

文章编号: 10062858(2008)012003205

毛金竹叶提取物化学成分的分离与鉴定

孙武兴, 李 铄, 李 宁, 孟大利

(沈阳药科大学 中药学院, 辽宁 沈阳 110016)

摘要: 目的 分离、鉴定毛金竹(*Phyllostachys nigra* (Loddl ex Lindl) Munro var *henonis* (Mitfl) Stepf ex Rendle) 竹叶提取物的化学成分。方法 采用反复硅胶柱色谱、Sephadex LH20 柱色谱、开放 ODS 柱色谱、制备薄层色谱等方法进行分离纯化, 并通过理化性质和光谱数据鉴定其化学结构。结果 从其乙酸乙酯萃取层和正丁醇萃取层分离得到 12 个化合物, 分别鉴定为 B-谷甾醇(*B₅sitosterol*, 1)、苜蓿素(*tricin*, 2)、胡萝卜苷(*daucosterol*, 3)、丁二酸(*butanedioic acid*, 4)、胸腺嘧啶(*2methyluracil*, 5)、苜蓿素-7-O-β-D-吡喃葡萄糖苷(*tricin-7-O-β-D-glucopyranoside*, 6)、牡荆苷(*vitexin*, 7)、苜蓿素-7-O-新橙皮糖苷(*tricin-7-O-neohesperidoside*, 8)、荭草苷(*orientin*, 9)、异荭草苷(*isorientin*, 10)、尿嘧啶(*uracil*, 11)、胸腺嘧啶脱氧核苷(*thymidine*, 12)。结论 化合物 4~ 6、8、11、12 为首次从该属植物中分离得到。

关键词: 成分分离; 结构鉴定; 毛金竹; 化学成分; 竹叶

中图分类号: R 2841.1; R914 **文献标志码:** A

毛金竹, 又名金毛竹、毛巾竹(浙江)、淡竹(5图经本草6), 为禾本科(*Graminae*)竹亚科(*Bambusoideae*)刚竹属(*Phyllostachys*)植物 *Phyllostachys nigra* (Loddl ex Lindl) Munro var *henonis* (Mitfl) Stepf. ex Rendle, 其主要产于我国黄河、长江以南的丘陵山区, 同属不同种植物较杂。近些年来, 国内学者对不同种竹叶的药理活性进行了研究, 发现该毛金竹竹叶具有抗菌、抗衰老及抗氧化作用^[1-3], 并对该竹种竹叶中的有机化学成分、矿物质元素进行了预试和挥发性成分分析^[4-5]。为研究开发这一资源, 本课题组对毛金竹竹叶提取物进行了系统的化学成分研究。继前报道一新化合物的分离和结构测定后^[6], 本文进一步报道新分离得到的 12 个化合物。根据理化性质和光谱数据, 分别鉴定为 B-谷甾醇(*B₅sitosterol*, 1)、苜蓿素(*tricin*, 2)、胡萝卜苷(*daucosterol*, 3)、丁二酸(*butanedioic acid*, 4)、胸腺嘧啶(*2methyluracil*, 5)、苜蓿素-7-O-β-D-吡喃葡萄糖苷(*tricin-7-O-β-D-glucopyranoside*, 6)、牡荆苷(*vitexin*, 7)、苜蓿素-7-O-新橙皮糖苷(*tricin-7-O-neohesperidoside*, 8)、荭草苷(*orientin*, 9)、异荭草苷(*isorientin*, 10)、尿嘧啶(*uracil*, 11)、胸腺嘧啶脱氧核苷(*thymidine*, 12)。化合物 4~ 6、8、11、12 为首次从该属植物中分离得到。

1 仪器与材料

核磁共振光谱用 Bruker-ARX-300 型和 Bruker-AV-600 型核磁共振仪测定(瑞士布鲁克公司, TMS 内标), 熔点用 Yanaco MP-S₃ 显微熔点测定仪测定(温度未校正, 日本芝山制作所)。

