

凉粉草化学成分分离鉴定

黄艳萍¹, 宋家玲², 吴继平¹, 袁萍¹, 沈晓萌¹, 邱声祥^{2*}

(1. 广东食品药品职业学院 南药资源保护与利用工程技术开发研究中心, 广州 510520;
2. 中国科学院 华南植物园 植物资源可持续利用重点实验室, 广州 510650)

[摘要] **目的:**研究唇形科(Labiatae)植物凉粉草 *Mesona chinensis* 的干燥地上部分的化学成分,从物质基础的角度探寻其作为药食同源的可能性。**方法:**取凉粉草的干燥地上部分,用95%乙醇浸泡提取,经减压浓缩后得到凉粉草浸膏,然后将凉粉草浸膏加水溶解后,依次用正己烷,乙酸乙酯溶剂萃取,得到正己烷部位浸膏和乙酸乙酯部位浸膏,然后采用硅胶、小孔树脂凝胶(MCI)和LH-20羟丙基葡聚糖凝胶(Sephadex LH-20)等柱色谱分离方法对乙酸乙酯部位浸膏进行分离纯化,并且利用NMR,MS等各种现代波谱技术以及化合物的理化性质并结合参考文献确定化合物的化学结构。**结果:**从凉粉草的干燥地上部分的95%乙醇提取物中总共分离得到13个化合物,分别鉴定为熊果酸(ursolic acid,**1**),齐墩果酸(oleanic acid,**2**), $2\alpha,3\alpha$ -二羟基-12-烯-28-齐墩果酸($2\alpha,3\alpha$ -dihydroxyolean-12-en-28-oic acid,**3**), 2α -羟基乌苏酸(corosolic acid,**4**), $2\alpha,3\alpha,19\alpha$ -三羟基-12-烯-28-乌苏酸($2\alpha,3\alpha,19\alpha$ -trihydroxyurs-12-en-28-oic acid,**5**),豆甾醇(stigmasterol,**6**), β -谷甾醇(β -sitosterol,**7**),山柰酚(kaempferol,**8**),槲皮素(querctetin,**9**),3-吲哚甲酸(3-indoleformic,**10**),橙黄胡椒酰胺乙酸酯(aurantiamide acetate,**11**),十七烷酸(heptadecanoic acid,**12**),十六烷酸(palmitic acid,**13**)。 **结论:**化合物**3~5,7,10~13**均为首次从凉粉草以及从凉粉草属植物中分离得到。

[关键词] 唇形科;凉粉草;熊果酸;豆甾醇;槲皮素;3-吲哚甲酸

[中图分类号] R284.2;R22;R243 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2018)06-0077-05

[doi] 10.13422/j.cnki.syfjx.20180694

[网络出版地址] <http://kns.cnki.net/kcms/detail/11.3495.R.20171213.0957.030.html>

[网络出版时间] 2017-12-13 14:58

Isolation and Identification of Chemical Constituents of *Mesona chinensis*

HUANG Yan-ping¹, SONG Jia-ling², WU Ji-ping¹, YUAN Ping¹, SHEN Xiao-meng¹, QIU Sheng-xiang^{2*}

(1. *Research & Development Center for Engineering and Technology of Medicinal Resources Protection and Utilization in South China, Guangdong Food and Drug Vocational College, Guangzhou 510520, China;*

2. *Key Laboratory for Sustainable Utilization of Plant Resources, South China Botanical Garden, Chinese Academy of Sciences, Guangzhou 510650, China*)

[Abstract] **Objective:** To study the chemical constituents from the aerial parts of *Mesona chinensis*, in order to explore the possibility of the homology between medicine and food. **Method:** The aerial parts of dry *M. chinensis* were extracted with 95% ethanol, then the solvent was decompressed and extracted with hexane and ethyl acetate respectively to get hexane fractions and ethyl acetate fractions. The ethyl acetate fractions were isolated and purified by column chromatography with silica gel, MCI and Sephadex LH-20, and their structures were identified by NMR and MS, physicochemical properties and reference literatures. **Result:** Thirteen compounds were isolated and identified as ursolic acid (**1**), oleanic acid (**2**), $2\alpha,3\alpha$ -dihydroxyolean-12-en-28-oic acid (**3**), corosolic acid (**4**), $2\alpha,3\alpha,19\alpha$ -trihydroxyurs-12-en-28-oic acid (**5**), stigmasterol (**6**), β -sitosterol (**7**), kaempferol

