

簇花清风藤的化学成分研究

黄艳^{1,2}, 李齐修^{1,2}, 刘元^{1,2}, 宋志钊^{1,2}, 文志云^{1,2}, 刘布鸣^{1,2*}

1. 广西壮族自治区中医药研究院, 广西 南宁 530022

2. 广西中药质量标准研究重点实验室, 广西 南宁 530022

摘要: 目的 研究簇花清风藤 *Sabia fasciculata* 枝叶的化学成分。方法 采用硅胶柱色谱、Sephadex LH-20、制备液相等多种色谱技术进行分离纯化, 根据理化性质和波谱数据鉴定化合物的结构。结果 从簇花清风藤枝叶 95%乙醇提取物中分离鉴定了 15 个化合物, 其中 7 个五环三萜类化合物: 3-氧代-12-烯-28-齐墩果酸甲酯 (1)、白桦脂醇 (2)、3-氧- $\Delta^{11, 13(18)}$ -齐墩果二烯 (3)、齐墩果酸 (4)、imberic acid (5)、拟人参皂苷 RP₁ (6)、竹节参苷 IVa (7); 3 个黄酮类化合物: 槲皮素 (8)、芦丁 (9)、mutabiloside (10); 3 个生物碱: 5-氧阿朴啡碱 (11)、*N-p*-阿魏酰酪胺 (12)、*N*-反式香豆酰酪胺 (13); 2 个甾体类化合物: β -谷甾醇 (14)、 β -胡萝卜苷 (15)。结论 所有化合物均为首次从该植物中分离得到, 化合物 1、5、6、7、10 为首次从该属植物中分离得到。

关键词: 簇花清风藤; 白桦脂醇; 拟人参皂苷 RP₁; 竹节参苷 IVa; 5-氧阿朴啡碱; *N-p*-阿魏酰酪胺

中图分类号: R284.1 **文献标志码:** A **文章编号:** 0253-2670(2014)06-0765-05

DOI: 10.7501/j.issn.0253-2670.2014.06.004

Chemical constituents of *Sabia fasciculata*

HUANG Yan^{1,2}, LI Qi-xiu^{1,2}, LIU Yuan^{1,2}, SONG Zhi-zhao^{1,2}, WEN Zhi-yun^{1,2}, LIU Bu-ming^{1,2}

1. Guangxi Institute of Traditional Medical and Pharmaceutical Sciences, Nanning 530022, China

2. Guangxi Key Laboratory of Chinese Materia Medica Quality Standards, Nanning 530022, China

Abstract: Objective To investigate the chemical constituents in the dried leaves of *Sabia fasciculata*. **Methods** Column chromatography such as silica gel, Sephadex LH-20, and preparative HPLC were used to isolate and purify the compounds. Spectroscopic methods like MS, ¹H-NMR and ¹³C-NMR, and physical constants were used to elucidate their structures. **Results** Fifteen compounds were isolated from 95% ethanol extracts of *S. fasciculata*, including seven pentacyclic triterpenoids, such as methyl-3-oxo-olean-12-ene-28-oate (1), betulin (2), 3-oxo-olean- $\Delta^{11, 13(18)}$ -diene (3), oleanolic acid (4), imberic acid (5), pseudo-ginsenoside RP₁ (6), and chikusetsusaponin IVa (7); three flavonoids, such as quercetin (8), rutin (9), and mutabiloside (10); three alkaloids, such as fucose (11), *N-p*-feruloyltyramine (12), and *N-trans*-coumaroyl tyramine (13); two steroids, such as β -sitosterol (14) and β -daucoesterol (15). **Conclusion** All the compounds are isolated from the plant for the first time. Compounds 1, 5—7, and 10 are isolated from the plants of *Sabia* Colebr. for the first time.

