

## 山蜡梅叶中 1 个新的愈创木烷型倍半萜

郭娜, 吴华强, 舒任庚\*

(江西中医药大学药学院, 江西 南昌 330004)

**摘要:** 运用硅胶柱色谱、ODS 柱色谱、Sephadex LH-20 柱色谱及半制备高效液相等多种色谱分离技术, 从山蜡梅叶中分离得到 9 个化合物, 通过质谱、核磁共振波谱以及单晶衍射数据, 分别鉴定为: chimnitensene B (**1**)、 $1\alpha$ -hydroxyisodauc-4-en-15-al (**2**)、*trans*-4,5-dihydroxycorocalane (**3**)、trefoliol B (**4**)、oplopanone (**5**)、oplodiol (**6**)、3-(3'-hydroxybutyl)-2,4,4-trimethylcyclohexa-2,5-dienone (**7**)、9(*S*)-4-oxo-7,8-dihydro- $\beta$ -ionol (**8**) 和 saniculamoid D (**9**)。其中, 化合物 **1** 为新的愈创木烷型倍半萜, 化合物 **2**~**9** 为首次从山蜡梅植物中分离得到。

**关键词:** 山蜡梅; 倍半萜类; chimnitensene B

中图分类号: R284

文献标识码: A

文章编号: 0513-4870(2022)10-3168-05

## A new guaiane-sesquiterpenoid from the leaves of *Chimonanthus nitens* Oliv.

GUO Na, WU Hua-qiang, SHU Ren-geng\*

(School of Pharmacy, Jiangxi University of Chinese Medicine, Nanchang 330004, China)

**Abstract:** Nine compounds were isolated from the leaves of *Chimonanthus nitens* Oliv. by silica gel, ODS, Sephadex LH-20 column chromatography and semi-preparative HPLC. They were identified as chimnitensene B (**1**),  $1\alpha$ -hydroxyisodauc-4-en-15-al (**2**), *trans*-4,5-dihydroxycorocalane (**3**), trefoliol B (**4**), oplopanone (**5**), oplodiol (**6**), 3-(3'-hydroxybutyl)-2,4,4-trimethylcyclohexa-2,5-dienone (**7**), 9(*S*)-4-oxo-7,8-dihydro- $\beta$ -ionol (**8**), and saniculamoid D (**9**) respectively, by MS, NMR and single crystal diffraction. Among them, compound **1** is a new guaiane-sesquiterpenoid, and compounds **2**–**9** were isolated from this plant for the first time.

**Key words:** *Chimonanthus nitens* Oliv.; sesquiterpenoids; chimnitensene B

山蜡梅叶为蜡梅科蜡梅属植物山蜡梅 *Chimonanthus nitens* Oliv. 的叶, 又称之为毛山茶、岩马桑(《新华本草纲要》)、香风茶(《安徽中草药》)<sup>[1]</sup>, 主要分布于江西德兴大茅山区、婺源怀玉山区及安徽徽州山区齐云山一带, 在山坡、路旁、溪边、树林中野生<sup>[2]</sup>。现代天然产物化学及药理学研究表明, 山蜡梅含有挥发油、生物碱、黄酮类等多种结构类型的次生代谢物, 具有抑菌、祛痰、镇咳和降血脂等功效<sup>[3]</sup>。药用历史悠久, 应用前

景较广。其现代制剂有山蜡梅叶颗粒、山蜡梅叶片、山蜡梅叶胶囊、山蜡梅叶灌肠剂、山蜡梅汤剂等, 临床上用于治疗上呼吸道疾病、手足口病、疱疹性咽峡炎、前列腺炎等疾病<sup>[4]</sup>, 疗效明确且安全性较好。目前, 国内外学者已从山蜡梅叶中分离得到了大量的黄酮类、香豆素类、生物碱类等化学成分, 但对倍半萜类成分研究较少。目前, 本课题组已报道了从山蜡梅叶中分离得到的新的倍半萜类化合物<sup>[5,6]</sup>, 为了进一步了解其倍半萜类化学成分, 本实验综合运用各种现代色谱和光谱技术, 从山蜡梅叶的二氯甲烷部位及乙酸乙酯部位分离得到 6 个倍半萜类和 3 个降倍半萜类及其衍生物(图 1), 经鉴定分别为: chimnitensene B (**1**)、 $1\alpha$ -hydroxyisodauc-4-en-15-al (**2**)、*trans*-4,5-dihydroxycorocalane (**3**)、