[收稿日期] 20170707(004)

[基金项目] 广东省科技计划项目(2011B020301007,2013B020311013)

[第一作者] 黄艳萍,高级实验师,从事药用植物资源学研究,Tel:020-37216552,E-mail:hyppgz@126.com

[通信作者] *邱声祥,研究员,从事天然药物研究及新药开发研究,Tel:020-37216552

(8), quercetin (9), 3-indoleformic (10), aurantiamide acetate (11), heptadecanoic acid (12), palmitic acid (13). **Conclusion:** Compounds 3-5, 7, 10-13 were isolated from the plants of *M. chinensis* and *Mesona* for the first time.

[**Key words**] Labiatae; *Mesona chinensis*; ursolic acid; stigmaterol; quercetin; 3-indoleformic

凉粉草为唇形科凉粉草属植物,据《中国植物志》记载,凉粉草属植物为一年生草本,全世界约有 8~10 种,我国有 2 种,分别为凉粉草和小花凉粉草。凉粉草又名仙草、仙人草、仙人冻等,主要产于广东、广西、浙江、江西等南方省份^[1]。凉粉草是一味重要的药用和食用植物,其全草或者地上部分均可入药,古今民间常用于制作暑天清凉饮料,用于解暑^[2-3]。据《中华本草》的记载,凉粉草味甘、淡,性寒;具有消暑、清热、凉血、解毒等功效;可用于治疗糖尿病、黄疸、痢疾、高血压、关节疼痛、急性肾炎、烧烫伤等^[3]。随着现代分离分析技术手段和有关生物活性测试方法的不断发展和完善,已有学者先后报道了凉粉草具有多方面的生物活性,比如抗缺氧,抗菌,抗氧化,降血糖,降血压以及降血压;并且已有文献报道了从凉粉草中分离得到三萜、甾体、黄酮等类型的化合物^[4-7]。鉴于凉粉草良好的药食两用价值,可以对凉粉草的化学成分进行深入研究,笔者对采自凉粉草道地药材产区广东增城派潭的凉粉草进行系统的化学成分研究,从中分离得到 13 个化合物,包括三萜、黄酮、生物碱等,其中化合物 3~5, 7 和 10~13 均为首次从凉粉草和该属植物中分离得到,为开发利用该属植物资源及明确其生物活性的物质奠定研究基础。

1 材料

VG Autospec-3000 型质谱仪(英国 VG 公司); AV III 500M 型核磁共振光谱仪[德国 Bruker 公司,以四甲基硅烷(TMS)为内标];柱色谱硅胶(200~300 目)和薄层色谱硅胶 GF₂₅₄(青岛谱科分离材料有限公司);LH-20 型羟丙基葡聚糖凝胶(Sephadex LH-20, 25~100 μm, 美国 Pharmacia 公司);CHP20P 型小孔树脂凝胶(MCI gel, 75~150 μm, 日本三菱公司);氘代试剂(青岛腾龙微波科技有限公司);其他试剂均为国产分析纯(天津光复试剂有限公司)。

凉粉草地上部分采收于广东省增城派潭镇,经广东省中药研究所曾庆钱主任药师鉴定为唇形科植物凉粉草 *Mesona chinensis* 的干燥地上部分,原植物标本(批号 20150506)保存于广东食品药品职业学院南药资源保护与利用工程技术开发研究中心。

