

· 化学与分析 ·

## 白及化学成分分离鉴定

戴鸥, 仰莲, 周勤梅, 彭成\*

(成都中医药大学药学院, 中药材标准化教育部重点实验室, 中药资源系统研究与开发利用  
省部共建国家重点实验室培育基地, 成都 611137)

**[摘要]** **目的:** 基于白及提取物具有广泛的生物活性, 本研究对白及95%乙醇提取物乙酸乙酯部位的化学成分进行研究, 为白及的质量控制和开发利用提供一定的理论依据。**方法:** 采用反复硅胶 LH-20 羟丙基葡聚糖 (Sephadex LH-20) 凝胶、制备薄层色谱、制备高效液相色谱等多种方法对白及的乙酸乙酯部位进行分离纯化, 应用 TLC, HPLC 跟踪监测, 分离得到纯度较高的单体化合物。根据理化性质及质谱 (MS), <sup>1</sup>H-NMR 和 <sup>13</sup>C-NMR 等波谱数据鉴定化合物结构。**结果:** 从白及的乙酸乙酯萃取部位分离得到 12 个化合物, 分别鉴定为大黄素甲醚(1), 红灰青素(2), 8-C-对羟基苕基山柰酚(3), N-苯甲酰-L-苯丙氨酸-N-苯甲酰-L-苯丙氨酸酯(4), 松脂醇(5), (E)-4''-羟基苯乙基 3-(4'-羟基苕基) 丙烯酸酯(6), 对甲氧基二氢肉桂酸(7), 对羟基苯甲醛(8), 对羟基苯甲酸(9), 香草酸(10), 邻苯二甲酸二丁酯(11), 棕榈酸乙酯(12)。化合物类型包括蒽醌类(1和2), 黄酮类(3), 氨基酸衍生物(4), 木脂素(5), 苯丙素(6和7), 以及其他小分子芳香族化合物(8~11)和脂肪族(12)。**结论:** 化合物 2, 3, 4, 6, 7, 11 和 12 均为首次从白及植物中分离得到。

**[关键词]** 白及; 化学成分; 分离鉴定

**[中图分类号]** R284.2; R2-031; R282.6; R289 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2018)14-0043-05

**[doi]** 10.13422/j.cnki.syfjx.20181421

**[网络出版地址]** <http://kns.cnki.net/kcms/detail/11.3495.R.20180426.0839.002.html>

**[网络出版时间]** 2018-04-26 16:29

## Chemical Constituents from Tubers of *Bletilla striata*

DAI Ou, YANG Lian, ZHOU Qin-mei, PENG Cheng\*

(State Key Laboratory of Breeding Base of Systematic Research, Development and Utilization of Chinese Medicine Resources, Chengdu University of Traditional Chinese Medicine, Chengdu 611137, China)

**[Abstract]** **Objective:** To study the chemical constituents from the tubers of *Bletilla striata*. **Method:** The chemical constituents were isolated and purified by silica, Sephadex LH-20, and preparation of TLC. Their structures were identified by physicochemical properties and spectroscopic methods. **Result:** Twelve compounds were isolated from the ethyl acetate extracts of *B. striata*, including physcion (1), erythroglauconin (2), 8-C-*p*-hydroxybenzylkaempferol (3), *N*-benzoyl-*L*-phenylalaninyl-*N*-benzoyl-*L*-phenylalaninate (4), pinoselin (5), (*E*)-4''-hydroxyphenethyl 3-(4'-hydroxyphenyl) acrylate (6), dihydro-*p*-methoxy cinnamic acid (7), *p*-hydroxybenzaldehyde (8), *p*-hydroxybenzoic acid (9), vanillic acid (10), dibutyl phthalate (11), and ethyl palmitate (12). The types of these compounds included anthraquinones (1 and 2), flavonoid (3), amino acid derivative (4), lignan (5), phenyl propanoids (6 and 7), other aromatic compounds (8-11) and aliphatic compound (12). **Conclusion:** Compounds 2, 3, 4, 6, 7, 11 and 12 were reported from *B. striata* for the first time.

