

白花蛇舌草氯仿部位的化学成分研究^Δ

于亮^{1,2*}, 姜洁³, 刘勇¹, 付小凯¹, 黄祝刚¹, 容蓉¹, 蒋海强¹, 巩丽丽¹, 吕青涛^{1#} (1. 山东中医药大学药学院, 济南 250355; 2. 山东省药学科学院中医药研究所, 济南 250101; 3. 山东大学齐鲁医院, 济南 250012)

中图分类号 R284.1 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2017)03-0390-04
DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2017.03.29

摘要 目的: 研究白花蛇舌草氯仿部位的化学成分。方法: 采用硅胶柱色谱、Sephadex LH-20 凝胶柱色谱和薄层色谱对白花蛇舌草氯仿部位化合物进行分离纯化, 根据理化性质和波谱数据分析鉴定化合物结构。结果: 从白花蛇舌草氯仿部位中分离得到 11 个化合物, 分别鉴定为 2-羟基-3-甲基蒽醌(1)、2-羟基-1-甲氧基-3-甲基蒽醌(2)、2-羟基-1-甲氧基蒽醌(3)、邻苯二甲酸二丁酯(4)、甲基异茜草素(5)、熊果酸(6)、耳草酮 B(7)、茛菪亭(8)、2,6-二羟基-3-甲基-4-甲氧基蒽醌(9)、2-羟基-3-羟甲基蒽醌(10)、正十六烷(11)。结论: 化合物 4、7、10、11 为首次从白花蛇舌草植物中分离得到, 本研究为白花蛇舌草质量评价奠定了一定基础。
关键词 白花蛇舌草; 邻苯二甲酸二丁酯; 耳草酮 B; 2-羟基-3-羟甲基蒽醌; 正十六烷

Study on the Chemical Constituents of the Chloroform from *Hedyotis diffusa*

YU Liang^{1,2}, JIANG Jie³, LIU Yong¹, FU Xiaokai¹, HUANG Zhugang¹, RONG Rong¹, JIANG Haiqiang¹, GONG Lili¹, LYU Qingtao¹ (1. School of Pharmacy, Shandong University of Traditional Chinese Medicine, Jinan 250355, China; 2. Institute of Traditional Chinese Medicine, Shandong Academy of Pharmaceutical Sciences, Jinan 250101, China; 3. Qilu Hospital of Shandong University, Jinan 250012, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To study the chemical constituents of the chloroform from *Hedyotis diffusa*. METHODS: Silica gel, Sephadex LH-20 column chromatography and preparative thin layer chromatography were conducted to classify and purify of chemical constituents of the chloroform from *H. diffusa*, the chemical structures were analyzed and identified based on physicochemical properties and spectral data. RESULTS: Totally 11 compounds were obtained from the chloroform of *H. diffusa*, namely 2-hydroxy-3-methylanthraquinone (1), 2-hydroxy-1-methyl-3-methoxyanthraquinone (2), 2-hydroxy-1-methoxyanthraquinone (3), dibutyl phthalate (4), rubiadin (5), ursolic acid (6), hedyotiscone B (7), scopoletin (8), 2, 6-dihydroxy-3-methyl-4-methoxyanthraquinone (9), 2-hydroxy-3-hydroxymethylanthraquinone (10) and *n*-hexadecane (11). CONCLUSIONS: Compound 4, 7, 10, 11 are firstly obtained from *H. diffusa*, the study had laid certain foundation for the quality evaluation of *H. diffusa*.

KEYWORDS *Hedyotis diffusa*; Dibutyl phthalate; Hedyotiscone B; 2-Hydroxy-3-hydroxymethylanthraquinone; *n*-Hexadecane

白花蛇舌草为茜草科 Rubiaceae 耳草属 *Hedyotis* L. 植物白花蛇舌草 *Hedyotis diffusa* Willd. 的全草, 具有清热、解毒、消肿、止痛之功效^[1], 现临床主要用于抗癌治疗^[2], 其主要含有三萜类、蒽醌类、环烯醚萜类、甾醇类、香豆素类、黄酮类、烷烃类等化学成分^[3]。前期药理实验已表明白花蛇舌草氯仿部位具有较强的抗子宫内癌 Ishikawa 细胞的活性, 为探究其活性成分, 本试验对该植物氯仿部位的化学成分进行了系统分离, 以为白花蛇舌草资源的开发利用提供一定参考。