2 提取与分离

取干燥的凉粉草地上部分 8 kg,经 95% 乙醇浸泡提取 3 次,每次 12 h,过滤,减压浓缩回收溶剂,得到浸膏 1.8 kg。然后将浸膏加水均匀混悬后,依次用正己烷、乙酸乙酯溶剂萃取,减压回收溶剂后得到正己烷部位浸膏(A)340 g 和乙酸乙酯部位浸膏(B)730 g。乙酸乙酯部位浸膏(B)经硅胶柱色谱,正己烷-乙酸乙酯梯度洗脱(20:1~1:1),等分法接样,薄层检测合并流分,得到 Fr. B1~Fr. B6 组分。Fr. B2 经硅胶柱色谱,正己烷-乙酸乙酯梯度洗脱(10:1~4:1),得到 Fr. B2A~Fr. B2B, Fr. B2A 经硅胶柱色谱,正己烷-乙酸乙酯洗脱(5:1)得到化合物 12(15 mg), Fr. B2B 经硅胶柱色谱,正己烷-乙酸乙酯洗脱(3:1)得到化合物 7(7 mg)。Fr. B3 经凝胶柱色谱,三氯甲烷-甲醇(1:1)洗脱得到 Fr. B3A~Fr. B3C 组分。Fr. B3A 经硅胶柱色谱,正己烷-乙酸乙酯梯度洗脱(5:1~2:1),得到化合物 10(11 mg)和 11(12 mg)。Fr. B3B 经硅胶柱色谱,正己烷-乙酸乙酯梯度洗脱(8:1~3:2),得到化合物 1(50 mg)和 Fr. B3B1~Fr. B3B2, Fr. B3B2 经硅胶柱色谱,正己烷-乙酸乙酯洗脱(4:1),得到化合物 13(10 mg)。Fr. B3C 经硅胶柱色谱,正己烷-乙酸乙酯梯度洗脱(5:1~1:1),得到化合物 2(35 mg)和 3(68 mg)。Fr. B4 经凝胶柱色谱,三氯甲烷-甲醇(1:1)洗脱,得到化合物 8(8 mg)和 9(25 mg)和 Fr. B4A~Fr. B4B, Fr. B4B 然后再经硅胶柱色谱,正己烷-丙酮梯度洗脱(3:1~1:1),得到化合物 4(12 mg)和 6(15 mg)。Fr. B5 经 MCI 柱色谱,以甲醇-水系统梯度洗脱(1:9~1:0),得到 Fr. B5A~Fr. B5C 组分。Fr. B5C 经凝胶柱色谱,三氯甲烷-甲醇(1:1)洗脱,得到 Fr. B5C1~Fr. B5C2, Fr. B5C2 然后再经硅胶柱色谱,三氯甲烷-乙酸乙酯洗脱(3:1)得到化合物 5(20 mg)。各化合物结构见图 1。

3 结构鉴定

化合物 1 白色无定型粉末(三氯甲烷-甲醇), mp 283~285 °C。EI-MS m/z 456[M]⁺。分子式为 C₃₀H₄₈O₃。¹H-NMR (500 MHz, C₅D₅N) δ: 5.48(1H, t, J = 3.8 Hz, H-12), 5.02(1H, br s, 3-OH), 3.45(1H, dd, J = 10.0, 5.9 Hz, H-3), 2.63(1H, d, J =