薄层色谱硅胶 GF₂₅₄ 和柱层层析硅胶(50~71 Lm, 青岛海洋化工厂)。其他试剂(分析纯, 市售)。所用竹叶提取物(浅黄色粉末, 有淡竹叶气味, 总黄酮含量质量分数 \ 18%, 批号 20060529, 杭州浙大力夫生物科技有限公司), 提取物所用原植物由中国林科院亚热带林业研究所傅懋毅研究员鉴定。

2 提取分离

毛金竹竹叶提取物 200 g, 等体积蒸馏水溶解, 水溶液依次以乙酸乙酯、水饱和的正丁醇反复萃取 3 次, 回收溶剂, 得乙酸乙酯萃取层 2415 g、正丁醇萃取层 4316 g、水层 130 g。

乙酸乙酯萃取层经反复硅胶柱色谱、Sephadex LH-20 柱色谱、开放 ODS 柱色谱、制备薄层色谱法, 以氯仿-甲醇、氯仿-丙酮、甲醇-水等溶剂系统进行梯度洗脱和展开, 经重结晶处理得到化合物 1~ 7、11、12。

收稿日期: 2007203209

作者简介: 孙武兴(1972), 男(汉族), 陕西咸阳人, 硕士研究生, E2mail sunwuxing@163.com; 李铄(1940), 男(汉族), 辽宁大连人, 教授, 主要从事天然药物化学研究, Tel. 024223986476, E2mail proflixian@163.com。

正丁醇萃取层经大孔吸附树脂、反复硅胶柱色谱、Sephadex LH-20 柱色谱、开放 ODS 柱色谱,以氯仿-甲醇-水、氯仿-甲醇、甲醇-水等溶剂系统进行梯度洗脱,经重结晶处理得到化合物 8~10。

3 结构鉴定

化合物 1: 无色针状结晶(氯仿-甲醇), mp 13810~13910 e, Liebermann-Burchard 反应呈阳性,体积分数为 10% 的硫酸乙醇溶液显紫色。经与 B-谷甾醇标准品共薄层,在 3 种溶剂系统中 Rf 一致,混合熔点不下降,故鉴定化合物 1 为 B-谷甾醇。

化合物 2: 浅黄色针状结晶(氯仿-甲醇), mp 29110~29210 e, 三氯化铁-铁氰化钾反应呈阳性,示有酚羟基存在,盐酸-镁粉反应呈阳性,提示为黄酮类化合物。¹H-NMR(300 MHz, DMSO-d₆) 谱中给出 D 12197(1H, s, 5-OH)、10187(1H, s, 7-OH)、9134(1H, s, 4-OH) 示有 3 个酚羟基。D₆199(1H, s) 为 3 位质子特征信号。D₆189(6H, s) 示有 2 个甲氧基,由于其化学环境一致,故推断 2 个甲氧基位于 B 环的 3c, 5c 或 2c, 6c 位。D₇133(2H, s) 的 2 个质子则归属于 3c, 5c 或 2c, 6c 位,结合¹³C-NMR(150 MHz, DMSO-d₆) 谱中 D₁4813(2@C) 和 13919 三个碳信号的存在,推断该化合物存在邻三连氧的取代模式,故 B 环为 3c, 5c-二甲氧基-4c-羟基取代。D₆156(1H, d, J = 211 Hz)、6120(1H, d, J = 211 Hz) 为典型的间位偶合苯环质子信号,分别归属为 6 位和 8 位质子。综上所述,初步推定该化合物为 5, 7, 4c-三羟基-3c, 5c-二甲氧基黄酮,即苜蓿素。经与文献[7]中苜蓿素的数据对照,基本一致,故将化合物 2 鉴定为苜蓿素。

化合物 3: 白色粉末(氯仿-甲醇), mp 27810~28010 e, Liebermann-Burchard 反应呈阳性, Molish 反应呈阳性,体积分数为 10% 的硫酸乙醇溶液显紫色。经与胡萝卜苷标准品共薄层,在 3 种溶剂系统中 Rf 一致,混合熔点不下降,故鉴定化合物 3 为胡萝卜苷。

