

显脉羊蹄甲中酚酸类成分研究

赵巧丽¹, 吴增宝¹, 郑智慧², 路新华², 梁 鸿^{1*}, 程 伟¹, 张庆英¹, 赵玉英¹

(1. 北京大学药学院天然药物及仿生药物国家重点实验室, 北京 100191;

2. 华北制药集团新药研究开发有限责任公司, 河北 石家庄 050015)

摘要: 为了研究显脉羊蹄甲中抗糖尿病活性成分, 采用硅胶、ODS、MCI 以及 Sephadex LH-20 等柱色谱方法从显脉羊蹄甲 95%乙醇提取物中分离得到 11 个酚酸类成分, 其结构经多种波谱技术鉴定为 6'-*O*-没食子酰基葡萄糖异丙苷 (1)、6'-*O*-没食子酰基葡萄糖乙苷 (2)、3, 4, 5-三甲氧基苯酚-1-*O*-β-*D*-(6'-*O*-没食子酰基) 吡喃葡萄糖苷 (3)、3, 4, 5-三甲氧基苯酚葡萄糖苷 (4)、没食子酸 (5)、没食子酸甲酯 (6)、没食子酸乙酯 (7)、原儿茶酸 (8)、3, 5-二甲氧基-4-羟基苯甲酸 (9)、erigeside C (10) 和丁香酸葡萄糖苷 (11)。化合物 1 为新化合物, 化合物 2、10 和 11 为首次从羊蹄甲属植物中分离得到, 其余化合物为首次从该植物中分离得到。化合物 6 和 8 对蛋白酪氨酸磷酸酶 1B (protein tyrosine phosphatase1B, PTP1B) 显示较好的抑制活性, 其 IC₅₀ 值分别为 72.3 和 54.1 μmol·L⁻¹。

关键词: 显脉羊蹄甲; 酚酸; 6'-*O*-没食子酰基葡萄糖异丙苷; 蛋白酪氨酸磷酸酶 1B

中图分类号: R284.1

文献标识码: A

文章编号: 0513-4870 (2011) 08-0946-05

Phenolic acid derivatives from *Bauhinia glauca* subsp. *pernervosa*

ZHAO Qiao-li¹, WU Zeng-bao¹, ZHENG Zhi-hui², LU Xin-hua², LIANG Hong^{1*}, CHENG Wei¹,
ZHANG Qing-ying¹, ZHAO Yu-ying¹

(1. State Key Laboratory of Natural and Biomimetic Drugs, School of Pharmaceutical Sciences,
Peking University, Beijing 100191, China;

2. New Drug Research and Development Co., Ltd., North China Pharmaceutical Group Corporation, Shijiazhuang 050015, China)

Abstract: To study the chemical constituents of *Bauhinia glauca* subsp. *pernervosa*, eleven phenolic acids were isolated from a 95% ethanol extract by using a combination of various chromatographic techniques including column chromatography over silica gel, ODS, MCI, Sephadex LH-20, and semi-preparative HPLC. By spectroscopic techniques including ¹H NMR, ¹³C NMR, 2D NMR, and HR-ESI-MS, these compounds were identified as isopropyl *O*-β-(6'-*O*-galloyl)-glucopyranoside (1), ethyl *O*-β-(6'-*O*-galloyl)-glucopyranoside (2), 3, 4, 5-trimethoxyphenyl-(6'-*O*-galloyl)-*O*-β-*D*-glucopyranoside (3), 3, 4, 5-trimethoxyphenyl-β-*D*-glucopyranoside (4), gallic acid (5), methyl gallate (6), ethyl gallate (7), protocatechuic acid (8), 3, 5-dimethoxy-4-hydroxybenzoic acid (9), erigeside C (10) and glucosyringic acid (11). Among them, compound 1 is a new polyhydroxyl compound; compounds 2, 10, and 11 were isolated from the genus *Bauhinia* for the first time, and the other compounds were isolated from the plant for the first time. Compounds 6 and 8 showed significant protein tyrosine phosphatase1B (PTP1B) inhibitory activity *in vitro* with the IC₅₀ values of 72.3 and 54.1 μmol·L⁻¹, respectively.

