

雷公藤乙酸乙酯部位和水部位化学成分的分离与鉴定[△]

杨瑞昆^{1*}, 鄢思芳², 闫君¹, 舒积成¹, 张锐¹, 张升林¹, 曹天佑¹, 刘建群^{1#}(1.江西中医药大学现代中药制剂教育部重点实验室, 南昌 330004; 2.萍乡市第二人民医院东大街社区卫生服务中心, 江西萍乡 337000)

中图分类号 R284.1 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2019)05-0638-04
DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2019.05.12

摘要 目的:分离并鉴定雷公藤乙酸乙酯部位和水部位化学成分,为其后续药理研究提供基础。方法:采用MCI GEL-CHP 20P柱层析、C₁₈反相硅胶柱层析、Sephadex LH-20凝胶柱层析、高效液相色谱等方法对雷公藤乙酸乙酯部位和水部位提取物进行分离、纯化,通过核磁共振氢谱、核磁共振碳谱及理化性质对分离的化合物进行结构鉴定。结果:从雷公藤乙酸乙酯部位中分离得到2个化合物,分别鉴定为直楔草酸(化合物1)、邻苯二甲酸二丁酯(化合物2);从雷公藤水部位中分离得到8个糖苷类化合物,分别鉴定为2,6-二甲氧基-4-羟甲基-苯基-1-O-β-D-吡喃葡萄糖苷(化合物3)、2,6-二甲氧基-4-羟基苯酚-1-O-葡萄糖苷(化合物4)、4-羟基-1-(2-羟乙基)-苯基-3-O-β-D-吡喃葡萄糖苷(化合物5)、3,4-二甲氧基-苯基-1-O-β-D-吡喃葡萄糖苷(化合物6)、β-腺苷(化合物7)、丁香苷(化合物8)、表儿茶素-8-C-β-D-半乳糖苷(化合物9)、2-羟基柚皮素-7-O-β-葡萄糖苷(化合物10)。结论:本研究分离并鉴定了雷公藤乙酸乙酯部位和水部位化学成分。

关键词 雷公藤;分离;鉴定;高效液相色谱法;糖苷类化合物

Separation and Identification of Chemical Components in Ethyl Acetate Fraction and Water Fraction from *Tripterygium wilfordii*

YANG Ruikun¹, WU Sifang², YAN Jun¹, SHU Jicheng¹, ZHANG Rui¹, ZHANG Shenglin¹, CAO Tianyou¹, LIU Jianqun¹(1.Key Lab of Modern Chinese Medicine Preparation Ministry of Education, Jiangxi University of TCM, Nanchang 330004, China; 2.East Street Community Health Service Center, Pingxiang Municipal Second People's Hospital, Jiangxi Pingxiang 337000, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To separate and identify chemical components in ethyl acetate fraction and water fraction from *Tripterygium wilfordii*, and to provide basis for further pharmacological study. METHODS: The ethyl acetate fraction and water fraction from *T. wilfordii* were separated and purified by MCI GEL-CHP 20P column chromatography, C₁₈ RP silica gel column chromatography, Sephadex LH-20 gel column chromatography and HPLC. The structures of compounds were analyzed and identified by ¹H-NMR, ¹³C-NMR and physicochemical properties. RESULTS: Two compounds were isolated from ethyl acetate fraction of *T. wilfordii*, namely orthophosphoric acid (compound 1), dibutylphthalate (compound 2). Eight glucosides were isolated from water extract of *T. wilfordii*, namely 2,6-dimethoxy-4-hydroxymethyl-phenyl-1-O-beta-D-glucopyranoside (compound 3), 2,6-dimethoxy-4-hydroxyphenol-1-O-beta-D-glucoside (compound 4), 4-hydroxy-1-(2-hydroxyethyl)-phenyl-3-O-beta-D-glucopyranoside (compound 5), 3,4-dimethoxy-phenyl-1-O-beta-D-glucopyranoside (compound 6), β-adenosine (compound 7), ligustrin (compound 8), epicatechin-8-C-β-D-galactoside (compound 9) and 2-hydroxynaringenin-7-O-β-glucoside (compound 10). CONCLUSIONS: Chemical components of ethyl acetate fraction and water fraction are separated and identified from *T. wilfordii*.