1 材料

1.1 仪器

MAT-212 型质谱仪 (美国 Varian 公司); Bruker AM-400/600 型核磁共振仪 (德国 Bruker 公司); XRC-1 型显微熔点仪 (四川大学科教仪器开发公司); 1200 型高效液相色谱 (HPLC) 仪, 包括二极管阵列检测器 (美国 Agilent 公司); AZL-600Y 型粉碎机 (永康市艾泽拉仪器有限公司); EYELA 型旋转蒸发器 (日本东京理化器械株式会社)。

1.2 试剂

柱色谱硅胶 (规格: 100~200、200~300 目)、薄层层

[8] 孙慧珠, 徐乐, 袁浩, 等. HPLC 法同时测定参芪五味子胶囊中五味子酯甲和五味子甲素的含量[J]. 中国药房, 2014, 25(8): 752-754.

[9] 李莉, 苏华, 张玉红. 灯盏生脉软胶囊质量标准研究[J]. 中国新药与临床杂志, 2010, 29(3): 213-215.

[10] 王薇丹, 周大铮, 叶正良. 五味子属植物降三萜成分研究进展[J]. 中成药, 2009, 31(12): 1912-1915.

(收稿日期: 2016-02-25 修回日期: 2016-06-12)

(编辑: 张静)

Δ 基金项目: 国家自然科学基金资助项目 (No. 81173614)

* 硕士研究生。研究方向: 药物化学。E-mail: yulianger777@163.com

通信作者: 教授, 博士。研究方向: 天然药物化学成分及化学分析。E-mail: luqingtao9@163.com

析硅胶均购自青岛海洋化工有限公司;Sephadex LH-20凝胶(瑞典Pharmacia公司);甲醇、四氢呋喃(THF)为色谱纯,乙醇、三氯甲烷、二氯甲烷、石油醚为分析纯,水为超纯水。

1.3 药材

白花蛇舌草药材购自济南建联中药店(产地:江西,批号:20120730、20130201)经山东中医药大学中药鉴定教研室李峰教授鉴定为真品。

2 提取与分离

取干燥白花蛇舌草药材15 kg,粉碎,70%乙醇回流提取3次(药材与乙醇质量比为1:7),每次1.5 h。抽滤、减压浓缩、离心弃去沉淀,依次用石油醚、氯仿萃取,减压浓缩,依次得到石油醚部位浸膏8 g、氯仿部位浸膏75 g。

取氯仿部位浸膏75 g,以二氯甲烷-甲醇(300:0、300:1、60:1、30:1、15:1、3:1、0:1, *V/V*)梯度洗脱,得7个流分(Fr.1~Fr.7)。其中,流分Fr.4减压浓缩后有黄色沉淀产生,此黄色沉淀用HPLC柱(流动相:THF-水,40:60, *V/V*)洗脱,得化合物1(26 mg)。流分Fr.3以石油醚-乙酸乙酯(60:1、30:1、9:1、3:1、1:1、1:3, *V/V*)梯度洗脱,得Fr.3-1~Fr.3-4;流分Fr.3-3在薄层色谱上点样,以石油醚-乙酸乙酯(2.5:1, *V/V*)为展开剂展开,色谱带成分经Sephadex LH-20凝胶柱分离,得化合物2(35 mg)、化合物3(6 mg);流分Fr.3-4在薄层色谱上点样,先以石油醚-乙酸乙酯-甲酸(2:1:0.01, *V/V/V*)为展开剂展开,后以石油醚-乙酸乙酯(1:1, *V/V*)为展开剂展开,得化合物4(5 mg)。流分Fr.4以石油醚-乙酸乙酯(60:1、30:1、15:1、8:1、4:1、2:1、1:1、0:1, *V/V*)梯度洗脱,得Fr.4-1~Fr.4-4;流分Fr.4-2减压浓缩后有黄色沉淀产生,此黄色沉淀用HPLC柱(流动相:甲醇-水,70:30, *V/V*)洗脱,得化合物5(11 mg);Fr.4-3以石油醚-乙酸乙酯(60:1、30:1、15:1、8:1、4:1、2:1、1:1、0:1, *V/V*)梯度洗脱,得化合物6(52 mg)、化合物7(20 mg);Fr.4-4为针状结晶,纯化后得化合物8(9 mg)。流分Fr.5以石油醚-乙酸乙酯(100:0、100:1、50:1、30:1、10:1、3:1, *V/V*)梯度洗脱,得Fr.5-1~Fr.5-6;Fr.5-3以石油醚-乙酸乙酯(30:1、20:1、15:1、10:1、8:1、5:1、3:1, *V/V*)梯度洗脱,得Fr.5-3-1~Fr.5-3-4;将Fr.5-3-1中28、30号流分的沉淀分别纯化,得化合物9(10 mg)、化合物10(10 mg);Fr.5-4以二氯甲烷-甲醇(200:1、100:1、60:1、50:1、30:1、20:1、10:1、5:1, *V/V*)梯度洗脱,取出2号流分的结晶,得化合物11(5 mg)。