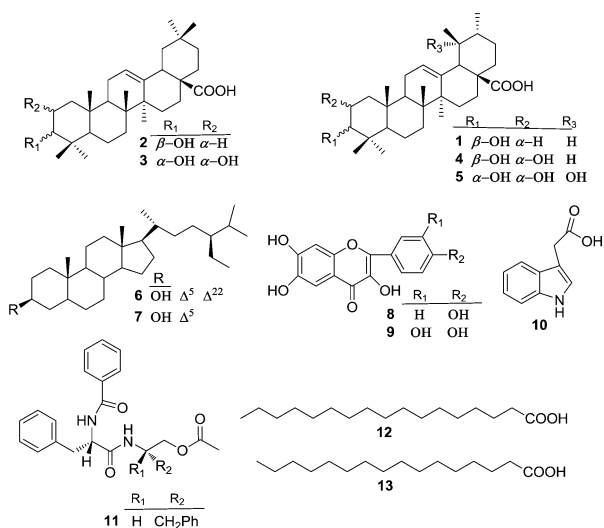


图1 化合物1~13化学结构
Fig.1 Structures of compounds 1-13

11.5 Hz, H-18), 1.24 (3H, s), 1.22 (3H, s), 1.05 (3H, s), 1.02 (3H, s), 0.99 (3H, d, $J = 6.8$ Hz), 0.94 (3H, d, $J = 6.4$ Hz), 0.88 (3H, s); $^{13}\text{C-NMR}$ (125 MHz, $\text{C}_5\text{D}_5\text{N}$) δ : 39.6 (C-1), 28.6 (C-2), 78.6 (C-3), 39.9 (C-4), 56.3 (C-5), 19.3 (C-6), 34.1 (C-7), 43.0 (C-8), 48.5 (C-9), 37.9 (C-10), 24.1 (C-11), 126.1 (C-12), 139.8 (C-13), 43.0 (C-14), 29.2 (C-15), 25.4 (C-16), 48.5 (C-17), 54.0 (C-18), 34.1 (C-19), 39.6 (C-20), 31.6 (C-21), 37.8 (C-22), 29.3 (C-23), 17.1 (C-24), 16.2 (C-25), 18.0 (C-26), 24.4 (C-27), 180.4 (C-28), 18.0 (C-29), 21.9 (C-30)。以上数据与文献[8]报道一致,故鉴定化合物1为熊果酸。

化合物2 白色无定型粉末(三氯甲烷-甲醇), mp 308 ~ 310 °C, EI-MS m/z 456 [M]⁺。分子式为 $\text{C}_{30}\text{H}_{48}\text{O}_3$ 。 $^1\text{H-NMR}$ (500 MHz, CDCl_3) δ : 5.30 (1H, t, $J = 3.6$ Hz, H-12), 3.24 (1H, dd, $J = 10.2, 5.0$ Hz, H-3), 2.86 (1H, dd, $J = 10.2, 4.8$ Hz, H-18), 1.15 (3H, s), 1.01 (3H, s), 0.95 (3H, s), 0.94 (3H, s), 0.92 (3H, s), 0.80 (3H, s), 0.77 (3H, s); $^{13}\text{C-NMR}$ (125 MHz, CDCl_3) δ : 38.4 (C-1), 27.2 (C-2), 79.0 (C-3), 38.8 (C-4), 55.2 (C-5), 18.3 (C-6), 32.6 (C-7), 39.3 (C-8), 47.6 (C-9), 37.1 (C-10), 22.9 (C-11), 122.6 (C-12), 143.6 (C-13), 41.6 (C-14), 27.7 (C-15), 23.4 (C-16), 46.5 (C-17), 41.6 (C-18), 45.9 (C-19), 30.7 (C-20), 33.8 (C-21), 32.5 (C-22), 28.1 (C-23), 15.3 (C-24), 15.5 (C-25), 17.2 (C-26), 25.9 (C-27), 183.3 (C-28), 33.1 (C-

29), 23.6 (C-30)。以上数据与文献[8-9]报道一致,故鉴定化合物2为齐墩果酸。

化合物3 白色无定型粉末(甲醇), 295 ~ 297 °C。ESI-MS m/z 471 [M - H]⁻。分子式为 $\text{C}_{30}\text{H}_{48}\text{O}_4$ 。 $^1\text{H-NMR}$ (500 MHz, $\text{C}_5\text{D}_5\text{N}$) δ : 5.45 (1H, t, $J = 3.0$ Hz, H-12), 4.29 (1H, dd, $J = 11.0, 4.8$ Hz, H-2), 3.75 (1H, d, $J = 10.8$ Hz, H-3), 3.25 (1H, dd, $J = 13.0, 4.0$ Hz, H-18), 1.25 (3H, s), 1.16 (3H, s), 1.00 (3H, s), 0.97 (3H, s), 0.95 (3H, s), 0.90 (3H, s), 0.88 (3H, s); $^{13}\text{C-NMR}$ (125 MHz, $\text{C}_5\text{D}_5\text{N}$) δ : 42.5 (C-1), 65.9 (C-2), 79.1 (C-3), 38.6 (C-4), 48.5 (C-5), 18.2 (C-6), 33.0 (C-7), 39.7 (C-8), 47.7 (C-9), 38.5 (C-10), 23.7 (C-11), 122.3 (C-12), 144.6 (C-13), 42.0 (C-14), 28.0 (C-15), 23.5 (C-16), 46.4 (C-17), 42.5 (C-18), 46.2 (C-19), 30.7 (C-20), 34.0 (C-21), 33.0 (C-22), 29.3 (C-23), 22.1 (C-24), 16.4 (C-25), 17.3 (C-26), 25.9 (C-27), 180.0 (C-28), 33.0 (C-29), 23.6 (C-30)。以上数据与文献[10]报道一致,故鉴定化合物3为2 α ,3 α -二羟基-12-烯-28-齐墩果酸。