化合物 4: 无色针晶(氯仿-甲醇), mp 18910~19010 e, 溴甲酚绿反应呈阳性,示有羧基存在。¹H-NMR(300 MHz, DMSO-d₆) 中 D₁2130(-COOH, s) 和 2141(CH₂, s) 峰面积比为 1B₂, 经与丁二酸标准品共薄层,在 3 种溶剂系统中 Rf 一致,并

与文献[8]中丁二酸的谱学数据对照,基本一致,故鉴定化合物 4 为丁二酸。

化合物 5: 无色针晶(氯仿-甲醇), mp 18410~18610 e, 碘化铋钾反应呈阳性,提示该化合物可能含有氮原子。¹H-NMR(300 MHz, DMSO-d₆) 谱中给出 2 个活泼质子信号 D₁1101(1H, br s, 3-NH)、10160(1H, br s, 1-NH), 1 个烯基质子信号 D₇125(1H, br s, H-6) 以及 1 个甲基质子信号 D₁172(3H, s, 5-CH₃)。 ¹³C-NMR(150 MHz, DMSO-d₆) 中给出: 脲基碳和不饱和酰胺基碳特征信号 D₁6510(C-4)、15116(C-2), 环烯双键碳信号 D₁3718(C-6)、10718(C-5) 以及甲基碳信号 D₁119(5-CH₃)。结合其他的 NMR 数据,并与文献[9]数据对照,基本一致,故鉴定化合物 5 为胸腺嘧啶。

化合物 6: 黄色针晶(氯仿-甲醇), mp 24010~24110 e, 三氯化铁-铁氰化钾反应呈阳性,示有酚羟基存在,盐酸-镁粉反应呈阳性, Molish 反应呈阳性,提示该化合物可能为黄酮苷类化合物,酸水解检出葡萄糖。¹H-NMR(300 MHz, DMSO-d₆) 谱中,低场区给出 2 个活泼质子信号 D 12196(1H, s, 5-OH)、9140(1H, s, 4-OH); 烯氢区给出 5 个质子信号 D 7137(2H, s, H-2c, 6c)、7109(1H, s, H-3)、6194(1H, d, J = 118 Hz, H-8)、6147(1H, d, J = 118 Hz, H-6), 高场区给出 2 个甲氧基的质子信号 D₆189(6H, s, 3c, 5c-OCH₃), 确定其母核为苜蓿素。糖区给出糖的端基质子信号 D₅106(1H, d, J = 712 Hz, H-1) 和糖区其他氢信号 D 5143~4166(m, glucosyl-OH)、3172~3117(m, glucosyl-H), 根据其端基质子的偶合常数确定糖苷键为 B 型。¹³C-NMR(75 MHz, DMSO-d₆) 中给出黄酮母核的 15 个碳信号 D: 18212(C-4)、16412(C-2)、16311(C-7)、16112(C-9)、15710(C-5)、14813(C-3c, 5c)、14011(C-4c)、12013(C-1c)、10515(C-10)、10416(C-2c, 6c)、10319(C-3)、9916(C-6)、9514(C-8), 糖区碳信号 D 10012(C-1d)、7715(C-3d)、7616(C-5d)、7313(C-2d)、6917(C-4d)、6017(C-6d) 以及 2 个甲氧基碳信号 5614(3c, 5c-OCH₃)。将其核磁数据与化合物 2 的对照,发现母核信号基本一致,但多出了一组糖区信号,同时 7 位羟基质子信号消失, C-7 位碳信号稍向高场位移, C-10 位碳信号向低场位移, C-6、C-8 位碳信号分别向低场位移,根据苷化碳位移的规律,推测葡萄糖以氧苷的形式连于苜蓿素的 7 位。经