3 结构鉴定

化合物1:黄色针状结晶;经薄层色谱板展开,氨熏后显红色;Borntrager's反应呈阳性;mp:234~235 °C。EI-MS: *m/z* 238[M]⁺; ¹H-NMR(DMSO-*d*₆, 400 MHz) δ: 11.014(1H, s, OH), 8.125(2H, m, H-5, 8), 7.910(1H, s, H-1), 7.876(2H, m, H-6, 7), 7.516(1H, s, H-4), 2.271

(3H, s, CH₃)。 ¹³C-NMR(DMSO-*d*₆, 100 MHz) δ: 181.77(C-9), 182.97(C-10), 161.81(C-2), 134.78(C-7), 134.33(C-6), 133.64(C-8a), 133.59(C-10a), 133.51(C-4a), 132.37(C-3), 130.29(C-1), 126.96(C-5), 126.92(C-8), 125.43(C-9a), 111.70(C-4), 16.64(CH₃)。与文献[4]对照,其波谱数据基本一致,可确定该化合物为2-羟基-3-甲基蒽醌(2-Hydroxy-3-methylanthraquinone)。

化合物2:黄色针状的结晶;经薄层色谱板展开,氨熏后显红色;mp:220~222 °C。EI-MS: *m/z* 268[M]⁺; ¹H-NMR(400 MHz, CDCl₃) δ: 8.245(2H, m, H-5, 8), 7.985(1H, s, H-4), 7.753(2H, m, H-6, 7), 4.025(3H, s, OCH₃), 2.406(3H, s, CH₃)。 ¹³C-NMR(100 MHz, CDCl₃) δ: 182.52(C-10), 182.41(C-9), 153.78(C-2), 146.03(C-1), 134.49(C-8a), 133.74(C-7), 133.64(C-6), 132.96(C-10a), 131.34(C-3), 126.96(C-8), 126.76(C-5), 126.66(C-4), 126.48(C-4a), 123.52(C-9a), 62.15(OCH₃), 16.32(CH₃)。与文献[4]对照,其波谱数据基本一致,可确定该化合物为2-羟基-1-甲氧基-3-甲基蒽醌(2-Hydroxy-1-methoxy-3-methylanthraquinone)。

化合物3:黄色针状的结晶;经薄层色谱板展开,氨熏后显红色;mp:178~179 °C。EI-MS: 253 *m/z* [M-H]⁻; ¹H-NMR(400 MHz, DMSO-*d*₆) δ: 3.838(3H, s, OCH₃), 7.330(1H, d, *J*=8.4 Hz, H-3), 7.870(2H, m, H-6, 7), 7.930(1H, d, *J*=8.4 Hz, H-4), 8.126(2H, m, H-5, 8), 10.824(1H, s, OH)。 ¹³C-NMR(100 MHz, DMSO-*d*₆) δ: 60.98(OCH₃), 121.82(C-4), 125.35(C-3), 126.20(C-9a), 126.56(C-5), 127.03(C-4a), 127.17(C-8), 132.09(C-10a), 134.31(C-6), 134.52(C-7), 134.93(C-8a), 148.08(C-1), 158.31(C-2), 181.88(C-9), 182.52(C-10)。与文献[5]对照,其波谱数据基本一致,可确定该化合物为2-羟基-1-甲氧基蒽醌(2-Hydroxy-1-methoxyanthraquinone)。

