

沧江糙苏化学成分及体外抗肿瘤细胞活性研究



陈 丹, 杨诗梅, 杨苏荣, 张英晨, 祁艳艳, 李干鹏

云南民族大学民族药资源化学国家民族事务委员会-教育部重点实验室(昆明 650500)

【摘要】目的 对沧江糙苏的化学成分及其体外抗肿瘤细胞活性进行研究。**方法** 通过正反相硅胶柱、Sephadex LH-20 凝胶柱、HPLC 等色谱技术对沧江糙苏 95% 乙醇水提取物及 90% 石油醚-10% 三氯甲烷混合液提取物的化学成分进行分离, 运用核磁共振、质谱、红外光谱、紫外光谱等方法对化合物进行分析鉴定, 通过 CCK-8 法进行化合物抗肿瘤细胞活性的筛选。**结果** 从沧江糙苏提取物中分离鉴定得 18 个化合物, 具体为: salvialoside A (1)、毛蕊花糖苷(2)、木犀草素-7-O- β -D-葡萄糖苷(3)、alyssonoside (4)、8-O-乙酰山梔苷甲酯(5)、5,9-*epi*-7,8-didehydropens-tenoside (6)、胡麻属苷(7)、十四烷酸(8)、胡萝卜苷(9)、compound VI (10)、乙基- β -D-糖苷(11)、6,9-*epi*-8-O-乙酰山梔苷甲酯(12)、山梔苷甲酯(13)、5,9-*epi*-phlomiol (14)、phlomiol (15)、5,9-*epi*-penstemoside (16)、落叶松脂醇-9-O- β -D-葡萄糖苷(17)、巴西木素(18)。不同浓度(40、8、1.6、0.32、0.064 $\mu\text{mol/L}$) 化合物 14、15、16 对 HCT-15 细胞有一定的抑制作用, 随着药物浓度增加, 抑制率增加, 其中化合物 14 的半数抑制浓度为 $(5.86 \pm 0.77) \mu\text{mol/L}$ 。**结论** compound VI、落叶松脂醇-9-O- β -D-葡萄糖苷、巴西木素(分别为化合物 10、17、18) 为该属首次分离得到的化合物。化合物 1~18 为首次从沧江糙苏中分离。化合物 14 可抑制 HCT-15 细胞增殖, 具有一定的抗肿瘤活性。

【关键词】 沧江糙苏; 化学成分; 环烯醚萜; 苯乙醇苷; 抗肿瘤细胞活性

【中图分类号】 R284.1; R285.5

【文献标识码】 A

Study on the chemical constituents and *in vitro* anti-tumor cell activity of *Phlomoides ambigua*

CHEN Dan, YANG Shimei, YANG Surong, ZHANG Yingchen, QI Yanyan, LI Ganpeng

Key Laboratory of Chemistry in Ethnic Medicinal Resources, State Ethnic Affairs Commission & Ministry of Education, Yunnan Minzu University, Kunming 650500, China

Corresponding author: LI Ganpeng, Email: ganpeng_li@sina.com

【Abstract】Objective To study on the chemical constituents and *in vitro* anti-tumor cell activity of *Phlomoides ambigua*. **Methods** The chemical constituents of *Phlomoides ambigua* 95% ethanol aqueous extract and 90% petroleum ether-10% chloroform mixture extract were separated by positive and reverse phase silica gel columns, Sephadex LH-20 gel columns, HPLC and other chromatography techniques. The structures of the separated compounds were characterized by nuclear magnetic resonance, mass spectrometry, infrared spectroscopy, ultraviolet spectroscopy etc, and the CCK-8 assay was utilized to assess the anti-tumor cell activity of compounds. **Results** A total 18 compounds were isolated and identified from the extract of *Phlomoides ambigua* including salvialoside

DOI: [10.12173/j.issn.2097-4922.202412102](https://doi.org/10.12173/j.issn.2097-4922.202412102)

基金项目: 云南省科技厅专家工作站项目(202405AF140113)

通信作者: 李干鹏, 博士, 教授, 博士研究生导师, Email: ganpeng_li@sina.com

A, acteoside, luteolin-7-*O*- β -*D*-glucopyranoside, alyssonoside, barlerin, 5,9-*epi*-7,8-didehydropenstemoside(6), sesamoside(7), myristic acid(8), daucosterol(9), compound VI(10), ethyl- β -*D*-glucopyranoside(11), 6,9-*epi*-*O*-acetyl shanziside methyl ester(12), shanzhiside methyl ester(13), 5,9-*epi*-phlomiol(14), phlomiol(15), 5,9-*epi*-penstemoside(16), lariciresinol-9-*O*- β -*D*-glucopyranoside(17), brazilin(18). Compounds 14, 15 and 16 exhibited inhibitory effects on HCT-15 at various concentrations (40, 8, 1.6, 0.32, 0.064 μ mol/L). The inhibition rate increased with the increasing drug concentration. Among them, compound 14 showed an half maximal inhibitory concentration of (5.86 $\pm$ 0.77) μ mol/L. **Conclusion** Compounds 10, 17 and 18 are isolated for the first time in this genus. Compounds 1~18 are isolated from *Phlomoidea ambigua* for the first time. Compound 14 can inhibit the proliferation of HCT-15, demonstrating a certain antitumor activity.

【Keywords】 *Phlomoidea ambigua*; Chemical constituents; Iridoids; Phenylethanoid glycoside; Anti-tumor cell activity

糙苏属 (*Phlomis* Linn.) 是植物界被子植物门木兰纲唇形目 (Lamiales) 唇形科 (Labiatae) 的其中一个属, 该属多为多年生草本, 在全球约有 100 种以上, 生长地区为地中海、亚洲中部、东部, 中国有 41 种, 其中西南部最多^[1]。该植物喜阴, 其中大部分生长环境为森林、草坡、灌丛及潮湿地区等。糙苏属植物含有多种有效化学成分, 主要有环烯醚萜、黄酮类、苯乙醇苷、二萜类、三萜类、挥发油和其他物质等^[2-12]。其中沧江糙苏 *Phlomoidea ambigua* (Hand.-Mazz.) Kamelin & Makhm. 为糙苏属多年生草本植物, 分布在云南地区的灌丛中, 已被列入《世界自然保护联盟濒危物种红色名录》(International Union for Conservation of Nature, IUCN) — 近危 (Near Threatened, NT)^[1], 其相关化学成分及生物活性研究目前未见报道。本实验为首次研究沧江糙苏的化学成分及生物活性, 通过正反相硅胶柱、Sephadex LH-20 凝胶柱、HPLC 等色谱技术对沧江糙苏 95% 乙醇水提取物及 90% 聚乙烯 (petroleum ether, PE) -10% 三氯甲烷 (CHCl₃) 混合液提取物的化学成分进行分离, 并通过 CCK-8 法进行化合物抗肿瘤细胞活性的筛选, 进一步丰富糙苏属单体化合物, 也为沧江糙苏药物的开发利用提供一定的理论依据。

1 材料

1.1 主要仪器

Avance III 400 MHz 和 600 MHz 核磁共振仪 (德国布鲁克公司); 1260 高效液相色谱仪 (美国安捷伦公司); UltraScan ESI-MS 超高效液相色谱四极杆飞行时间串联质谱仪 (美国沃特世公

司); FA2004B 分析天平 (上海越平科学仪器有限公司); DS-30CK 超声波清洗机 (深圳市东森科技有限公司); 334887-16636 二氧化碳培养箱和 1510-01083 酶标仪购自美国赛默飞世尔科技。

1.2 主要药品与试剂

沧江糙苏药材采自云南省保山昌宁, 经云南民族大学民族医药学院杨青松教授鉴定为沧江糙苏 *Phlomoidea ambigua* (Hand.-Mazz.) Kamelin & Makhm.; 二甲基亚砜 (北京索莱宝科技有限公司, 批号: D8731); DMEM 培养基 (德国 VivaCell 公司, 批号: 06-1055-57-1ACS); CCK-8 试剂盒 (Proteintech, 批号: 20010548); 磷酸盐缓冲液 (phosphate buffered saline, PBS) 为实验室自配; 甲醇和乙腈为色谱纯, 其余试剂均为分析纯, 水为娃哈哈饮用纯净水。

