学院,广东 广州 510405)

摘要:目的 研究沉香药材中 2-(2-苯乙基)色酮类成分。方法 采用色谱技术进行分离纯化,通过理化常数和波谱分析鉴定化合物的结构。结果 从沉香乙醇提取物中分得 1 个色酮成分 6-羟基-2-[2-(3'-甲氧基-4'-羟基苯乙

收稿日期:2006-09-10

作者简介:刘军民(1973—),女,副研究员,主要从事中药资源的开发与利用研究。 E-mail:liujunmin812@163.com

* 通讯作者 高幼衡 Tel:(020)39358083

** 为广州中医药大学 2002 级本科生

基)]色原酮(6-hydroxy-2-[2-(3'-methoxy-4'-hydroxy phenylethyl)] chromone, I)和1个三萜类成分常春藤皂苷元 hederagenin (II)。结论 化合物 I 为新化合物,化合物 II 为首次从沉香药材中分得。

关键词:沉香;色酮类;三萜类

中图分类号:R284.1

文献标识码:A

文章编号:0253-2670(2007)08-1138-03

Chemical constituents of *Lignum Aquilariae Resinatum* (II)

LIU Jun-min, GAO You-heng, XU Hong-hua, XU Zi-qin

(College of Chinese Materia Medica, Guangzhou University of Traditional Chinese Medicine, Guangzhou 510405, China)

Abstract: Objective To study the chemical constituents of *Lignum Aquilariae Resinatum*. **Methods** The compounds were isolated and purified by silica chromatography and their structures were identified on the basis of physicochemical constant and spectral analysis. **Results** The compounds were determined as 6-hydroxy-2-[2-(3'-methoxy-4'-hydroxy phenylethyl)] chromone (I) and a triterpene, hederagenin (II). **Conclusion** Compound I is a new compound and compound II is found in this plant for the first time.

Key words: *Lignum Aquilariae Resinatum*; chromone; triterpenes

沉香为瑞香科植物白木香 *Aquilaria sinensis* (Lour.) Gilg 含树脂的木材,称为国产沉香、土沉香、沉水香,味辛、苦,性微温,具行气止痛、温中止呕、纳气平喘的功效,用于胸腹胀闷疼痛、胃寒呕吐呃逆、肾虚气逆喘急^[1]。国产沉香主要含挥发油及 2-(2-苯乙基)色酮类两大类成分,其中挥发油为其有效成分,2-(2-苯乙基)色酮类为其活性成分^[2-5]。本实验进一步从沉香乙醇提取物中分得 2 个化合物:6-羟基-2-[2-(3'-甲氧基-4'-羟基苯乙基)]色原酮(I)及常春藤皂苷元(II),其中化合物 I 为新化合物,化合物 II 为首次从沉香药材中分得。

1 仪器、试剂与样品

DRX-400 型超导核磁共振谱仪(德国-瑞士 BRUKER 公司)、气质联用仪 QP-5050A、RFX-65A 傅里叶变换红外光谱仪;柱色谱硅胶(100~200 目)。市售海南产沉香药材三级品,经本校徐鸿华教授鉴定为瑞香科植物白木香 *A. sinensis* (Lour.) Gilg 含树脂的木材,标本存放于本室标本柜。石油醚(60~90℃)、醋酸乙酯、甲醇、丙酮等均为 AR 级。

2 提取与分离

沉香药材 5.5 kg,加 95%乙醇回流提取 3 次,合并提取液,减压回收乙醇,得灰黑色黏状浸膏 510 g。分别用石油醚、乙醚、醋酸乙酯、正丁醇萃取,减压回收萃取液。乙醚部位 90 g,硅胶柱色谱分离,石油醚-醋酸乙酯梯度洗脱,合并斑点相同部分,析出物经溶剂反复重结晶,得化合物 I (25 mg)、II (15 mg)。

3 结构鉴定

化合物 I:黄色结晶(MeOH);mp 221.2~221.7℃。EI-MS 谱 m/z :312 $[M^+]$,结合¹H-NMR 和¹³C-NMR(DEPT)数据(表 1 和 2),推定其分子式

为 C₁₈H₁₆O₅。该化合物的 UV 谱(221、268、330 nm)和 IR(3 400、1 630 cm⁻¹)与前文报道^[6]的化合物 6,8-二羟基-2-[2-(3'-甲氧基-4'-羟基苯乙基)]色原酮(II)极为相似,显示该化合物为色原酮类化合物。氢谱数据 6.84(1H,d,J=1.2 Hz,H-2),6.70(1H,d,J=8.0 Hz,H-5),6.67(1H,dd,J=8.0,1.2 Hz,H-6),2.96(2H,m,H-7),2.93(2H,m,H-8),以 3.72(3H,s)表明化合物 I 与化合物 II 一样均具有 4'-羟基 3'甲氧基苯乙基侧链;两者的质谱比较仅相差一个氧原子的质量数,即化合物 I 比化合物 II 少一个氧原子也就是少了一个羟基。根据化合物 I 的 HM-BC 谱分析,确定化合物 I 的结构为 6-羟基-2-[2-(3'-甲氧基-4'-羟基苯乙基)]色原酮,见图 1 和 2。

化合物 II:无色针晶。FAB-MS 出现准分子离子峰 m/z 473 $[M^+-1]$,248,203。IR $\nu_{\max}^{\text{KBr}}$ (cm⁻¹):3 451,1 698,1 463。¹H-NMR [(CD₃)₂CO] δ :5.2(1H,t,J=3.2 Hz,H-12),1.16,0.96,0.93,0.89,0.80,0.69(各 3H,s,6×CH₃);¹³C-NMR