化合物4:无色油状液体。ESI-MS: *m/z* 301[M+Na]⁺; ¹H-NMR(DMSO-*d*₆, 400 MHz) δ: 7.720(2H, dd, *J*=6.0, 3.2 Hz, H-3, 6), 7.670(2H, dd, *J*=6.0, 3.2 Hz, H-4, 5), 4.224(4H, t, *J*=6.5 Hz, H-8, 8'), 1.643(4H, m, H-9, 9'), 1.370(4H, m, H-10, 10'), 0.907(6H, t, *J*=7.2 Hz, H-11, 11')。 ¹³C-NMR(DMSO-*d*₆, 100 MHz) δ: 14.00(CH₃-11, 11'), 19.12(C-10, 10'), 30.48(C-9, 9'), 65.48(C-8, 8'), 129.13(C-3, 6), 131.97(C-1, 2), 132.18(C-4, 5), 167.42(C-7, 7')。与文献[6]对照,其波谱数据基本一致,可确定该化合物为邻苯二甲酸二丁酯(Dibutyl phthalate)。

化合物5:黄色针状结晶,经薄层色谱板展开,氨熏后显红色;Borntrager's反应呈阳性;mp:249~250 °C。ESI-MS: *m/z* 253[M-H]⁻; ¹H-NMR(DMSO-*d*₆, 400 MHz) δ: 7.248(1H, s, H-4), 8.140(1H, d, *J*=7.2 Hz, H-5), 7.899(2H, m, H-6, 7), 8.210(1H, d, *J*=7.2 Hz, H-8), 2.080

(3H, s, CH₃), 13.162 (1H, s, 1-OH), 11.357 (1H, s, 3-OH)。¹³C-NMR(DMSO-*d*₆, 100 MHz)δ: 8.57(C-11), 108.25(C-4), 109.20(C-9a), 117.73(C-2), 126.82(C-8), 127.17(C-5), 132.26(C-8a), 133.42(C-10a), 133.65(C-4a), 134.82(C-7), 135.02(C-6), 162.97(C-3), 164.08(C-1), 182.47(C-10), 186.40(C-9)。与文献[7]对照,其波谱数据基本一致,可确定该化合物为甲基异茜草素(Rubiadin)。

化合物6:白色片状结晶;经薄层色谱板展开,10%硫酸-乙醇显色为紫红色;Liebermann-Burchard反应呈阳性;mp:239~240 °C。ESI-MS: *m/z* 456[M]⁺; ¹H-NMR(400 MHz, DMSO-*d*₆)δ: 0.677(3H, s, Me-24), 0.750(3H, s, Me-25), 0.810(3H, d, *J*=6.0 Hz, Me-29), 0.867(3H, s, Me-23), 0.913(3H, d, *J*=7.6 Hz, Me-30), 0.979(3H, s, Me-26), 1.041(3H, s, Me-27), 2.110(1H, d, *J*=11.2 Hz, H-18β), 2.999(1H, m, *J*=4.4 Hz, H-3), 4.280(1H, d, *J*=4.4 Hz, OH), 5.13(1H, s, H-12), 11.933(1H, s, COOH)。¹³C-NMR(DMSO-*d*₆, 100 MHz)δ: 15.70(C-24), 16.54(C-25), 17.39(C-26), 17.48(C-29), 18.48(C-6), 21.45(C-30), 23.33(C-11), 23.75(C-27), 24.29(C-16), 27.47(C-2), 28.02(C-15), 28.73(C-23), 30.67(C-21), 38.72(C-1), 38.92(C-4), 38.98(C-8), 38.98(C-19), 38.85(C-20), 42.12(C-14), 47.30(C-17), 47.50(C-9), 52.86(C-18), 55.27(C-5), 77.31(C-3), 125.05(C-12), 138.66(C-13), 178.72(C-28)。与文献[8]对照,其波谱数据基本一致,可确定该化合物为熊果酸(Ursolic acid)。