KEYWORDS *Tripterygium wilfordii*; Separation; Identification; HPLC; Glucosides compound

类风湿性关节炎属于严重危害人类健康的重大疾病之一,被喻为“不死的癌症”^[1]。雷公藤(*Tripterygium Wilfordii* Hook)为卫矛科雷公藤属植物,相关研究^[2]发现,雷公藤对类风湿性关节炎等自身免疫功能亢进性疾病具有很好的疗效。雷公藤的主要有效成分有二萜、三萜

和生物碱三大类成分,但这些主要有效成分多数也具有一定毒性,如雷公藤甲素和雷公藤红素具有心、肝、肾、生殖系统和消化系统等毒性^[3-5]。目前,雷公藤活性成分的研究主要集中在中小极性部位^[6-7],极性大的水部位未见相关报道,因此可对其进行深入研究,以丰富雷公藤化学成分。笔者在此基础上,采用MCI GEL-CHP 20P柱层析、C₁₈反相硅胶柱层析、Sephadex LH-20凝胶柱层析、高效液相色谱(HPLC)等方法对雷公藤乙酸乙酯部位和水部位提取物进行分离纯化,通过核磁共振氢谱(¹H-NMR)、核磁共振碳谱(¹³C-NMR)及理化性质对分离的化学成分进行结构鉴定,为进一步研究雷公藤的药

[△] 基金项目:国家自然科学基金资助项目(No.81860686);江西省教育厅科学技术研究重点项目(No.GJJ150832);江西省主要学科科学技术带头人资助项目(No.20182BCB22004)

* 硕士研究生。研究方向:中药药效物质基础及质量评价。电话:0791-87119027。E-mail:390740865@qq.com

通信作者:教授。研究方向:中药药效物质基础及质量评价。电话:0791-87119027。E-mail:liu5308@sina.com

效物质基础及其后续药理研究提供参考。

1 材料

1.1 仪器

AVANCE核磁共振波谱仪(瑞士布鲁克公司);高分辨率电喷雾质谱(HRESI-MS)仪器(美国AB Sciex公司);1260 HPLC仪(美国安捷伦公司);ODS-A C₁₈色谱柱(日本YMC公司)。

1.2 药品与试剂

雷公藤药材于2014年10月采自江西省萍乡市,经江西中医药大学刘建群教授鉴定为卫矛科雷公藤属植物雷公藤的干燥根;中性氧化铝(上海国药集团化学试剂有限公司,批号:20161006);硅胶(青岛海洋化工厂分厂,批号:17021030169);薄层色谱(TLC)硅胶板(青岛康鼎硅胶有限公司,批号:20161013);Sephadex LH-20凝胶树脂、MCI GEL-CHP 20P树脂均购自日本三菱株式会社;甲醇为色谱纯,水为双蒸水,其余试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 提取与分离

取雷公藤干燥根119 kg,切片后用95%乙醇400 L,于70℃加热回流提取3次,每次回流1.5 h。合并3次提取液,减压浓缩后得浸膏12 kg;然后将浸膏用乙酸乙酯溶解,静置,分离沉淀和上清液,再减压浓缩后得乙酸乙酯部位浸膏1.87 kg,乙酸乙酯不溶部位浸膏7.5 kg;将乙酸乙酯不溶部位浸膏置于2% H₂SO₄ 15 L中充分搅拌溶解,过滤后,向续滤液中加入25%氨水至pH为10,再用等体积的乙酸乙酯萃取3次,减压浓缩后得到水部位浸膏1.15 kg。

2.1.1 乙酸乙酯部位提取与分离 取“2.1”项下乙酸乙酯部位浸膏1.87 kg,经中性氧化铝柱色谱层析(200~300目),石油醚-乙酸乙酯(1:0,4:1,3:2,2:3, V/V)及乙酸乙酯-甲醇(1:0,3:1,1:1,0:1, V/V)梯度洗脱后,收集流分,每个流分共收集50 L,根据TLC检测结果,合并极性相近流分,得到8个流分(Fr.1~Fr.8)。将Fr.7(其余未分离到化合物,故未写出,下同)流分经MCI GEL-CHP 20P柱分离,甲醇-水(0:1,1:9,1:1,3:1,1:0, V/V)梯度洗脱后,TLC检测后合并极性相近流分,得到6个流分(Fr.7.1~Fr.7.6)。Fr.7.5流分经Sephadex LH-20凝胶柱分离,甲醇洗脱,TLC检测后合并流分,得到4个流分(Fr.7.5.1~Fr.7.5.4);Fr.7.5.3流分经甲醇重结晶纯化,得到化合物1(23 mg)。Fr.7.6流分经Sephadex LH-20凝胶柱分离,甲醇洗脱后,得到3个流分(Fr.7.6.1~Fr.7.6.3);Fr.7.6.2经制备HPLC法分离纯化[流动相为甲醇-水(88:12, V/V),流速为2 mL/min,检测波长为210 nm],得化合物2(11 mg,保留时间为13.82 min)。

