

柄花苷(2)、芒柄花素(3)、达雅英迷苷元(5)、毛蕊异黄酮(8)、甘草素(9)、甘草苷(11)、异甘草苷(12)、异甘草素(13)。

根据文献报道^[13,15]以及化合物的结构推测,5-去羟山柰素(10)、7,3'-二羟基-5'-甲氧基异黄酮(14)、降香黄芩(15)可能来源于黄芪,但仍需进一步实验证明。

参考文献:

- [1] 禹志领, 严永清, 付剑江. 保元汤研究概况 [J]. 时珍国医国药, 1999, 10(5): 379-381.
- [2] 白虹, 冀德强, 吴立军, 等. 栽培甘草的化学成分研究 [J]. 中草药, 2005, 36(5): 652-654.
- [3] 吴军, 补阳还五汤的化学成分研究 [D]. 北京: 北京大学博士研究生学位论文, 2000.
- [4] 赵明, 段金殿, 车镇涛, 等. 贺兰山黄芪的化学成分研究 [J]. 中国药科大学学报, 2002, 33(4): 274-276.
- [5] Siddaiah V, Rao C V, Venkateswarlu S, et al. A concise synthesis of polyhydroxydihydrochalcones and homoiso-flavonoids [J]. *Tetrahedron*, 2006, 62: 841-846.
- [6] Ma X F, Tu P F, Chen Y J, et al. Preparative isolation and purification of isoflavan and pterocarpanglycosides from *Astragalus membranaceus* Bge. var. *mongholicus* (Bge.) Hsiao by high-speed counter-current chromatography [J]. *J Chromatogr A*, 2004, 1023: 311-315.
- [7] 宋纯清, 郑志仁, 盛宛云, 等. 膜荚黄芪中的异黄酮化合物 [J]. 植物学报, 1997, 39(8): 764-768.
- [8] 何轶, 鲁静, 林瑞超. 板蓝根化学成分研究 [J]. 中草药, 2003, 34(9): 777-778.
- [9] Kim H, Moon B H, Ahn J H, et al. Complete NMR signal assignments of flavonol derivatives [J]. *Magn Reson Chem*, 2006, 44: 188-190.
- [10] 丛景香, 林炳昌. 甘草甙的分离纯化及鉴定 [J]. 精细化工, 2005, 22(12): 912-915.
- [11] Wang Y P, Li L X, Wang Q L, et al. The first total synthesis of isoliquiritin [J]. *Chin Chem Lett*, 2002, 13(10): 929-930.
- [12] 何爱民, 王明时. 垂盆草中的黄酮类成分 [J]. 中草药, 1997, 28(9): 517-522.
- [13] 马学敏, 王力生, 郭亚健, 等. 活血益气汤中 1 个新的异黄酮类化合物 [J]. 中国中药杂志, 2005, 30(15): 1159-1162.
- [14] Yu X L, Wang W, Yang M. Antioxidant activities of compounds isolated from *Dalbergia odorifera* T. Chen and their inhibition effects on the decrease of glutathione level of rat lens induced by UV irradiation [J]. *Food Chem*, 2007, 104: 715-720.
- [15] 卞云云, 李萍. 蒙古黄芪中黄酮类成分抗超氧阴离子活性研究及构效关系分析 [J]. 中国药理学杂志, 2008, 43(4): 256-259.

穿龙薯蓣地上部分的化学成分()

卢丹¹, 刘金平¹, 赵轶卓¹, 陈帅², 李平亚^{1*}

(1. 吉林大学再生医学科学研究所, 吉林 长春 130021; 2. 吉林化工学院, 吉林 吉林 132022)

摘要:目的 研究穿龙薯蓣 *Dioscorea nipponica* 地上部分的化学成分。方法 应用提取、萃取及色谱技术进行分离纯化, 得到的单体化合物, 依据理化性质和光谱数据 (¹H-NMR、¹³C-NMR、HMQC 和 HMBC) 分析鉴定其结构。结果 得到 12 个化合物, 分别鉴定为 1,7-双-(4-羟基苯基)-1,4,6-庚三烯-3-酮(1)、1,7-双-(4-羟基苯基)-4,6-庚二烯-3-酮(2)、4,4'-二羟基-3,3'-二甲氧基-反式-1,2-二苯乙烯(3)、山柰酚(4)、芦丁(5)、4-羟基苯乙醇-4-O-β-D-吡喃葡萄糖苷(6)、3,4'-二羟基苯甲酸(7)、4-羟基-3-甲氧基苯甲酸(8)、对羟基苯甲酸(9)、对羟基苯乙酸(10)、儿茶酚(11)、麦角甾醇过氧化物(12)。结论 化合物 1、3、5、6、9、12 为首次从该属植物中得到; 化合物 4、7、8 为首次从该植物中得到。