化合物7:青色六面体块状结晶;经薄层色谱板展开,荧光灯(365 nm)下显蓝光;mp:149~150 °C。ESI-MS: *m/z* 245[M+H]⁺; ¹H-NMR(400 MHz, DMSO-*d*₆)δ: 1.752(3H, s, H-3'), 3.130(1H, dd, *J*=16.2, 8.1 Hz, H-9a), 3.513(1H, dd, *J*=16.2, 10.0 Hz, H-9b), 4.955(1H, s, H-2' a), 5.122(1H, s, H-2' b), 5.434(1H, t, *J*=8.8 Hz, H-8), 6.193(1H, d, *J*=9.2 Hz, H-3), 6.936(1H, s, H-5), 7.900(1H, d, *J*=9.6 Hz, H-4), 9.675(1H, s, OH)。¹³C-NMR(DMSO-*d*₆, 100 MHz)δ: 17.27(C-3'), 31.56(C-9), 87.56(C-8), 112.17(C-5), 113.00(C-4a), 113.13(C-3), 113.88(C-2'), 114.49(C-9a), 139.17(C-1'), 143.63(C-6), 144.83(C-4), 145.11(C-9b), 152.01(C-6a), 160.82(C-2)。与文献[9]对照,其波谱数据基本一致,可确定该化合物为耳草酮B(Hedyotiscone B)。

化合物8:青色针状结晶;经薄层色谱板展开,荧光灯(365 nm)下显蓝光;紫外收光谱: λ_{max}^{EtOH}: 228、253、298、347 nm; λ_{max}^{EtOH-NaOH}: 242、400 nm。ESI-MS: *m/z* 191[M-H]⁻; ¹H-NMR(400 MHz, DMSO-*d*₆)δ: 3.792(3H, s, OCH₃), 6.122(1H, d, *J*=9.6 Hz, H-3), 6.704(1H, s, H-8), 7.133(1H, s, H-5), 7.869(1H, d, *J*=9.6 Hz, H-4)。¹³C-NMR(100 MHz, DMSO-*d*₆)δ: 161.37(C-2), 110.56(C-3), 144.97(C-4), 109.5(C-5), 146.42(C-6), 154.23

(C-7), 103.18(C-8), 150.68(C-9), 109.72(C-10), 56.36(OCH₃)。UV数据与文献[10]对照完全一致,可确定该化合物不是异葑苣苣;核磁共振数据与文献[11]对照基本一致,可确定该化合物为葑苣苣(Scopoletin)。

化合物9:黄色片状的结晶;经薄层色谱板展开,氨熏后显红色;Borntrager's反应阳性;mp:226~228 °C。ESI-MS: *m/z* 284[M]⁺, 266[M-H₂O]⁺, 255[M+H-OCH₃]⁺; ¹H-NMR(600 MHz, DMSO-*d*₆)δ: 10.898(1H, s, 2-OH), 10.145(1H, s, 6-OH), 7.987~8.001(1H, d, *J*=8.4 Hz, H-8), 7.800(1H, s, H-1), 7.434~7.438(1H, d, *J*=2.4 Hz, H-5), 7.15(1H, dd, *J*=8.4, 2.4 Hz, H-7), 3.786(1H, s, 4-OCH₃), 2.291(1H, s, 3-CH₃)。 ¹³C-NMR(150 MHz, DMSO-*d*₆)δ: 182.02(C-10), 180.71(C-9), 162.93(C-6), 154.97(C-2), 146.98(C-4), 136.69(C-8a), 131.96(C-3), 129.33(C-8), 125.61(C-1), 125.46(C-10a), 124.76(C-9a), 124.34(C-4a), 121.07(C-7), 112.25(C-5), 61.32(OCH₃), 16.75(CH₃)。与文献[12]对照,其波谱数据基本一致,可确定该化合物为2,6-二羟基-3-甲基-4-甲氧基蒽醌(2,6-Dihydroxy-3-methyl-4-methoxyanthraquinone)。