**[Key words]** *Bletilla striata*; chemical constituents; isolation and identification

**[收稿日期]** 20171225(020)

**[基金项目]** 国家基础科学人才培养基金项目(J1310034-28);四川省青年科技创新研究团队专项计划项目(2016TD0006,2017TD0001);四川省科技应用基础研究(2018JY0269)

**[第一作者]** 戴鸥, 硕士, 讲师, 从事中药药效物质基础研究, Tel:028-61800045, E-mail:oudai1123@hotmail.com

**[通信作者]** \* 彭成, 教授, 博士生导师, 从事中药学研究, Tel:028-61800005, E-mail:pengchengchengdu@126.com

白及具有收敛止血、消肿生肌之功效,临床中常用于治疗咯血、吐血、外伤出血、疮疡肿毒、皮肤皲裂等<sup>[1]</sup>。目前,从白及中报道的化合物主要以联苯和菲类化合物为主<sup>[2-3]</sup>,课题组前期研究还分离得到了特殊的C-31,C-32环菠萝蜜烷型三萜、大环内酯、甾体等类型化学成分<sup>[4-5]</sup>。现代研究发现白及具有止血<sup>[6]</sup>、抗菌<sup>[7]</sup>、抗肿瘤<sup>[8]</sup>、促进伤口愈合<sup>[9]</sup>等药理活性,然而白及药效物质基础尚不明确,2015年版《中国药典》中白及的质量控制标准也只有白及药材的性状鉴别、显微鉴别和薄层色谱鉴别<sup>[1]</sup>。因此,对于白及化学成分的研究不仅可以为白及的质量标准建立提供一定的参考,同时也可以进一步阐明白及的物质基础,为白及的有效利用和开发提供一定的理论依据。

课题组前期研究发现白及乙酸乙酯部位具有显著的抗菌活性<sup>[7]</sup>,为进一步探索其化学组成,本文对白及乙醇提取物的乙酸乙酯萃取部位进行化学成分研究,分离得到12个化合物,分别鉴定为大黄素甲醚(1),红灰青素(2),8-C-对羟基苕基山柰酚(3),*N*-苯甲酰-*L*-苯丙氨酸-*N*-苯甲酰-*L*-苯丙氨酸酯(4),松脂醇(5),(*E*)-4'-羟基苯乙基3-(4'-羟基苯基)丙烯酸酯(6),对甲氧基二氢肉桂酸(7),对羟基苯甲醛(8),对羟基苯甲酸(9),香草酸(10),邻苯二甲酸二丁酯(11),棕榈酸乙酯(12),其中化合物2,3,4,6,7,11和12均为首次从白及中分离得到。

## 1 材料

Bruker-400和AV III HD-600型核磁共振仪(美国Bruker公司);Inova-500型核磁共振仪(美国Varian公司);测定温度297 K,以溶剂峰信号作为参照;Synapt G2 Tof-HDMS型质谱仪(美国Waters公司);Gradient Former B-687型中压液相色谱仪, Rotavapor R-205型旋转蒸发仪(瑞士Buchi公司);Rp C<sub>18</sub>色谱柱(43~60 μm),Ultimate C<sub>18</sub>色谱柱(10 mm × 250 mm, 5 μm)(美国Welch公司);Cometro 6000LDS型高效液相色谱仪(包括6000 PVW紫外检测器,美国CoMetro公司)。MCI柱色谱 CHP 20P(75~150 μm,日本Mitsubishi Chemical公司);薄层色谱用硅胶 GF<sub>254</sub>和柱色谱硅胶(200~300目,青岛海洋化工厂生产);LH-20羟丙基葡聚糖凝胶(Sephadex LH-20, 40~70 μm,美国Amersham Pharmacia公司);GF<sub>254</sub>硅胶制备薄层板(烟台江友硅胶开发有限公司)。其他所用试剂均为分析纯、色谱纯。