关键词:穿龙薯蓣; 1,7-双-(4-羟基苯基)-1,4,6-庚三烯-3-酮; 1,7-双-(4-羟基苯基)-4,6-庚二烯-3-酮; 山柰酚; 芦丁

中图分类号:R284.1 **文献标识码:**A **文章编号:**0253-2670(2010)05-0700-04

穿龙薯蓣 *Dioscorea nipponica* Makino 为薯蓣科植物, 其根茎入药, 是合成薯蓣皂苷元(diosgenin)的重要原料。前文已报道从穿龙薯蓣地上部分分离得到 10 个单体化合物^[1], 本实验继续对其化学成分进行研究, 分离到 12 个单体化合物, 根据理化性质

与光谱分析鉴定为 1,7-双-(4-羟基苯基)-1,4,6-庚三烯-3-酮(1)、1,7-双-(4-羟基苯基)-4,6-庚二烯-3-酮(2)、4,4'-二羟基-3,3'-二甲氧基-反式-1,2-二苯乙烯(3)、山柰酚(4)、芦丁(5)、4-羟基苯乙醇-4-O-β-D-吡喃葡萄糖苷(6)、3,4'-二羟基苯甲酸(7)、4-羟基-3-

收稿日期: 2009-09-24

基金项目: 吉林省科技厅中药现代化重点项目(20050911)

作者简介: 卢丹(1968—), 女, 吉林长春人, 副教授, 主要从事中药化学成分及其生物活性的研究, 承担省级科技项目多项。

*通讯作者 李平亚 Tel: (0431) 85619803 E-mail: lipy@jlu.edu.cn

甲氧基苯甲酸(8)、对羟基苯甲酸(9)、对羟基苯乙酸(10)、儿茶酚(11)、麦角甾醇过氧化物(12)。化合物1、3、5、6、9和12为首次从该属植物中分得,化合物4、7和8为首次从该植物中分得。

1 仪器与试剂

柱色谱用硅胶(400~500目)为青岛海洋化工厂产品,薄层色谱用硅胶板(100 mm × 100 mm)青岛海洋化工厂产品。常压 ODS 柱所用填料为天津市化学试剂厂色谱技术开发公司生产。纸色谱采用新华一号滤纸。所用试剂均为分析纯。核磁共振谱用 ARX-500 型核磁共振仪(TMS 内标),美国 Bruker 公司生产。HRMS 谱采用 APEX FT-ICRMS 高分辨质谱仪测定,德国 Bruker Daltonics 公司生产。

穿龙薯蓣地上部分采自吉林省靖宇县,由吉林大学药学院生药教研室张静敏教授鉴定为穿龙薯蓣 *Dioscorea nipponica* Makino 的茎叶。

2 提取与分离

穿龙薯蓣地上部分 5 kg, 70%乙醇回流提取,减压回收溶剂至相对密度 1.12(25℃),滤过,滤液依次用石油醚、氯仿、醋酸乙酯、正丁醇萃取,得到上述 4 个部分提取物及水层部分。

氯仿萃取物(100.0 g)经反复硅胶柱色谱,以石油醚-丙酮(10:1~10)、石油醚-醋酸乙酯(5:1~10)、氯仿-甲醇(20:1~10)等溶剂系统进行梯度洗脱,ODS 柱以甲醇-水溶剂系统进行洗脱,分得化合物经反复重结晶等方法处理分别得到化合物 1、2、9 和 12。

醋酸乙酯萃取物(40.0 g)经反复硅胶柱色谱,氯仿-甲醇(20:1~10)、氯仿-醋酸乙酯-甲醇-水(2:2:4:1)等溶剂系统进行梯度洗脱,ODS 柱以甲醇-水溶剂系统进行洗脱,分离得到的化合物经反复重结晶等方法处理分别得到化合物 3~8、10 和 11。