与文献[10]的谱学数据对照,基本一致,故将化合物 6 鉴定为苜蓿素-7-O-β-D-吡喃葡萄糖苷。

化合物 7: 黄色颗粒(氯仿-甲醇), mp 26010~26210 e, 三氯化铁-铁氰化钾反应呈阳性, 示有酚羟基存在, 盐酸-镁粉反应呈阳性, Molish 反应呈阳性, 提示该化合物可能为黄酮苷类化合物。¹H-NMR(300 MHz, DMSO-d₆) 谱中给出 D 13120(1H, s, 5-OH)、4169(1H, d, J=918 Hz, 1^βH), 结合¹³C-NMR(150 MHz, DMSO-d₆) 谱中给出 D 8210(C-5d)、7818(C-3d)、7315(C-1d)、7019(C-2d)、7016(C-4d)、6114(C-6d), 初步推断该化合物为碳苷类黄酮, 且糖为葡萄糖; ¹H-NMR(300 MHz, DMSO-d₆) 谱中, 低场区还给出 2 个活泼质子信号 D 10185(1H, s, 7-OH)、10136(1H, s, 4^c-OH); 烯烃区给出 6 个质子信号 D 8103(2H, d, J=817 Hz, H-2^c, 6^c)、6189(2H, d, J=817 Hz, H-3^c, 5^c)、6179(1H, s, H-3)、6128(1H, s, H-6), 确定其结构中是具有芹菜素母核的碳苷类化合物, 且根据其端基质子的偶合常数确定糖苷键为 B 型。¹³C-NMR(150 MHz, DMSO-d₆) 谱中给出黄酮母核的 15 个碳信号 D: 18212(C-4)、16410(C-2)、16217(C-7)、16112(C-4^c)、16015(C-5)、15611(C-9)、12911(C-2^c, 6^c)、12117(C-1^c)、11519(C-3^c, 5^c)、10417(C-8)、10411(C-10)、10216(C-3)、9812(C-6)。将其核磁数据与文献[11]中的芹菜素(apigenin)对照, 发现母核信号基本一致, 但多出了一组糖区信号, 8 位质子信号消失, 同时 C-8 位碳信号显著向低场位移, C-7、C-9 位碳信号分别向高场位移, 推测 8 位成碳苷, 将其谱学数据与文献[12]对照, 数据基本一致, 故鉴定化合物 7 为牡荆苷。

化合物 8: 淡黄色粉末(氯仿-甲醇), mp > 300 e, 三氯化铁-铁氰化钾反应呈阳性, 示有酚羟基存在, 盐酸-镁粉反应呈阳性, Molish 反应呈阳性, 提示该化合物可能为黄酮苷类化合物, 酸水解检出葡萄糖和鼠李糖。¹H-NMR(300 MHz, DMSO-d₆) 谱中, 低场区给出 2 个活泼质子信号 D 12195(1H, br1s, 5-OH)、9140(1H, br1s, 4^c-OH); 烯烃区给出 5 个质子信号 D 7134(2H, br1s, H-2^c, 6^c)、7109(1H, br1s, H-3)、6189(1H, br1s, H-8)、6138(1H, br1s, H-6), 高场区给出 2 个甲氧基的质子信号 D 8188(6H, s, 3^c, 5^c-OCH₃), 确定其母核为苜蓿素; 糖区给出糖的端基质子信号 D 5121(1H, d, J=712 Hz, 1^βH) 为葡萄糖端基质

子信号, 且根据其端基质子的偶合常数确定糖苷键为 B 型; D 8112(1H, d, br1s, 1^βH) 为鼠李糖端基质子信号, 结合碳谱中 5^β 碳信号 D 6818(C-5^β) 确定糖端基构型为 A 型; 高场区给出 1 个鼠李糖甲基氢信号 D 1120(3H, d, J=613 Hz, 5^β-CH₃)。¹³C-NMR(150 MHz, DMSO-d₆) 谱中给出黄酮母核的 15 个碳信号 D 18215(C-4)、16416(C-2)、16311(C-7)、16115(C-9)、15714(C-5)、14817(C-3^c, 5^c)、14015(C-4^c)、12016(C-1^c)、10610(C-10)、10419(C-2^c, 6^c)、10414(C-3)、9817(C-6)、9514(C-8), 糖区碳信号 D: 9919(C-1d)、7718(C-2d)、7619(C-3d)、7213(C-4d)、7717(C-5d)、6110(C-6d)、10110(C-1^β)、7013(C-2^β)、7018(C-3^β)、7019(C-4^β)、6818(C-5^β)、1812(C-6^β) 以及 2 个甲氧基碳信号 D 614(3^c, 5^c-OCH₃)。将其核磁数据与化合物 6 的对照, 发现母核信号基本一致, 但多出了一组糖区信号, 同时 2d 位碳信号向低场移动, 1d、3d 位碳信号分别向高场位移, 推测其 7 位成双糖苷, 且鼠李糖为外侧糖。将其谱学数据与文献[7]对照, 数据基本一致, 故鉴定化合物 8 为苜蓿素-7-O-新橙皮糖苷。

