

none C 一致^[10]。

化合物 7: 黄色晶体, 分子式 $C_{32}H_{26}O_{10}$, ^1H-NMR (300 MHz, $CDCl_3$) δ : 6.04 (1H, s, H-3), 5.13 (1H, q, $J=6.0$ Hz, H-11), 1.68 (3H, d, $J=6.0$ Hz, H-12), 2.24 (1H, br s, H-13), 3.63 (1H, m, H-14), 1.22 (3H, d, $J=6.6$ Hz, H-15), 3.80 (3H, s, 2-OMe), 7.07 (1H, s, H-2'), 7.65 (1H, s, H-4'), 7.53 (1H, s, H-5'), 3.89 (3H, s, 6'-OMe), 2.46 (3H, s, 3'-Me)。 $^{13}C-NMR$ (75 MHz, $CDCl_3$) δ : 179.7 (C-1), 160.7 (C-2), 108.7 (C-3), 191.5 (C-4), 159.2 (C-5), 137.0 (C-6), 144.1 (C-7), 126.5 (C-8), 125.6 (C-9), 112.9 (C-10), 71.2 (C-11), 21.1 (C-12), 35.0 (C-13), 69.1 (C-14), 21.5 (C-15), 56.8 (2-OMe), 162.7 (C-1'), 124.8 (C-2'), 148.8 (C-3'), 121.6 (C-4'), 133.3 (C-4' α), 104.0 (C-5'), 163.5 (C-6'), 121.5 (C-7'), 160.9 (C-8'), 111.4 (C-8' α), 191.5 (C-9'), 113.8 (C-9' α), 182.3 (C-10'), 134.8 (C-10' α), 22.4 (3'-Me), 56.8 (6'-OMe)。经与文献对照, 以上数据与 floribundiquinone A 一致^[10]。

化合物 8: 白色晶体, 分子式 $C_{30}H_{50}O$, ^1H-NMR (300 MHz, $CDCl_3$) δ : 5.23 (1H, d, $J=5.7$ Hz, H-11), 1.83 (2H, d, $J=5.7$ Hz, H-12), 3.21 (1H, dd, $J=4.5, 11.7$ Hz, H-3), 1.03, 0.98, 0.98, 0.90, 0.88, 0.84, 0.80, 0.75 (各 3H, s, $8 \times CH_3$)。 $^{13}C-NMR$ (75 MHz, $CDCl_3$) δ : 36.8 (C-1), 27.9 (C-

2), 78.9 (C-3), 36.8 (C-4), 52.3 (C-5), 26.6 (C-6), 22.6 (C-7), 52.0 (C-8), 148.5 (C-9), 39.0 (C-10), 114.0 (C-11), 35.9 (C-12), 38.1 (C-13), 39.6 (C-14), 29.6 (C-15), 36.0 (C-16), 42.8 (C-17), 40.9 (C-18), 20.2 (C-19), 28.2 (C-20), 59.6 (C-21), 30.8 (C-22), 28.2 (C-23), 17.0 (C-24), 22.1 (C-25), 15.6 (C-26), 15.3 (C-27), 14.0 (C-28), 21.4 (C-29), 21.1 (C-30)。经与文献对照, 以上数据与羊齿烯醇一致^[9]。

参考文献:

- [1] 陈立, 董俊兴. 勾儿茶属植物化学成分及其生物活性研究进展 [J]. 中草药, 2006, 37(4): 627-630
- [2] Bekker R, Ferreira D, Swart K J, et al. Structure and stereochemistry of the first bibenzofuranoids [J]. *Tetrahedron*, 2000, 56(30): 5297-5302
- [3] Bekker R, Brandt E V, Ferreira D. Structure and stereochemistry of the first isoflavanone benzofuranone biflavonoids [J]. *Tetrahedron Lett*, 1998, 39(35): 6407-6410
- [4] 杨娟, 潘琪, 魏东法, 等. 光枝勾儿茶化学成分研究 (II) [J]. 中国药学杂志, 2006, 41(2): 255-257
- [5] 广西中药材标准 [S]. 1990
- [6] 李云志, 黄静, 郭弘川, 等. 红芪化学成分和抗肿瘤活性研究 [J]. 中草药, 2009, 40(8): 1195-1198
- [7] Mohammad S, Stephen M, Yashodharan K, et al. Americin, a bioactive dibenzylbutyrolactone lignan, from the seeds of *Centaurea americana* [J]. *Phytochemistry*, 2006, 67(21): 2370-2375
- [8] 鲍官虎. 羊躑躅根、清风藤和二色桌片参化学成分的研究 [D]. 上海: 中国科学院上海药物研究所, 2002
- [9] 杨娟, 段文峰, 彭英, 等. 光枝勾儿茶化学成分研究 (I) [J]. 中草药, 2006, 37(6): 836-837
- [10] Wei X, Jiang J S, Feng Z M, et al. Anthraquinone benzisochromanquinone dimers from the roots of *Berberis floribunda* [J]. *Chem Pharm Bull*, 2008, 56(9): 1248-1252

唐古特雪莲的化学成分研究

徐彦, 吴春蕾, 刘圆, 张志锋*

(西南民族大学少数民族药物研究所, 四川成都 610041)

摘要: 目的 研究唐古特雪莲 *Saussurea tangutica* 全草的化学成分。方法 采用硅胶柱色谱法和 Sephadex LH-20 进行反复柱色谱分离, 通过理化常数和 UV、IR、EFMS、 ^1H-NMR 、 $^{13}C-NMR$ 波谱解析进行结构鉴定。结果 从该藏药材乙醇提取物中分离得到 9 个化合物, 分别鉴定为槲皮素 (quercetin, 1)、洋芹素 (apigenin, 2)、大波斯菊苷 (cosmosin, 3)、木犀草素 (luteolin, 4)、秋水仙碱 (colchicine, 5)、东莨菪素 (scopolin, 6)、 β -谷甾醇 (β -sitosterol, 7)、二十三烷 (tricosane, 8) 及三十二烷 (dotriacontane, 9)。结论 化合物 1~9 系首次从该植物中分离得到。

关键词: 唐古特雪莲; 秋水仙碱; 槲皮素

中图分类号: R284.1

文献标识码: A

文章编号: 0253-2670(2010)12-1957-04

唐古特雪莲 *Saussurea tangutica* Maxim. 属于菊科凤毛菊属植物, 分布于西藏、四川、青海等省区,

生长在海拔 4 000~5 300 m 的高山流石滩上^[1]。为汉、藏、纳西、普米等民族广泛药用。唐古特雪莲是

收稿日期: 2010-03-03

基金项目: 西南民族大学中央高校基本科研业务费专项基金资助(09NZYZJ01)

* 通讯作者 张志锋(1973-), 男, 四川成都人, 博士, 从事高原药用植物的资源研究及品质评价。

Tel: (028) 85522315 Fax: (028) 85524382 E-mail: zhangzhf99@gmail.com

常用中品藏药“漏子多保”的原植物之一,别名有东方风毛菊、雪莲、东方雪莲花等^[2-4]。为《本草拾遗》、《四部医典》、《月王药诊》等汉藏典籍记载。全草入药,其味甘而酸,性温;具活血通经、散寒除湿、壮阳、强筋骨等功效,能治疗流行性感、咽喉痛、温病时疫、月经不调、风湿关节痛等^[5]。唐古特雪莲为商品雪莲中重要的一种,目前仅对其抗炎镇痛活性进行了研究^[6],其化学成分研究尚未见文献报道。本课题组对唐古特雪莲的化学成分首次进行了初步的研究,从中分离鉴定了9个化合物,分别为槲皮素(queretin, 1)、洋芹素(apigenin, 2)、大波斯菊苷(cosmosin, 3)、木犀草素(luteolin, 4)、秋水仙碱(colchicine, 5)、东莨菪素(scopolin, 6)、 β -谷甾醇(β -sitosterol, 7)、二十三烷(tricosane, 8)及三十二烷(dotriacotane, 9)。