3 结构鉴定

化合物 1:橘红色固体(MeOH)。三氯化铁-铁氰化钾反应阳性,示有酚羟基存在。¹H-NMR(CD₃OD)谱中给出 δ 8.43(br s),进一步证实化合物中存在酚羟基,低场区给出 δ 7.32(2H, d, J = 8.5 Hz)与 δ 6.69(2H, d, J = 8.5 Hz), δ 7.46(2H, d, J = 8.5 Hz)与 δ 6.73(2H, d, J = 8.5 Hz)是两个 AA'BB' 偶合系统的质子信号;δ 6.92(1H, d, J = 15.5 Hz), δ 6.85(1H, dd, J = 15.0, 10.5 Hz), δ 6.55(1H, d, J = 15.0 Hz)以及 δ 7.56(1H, d, J = 16.0 Hz), δ 6.91(1H, d, J = 16.0 Hz)为反式双键质子信号。¹³C-NMR(CD₃OD)谱给出 19 个碳信号。

通过在 HMBC 谱给出的碳氢相关信号鉴定化合物 1 的结构为 1,7-双-(4-羟基苯基)-1,4,6-庚三烯-3-酮。化合物 1 的波谱数据如下:¹H-NMR(CD₃OD) δ:7.56(1H, d, J = 16.0 Hz, H-1), 6.91(1H, d, J = 16.0 Hz, H-2), 6.55(1H, d, J = 15.0 Hz, H-4), 7.43(1H, m, H-5), 6.83(1H, m, H-6), 6.92(1H, d, J = 15.5 Hz, H-7), 7.46(2H, d, J = 8.5 Hz, H-2', 6'), 6.73(2H, d, J = 8.5 Hz, H-3', 5'), 7.32(2H, d, J = 8.5 Hz, H-2'', 6''), 6.69(2H, d, J = 8.5 Hz, H-3'', 5''); ¹³C-NMR(CD₃OD) δ:145.2(C-1), 123.4(C-2), 191.8(C-3), 128.6(C-4), 146.1(C-5), 125.4(C-6), 143.8(C-7), 127.8(C-1'), 131.7(C-2', 6'), 117.0(C-3', 5'), 161.7(C-4'), 129.4(C-1''), 130.3(C-2'', 6''), 116.8(C-3'', 5''), 160.3(C-4'')。经与参考文献比较^[2],二者数据基本一致,故鉴定化合物 1 为 1,7-双-(4-羟基苯基)-1,4,6-庚三烯-3-酮 [1,7-bis(4-hydroxyphenyl)-1,4,6-heptatrien-3-one],首次从本属植物中得到。

化合物 2:黄色无定形粉末(MeOH)。三氯化铁-铁氰化钾反应阳性,示有酚羟基存在。¹H-NMR(CD₃OD)给出 δ 6.93(2H, d, J = 8.5 Hz), 6.59(2H, d, J = 8.5 Hz), 以及 δ:7.29(2H, d, J = 8.5 Hz), 6.67(2H, d, J = 8.5 Hz)是两个 AA'BB' 偶合系统的质子信号;与化合物 1 比较,在高场多了两组亚甲基质子信号 δ 2.73(2H, m), 2.79(2H, m),同时存在反式双键的质子信号 δ 6.15(1H, d, J = 15.0 Hz), 6.75(1H, dd, J = 15.5, 10.5 Hz), 6.86(1H, d, J = 15.5 Hz)。¹³C-NMR(CD₃OD)同样给出 19 个碳信号。通过 HMQC 谱、HMBC 谱进一步解析,鉴定化合物 2 的结构为 1,7-双-(4-羟基苯基)-4,6-庚二烯-3-酮。化合物 2 的波谱数据如下:¹H-NMR(CD₃OD) δ:2.73(2H, m, H-1), 2.79(2H, m, H-2), 6.15(1H, d, J = 15.0 Hz, H-4), 7.29(1H, m, H-5), 6.75(1H, m, H-6), 6.86(1H, d, J = 15.5 Hz, H-7), 6.93(2H, d, J = 8.5 Hz, H-2', 6'), 6.59(2H, d, J = 8.5 Hz, H-3', 5'), 7.29(2H, d, J = 8.5 Hz, H-2'', 6''), 6.67(2H, d, J = 8.5 Hz, H-3'', 5''); ¹³C-NMR(CD₃OD) δ:31.0(C-1), 43.3(C-2), 203.0(C-3), 128.9(C-4), 146.2(C-5), 125.0(C-6), 143.7(C-7), 133.3(C-1'), 130.3(C-2', 6'), 116.2(C-3', 5'), 156.7(C-4'), 129.3(C-1''), 130.4(C-2'', 6''), 116.8(C-3'', 5''), 160.2(C-4'')。以上波谱数据经与参考文献比较^[3],二者数据基本一致,故鉴定化合物 2 为 1,7-双-(4-羟基苯基)-4,6-庚二烯-