白及药材于2012年8月采自四川省内江市,由

成都中医药大学李敏教授鉴定为兰科植物白及 *Bletilla striata* 的干燥块茎,标本(编号SBS-121023)存放于成都中医药大学药学院中药资源系统研究与开发利用省部共建国家重点实验室培育基地。

## 2 提取分离

干燥的白及药材粗粉(3 kg),以95%乙醇回流提取3次(30 L × 3),每次2 h。乙醇提取液经减压浓缩干燥得半固体流浸膏510 g,将流浸膏混悬于水中,以乙酸乙酯萃取,回收溶剂得乙酸乙酯部位160 g。乙酸乙酯部位以硅胶柱色谱进行分离,石油醚-丙酮(0:1~1:0)进行梯度洗脱,洗脱液经薄层色谱法检测,合并得25个洗脱部分Fr. 1~Fr. 25。

Fr. 7馏分(50 mg)经过凝胶柱色谱(石油醚-二氯甲烷-甲醇5:5:1)分离得到Fr. 7-1~Fr. 7-3共3个组分。其中Fr. 7-3组分经过析晶得到化合物1(15 mg)。Fr. 8馏分(270 mg)经过凝胶柱色谱(石油醚-二氯甲烷-甲醇5:5:1)分离得到Fr. 8-1~Fr. 8-4共4个组分。Fr. 8-4经过硅胶柱色谱(石油醚-丙酮1:0~0:1)洗脱及薄层制备色谱得到化合物2(8.2 mg)。

Fr. 16馏分(25 g)经过MCI处理得到10个组分Fr. 16-1~Fr. 16-10。其中,Fr. 16-3经过Sephadex LH-20柱色谱分离得到Fr. 16-3-a~Fr. 16-3-d共4个组分。Fr. 16-3-d组分经过硅胶柱色谱分离和制备薄层色谱制备得到化合物7(7.5 mg),10(6.8 mg)。Fr. 16-5经过硅胶柱色谱分离得到Fr. 16-5-a~Fr. 16-5-g共7个组分。Fr. 16-9经过Sephadex LH-20柱色谱分离得到Fr. 16-9-a~Fr. 16-9-d共4个组分,其中,Fr. 16-9-b过Sephadex LH-20柱色谱、制备薄层色谱及高效液相色谱,分离得到化合物6(5.2 mg),11(10.4 mg),12(4.5 mg)。Fr. 16-10经过Sephadex LH-20柱色谱分离得到Fr. 16-10-a~Fr. 16-10-c共4个组分。其中,Fr. 16-10-b经过Sephadex LH-20柱色谱、制备薄层色谱及高效液相色谱分离得化合物4(7.9 mg),8(6.9 mg),9(5.8 mg)。Fr. 16-10-c经过反相Sephadex LH-20柱色谱、制备薄层色谱法得到3(3.5 mg),5(4.6 mg),具体化合物的结构见图1。

## 3 结构鉴定

化合物1 黄色针状结晶(甲醇),易溶于三氯甲烷、难溶于石油醚、丙酮;TLC检测日光下见亮黄色,254 nm见强暗斑;10%硫酸乙醇溶液显色呈黄色。ESI-MS  $m/z$  307.1 [M + Na]<sup>+</sup>,分子式C<sub>16</sub>H<sub>12</sub>O<sub>5</sub>; <sup>1</sup>H-NMR(CDCl<sub>3</sub>, 400 MHz) δ: 12.26(1H,