Key words: *Bauhinia glauca* subsp. *pernervosa*; phenolic acid; isopropyl *O*-β-(6'-*O*-galloyl)-glucopyranoside; protein tyrosine phosphatase1B

收稿日期: 2011-03-31.

基金项目: 国家自然科学基金资助项目 (20872007).

*通讯作者 Tel / Fax: 86-10-82801592, E-mail: nmechem@bjmu.edu.cn

显脉羊蹄甲 (*Bauhinia glauca* Benth. subsp. *pernervosa*) 为豆科 (Leguminosae) 羊蹄甲属 (*Bauhinia* Linn.) 植物, 民间称大夜关门, 性温, 味辛、甘、酸、微苦^[1]。补肾气, 提神, 止血, 镇咳。其叶治脱肛及子宫脱垂, 其根治咳嗽、血崩、遗精滑精及遗尿^[2], 我国西南民间用于治疗糖尿病。前期药理研究表明显脉羊蹄甲乙醇提取物对 2 型糖尿病小鼠具有降低血糖、尿糖作用, 且具有显著的促胰岛 β 细胞增殖以及抑制 PTP1B 活性, 从显脉羊蹄甲乙醇提取物中分离得到 14 个查耳酮及二氢黄酮类化合物^[3, 4], 进一步的化学成分研究又从 95% 乙醇提取物中分离得到 11 个酚酸类化合物, 其中化合物 **1** 为新化合物, 化合物 **2**、**10**、**11** 为首次从羊蹄甲属植物中分离得到, 其余化合物均为首次从该植物中分离得到。

化合物 1 白色无定形粉末。紫外光谱在 275 nm 显示最大吸收。正离子 ESI-TOF-MS 给出准分子离子峰 m/z : 397 $[M+Na]^+$, 398 $[M+Na+H]^+$, 771 $[2M+Na]^+$, 确定分子量为 374; HR-ESI-MS m/z : 397.111 6 $[M+Na]^+$, 771.230 0 $[2M+Na]^+$ 给出分子式为 $C_{16}H_{22}O_{10}$, 不饱和度为 5。红外光谱显示该化合物结构中含有酚羟基 (3408 cm^{-1})、羰基 (1699 cm^{-1}) 和苯环 ($1616, 1516, 1448\text{ cm}^{-1}$)。 ^1H NMR 谱显示对称芳香质子信号 δ 6.95 (2H, s), ^{13}C NMR 谱显示 1 个羰基碳信号 δ 165.8, 4 个芳香碳信号 δ 119.5、108.6、145.5、138.4, 提示含有没食子酰基结构片段; ^1H NMR 谱显示一组糖上质子信号 δ 4.24 (1H, d, $J = 8.0\text{ Hz}$), 4.40 (1H, d, $J = 11.2\text{ Hz}$), 4.21 (1H, dd, $J = 6.0, 11.2\text{ Hz}$), 2.95 (1H, t, $J = 8.0\text{ Hz}$), 3.17 (1H, m), 3.20 (1H, m), 3.41 (1H, m), ^{13}C NMR 谱显示糖上碳信号 δ 101.5, 76.6, 73.6, 73.4, 70.1, 63.7, 根据端基氢的偶合常数 $J = 8.0\text{ Hz}$ 和典型的 ^1H NMR 和 ^{13}C NMR 化学位移值, 确定含有 β -D-葡萄糖结构片段; 此外, ^1H NMR 谱还显示 2 个甲基质子信号 δ 1.11 (3H, d, $J = 4.0\text{ Hz}$), 1.09 (3H, d, $J = 4.0\text{ Hz}$) 和 1 个连氧次甲基质子信号 δ 3.84 (1H, m), ^{13}C NMR 谱显示相应的碳信号 δ 70.7, 23.5, 22.0, 提示存在异丙基结构片段。分析 HSQC 和 HMBC 谱归属化合物 **1** 的 ^1H 和 ^{13}C NMR 数据 (表 1)。在 HMBC 谱中, 糖上质子信号 δ 4.40 (H-6'a) 和 4.21 (H-6'b) 均与羰基碳信号 δ 165.8 相关, 表明没食子酰基连接在糖的 6 位。HMBC 谱中, 糖上端基质子信号 δ 4.24 (H-1') 与次甲基碳信号 δ 70.7 相关, 次甲基质子信号 δ 3.84 与糖端基碳信号 δ 101.5 相关, 两个甲基质子信号 δ 1.11 和 1.09 分别与次甲基碳信号 δ 70.7 相关并互相之间相关, 确定糖连接在异丙醇上。因此, 化