Key words: *Sabia fasciculata* Lecomte ex L. Chen; betulin; pseudo-ginsenoside RP₁; chikusetsusaponin IVa; fucose; *N-p*-feruloyltyramine

簇花清风藤 *Sabia fasciculata* Lecomte ex L. Chen 为清风藤科 (Sabiaceae) 植物, 主产于广西、云南东南部、广东北部、福建南部。全株入药, 味甘、微涩, 性温, 具祛风除湿、散瘀消肿之功效。传统用于治风湿骨痛、肾炎水肿、甲状腺肿、跌打损伤等症^[1]。目前国内外对簇花清风藤的研究很少, 仅见潘照斌等^[2-3]对簇花清风藤醇提物和水提物进

行了抗炎和镇痛作用研究。本实验对簇花清风藤枝叶的化学成分进行了系统研究, 通过各种色谱柱分离鉴定了 15 个化合物, 其中 7 个五环三萜类化合物: 3-氧代-12-烯-28-齐墩果酸甲酯 (methyl-3-oxo-olean-12-ene-28-oate, 1)、白桦脂醇 (betulin, 2)、3-氧- $\Delta^{11, 13(18)}$ -齐墩果二烯 (3-oxo-olean- $\Delta^{11, 13(18)}$ -diene, 3)、齐墩果酸 (oleanolic acid, 4)、imberic acid

收稿日期: 2013-12-20

基金项目: 广西科技攻关项目 (桂科攻 11107010-3-4); 广西卫生厅重点科研课题 (重 2012056)

作者简介: 黄艳, 女, 助理研究员, 从事中药化学成分与质量标准研究。

*通信作者 刘布鸣, 男, 研究员, 从事中药、天然药化学成分与质量标准研究。Tel: (0771)5883405 E-mail: liubuming@aliyun.com

(imberic acid, **5**)、拟人参皂苷 RP₁ (pseudo-ginsenoside RP₁, **6**)、竹节参苷 IVa (chikusetsusaponin IVa, **7**)；3个黄酮类化合物：槲皮素 (quercetin, **8**)、芦丁 (rutin, **9**)、mutabiloside (**10**)；3个生物碱：5-氧阿朴啡碱 (fuseine, **11**)、*N-p*-阿魏酰酪胺 (*N-p*-feruloyltyramine, **12**)、*N*-反式香豆酰酪胺 (*N-trans*-coumaroyl tyramine, **13**)；2个甾体类化合物：β-谷甾醇 (β-sitosterol, **14**)、β-胡萝卜苷 (β-daucosterol, **15**)。所有化合物均为首次从该植物中分离得到，化合物 **1**、**5**、**6**、**7**、**10** 为首次从该属植物中分离得到。

1 仪器与材料

国产 X—4 熔点仪 (上海精科物理光学仪器厂)；UC3250 制备型高效液相色谱仪：UC3292 型紫外检测器，Kromasil C₁₈ (250 mm×10 mm, 5 μm) 制备柱 (威玛龙色谱科技仪器有限公司)；Bruker TENSOR 27FTIR 型红外光谱仪；Bruker Dre—600 兆核磁共振仪；Bruker Am—500 兆超导核磁共振仪；Finnigan Trace DSQ 四极杆质谱仪；Agilent G6230 TOF 质谱仪；柱色谱和薄层色谱用硅胶由青岛海洋化工厂生产；所用试剂均为分析纯。

簇花清风藤干燥枝叶，夏季采集于广西金秀县，经广西中医药研究院中药研究所赖茂祥研究员鉴定为簇花清风藤 *Sabia fasciculata* Lecomte ex L. Chen。

2 提取与分离

簇花清风藤枝叶晾干后切碎称取 7 kg，经 95% 乙醇回流提取 3 次，每次提取 2 h，滤过，合并提取液，回收溶剂，得乙醇提取物。将乙醇提取物用水悬浮后，依次用石油醚 (60~90 °C)、氯仿、醋酸乙酯、正丁醇萃取，回收溶剂，得石油醚部位 25 g，氯仿部位 70 g，醋酸乙酯部位 18 g，正丁醇部位 100 g 和水部位 130 g。氯仿部位进行反复硅胶柱色谱分离，用氯仿-甲醇梯度洗脱并结合 Sephadex LH-20 凝胶柱色谱分离得到化合物 **1** (10.8 mg)、**2** (27.7 mg)、**3** (15.4 mg)、**4** (30.7 mg)、**5** (18.6 mg)、**11** (27.8 mg)、**14** (200.5 mg)、**15** (80.9 mg)。醋酸乙酯部位经同样的方法分离得到化合物 **6** (25.4 mg)、**7** (17.3 mg)、**8** (100.5 mg)、**12** (8.1 mg) 和 **13** (6.8 mg)。正丁醇部位经 D101 大孔树脂、Sephadex LH-20 凝胶色谱和制备液相色谱进行分离得到化合物 **9** (80.9 mg) 和 **10** (28.7 mg)。