收稿日期: 2022-05-22; 修回日期: 2022-06-21.

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(81360631); 江西省重点研发计划项目(20203BBGL73218).

\*通讯作者 Tel: 18970069203, E-mail: shurg@163.com

DOI: 10.16438/j.0513-4870.2022-0623

trefoliol B (4)、oplopanone (5)、oplodiol (6)、3-(3'-hydroxybutyl)-2,4,4-trimethylcyclohexa-2,5-dienone (7)、9(*S*)-4-oxo-7,8-dihydro- $\beta$ -ionol (8) 和 saniculamoid D (9)。其中, 化合物1为新的愈创木烷型倍半萜, 化合物2~9为首次从山蜡梅植物中分离得到。

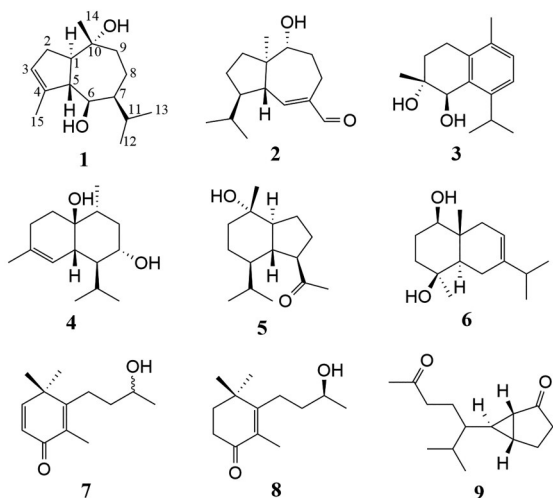


Figure 1 Structures of compounds 1-9

## 结果与讨论

化合物1 无色片状晶体 (甲醇),  $[\alpha]_{\text{D}}^{21} -5.2$  ( $c$  0.25, CH<sub>3</sub>OH), HR-ESI-MS 显示  $m/z$  为 221.190 1 [M-H<sub>2</sub>O+H]<sup>+</sup> (计算值 221.190 5), 结合核磁共振碳、氢谱数据与高分辨质谱推测其分子式为 C<sub>15</sub>H<sub>26</sub>O<sub>2</sub>, 不饱和度为 3。

<sup>1</sup>H NMR (600 MHz, CDCl<sub>3</sub>) 谱图中 (表1) 显示有 1 个烯氢信号  $\delta_{\text{H}}$  5.29 (1H, s, H-3), 1 个连氧次甲基的氢信号  $\delta_{\text{H}}$  3.88 (1H, s, H-6) 及 4 个甲基信号  $\delta_{\text{H}}$  1.00 (3H, overlap, H-12)、1.00 (3H, overlap, H-13)、1.20 (3H, s, H-14)、 $\delta_{\text{H}}$  1.81 (3H, s, H-15)。<sup>13</sup>C NMR (150 MHz, CDCl<sub>3</sub>) 谱图显示该化合物含有 15 个碳, 结合 DEPT 与 HSQC 谱图可以观察到 2 个烯碳信号  $\delta_{\text{C}}$  123.7 (C-3)、142.1 (C-4), 4 个甲基碳信号  $\delta_{\text{C}}$  21.5 (C-12)、21.4 (C-13)、22.6 (C-14)、16.1 (C-15), 3 个亚甲基碳信号  $\delta_{\text{C}}$  33.1 (C-2)、21.0 (C-8)、47.4 (C-9), 5 个次甲基碳信号  $\delta_{\text{C}}$  50.2 (C-1)、55.3 (C-5)、74.1 (C-6)、51.3 (C-7)、29.9 (C-11) 和 1 个季碳信号  $\delta_{\text{C}}$  75.6 (C-10)。其中  $\delta_{\text{C}}$  74.1 (C-6)、75.6 (C-10) 为 2 个连氧碳信号。经氢、碳核磁数据仔细比较, 发现该化合物与作者已报道的愈创木烷型倍半萜 chimnitensene C 数据相近<sup>[5]</sup>, 不同之处在于化合物 1 的 Me-14 ( $\delta_{\text{C}}$  22.6) 碳化学位移相比 chimnitensene C 的 Me-14 碳化学位移 ( $\delta_{\text{C}}$  30.2) 明显向高场移动, 推测该位置存在构型上的差异。在 NOESY 谱图中观察到 H-5 与 Me-14 有相关, 表明化合物 1 与已知化合物 chimnitensene C 确实存在构型的不同, 最后, 通过 X-ray 单晶衍射 (图2) 分