合物 **1** 的结构确定为 6'-O-没食子酰基葡萄糖异丙苷 (isopropyl O- β -(6'-O-galloyl)-glucopyranoside), 为新化合物 (图 1)。

PTP1B 是典型的非受体型 PTPase 家族的成员之一, 其在胰岛素信号通路中起着重要的负调控作用, 是治疗糖尿病和肥胖症的新靶点。为了寻找具有 PTP1B 抑制活性的天然产物, 本研究对从显脉羊蹄甲中得到的化合物 **2**、**4**、**6**、**8**~**11** 进行了体外 PTP1B 抑制活性研究, 结果 (表 2) 显示化合物 **6** 和 **8** 具有较好的抑制活性, IC_{50} 值分别为 72.3 和 54.1 $\mu\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 。

Table 1 ^1H and ^{13}C NMR data of **1** (DMSO- d_6) (J in Hz)

No.	δ_{H}	δ_{C}	HMBC
1	1.11 (d, 4.0)	23.5	C-2/C-3
2	3.84 (m)	70.7	C-1'
3	1.09 (d, 4.0)	22.0	C-1/C-2
1'	4.24 (d, 8.0)	101.5	C-2
2'	2.95 (t, 8.0)	73.4	C-1'/C-3'/C-4'
3'	3.17 (m)	76.6	C-2'/C-4'
4'	3.20 (m)	70.1	C-3'
5'	3.41 (m)	73.6	C-4'
6'	4.40 (d, 11.2), 4.21 (dd, 11.2, 6.0)	63.7	C-4'/C-5'/C-7''
1''		119.5	
2''	6.95 (s)	108.6	C-1''/C-3''/C-4''/C-6''/C-7''
3''		145.5	
4''		138.4	
5''		145.5	
6''	6.95 (s)	108.6	C-1''/C-2''/C-4''/C-5''/C-7''
7''		165.8	

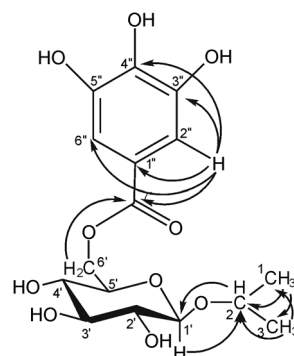


Figure 1 The structure and key HMBC correlations of compound **1**

实验部分

1 仪器和材料

紫外光谱由岛津 260 型和 MD-1501 型紫外分光光度计测定; 红外光谱采用 KBr 压片法在 Nicolet

Table 2 Inhibitory effects of isolated compounds **1-11** against PTP1B. ^aN.D.: Not determined; ^bThe concentration is 40 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$; ^cControl

Compd.	Inhibitory effect (IC ₅₀)/ $\mu\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$	Compd.	Inhibitory effect (IC ₅₀)/ $\mu\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$
1	N.D. ^a	7	N.D.
2	22.8% ^b	8	54.1
3	N.D.	9	29.7% ^b
4	-1.0% ^b	10	48.4% ^b
5	N.D.	11	28.7% ^b
6	72.3	Na ₃ VO ₄ ^c	4.0