化合物10:黄色片状的结晶;经薄层色谱板展开,氨熏后显红色;Borntrager's反应呈阳性;mp:310~315 °C;ESI-MS: *m/z* 253[M-H]⁻; ¹H-NMR(600 MHz, DMSO-*d*₆)δ: 11.115(1H, s, 1-OH), 8.233(1H, s, H-4), 8.132~8.170(2H, m, H-5, 8), 7.864~7.897(2H, m, H-6, 7), 7.531(1H, s, H-1), 5.423(1H, s, CH₂OH), 4.587(2H, s, CH₂OH)。 ¹³C-NMR(150 MHz, DMSO-*d*₆)δ: 182.82(C-9), 181.69(C-10), 159.83(C-2), 136.58(C-9a), 134.62(C-6), 134.15(C-7), 133.61(C-8a), 133.43(C-10a), 133.29(C-3), 126.80(C-5), 126.73(C-8), 126.39(C-4), 125.24(C-4a), 111.41(C-1), 58.05(CH₂OH)。与文献[13]对照,其波谱数据基本一致,可确定该化合物为2-羟基-3-羟甲基蒽醌(2-Hydroxy-3-hydroxymethylanthraquinone)。

化合物11:无色沙状结晶。ESI-MS: *m/z* 226[M]⁺, 212[M-CH₂]⁺, 198[M-CH₂-CH₂]⁺, 184[M-CH₂-CH₂-CH₂]⁺; ¹H-NMR(600 MHz, CDCl₃)δ: 1.1~1.4(28H, m), 0.88(6H, t, *J*=6.6 Hz)。 ¹³C-NMR(150 MHz, CDCl₃)δ: 14.15(C-1, C-16), 22.71(C-2, C-15), 29.39(C-4, C-13), 29.68(C-5, C-12), 29.72(C-6, C-7, C-8, C-9, C-10, C-11), 31.95(C-3, C-14)。与文献[14]对照,其碳谱数据基本一致,可确定该化合物为正十六烷(*n*-Hexadecane)。

4 讨论

本试验从白花蛇舌草全草中分离得到了11个化合物,分别鉴定为2-羟基-3-甲基蒽醌(1)、2-羟基-1-甲氧基-3-甲基蒽醌(2)、2-羟基-1-甲氧基蒽醌(3)、邻苯二甲酸二丁酯(4)、甲基异茜草素(5)、熊果酸(6)、耳草酮B(7)、葑苣苣(8)、2,6-二羟基-3-甲基-4-甲氧基蒽醌(9)、2-羟基-3-羟甲基蒽醌(10)、正十六烷(11),其中化合物

双波长HPLC法同时测定两面针药材中5种成分的含量^Δ

孙科^{1*}, 陈冉², 陆世惠^{3#}(1.右江民族医学院生化教研室, 广西百色 533000; 2.右江民族医学院科学实验中心, 广西百色 533000; 3.右江民族医学院药学院, 广西百色 533000)

中图分类号 R284.1;R917 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2017)03-0393-04

DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2017.03.30

摘要 目的:建立同时测定两面针药材中5种成分含量的方法。方法:采用高效液相色谱法。色谱柱为Luna C₁₈,流动相为乙腈-水(含0.2%磷酸、0.25%三乙胺)(梯度洗脱),流速为1.0 mL/min,检测波长为273、284 nm,柱温为30 ℃,进样量为20 μL。结果:别隐品碱、盐酸血根碱、氯化两面针碱、白屈菜红碱、芝麻素检测质量浓度线性范围分别为0.8~200、0.2~50、0.44~110、0.208~52、0.944~236 μg/mL(*r*均为0.999 9);精密度、稳定性、重复性试验的RSD<2.0%;加样回收率分别为101.47%~103.92%(RSD=0.92%,*n*=9)、102.52%~104.68%(RSD=0.63%,*n*=9)、97.55%~101.22%(RSD=1.09%,*n*=9)、103.35%~104.93%(RSD=0.71%,*n*=9)、99.31%~103.86%(RSD=1.34%,*n*=9)。结论:该方法操作简便,精密度、稳定性、重复性好,可用于两面针药材中5种成分含量的同时测定。