1.3 细胞

人肝癌 (HepG2) 和人结直肠腺癌 (HCT-15) 细胞购自中国上海科学院细胞库, 实验室自行传代后培养冻存。

2 方法与结果

2.1 沧江糙苏浸膏提取及化合物分离

取粉碎后的干燥沧江糙苏全草 18 kg, 用 90% PE-10% CHCl₃ 混合液超声 (功率: 1.5 kW, 频率: 40 kHz) 提取 3 次 (料液比为 1 : 10, 室温浸泡 24 h 后超声 10 h), 过滤减压浓缩得浸膏 229.3 g (密度为 0.93 g/mL), 经中压反相色谱柱 (聚酰胺-MCI) 梯度洗脱 (70%~100% 甲醇) 得到各组分。滤渣再用 95% 乙醇进行超声 (功率: 1.5 kW, 频率: 40 kHz) 提取 3 次 (料液比为 1 : 10, 室温浸泡 24 h 后超声 10 h), 减压浓

缩得到浸膏 1.9 kg (密度为 1.18 g/mL), 浸膏经硅胶柱及中压反相色谱柱 (聚酰胺-MCI) 梯度洗脱 (70%~100% 甲醇) 得到各组分。

PE-CHCl₃ 混合液提取浸膏: 229.3 g 浸膏经中压反相色谱柱 (聚酰胺-MCI) 梯度洗脱得到 15 个组分 (Fr.A~Fr.O)。其中 Fr.C (1.0 g) 经硅胶柱梯度洗脱 (二氯甲烷-甲醇=1:0~0:1) 得到 Fr.C.1~Fr.C.19 共 19 个组分, Fr.C.8 (367.4 mg) 经凝胶柱 (甲醇) 冲洗得到 Fr.C.8.1~Fr.C.8.11 共 11 个组分, Fr.C.8.2 (18.1 mg) 通过半制备 HPLC 分离得到化合物 1 [3.5 mg, 流动相为乙腈-水 (23:77), 流速为 3.0 mL/min, 保留时间为 9 min], Fr.C.8.10 (11.6 mg) 通过半制备 HPLC 分离得到化合物 2 [3.6 mg, 流动相为乙腈-水 (20:80), 流速为 3.0 mL/min, 保留时间为 16 min], Fr.C.8.8 (33.5 mg) 过滤得到化合物 3 (10.8 mg)。Fr.B (17 g) 经硅胶柱梯度洗脱 (二氯甲烷-甲醇=1:0~0:1) 得到 Fr.B.1~Fr.B.20 共 20 个组分, 经 TLC 点板检测, 将 Fr.B.6 (1.2 g) 和 Fr.C.6 (145 mg) 合并, 经多次正相硅胶柱层析后得到化合物 4 (8.8 mg), 其中一个组分 (665.3 mg) 经硅胶柱 (二氯甲烷-甲醇) 多次洗脱得到化合物 5 (54 mg) 和化合物 6 (5.5 mg), 另一组分 (30 mg) 通过半制备 HPLC 分离得到化合物 7 [15.3 mg, 流动相为甲醇-水 (25:75), 流速为 3.0 mL/min, 保留时间为 4 min]。经 TLC 点板检测, 将 Fr.N (2.0 g) 和 Fr.O (2.8 g) 合并, 通过硅胶柱梯度洗脱 (二氯甲烷-乙酸乙酯=1:0~0:1) 后得到 Fr.N+O.1~Fr.N+O.12 共 12 个组分, 其中 Fr.N+O.11 (29.9 mg) 经凝胶柱 (甲醇) 冲洗得到化合物 9 (6.6 mg), Fr.N+O.3 经硅胶柱多次洗脱得到化合物 8 (35 mg), Fr.N+O.1 (1.1 g) 经硅胶柱层析 (石油醚-二氯甲烷) 得到化合物 10 (9 mg)。

95% 乙醇提取浸膏: 1.9 kg 浸膏经硅胶柱梯度洗脱 (二氯甲烷-甲醇=1:0~0:1) 得到 Fr.a~Fr.g 共 7 个组分, 其中 Fr.d (595 g) 经硅胶柱梯度洗脱 (二氯甲烷-甲醇=1:0~0:1) 得到 Fr.d.1~Fr.d.9 共 9 个组分, 合并 Fr.d.5~7 三部分, 共 300 g, 后通过中压反相色谱柱 (聚酰胺-MCI) 梯度洗脱 (40%~100% 甲醇) 得到 19 个部分, 取 Fr.d.5~7.4 (50 g) 聚酰胺粉拌样经反相 C₁₈ 梯度洗脱 (10%~100% 甲醇) 得到 Fr.d.5~7.4.1~Fr.d.5~

7.4.12 共 12 个组分, Fr.d.5~7.4.2 (10.1 g) 经硅胶柱梯度洗脱 (二氯甲烷-甲醇=15:1~1:1) 得到化合物 11 (3.0 g); Fr.d.5~7.4.9 (1.3 g) 经硅胶柱梯度洗脱 (二氯甲烷-甲醇=30:1~1:1) 得化合物 12 (299.9 mg); Fr.d.5~7.4.4 (1.45 g) 聚酰胺粉拌样反相 C₁₈ 梯度洗脱 (5%~60% 甲醇) 且经多次硅胶冲洗后得到化合物 13 (25 mg); Fr.d.5~7.4.2.15 (340 mg) 经硅胶柱梯度洗脱 (二氯甲烷-甲醇=60:1~1:1) 得化合物 14 (32.5 mg); Fr.d.5~7.4.4 (1.5 g) 聚酰胺粉拌样经反相 C₁₈ 梯度洗脱 (5%~60% 甲醇) 其中一个组分为 Fr.d.5~7.4.4.9 (112 mg), 经半制备 HPLC 分离得化合物 15 [16.2 mg, 流动相为甲醇-水 (20:80), 流速为 3.0 mL/min, 保留时间为 38 min]; Fr.d.5~7.4.7~8 (2.9 g) 经硅胶柱梯度洗脱 (二氯甲烷-甲醇=80:1~1:1) 后得到 Fr.d.5~7.4.7~8.1~Fr.d.5~7.4.7~8.10 共 10 个组分, 其中 Fr.d.5~7.4.7~8.5~7 (92.4 mg) 经半制备 HPLC 分离得化合物 16 [10 mg, 流动相为甲醇-水 (25:75), 流速为 3.0 mL/min, 保留时间为 27 min]; 取 Fr.d.5~7.7 (7.9 g) 经硅胶柱梯度洗脱 (二氯甲烷-甲醇=80:1~1:1) 得到 Fr.d.5~7.7.1~Fr.d.5~7.7.8 共 8 个组分, Fr.d.5~7.7.7 (17.6 mg) 经半制备 HPLC 分离得到化合物 17 [6 mg, 流动相为甲醇-水 (30:70), 流速为 3.0 mL/min, 保留时间为 6 min]; Fr.d.5~7.7.4 (761.4 mg) 经凝胶 (甲醇) 多次洗脱得到化合物 18 (10 mg)。

2.2 结构鉴定

化合物 1 无色无定形粉末, 分子式: C₃₄H₄₆O₂₁, 相对分子质量 (relative molecular mass, Mr): 790.24; ¹H-核磁共振 (nuclear magnetic resonance, NMR) (400 MHz, CD₃OD) 化学位移 (δ_H): 7.55 (1H, d, J=1.5 Hz, H-3), 7.37 (2H, s, H-2'', 6''), 5.88 (1H, d, J=3.7 Hz, H-1), 5.49 (1H, dd, J=5.3, 2.1 Hz, H-6), 5.11 (1H, d, J=7.5 Hz, H-1'''), 4.70 (1H, d, J=7.9 Hz, H-1'), 3.93 (1H, dd, J=12.0, 2.2 Hz, H-6''b), 3.91 (6H, s, 3''-OCH₃, 5''-OCH₃), 3.78 (1H, dd, J=12.0, 2.4 Hz, H-6'b), 3.68 (3H, s, OCH₃), 3.64 (1H, d, J=3.4 Hz, H-6''a), 3.52 (1H, m, H-6'a), 3.48 (1H, dd, J=9.1, 8.0 Hz, H-2'''), 3.45 (1H, d, J=2.6 Hz, H-5), 3.43~3.24 (6H, m, H-3', 4', 5', 3''', 4''', 5'''), 3.22 (1H, dd, J=9.0, 8.3 Hz, H-2'),