3-酮[1,7-bis(4-hydroxyphenyl)-4,6-heptatrien-3-one]。参考文献^[3]中 H-1(δ 2.73)和 H-2(δ 2.82)归属有误, HMQC 谱和 HMBC 谱充分证明 H-1 与 H-2 比较, H-2(δ 2.79)在相对低场, H-1(δ 2.73)在相对高场。

化合物 3: 无色针晶 (MeOH), mp 218 ~ 219。三氯化铁-铁氰化钾反应阳性, 提示结构中有酚羟基存在。¹H-NMR (CD₃OD) δ : 7.01 (2H, d, J = 1.5 Hz, H-2, 2'), 6.66 (2H, d, J = 8.5 Hz, H-5, 5'), 6.85 (2H, dd, J = 8.5, 1.5 Hz, H-6, 6'), 6.81 (2H, s, -CH = CH-), 3.80 (6H, s, 3, 3'-OCH₃); ¹³C-NMR (CD₃OD) δ : 131.6 (C-1, 1'), 110.3 (C-2, 2'), 149.2 (C-3, 3'), 147.3 (C-4, 4'), 116.4 (C-5, 5'), 127.3 (C-6, 6'), 120.9 (-CH = CH-), 56.4 (3, 3'-OCH₃)。以上波谱数据经与参考文献比较^[4], 二者数据基本一致, 故鉴定化合物 3 为 4,4'-二羟基-3,3'-二甲氧基-反式-1,2-二苯乙烯 (4,4'-dihydroxy-3,3'-dimethoxy-*trans*-stilbene), 首次从本属植物中得到。

化合物 4: 黄色粉末 (MeOH), mp 226 ~ 228。三氯化铁-铁氰化钾反应阳性, 提示结构中有酚羟基存在; 盐酸-镁粉反应阳性, 提示为黄酮类化合物。¹H-NMR (CD₃OD) δ : 6.08 (1H, d, J = 2.0 Hz, H-6), 6.29 (1H, d, J = 2.0 Hz, H-8), 7.98 (1H, d, J = 9.0 Hz, H-2', 6'), 6.80 (1H, d, J = 9.0 Hz, H-3', 5')。¹³C-NMR (CD₃OD) δ : 148.1 (C-2), 137.2 (C-3), 177.4 (C-4), 162.6 (C-5), 99.3 (C-6), 165.6 (C-7), 94.5 (C-8), 158.3 (C-9), 104.6 (C-10), 123.8 (C-1'), 130.7 (C-2'), 116.4 (C-3'), 160.6 (C-4'), 116.4 (C-5'), 130.7 (C-6')。以上波谱数据与文献基本一致^[5], 故鉴定化合物 4 为山柰酚 (kaempferol), 首次从本植物中得到。

化合物 5: 黄色针晶 (MeOH), mp 188 ~ 190。三氯化铁-铁氰化钾反应阳性, 提示结构中有酚羟基存在; 盐酸-镁粉反应阳性, Molish 反应阳性, 提示为黄酮苷类化合物; 酸水解检出 D-葡萄糖和 L-鼠李糖。¹H-NMR (CD₃OD) δ : 6.11 (1H, d, J = 2.0 Hz, H-6), 6.30 (1H, d, J = 2.0 Hz, H-8), 7.57 (1H, d, J = 2.0 Hz, H-2'), 6.78 (1H, d, J = 8.5 Hz, H-5'), 7.54 (1H, dd, J = 8.5, 2.0 Hz, H-6'), 5.01 (1H, d, J = 7.5 Hz, Glu-H-1'), 4.42 (1H, br s, Rha-H-1''), 3.71 (1H, d, J = 10.5 Hz, Glu-H-6'), 3.53 (1H, br s, Rha-H-3''), 3.44 (1H, dd, J = 9.5, 3.0 Hz, Rha-H-2''), δ 3.39 ~ 3.28 为葡

