

# 百尾参根的化学成分研究

甘秀海<sup>1</sup>, 周欣<sup>2\*</sup>, 梁志远<sup>1</sup>, 赵超<sup>2</sup>

(1. 贵州师范学院化学与生命科学学院, 贵阳 550018;  
2. 贵州师范大学天然药物质量控制研究中心, 贵阳 550001)

**[摘要]** 目的: 研究百尾参 *Disporum cantoniense* (Lour.) Merr. 乙酸乙酯部位的化学成分。方法: 利用硅胶色谱及重结晶进行化学成分分离与纯化, 根据化合物的理化性质和光谱数据鉴定其根结构。结果: 从百尾参根中分离鉴定了6个化合物, 分别为: 大黄素甲醚 (physcion, **1**)、大黄素 (emodin, **2**)、豆甾醇 (stigmaterol, **3**)、槲皮素 (quercetin, **4**)、 $\beta$ -谷甾醇 ( $\beta$ -sitosterol, **5**)、 $\beta$ -胡萝卜苷 (daucosterol, **6**)。结论: 化合物 **1**~**4** 为首次从该植物中分离得到。

**[关键词]** 百尾参; 化学成分; 结构鉴定; 蒽醌类化合物

**[中图分类号]** R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2013)23-0140-03

**[doi]** 10.11653/syfy2013230140

**[网络出版地址]** <http://www.cnki.net/kcms/detail/11.3495.R.20130924.1441.009.html>

**[网络出版时间]** 2013-09-24 14:41

## Chemical Constituents of *Disporum cantoniense*

GAN Xiu-hai<sup>1</sup>, ZHOU Xin<sup>2\*</sup>, LIANG Zhi-yuan<sup>1</sup>, ZHAO Chao<sup>2</sup>

(1. School of Chemistry and Life Science, Guizhou Normal College, Guiyang 550018, China; 2. Research Center for Quality Control of Natural Medicine, Guizhou Normal University, Guiyang 550001, China)

**[Abstract]** **Objective:** To study the constituents of the roots of *Disporum cantoniense* in extracting with ethyl acetate. **Method:** The compounds were separated and purified by silica gel and recrystallisation. Their structures were identified by their physico-chemical properties and spectroscopic data. **Result:** Six compounds were isolated and identified as physcion (**1**), emodin (**2**), stigmaterol (**3**), quercetin (**4**),  $\beta$ -sitosterol (**5**), daucosterol (**6**). **Conclusion:** Compounds of **1-4** were obtained from this plant for the first time.

**[Key words]** *Disporum cantoniense*; chemical constituents; structure identification; anthroquinones

百尾参为百合科万寿竹属植物万寿竹的根及根茎, 是苗族习用药材。其味甘、淡, 性平, 具有润肺止

咳、健脾消积的功效, 可用于治疗虚损咳喘、痰中带血、肠风下血、食积胀满等症<sup>[1-2]</sup>。以百尾参为主药的上市复方制剂有贵州百灵生产的咳速停系列药物。目前, 关于百尾参的研究主要集中在栽培方面<sup>[3-7]</sup>, 对其化学成分的研究较少<sup>[8-10]</sup>。在前期生物活性研究的基础上<sup>[11]</sup>, 为了探究百尾参中的活性成分, 本文对百尾参化学成分进行了研究, 分离得到6个化合物, 化合物 **1**~**4** 为首次从该植物中分离得到。

### 1 材料

X-4 型双目镜显微熔点测定仪 (未校正, 北京泰克仪器有限公司), ZF<sub>7</sub> 三用紫外分析仪 (巩义市予华仪器有限责任公司), INOVO 400 MHz 型核磁共振波谱仪 (美国 Varian 公司), HP 5973 质谱仪 (美

**[收稿日期]** 20130329(008)

**[基金项目]** 贵州省科学技术基金项目(黔科合J字[2011]2314号); 贵州省科技创新人才团队建设项目(黔科合人才团队(2011)4008); 贵州省应用化学特色重点学科(黔教科研发[2012]442号); 贵州省普通高等学校特色重点实验室(黔教合KY[2012]005号)