NEXUS-470 红外光谱仪上测定; ¹H NMR 和 ¹³C NMR 谱由 Bruker VXR-300 型和 AVANCE III 400 型核磁共振仪测定, TMS 为内标; ESI-TOF-MS 由 AB 公司 QSTAR 质谱仪测定; 高分辨质谱由 Bruker APEX IV 7.0T 型质谱仪测定; 旋光值由 Rudolph research analytical Autopol III, Automatic polarimeter 旋光仪测定。HPLC 半制备色谱仪: Waters 600 高效液相系统 (Waters 600 pump, 600 Controller, 486 Tunable Absorbance Detector)。

提取分离用甲醇、氯仿、丙酮、乙酸乙酯等均为北京化工厂分析纯产品, 高效液相色谱用乙腈为天津彪仕奇科技发展有限公司产品, 水为本校公卫中心实验室超纯水。薄层色谱和柱色谱用硅胶均为青岛海洋化工厂产品; Sephadex LH-20 为 GE Healthcare 产品, 大孔吸附树脂 (HP-20) 为北京慧德易科技有限公司产品, 反相硅胶 YMC GEL ODS-A (75 μm) 为 YMC 公司产品, MCI 为成都科谱生物有限公司产品, Na₃VO₄ 购自 Merck 公司, 人 PTP1B 酶为华北制药集团新药研究开发中心重组表达于大肠杆菌并分离纯化。

显脉羊蹄甲药材于 2004 年采自重庆, 由重庆药用植物研究所易思荣研究员鉴定为豆科羊蹄甲属植物显脉羊蹄甲 *Bauhinia glauca* subsp. *pernervosa* 的茎, 样品保存在北京大学药学院天然药物学系。

2 提取分离

显脉羊蹄甲茎 (11.0 kg) 粉碎后, 用 95% 乙醇渗漉提取, 提取液经薄膜蒸发浓缩后以水混悬, 依次用石油醚、乙酸乙酯、正丁醇萃取, 分别得到石油醚部分 80.0 g、乙酸乙酯部分 500.0 g 和正丁醇部分 850.0 g。将乙酸乙酯部分 500.0 g 进行硅胶柱色谱分离, 以不同体积比例的氯仿-甲醇梯度洗脱, 再反复运用硅胶、ODS、Sephadex LH-20 及半制备 HPLC 等色谱方法分离纯化, 得到化合物 **3** (9.0 mg)、**5** (230.0 mg)、**7** (5.0 g) 和 **8** (14.0 mg); 将正丁醇部分

850.0 g 进行大孔吸附树脂柱色谱分离, 采用乙醇-水 (0%, 10%, 30%, 50%, 70%, 95%) 梯度洗脱, 再反复运用 Sephadex LH-20、ODS、MCI 柱色谱及半制备 HPLC 等色谱方法分离纯化, 得到化合物 **1** (3.0 mg)、**2** (15.0 mg)、**4** (75.0 mg)、**6** (8.0 mg)、**9** (6.0 mg)、**10** (5.0 mg) 和 **11** (4.2 mg)。

3 结构鉴定

化合物 1 白色无定形粉末 (甲醇)。[α]_D²⁵ -28.7 (*c* 0.14, MeOH); UV (MeOH) λ_{max} nm: 275; IR (cm⁻¹): 3 408, 1 699, 1 616, 1 448, 1 383, 1 352, 1 237, 1 043; 正离子 ESI-TOF-MS *m/z*: 397 [M+Na]⁺, 398 [M+Na+H]⁺, 771 [2M+Na]⁺; HR-ESI-MS *m/z*: 397.111 6 [M+Na]⁺, 771.230 0 [2M+Na]⁺。 ¹H NMR (400 MHz, DMSO-*d*₆) 和 ¹³C NMR (100 MHz, DMSO-*d*₆) 数据见表 1。