萄糖和鼠李糖上的其他质子信号, δ 1.02 (3H, d, J = 6.0 Hz) 为鼠李糖末端甲基质子信号; ¹³C-NMR (CD₃OD) δ : 159.4 (C-2), 135.7 (C-3), 179.5 (C-4), 163.1 (C-5), 101.1 (C-6), 166.3 (C-7), 94.9 (C-8), 158.6 (C-9), 105.7 (C-10), 123.2 (C-1'), 117.7 (C-2'), 145.9 (C-3'), 149.9 (C-4'), 116.1 (C-5'), 123.6 (C-6'); Glc: 104.8 (C-1''), 78.3 (C-2''), 75.8 (C-3''), 71.5 (C-4''), 77.3 (C-5''), 68.6 (C-6''); Rha: 102.5 (C-1'''), 72.3 (C-2'''), 72.2 (C-3'''), 74.0 (C-4'''), 69.0 (C-5'''), 18.0 (C-6''')。以上波谱数据与参考文献比较^[6], 二者数据基本一致, 故鉴定化合物 5 为芦丁 (rutin, quercetin-3-O-rutinoside), 首次从本属植物中得到。

化合物 6: 无色针晶 (MeOH)。Molish 反应阳性, 酸水解检出 D-葡萄糖。¹H-NMR (CD₃OD) 谱中, 位于低场的信号 δ 7.04 (2H, d, J = 8.5 Hz), 6.92 (2H, d, J = 8.5 Hz) 为 AA'BB' 偶合系统的质子信号; δ 3.60 (2H, d, J = 7.0 Hz) 和 δ 2.66 (2H, d, J = 7.0 Hz) 为 -CH₂-CH₂-基团质子信号; δ 4.76 为葡萄糖端基质子信号, δ 3.80 ~ 3.28 为葡萄糖其他质子信号。¹³C-NMR (CD₃OD) 谱中给出 14 个碳信号。在 HMBC 谱中, 可见 δ_{H} 4.76 (1H, Glc C-1') 与 δ_{C} 157.7 (C-4), 78.1 (C-3'), 78.2 (C-5'), 71.5 (C-4') 存在相关信号, δ_{H} 3.60 (2H, d, J = 7.0 Hz, H-2') 与 δ_{C} 134.3 (C-1), 39.5 (C-1') 存在相关信号, δ_{H} 2.66 (2H, d, J = 7.0 Hz, H-1') 与 δ 134.3 (C-1), 130.9 (C-2, 6) 和 64.4 (C-2') 存在相关信号, 因此推断化合物 6 为 4-羟基苯乙醇-4-O- β -D-吡喃葡萄糖苷, 化合物波谱数据如下: ¹H-NMR (CD₃OD) δ : 7.04 (2H, d, J = 8.5 Hz, H-2, 6), 6.92 (2H, d, J = 8.5 Hz, H-3, 5), 2.66 (2H, d, J = 7.0 Hz, H-1'), 3.60 (2H, d, J = 7.0 Hz, H-2'), 4.76 (1H, Glu H-1''), 3.79 (1H, dd, J = 12.0, 2.0 Hz, H-6''), 3.60 (1H, m, H-6''); ¹³C-NMR (CD₃OD) δ : 134.3 (C-1), 130.9 (C-2), 117.9 (C-3), 157.7 (C-4), 117.9 (C-5), 130.9 (C-6), 39.5 (C-1'), 64.4 (C-2'), 102.6 (C-1''), 75.0 (C-2''), 78.1 (C-3''), 71.5 (C-4''), 78.2 (C-5''), 62.6 (C-6'')。以上波谱数据经与参考文献比较^[7], 二者数据基本一致, 故鉴定化合物 6 为 4-羟基苯乙醇-4-O- β -D-吡喃葡萄糖苷 (4-hydroxyphenethylol-4-O- β -D-glucopyranoside, icariside D₂), 首次从本属植物中得到。