2.1.2 水部位提取与分离 取“2.1”项下水部位浸膏,经C₁₈反相硅胶柱分离,甲醇-水(0:1,3:7,6:4,1:0, V/V)梯度洗脱,分析液相检测合并流分,得到4个流分(Fr1~

Fr4)。Fr3流分经MCI GEL-CHP 20P柱分离,甲醇-水(1:9,2:8,3:7,1:1,7:3,1:0, V/V)梯度洗脱,得到4个流分(Fr3.1~Fr3.4)。Fr3.2流分经C₁₈反相硅胶柱分离,甲醇-水(2:8,3:7,1:1,7:3,1:0, V/V)梯度洗脱,TLC检测合并流分,得到6个流分(Fr3.2.1~Fr3.2.6)。Fr3.2.1经Sephadex LH-20凝胶柱分离,甲醇洗脱,得5个流分(Fr3.2.1.1~Fr3.2.1.5)。Fr3.2.1.1流分经制备HPLC法分离纯化[流动相为甲醇-水(18:82, V/V),流速为2 mL/min,检测波长为210 nm],得化合物3(14 mg,保留时间为14.40 min)。Fr3.2.1.2经C₁₈反相硅胶柱分离,甲醇-水(1:9,2:8,3:7,6:4,1:0, V/V)梯度洗脱,经TLC检测合并流分,得到4个流分(Fr3.2.1.2.1~Fr3.2.1.2.4)。Fr3.2.1.2.3流分经制备HPLC法分离纯化[流动相为甲醇-水(17:83, V/V),流速为2 mL/min,检测波长为210 nm],得化合物4(11 mg,保留时间为17.42 min)、化合物5(25 mg,保留时间为19.28 min)、化合物6(9 mg,保留时间为24.69 min)。Fr3.2.2经Sephadex LH-20凝胶柱分离,95%甲醇洗脱,得6个流分(Fr3.2.2.1~Fr3.2.2.6)。Fr3.2.2.6流分经制备HPLC法分离纯化[流动相为甲醇-水(20:80, V/V),流速为2 mL/min,检测波长为210 nm],得化合物7(8 mg,保留时间为15.61 min)。Fr3.2.4经Sephadex LH-20凝胶柱分离,70%甲醇洗脱,得5个流分(Fr3.2.4.1~Fr3.2.4.5)。Fr3.2.4.2流分经制备HPLC法分离纯化[流动相为甲醇-水(20:80, V/V),流速为2 mL/min,检测波长为210 nm],得化合物8(9 mg,保留时间为18.92 min);Fr3.2.4.3流分经制备HPLC法分离纯化[流动相为甲醇-水(21:79, V/V),流速为2 mL/min,检测波长为210 nm],得化合物9(10 mg,保留时间为16.39 min)、化合物10(12 mg,保留时间为17.21 min)。