3.07 (1H, dd, $J=8.6, 3.6$ Hz, H-9), 2.49 (1H, d, $J=15.7$ Hz, H-7b), 2.26 (1H, dd, $J=15.7, 5.6$ Hz, H-7a), 1.90 (3H, s, 8-OAc), 1.61 (3H, s, H-10); ^{13}C -NMR (100 MHz, CD_3OD) δ_{C} : 173.3 (8-OAc), 169.1 (C-11), 167.4 (C- α), 155.1 (C-3), 154.9 (C-3'', 5''), 141.2 (C-4''), 128.0 (C-1''), 109.4 (C-2'', 6''), 109.3 (C-4), 105.0 (C-1'''), 100.9 (C-1'), 96.0 (C-1), 90.4 (C-8), 80.6 (C-6), 79.1 (C-5', 5'''), 78.6 (C-3'''), 78.5 (C-3'), 76.4 (C-2'''), 75.3 (C-2'), 72.3 (C-4'''), 72.0 (C-4'), 63.6 (C-6'''), 63.2 (C-6'), 57.9 (C-3'', 5''-OCH₃), 52.5 (OCH₃), 51.0 (C-9), 45.7 (C-7), 40.7 (C-5), 22.9 (8-OAc), 22.4 (C-10)。经与文献^[13]核对, 数据基本相同, 化合物 1 为 salviolside A。

化合物 2 白色固体, 分子式: $\text{C}_{29}\text{H}_{36}\text{O}_{15}$, Mr: 624.59; ^1H -NMR (400 MHz, $\text{C}_5\text{H}_5\text{N}$) δ_{H} : 8.04 (1H, d, $J=15.8$ Hz, H- β'), 7.21 (1H, s, H-6'), 7.19 (1H, d, $J=1.2$ Hz, H-2'), 7.18 (1H, d, $J=4.6$ Hz, H-5'), 6.76 (1H, s, H-2), 6.71 (1H, m, H- α'), 6.29 (1H, d, $J=1.7$ Hz, H-5), 4.83 (1H, s, H-1''), 4.81 (1H, m, H-1'''), 4.53 (1H, d, $J=3.4$ Hz, H-6'a), 4.51 (1H, d, $J=3.5$ Hz, H-6'b), 4.47 (1H, m, H-2'''), 4.30~4.24 (2H, m, H-5'', 4''), 4.20 (1H, dd, $J=12.3, 2.3$ Hz, H-3'''), 4.11 (1H, dd, $J=12.3, 5.7$ Hz, H-5'''), 4.00 (2H, dd, $J=7.8, 5.4$ Hz, H- α), 3.86 (1H, dt, $J=9.5, 7.4$ Hz, H-3''), 2.92 (2H, t, $J=7.4$ Hz, H- β), 1.65 (3H, d, $J=6.1$ Hz, H-6'''); ^{13}C -NMR (100 MHz, $\text{C}_5\text{H}_5\text{N}$) δ_{C} : 167.7 (C=O), 150.9 (C-3), 149.9 (C-4), 148.3 (C-4'), 147.7 (C- β'), 146.2 (C-3'), 131.0 (C-1), 127.6 (C-1'), 122.9 (C-6'), 121.0 (C-6), 118.1 (C-5), 117.3 (C-5'), 117.1 (C-2), 116.4 (C-2'), 115.4 (C- α'), 104.8 (C-1''), 103.7 (C-1'''), 81.1 (C-2''), 77.0 (C-3''), 76.5 (C-5''), 74.6 (C-4'''), 73.2 (C-3'''), 71.8 (C- α), 70.9 (C-5'''), 70.8 (C-4''), 62.7 (C-6''), 36.6 (C- β), 19.8 (C-6''')。经与文献^[14]核对, 数据基本相同, 化合物 2 为毛蕊花糖苷。

化合物 3 黄色粉末, 分子式: $\text{C}_{21}\text{H}_{20}\text{O}_{11}$,

Mr: 448.38; ^1H -NMR (400 MHz, $\text{DMSO}-d_6$) δ_{H} : 12.99 (1H, s, 5-OH), 7.45 (1H, dd, $J=8.3, 2.3$ Hz, H-6'), 7.42 (1H, d, $J=2.3$ Hz, H-2'), 6.91 (1H, d, $J=8.4$ Hz, H-5'), 6.79 (1H, d, $J=2.2$ Hz, H-8), 6.75 (1H, s, H-3), 6.45 (1H, d, $J=2.2$ Hz, H-6), 5.09 (1H, d, $J=7.3$ Hz, H-1''), 3.72 (1H, m, H-6''b), 3.47 (1H, s, H-6''a), 3.44 (1H, s, H-3''), 3.31 (1H, s, H-2''), 3.27 (1H, s, H-5''), 3.20 (1H, d, $J=8.8$ Hz, H-4''); ^{13}C -NMR (100 MHz, $\text{DMSO}-d_6$) δ_{C} : 182.3 (C-4), 164.9 (C-7), 163.4 (C-2), 161.6 (C-5), 157.4 (C-9), 150.4 (C-4'), 146.2 (C-3'), 121.8 (C-1'), 119.6 (C-6'), 116.4 (C-5'), 114.0 (C-2'), 105.8 (C-3), 103.6 (C-10), 100.3 (C-1''), 100.0 (C-6), 95.1 (C-8), 77.6 (C-4''), 76.8 (C-3''), 73.5 (C-2''), 70.0 (C-5''), 61.0 (C-6'')。经与文献^[15]核对, 数据基本相同, 化合物 3 为 luteolin-7-O- β -D-glucopyranoside。

化合物 4 浅黄色无定形粉末, 分子式: $\text{C}_{35}\text{H}_{46}\text{O}_{19}$, Mr: 770.24; ^1H -NMR (400 MHz, CD_3OD) δ_{H} : 7.68 (1H, d, $J=15.9$ Hz, H-7'), 7.22 (1H, d, $J=2.0$ Hz, H-2'), 7.10 (1H, dd, $J=8.2, 2.0$ Hz, H-6'), 6.82 (1H, m, H-6), 6.70 (1H, d, $J=7.8$ Hz, H-2), 6.59 (1H, dt, $J=8.0, 2.1$ Hz, H-5'), 6.39 (1H, d, $J=15.9$ Hz, H-8'), 5.21 (1H, d, $J=1.7$ Hz, H-1'''), 4.96 (1H, s, H-1'''), 4.38 (1H, d, $J=8.0$ Hz, H-1''), 4.02 (1H, m, H-8), 2.81 (1H, d, $J=3.1$ Hz, H-7), 1.11 (3H, d, $J=6.1$ Hz, H-6'''); ^{13}C -MMR (100 MHz, CD_3OD) δ_{C} : 168.8 (C=O), 151.4 (C-3'), 150.0 (C-4'), 148.6 (C- β'), 146.7 (C-2), 145.3 (C-3), 132.1 (C-1), 128.3 (C-1'), 125.0 (C-6'), 121.9 (C-6), 117.8 (C-5), 117.1 (C-5'), 117.0 (C-2), 115.8 (C- α'), 112.5 (C-2'), 111.7 (C-1'''), 104.9 (C-1''), 103.6 (C-1'''), 82.1 (C-3''), 81.2 (C-3'''), 78.7 (C-2'''), 76.8 (C-2''), 75.7 (C-4'''), 75.2 (C-5''), 74.4 (C-4'''), 73.0 (C-2'''), 72.9 (C- α), 72.7 (C-3'''), 71.6 (C-4''), 71.1 (C-5'''), 69.1 (C-6''), 66.3 (C-5'''), 57.1 (C-5'OCH₃), 37.2 (C- β), 19.0 (C-6''')。经与文献^[16]核对, 数据基本相同, 化合物 4 为