化合物 2 白色无定形粉末 (甲醇)。UV (MeOH) λ_{max} nm: 275。正离子 ESI-TOF-MS *m/z*: 383 [M+Na]⁺, 384 [M+Na+H]⁺, 743 [2M+Na]⁺。 ¹H NMR (400 MHz, DMSO-*d*₆) δ : 6.95 (2H, s, H-2''), 4.41 (1H, d, *J* = 11.2 Hz, H-6'a), 4.21 (1H, dd, *J* = 11.2, 5.6 Hz, H-6'b), 4.19 (1H, d, *J* = 7.6 Hz, H-1'), 3.75 (1H, m, H-1a), 3.50 (1H, m, H-1b), 3.40 (1H, m, H-5'), 3.20 (1H, m, H-4'), 3.17 (1H, m, H-3'), 2.99 (1H, t, *J* = 8.0 Hz, H-2'), 1.12 (3H, t, *J* = 6.8 Hz, H-2)。 ¹³C NMR (100 MHz, DMSO-*d*₆) δ : 63.6 (C-1), 15.1 (C-2), 102.7 (C-1'), 73.3 (C-2'), 76.5 (C-3'), 69.9 (C-4'), 73.7 (C-5'), 64.0 (C-6'), 119.4 (C-1''), 108.6 (C-2''), 145.5 (C-3''), 138.4 (C-4''), 145.5 (C-5''), 108.6 (C-6''), 165.7 (C-7'')。以上数据与文献^[5]报道数据基本一致, 鉴定其为 6'-*O*-没食子酰基葡萄糖乙苷。

化合物 3 白色羽状结晶 (甲醇)。UV (MeOH) λ_{max} nm: 271。 ¹H NMR (300 MHz, DMSO-*d*₆) δ : 9.29 (2H, s, 2OH), 9.00 (1H, s, OH), 6.94 (2H, d, *J* = 1.5 Hz, H-2'', 6''), 6.29 (2H, d, *J* = 1.5 Hz, H-2, 6), 4.92 (1H, d, *J* = 7.2 Hz, glc H-1'), 4.47 (1H, d, *J* = 11.7 Hz, H-6'a), 4.26 (1H, dd, *J* = 12.0, 5.7 Hz, H-6'b), 3.74 (1H, m, H-5'), 3.64 (6H, s, OMe-3, 5), 3.56 (3H, s, OMe-4), 3.31 (3H, m, H-3', 4', 5')。 ¹³C NMR (75 MHz, DMSO-*d*₆) δ : 153.7 (C-1), 94.1 (C-2, 6), 153.1 (C-3, 5), 132.5 (C-4), 100.6 (C-1'), 73.2 (C-2'), 76.2 (C-3'), 69.6 (C-4'), 73.8 (C-5'), 63.6 (C-6'), 119.4 (C-1''), 108.6 (C-2'', 6''), 145.6 (C-3''), 5''), 138.5 (C-4''), 165.8 (C-7''), 60.1 (3, 5-OMe), 55.6 (4-OMe)。以上数据与文献^[6]报道数据基本一致, 鉴定其为 3, 4, 5-三甲氧基苯酚-1-*O*- β -D-(6'-*O*-没食子酰基)吡喃葡萄糖苷。

化合物 4 白色粉末。UV (MeOH) λ_{max} nm: 270。

^1H NMR (400 MHz, $\text{DMSO}-d_6$) δ : 6.38 (2H, s, H-2, 6), 5.28 (d, $J = 4.8$ Hz, OH), 5.11 (d, $J = 4.8$ Hz, OH), 5.04 (d, $J = 4.8$ Hz, OH), 4.65 (t, $J = 6.0$ Hz, OH), 4.78 (1H, d, $J = 7.2$ Hz, H-1'), 3.73 (6H, s, 3, 5-OCH₃), 3.71 (1H, m, H-6'a), 3.58 (3H, s, 4-OCH₃), 3.43 (1H, m, H-6'b), 3.33 (1H, m, H-2'), 3.23 (2H, m, H-3', 5'), 3.09 (1H, m, H-4'). ^{13}C NMR (100 MHz, $\text{DMSO}-d_6$) δ : 153.9 (C-1), 94.4 (C-2, 6), 153.1 (C-3, 5), 132.4 (C-4), 101.0 (C-1'), 73.2 (C-2'), 76.8 (C-3'), 70.1 (C-4'), 77.2 (C-5'), 60.9 (C-6'), 60.1 (4-OCH₃), 55.7 (3, 5-OCH₃)。以上数据与文献^[7]报道数据基本一致, 鉴定其为 3, 4, 5-三甲氧基苯酚葡萄糖苷。