化合物 7: 无色针晶 (MeOH), mp 195 ~ 197。三氯化铁-铁氰化钾反应阳性, 提示结构中

有酚羟基存在;溴甲酚绿反应阳性,示有羧基存在。

$^1\text{H-NMR}(\text{CD}_3\text{OD})$ δ : 7.33 (1H, br s, H-2), 6.69 (1H, d, $J = 8.0$ Hz, H-5), 7.32 (1H, dd, $J = 8.0$, 2.0 Hz, H-6); $^{13}\text{C-NMR}(\text{CD}_3\text{OD})$ δ : 123.5 (C-1), 117.8 (C-2), 146.1 (C-3), 151.5 (C-4), 115.8 (C-5), 123.9 (C-6), 170.5 (C-7)。以上波谱数据经与参考文献比较^[8],二者数据基本一致,故鉴定化合物7为3,4-二羟基苯甲酸(protocatechuic acid),首次从本植物中得到。

化合物8:无色针晶(MeOH), mp 212~213。三氯化铁-铁氰化钾反应阳性,提示结构中有酚羟基存在;溴甲酚绿反应阳性,示有羧基存在。 $^1\text{H-NMR}(\text{CD}_3\text{OD})$ δ : 7.40 (1H, br s, H-2), 6.73 (1H, d, $J = 8.0$ Hz, H-5), 7.45 (1H, d, $J = 8.0$ Hz, H-6), 3.77 (3H, s, 3-OCH₃); $^{13}\text{C-NMR}(\text{CD}_3\text{OD})$ δ : 123.1 (C-1), 113.8 (C-2), 148.6 (C-3), 152.6 (C-4), 115.9 (C-5), 125.3 (C-6), 170.1 (C-7), 56.4 (3-OCH₃)。以上波谱数据经与参考文献比较^[9],二者数据基本一致,故鉴定化合物8为4-羟基-3-甲氧基苯甲酸(vanillic acid),首次从本植物中得到。

化合物9:无色针晶(MeOH), mp 216~218。三氯化铁-铁氰化钾反应阳性,示有酚羟基存在。 $^1\text{H-NMR}(\text{CD}_3\text{OD})$ δ : 7.76 (2H, d, $J = 8.5$ Hz, H-2,6), 6.69 (2H, d, $J = 8.5$ Hz, H-3,5); $^{13}\text{C-NMR}(\text{CD}_3\text{OD})$ δ : 123.7 (C-1), 131.8 (C-2,6), 114.7 (C-3,5), 157.5 (C-4), 168.3 (4-COOH)。以上波谱数据经与参考文献比较^[10],二者数据基本一致,故鉴定化合物9为对羟基苯甲酸(*p*-hydroxybenzoic acid)。

化合物10:无色针晶(MeOH), mp 200~202。溶于甲醇、丙酮,不溶于水。三氯化铁-铁氰化钾反应呈阳性,提示结构中存在酚羟基。其波谱数据如下: $^1\text{H-NMR}(\text{CD}_3\text{OD})$ δ : 3.38 (2H, s, H-2), 6.99 (2H, d, $J = 8.5$ Hz, H-2',6'), 6.63 (2H, d, $J = 8.5$ Hz, H-3',5'); $^{13}\text{C-NMR}(\text{CD}_3\text{OD})$ δ : 176.4 (C-1), 41.3 (C-2), 127.0 (C-1'), 131.4 (C-2',6'), 116.3 (C-3',5'), 157.5 (C-4)。以上波谱数据经与参考文献比较^[10],二者数据基本一致,故鉴定化合物10为对羟基苯乙酸(*p*-hydroxyphenylacetic acid)。

化合物11:无色针晶(MeOH), mp 94~96。三氯化铁-铁氰化钾反应阳性,提示结构中有酚羟基存在。 $^1\text{H-NMR}(\text{CD}_3\text{OD})$ δ : 6.55 (2H, dd, $J = 6.0$, 3.5 Hz, H-3,6), 6.65 (2H, dd, $J = 6.0$, 3.5 Hz, H-4,5); $^{13}\text{C-NMR}(\text{CD}_3\text{OD})$ δ : 146.4 (C-1,2), 116.5