2.2 结构鉴定

采用MS、¹H-NMR、¹³C-NMR等波谱手段及其理化性质对化合物1~10进行结构鉴定,结果如下。

化合物1:白色晶体(甲醇)。香草醛-浓硫酸加热显红色,分子式为C₃₀H₄₈O₅。ESI-MS(*m/z*):487[M-H]⁻。¹H-NMR(600 MHz, CD₃OD) δ: 3.76(1H, d, *J*=4.3 Hz, H-2), 0.94(3H, d, *J*=7.1 Hz, H-23), 4.07(1H, d, *J*=8.2 Hz, H-24), 3.60(1H, d, *J*=8.2 Hz, H-24), 0.99(3H, s, H-25), 0.89(3H, s, H-26), 1.11(3H, s, H-27), 1.03(3H, s, H-28), 1.19(3H, s, H-30)。¹³C-NMR(150 MHz, CD₃OD) δ: 29.05(C-1), 74.45(C-2), 108.36(C-3), 47.61(C-4), 48.45(C-5), 34.92(C-6), 20.56(C-7), 51.4(C-8), 38.32(C-9), 54.04(C-10), 35.5(C-11), 30.34(C-12), 40.52(C-13), 40.46(C-14), 30.34(C-15), 37.61(C-16), 31.38(C-17), 46.16(C-18), 31.56(C-19), 41.53(C-20), 31.12(C-21), 35.5(C-22), 7.87(C-23), 73.03(C-24), 17.43(C-25), 16.91(C-26), 18.61(C-27), 32.47(C-28), 182.97(C-29), 32.8(C-30)。以上波谱数据与文献[8]基本一

致,确定化合物1为直楔草酸。

化合物2:淡黄色油状物(甲醇),分子式为 $C_{16}H_{22}O_4$ 。ESI-MS(m/z):279[M+H]⁺, (600 MHz, CD₃OD) δ : 7.61(2H, m, H-3, 6), 7.72(2H, m, H-4, 5), 4.29(4H, t, $J=6.6$ Hz, H-8, 8'), 1.71(4H, m, H-9, 9'), 1.45(4H, m, H-10, 10'), 0.98(6H, d, $J=7.4, 11$ Hz, H-11, 11')。 ¹³C-NMR(150 MHz, CD₃OD) δ : 133.73(C-1, 2), 130.02(C-3, 6), 132.49(C-4, 5), 169.45(C-7, 7'), 66.8(C-8, 8'), 31.87, 66(C-9, 9'), 20.41(C-10, 10'), 14.2(C-11, 11')。以上波谱数据与文献[9]基本一致,确定化合物2为邻苯二甲酸二丁酯。

化合物3:淡黄色粉末(甲醇), Molisch 反应为阳性, 分子式为 $C_{15}H_{22}O_9$ 。ESI-MS(m/z):347[M+H]⁺, ¹H-NMR(600 MHz, CD₃OD) δ : 6.71(2H, s, H-3, 5), 4.55(2H, s, CH₂OH), 4.84(1H, d, 7.6 Hz, H-1'), 3.85(6H, s, OCH₃×2)。 ¹³C-NMR(150 MHz, CD₃OD) δ : 135.43(C-1), 154.38(C-2, C-6), 105.78(C-3, C-5), 139.83(C-4), 65.25(CH₂OH), 105.58(C-1'), 75.87(C-2'), 78.48(C-3'), 71, 65(C-4'), 77.97(C-5'), 62.71(C-6'), 57.11(OCH₃×2)。以上波谱数据与文献[10]基本一致,确定化合物3为2,6-二甲氧基-4-羟甲基-苯基-1-*O*- β -D-吡喃葡萄糖苷。

化合物4:白色粉末(甲醇), Molisch 反应为阳性, 分子式为 $C_{14}H_{20}O_9$ 。ESI-MS(m/z):333[M+H]⁺, ¹H-NMR(600 MHz, CD₃OD) δ : 6.12(2H, s, H-3, 5), 4.67(1H, d, $J=7.4$ Hz, H-1'), 3.79(6H, s, OCH₃×2)。 ¹³C-NMR(150 MHz, CD₃OD) δ : 129.51(C-1), 154.86(C-2, C-6), 94.43(C-3, C-5), 156.23(C-4), 106.22(C-1'), 75.79(C-2'), 78.38(C-3'), 71.34(C-4'), 77.89(C-5'), 62.64(C-6'), 56.83(OCH₃×2)。以上波谱数据与文献[11]基本一致,确定化合物4为2,6-二甲氧基-4-羟基苯酚-1-*O*-葡萄糖苷。