3 结构鉴定

化合物 **1**：无色针晶。EI-MS *m/z*: 468 [M]⁺。¹H-

NMR (500 MHz, CDCl₃) δ: 0.77 (3H, s, CH₃), 0.89 (3H, s, CH₃), 0.92 (3H, s, CH₃), 1.03 (6H, s, 2×CH₃), 1.08 (3H, s, CH₃), 1.13 (3H, s, CH₃), 3.62 (3H, s, -OCH₃), 5.29 (1H, m, H-12); ¹³C-NMR (125 MHz, CDCl₃) δ: 39.1 (C-1), 34.2 (C-2), 217.9 (C-3), 46.9 (C-4), 55.3 (C-5), 19.6 (C-6), 32.3 (C-7), 39.1 (C-8), 46.9 (C-9), 36.4 (C-10), 23.6 (C-11), 122.1 (C-12), 143.8 (C-13), 41.3 (C-14), 28.0 (C-15), 24.2 (C-16), 48.1 (C-17), 53.0 (C-18), 39.1 (C-19), 39.1 (C-20), 30.7 (C-21), 36.5 (C-22), 21.5 (C-23), 26.4 (C-24), 15.0 (C-25), 16.9 (C-26), 23.6 (C-27), 178.3 (C-28), 21.5 (C-29), 16.7 (C-30), 51.6 (COOCH₃)。以上数据与文献报道基本一致^[4]，故鉴定化合物 **1** 为 3-氧代-12-烯-28-齐墩果酸甲酯。

化合物 **2**：白色羽状结晶；5%浓硫酸显紫红色，Liebermann-Burchard 反应呈阳性。EI-MS *m/z*: 442 [M]⁺。¹H-NMR (500 MHz, CDCl₃) δ: 0.75, 0.82, 0.96, 0.97, 1.01, 1.67 (各 3H, s, 6×CH₃) 为 6 个特征的甲基质子信号，3.19 (1H, dd, *J* = 11.5, 4.5 Hz, H-3), 3.32 (1H, d, *J* = 10.5 Hz, H-28a), 3.80 (1H, d, *J* = 10.5 Hz, H-28b), 4.57 (1H, brs, H-29a), 4.67 (1H, brs, H-29b); ¹³C-NMR (125 MHz, CDCl₃) δ: 38.8 (C-1), 27.3 (C-2), 79.0 (C-3), 38.8 (C-4), 55.2 (C-5), 18.3 (C-6), 34.2 (C-7), 40.9 (C-8), 50.3 (C-9), 37.2 (C-10), 20.7 (C-11), 25.1 (C-12), 37.2 (C-13), 44.8 (C-14), 27.0 (C-15), 29.1 (C-16), 47.7 (C-17), 48.7 (C-18), 47.8 (C-19), 29.7 (C-20), 34.0 (C-21), 15.3 (C-22), 28.0 (C-23), 16.1 (C-24), 16.0 (C-25), 14.7 (C-26), 60.5 (C-27), 150.4 (C-28), 109.7 (C-29), 19.2 (C-30)。以上数据与文献报道基本一致^[5]，故鉴定化合物 **2** 为白桦脂醇。

化合物 **3**：白色粉末。EI-MS *m/z*: 422 [M]⁺。¹H-NMR (500 MHz, CDCl₃) δ: 0.75 (6H, s, 2×CH₃), 0.92 (6H, s, 2×CH₃), 0.99 (3H, s, CH₃), 1.03 (3H, s, CH₃), 1.06 (3H, s, CH₃), 1.10 (3H, s, CH₃), 5.47 (1H, dd, *J* = 10.5, 2.0 Hz, H-12), 6.40 (1H, dd, *J* = 10.5, 3.0 Hz, H-11); ¹³C-NMR (125 MHz, CDCl₃) δ: 38.8 (C-1), 31.4 (C-2), 217.3 (C-3), 47.2 (C-4), 53.7 (C-5), 19.8 (C-6), 33.7 (C-7), 40.2 (C-8), 54.1 (C-9), 36.5 (C-10), 124.6 (C-11), 124.8 (C-12), 138.8 (C-13), 42.3 (C-14), 24.5 (C-15), 35.0 (C-16), 34.6 (C-17), 133.0 (C-18), 38.9 (C-19), 33.7 (C-20), 36.2 (C-21), 38.0 (C-22), 26.7 (C-23), 20.9 (C-24), 16.3 (C-25), 17.2