化合物4 白色无定型粉末(甲醇), mp 253 ~ 255 °C。EI-MS m/z 472 [M]⁺。分子式为 $\text{C}_{30}\text{H}_{48}\text{O}_4$ 。 $^1\text{H-NMR}$ (500 MHz, CD_3OD) δ : 5.25 (1H, t, $J = 3.8$ Hz, H-12), 3.64 (1H, t, $J = 2.0$ Hz, H-2), 2.93 (1H, d, $J = 10.0$ Hz, H-3), 1.14 (3H, s), 1.03 (3H, s), 0.98 (3H, s), 0.94 (3H, d, $J = 7.5$ Hz), 0.89 (3H, d, $J = 6.5$ Hz), 0.86 (3H, s), 0.82 (3H, s); $^{13}\text{C-NMR}$ (125 MHz, CD_3OD) δ : 47.2 (C-1), 69.5 (C-2), 84.5 (C-3), 40.4 (C-4), 56.7 (C-5), 19.5 (C-6), 34.2 (C-7), 42.7 (C-8), 48.3 (C-9), 39.2 (C-10), 24.1 (C-11), 126.7 (C-12), 139.7 (C-13), 43.3 (C-14), 29.3 (C-15), 25.3 (C-16), 49.5 (C-17), 54.3 (C-18), 40.8 (C-19), 40.4 (C-20), 31.8 (C-21), 38.1 (C-22), 29.3 (C-23), 17.2 (C-24), 17.6 (C-25), 17.8 (C-26), 24.4 (C-27), 181.6 (C-28), 17.5 (C-29), 21.6 (C-30)。以上数据与文献[8]报道一致,故鉴定化合物4为2 α -羟基乌苏酸。

化合物5 白色无定型粉末(甲醇)。mp 273 ~ 275 °C, ESI-MS m/z 511 [M + Na]⁺。分子式为 $\text{C}_{30}\text{H}_{48}\text{O}_5$ 。 $^1\text{H-NMR}$ (500 MHz, CD_3OD) δ : 5.32 (1H, t, $J = 3.6$ Hz, H-12), 3.96 (1H, dd, $J = 10.9, 3.8$ Hz, H-2), 3.34 (1H, d, $J = 3.8$ Hz, H-3), 1.37 (3H, s), 1.22 (3H, s), 1.01 (3H, s), 1.01 (3H, s), 0.95 (3H, d, $J = 6.5$ Hz), 0.89 (3H, s), 0.81 (3H, s); $^{13}\text{C-NMR}$

(125 MHz, CD₃OD) δ : 42.5 (C-1), 67.2 (C-2), 80.1 (C-3), 41.3 (C-4), 49.5 (C-5), 24.9 (C-6), 34.1 (C-7), 39.5 (C-8), 48.3 (C-9), 39.4 (C-10), 27.3 (C-11), 129.4 (C-12), 140.1 (C-13), 42.7 (C-14), 29.6 (C-15), 26.6 (C-16), 48.3 (C-17), 55.1 (C-18), 73.6 (C-19), 43.1 (C-20), 19.4 (C-21), 39.0 (C-22), 29.2 (C-23), 22.4 (C-24), 17.5 (C-25), 16.9 (C-26), 27.3 (C-27), 182.3 (C-28), 17.5 (C-29), 24.9 (C-30)。以上数据与文献[8]报道一致,故鉴定化合物**5**为 $2\alpha,3\alpha,19\alpha$ -三羟基-12-烯-28-乌苏酸。