allyssonoside。

化合物 5 无定形粉末, 分子式: $C_{19}H_{28}O_{12}$, Mr: 448.42; 1H -NMR (400 MHz, CD_3OD) δ_H : 7.40 (1H, d, $J=1.4$ Hz, H-3), 5.87 (1H, d, $J=2.4$ Hz, H-1), 4.60 (1H, d, $J=7.9$ Hz, H-1'), 4.29 (1H, dt, $J=4.9, 2.2$ Hz, H-6), 3.86 (1H, dd, $J=12.1, 2.1$ Hz, H-6'b), 3.68 (3H, s, OCH_3), 3.63 (1H, d, $J=5.9$ Hz, H-6'a), 3.34 (1H, t, $J=8.8$ Hz, H-3'), 3.29 (1H, dd, $J=9.2, 2.3$ Hz, H-9), 3.24 (1H, d, $J=9.0$ Hz, H-5'), 3.13 (1H, m, H-4'), 3.03 (1H, dd, $J=8.9, 1.7$ Hz, H-5), 2.96 (1H, dd, $J=8.9, 2.4$ Hz, H-2'), 2.16 (1H, m, H-7b), 2.00 (1H, d, $J=5.5$ Hz, H-7a), 1.98 (3H, s, $OCOCH_3$), 1.47 (3H, s, H-10); ^{13}C -NMR (100 MHz, CD_3OD) δ_C : 173.3 ($OCOCH_3$), 169.2 (C-11), 153.9 (C-3), 110.0 (C-4), 100.5 (C-1'), 95.9 (C-1), 89.9 (C-8), 78.4 (C-5'), 78.1 (C-3'), 76.1 (C-6), 74.8 (C-2'), 71.8 (C-4'), 63.1 (C-6'), 52.0 (OCH_3), 50.1 (C-9), 47.8 (C-7), 42.4 (C-5), 22.4 ($OCOCH_3$), 22.4 (C-10)。经与文献^[17]核对, 数据基本相同, 化合物 5 为 barlerin (8-*O*-acetyl-shanzhiside methyl ester)。

化合物 6 淡黄色无定形固体, 分子式: $C_{17}H_{24}O_{11}$, Mr: 404.13; 1H -NMR (400 MHz, CD_3OD) δ_H : 7.47 (1H, s, H-3), 5.81 (1H, d, $J=2.6$ Hz, H-1), 5.50 (1H, td, $J=2.5, 1.5$ Hz, H-7), 4.53 (1H, d, $J=7.9$ Hz, H-1'), 4.48 (1H, dd, $J=2.6, 1.3$ Hz, H-6), 3.88 (1H, dd, $J=12.0, 2.2$ Hz, H-6'b), 3.69 (3H, s, $11-CH_3$), 3.62 (1H, m, H-6'a), 3.35 (1H, d, $J=8.9$ Hz, H-3'), 3.23 (1H, m, H-5'), 3.19 (1H, d, $J=2.5$ Hz, H-4'), 3.16 (1H, m, H-2'), 3.09 (1H, tt, $J=2.6, 1.3$ Hz, H-9), 1.77 (3H, q, $J=1.3$ Hz, H-10); ^{13}C -NMR (100 MHz, CD_3OD) δ_C : 168.4 (C=O), 155.4 (C-3), 143.7 (C-8), 129.1 (C-7), 112.9 (C-4), 100.1 (C-1'), 95.0 (C-1), 79.0 (C-5'), 78.7 (C-6), 77.6 (C-3'), 74.5 (C-2'), 73.8 (C-4'), 71.9 (C-5), 63.0 (C-6'), 56.9 (C-9), 51.9 ($OCOCH_3$), 16.0 (C-10)。经与文献^[18]核对, 数据基本相同, 化合物 6 为 5,9-epi-7, 8-didehydropenstemoside。

化合物 7 白色粉末, 分子式: $C_{17}H_{24}O_{12}$, Mr: 420.13; 1H -NMR (400 MHz, CD_3OD) δ_H : 7.60 (1H, s, H-3), 5.51 (1H, d, $J=8.7$ Hz, H-1), 4.74 (1H, d, $J=7.8$ Hz, H-1'), 4.34 (1H, d, $J=1.7$ Hz, H-6), 3.76 (3H, s, OCH_3), 3.26 (1H, d, $J=1.6$ Hz, H-7), 3.21~3.94 (6H, m, H-2', 3', 4', 5', 6'), 2.54 (1H, d, $J=8.7$ Hz, H-9), 1.52 (3H, s, H-10); ^{13}C -NMR (100 MHz, CD_3OD) δ_C : 169.1 (C=O), 155.5 (C-3), 113.1 (C-4), 99.9 (C-1'), 96.8 (C-1), 78.7 (C-3'), 77.7 (C-5'), 77.6 (C-6), 74.9 (C-5), 74.7 (C-2'), 71.7 (C-4'), 66.0 (C-7), 63.8 (C-8), 63.0 (C-6'), 54.4 (C-9), 52.2 (C-11- CH_3), 17.8 (C-10)。经与文献^[19]核对, 数据基本相同, 化合物 7 为胡麻属苜蓿。

化合物 8 白色颗粒状晶体, 分子式为 $C_{14}H_{28}O_2$, Mr: 228.21; 1H -NMR (400 MHz, $CDCl_3$) δ_H : 2.65 (2H, t, $J=7.5$ Hz, $\alpha-CH_2$), 1.93 (2H, p, $J=7.5$ Hz, $\beta-CH_2$), 1.18 (3H, t, $J=6.8$ Hz, $14-CH_3$); ^{13}C -NMR (100 MHz, $CDCl_3$) δ_C : 180.9 (C-1), 34.6 (C-2), 32.4 (C-3), 30.2 (C-4), 30.1 (C-5, 6, 7), 29.9 (C-8), 29.8 (C-9), 29.7 (C-10), 29.5 (C-11), 25.1 (C-12), 23.2 (C-13), 14.6 (C-14)。经与文献^[19]核对, 数据基本相同, 化合物 8 为十四烷酸。

化合物 9 白色无定形粉末, 分子式: $C_{35}H_{60}O_6$, Mr: 576.44; 1H -NMR (400 MHz, C_5H_5N) δ_H : 5.38 (1H, m, H-6), 5.09 (1H, d, $J=7.7$ Hz, anomeric H), 4.01~4.60 (5H, m, sugar), 1.01 (3H, dd, $J=5.9, 2.7$ Hz, CH_3-19), 0.96 (3H, s, CH_3-21), 0.91 (3H, t, $J=1.8$ Hz, CH_3-26), 0.90 (3H, d, $J=1.4$ Hz, CH_3-29), 0.85 (3H, m, CH_3-27), 0.69 (3H, d, $J=6.5$ Hz, CH_3-18); ^{13}C -NMR (100 MHz, C_5H_5N) δ_C : 141.5 (C-5), 122.5 (C-6), 103.2 (C-1'), 79.2 (C-5'), 79.1 (C-3'), 78.7 (C-3), 75.9 (C-2'), 72.3 (C-4'), 63.4 (C-6'), 57.4 (C-14), 56.9 (C-17), 50.9 (C-9), 46.6 (C-24), 43.1 (C-13), 40.6 (C-4), 39.9 (C-12), 38.1 (C-10), 37.5 (C-1), 37.0 (C-20), 34.8 (C-22), 32.8 (C-7), 32.7 (C-8), 30.9 (C-2), 30.1 (C-25),

27.0 (C-16), 25.1 (C-23), 24.0 (C-15), 23.7 (C-28), 21.9 (C-11), 20.6 (C-26), 20.0 (C-19), 19.8 (C-21), 19.6 (C-27), 12.7 (C-29), 12.6 (C-18)。经与文献^[20]核对, 数据基本相同, 化合物 9 为胡萝卜苷。

化合物 10 黄色物质, 分子式: $C_{15}H_{23}OS$, Mr: 251.15; 1H -NMR (400 MHz, $CDCl_3$) δ_H : 7.32 (2H, s, H-3, 5), 4.56 (2H, s, H-9), 3.69 (3H, s, 10-NCH₃), 3.48 (3H, s, 11-NCH₃), 1.72 (3H, s, H-8); ^{13}C -NMR (100 MHz, $CDCl_3$) δ_C : 197.2 (C=S), 153.1 (C-1), 135.9 (C-2, 6), 126.2 (C-3, 5), 125.6 (C-4), 44.9 (10-NCH₃), 43.3 (C-9), 41.2 (11-NCH₃), 34.1 (C-7), 30.1 (C-8)。经与文献^[21]核对, 数据基本相同, 化合物 10 为 compound VI。