**[第一作者]** 甘秀海, 硕士, 副教授, 从事中药有效成分及质量评价研究, Tel: 0851-5816647, E-mail: gxh200719@163.com

**[通讯作者]** \*周欣, 博士, 教授, 从事中药、民族药质量控制、中药指纹图谱以及中药新药研究, Tel: 13985028916, E-mail: alice9800@sina.com

国安捷伦公司),柱色谱硅胶(200~300目)和薄层用硅胶 GF254(青岛海洋化工厂),溶剂均为工业纯。

药材于2010年8月采自贵州省安顺市,原植物经贵州师范学院朱富寿教授鉴定为百尾参 *Disporum cantoniense*(Lour.) Merr.,标本保存于贵州师范学院药用植物研究所。

## 2 提取与分离

百尾参干燥根15 kg粉碎后,用85%工业乙醇冷浸提取3次,滤过,合并提取液,减压浓缩得浸膏1.6 kg,加入适量水分配,依次用乙酸乙酯、正丁醇萃取,减压回收溶剂,得到乙酸乙酯萃取物217 g、正丁醇萃取物386 g。乙酸乙酯萃取物经硅胶柱色谱分离,以三氯甲烷-甲醇(1:0,20:1,5:1,1:1)梯度洗脱,得到I~VI 6个部分。第II部分(56 g)经反复柱色谱,用石油醚-乙酸乙酯(10:1)洗脱、再经重结晶纯化,得到化合物1(108 mg)。第III部分(28 g)经反复柱色谱,以石油醚-乙酸乙酯(6:1)洗脱、再经重结晶纯化,得化合物2(28 mg)、3(54 mg)、5(21 mg)。第V部分(56 g)经反复柱色谱,以三氯甲烷-甲醇洗脱,再经Sephadex LH-20及重结晶纯化,得到化合物4(15 mg)、6(76 mg)。

## 3 结构鉴定

化合物1 橙黄色针状晶体(石油醚-乙酸乙酯),mp 208~210℃。分子式 $C_{16}H_{12}O_5$ ,相对分子质量284 EI-MS  $m/z$ (%):284[M]<sup>+</sup>(100),139,128,115,69,51,43。<sup>1</sup>H-NMR(500 MHz,CD<sub>3</sub>COCD<sub>3</sub>) $\delta$ :12.28,12.08(1H each,s,OH),7.58(1H,s,H-4),7.26(1H,d,J=2.3 Hz,H-5),7.07(1H,s,H-2),6.65(1H,d,J=2.3 Hz,H-7),3.85(3H,s,OCH<sub>3</sub>),2.43(3H,s,CH<sub>3</sub>);<sup>13</sup>C-NMR(125 MHz,CD<sub>3</sub>COCD<sub>3</sub>) $\delta$ :165.4(C-1),123.6(C-2),148.5(C-3),121.8(C-4),109.8(C-5),162.4(C-6),107.2(C-7),166.2(C-8),190.9(C-9),181.3(C-10),133.3(C-4a),109.6(C-8a),113.6(C-9a),135.7(C-10a),56.8(OCH<sub>3</sub>),21.3(CH<sub>3</sub>)。以上数据与文献[12]基本一致,故鉴定该化合物为大黄素甲醚。

化合物2 橙红色针晶(石油醚-乙酸乙酯),mp 260~261℃。分子式 $C_{15}H_{10}O_5$ ,相对分子质量270;EI-MS  $m/z$ (%):270[M]<sup>+</sup>(100),241,213,139,128,115,69,51。<sup>1</sup>H-NMR(500 MHz,CD<sub>3</sub>COCD<sub>3</sub>) $\delta$ :12.13,12.00,10.28(1H each,s,OH),7.49(1H,s,H-4),7.19(1H,d,J=2.3 Hz,H-5),7.07(1H,s,H-2),6.61(1H,d,J=2.3 Hz,H-7),2.42(3H,s,

CH<sub>3</sub>),<sup>13</sup>C-NMR(125 MHz,CD<sub>3</sub>COCD<sub>3</sub>) $\delta$ :165.4(C-1),120.6(C-2),148.7(C-3),124.1(C-4),108.8(C-5),162.4(C-6),108.0(C-7),165.5(C-8),190.9(C-9),181.3(C-10),133.3(C-4a),109.6(C-8a),113.6(C-9a),135.7(C-10a),21.2(CH<sub>3</sub>)。以上数据与文献[13]报道的基本一致,故将其确定为大黄素。