(C-26), 20.3 (C-27), 25.1 (C-28), 32.4 (C-29), 24.0 (C-30)。以上数据与文献报道基本一致^[6], 故鉴定化合物 **3** 为 3-氧- $\Delta^{11,13(18)}$ -齐墩果二烯。

化合物 **4**: 白色针晶, 10%硫酸-乙醇溶液加热后显色, 呈单一的紫红色斑点。Liebermann-Burchard 反应呈紫红色, 提示其为三萜或甾体类化合物; 溴甲酚绿反应呈阳性, 提示有羧基存在。¹H-NMR (500 MHz, CDCl₃) δ : 0.75, 0.77, 0.90, 0.91, 0.93, 0.98, 1.13 (各 3H, s, 7 $\times$ CH₃), 5.30 (1H, brs, H-12); ¹³C-NMR (125 MHz, CDCl₃) δ : 38.6 (C-1), 27.5 (C-2), 79.2 (C-3), 38.9 (C-4), 55.4 (C-5), 18.5 (C-6), 32.8 (C-7), 39.4 (C-8), 47.8 (C-9), 37.2 (C-10), 23.2 (C-11), 122.8 (C-12), 143.8 (C-13), 41.8 (C-14), 27.8 (C-15), 23.6 (C-16), 46.7 (C-17), 41.1 (C-18), 46.0 (C-19), 30.8 (C-20), 34.0 (C-21), 32.6 (C-22), 28.2 (C-23), 15.8 (C-24), 15.6 (C-25), 17.3 (C-26), 26.1 (C-27), 183.5 (C-28), 32.2 (C-29), 23.7 (C-30)。以上数据与文献报道基本一致^[7], 故鉴定化合物 **4** 为齐墩果酸。

化合物 **5**: 白色针晶, 10%硫酸-乙醇溶液加热后显色, 呈单一的紫红色斑点。Liebermann-Burchard 反应呈紫红色, 提示其为三萜或甾体类化合物; 溴甲酚绿反应呈阳性, 提示有羧基存在。¹H-NMR (500 MHz, CD₃OD) δ : 0.75, 0.77, 0.90, 0.91, 0.93, 0.98, 1.19 (各 3H, s, 7 $\times$ CH₃), 5.24 (1H, brs, H-12); ¹³C-NMR (125 MHz, CD₃OD) δ : 74.0 (C-1), 35.0 (C-2), 72.9 (C-3), 40.3 (C-4), 49.2 (C-5), 19.3 (C-6), 33.6 (C-7), 39.9 (C-8), 39.3 (C-9), 42.1 (C-10), 24.0 (C-11), 123.8 (C-12), 145.0 (C-13), 40.3 (C-14), 26.8 (C-15), 28.6 (C-16), 31.6 (C-17), 47.0 (C-18), 42.8 (C-19), 42.9 (C-20), 31.6 (C-21), 36.9 (C-22), 29.0 (C-23), 17.2 (C-24), 16.2 (C-25), 16.5 (C-26), 26.5 (C-27), 29.5 (C-28), 181.9 (C-29), 19.3 (C-30)。以上数据与文献报道一致^[8], 故鉴定化合物 **5** 为 imberic acid。

化合物 **6**: 白色粉末, 10%硫酸-乙醇溶液加热后显色, 呈单一的紫红色斑点。Liebermann-Burchard 反应呈紫红色, 提示其为三萜或甾体类化合物; 在溴甲酚绿反应呈阳性, 提示有羧基存在。ESI-MS m/z : 763 [M-H]⁻。¹H-NMR (500 MHz, C₅D₅N) δ : 0.82, 0.89, 1.03, 1.04, 1.06, 1.35, 1.36 (各 3H, s, 7 $\times$ CH₃), δ 5.04 (1H, d, J = 7.5 Hz, Glc-H-1), δ 5.13 (1H, d, J = 8.0 Hz, Xyl-H-1), δ 5.52 (1H, brs, H-12); ¹³C-NMR (125 MHz, C₅D₅N) δ : 39.0 (C-1), 27.1