化合物 11 淡黄色固体, 分子式: $C_8H_{16}O_6$, Mr: 208.09; 1H -NMR (400 MHz, CD_3OD) δ_H : 4.27 (1H, d, J=7.8 Hz, H-1), 3.96 (1H, dq, J=9.5, 7.1 Hz, H-1'b), 3.86 (1H, dd, J=11.9, 1.9 Hz, H-6b), 3.67 (1H, m, H-6a), 3.61 (1H, dt, J=9.5, 7.1 Hz, H-1'a), 3.32 (1H, d, J=9.4 Hz, H-3), 3.28 (2H, m, H-4, 5), 3.17 (1H, dd, J=9.1, 7.8 Hz, H-2), 1.23 (3H, t, J=7.1 Hz, H-2'); ^{13}C -NMR (100 MHz, CD_3OD) δ_C : 104.2 (C-1), 78.2 (C-5), 78.0 (C-3), 75.2 (C-2), 71.8 (C-4), 66.4 (C-1'), 62.9 (C-6), 15.7 (C-2')。经与文献^[22]核对, 数据基本相同, 化合物 11 为乙基- β -D-糖苷。

化合物 12 棕色无定形固体, 分子式: $C_{19}H_{26}O_{12}$, Mr: 448.42; 1H -NMR (400 MHz, CD_3OD) δ_H : 7.43 (1H, d, J=1.5 Hz, H-3), 5.91 (1H, d, J=2.3 Hz, H-1), 4.63 (1H, d, J=7.9 Hz, H-1'), 4.32 (1H, dt, J=4.8, 2.2 Hz, H-6), 3.89 (1H, dd, J=12.0, 2.2 Hz, H-6'b), 3.71 (3H, s, OCH₃), 3.66 (1H, dd, J=12.1, 6.1 Hz, H-6'a), 3.33 (2H, d, J=5.1 Hz, H-3', 5'), 3.25 (1H, dd, J=9.6, 8.7 Hz, H-4'), 3.16 (1H, dd, J=9.1, 7.9 Hz, H-2'), 3.06 (1H, dq, J=8.9, 1.7 Hz, H-5), 2.99 (1H, dd, J=8.9, 2.4 Hz, H-9), 2.19 (1H, dt, J=14.7, 2.0 Hz, H-7b), 2.03 (1H, d, J=5.3 Hz, H-7a), 2.00 (3H, s, OCOCH₃), 1.50 (3H, s, H-10); ^{13}C -NMR (100 MHz, CD_3OD) δ_C : 173.6 (OCOCH₃),

169.4 (C-11), 154.1 (C-3), 110.2 (C-4), 100.8 (C-1'), 96.1 (C-1), 90.2 (C-8), 78.7 (C-5'), 78.4 (C-3'), 76.4 (C-6), 75.1 (C-2'), 72.0 (C-4'), 63.4 (C-6'), 52.2 (OCH₃), 50.4 (C-9), 48.1 (C-7), 42.7 (C-5), 22.6 (OCOCH₃), 22.6 (C-10)。经与文献^[23]核对, 数据基本相同, 化合物 12 为 6, 9-*epi*-8-*O*-acetyl shanziside methyl ester。

化合物 13 白色粉末, 分子式: $C_{17}H_{26}O_{11}$, Mr: 406.38; 1H -NMR (400 MHz, CD_3OD) δ_H : 7.39 (1H, d, J=1.5 Hz, H-3), 5.56 (1H, d, J=2.7 Hz, H-1), 4.61 (1H, d, J=7.9 Hz, H-1'), 4.03 (1H, td, J=6.2, 3.5 Hz, H-6), 3.88 (1H, dd, J=11.9, 2.1 Hz, H-6'a), 3.72 (3H, s, OCH₃), 3.63 (1H, dd, J=11.9, 6.1 Hz, H-6'b), 3.36 (1H, d, J=8.8 Hz, H-3'), 3.32 (1H, s, H-5'), 3.25 (1H, m, H-4'), 3.16 (1H, dd, J=9.2, 7.9 Hz, H-2'), 3.00 (1H, m, H-5), 2.60 (1H, dd, J=10.2, 2.6 Hz, H-9), 2.00 (1H, dd, J=13.2, 6.4 Hz, H-7a), 1.81 (1H, dd, J=13.2, 6.0 Hz, H-7b), 1.24 (3H, s, H-10); ^{13}C -NMR (100 MHz, CD_3OD) δ_C : 169.5 (C-11), 152.6 (C-3), 111.2 (C-4), 99.6 (C-1'), 94.6 (C-1), 78.8 (C-8), 78.1 (C-3'), 77.7 (C-5'), 77.2 (C-6), 74.4 (C-2'), 71.4 (C-4'), 62.6 (C-6'), 51.7 (OCH₃), 51.5 (C-9), 49.4 (C-7), 41.2 (C-5), 24.5 (C-10)。经与文献^[24]核对, 数据基本相同, 化合物 13 为山梔苷甲酯。

化合物 14 白色无定形固体, 分子式: $C_{17}H_{26}O_{13}$, Mr: 438.14; 1H -NMR (400 MHz, CD_3OD) δ_H : 7.43 (1H, s, H-3), 5.80 (1H, s, H-1), 4.58 (1H, d, J=7.9 Hz, H-1'), 4.13 (1H, d, J=4.5 Hz, H-6), 3.87 (1H, d, J=11.9 Hz, H-6'a), 3.70 (3H, s, OCH₃), 3.67 (1H, m, H-6'b), 3.64 (1H, d, J=4.3 Hz, H-7), 3.39~3.28 (3H, m, H-3', 4', 5'), 3.16 (1H, t, J=8.5 Hz, H-2'), 2.48 (1H, s, H-9), 1.36 (3H, s, H-10); ^{13}C -NMR (100 MHz, CD_3OD) δ_C : 169.7 (C-11), 154.8 (C-3), 115.1 (C-4), 99.9 (C-1'), 94.4 (C-1), 81.1 (C-7), 79.2 (C-5'), 79.0 (C-8), 78.1 (C-3'), 78.0 (C-6), 75.0 (C-2'), 72.1 (C-4'), 70.7 (C-5), 63.2 (C-6'), 57.6 (C-9), 52.5 (OCH₃),

22.7 (C-10)。经与文献^[25]核对,数据基本相同,化合物 14 为 5, 9-*epi*-phlomiol。

化合物 15 白色无定形固体,分子式: $C_{17}H_{26}O_{13}$, Mr: 438.14; 1H -NMR (400 MHz, CD_3OD) δ_H : 7.47 (1H, s, H-3), 5.82 (1H, s, H-1), 4.56 (1H, d, J=7.9 Hz, H-1'), 4.00 (1H, d, J=9.7 Hz, H-7), 3.86 (1H, d, J=12.0, 2.1 Hz, H-6'a), 3.72 (1H, s, H-6), 3.70 (3H, s, OCH_3), 3.63 (1H, dd, J=12.0, 5.9 Hz, H-6'b), 3.35 (1H, d, J=8.8 Hz, H-5), 3.30 (1H, m, H-3'), 3.23 (1H, m, H-4'), 3.15 (1H, t, J=9.2, 7.9 Hz, H-2'), 2.48 (1H, s, H-9), 1.08 (3H, s, H-10); ^{13}C -NMR (100 MHz, CD_3OD) δ_C : 168.5 (C-11), 154.2 (C-3), 115.0 (C-4), 100.1 (C-1'), 93.4 (C-1), 81.0 (C-7), 78.8 (C-8), 77.7 (C-5'), 74.9 (C-6), 74.7 (C-3'), 73.5 (C-2'), 72.0 (C-4'), 66.5 (C-5), 63.2 (C-6'), 58.7 (C-9), 52.4 (OCH_3), 18.9 (C-10)。经与文献^[26]核对,数据基本相同,化合物 15 为 phlomiol。