化合物**6** 白色针状结晶(三氯甲烷)。mp 165 ~ 167 °C, EI-MS m/z 412 [M]⁺。分子式为 C₂₉H₄₈O。¹H-NMR (500 MHz, CDCl₃) δ : 5.35 (1H, d, J = 3.6 Hz, H-6), 5.15 (1H, dd, J = 15.2, 8.4 Hz, H-22), 5.01 (1H, dd, J = 15.2, 8.5 Hz, H-23), 3.53 (1H, m, H-3), 1.05 (3H, s, H-19), 1.03 (3H, d, J = 6.4 Hz, H-21), 0.87 (3H, d, J = 6.5 Hz, H-29), 0.84 ~ 0.81 (6H, m, H-26, 27), 0.72 (3H, s, H-18); ¹³C-NMR (125 MHz, CDCl₃) δ : 37.3 (C-1), 31.7 (C-2), 71.8 (C-3), 42.3 (C-4), 140.8 (C-5), 121.7 (C-6), 31.9 (C-7), 31.7 (C-8), 50.2 (C-9), 36.5 (C-10), 21.1 (C-11), 39.7 (C-12), 42.2 (C-13), 56.0 (C-14), 24.4 (C-15), 28.9 (C-16), 56.9 (C-17), 12.1 (C-18), 19.4 (C-19), 40.5 (C-20), 21.1 (C-21), 138.3 (C-22), 129.3 (C-23), 51.3 (C-24), 31.9 (C-25), 21.2 (C-26), 19.0 (C-27), 25.4 (C-28), 12.3 (C-29)。以上数据与文献[11]报道一致,故鉴定该化合物**6**为豆甾醇。

化合物**7** 无色针晶(石油醚-三氯甲烷-甲醇), mp 139 ~ 142 °C。分子式为 C₂₉H₅₀O。¹H-NMR (500 MHz, CDCl₃) δ : 5.36 (1H, d, J = 4.5 Hz, H-6), 3.52 (1H, m, H-3), 1.02 (3H, s, H-19), 0.94 (3H, d, J = 6.4 Hz, H-21), 0.88 ~ 0.82 (9H, m, H-26, 27, 29), 0.70 (3H, s, H-18); ¹³C-NMR (125 MHz, CDCl₃) δ : 37.3 (C-1), 31.6 (C-2), 71.8 (C-3), 42.3 (C-4), 140.8 (C-5), 121.7 (C-6), 31.9 (C-7), 31.6 (C-8), 50.2 (C-9), 36.2 (C-10), 21.1 (C-11), 28.3 (C-12), 39.8 (C-13), 56.8 (C-14), 24.3 (C-15), 39.8 (C-16), 56.1 (C-17), 12.0 (C-18), 19.4 (C-19), 36.5 (C-20), 19.4 (C-21), 34.0 (C-22), 26.1 (C-23), 45.9 (C-24), 29.2 (C-25), 19.1 (C-26), 19.8 (C-27), 23.1 (C-28), 11.9 (C-29)。以上数据与文献[12]报道一致,故鉴定该化合物**7**为 β -谷甾醇。

化合物**8** 黄色粉末(甲醇)。mp 276 ~ 278 °C, EI-MS m/z 286 [M]⁺。分子式为 C₁₅H₁₀O₆。¹H-NMR (500 MHz, CD₃OD) δ : 8.08 (2H, d, J = 8.8 Hz, H-2', 6'), 6.91 (2H, d, J = 8.8 Hz, H-3', 5'), 6.39 (1H, s, H-8), 6.19 (1H, s, H-6); ¹³C-NMR (125 MHz, CD₃OD) δ : 148.0 (C-2), 137.1 (C-3), 177.3 (C-4), 162.5 (C-5), 99.3 (C-6), 165.5 (C-7), 94.5 (C-8), 160.5 (C-9), 104.5 (C-10), 123.7 (C-1'), 130.7 (C-2', 6'), 116.3 (C-3', 5'), 158.2 (C-4')。以上数据与文献[13]报道一致,故鉴定化合物**8**为山柰酚。