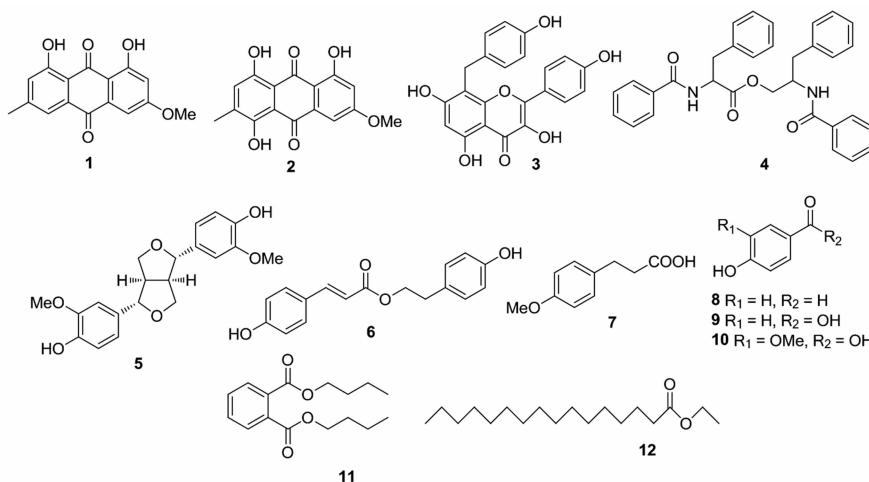


图 1 化合物 1~12 结构

Fig. 1 Structure of compound 1-12

s, OH), 12.07 (1H, s, OH), 7.58 (1H, s, H-4), 7.32 (1H, s, H-5), 7.04 (1H, s, H-2), 6.64 (1H, s, H-7), 3.90 (3H, s, OCH<sub>3</sub>-6), 2.41 (1H, s, CH<sub>3</sub>-3)。以上数据与文献[10]报道的基本一致,故鉴定化合物 1 为大黄素甲醚。

化合物 2 白色针状结晶,易溶于三氯甲烷、乙酸乙酯;TLC 检测有强暗斑,碘蒸熏显黄色,10% 硫酸乙醇溶液显色呈黄色。ESI-MS  $m/z$  323.1 [M + Na]<sup>+</sup>, 分子式 C<sub>16</sub>H<sub>12</sub>O<sub>6</sub>; <sup>1</sup>H-NMR (CDCl<sub>3</sub>, 600 MHz) δ: 13.36 (1H, s, OH-4), 12.45 (1H, s, OH-8), 12.36 (1H, s, OH-1), 7.41 (1H, d,  $J = 2.4$  Hz, H-5), 7.12 (1H, s, H-2), 6.70 (1H, d,  $J = 2.4$  Hz, H-7), 3.93 (3H, s, OCH<sub>3</sub>), 2.35 (3H, s, CH<sub>3</sub>)。以上数据与文献[11]报道的基本一致,故鉴定化合物 2 为红灰青素。

化合物 3 黄色粉末。HR-ESI-MS  $m/z$  393.097 2 [M + H]<sup>+</sup> (C<sub>22</sub>H<sub>17</sub>O<sub>7</sub> 计算值 393.097 4), 分子式 C<sub>22</sub>H<sub>16</sub>O<sub>7</sub>; <sup>1</sup>H-NMR (CD<sub>3</sub>COCD<sub>3</sub>, 600 MHz) δ: 8.08 (1H, d,  $J = 8.4$  Hz, H-2', 6'), 7.15 (1H, d,  $J = 8.4$  Hz, H-3'', 7''), 7.00 (1H, d,  $J = 8.4$  Hz, H-3', 5'), 6.70 (1H, d,  $J = 8.4$  Hz, H-4'', 6''), 6.42 (1H, s, H-6), 4.14 (2H, s, H-1''); <sup>13</sup>C-NMR (CD<sub>3</sub>COCD<sub>3</sub>, 150 MHz) δ: 176.8 (C-4), 162.6 (C-7), 160.1 (C-4'), 156.4 (C-5''), 155.2 (C-5), 147.0 (C-9), 136.5 (C-3), 132.4 (C-2''), 130.5 (C-2', C-6'), 130.0 (C-3'', C-7''), 123.6 (C-1'), 116.3 (C-3', C-5'), 115.8 (C-4'', C-6''), 107.4 (C-6), 104.2 (C-10), 98.9 (C-8), 27.9 (C-1'')。以上数据与文献[12]报道的基本一致,故鉴定化合物 3 为 8-C-对羟基苯基山柰酚。