化合物 16 淡黄色无定形固体,分子式: $C_{17}H_{26}O_{11}$, Mr: 406.15; 1H -NMR (400 MHz, CD_3OD) δ_H : 7.50 (1H, s, H-3), 5.76 (1H, s, H-1), 4.51 (1H, d, J=7.9 Hz, H-1'), 4.23 (1H, t, J=4.5 Hz, H-6), 3.85 (1H, d, J=12.0, 2.2 Hz, H-6'a), 3.67 (3H, s, OCH_3), 3.59 (1H, dd, J=12.0, 6.3 Hz, H-6'b), 3.33 (1H, d, J=8.9 Hz, H-3'), 3.28 (1H, m, H-5'), 3.21 (1H, d, J=9.0 Hz, H-4'), 3.13 (1H, dd, J=9.3, 7.9 Hz, H-2'), 2.60~2.48 (2H, m, H-8, 9), 1.75 (1H, ddd, J=13.3, 7.2, 4.3 Hz, H-7a), 1.40 (1H, ddd, J=13.2, 6.9, 4.7 Hz, H-7b), 0.88 (1H, d, J=6.8 Hz, H-10); ^{13}C -NMR (100 MHz, CD_3OD) δ_C : 168.4 (C-11), 155.6 (C-3), 113.6 (C-4), 100.0 (C-1'), 96.0 (C-1), 78.6 (C-5'), 77.5 (C-3'), 76.9 (C-6), 74.5 (C-2'), 73.7 (C-5), 71.8 (C-4'), 63.0 (C-6'), 52.0 (OCH_3), 50.6 (C-9), 40.8 (C-7), 31.7 (C-8), 16.8 (C-10)。经与文献^[25]核对,数据基本相同,化合物 16 为 5,9-*epi*-penstemoside。

化合物 17 黄色晶性物质,分子式: $C_{16}H_{14}O_5$, Mr: 286.09; 1H -NMR (400 MHz,

CD_3OD) δ_H : 7.12 (1H, d, J=8.2 Hz, H-5), 6.64 (1H, s, H-5'), 6.53 (1H, s, H-2'), 6.40 (1H, dd, J=8.2, 2.4 Hz, H-6), 6.22 (1H, d, J=2.2 Hz, H-8), 3.89 (1H, m, H-4), 3.85 (1H, s, H-2a), 3.62 (1H, d, J=11.3 Hz, H-2b), 2.95 (1H, d, J=15.6 Hz, H-9a), 2.70 (1H, d, J=15.6 Hz, H-9b); ^{13}C -NMR (100 MHz, CD_3OD) δ_C : 158.1 (C-7), 155.9 (C-8a), 145.9 (C-3'), 145.5 (C-4'), 137.6 (C-6'), 132.5 (C-5), 131.5 (C-1'), 115.7 (C-4a), 113.0 (C-2'), 112.6 (C-5'), 110.1 (C-6), 104.4 (C-8), 78.3 (C-3), 71.0 (C-2), 51.2 (C-4), 43.1 (C-9)。经与文献^[27]核对,数据基本相同,化合物 17 为 brazilin。

化合物 18 黄色固体,分子式: $C_{26}H_{34}O_{11}$, Mr: 522.21; 1H -NMR (400 MHz, CD_3OD) δ_H : 7.07 (2H, s, H-2, 2'), 6.84 (1H, d, J=1.9 Hz, H-6), 6.72 (1H, d, J=1.9 Hz, H-5), 6.66 (1H, d, J=8.1 Hz, H-5'), 6.62 (1H, d, J=8.0 Hz, H-6'), 4.75 (1H, d, J=6.7 Hz, H-7), 4.21 (1H, d, J=7.7 Hz, H-1''), 3.96 (1H, m, H-9a), 3.90 (1H, m, H-9'a), 3.79 (1H, m, H-6''a), 3.76 (3H, s, 3- OCH_3), 3.74 (3H, s, 3'- OCH_3), 3.68 (1H, d, J=7.3 Hz, H-9'b), 3.65 (1H, m, H-6''b), 3.58 (1H, dd, J=11.8, 5.1 Hz, H-9b), 3.14 (1H, m, H-7'a), 2.86 (1H, dd, J=13.4, 4.8 Hz, H-8'), 2.68 (1H, dt, J=11.8, 6.1 Hz, H-7'b), 2.42 (1H, m, H-8); ^{13}C -NMR (100 MHz, CD_3OD) δ_C : 149.6 (C-3, 3'), 147.6 (C-4), 146.4 (C-4'), 136.2 (C-1), 134.3 (C-1'), 122.9 (C-6'), 120.4 (C-6), 116.7 (C-5'), 116.6 (C-5), 114.0 (C-2'), 111.3 (C-2), 105.4 (C-1''), 84.8 (C-7), 78.7 (C-5''), 78.6 (C-3''), 75.8 (C-2''), 74.2 (C-9'), 72.2 (C-4''), 69.1 (C-9), 63.3 (C-6''), 57.0 (3- OCH_3), 57.0 (3'- OCH_3), 52.4 (C-8), 44.6 (C-8'), 34.5 (C-7')。经与文献^[28]核对,数据基本相同,化合物 18 为 larciresinol-9-*O*- β -D-glucopyranoside。化合物 1~18 的化学结构见图 1。