1 仪器与材料

Xrc-1型显微熔点仪;Shimadzu UV2201型紫外可见分光光度计;Perkin-Elmer 983型红外光谱仪,溴化钾压片;Finigan LCQ advantage质谱仪;瑞士Bruker-E200型核磁共振仪和美国Unity Varian Inova-400/54型核磁共振仪。薄层色谱硅胶(GF₂₅₄)和柱色谱硅胶(200~300目,160~200目)均为青岛海洋化工厂产品;Sephadex LH-20为美国Pharmacia公司产品;所用试剂均为成都市化学试剂公司产品,分析纯。唐古特雪莲 *Saussurea tangutica* Maxim. 采自青海省同仁县境内,经笔者鉴定。

2 提取和分离

干燥的唐古特雪莲全草3.0 kg,粉碎,95%乙醇渗漉提取,提取液减压浓缩后加少量水混悬,用石油醚萃取,母液用盐酸酸化后用乙醚提取,乙醚萃取后的母液用氨水碱化,用氯仿提取,随后调节母液pH值为中性,用正丁醇萃取。以上所得萃取物分别用硅胶、Sephadex LH-20分离,从乙醚萃取物中得到化合物1(56 mg)、2(124 mg)、4(65 mg)、7(260 mg)、8(76 mg)、9(48 mg);从氯仿萃取物中得到化合物5(40 mg)、6(37 mg);从正丁醇萃取物中得化合物3(33 mg)。

3 结构鉴定

化合物1:深黄色粉末状晶体(乙醇水),C₁₅H₁₀O₇,UV $\lambda_{\max}^{\text{MeOH}}$ nm:264,370,423;EFMS m/z :302(M⁺),274(M-28),153(A₁⁺),137(B₂⁺)。¹H-NMR(C₃D₆O) δ :12.49,10.79,9.61 3个低场,示有3,5,7 3个OH;6.88(d, J =8.4 Hz, H-5');7.52(d, J =8.0 Hz, H-6'),7.67(d, J =2.0 Hz,

H-2),6.18(d, J =1.6 Hz, H-6),6.40(d, J =2.0 Hz, H-8),9.32,9.39(s, H-3',4')。¹³C-NMR(acetone-*d*₆) δ :94.3(C-8),98.9(C-6),103.7(C-10),115.2(C-2'),115.9(C-5'),121.2(C-6'),123.2(C-1'),136.4(C-3),145.6(C-3'),147.2(C-2),148.1(C-4'),157.4(C-9),161.4(C-5),164.8(C-7),176.3(C-4)。以上数据与已知槲皮素一致^[7],故确定该化合物为槲皮素。

化合物2:黄色粉末状晶体(乙醇水),UV $\lambda_{\max}^{\text{MeOH}}$ nm:260,330。EFMS m/z :270(M⁺),242,153,118;¹H-NMR(C₃D₆O-*d*₆) δ :12.97,10.85,10.37(3H, s, H-7,4',5),6.90(2H, d, J =8.6 Hz, H-3',5'),7.91(2H, d, J =8.6 Hz, H-2',6'),6.78(1H, s, H-3),6.18(1H, d, J =2 Hz, H-6),6.48(1H, d, J =2 Hz, H-8)。¹³C-NMR(C₃D₆O-*d*₆) δ :94.3(C-8),99.1(C-6),182.1(C-4),163.9(C-7),161.3(C-4'),103.8(C-10),157.6(C-5'),116.2(C-3',5'),129.1(C-2',6'),121.5(C-1),103.1(C-3),164.7(C-9)。综合以上数据与洋芹素一致^[8],确定该化合物为洋芹素。