表 1 化合物 I 的氢谱数据[(CD₃)₂CO,(400 MHz)]

Table 1 ¹H-NMR Data of compound I in (CD₃)₂CO (400 MHz)

质 子	I
H-3	6.06 (s)
H-5	7.41 (1H,d,J=3.2 Hz)
H-7	7.23 (1H,dd,J=9.2,3.2 Hz)
H-8	7.43 (1H,d,J=9.2 Hz)
H-2'	6.84 (1H,d,J=1.2 Hz)
H-5'	6.70 (1H,d,J=8.0 Hz)
H-6'	6.67 (1H,dd,J=8.0,1.2 Hz)
H-7'	2.96 (2H,m)
H-8'	2.93 (2H,m)
OCH ₃	3.72 (3H,s)

表2 化合物I的碳谱数据[(CD₃)₂CO, 100 MHz]Table 2 ¹³C-NMR Data of compound I
in (CD₃)₂CO (100 MHz)

质子	I	质子	I
2	169.6	1'	132.2
3	109.5	2'	115.7
4	178.2	3'	145.8
5	120.0	4'	148.2
6	123.4	5'	112.9
7	155.5	6'	121.5
8	108.6	7'	33.1
9	151.1	8'	36.7
10	125.1	OCH ₃	55.1

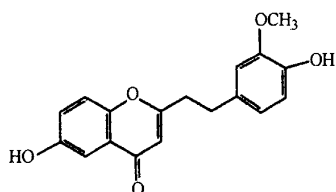


图1 化合物I的化学结构式

Fig. 1 Structure of compound I

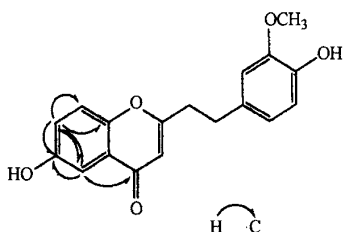


图2 化合物I的HMBC

Fig. 2 HMBC Correlations of compound I

[(CD₃)₂CO]δ: 181.8 (C-28), 145.2 (C-13), 123.6 (C-12), 73.9 (C-3), 67.4 (C-23), 48.2 (C-9), 48.6 (C-5), 47.6 (C-19), 47.2 (C-17), 43.2 (C-4), 42.9 (C-14), 42.7 (C-18), 40.5 (C-8), 39.5 (C-1), 37.9 (C-10), 34.9 (C-21), 33.8 (C-22, 29), 33.5 (C-7), 31.6 (C-20), 28.8 (C-15), 27.4 (C-2), 26.4 (C-27), 24.5 (C-30), 24.0 (C-16), 23.9 (C-11), 19.1 (C-6), 17.7 (C-26), 16.2 (C-25), 12.7 (C-24)。以上数据与文献报道的常春藤皂苷元基本一致^[7]。

References:

- [1] Ch P (中国药典) [S]. Vol 1. 2005.
- [2] Yang J S, Wang Y L, Su Y L. Studies on the chemical constituents of *Aquilaria sinensis* (Lour.) Gilg. N. Isolation and characterization of 2-(2-phenylethyl) chromone derivatives [J]. *Acta Pharm Sin* (药学报), 1989, 24(9): 678-683.
- [3] Yang J S, Wang Y L, Su Y L. Studies on the chemical constituents of *Aquilaria sinensis* (Lour.) Gilg. V. Isolation and characterization of three 2-(2-phenylethyl) chromone derivatives [J]. *Acta Pharm Sin* (药学报), 1990, 25(3): 186-190.
- [4] Li D, Qi S Y. Triterpenoid from Chinese eaglewood (*Aquilaria sinensis*) [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2000, 31(2): 89-90.
- [5] Yagura T, Ito M, Kiuchi F, et al. Four new 2-(2-phenylethyl) chromone derivatives from withered wood of *Aquilaria sinensis* [J]. *Chem Pharm Bull*, 2003, 51(5): 560-564.
- [6] Liu J M, Gao Y H, Xu H H, et al. Studies on chemical constituents of *Aquilaria sinensis* (I). [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2006, 37(3): 325.
- [7] Ding H Y, Lin H C, Teng C M, et al. Phytochemical and pharmacological studies on Chinese paeonia species [J]. *J Chin Chem Soc*, 2000, 47(2): 381.

拟缺香茶菜的化学成分研究

李继成¹, 杨丽嘉¹, 苏金玲², 付春景^{3*}, 李墩轩⁴

(1. 郑州大学药学院, 河南 郑州 450052; 2. 郑州大学第一附属医院, 河南 郑州 450052; 3. 郑州大学基础医学院, 河南 郑州 450052; 4. 解放军信息工程大学医院, 河南 郑州 450052)

摘要:目的 研究拟缺香茶菜 *Rabdosia excisoides* 的化学成分。方法 利用硅胶柱色谱法进行分离和纯化, 通过谱学分析鉴定单体化合物结构。结果 从拟缺香茶菜分离鉴定 2 个化合物, 化合物 I 命名为拟缺香茶菜甲素 (excisoidesin A); 化合物 II 鉴定为齐墩果酸。结论 化合物 I 为首次发现的新二萜成分。

关键词: 拟缺香茶菜; 拟缺香茶菜甲素; 齐墩果酸

中图分类号: R284.1

文献标识码: A

文章编号: 0253-2670(2007)08-1140-04