化合物5:黄色油状物(甲醇), Molisch 反应为阳性, 分子式为 $C_{14}H_{20}O_8$ 。ESI-MS(m/z):317[M+H]⁺, ¹H-NMR(600 MHz, CD₃OD) δ : 7.08(1H, d, $J=1.7$ Hz, H-2), 6.77(1H, dd, $J=8.2, 1.7$ Hz, H-4), 6.75(1H, d, $J=8.2$ Hz, H-5), 2.71(1H, t, $J=7.1$ Hz, CH₂CH₂OH), 3.70(1H, m, CH₂CH₂OH), 4.76(1H, d, $J=7.4$ Hz, H-1'), 3.90(1H, dd, $J=12.1, 1.9$ Hz, H-6' a), 3.48(1H, m, H-6' b)。 ¹³C-NMR(150 MHz, CD₃OD) δ : 146.74(C-1), 119.39(C-2), 132.09(C-3), 125.2(C-4), 117(C-5), 146.72(C-6), 39.67(CH₂CH₂OH), 64.49(CH₂CH₂OH), 104.33(C-1'), 74.98(C-2'), 77.65(C-3'), 71.44(C-4'), 78.38(C-5'), 62.54(C-6')。以上波谱数据与文献[12]基本一致,确定化合物5为4-羟基-1-(2-羟乙基)-苯基-3-*O*- β -D-吡喃葡萄糖苷。

化合物6:白色针晶(甲醇), Molisch 反应为阳性, 分子式为 $C_{14}H_{20}O_8$ 。ESI-MS(m/z):317[M+H]⁺, ¹H-NMR

(600 MHz, CD₃OD) δ : 6.82(H, d, $J=2.7$ Hz, H-2), 6.85(H, d, $J=8.8$ Hz, H-5), 6.67(H, dd, $J=8.8, 2.7$ Hz, H-6), 4.78(1H, d, $J=7.4$ Hz, H-1'), 3.90(1H, dd, $J=12.1, 2.2$ Hz, H-6' a), 3.68(1H, dd, $J=12.1, 6.1$ Hz, H-6' b), 3.78(3H, s, OCH₃-3), 3.81(3H, s, OCH₃-4)。 ¹³C-NMR(150 MHz, CD₃OD) δ : 146.02(C-1), 103.89(C-2), 154.06(C-3), 151.12(C-4), 109.2(C-5), 113.69(C-6), 103.54(C-1'), 75.07(C-2'), 78.1(C-3'), 71.63(C-4'), 78.36(C-5'), 62.71(C-6'), 56.43(OCH₃-3), 57.1(OCH₃-4)。以上波谱数据与文献[13]基本一致,确定化合物6为3,4-二甲氧基-苯基-1-*O*- β -D-吡喃葡萄糖苷。

化合物7:白色针晶(甲醇),分子式为 $C_{10}H_{13}N_5O_4$ 。ESI-MS(m/z):268[M+H]⁺, ¹H-NMR(600 MHz, DMSO-d₆) δ : 8.13(1H, s, H-2), 8.34(1H, s, H-8), 5.87(1H, d, $J=6.2$ Hz, H-1'), 4.60(1H, s, H-2'), 4.14(1H, s, H-3'), 3.96(1H, m, H-4'), 3.66(2H, m, H-5' a), 3.54(2H, m, H-5' b)。 ¹³C-NMR(150 MHz, DMSO-d₆) δ : 152.41(C-2), 149.08(C-4), 119.38(C-5), 156.19(C-6), 139.95(C-8), 87.93(C-1'), 73.46(C-2'), 70.69(C-3'), 85.92(C-4'), 61.7(C-5')。以上波谱数据与文献[14]基本一致,确定化合物7为 β -腺苷。

化合物8:白色粉末(甲醇), Molisch 反应为阳性, 分子式为 $C_{17}H_{24}O_9$ 。ESI-MS(m/z):373[M+H]⁺, ¹H-NMR(600 MHz, CD₃OD) δ : 6.77(2H, s, H-3, 5), 6.57(1H, d, 15.8 Hz, CH=CHCH₂OH), 6.35(1H, dt, $J=15.8, 5.6$ Hz, CH=CHCH₂OH), 4.24(2H, dd, $J=5.6, 1.5$ Hz, CH=CHCH₂OH), 4.88(1H, d, $J=8$ Hz, H-1'), 3.88(6H, s, OCH₃×2)。 ¹³C-NMR(150 MHz, CD₃OD) δ : 136.02(C-1), 154.50(C-2, C-6), 105.58(C-3, C-5), 135.41(C-4), 131.42(CH=CHCH₂OH), 130.17(CH=CHCH₂OH), 63.73(CH=CHCH₂OH), 105.47(C-1'), 75.88(C-2'), 78.52(C-3'), 71, 48(C-4'), 77.98(C-5'), 62.73(C-6'), 57.16(OCH₃×2)。以上波谱数据与文献[15]基本一致,确定化合物8为丁香苷。