化合物 4 白色针状结晶,易溶于三氯甲烷、乙酸乙酯、丙酮、甲醇;TLC 检测有暗斑,碘蒸熏显黄色,10% 硫酸乙醇溶液显色呈黄色。ESI-MS  $m/z$  505.0 [M - H]<sup>-</sup>, 分子式 C<sub>32</sub>H<sub>30</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>; <sup>1</sup>H-NMR (CD<sub>3</sub>COCD<sub>3</sub>, 600 MHz) δ: 8.13 (1H, d,  $J = 7.2$  Hz, N-Hb), 7.89 (2H, dd,  $J = 7.2, 1.2$  Hz, H-12', 16'), 7.84 (2H, dd,  $J = 7.2, 1.2$  Hz, H-12, 16), 7.69 (1H, d,  $J = 8.4$  Hz, N-Ha), 7.52 (1H, t,  $J = 7.2$  Hz, H-14'), 7.47 (1H, t,  $J = 7.2$  Hz, H-14), 7.42 (2H, t,  $J = 7.2, 1.4$  Hz, 13', 15'), 7.37 (2H, d,  $J = 7.2$  Hz, H-13, 15), 7.32 (2H, d,  $J = 7.2$  Hz, H-5', 9'), 7.28 (2H, d,  $J = 7.2$  Hz, H-5, 9), 7.26 (2H, d,  $J = 7.2$  Hz, H-6', 8'), 7.24 (2H, d,  $J = 7.2$  Hz, H-6, 8), 7.21 (H, t,  $J = 7.2$  Hz, H-7'), 7.17 (1H, t,  $J = 7.2$  Hz, H-7), 4.84 (1H, dd,  $J = 9.0, 7.2$  Hz, H-2'), 4.62 (1H, m, H-2), 4.53 (1H, dd,  $J = 10.8, 4.2$  Hz, H-1b), 4.06 (1H, dd,  $J = 10.8, 4.8$  Hz, H-1a), 3.32 (1H, dd,  $J = 13.8, 6.0$  Hz, H-3'b), 3.24 (1H, dd,  $J = 13.8, 9.0$  Hz, H-3'a), 2.98 (2H, d,  $J = 7.2$  Hz, H-3a, 3b); <sup>13</sup>C-NMR (150 MHz, CD<sub>3</sub>COCD<sub>3</sub>) δ: 172.3 (C-1'), 168.0 (C-10'), 167.2 (C-10), 139.3 (C-4), 138.5 (C-4'), 135.7 (C-11), 134.9 (C-11'), 132.4 (C-14), 131.9 (C-14'), 130.1 (C-5, 9), 130.1 (C-5', 9'), 129.2 (C-13, 15, 13', 15'), 129.2 (C-6', 8'), 129.0 (C-6, 8), 128.2 (C-12', 16'), 128.2 (C-12, 16), 127.4 (C-7'), 127.2 (C-7), 66.1 (C-1), 55.9 (C-2'), 51.4 (C-2), 37.7 (C-3), 37.6 (C-3')。以上数据与文献[13]报道的基本一致,故鉴定化合物 4 为 *N*-苯甲酸-*L*-苯丙氨酸-*N*-苯甲酰-*L*-苯丙氨酸酯。

化合物 5 白色针状结晶,易溶于三氯甲烷、乙

酸乙酯; TLC 检测有强暗斑。ESI-MS  $m/z$  381.1  $[M + Na]^+$ , 分子式  $C_{20}H_{22}O_6$ ;  $^1H$ -NMR ( $CD_3COCD_3$ , 600 MHz)  $\delta$ : 6.99 (2H, d,  $J = 1.8$  Hz, H-2, 2'), 6.84 (2H, dd,  $J = 7.8, 1.8$  Hz, H-6, 6'), 6.79 (2H,  $J = 7.8$  Hz, H-5, 5'), 4.67 (2H,  $J = 4.8$  Hz, H-7, 7'), 4.20 (2H,  $J = 4.8$  Hz, H-9a, 9a'), 3.84 (6H, s, 2  $\times$  OCH<sub>3</sub>), 3.80 (2H, dd,  $J = 8.0, 3.6$  Hz, H-9b, 9b'), 3.09 (2H, m, H-8, 8')。以上数据与文献[14]报道的基本一致,故鉴定该化合物 **5** 为松脂醇。