化合物3 白色针状晶体(石油醚-乙酸乙酯),mp 148~150℃。EI-MS  $m/z$ (%):412[M]<sup>+</sup>,271(100)。<sup>1</sup>H-NMR(400 MHz,CDCl<sub>3</sub>) $\delta$ :5.38(1H,d,J=5.0 Hz,H-6),5.15((1H,dd,J=15.4,8.0 Hz,H-22),5.02(1H,dd,J=15.4,8.0 Hz,H-23),3.52(1H,t,J=5.0 Hz,H-3),0.98(3H,d,J=7.0 Hz,21-CH<sub>3</sub>),0.86(3H,d,J=7.0 Hz,29-CH<sub>3</sub>),0.85(3H,d,J=7.0 Hz,26-CH<sub>3</sub>),0.82(3H,d,J=6.8 Hz,27-CH<sub>3</sub>),0.80(3H,s,19-CH<sub>3</sub>),0.69(3H,s,18-CH<sub>3</sub>)。以上数据与文献[14]的氢谱数据基本一致,其TLC与豆甾醇对照品对照,显色行为及R<sub>f</sub>值一致,且混合后熔点不降低,故鉴定为豆甾醇。

化合物4 黄色粉末(三氯甲烷-甲醇),mp 303~304℃。FeCl<sub>3</sub>反应显乌绿色,盐酸-镁粉反应显紫红色,其TLC喷AlCl<sub>3</sub>乙醇溶液在365 nm紫外灯下显黄色荧光。EI-MS  $m/z$ (%):302[M]<sup>+</sup>,69(100);<sup>1</sup>H-NMR(400 MHz,DMSO-*d*<sub>6</sub>) $\delta$ :12.50(1H,s,OH-5),10.82(1H,s,OH-7),9.63(1H,s,OH-3),9.40(1H,s,OH-4'),9.34(1H,s,OH-3'),7.69(1H,dd,J=2.0 Hz,8.6 Hz,H-2'),7.55(1H,dd,J=2.0 Hz,8.6 Hz,H-6'),6.89(1H,d,J=8.8 Hz,H-5'),6.42(1H,d,J=2.0 Hz,H-8),6.18(1H,d,J=2.0 Hz,H-6)。以上数据与文献[15]报道的化合物槲皮素基本一致,确定该化合物为槲皮素。

化合物5 无色针状晶体(石油醚-乙酸乙酯),mp 135~137℃。EI-MS  $m/z$ (%):414[M]<sup>+</sup>,203(100)。其TLC与 $\beta$ -谷甾醇对照品对照,显色行为及R<sub>f</sub>值一致,且混合后熔点不降低,故鉴定为 $\beta$ -谷甾醇。

化合物6 白色粉末,mp 306~309℃。Molish反应和Liebermann-Burchard反应呈阳性;其TLC与 $\beta$ -胡萝卜素对照品对照,显色行为和R<sub>f</sub>值完全一致,与其混合熔点不降低;其<sup>13</sup>C-NMR数据与[16]基本一致,故鉴定该化合物为 $\beta$ -胡萝卜素。

## [参考文献]

[1] 邱德文,杜江.中华本草.苗药卷[M].贵阳:贵州科技出版社,2005:54.

- [ 2 ] 贵州省药品监督管理局. 贵州省中药材、民族药材质量标准[S]. 贵阳:贵州科技出版社,2003:162.
- [ 3 ] 张雁萍. 安顺民族药用植物野生百尾参植株的形态特征与分布[J]. 贵州农业科学,2006,34(5):55.
- [ 4 ] 张雁萍,向波. 苗族药用植物野生百尾参间套作不同播期育苗试验[J]. 贵州农业科学,2007,35(3):55.
- [ 5 ] 张雁萍. 野生百尾参种子 2 年生植株生长发育特性研究[J]. 安徽农业科学,2008,36(5):1915.
- [ 6 ] 张雁萍. 苗族药用植物百尾参野生种子发芽育苗栽培试验[J]. 种子,2008,27(5):82.
- [ 7 ] 甘秀海,周玫,陈生科. 百尾参研究进展[J]. 贵州师范学院学报,2010,26(12):27.
- [ 8 ] CHEN L, SU Y F, YIN Z Y, et al. Flavonoids from *Disporum cantoniense*(Liliaceae)[J]. Bio System Ecol, 2009,37(5):609.
- [ 9 ] 陈磊. 百合科两种药用植物化学成分及生物活性研究[D]. 天津:天津大学,2009.
- [ 10 ] 甘秀海,周欣,梁志远,等. 不同产地百尾参挥发性成分比较研究[J]. 安徽农业科学,2012,40(2):765.
- [ 11 ] 甘秀海,梁志远,王瑞. 百尾参抑菌活性研究[J]. 贵阳学院学报:自然科学版,2012,7(1):43.
- [ 12 ] 王军宪,张元媛,陈晟,等. 假参包叶化学成分研究[J]. 中国中药杂志,2010,35(11):1435.
- [ 13 ] Coskun M, Satake T, Hori K, et al. Anthraquinone glycosides from *Rhamnus libanoticus* [ J ]. Phytochemistry,1990,29(6):2018.
- [ 14 ] 周先丽,梁成钦,徐庆. 明日叶的化学成分[J]. 中国实验方剂学杂志,2012,18(3):103.
- [ 15 ] 尉耀元. 秦岭岩白菜的化学成分(I)[J]. 中国实验方剂学杂志,2012,18(9):154.
- [ 16 ] 赵海誉,范妙璇,石晋丽. 北葶苈子化学成分研究[J]. 中草药,2010,41(1):14.
- [责任编辑 邹晓翠]