化合物 5 白色针状结晶 (甲醇)。UV (MeOH) λ_{max} nm: 271。 ^1H NMR (300 MHz, $\text{DMSO}-d_6$) δ : 9.66 (3H, br s, 3OH), 6.92 (2H, s, H-2, 6)。与没食子酸对照品共 TLC 及 HPLC 检识, TLC 的 R_f 值、HPLC 保留时间及紫外吸收与对照品一致, 鉴定其为没食子酸。

化合物 6 黄色粉末。 ^1H NMR (400 MHz, $\text{DMSO}-d_6$) δ : 6.92 (2H, s, H-2, 6), 3.73 (3H, s, OCH₃)。与没食子酸甲酯对照品共 TLC 及 HPLC 检识, TLC 的 R_f 值、HPLC 保留时间及紫外吸收一致, 鉴定其为没食子酸甲酯。

化合物 7 白色针状结晶。UV (MeOH) λ_{max} nm: 271。 ^1H NMR (300 MHz, $\text{DMSO}-d_6$) δ : 9.26 (3H, br s, OH), 6.94 (2H, s, H-2, 6), 4.20 (2H, q, $J = 7.2$ Hz, CH₂), 1.27 (3H, t, $J = 7.2$ Hz, CH₃)。 ^{13}C NMR (75 MHz, $\text{DMSO}-d_6$) δ : 119.6 (C-1), 108.4 (C-2, 6), 145.6 (C-3, 5), 138.3 (C-4), 165.8 (C=O), 60.0 (CH₂), 14.3 (CH₃)。以上数据与文献^[8]报道数据基本一致, 鉴定其为没食子酸乙酯。

化合物 8 无色针晶 (甲醇)。UV (MeOH) λ_{max} nm: 259, 291。 ^1H NMR (300 MHz, $\text{DMSO}-d_6$) δ : 12.17 (1H, s, COOH), 9.39 (2H, s, OH), 7.34 (1H, d, $J = 1.2$ Hz, H-2), 7.29 (1H, dd, $J = 8.4, 1.2$ Hz, H-6), 6.78 (1H, d, $J = 8.4$ Hz, H-5)。 ^{13}C NMR (75 MHz, $\text{DMSO}-d_6$) δ : 121.7 (C-1), 116.6 (C-2), 144.9 (C-3), 150.0 (C-4), 115.2 (C-5), 121.9 (C-6), 167.4 (C=O)。以上数据与文献^[9]报道数据基本一致, 鉴定其为原儿茶酸。

化合物 9 白色针状结晶 (甲醇)。UV (MeOH) λ_{max} nm: 271。 ^1H NMR (300 MHz, $\text{DMSO}-d_6$) δ : 7.20 (2H, s, H-2, 6), 3.80 (6H, s, 3, 5-OMe)。 ^{13}C NMR (75 MHz, $\text{DMSO}-d_6$) δ : 120.6 (C-1), 106.8 (C-2, 6), 147.4 (C-3, 5), 140.0 (C-4), 167.4 (C=O), 55.9 (3, 5-OMe)。以上数据与文献^[10]报道数据基本一致, 鉴定其为 3, 5-