化合物**9** 黄色粉末(甲醇)。mp 314 ~ 316 °C, ESI-MS m/z 303 [M + H]⁺。分子式为 C₁₅H₁₀O₇。¹H-NMR (500 MHz, DMSO-*d*₆) δ : 12.49 (1H, s, OH-5), 7.68 (1H, d, J = 2.0 Hz, H-2'), 7.54 (1H, dd, J = 8.4, 2.0 Hz, H-6'), 6.89 (1H, d, J = 8.4 Hz, H-5'), 6.41 (1H, d, J = 1.8 Hz, H-8), 6.19 (1H, d, J = 1.8 Hz, H-6); ¹³C-NMR (125 MHz, DMSO-*d*₆) δ : 148.2 (C-2), 136.2 (C-3), 176.3 (C-4), 156.6 (C-5), 98.7 (C-6), 164.3 (C-7), 93.8 (C-8), 161.2 (C-9), 103.5 (C-10), 122.4 (C-1'), 116.1 (C-2'), 145.5 (C-3'), 147.3 (C-4'), 115.5 (C-5'), 120.4 (C-6')。以上数据与文献[14-15]报道一致,故鉴定化合物**9**为槲皮素。

化合物**10** 黄色粉末(甲醇), mp 232 ~ 234 °C, ESI-MS m/z 162 [M + H]⁺。分子式为 C₉H₇NO₂。¹H-NMR (500 MHz, DMSO-*d*₆) δ : 8.00 (1H, m, H-4), 7.99 (1H, d, J = 2.6 Hz, H-2), 7.47 (1H, m, H-7), 7.19 (1H, m, H-6), 7.16 (1H, m, H-5); ¹³C-NMR (125 MHz, DMSO-*d*₆) δ : 165.9 (COOH), 132.3 (C-2), 107.3 (C-3), 121.0 (C-4), 122.3 (C-5), 112.2 (C-6), 120.6 (C-7), 126.0 (C-8), 136.4 (C-9)。以上数据与文献[16]报道一致,故鉴定化合物**10**为3-吡啶甲酸。

化合物**11** 无色针晶(石油醚-己酸乙酯), mp 187 ~ 189 °C, ESI-MS m/z 445 [M + H]⁺。¹H-NMR (500 MHz, CDCl₃) δ : 7.72 (2H, d, J = 7.5 Hz, H-3', 7'), 7.53 (1H, t, J = 7.5 Hz, H-5'), 7.45 (2H, t, J = 7.5 Hz, H-4', 6'), 7.26 (5H, m, H-5, 9), 7.16 (2H, m, H-5'', 7''), 7.07 (2H, d, J = 7.5 Hz, H-4'', 8''), 6.75 (1H, d, J = 7.0 Hz, H- β NH), 5.95 (1H, d, J = 8.2 Hz, H- α NH), 4.75 (1H, dd, J = 13.8, 7.9 Hz, H-2), 4.35 (1H, m, H-1''), 3.93 (1H, dd, J = 10.2, 5.0 Hz, H-9''), 3.82 (1H, dd, J = 10.2, 4.0 Hz, H-9''), 3.21 (1H, dd, J = 13.8, 5.8 Hz, H-3), 3.07 (1H,

dd, $J = 13.8, 8.3$ Hz, H-3), 2.75 (2H, m, H-2''); ^{13}C -NMR (125 MHz, CDCl_3) δ : 170.9 (OCOCH₃), 170.5 (C-1), 55.1 (C-2), 38.6 (C-3), 136.8 (C-4), 128.8 (C-5, 9), 129.4 (C-6, 8), 127.3 (C-7), 167.3 (C-1'), 133.6 (C-2'), 128.7 (C-3', 7'), 127.2 (C-4', 6'), 132.1 (C-5'), 49.6 (C-1''), 37.6 (C-2''), 136.7 (C-3''), 128.9 (C-4'', 8''), 129.3 (C-5'', 7''), 126.9 (C-6''), 64.7 (C-9''), 20.9 (OCOCH₃)。以上数据与文献[17]报道一致,故鉴定化合物**11**为橙黄胡椒酰胺乙酸酯。

化合物**12** 白色无定形粉末(甲醇), mp 59 ~ 61 °C, 5%的硫酸乙醇显紫红色。EI-MS m/z 270 [M]⁺。分子式为 C₁₇H₃₄O₂。 ^1H -NMR (500 MHz, CDCl_3) δ : 2.37 (2H, t, $J = 7.6$ Hz, H-2), 1.64 (2H, m, H-3), 1.27 (26H, m, 13 × CH₂), 0.90 (3H, t, $J = 6.8$ Hz, H-17); ^{13}C -NMR (125 MHz, CDCl_3) δ : 180.3 (COOH), 34.1 (C-2, C- α), 31.9 (C-3, C- β), 29.7 ~ 22.7 (13 × CH₂), 14.1 (CH₃)。以上数据与文献[18]报道一致,故鉴定化合物**12**为十七烷酸。