化合物 **6** 白色固体,易溶于三氯甲烷、丙酮、甲醇; TLC 检测有暗斑,碘蒸熏显黄色,10% 硫酸乙醇溶液显色呈微黄色。HR-ESI-MS  $m/z$  283.098 5  $[M - H]^-$ , ( $C_{17}H_{15}O_4$  计算值 283.097 0), 分子式  $C_{17}H_{16}O_4$ ;  $^1H$ -NMR ( $CD_3COCD_3$ , 600 MHz)  $\delta$ : 7.59 (1H, d,  $J = 16.2$  Hz, H-2), 7.54 (2H, d,  $J = 8.4$  Hz, H-2', 6'), 7.13 (2H, d,  $J = 8.4$  Hz, H-2'', 6''), 6.89 (2H, d,  $J = 8.4$  Hz, H-3', 5'), 6.78 (2H, d,  $J = 8.4$  Hz, H-3'', 5''), 6.33 (1H, d,  $J = 16.2$  Hz, H-3), 4.26 (2H, m, H-1''), 2.89 (2H, m, H-2'');  $^{13}C$ -NMR ( $CD_3COCD_3$ , 150 MHz)  $\delta$ : 167.3 (C-1), 160.6 (C-4'), 156.9 (C-4''), 145.3 (C-3), 133.7 (C-1'''), 132.0 (C-1'), 130.9 (C-2'), 130.8 (C-6'), 129.7 (C-2''), 129.6 (C-6''), 127.0 (C-2), 116.7 (C-3'), 116.1 (C-5'), 115.7 (C-3'''), 115.6 (C-5''), 65.7 (C-1''), 35.0 (C-2'')。以上数据与文献[15]报道的基本一致,故鉴定该化合物 **6** 为 (*E*)-4''-羟基苯乙基 3-(4'-羟基苯基)丙烯酸酯。

化合物 **7** 淡黄色粉末,易溶于三氯甲烷、乙酸乙酯、丙酮、甲醇; TLC 检测有弱暗斑,碘蒸熏显黄色,10% 硫酸乙醇溶液显色不明显。ESI-MS  $m/z$  181.1  $[M + H]^+$ , 分子式  $C_{10}H_{12}O_3$ ;  $^1H$ -NMR ( $CD_3COCD_3$ , 600 MHz)  $\delta$ : 7.05 (2H, d,  $J = 8.4$  Hz, H-2, 6), 6.74 (2H, d,  $J = 8.4$  Hz, H-3, 5), 3.59 (3H, s, OCH<sub>3</sub>), 2.80 (2H, t,  $J = 7.8$  Hz, H-7), 2.55 (2H, t,  $J = 7.8$  Hz, H-8)。以上数据与文献[16]报道的基本一致,故鉴定该化合物 **7** 为 dihydro-*p*-methoxy cinnamic acid。

化合物 **8** 白色粉末,易溶于三氯甲烷、乙酸乙酯、甲醇; TLC 检测有暗斑,碘蒸熏显黄色,10% 硫酸乙醇溶液显色呈紫色。ESI-MS  $m/z$  121.0  $[M - H]^-$ , 分子式  $C_7H_6O_2$ ;  $^1H$ -NMR ( $CD_3COCD_3$ , 600 MHz)  $\delta$ : 9.86 (1H, s, CHO), 7.80 (2H, d,  $J = 9.0$  Hz, H-2, 6), 7.01 (2H, d,  $J = 9.0$  Hz, H-3, 5)。以上数据与文献[17]报道的基本一致,故鉴定该化合物