2.3 CCK-8法测定体外抗肿瘤细胞活性

选取人肝癌细胞 (HepG2) 和人结直肠腺癌细胞 (HCT-15) 进行实验。采用二甲基亚砷溶解化合物 1~2、4~7、12~16, 配制浓度为

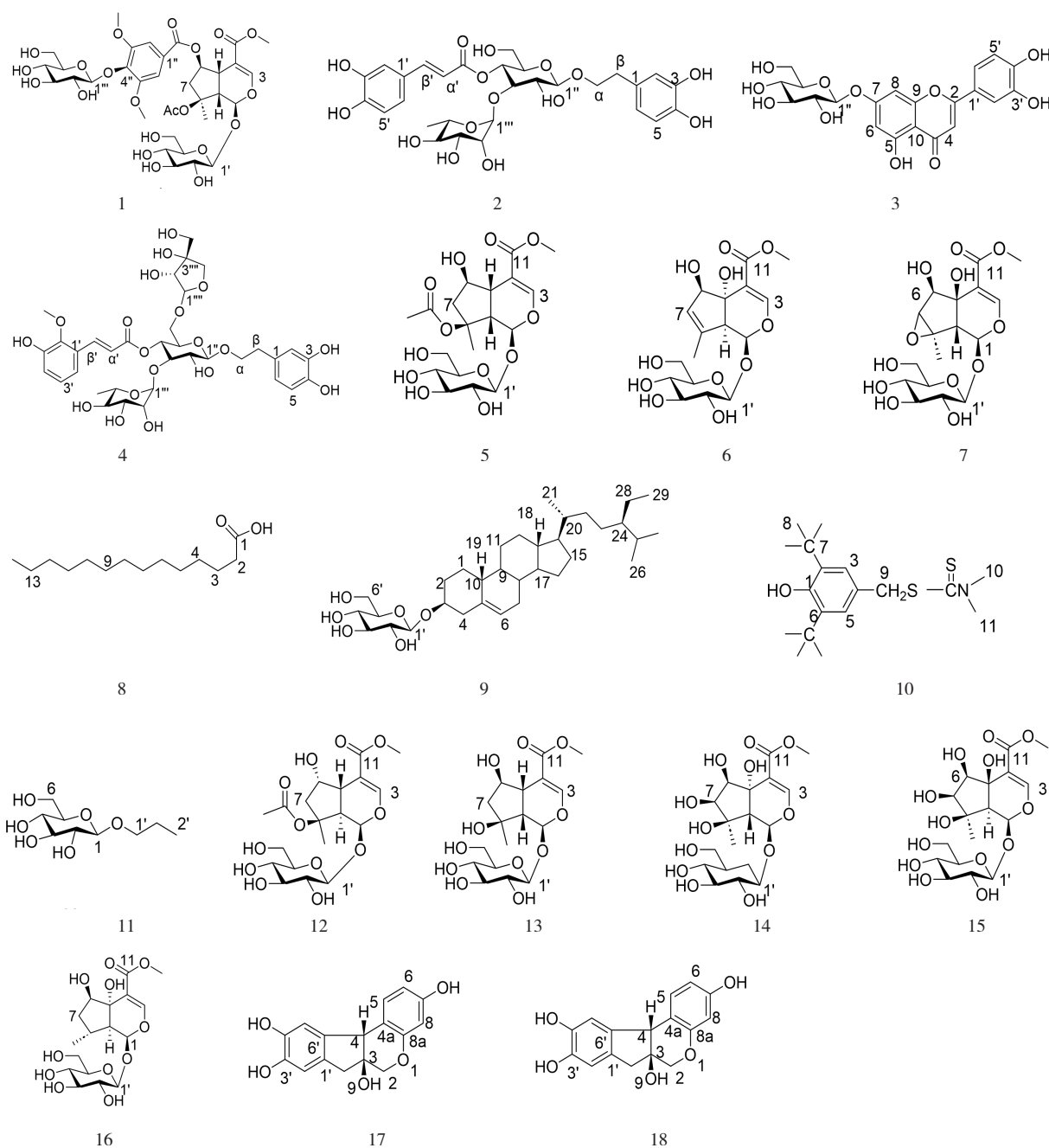


图1 化合物1~18的化学结构

Figure 1. The chemical structures of compounds 1–18

40 $\mu\text{mol/L}$ 的母液；再用 DMEM 培养基按比例稀释母液，配制成不同浓度梯度（40、8、1.6、0.32、0.064 $\mu\text{mol/L}$ ）的样品溶液，每个浓度设置 3 个复孔；选取生长状态良好的细胞接种于 96 孔板，100 μL /孔，于 37℃、5% CO_2 、90% 湿度条件下培养 24 h，待细胞贴壁后弃去培养基，加入 PBS 清洗 3 次后，加入 200 μL 样品溶液，对照组加入 200 μL 的 DMEM 培养基，空白组仅加入 PBS 溶液，继续培养 24 h；孵育完成后，弃去原溶液，PBS 清洗 3 次后，每孔加入 110 μL 10%

的 CCK-8 溶液，继续培养 4 h；采用酶标仪在 450 nm 处测定吸光度（OD）值，按下式计算细胞抑制率，并通过直线回归方程计算半数抑制浓度（half maximal inhibitory concentration, IC_{50} ）：

细胞抑制率（%）=（对照组 - 给药组）/（对照组 - 空白组） $\times 100\%$

采用 IBM SPSS Statistics 27 软件进行统计分析，数据以 $\bar{x} \pm s$ 表示，进行单因素方差分析（One-way Anova）与 t 检验（Student's t test），以 $P < 0.05$ 为差异有统计学意义。

不同化合物分别作用于 HepG2 细胞和 HCT-15 细胞 48 h 后，其抑制率见图 2 和图 3，其 IC₅₀ 见表 1。结果表明，化合物 1、2、5、15、16 对 HepG2 细胞无显著抑制活性；化合物 12、13、15、16 对 HCT-15 细胞亦无明显的抑制效果。其中，化合物 14 的各浓度均对 HCT-15 细胞有不同程度的抑制活性，且呈剂量依赖性，化合物 14 的 IC₅₀ 为 (5.86 ± 0.77) μmol/L，具有显著的体外抗肿瘤活性。

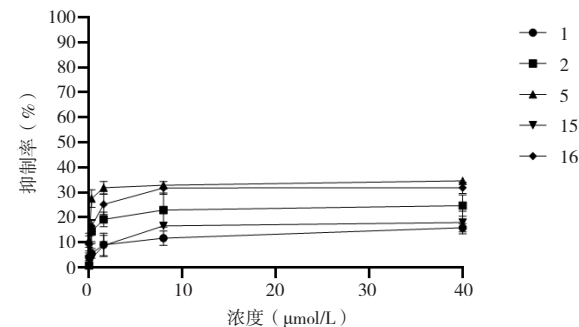


图2 各化合物对HepG2细胞的抑制率 (n=3)
Figur 2. The inhibition rates of various compounds on HepG2 cells (n=3)

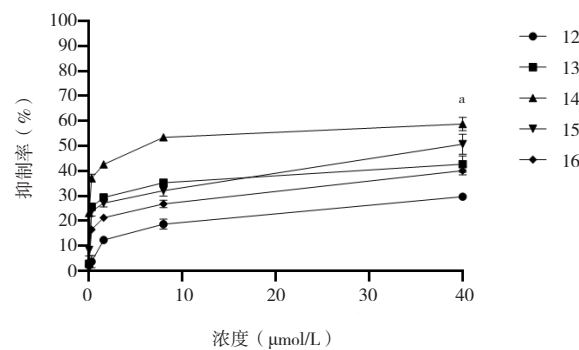


图3 各化合物对HCT-15细胞的抑制率 (n=3)
Figur 3. The inhibition rates of various compounds on HCT-15 cells (n=3)

注：与对照组比较，^aP<0.01。

表1 化合物抑制肿瘤细胞增殖的IC₅₀ (μmol/L, n=3)
Table 1. The IC₅₀ of various compounds inhibiting the proliferation of tumor cells (μmol/L, n=3)

化合物	HepG2	HCT-15
1	>40	—
2	>40	—
4	—	—
5	>40	—
6	—	—
7	—	—
12	—	>40
13	—	>40
14	—	5.86 ± 0.77
15	>40	>40
16	>40	>40

3 讨论

本课题对沧江糙苏 95% 乙醇水提取物及 90%PE-10%CHCl₃ 混合液提取物的化学成分进行分离纯化，从中分离得到 18 个化合物：9 个环烯醚萜类 (1、5、6、7、12、13、14、15、16)，2 个苯乙醇苷类化合物 (2、4)，2 个黄酮类 (3、18)，1 个木质素 (17)，1 个单糖苷 (11)，1 个甾体醇 (9)，1 个酚类 (10)，1 个脂肪酸 (8)，化合物 10、17、18 为该属首次分离，化合物 1~18 为首次从沧江糙苏中分离。同时对沧江糙苏中 11 个环烯醚萜类、苯乙醇苷类化合物进行 CCK8 法抗肿瘤细胞活性测试，结果表明化合物 14~16 对 HCT-15 细胞有一定的体外抑制活性，随着药物浓度增加，抑制率增大，其中化合物 14 的 IC₅₀ 为 (5.86 ± 0.77) μmol/L，小于 40 μmol/L，有一定的体外抑制活性，对 HCT-15 具有明显的抑制效果，有望作为潜力化合物进行研究，进一步分析化合物 14 的抗肿瘤活性，推测可能与环烯醚萜母核结构变化有关，下一步将以此作为基础继续探究。本研究针对沧江糙苏进行化学成分鉴定和生物活性考察，增加了糙苏属植物种类研究的丰富性，希望针对糙苏植物后续研究提供一定的参考，进而促进糙苏药用资源的开发和利用。

利益冲突：所有作者均声明不存在利益冲突。

参考文献

1 中国科学院中国植物志编辑委员会，编．中国植物志 (65 卷 第二分册) [M]. 北京：科学出版社，1977: 428, 470.

2 Shang X, Wang J, Li M, et al. Antinociceptive and anti-inflammatory activities of *Phlomis umbrosa* Turcz. extract[J]. *Fitoterapia*, 2011, 82(4): 716–721. DOI: [10.1016/j.fitote.2011.03.001](https://doi.org/10.1016/j.fitote.2011.03.001).

3 易进海，钟焱昌，罗泽渊，等．糙苏属和独一味属植物的化学成分及其分类学的意义 [J]. *中草药*, 1992, 23(7): 382–384, 387. [Yi JH, Zhong CC, Luo ZY, et al. Chemical composition of plants of *phlomis* linn. and *lamiophlomis kudo* and its taxonomic significance[J]. *Chinese Traditional and Herbal Drugs*, 1992, 23(7): 382–384, 387.] DOI: [10.7501/j.issn.0253-2670.1992.7.142](https://doi.org/10.7501/j.issn.0253-2670.1992.7.142).

4 But P, Kimura T, Sung C, et al. International collation of traditional folk medicine[M]. New Jersey: World Scientific Publishing, 1997: 137.