化合物9:黄色粉末(甲醇), Molisch 反应为阳性, 分子式为 $C_{21}H_{24}O_{11}$ 。HRESI-MS(m/z):453.1395[M+H]⁺, ¹H-NMR(600 MHz, CD₃OD) δ : 4.61(1H, s, H-2), 2.83(1H, dd, $J=16.7, 1.5$ Hz, H-4a), 2.87(1H, dd, $J=16.7, 4.2$ Hz, H-4b), 6.02(1H, s, H-6), 7.04(1H, d, $J=1.6$ Hz, H-2'), 6.77(1H, d, $J=8.2$ Hz, H-5'), 6.83(1H, dd, $J=8.2, 1.6$ Hz, H-6'), 4.84(1H, d, $J=10.0$ Hz, H-1'')。 ¹³C-NMR(150 MHz, CD₃OD) δ : 80.10(C-2), 67.59(C-3), 29.94(C-4), 158.28(C-5), 97.15(C-6), 157.25(C-7), 104.41(C-8), 155.59(C-9), 100.09(C-10), 132.58(C-1'), 115.24(C-2'), 146.19(C-3'), 145.75(C-4'), 116.14(C-5'), 119.04(C-6'), 79.97(C-1''), 73.5(C-2''),

76.67(C-3'), 71.68(C-4'), 82.24(C-5''), 62.69(C-6'')。以上波谱数据与文献[16]基本一致,确定化合物9为表儿茶素-8-C-β-D-半乳糖苷。

化合物10:黄色粉末(甲醇), Molisch 反应为阳性, 分子式为 C₂₁H₂₂O₁₁。HRESI-MS (*m/z*): 451.122 6 [M+H]⁺, ¹H-NMR (600 MHz, CD₃OD) δ: 3.07(2H, s, H-3), 5.88(1H, d, 1.4 Hz, H-6), 5.99(1H, d, *J*=1.4 Hz, H-8), 6.56(2H, d, *J*=8.5 Hz, H-2', 6'), 6.98(2H, d, *J*=8.5 Hz, H-3', 5'), 4.83(1H, d, *J*=7.6 Hz, H-1'')。 ¹³C-NMR (150 MHz, CD₃OD) δ: 107.74(C-2), 42.11(C-3), 196.43(C-4), 174.78(C-5), 93.65(C-6), 174.8(C-7), 98.03(C-8), 158.51(C-9), 107.74(C-10), 125.81(C-1'), 132.67(C-2', 6'), 115.88(C-3', 5'), 157.39(C-4'), 101.79(C-1''), 74.15(C-2''), 77.47(C-3''), 71.28(C-4''), 78.46(C-5''), 62.44(C-6'')。以上波谱数据与文献[17]基本一致,确定化合物10为2-羟基柚皮素-7-O-β-葡萄糖苷。

3 讨论

目前关于雷公藤的化学成分研究较多,报道的主要成分有二萜、三萜和生物碱三大类成分,其中二萜类成分主要可分为松香烷型二萜和对映贝壳杉烷型二萜,三萜类成分包括齐墩果烷型三萜、乌索烷型三萜、木栓烷型三萜、去甲木栓烷型三萜;生物碱成分包括吡啶生物碱和倍半萜类生物碱,此外,还有少量大环多胺生物碱^[18-21]。总体而言,雷公藤化学成分的研究主要集中在乙酸乙酯、氯仿等中小极性部位^[6-7, 22],关于极性大的水部位化学成分研究基本未见报道。本研究从雷公藤的乙酸乙酯部位分离鉴定了2个单体化合物,从其水部位中分离鉴定了8个糖苷类化合物,为酚苷、黄酮苷和丁香苷。相关研究^[23]发现,丁香苷具有较好的抗炎免疫活性。结合本课题组前期报道的5个雷公藤糖苷类成分(为松香烷型二萜糖苷)^[24],为进一步丰富了雷公藤化学成分的种属,研究雷公藤的药效物质基础提供了试验数据,也为其后续药理研究提供了基础。

参考文献

[1] 熊雪婷,许碧莲. Wnt 信号通路在类风湿性关节炎发病机制中的研究进展[J]. 中国药理学通报, 2014, 30(1): 13-16.