(C-3,6), 121.0 (C-4,5)。以上波谱数据经与参考文献比较^[11],二者数据基本一致,故鉴定化合物11为儿茶酚(pyrocatechol)。

化合物12:无色针晶(丙酮), mp 170~175。溶于丙酮、醋酸乙酯,不溶于水。Liebermann-Burchard反应呈阳性。 $^1\text{H-NMR}(\text{CDCl}_3)$ δ : 6.43 (1H, d, $J = 8.5$ Hz, H-6), 6.44 (1H, d, $J = 8.5$ Hz, H-7), 5.09 (1H, dd, $J = 8.0$, 15.0 Hz, H-22), 5.13 (1H, dd, $J = 8.0$, 15.5 Hz, H-23), 0.81 (3H, s) 和 0.74 (3H, s) 为角甲基质子信号, 0.76 (3H, d, $J = 7.5$ Hz), 0.77 (3H, d, $J = 7.0$ Hz), 0.83 (3H, d, $J = 7.0$ Hz) 和 0.92 (3H, d, $J = 6.5$ Hz) 为侧链上甲基质子信号; $^{13}\text{C-NMR}(\text{CDCl}_3)$ δ : 34.6 (C-1), 30.0 (C-2), 66.4 (C-3), 36.9 (C-4), 82.1 (C-5), 135.4 (C-6), 130.7 (C-7), 77.0 (C-8), 51.0 (C-9), 36.9 (C-10), 23.3 (C-11), 39.3 (C-12), 44.5 (C-13), 51.6 (C-14), 20.8 (C-15), 28.6 (C-16), 56.1 (C-17), 12.8 (C-18), 18.1 (C-19), 39.7 (C-20), 20.6 (C-21), 135.6 (C-22), 132.2 (C-23), 42.7 (C-24), 33.0 (C-25), 19.6 (C-26), 19.9 (C-27), 17.5 (C-28)。以上波谱数据经与参考文献比较^[12],二者数据基本一致,故鉴定化合物12为麦角甾醇过氧化物(ergosterolperoxide),首次从本属植物中得到。

参考文献:

- [1] 卢丹,王春宇,李平亚,等. 穿龙薯蓣地上部分的化学成分[J]. 中草药, 2007, 38(12): 1785-1787.
- [2] Nakayama R, Tamura Y, Yamanaka H, et al. Two curcuminoid pigments from *Cukxjma domeszycyca* [J]. *Phytochemistry*, 1993, 33(2): 501-502.
- [3] Ali M S, Tezuka Y, Awale S, et al. Six new diarylheptanoids from the seeds of *Alpinia blepharocalyx* [J]. *J Nat Prod*, 2001, 64: 289-293.
- [4] 沈小玲,曾惠芳,陈珍,等. 山橘的化学成分研究[J]. 中国药理学杂志, 2002, 37(1): 14-17.
- [5] 刘有强,孔令义. 闹羊花中黄酮类成分的研究[J]. 中草药, 2009, 40(2): 199-201.
- [6] 孙丽仁,何明珍,冯育林,等. 山蜡梅叶的化学成分研究[J]. 中草药, 2009, 40(8): 1214-1216.
- [7] 吴彤,孔德云,李惠庭. 藤香树中二个新的脂肪硝基酚苷的鉴定[J]. 药学报, 2004, 39(7): 534-537.
- [8] 康文艺,张百让,许启泰,等. 帽蕊木化学成分研究[J]. 中药材, 2006, 29(6): 557-560.
- [9] 李军,陆圆圆,李蕾,等. 青钱柳化学成分研究[J]. 中药材, 2006, 29(5): 441-442.
- [10] 柳建军,刘锡麟. 黄连木食用部位化学成分研究[J]. 中草药, 2009, 40(2): 186-189.
- [11] 王素娟,裴月湖. 白桦叶化学成分的研究[J]. 沈阳药科大学学报, 2000, 17(4): 256-257.
- [12] 赵芬琴,朴惠善. 桦褐孔菌的化学成分研究[J]. 时珍国医国药, 2006, 17(7): 1178-1181.