化合物**13** 白色无定形固体, mp 59 ~ 63 °C。EI-MS m/z 256 [M]⁺。分子式为 C₁₆H₃₂O₂。 ^1H -NMR (500 MHz, CDCl_3) δ : 2.36 (2H, t, $J = 7.5$ Hz, H-2), 1.66 (2H, m, H-3), 1.28 (24H, m, 12 × CH₂), 0.90 (3H, t, $J = 6.8$ Hz, H-17); ^{13}C -NMR (125 MHz, CDCl_3) δ : 180.6 (COOH), 34.1 (C-2, C- α), 32.0 (C-3, C- β), 29.7 ~ 22.7 (12 × CH₂), 14.1 (CH₃)。以上数据与文献[19]报道一致,故鉴定化合物**13**为十六烷酸。

[参考文献]

[1] 中国科学院《中国植物志》编委会. 中国植物志. 66卷[M]. 北京: 科学出版社, 1977: 547.
[2] 《全国中草药汇编》编辑组. 全国中草药汇编. 下册[M]. 北京: 人民卫生出版社, 1978: 474.
[3] 国家中医药管理局《中华本草》编委会. 中华本草. 19

卷[M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1999: 421.

[4] 冯建东, 陈梓铠, 李沛生. 凉粉草提取物的研究进展[J]. 农产品加工(学刊), 2013(9): 50-54, 66.
[5] 林丽华, 黄莉鑫, 谢建华. 凉粉草功能活性成分及其生物活性研究进展[J]. 食品工业科技, 2016, 37(20): 356-359.
[6] 秦立红, 郭晓宇, 范明, 等. 凉粉草中抗缺氧化学成分[J]. 沈阳药科大学学报, 2006, 23(10): 633-635.
[7] 刘素莲. 凉粉草化学成分的初步研究[J]. 中药材, 1995, 18(5): 247-248.
[8] 刘普, 段宏泉, 潘勤, 等. 委陵菜三萜成分研究[J]. 中国中药杂志, 2006, 31(22): 1875-1879.
[9] 石钰, 马养民, 康永祥, 等. 美丽芍药化学成分[J]. 中国实验方剂学杂志, 2014, 20(23): 104-106.
[10] 谭俊杰, 谭昌恒, 陈伊蕾, 等. 肾茶化学成分的研究[J]. 天然产物研究与开发, 2009, 21(4): 608-611.
[11] 刘志平, 崔建国, 刘红星, 等. 蒲葵叶化学成分研究[J]. 广西植物, 2007, 27(1): 140-142.
[12] 刘亚华, 徐君, 李齐激, 等. 对坐叶化学成分研究[J]. 中成药, 2013, 35(3): 556-559.
[13] 廖云, 李蓉涛. 洋紫荆 (*Bauhinia variegata* L.) 花的化学成分研究[J]. 天然产物研究与开发, 2013, 25(5): 634-636, 666.
[14] 董建勇, 贾建建. 赶山鞭中黄酮类化学成分研究[J]. 中国药学杂志, 2005, 40(12): 897-899.
[15] 田晓卉, 周超, 喻长远, 等. 茵陈配方颗粒中的化学成分分离鉴定[J]. 中国实验方剂学杂志, 2017, 23(3): 55-59.
[16] 郭森辉, 钟惠民, 林文翰. 中国南海海绵 *Xestospongia testudinaria* 化学成分研究[J]. 青岛科技大学学报: 自然科学版, 2007, 28(6): 502-504.
[17] 黄卫华, 李友宾, 蒋建勤. 白花蛇舌草化学成分研究[J]. 中国中药杂志, 2008, 33(5): 524-526.
[18] 李火云, 焦珂, 张鹏, 等. 拟缺香茶菜化学成分研究[J]. 中草药, 2014, 45(2): 154-160.
[19] 吴希, 夏厚林, 黄立华, 等. 香附化学成分研究[J]. 中药材, 2008, 31(7): 990-992.

[责任编辑 顾雪竹]