化合物3:黄色针晶(甲醇),C₂₁H₂₀O₁₀,mp 178~179 °C,盐酸-镁粉反应阳性,Molish反应为阳性,表明为黄酮苷类化合物。UV $\lambda_{\max}^{\text{MeOH}}$ nm:270,337。EFMS m/z :455[M+Na]⁺。¹H-NMR(DMSO-*d*₆) δ :12.87(1H, s, 重水交换后消失, C5-OH),10.42(1H, s, 重水交换后消失, C4'-OH),7.95,6.93(各2H, d, J =8.8 Hz, H-2',6'和3',5'),6.87(1H, s, H-3),6.83(1H, s, H-8),6.45(1H, s, H-6),5.06(1H, d, J =7.5 Hz, 糖基H-1''),3.2~4.7(6H, m, 糖基质子),水解该化合物,母液进行纸色谱,用正丁醇-丙酮-水(2:1:2)和醋酸乙酯-吡啶-水(2:2:1)展开,显色剂为苯胺-邻苯二甲酸,显色结果与D-Glu的R_f值一致,证明该化合物的糖基是D-Glu。综合以上数据与大波斯菊苷文献数据一致^[9],确定该化合物为大波斯菊苷。

化合物4:黄色粉末状结晶(乙醇水),C₁₅H₁₀O₆,UV $\lambda_{\max}^{\text{MeOH}}$ nm:255,265,350;EFMS m/z :286(M⁺),258(M-CO),229(M-CO-CO)。¹H-NMR(acetone-*d*₆) δ :6.25(1H, d, J =2 Hz, H-6),6.52(1H, s, H-3),6.58(1H, d, J =2 Hz, H-8),7.05(1H, d, J =8 Hz, H-5),7.48(2H, m, H-2,6)。¹³C-NMR(acetone-*d*₆) δ :181.7(C-4),163.9(C-2),102.8(C-3),94.1(C-8),98.9(C-6),164.1(C-7),157.2(C-5),160.3(C-9),103.6(C-10),

121. 5(C-1'), 113. 3(C-2'), 146. 1(C-3'), 150. 0(C-4'), 117. 5(C-5'), 118. 9(C-6')。以上数据与化合物木犀草素一致^[10], 确定该化合物为木犀草素。

化合物 5: 黄色针晶(醋酸乙酯), C₂₂H₂₅NO₆, mp 148~ 150 °C, UV λ_{max}^{M^{OH}} nm: 270, 380, 450. IR ν_{max}^{KBr} (cm⁻¹): 3 400, 2 900, 1 650, 1 614, 1 580, 1 560, 1 450, 1 398, 1 330, 1 220, 1 137, 1 049. EFM S m/z: 399[M⁺], 371[M⁺ - CO], 356[M⁺ - CH₃CO], 340[M⁺ - CH₃CONH₂], 328[M⁺ - CO-CH₃-CO], 312(基峰)[M⁺ - CO-CH₃-COH=NH], 297(312-CH₃), 281(312-OCH₃)。¹H-NMR(acetone-d₆) δ: 3.63, 3.85, 3.89, 4.00(4×3H, s, 4×OCH₃), 1.94(3H, s, =N-CO-OCH₃), 2.49(2H, d, H-a), 2.33(2H, d, H-b), 2.21(2H, m, rH), 6.52(1H, s, dH), 7.67(1H, s, rH), 6.87(1H, d, kH), 7.33(1H, s, dH), 8.48(1H, s, =NH)。¹³C-NMR(acetone-d₆) δ: 22.6(αC), 29.6(βC), 36.2(αC), 52.8(γC), 56.1(1-C), 56.4(εC), 61.3(βC), 61.5(γC), 107.2(δC), 113.1(πC), 137.2(βC), 141.5(βC), 151.0(γC), 152.9(σC), 153.5(εC), 163.9(1-C), 170.2(=N-CO-), 180.5(πC)。以上数据与化合物秋水仙碱一致^[11], 故确定该化合物为秋水仙碱。