二甲氧基-4-羟基苯甲酸。

化合物 10 白色粉末。UV (MeOH) λ_{max} nm: 283。 ^1H NMR (300 MHz, CD_3OD) δ : 7.39 (2H, s, H-2, 6), 5.69 (1H, d, $J = 8.1$ Hz, glc H-1'), 3.89 (6H, s, 3, 5-OMe), 3.70 (1H, dd, $J = 12.3, 4.5$ Hz, H-6'), 3.51 (1H, m, H-6'), 3.34~3.51 (4H, m, H-2', 3', 4', 5')。 ^{13}C NMR (75 MHz, $\text{DMSO}-d_6$) δ : 120.6 (C-1), 108.5 (C-2, 6), 148.9 (C-3, 5), 142.5 (C-4), 166.7 (C-7), 96.2 (C-1'), 74.0 (C-2'), 78.0 (C-3'), 71.1 (C-4'), 78.9 (C-5'), 62.3 (C-6'), 56.8 (3, 5-OMe)。 ^{13}C NMR 数据与文献^[11]报道数据基本一致, 鉴定其为 erigeside C。

化合物 11 白色粉末。UV (MeOH) λ_{max} nm: 259。 ^1H NMR (300 MHz, CD_3OD) δ : 7.35 (2H, s, H-2, 6), 5.06 (1H, d, $J = 7.6$ Hz, glc H-1'), 3.88 (6H, s, 3, 5-OMe), 3.77 (1H, dd, $J = 12.0, 2.4$ Hz, H-6'a), 3.64 (1H, dd, $J = 12.0, 5.2$ Hz, H-6'b), 3.49 (1H, m, H-2'), 3.40 (2H, m, H-3', 4'), 3.21 (1H, m, H-5')。 ^{13}C NMR (75 MHz, $\text{DMSO}-d_6$) δ : 169.5 (C=O), 128.1 (C-1), 108.6 (C-2, 6), 154.1 (C-3, 5), 140.0 (C-4), 104.5 (C-1'), 75.7 (C-2'), 78.5 (C-3'), 71.4 (C-4'), 77.9 (C-5'), 62.5 (C-6'), 57.0 (3, 5-OMe)。 ^{13}C NMR 数据与文献^[12]报道数据基本一致, 鉴定其为丁香酸葡萄糖苷。

4 PTP1B 活性研究

以 $5 \text{ mmol} \cdot \text{L}^{-1}$ 对硝基苯磷酸二钠 (pNPP) 为反应底物, 在 $0.01 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ NaAc-HAc (pH 5.0)、 $1 \text{ mmol} \cdot \text{L}^{-1}$ EDTA 钠盐体系中, 加入人重组 PTP1B 催化域蛋白, 37°C 反应 15 min 后, 用酶标仪测定 405 nm 下的光吸收。人重组 PTP1B 催化域蛋白活性单位与酶反应前后体系中吸收度的变化 (ΔA) 呈线性关系。通过测定加入样品后体系中吸收度的变化 (ΔA) 即可测得样品对 PTP1B 的抑制活性^[13]。

References

- [1] Wu DL, Chen BY, Hu JQ, et al. Flora of China: Vol 39 (中国植物志: 第 39 卷) [M]. Beijing: Science Press, 1988: 145, 196.
- [2] Guizhou Institute of Traditional Chinese Medicine. Guizhou Herbs (贵州草药) [M]. Guiyang: Guizhou People's Publishing House, 1970: 450.
- [3] Wu ZB, Wang B, Zhao YY, et al. Chalcones from *Bauhinia glauca* subsp. *pernervosa* [J]. China J Chin Mater Med (中国中药杂志), 2009, 34: 1676-1678.
- [4] Wu ZB, Zhao YY, Yang XW, et al. Flavonoids from *Bauhinia glauca* subsp. *pernervosa* [J]. Chem Pharm Bull, 2009, 57: 628-631.