关键词 高效液相色谱法;两面针;别隐品碱;盐酸血根碱;氯化两面针碱;白屈菜红碱;芝麻素;含量

Simultaneous Determination of 5 Components in *Zanthoxylum nitidum* by Dual-wavelength HPLC

SUN Ke¹, CHEN Ran², LU Shihui³ (1.Dept. of Biochemistry, Youjiang Medical University for Nationalities, Guangxi Baise 533000, China; 2.Science Experiment Center, Youjiang Medical University for Nationalities, Guangxi Baise 533000, China; 3.School of Pharmacy, Youjiang Medical University for Nationalities, Guangxi Baise 533000, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To establish a method for the simultaneous determination of 5 components in *Zanthoxylum nitidum*. METHODS: HPLC was performed on the column of Luna C₁₈ with mobile phase of acetonitrile-water (containing 0.2% phosphoric acid, 0.25% triethylamine) (gradient elution) at a flow rate of 1.0 mL/min, detection wavelength was 273, 284 nm, column tem-

4、7、10、11为首次从白花蛇舌草植物中分离得到。本研究结果对白花蛇舌草植物的质量标准及开发具有一定参考价值。

参考文献

- [1] 黄建荣,刘咏海,喻志标,等.白花蛇舌草化学成分和药理活性研究进展[J].中成药,2005,27(11):1329-1331.
- [2] 王顺启,陈力,倪虹,等.白花蛇舌草对肝癌细胞SMMC-7721基因表达的影响[J].中药材,2007,30(10):1285-1287.
- [3] 于亮,吕青涛,黄祝刚,等.HPLC法比较不同产地白花蛇舌草中两种香豆素类成分的含量[J].现代仪器与医疗,2015,21(3):85-87.
- [4] 周应军,吴孔松,曾光尧,等.白花蛇舌草化学成分的研究[J].中国中药杂志,2007,32(7):590-592.
- [5] 吴孔松,张坤,谭桂山,等.白花蛇舌草化学成分的研究[J].中国药学杂志,2005,40(11):817-819.
- [6] 罗扬婧,左月明,张忠立,等.梔子化学成分研究:Ⅲ[J].中药材,2014,37(7):1196-1198.

^Δ 基金项目:广西自然科学基金资助项目(No.2014GXNSF-BA118185)

* 助理实验师,硕士研究生。研究方向:药物分析。E-mail:1571474488@qq.com

通信作者:高级实验师,博士研究生。研究方向:天然产物的提取分离鉴定及其生物活性。E-mail:lushihui0818@126.com

- [7] 陈红,陈敏,黄泽豪,等.巴戟天的化学成分研究[J].中国实验方剂学杂志,2013,19(21):69-71.
- [8] 王宁辉,马养民,康永祥,等.白檀化学成分的研究[J].时珍国医国药,2014,25(11):2624-2626.
- [9] Chen YH, Chang FR. New cytotoxic 6-oxygenated 8, 9-dihydrofurocoumarins, hedyotiscone A-C, from *Hedyotis biflora*[J]. *Planta Med*, 2006, 72(1): 75-78.
- [10] 谢韬,梁敬钰,刘净,等.滨蒿化学成分的研究[J].中国药科大学学报,2004,35(5):15-17.
- [11] Wu YB, Zheng CJ, Qin LP, et al. Antiosteoporotic activity of anthraquinones from *Morinda officinalis* on osteoblasts and osteoclasts[J]. *Molecules*, 2009, 14(1): 573-576.
- [12] Kang XD, Li X, Zhao CC, et al. Two new anthraquinones from *Hedyotis diffusa* W[J]. *J Asian Nat Prod Res*, 2008, 10(2): 193-195.
- [13] 黄艳丽,项伟,宋启示.美丽蛇根草的化学成分研究[J].中草药,2009,40(4):519-521.
- [14] Lawrence B Alemany. Exceptional resolution and new signals detected in the ¹³C-NMR spectra of alkanes[J]. *Magn Reson Chem*, 1989, 27(11): 1065-1068.

(收稿日期:2016-02-07 修回日期:2016-09-27)

(编辑:张静)