化合物 6: 黄白色针晶(甲醇), C₁₀H₈O₄, mp 202~ 204 °C, UV λ_{max}^{M^{OH}} nm: 226, 302, 345; IR ν_{max}^{KBr} (cm⁻¹): 3 336, 1 702, 1 607, 1 563, 1 507; EFM S m/z: 192[M⁺], 177[M - CH₃], 164[M - CO], 149[M - CH₃ - CO], 121[M - CH₃ - CO - CO]; ¹H-NMR(C₃D₆O) δ: 7.83(1H, d, J=9.4 Hz, H-4), 7.20(1H, s, H-5), 6.78(1H, s, H-8), 6.15(1H, d, J=9.4 Hz, H-3), 3.88(3H, s, OCH₃)。以上数据与东莨菪素一致^[12], 故确定该化合物为东莨菪素。

化合物 7: 无色鳞片状结晶(石油醚), C₂₉H₅₀O, mp 139~ 141 °C, Liebermann-Burchard 反应显红蓝色随后迅速变为绿色。浓硫酸-氯仿反应呈阳性。IR ν_{max}^{KBr} (cm⁻¹): 3 430, 2 934, 2 870, 1 720, 1 639, 1 461, 1 378, 1 096; EFM S m/z: 414[M⁺, 100], 396[M⁺ - H₂O]; ¹H-NMR(CDCl₃) δ: 0.66(3H, s, CH₃), 0.98(3H, s, CH₃), 0.80(3H, d, CH₃), 0.83(3H, d, CH₃), 0.91(3H, d, CH₃), 0.84(3H, t, CH₃), 3.52(1H, m, H-3), 5.34(1H, m, H-6)。综上所述, 化合物 7 与 β-谷甾醇文献数据基本一致^[13], 故确定该化合物为 β-谷甾醇。

化合物 8: 白色蜡状固体, 易溶于石油醚、氯仿、环己烷等非极性溶剂, 不溶于甲醇、正丁醇等极性溶剂。紫外光谱在 260~ 600 nm 无明显吸收。IR ν_{max}^{KBr} (cm⁻¹): 2 920, 2 851, 1 459, 1 375, 723(长链脂肪烃 N>4, CH₂ 面内摇摆振动吸收峰)。EFMS m/z: 323, 308, 294, 280, 267, 239, 211, 197, 183, 168, 154, 140, 127, 113, 99, 85, 71, 57(基峰)。图谱显示出一系列 15+ 14n 峰, 形成一条平滑的弧线。¹H-NMR(CDCl₃) δ: 1.14(42H, brs, (CH₂)₂₁), 0.84(6H, t, J=5.6 Hz, CH₃×2), 氢谱数据与标准图谱一致。¹³C-NMR(CDCl₃) δ: 14.1(CH₃), 22.7, 29.4, 32.0, 32.2 均为亚甲基碳原子信号, 综上所述, 以上数据与二十三烷一致^[14], 故确定该化合物为二十三烷。

化合物 9: 白色蜡状固体, 易溶于石油醚、氯仿、环己烷等非极性溶剂, 不溶于甲醇、正丁醇等极性溶剂。紫外光谱在 260~ 600 nm 无明显吸收。IR ν_{max}^{KBr} (cm⁻¹): 2 920, 2 851, 1 459, 723(长链脂肪烃 N>4, CH₂ 面内摇摆振动吸收峰)。EFMS m/z: 450, 365, 361, 323, 323, 309, 280, 267, 239, 211, 197, 183, 168, 154, 140, 127, 113, 99, 85, 71, 57(基峰)。图谱显示出一系列 15+ 14n 峰, 形成一条平滑的弧线。¹H-NMR(CDCl₃) δ: 1.23(60H, br s, 30CH₂ 峰重叠), 0.85(6H, t, J=7 Hz, CH₃×2), 氢谱数据与标准图谱一致。综上所述, 以上数据与三十二烷一致^[15], 故确定该化合物是三十二烷。