**8** 为对羟基苯甲醛。

化合物 **9** 黄色油状液体,易溶于三氯甲烷、乙酸乙酯、甲醇; TLC 检测有暗斑,碘蒸熏显黄色,10% 硫酸乙醇溶液显色不明显。ESI-MS  $m/z$  137.0  $[M - H]^-$ , 分子式  $C_7H_6O_3$ ;  $^1H$ -NMR ( $CD_3COCD_3$ , 600 MHz)  $\delta$ : 7.91 (2H, d,  $J = 8.4$  Hz, H-2, 6), 6.92 (2H, d,  $J = 8.4$  Hz, H-3, 5)。以上数据与文献[18]报道的基本一致,故鉴定该化合物 **9** 为对羟基苯甲酸。

化合物 **10** 白色针状结晶,易溶于三氯甲烷、乙酸乙酯、甲醇; TLC 检测有强暗斑,碘蒸熏显黄色,10% 硫酸乙醇溶液显色呈微红色。ESI-MS  $m/z$  191.0  $[M + Na]^+$ , 分子式  $C_8H_8O_4$ ;  $^1H$ -NMR ( $CD_3COCD_3$ , 600 MHz)  $\delta$ : 10.83 (br s, COOH), 8.35 (br s, OH), 7.59 (1H, dd,  $J = 8.4, 1.8$  Hz, H-6), 7.56 (1H, d,  $J = 1.8$  Hz, H-2), 6.91 (1H, d,  $J = 8.4$  Hz, H-5), 3.90 (3H, s, OCH<sub>3</sub>)。以上数据与文献[19]报道的基本一致,故鉴定该化合物 **10** 为香草酸。

化合物 **11** 无色油状物,易溶于三氯甲烷、乙酸乙酯、丙酮; TLC 检测有强暗斑,碘蒸熏显黄色,10% 硫酸乙醇溶液显色不明显。ESI-MS  $m/z$  301.0  $[M + H]^+$ , 分子式  $C_{16}H_{22}O_4$ ;  $^1H$ -NMR ( $CD_3COCD_3$ , 500 MHz)  $\delta$ : 7.74 (2H, m, H-3, 6), 7.65 (2H, m, H-4, 5), 4.28 (4H, t,  $J = 7.0$  Hz, H<sub>2</sub>-1', 1''), 1.72 (4H, m, H<sub>2</sub>-2', 2''), 1.45 (4H, m, H<sub>2</sub>-3', 3''), 0.96 (6H, t,  $J = 7.0$  Hz, H<sub>3</sub>-4', 4''),  $^{13}C$ -NMR ( $CD_3COCD_3$ , 125 MHz)  $\delta$ : 167.6 (C-1, 8), 132.0 (C-4, 5), 129.6 (C-2, 7), 128.4 (C-3, 6), 65.9 (C-1', 1''), 31.4 (C-2', 2''), 19.9 (C-3', 3''), 14.0 (C-4', 4'')。以上数据与文献[20]报道的基本一致,故鉴定该化合物 **11** 为邻苯二甲酸二丁酯。

化合物 **12** 无色油状物,易溶于三氯甲烷、乙酸乙酯; TLC 检测中碘蒸熏显黄色,10% 硫酸乙醇溶液显色不明显。HR-ESI-MS  $m/z$  285.279 1  $[M + H]^+$  ( $C_{18}H_{37}O_2$  计算值 285.279 4), 分子式  $C_{18}H_{36}O_2$ ;  $^1H$ -NMR ( $CDCl_3$ , 600 MHz)  $\delta$ : 0.88 (3H, t,  $J = 7.2$  Hz), 1.24 ~ 1.31 (27 H, m), 1.61 (2H, m), 2.28 (2H, t,  $J = 7.8$  Hz), 4.12 (2H, d,  $J = 8.4$  Hz)。以上数据与文献[21]报道的基本一致,故鉴定化合物 **12** 为棕榈酸乙酯。

【参考文献】

[1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 一部[M].