化合物 9: 黄色粉末(氯仿-甲醇), mp > 300 e, 三氯化铁-铁氰化钾反应呈阳性, 示有酚羟基存在, 盐酸-镁粉反应呈阳性, Molish 反应呈阳性, 提示该化合物可能为黄酮苷类化合物。¹H-NMR(300 MHz, DMSO-d₆) 谱中给出 D 13117(1H, s, 5-OH)、4168(1H, d, J=918 Hz, 1^βH), 结合¹³C-NMR(150 MHz, DMSO-d₆) 谱中 D 8211(C-5d)、7818(C-3d)、7314(C-1d)、7018(C-2d)、7017(C-4d)、6117(C-6d), 初步推断该化合物为碳苷类黄酮, 且糖为葡萄糖; ¹H-NMR(300 MHz, DMSO-d₆) 谱中, 低场区还给出 3 个活泼质子信号 D: 10156(1H, br1s, 7-OH)、10100(1H, br1s, 3^c-OH)、9120(1H, br1s, 4^c-OH); 糖区还给出其他氢信号 D 4198~3117(m, glucosyl-H); 烯烃区给出 5 个质子信号 D 7153(1H, d, J=815 Hz, H-6^c)、7148(1H, br1s, H-2^c)、6186(1H, d, J=813 Hz, H-5^c)、6164(1H, s, H-3)、6126(1H, s, H-6), 确定其结构中是具有木樨素母核的碳苷类化合物, 且根据其端基质子的偶合常数确定糖苷键为 B 型。¹³C-NMR(150 MHz, DMSO-d₆) 谱中给出黄酮母核的 15 个碳信号 D 18211(C-4)、16411(C-2)、16216(C-7)、16014(C-5)、15611(C-9)、14917(C-4^c)、14519(C-3^c)、12211

(C-1c)、11914(C-6c)、11517(C-5c)、11411(C-2c)、10416(C-8)、10411(C-10)、10215(C-3)、9812(C-6)。将其核磁数据与文献[11]中的木樨素(luteolin)对照,发现母核信号基本一致,但多出了一组糖区信号,8位质子信号消失,5-OH质子信号向低场位移,同时C-8碳信号显著向低场位移,C-7、C-9碳信号分别向高场位移,推测8位成碳苷。将其谱学数据与文献[13]对照,数据基本一致,故鉴定化合物9为荭草苷。

化合物10:黄色粉末(氯仿-甲醇), mp > 300 e, 三氯化铁-铁氰化钾反应呈阳性,示有酚羟基存在,盐酸-镁粉反应呈阳性, Molish 反应呈阳性,提示该化合物可能为黄酮苷类化合物。¹H-NMR(300 MHz, DMSO-d₆)谱中给出 D 13157(1H, s, 5-OH)、4160(1H, d, J = 918 Hz, 1c-H), 结合¹³C-NMR(150 MHz, DMSO-d₆)谱中 D 8117(C-5d)、7911(C-3d)、7311(C-1d)、7017(C-2d)、7013(C-4d)、6116(C-6d), 初步推断该化合物为碳苷类黄酮,且糖为葡萄糖;¹H-NMR(300 MHz, DMSO-d₆)谱中,低场区还给出3个活泼质子信号 D 10158(1H, br1s, 7-OH)、9192(1H, br1s, 4c-OH)、9142(1H, br1s, 3c-OH);糖区还给出其他氢信号 D 4187~3117(m, glucosyl-H);烯炔区给出5个质子信号 D 7144(1H, dd-like, H-6c)、7141(1H, br1s, H-2c)、6190(1H, d, J = 811 Hz, H-5c)、6168(1H, s, H-3)、6149(1H, s, H-8), 确定其结构中是具有木樨素母核的碳苷类化合物,且根据其端基质子的偶合常数确定糖苷键为B型。¹³C-NMR(150 MHz, DMSO-d₆)谱中给出黄酮母核的15个碳信号 D 18210(C-4)、16317(C-2)、16313(C-7)、16018(C-5)、15613(C-9)、14918(C-4c)、14518(C-3c)、12115(C-1c)、11911(C-6c)、11612(C-5c)、11314(C-2c)、10910(C-8)、10315(C-10)、10219(C-3)、9316(C-6)。将其核磁数据与文献[11]中的木樨素(luteolin)对照,发现母核信号基本一致,但多出了一组糖区信号,6位质子信号消失,5-OH质子信号向低场位移,同时C-6碳信号显著向低场位移,C-5、C-7碳信号分别向高场位移,推测6位成碳苷。将其谱学数据与文献[14]对照,数据基本一致,故鉴定化合物10为异荭草苷。