(C-2), 90.8 (C-3), 39.6 (C-4), 56.8 (C-5), 19.3 (C-6), 33.6 (C-7), 39.5 (C-8), 48.9 (C-9), 37.8 (C-10), 24.0 (C-11), 123.5 (C-12), 145.7 (C-13), 43.1 (C-14), 29.2 (C-15), 24.7 (C-16), 47.8 (C-17), 42.9 (C-18), 46.5 (C-19), 31.8 (C-20), 34.2 (C-21), 33.6 (C-22), 28.3 (C-23), 17.0 (C-24), 16.3 (C-25), 17.9 (C-26), 27.3 (C-27), 182.0 (C-28), 34.0 (C-29), 24.7 (C-30), 105.5 (Glc-C-1), 82.7 (Glc-C-2), 77.3 (Glc-C-3), 73.1 (Glc-C-4), 78.6 (Glc-C-5), 172.7 (Glc-C-6), 107.1 (Xyl-C-1), 75.9 (Xyl-C-2), 77.1 (Xyl-C-3), 69.8 (Xyl-C-4), 67.9 (Xyl-C-5)。以上数据与文献报道一致^[9], 故鉴定化合物 **6** 为拟人参皂苷 RP₁。

化合物 **7**: 白色粉末, 10%硫酸-乙醇溶液加热后显色, 呈单一的紫红色斑点。Liebermann-Burchard 反应呈紫红色, 提示其为三萜或甾体类化合物。ESI-MS m/z : 794 [M-H]⁻。¹H-NMR (600 MHz, CD₃OD) δ : 0.79, 0.84, 0.91, 0.93, 0.95, 1.04, 1.15 (各 3H, s, 7 $\times$ CH₃), δ 3.82 (1H, d, J = 2.4 Hz, H-3), δ 4.37 (1H, d, J = 7.5 Hz, Glc-H-1), δ 5.24 (1H, brs, H-12), δ 5.37 (1H, d, J = 8.0 Hz, Glc-H-1); ¹³C-NMR (150 MHz, CD₃OD) δ : 38.7 (C-1), 26.4 (C-2), 91.2 (C-3), 40.4 (C-4), 57.1 (C-5), 19.4 (C-6), 33.6 (C-7), 40.2 (C-8), 48.0 (C-9), 37.9 (C-10), 24.0 (C-11), 124.1 (C-12), 145.1 (C-13), 42.6 (C-14), 28.6 (C-15), 24.6 (C-16), 47.4 (C-17), 42.6 (C-18), 46.5 (C-19), 31.6 (C-20), 34.0 (C-21), 33.2 (C-22), 28.2 (C-23), 17.1 (C-24), 15.9 (C-25), 17.8 (C-26), 27.1 (C-27), 178.3 (C-28), 33.2 (C-29), 24.6 (C-30), 107.1 (GlcA-C-1), 75.4 (GluA-C-2), 77.6 (GlcA-C-3), 73.4 (GlcA-C-4), 78.3 (GlcA-C-5), 173.0 (GlcA-C-6), 95.8 (Glc-C-1), 74.0 (Glc-C-2), 78.7 (Glc-C-3), 71.1 (Glc-C-4), 62.4 (Glc-C-5)。以上数据与文献报道一致^[10], 故鉴定化合物 **7** 为竹节参皂苷 IVa。

化合物 **8**: 黄色粉末; mp 313~315 °C。盐酸-镁粉反应呈阳性, 表明该化合物为黄酮类化合物。TLC 检测与槲皮素对照品 R_f 值相同, 且二者混合熔点不下降; 其 ¹H-NMR、¹³C-NMR 核磁数据与文献报道一致^[11], 故鉴定化合物 **8** 为槲皮素。

化合物 **9**: 淡黄色粉末; mp 182~184 °C。盐酸-镁粉呈阳性, Molish 反应呈阳性。TLC 检测与芦丁对照品 R_f 值相同, 且二者混合熔点不下降; 其 ¹H-NMR、¹³C-NMR 核磁数据与文献报道一致^[12], 故鉴定化合物 **9** 为芦丁。

化合物 **10**: 棕褐色固体; 盐酸-镁粉呈阳性, Molish 反应呈阳性。¹H-NMR (600 MHz, CD₃OD) δ : 7.73 (1H, d, $J = 2.4$ Hz, H-2'), 7.63 (1H, dd, $J = 2.4$, 8.4 Hz, H-6'), 6.88 (1H, d, $J = 8.4$ Hz, H-5'), 6.38 (1H, d, $J = 2.0$ Hz, H-8), 6.18 (1H, d, $J = 2.0$ Hz, H-6); ¹³C-NMR (150 MHz, CD₃OD) δ : 158.6 (C-2), 135.6 (C-3), 179.4 (C-4), 163.0 (C-5), 100.0 (C-6), 166.1 (C-7), 94.9 (C-8), 159.3 (C-9), 104.7 (C-10), 123.1 (C-1'), 117.7 (C-2'), 145.8 (C-3'), 149.8 (C-4'), 116.1 (C-5'), 123.6 (C-6'), 102.4 (C-1''), 105.6 (C-1'''). 以上数据与文献报道一致^[13], 故鉴定化合物 **10** 为 mutabiloside。