Table 1 <sup>1</sup>H NMR (600 MHz) and <sup>13</sup>C NMR (150 MHz) data of compound 1 (CDCl<sub>3</sub>)

No.	$\delta_{\text{C}}$	$\delta_{\text{H}}$ ( $J$ in Hz)
1	50.2	2.37 m
2	33.1	2.26 m
3	123.7	5.29 s
4	142.1	-
5	55.3	2.31 m
6	74.1	3.88 s
7	51.3	1.32 m
8	21.0	1.40 m
	-	0.87 m
9	47.4	1.98 m
	-	1.45 m
10	75.6	-
11	29.9	1.58 m
12	21.5	1.00 overlap
13	21.4	1.00 overlap
14	22.6	1.20 s
15	16.1	1.81 s

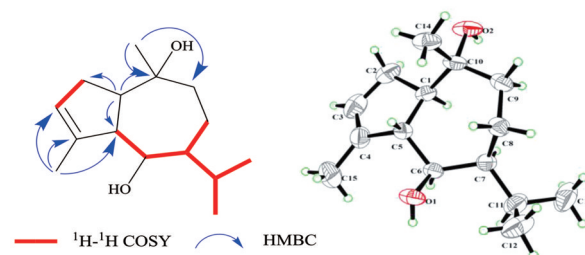


Figure 2 Key <sup>1</sup>H-<sup>1</sup>H COSY, HMBC correlations and X-ray crystal structure of compound 1

析 (CCDC: 2072405), 确定其绝对构型为 1*R*,5*S*,6*R*,7*S*,10*R*, 化合物 1 的化学结构如图 1 所示, 命名为 chimnitensene B。

## 实验部分

Bruker AVANCE III HD 600 MHz 型核磁共振波谱仪 (瑞士 Bruker 公司), AB SCIEX Triple ESI 5600<sup>+</sup> 型高分辨飞行时间质谱联用仪 (美国 AB SCIEX 公司), Waters 2695-2998 型高效液相色谱仪、Waters 515 制备型液相色谱仪 (美国 Waters 公司), BSA124S 型分析天平 (德国 Sartorius 公司), C18 半制备色谱柱 (250 mm × 10 mm, 5  $\mu$ m)、ODS 反相色谱填料 (50  $\mu$ m) (日本 YMC 公司), 葡聚糖凝胶 Sephadex LH-20 (美国 Pharmacia 公司), AB-8 大孔吸附树脂 (东鸿化工有限公司), 薄层硅胶板 GF<sub>254</sub> (青岛海洋化工厂), 纯净水 (杭州娃哈哈集团有限公司), 色谱纯甲醇、色谱纯乙腈 (西陇化工股份有限公司), 其他试剂均为分析纯 (西陇科学股份有限公司)。