- 北京:中国医药科技出版社,2015:103.
- [ 2 ] 马先杰,崔保松,韩少伟,等. 中药白及的化学成分研究[J]. 中国中药杂志,2017,42(8):1578-1584.
- [ 3 ] 肖世基,徐德林,张茂生,等. 黔产白及中一个新颖的菲-1,2-二酮[J]. 有机化学,2016,36(3):638-641.
- [ 4 ] YANG L,PENG C,MENG C W, et al. A new macrolide and six cycloartane triterpenoids from the tubers of *Bletilla striata* [ J ]. Biochemi Syst Ecol, 2014, 57: 238-241.
- [ 5 ] 仰莲,彭成,杨雨婷,等. 白及中1个新颖含氯甾体化合物[J]. 中草药,2015,46(3):325-328.
- [ 6 ] 陆波,徐亚敏,张张明,等. 白及不同提取部位对家兔血小板聚集的影响[J]. 解放军药学报,2005,21(5):330-332.
- [ 7 ] 彭芙,万峰,熊亮,等. 白及抑菌作用及其活性部位的初步研究 [ J ]. 时珍国医国药, 2013, 24 ( 5 ): 1061-1063.
- [ 8 ] Morita H, Koyama K, Sugimoto Y, et al. Antimitotic activity and reversal of breast cancer resistance protein-mediated drug resistance by stilbenoids from *Bletilla striata* [ J ]. Bioorg Med Chem Lett, 2005, 15 ( 4 ): 1051-1054.
- [ 9 ] LUO Y, DIAO H, XIA S, et al. A physiologically active polysaccharide hydrogel promotes wound healing [ J ]. J Biomed Mater Res A, 2010, 94A(1):193-204.
- [ 10 ] YONG J, LU C, HUANG S, et al. Chemical components isolated from the roots of *Morinda officinalis* [ J ]. Chem Nat Compd, 2015, 51(3):548-549.
- [ 11 ] 蒋建勤,方圣鼎,胥传凤,等. 红叶藤化学成分的研究 [ J ]. J Integrat Plant Biol, 1990, 32(5):376-379.
- [ 12 ] Merghem R, Jay M, Viricel M R, et al. Five 8-C-benzylated flavonoids from *Thymus hirtus* ( Labiateae ) [ J ]. Phytochemistry, 1995, 38(3):637-640.
- [ 13 ] Songue J L, Kouam, Dongo E, et al. Chemical constituents from stem bark and roots of *Clausena anisata* [ J ]. Molecules, 2012, 17(11):13673-13686.
- [ 14 ] Fonseca S F, Nielsen L T, Rúveda E A. Lignans of *Araucaria angustifolia* and <sup>13</sup>C-NMR analysis of some phenyltetralin lignans [ J ]. Phytochemistry, 1979, 18(10):1703-1708.
- [ 15 ] Maresca A, Akyuz G, Osman S M, et al. Inhibition of mammalian carbonic anhydrase isoforms I-X IV with a series of phenolic acid esters [ J ]. Bioorg Med Chem, 2015, 23(22):7181-7188.
- [ 16 ] Takahashi T, Miyazawa M. Tyrosinase inhibitory activities of cinnamic acid analogues [ J ]. Pharmazie, 2011, 65(12):913-918.
- [ 17 ] 王治阳,安华. 石草鞋化学成分分离鉴定 [ J ]. 中国实验方剂学杂志, 2017, 23(14):82-85.
- [ 18 ] Refaat J, Samy M N, Desoukey S Y, et al. Chemical constituents from *Chorisia chodatii* flowers and their biological activities [ J ]. Med Chem Res, 2015, 24(7):2939-2949.
- [ 19 ] 王峰,方振峰. 安息香化学成分研究 [ J ]. 中国实验方剂学杂志, 2012, 18(17):89-92.
- [ 20 ] Mc Nulty J, Nair J J, Cheekoori S, et al. Scope and mechanistic insights into the use of tetradecyl(trihexyl) phosphonium bistriflimide: A remarkably selective ionic liquid solvent for substitution reactions [ J ]. Chemistry, 2006, 12(36):9314-9322.
- [ 21 ] Yoshino T, Imori S, Togo H. Efficient esterification of carboxylic acids and phosphonic acids with trialkyl orthoacetate in ionic liquid [ J ]. Tetrahedron, 2005, 62(6):1309-1317.

[责任编辑 顾雪竹]