- [5] Kang QJ, Yang XW, Wu SH, et al. Chemical constituents from the stem bark of *Trewia nudiflora* L. and their antioxidant activities [J]. *Planta Med*, 2008, 74: 445-448.
- [6] Verotta L, Dell'Agli M, Giolito A, et al. *In vitro* antiplasmodial activity of extracts of *Tristanopsis* species and identification of the active constituents: ellagic acid and 3, 4, 5-trimethoxyphenyl-(6'-*O*-galloyl)-*O*- β -D-glucopyranoside [J]. *J Nat Prod*, 2001, 64: 603-607.
- [7] Steinbeck C, Schneider C, Rotscheidt K, et al. A 4-methyl-7-hydroxyphthalide glycoside and other constituents from *Quillaja saponaria molina* [J]. *Phytochemistry*, 1995, 40: 1313-1315.
- [8] Deng AJ, Qing HL. Studies on chemical constituents of fruits of *Bridelia tomentosa* [J]. *China J Chin Mater Med* (中国中药杂志), 2008, 33: 158-160.
- [9] Zheng D, Zhang XQ, Wang Y, et al. Chemical constituents of the aerial parts of *Blumea riparia* [J]. *Chin J Nat Med* (中国天然药物), 2007, 5: 421-424.
- [10] Wang YC, Zhou J. Chemical constituents of *Curvedflower chasalis* bark (*Chasalis curviflora*) [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 1999, 30: 644-645.
- [11] Su DM, Tang WZ, Yu SS, et al. Water-soluble constituents from roots of *Capparis tenera* [J]. *China J Chin Mater Med* (中国中药杂志), 2008, 33: 1021-1023.
- [12] Li J, Jiang Y, Tu PF. Studies on chemical constituents from roots of *Polygala tricornis* [J]. *China J Chin Mater Med* (中国中药杂志), 2006, 31: 45-47.
- [13] Ye DJ, Zhang Y, Wang F, et al. Novel thiophene derivatives as PTP1B inhibitors with selectivity and cellular activity [J]. *Bioorg Med Chem*, 2010, 18: 1773-1782.

欢迎订阅 2012 年《药学报》

《药学报》(CN: 11-2163/R, ISSN: 0513-4870)是由中国药学会主办、中国医学科学院药物研究所承办、国内外公开发行的药学综合性学术期刊。辟有栏目: 述评和综述、研究论文、研究简报、学术动态。本刊自 1953 年创刊以来,一直报道药学领域原始性、创新性科研成果,旨在促进国内外学术交流。刊登论文内容包括药理学、合成药物化学、天然药物化学、药物分析学、药剂学、生药学等。

《药学报》为我国自然科学核心期刊,据中国科学引文数据库的统计数据,在中国科技核心期刊排名表中,《药学报》名列前茅,在药学类期刊中居首位;本刊已被世界主要检索系统收录,为我国药学界高水平的学术刊物,在国际上享有一定知名度。本刊 1999 年荣获首届“国家期刊奖”,2001 年入选中国期刊方阵“双高”(高知名度、高学术水平)期刊;2002 年被评为第二届“国家期刊奖百种重点科技期刊”,并荣获第三届“中国科技优秀期刊奖”二等奖;2002~2009 年连续 8 届荣获“百种中国杰出学术期刊”称号;2008~2010 年获得中国科协精品科技期刊工程项目资助(B类);2011 年荣获第二届中国出版政府奖期刊奖提名奖。

本刊为 128 页,月刊,大 16 开本。每期定价 40 元,全年定价 480 元。国内邮发代码: 2-233,国外代码: M105。欢迎广大作者踊跃投稿,欢迎广大读者订阅。可采用的订阅方式如下:

- 通过当地邮局;
- 通过 E-mail (yxxb@imm.ac.cn) 或从网上 (www.yxxb.com.cn) 下载订阅单,填好后寄至编辑部;
- 通过本刊编辑部,联系人: 李淑芬、张晓晔

电话: 86-10-63165208, 传真: 86-10-63026192

编辑部地址: 北京市先农坛街 1 号《药学报》编辑部

邮编: 100050