4 结果与讨论

本实验首次从唐古特雪莲中分离鉴定了 9 个化合物: 槲皮素(1)、洋芹素(2)、大波斯菊苷(3)、木犀草素(4)、秋水仙碱(5)、东莨菪素(6)、β-谷甾醇(7)、二十三烷(8)及三十二烷(9)。

从唐古特雪莲中分离的这些成分具有一定代表性。洋芹素具有平滑肌解痉和抗胃溃疡作用; 木犀草素有活血化瘀、调节血脂和胆固醇的作用; 槲皮素对 ADP、胶原或凝血酶引起的血小板凝聚及血栓形成有抑制作用; 东莨菪素有抗炎、止痛、祛风、祛痰及抗肿瘤活性; 秋水仙碱则具有细胞毒性, 能抑制肿瘤细胞生长并有镇痛、抗痛风作用。烷烃类成分则是雪莲这类高山植物富含蜡质的证明。这些不同生理活性的天然化合物共存于唐古特雪莲中, 为利用雪莲的传统用药经验及其医疗价值评价提供了理论依据。

参考文献:

[1] 吴征镒 西藏植物志 [M]. 第 4 卷. 北京: 科学出版社, 1985
 [2] 溪 植 西藏的雪莲资源 [J]. 植物杂志, 1993(6): 12
 [3] 《中国民族药志》编辑委员会 中国民族药志 [M]. 北京: 人

- 民卫生出版社, 1984
- [4] 罗尚达 藏药考究选介 [J]. 中草药通讯, 1978, 9(12): 561
- [5] 江苏新医学院 中药大辞典 [M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1977.
- [6] 刘占厚, 徐达宇, 袁明. 唐古特雪莲抗炎镇痛作用的实验研究 [J]. 青海医学院学报, 2007, 28(4): 269-270
- [7] 赵海誉, 范妙璇, 石普丽, 等. 北葶苈子化学成分研究 [J]. 中草药, 2010, 41(1): 14-18
- [8] 林立东, 秦国伟, 徐任生. 华中冬青化学成分的研究 [J]. 植物学报, 1994, 36(5): 393-397.
- [9] 张晓峰, 胡伯林, 王生新, 等. 唐古特青兰的化学成分的研究 [J]. 植物学报, 1994, 36(8): 645-648
- [10] 刘莹, 李喜凤, 刘艾林, 等. 细皱香薷叶的化学成分研究 [J]. 中草药, 2009, 40(9): 1356-1359
- [11] 何红平, 刘复初, 胡琳, 等. 秋水仙花生物碱 [J]. 云南植物研究, 1999, 21(3): 364-368
- [12] 张敬莹, 王世盛, 宋其玲, 等. 糙龙胆地上部分化学成分研究 [J]. 中草药, 2009, 40(1): 24-27
- [13] 袁珊琴, 于能江, 赵毅民, 等. 络石藤化学成分的研究 [J]. 中草药, 2010, 41(2): 179-181.
- [14] 干国平, 朱红, 夏艺, 等. 山合欢皮化学成分的分离鉴定 [J]. 湖北中医学院学报, 2008, 10(4): 24-25
- [15] 李林珍, 杨小生, 朱海燕, 等. 假地蓝化学成分研究 [J]. 中草药, 2008, 39(2): 173-175

伸筋草的化学成分研究

滕翠翠, 何永志*, 冯金磊, 巴晓雨, 李东影

(天津中医药大学中药学院, 天津 300193)