实验药材于2018年6月采自江西省婺源县,经江西中医药大学药学院葛菲教授鉴定为蜡梅科蜡梅属植物山蜡梅 *Chimonanthus nitens* Oliv. 的叶,凭证标本(20180617)保存于江西中医药大学药学院中药化学教研室。

## 1 提取分离

干燥的山蜡梅叶20 kg,粉碎后采用90%乙醇渗漉提取,合并提取液后减压浓缩。取浸膏3 kg,用1%盐酸反复溶解,直至生物碱显色反应为阴性,得酸溶性、酸不溶性成分。将酸不溶性成分进行硅胶柱色谱,依次用石油醚、二氯甲烷、乙酸乙酯、丙酮和甲醇洗脱。将各部分洗脱液减压浓缩,得石油醚部位浸膏260 g、二氯甲烷部位浸膏140 g、乙酸乙酯部位浸膏130 g、丙酮部位浸膏80 g、甲醇部位浸膏400 g。

取二氯甲烷部位浸膏140 g,经AB-8大孔树脂分离,依次以30%、50%、70%、95%、100%乙醇-水体系梯度洗脱,得到组分Fr. 1~Fr. 5。Fr. 1 (2.3 g)经硅胶柱色谱分离(石油醚:乙酸乙酯,5:1~0:1)得到8个组分(Fr. 1.1~Fr. 1.8),其中Fr. 1.3 (1.9 g)经ODS色谱(甲醇-水,30%~100%)得6个组分(Fr. 1.3.1~Fr. 1.3.6),其中Fr. 1.3.1经过反复硅胶柱色谱分离得到化合物9 (2 mg),Fr. 1.3.4经Sephadex LH-20柱色谱(二氯甲烷:甲醇,1:1)、ODS柱色谱(甲醇-水,40%~100%)分离后,再经半制备高效液相色谱(27%乙腈-水)分离得到化合物3 (3 mg)和化合物4 (4 mg)。Fr. 3 (7.0 g)经硅胶柱色谱分离,以石油醚:乙酸乙酯(30:1~0:1)梯度洗脱,分得11个组分(Fr. 3.1~Fr. 3.11)。Fr. 3.8 (850 mg)经Sephadex LH-20柱色谱(二氯甲烷:甲醇,1:1)分离得Fr. 3.8.1~Fr. 3.8.8。其中Fr. 3.8.2经半制备高效液相色谱(68%甲醇-水)分离得到化合物5 (2 mg),Fr. 3.8.3经ODS柱色谱(甲醇-水,30%~100%)分得20个组分,其中,Fr. 3.8.3.2经半制备高效液相色谱(60%甲醇-水)分离得到化合物2 (4 mg)。Fr. 3.8.3.7经硅胶柱色谱分离,以二氯甲烷:乙酸乙酯(1:0~10:1)梯度洗脱得到化合物1 (2 mg)。Fr. 4 (38.0 g)经AB-8大孔吸附树脂(30%、50%、70%、95%、100%乙醇-水)分离,得Fr. 4.1~Fr. 4.5。Fr. 4.3 (13.0 g)经硅胶柱色谱(石油醚-二氯甲烷,10:1~0:1→二氯甲烷-甲醇,30:1~0:1)、ODS柱色谱(甲醇-水,30%~100%)分离,Fr. 4.3.3.10 (20 mg)经半制备高效液相色谱(62%甲醇-水)分离得化合物6 (4 mg)。

取乙酸乙酯部位浸膏(130 g),经硅胶柱色谱分离,以二氯甲烷-甲醇(60:1~0:1)为洗脱剂进行梯度洗脱,得到10个组分Fr. A~J。Fr. D (10.2 g)经MCI柱色谱分离,以0%、30%、50%、75%、95%、100%乙醇-水