化合物11:紫红色粉末(氯仿-甲醇), mp 33510~33710 e, 改良碘化铋钾反应呈阳性,提示该化合物可能含有氮原子。¹H-NMR

(300 MHz, DMSO-d₆)谱中给出2个活泼质子信号 D 10198(1H, br1s, 3-NH)、10178(1H, br1s, 1-NH)和2个邻位偶合的烯炔质子信号 D 7137(1H, d, J = 715 Hz, H-6)、5144(1H, d, J = 715 Hz, H-5)。¹³C-NMR(75 MHz, DMSO-d₆)谱中给出4个碳信号 D 16414(C-4)、15116(C-2)、14213(C-6)、10013(C-5)。将其核磁数据与化合物5的比较,构架基本一致,但多出1个烯氢质子信号,少了1个甲基的碳氢信号,同时,C-5碳信号显著向高场位移,C-4、C-6碳信号分别向低场位移。经与文献[15-16]对照,数据基本一致,故将化合物11鉴定为尿嘧啶。

化合物12:白色针状结晶(氯仿-甲醇), mp 16510~16710 e, 碘化铋钾反应呈阳性,提示该化合物可能含有氮原子。¹H-NMR(300 MHz, DMSO-d₆)谱中,低场区给出2个质子信号 D 11123(1H, br1s, 3-NH)、7169(1H, br1s, H-6);高场区给出1个甲基质子信号 D 1177(3H, s, 4-CH₃);糖区给出11个氢信号 D 6116(1H, t, J = 619 Hz, H-1c)为糖的端基质子信号,5120(1H, d, J = 411 Hz, 3c-OH)、5100(1H, t, J = 510 Hz, 5c-OH)、4123(1H, br1s, H-3c)、3175(1H, m, H-4c)、3156(2H, m, H-5c)、2108(2H, m, H-2c)为糖上的其他氢信号;与化合物5比较发现少了信号 D 10160(1H, br1s, 1-NH),说明糖取代了质子在1位成氮苷。¹³C-NMR(75 MHz, DMSO-d₆)谱中,给出5个碳信号 D 16318(C-4)、15016(C-2)、13612(C-6)、10914(C-5)和1214(5-CH₃),其数据与化合物5的基本一致,推测该化合物的苷元为胸腺嘧啶;糖区给出了糖的端基碳信号 D 8318(C-1c)和糖上其他的碳信号 8713(C-4c)、7015(C-3c)、6114(C-5c)、3917(C-2c),其糖区数据与文献对照为2-脱氧核糖。综上分析,并与文献[17]数据对照,基本一致,故将化合物12鉴定为胸腺嘧啶脱氧核糖苷。

参考文献:

- [1] 陆志科,谢碧霞.不同种竹叶的化学成分及其提取物抗菌活性的研究[J].西北林学院学报,2005,20(1):49-52.
- [2] 张英,唐莉莉.毛金竹提取物抗衰老作用的实验研究[J].竹子研究汇刊,1997,16(4):62-67.
- [3] 张英,唐莉莉,丁霄霖.竹叶功能因子生物抗氧化性质的研究[J].营养学报,1998,20(3):367-371.