[2] 胡德俊,彭泽燕,何东初.雷公藤的药理作用研究进展[J]. 医药导报, 2018, 37(5): 586-592.

[3] 李云鹃,罗花,黄丽贞,等.雷公藤的毒性机理及减毒方法研究进展[J]. 中华中医药杂志, 2017, 32(6): 2612-2614.

[4] 张茹萍,何昱,石森林,等.雷公藤药材中6种有效成分以及总二萜内酯、总生物碱、总三萜的含量测定[J]. 中华中医药杂志, 2013, 28(1): 224-229.

[5] 李春杏,李太生,朱珠,等.雷公藤抗炎免疫调节活性单体的研究进展[J]. 中国中药杂志, 2014, 39(21): 4159-4164.

[6] 陈婉清,陈阿虹,李唯,等.雷公藤属醋酸乙酯部位化学成

分及药理作用研究进展[J]. 药物评价研究, 2018, 41(6): 1154-1159.

[7] 丘茂松,靳亚慧,许玉婷,等.雷公藤化学成分研究[J]. 中国药师, 2017, 20(11): 1910-1914.

[8] 郭建龙,刘利民,江振洲,等.原料雷公藤多苷的化学成分研究[J]. 现代中药研究与实践, 2011, 25(4): 41-44.

[9] 严振,田洋,马跃平,等.雷公藤根化学成分研究[J]. 中国现代中药, 2010, 12(1): 23-24.

[10] OZAWA T, TAKINO Y. Carbon-13 nuclear magnetic resonance spectra of phenolic glycosides isolated from chestnut galls[J]. *Journal of the Agricultural Chemical Society of Japan*, 1979, 43(6): 1173-1177.

[11] 肖瑛,李建北,丁怡.毛大丁草化学成分的研究[J]. 中草药, 2003, 34(2): 17-19.

[12] 唐振球,王新国,杨炳友,等.接骨木果实化学成分的分离与结构鉴定[J]. 中国药物化学杂志, 2017, 27(3): 225-229.

[13] PAN H, LUNDAREN LN. Phenolic extractives from root bark of picea abies[J]. *Phytochemistry*, 1995, 39(6): 1423-1428.

[14] 马河,李方丽,王芳,等.白花蛇舌草核苷类化学成分分离[J]. 中国实验方剂学杂志, 2016, 22(14): 57-59.

[15] 王立波,刘凤芝,甘春丽,等.沙生蜡菊脂溶性部位化学成分的分离与鉴定(II)[J]. 沈阳药科大学学报, 2012, 29(2): 109-112, 125.

[16] HATANO T, MIYATAKE H, NATSUME M, et al. Proanthocyanidin glycosides and related polyphenols from cacao liquor and their antioxidant effects[J]. *Phytochemistry*, 2002, 59(7): 749-758.

[17] KIM K, JEON WK, BS KO. Flavanone glycoside from the fruits of chaenomeles sinensis[J]. *Natural Product Sciences*, 2000, 6(6): 79-81.

[18] 秦万章.雷公藤化学活性单体的研究进展[J]. 中国中西医结合杂志, 2018, 38(3): 265-266.

[19] 刘佩岩,刘春光,陈宝鑫.雷公藤化学成分及药理作用研究进展[J]. 北方药学, 2013, 10(1): 46.

[20] 舒孝顺,高中洪,杨祥良.雷公藤生物碱的化学和药理活性研究进展[J]. 广东药学院学报, 2003(2): 150-152.

[21] 王忠震,林兵,昊霞,等.大孔吸附树脂纯化雷公藤4种有效成分的工艺研究[J]. 中国药房, 2016, 27(16): 2261-2264.

[22] 陈玉,杨光忠,李援朝.雷公藤化学成分的研究[J]. 天然产物研究与开发, 2005(3): 301-302.

[23] 宋媛媛.丁香苷的抗炎免疫作用及部分机制研究[D]. 扬州:扬州大学, 2011.

[24] LIU J, WU Q, SHU J, et al. Three new abietane-type diterpene glycosides from the roots of tripterygium wilfordii[J]. *Fitoterapia*, 2017, 120(6): 126-130.

(收稿日期:2018-09-24 修回日期:2018-12-27)

(编辑:唐晓莲)