摘要:目的 研究伸筋草 *Lycopodium japonicum* 的化学成分。方法 采用乙醇提取, 石油醚、氯仿、醋酸乙酯萃取, 硅胶柱色谱等方法分离纯化伸筋草中的化学成分, 并通过 IR、MS、¹H NMR、¹³C NMR 等现代波谱法对结构进行解析和鉴定。结果 从伸筋草中分离鉴定了 7 个三萜化合物、2 个甾体化合物、1 个单萜和 1 个脂肪醇, 分别为 3R, 21 α , 24 trihydroxyserrat 14-ene-16-one (**1**)、千层塔 14-烯-3 β , 21 β -二醇 (serrat 14-ene-3 β , 21 β -diol, **2**)、serrat 14-ene-3 β , 21 α -diol (**3**)、豆甾醇 (**4**)、 β -谷甾醇 (**5**)、正二十八烷醇 (**6**)、3-epilycoclavanol (**7**)、石松三醇 (lycoclavanol, **8**)、 α -芒柄花素 (α -onocerin, **9**)、26-nor-8-oxo- α -onocerin (**10**)、伸筋草素 D (japonicum D, **11**)。结论 化合物 **1**~**6** 为首次从伸筋草中分离得到。

关键词:伸筋草; 三萜; 甾体

中图分类号: R284.1

文献标识码: A

文章编号: 0253-2670(2010)12-1960-04

伸筋草为石松科植物石松 *Lycopodium japonicum* Thunb. 的干燥全草。性味微苦、辛、温, 归肝、脾、肾经, 有祛风除湿、舒筋活络的功效。主要用于治疗关节酸痛、屈伸不利等症^[1]。其临床应用历史悠久, 疗效确切, 全国大部分地区盛产, 药源丰富。作为一味重要的中药, 人们越来越关注伸筋草的各方面性能, 对其进行了大量的研究^[2]。为进一步研究其药效物质基础及构效关系, 笔者对伸筋草提取物做进一步的研究, 从其乙醇提取物中共分离得到 11 个化合物, 并分别鉴定为 3R, 21 α , 24 trihydroxyserrat 14-ene-16-one (**1**)、千层塔 14-烯-3 β , 21 β -二醇 (serrat 14-ene-3 β , 21 β -diol, **2**)、serrat 14-ene-3 β , 21 α -diol (**3**)、豆甾醇 (**4**)、 β -谷甾醇 (**5**)、正二十八烷醇 (**6**)、3-epilycoclavanol (**7**)、石松三醇 (lycoclavanol, **8**)、 α -芒柄花素 (α -onocerin, **9**)、26-nor-8-oxo- α -onocerin (**10**)、伸筋草素 D (japonicum D, **11**)。其中化合物 **1**~**6** 为首次从该植物中分得。

1 材料与仪器

BUCHI B-545 型熔点仪, Bruker IFS-55 型傅里叶变换红外光谱仪 (KBr 压片); HP-1100 LC/MSD 型质谱仪 (ESI-MS); Bruker AV400 核磁共振仪 (TMS 内标)。所用试剂均为分析纯; 薄层色谱用硅胶 G、柱色谱用硅胶为青岛海洋化工厂生产。伸筋草药材购自河北安国药材公司, 由天津中医药大学中药学院张坚老师鉴定为石松 *Lycopodium japonicum* Thunb.。

2 提取与分离

伸筋草药材 10 kg, 95% 乙醇冷浸提取 3 次, 提取液减压蒸馏浓缩至无醇味, 得浸膏 597 g。将上述浸膏悬浮于水中, 分别用石油醚、氯仿、醋酸乙酯萃取, 所得萃取物分别为 180、220、176 g。各部分经硅胶柱色谱分离, 分别用氯仿-甲醇、石油醚-醋酸乙酯梯度洗脱, 得化合物 **1** (113 mg)、**2** (163 mg)、**3** (112 mg)、**4** (716 mg)、**5** (226 mg)、**6** (93 mg)、**7** (85 mg)、

收稿日期: 2010-03-16

基金项目: 国家自然科学基金资助项目 (30973860)

作者简介: 滕翠翠 (1984—), 女, 山东威海人, 硕士研究生, 研究方向为天然产物化学。 E-mail: dtengcuicui@yahoo.com

* 通讯作者 何永志 Tel: 13820862830 E-mail: heyongzhi126@126.com