- [4] 周兆祥. 竹叶的化学成分研究[J]. 天然产物研究与开发, 1992, 4(1):44- 51.
- [5] 张英, 汤坚, 袁身淑, 等. 竹叶精油和头香的 GC-MS-DS 研究[J]. 天然产物研究与开发, 1997, 10(14):38- 44.
- [6] 张玉伟, 孙武兴, 李铎, 等. 沙生蜡菊和淡竹中的一个新萜酸[J]. 中国药物化学杂志, 2007, 17(2): 114.
- [7] 柴兴云, 王林, 宋越, 等. 山银花中黄酮类成分的研究[J]. 中国药科大学学报, 2004, 35(4):299- 302.
- [8] 周法兴, 梁培瑜. 广西蛇药中藤桔及铁扫帚的酸性成分分离[J]. 中草药, 1980, 11(11): 523.
- [9] 饶志刚, 邓松之, 李凤英, 等. 南海软珊瑚 *Sarcophyton moll* 化学成分研究[J]. 有机化学, 1997, 17(3): 252- 255.
- [10] 戴好富, 刘玉清, 邓世明, 等. 毛剪秋罗的化学成分研究[J]. 天然产物研究与开发, 2002, 14(1): 9- 12.
- [11] 任玉琳, 杨峻山. 西藏雪莲花化学成分的研究[J]. 中国药理学杂志, 2001, 36(9): 590- 593.
- [12] 陈泉, 吴立军, 阮丽军. 中药淡竹叶的化学成分研究(Ⅰ)[J]. 沈阳药科大学学报, 2002, 19(4): 257- 258.
- [13] KATO Takesh, MORITA Yutaka. C-Glycosylflavones with acetyl substitution from *Rumex acetosa* L. [J]. *Chem Pharm Bull*, 1990, 38(8), 2277- 2280.
- [14] 王植柔, 白先忠, 刘锋. 广金钱草化学成分的研究[J]. 广西医科大学学报, 1998, 15(3):10- 14.
- [15] 傅宏征, 张晓威, 张礼和, 等. 黄海葵的化学成分研究(Ⅱ)[J]. 中国海洋药物, 1998, 17:13- 16.
- [16] PAUL D E, DUNLAP R B, POLLARD A L, et al. Carbon-13 nuclear magnetic resonance of 5-substituted uracils[J]. *J Am Chem Soc*, 1973, 95, 4398.
- [17] 于德泉, 杨峻山. 分析化学手册: 第七分册[M]. 第 2 版. 北京: 化学工业出版社, 1999: 121.

Chemical constituents of the extraction of bamboo leaves from *Phyllostachys nigra* (Lodd. ex Lindl.) Munro var. *henonis* (Mitf.) Stepf. ex Rendle

SUN Wu2xing, LI Xian, LI Ning, MENG Da2li

(School of Traditional Chinese Materia Medica, Shenyang Pharmaceutical University, Shenyang 110016, China)

Abstract: Objective To study the chemical constituents of the extraction of bamboo leaves of *Phyllostachys nigra* (Lodd. ex Lindl.) Munro var. *henonis* (Mitf.) Stepf. ex Rendle. Methods The compounds were isolated by chromatography on silica gel column, Sephadex LH220, open ODS column and identified on the basis of physicochemical constants and spectral analysis. Results Twelve compounds were isolated from EtOAc soluble fraction and n2BuOH soluble fraction of this plant and identified as β -sitosterol (1), tricin (2), daucosterol (3), butanedioic acid (4), 5-methyluracil (5), tricin-2-O- β -D-glucopyranoside (6), vitexin (7), tricin-2-O-neohesperidoside (8), orientin (9), isoorientin (10), uracil (11), thymidine (12). Conclusions Compounds 4, 5, 6, 8, 11, 12 are obtained from this genus for the first time.

Key words: constituent isolation; structural identification; *Phyllostachys nigra* (Lodd. ex Lindl.) Munro var. *henonis* (Mitf.) Stepf. ex Rendle; chemical constituents; bamboo leaves