5 田光辉，刘存芳，赖普辉，等．糙苏叶子挥发油成分及其生物活性的研究 [J]. *食品工业科技*, 2008, 29(5): 106–109. [Tian GH, Liu CF, Lai PH, et al. Study on volatile components

- and biology activities of the essential oil from leaf of *Phlomis umbrosa*[J]. Science and Technology of Food Industry, 2008, 29(5): 106–109.] DOI: [10.13386/j.issn1002-0306.2008.05.004](#).
- 6 田光辉, 刘存芳, 危冲, 等. 中药糙苏中的多糖研究 [J]. 食品科技, 2009, 34(6): 206–209. [Tian GH, Liu CF, Wei C, et al. Study on the polysaccharide obtained from medicinal herb *Phlomis umbrosa*[J]. Food Science and Technology, 2009, 34(6): 206–209.] DOI: [CNKI:SUN:SSPJ.0.2009-06-065](#).
- 7 Chu S, Liu Z, Jiang H, et al. Chemical composition and insecticidal activity of the essential oil derived from *Phlomis umbrosa* against two grain storage insects[J]. J Essent Oil Bear Pl, 2013, 16(1): 51–58. DOI: [10.1080/0972060X.2013.764184](#).
- 8 Guo S, Gao L, Cheng D. Iridoids from *Phlomis umbrosa*[J]. Die Pharmazie, 2001, 56(2): 178–180. DOI: [10.1161/HYPERTENSIONAHA.107.089532](#).
- 9 赵静, 杨秀伟, 付宏征, 等. 糙苏化学成分的研究 [J]. 中草药, 1999, (2): 90–92. [Zhao J, Yang XW, Fu HZ, et al. Study on the chemical composition of *Phlomis umbrosa*[J]. Chinese Traditional and Herbal Drugs, 1999, (2): 90–92.] DOI: [10.3321/j.issn:0253-2670.1999.02.004](#).
- 10 刘世旺, 付宏征, 林文翰. 糙苏的化学成分研究 (I) [J]. 中草药, 1999, (3): 161–163. [Liu SW, Fu HZ, Lin WH. Studies on the chemical constituents of *Shady jerusalem sage* (*Phlomis umbrosa*) (I)[J]. Chinese Traditional and Herbal Drugs, 1999, (3): 161–163.] DOI: [10.3321/j.issn:0253-2670.1999.03.001](#).
- 11 杨永利, 郭守军, 孙坤, 等. 中药糙苏亲水性化学成分的研究 [J]. 兰州大学学报 (自然科学版), 2004, 40(2): 67–71. [Yang YL, Guo SJ, Sun K, et al. The hydrophilic chemical constituents of *Phlomis umbrosa*[J]. Journal of Lanzhou University (Natural Sciences), 2004, 40(2): 67–71.] DOI: [10.13885/j.issn.0455-2059.2004.02.016](#).
- 12 Ding M, Yan F, Tian J, et al. Two new dammarane-type glycosides from *Phlomis umbrosa*[J]. Nat Prod Res, 2014, 28(1): 18–23. DOI: [10.1080/14786419.2013.828291](#).
- 13 Wu S, Chan Y. Five new iridoids from roots of *salvia digitaloides*[J]. Molecules, 2014, 19(10): 15521–15534. DOI: [10.3390/molecules191015521](#).
- 14 汪琼, 罗士德, 徐永艳. 绣球防风化学成分的研究 [J]. 中草药, 2012, 43(1): 27–31. [Wang Q, Luo SD, Xu YY. Chemical constituents of *leucas ciliata*[J]. Chinese Traditional and Herbal Drugs, 2012, 43(1): 27–31.] DOI: [CNKI:SUN:ZCYO.0.2012-01-007](#).
- 15 Ma X, Liu Y, Yan P. Phenolic derivatives with free-radical-scavenging activities from *Ixeridium gracile* (DC.) Shih[J]. Chem Biodivers, 2007, 4(9): 2172–2181. DOI: [10.1002/cbdv.200790174](#).
- 16 Xiao J, Gu Z, Pan Z, et al. Phenylethanoid glycosides from *Callicarpa nudiflora*[J]. Chem Nat Compd+, 2020, 56: 430–432. DOI: [10.1007/s10600-020-03055-6](#).
- 17 Delazar A, Byres M, Gibbons S, et al. Iridoid glycosides from *eremostachys glabra*[J]. J Nat Prod, 2004, 67(9): 1584–1587. DOI: [10.1021/np040044b](#).
- 18 余振喜, 王钢力, 边巴次仁, 等. 萝卜秦艽化学成分的研究 [J]. 中国中药杂志, 2006, 31(8): 656–658. [Yu ZX, Wang GL, Bian BCR, et al. Studies on chemical constituents in root of *phlomis medicinalis* I[J]. China Journal of Chinese Materia Medica, 2006, 31(8): 656–658.] DOI: [10.3321/j.issn:1001-5302.2006.08.010](#).
- 19 徐丹丹. 茅莓根化学成分研究 [D]. 广州: 广东药学院, 2014. <https://cdmd.cnki.com.cn/Article/CDMD-10573-1014009415.htm>.
- 20 Koo C, Baek Y, Jung H, et al. Aldose reductase inhibitory compounds from extracts of *Emphasis type-Italic Dipsacus asper*/ *Emphasis*[J]. Biotechnol Bioproc E, 2013, 18(5): 926–931. DOI: [10.1007/s12257-013-0173-z](#).
- 21 陈星彩, 刘宁. 几种叔丁基酚化合物的核磁共振研究 [J]. 波谱学杂志, 1989, (4): 501–508. [Chen XC, Liu N. Nuclear magnetic resonance (NMR) study of several tert-butylphenol compounds[J]. Chinese Journal of Magnetic Resonance, 1989, (4): 501–508.] DOI: [CNKI:SUN:PPXZ.0.1989-04-016](#).
- 22 Turghun C, Bakri M, Zou A, et al. Phenolic compounds from leaves of *nitraria sibirica*[J]. Chem Nat Compd+, 2018, 54(5): 987–989. DOI: [10.1007/s10600-018-2530-9](#).
- 23 Dinda B, Debnath S, Harigaya Y. Naturally occurring iridoids. A review, part 1[J]. Chem Pharm Bull (Tokyo), 2007, 55(2): 159–222. DOI: [10.1248/cpb.55.159](#).
- 24 李敏, 胡庆华, 李磊, 等. 梔子柏皮汤化学成分研究 [J]. 时珍国医国药, 2014, 25(9): 2069–2071. [Li M, Hu QH, Li L, et al. Research on chemical constituents of *Zhizi Baipi* decoction[J]. Lishizhen Medicine and Materia Medica Research, 2014, 25(9): 2069–2071.] DOI: [10.3969/j.issn.1008-0805.2014.09.008](#).
- 25 Delazar A, Sarker S, Nahar L, et al. Rhizomes of *eremostachys laciniata*: isolation and structure elucidation of chemical constituents and a clinical trial on inflammatory diseases[J]. Adv Pharm Bull, 2013, 3(2): 385–393. DOI: [10.5681/apb.2013.062](#).
- 26 高咏莉, 林瑞超, 王钢力, 等. 藏药螃蟹甲的化学成分研究 [J]. 中药材, 2007, 30(10): 1239–1242. [Gao YL, Lin RC, Wang GL, et al. Studies on the chemical constituents of *Phlomis younghusbandii*[J]. Journal of Chinese Medicinal Materials, 2007, 30(10): 1239–1242.] DOI: [10.3321/j.issn:1001-4454.2007.10.015](#).
- 27 Monika M, Daniela W, Stefan T, et al. Compounds from *caesalpinia sappan* with anti-inflammatory properties in macrophages and chondrocytes[J]. Food Func, 2016, 7(3): 1671–1679. DOI: [10.1039/c5fo01256b](#).
- 28 Wang LQ, Zhao YX, Zhou Z. Lignans from *gnetum montanum* markgr. f. *megalocarpua*[J]. Chem Nat Compd+, 2009, 45(3): 424–426. DOI: [10.1007/s10600-009-9325-y](#).

收稿日期: 2024 年 12 月 27 日 修回日期: 2025 年 04 月 14 日
本文编辑: 钟巧妮 李 阳