化合物 **11**: 黄色针状结晶(溶剂)。¹H-NMR (500 MHz, DMSO-*d*₆) δ : 2.68 (1H, t, $J = 14.2$ Hz, H-7), 3.12 (1H, dd, $J = 14.6$, 5.2 Hz, H-7), 3.29 (1H, m, H-4), 4.54 (1H, d, $J = 13.8$ Hz, H-6a), 6.04, 6.18 (各 2H, s, OCH₂O), 6.76 (1H, s, H-3), 7.26-7.36 (3H, m, H-8, 9, 10), 8.00 (1H, d, $J = 7.7$ Hz, H-11), 8.27 (1H, s, -NH)。 ¹³C-NMR (125 MHz, DMSO-*d*₆) δ : 142.6 (C-1), 147.4 (C-2), 106.6 (C-3), 124.6 (C-3a), 36.2 (C-4), 168.8 (C-5), 49.9 (C-6a), 35.6 (C-7), 133.8 (C-7a), 128.5 (C-8), 128.0 (C-9), 127.3 (C-10), 126.4 (C-11), 130.3 (C-11a), 114.8 (C-11b), 124.0 (C-11c), 101.1 (OCH₂O)。以上数据与文献报道一致^[14], 故鉴定化合物 **11** 为 5-阿朴啡碱。

化合物 **12**: 白色粉末。¹H-NMR (500 MHz, CD₃OD) δ : 7.43 (1H, d, $J = 15.6$ Hz, H-7), δ 7.16 (1H, d, $J = 1.8$ Hz, H-2), δ 7.05 (2H, d, $J = 8.2$ Hz, H-2', 6'), δ 7.02 (2H, dd, $J = 1.8$, 8.2 Hz, H-6), δ 6.79 (1H, d, $J = 8.2$ Hz, H-5), δ 6.71 (2H, d, $J = 8.2$ Hz, H-3', 5'), δ 6.40 (1H, d, $J = 15.6$ Hz, H-8), δ 3.88 (3H, s, 3-OCH₃), δ 3.46 (2H, t, $J = 7.4$ Hz, H-8'), δ 2.75 (2H, t, $J = 7.4$ Hz, H-7'); ¹³C-NMR (125 MHz, CD₃OD) δ : 128.2 (C-1), 111.4 (C-2), 149.3 (C-3), 149.8 (C-4), 116.4 (C-5), 123.2 (C-6), 142.0 (C-7), 118.7 (C-8), 169.2 (C-9), 131.3 (C-1'), 130.7 (C-2', 6'), 116.2 (C-3', 5'), 156.9 (C-4'), 35.8 (C-7'), 42.6 (C-8'), 56.3 (OCH₃)。以上数据与文献报道一致^[15], 故鉴定化合物 **12** 为 *N-p*-阿魏酰酪胺。

化合物 **13**: 白色粉末。¹H-NMR (500 MHz, CD₃OD) δ : 2.74 (2H, $J = 7.4$ Hz, H-7'), 3.46 (2H, $J = 7.4$ Hz, H-8'), 6.38 (1H, $J = 15.7$ Hz, H-8), 6.71 (2H, $J = 8.2$ Hz, H-3', 5'), 6.78 (2H, $J = 8.3$ Hz, H-3, 5), 7.04 (2H, $J = 8.2$ Hz, H-2', 6'), 7.39 (2H, $J = 8.3$ Hz,

H-2, 6), 7.43 (1H, $J = 15.7$ Hz, H-7); ¹³C-NMR (125 MHz, CD₃OD) δ : 127.7 (C-1), 130.7 (C-2), 116.7 (C-3), 156.9 (C-4), 116.7 (C-5), 130.7 (C-6), 147.8 (C-7), 118.4 (C-8), 169.2 (C-9), 131.3 (C-1'), 130.7 (C-2', 6'), 116.2 (C-3', 5'), 160.5 (C-4'), 35.8 (C-7'), 42.6 (C-8')。以上数据与文献报道一致^[16], 故鉴定化合物 **13** 为 *N*-反式香豆酰酪胺。