## 《中国医药导报》杂志 欢迎订阅 欢迎投稿

《中国医药导报》杂志是国家卫生和计划生育委员会主管、中国医学科学院主办的国家级医药卫生类科技核心期刊,现为旬刊,国内统一刊号:CN11-5539/R,国际标准刊号 ISSN1673-7210,邮发代号:80-372,本刊系中国科技论文统计源期刊(中国科技核心期刊)、中国学术期刊综合评价数据库统计源期刊,并被万方数据、中国知网、中国学术期刊网络出版总库、中国期刊全文数据库、解放军医学图书馆中文生物医学期刊文献数据库、中文科技期刊数据库收录。每期定价 20 元,全年 36 期,优惠价 540 元。

本刊设有专家论坛、研究进展、论著、临床研究、药理与毒理、中医中药、生物医药、病理分析、药品鉴定、制剂与技术、药物与临床、麻醉与镇痛、医学检验、影像与介入、护理研究、教学研究、药物经济学、科研管理、政策研究、医药监管等栏目,是广大医药科研、教育、临床等人员开阔视野、交流经验、增进学术交流的贴身参谋和得力助手,也是发表学术论文的园地。在本刊发表的论文可获得继续教育学分。本刊订户凭订阅单复印件投稿优先发表,来稿注明单位名称、地址、电话、联系人姓名。

社址:北京市朝阳区通惠家园惠润园(壹线国际)5-3-601 邮编:100025

投稿热线:010-59679061 59679063 发行热线:010-59679533

传真:010-59679056 投稿信箱:yyzx68@vip.163.com

网址:www.yiyaodaobao.com.cn

## 《中国当代医药》杂志 欢迎投稿 欢迎订阅

《中国当代医药》杂志是国家卫生和计划生育委员会主管,中国保健协会、当代创新(北京)-医药科学研究院主办的医药卫生专业期刊,本刊已被万方数据数字化期刊群、中国核心期刊(遴选)数据库、中国知网、中国学术期刊网络出版总库、中文科技期刊数据库全文收录,系中国学术期刊综合评价数据库统计源期刊。现为旬刊,国内刊号:CN11-5786/R,国际刊号:ISSN 1674-4721,邮发代号:2-515,定价:每期 20 元,通过本刊发行部订阅全年 36 期杂志优惠价为 540 元。

主要栏目:研究进展、论著、短篇论著、临床研究、药理与毒理、药品鉴定、药物与临床、麻醉与镇痛、医学检验、影像与介入、中医中药、护理研究、工作探讨、医护论坛等 50 多个栏目。根据全国继续医学教育委员会的《继续医学教育学分授予与管理办法》学分授予标准,在本刊发表的论文可获得国家级继续教育学分。本刊出版周期短,来稿无论录用与否均在短期内告知作者。对省、部级以上部门立项的科研论文以及本刊订户的论文予以优先刊登。本刊订户凭订阅单复印件投稿,同等条件优先录用。欢迎各医药单位、院校、厂家刊登广告。

社址:北京市朝阳区通惠家园惠润园(壹线国际)5-3-602 邮编:100025

投稿热线:010-59679076 59679077 发行热线:010-59679533 传真:010-59679056

投稿信箱:ddy@vip.163.com 网址:www.dangdaiyiyao.com(网站改版中)