化合物 **14**: 白色针状结晶(石油醚-醋酸乙酯), mp 139~140 °C, Liberman-Burchard 反应为阳性。EI-MS m/z : 414 [M]⁺。IR $\nu_{\text{max}}^{\text{KBr}}$ (cm⁻¹): 3 415, 2 965, 2 950, 2 863, 1 645, 1 445, 1 373, 1 061, 1 022, 950, 800。以上数据与文献报道一致^[9], 并与 β -谷甾醇对照品共薄层, 其 R_f 值相同, 二者混合熔点不下降, 故鉴定化合物 **14** 为 β -谷甾醇。

化合物 **15**: 白色颗粒状, mp 289~291 °C, Liebermann-Burchard 反应阳性。Molish 反应阳性, 与 β -胡萝卜素对照品共薄层 R_f 值相同, 且二者混合熔点不下降, 故鉴定化合物 **15** 为 β -胡萝卜素。

志谢: 广西分析测试研究中心和昆明植物所代测质谱和核磁。

参考文献

- [1] 国家中医药管理局《中华本草》编委会. 中华本草 [M]. 上海: 上海科技出版社, 1998.
- [2] 潘照斌, 李斐朝, 廖月娥, 等. 簇花清风藤醇提物镇痛抗炎作用研究 [J]. 云南中医中药杂志, 2012, 33(1): 61-62.
- [3] 潘照斌, 李斐朝, 廖月娥, 等. 簇花清风藤水提物镇痛抗炎作用研究 [J]. 中国民族民间医药杂志, 2012, 21(2): 27-28.
- [4] Mahato S B, Kundu A P. ¹³C NMR Spectra of pentacyclic triterpenoids-a compilation and some salient features [J]. *Phytochemistry*, 1994, 37(6): 1517-1575.
- [5] 张铁军, 王丽莉. 荆三棱化学成分研究 (I) [J]. 现代药物与临床, 2009, 24(1): 36-38.
- [6] 袁 晓, 王国亮, 龚复俊. 四川清风藤根皮中三萜成分的研究 [J]. 植物学报, 1994, 36(2): 153-158.
- [7] 潘 萍, 孙启时. 大叶紫珠的化学成分 [J]. 沈阳药科大学学报, 2006, 23(9): 565-567.
- [8] Katererea D R, Graya A I, Nash R J, *et al.* Antimicrobial activity of pentacyclic triterpenes isolated from African *Combretaceae* [J]. *Phytochemistry*, 2003, 63: 81-88.
- [9] Osamu T, Toshinobu M, Ryoji K, *et al.* Study on sponins of rhizomes of *Panax pseudo-ginseng* subsp. *himalaicus* collected at Tzatogang and Pari-la, Bhutan-Himalaya [J].

- Chem Pharm Bull*, 1985, 33(6): 2323-2330.
- [10] 孟大利, 吉 双, 张予川, 等. 牛膝中萜类及糖类成分的分离与鉴定 [J]. 沈阳药科大学学报, 2009, 26(5): 348-392.
- [11] 倪付勇, 陈 重, 许琼明, 等. 高山红景天化学成分研究 [J]. 中草药, 2013, 44(7): 798-802.
- [12] 邓银华, 徐康平, 章 为, 等. 山豆根化学成分研究 [J]. 天然产物研究与开发, 2005, 17(2): 172-174.
- [13] Iwaoka E, Oku H, Takahashi Y, *et al.* Allergy-preventive effects of *Hibiscus mutabilis* “Versicolor” and a novel aller-gy-preventive flavonoid glycoside [J]. *Biol Pharm Bull*, 2009, 32(3): 509-512.
- [14] 邓 赟, 陈 谨, 陈 斌, 等. 小花清风藤生物碱成分的研究 [J]. 天然产物研究与开发, 2003, 15(4): 322-323.
- [15] 周 亮, 杨峻山, 涂光忠. 山药化学成分的研究 [J]. 中国药学杂志, 2005, 40(3): 184-185.
- [16] 李 燕, 王春兰, 王芳菲, 等. 铁皮石斛中的酚酸类及二氢黄酮类成分 [J]. 中国药学杂志, 2010, 45(13): 975-979.