依次洗脱,得Fr. D.1~Fr. D.5。Fr. D.3 (1.4 g)经硅胶柱色谱(石油醚-二氯甲烷,10:1~0:1→二氯甲烷-甲醇,30:1~0:1)分离得7个组分(Fr. D.3.1~Fr. D.3.7),Fr. D.3.2经半制备高效液相色谱(60%甲醇-水)分离得到化合物8 (2 mg),Fr. D.3.5经Sephadex LH-20柱色谱(二氯甲烷:甲醇,1:1)分离后,再经半制备高效液相色谱(60%甲醇-水)分离得到化合物7 (2 mg)。

## 2 结构鉴定

化合物1 chimnitensene B,无色片状晶体(甲醇),mp 143~144 °C,晶胞参数为 $a = 10.134\ 3\ (3)\ \text{Å}$ , $b = 15.959\ 4\ (4)\ \text{Å}$ , $c = 18.415\ 0\ (6)\ \text{Å}$ , $V = 2\ 978.39\ (15)\ \text{Å}^3$ ,空间群为 $P2_12_12_1$  (no. 19), $Z = 4$ ,收集衍射点数为30 253, $wR_2$ 为0.157 6, $[\alpha]_D^{21} -5.2$  ( $c$  0.25, CH<sub>3</sub>OH),HR-ESI-MS  $m/z$ : 221.190 1  $[\text{M}-\text{H}_2\text{O}+\text{H}]^+$  ( $\text{C}_{15}\text{H}_{25}\text{O}^+$ 计算值221.190 5),分子式为 $\text{C}_{15}\text{H}_{26}\text{O}_2$ 。<sup>1</sup>H NMR (600 MHz, CDCl<sub>3</sub>)和<sup>13</sup>C NMR (150 MHz, CDCl<sub>3</sub>)数据见表1。

化合物2 淡黄色油状物,HR-ESI-MS  $m/z$ : 275.162 1  $[\text{M}+\text{K}]^+$ ,分子式为 $\text{C}_{15}\text{H}_{24}\text{O}_2$ 。<sup>1</sup>H NMR (600 MHz, CDCl<sub>3</sub>)  $\delta_{\text{H}}$  9.37 (1H, s, H-15), 6.60 (1H, d,  $J = 5.1$  Hz, H-5), 3.49 (1H, dd,  $J = 11.4, 3.8$  Hz, H-1), 2.98 (1H, dd,  $J = 15.1, 6.4$  Hz, H-3 $\beta$ ), 2.25 (1H, dd,  $J = 10.3, 5.1$  Hz, H-6), 2.04 (1H, tt,  $J = 10.4, 5.7$  Hz, H-7), 1.93 (1H, m, H-8 $\alpha$ ), 1.84 (3H, m, H-9 $\alpha$ , H-3 $\alpha$ , H-2 $\beta$ ), 1.62 (1H, m, H-11), 1.50 (2H, m, H-9 $\beta$ , H-8 $\beta$ ), 1.25 (1H, m, H-2 $\alpha$ ), 0.89 (6H, m, 13-CH<sub>3</sub>, 12-CH<sub>3</sub>), 0.73 (3H, s, 14-CH<sub>3</sub>); <sup>13</sup>C NMR (150 MHz, CDCl<sub>3</sub>)  $\delta_{\text{C}}$  83.4 (C-1), 29.0 (C-2), 19.6 (C-3), 143.8 (C-4), 159.7 (C-5), 50.1 (C-6), 50.4 (C-7), 25.0 (C-8), 39.6 (C-9), 49.5 (C-10), 32.3 (C-11), 19.5 (12-CH<sub>3</sub>), 21.7 (13-CH<sub>3</sub>), 13.5 (14-CH<sub>3</sub>), 193.2 (C-15)。以上数据与文献<sup>[7]</sup>报道基本一致,鉴定该化合物为1 $\alpha$ -hydroxyisodauc-4-en-15-al。

化合物3 无色油状物,HR-ESI-MS  $m/z$ : 235.169 0  $[\text{M}+\text{H}]^+$ ,分子式为 $\text{C}_{15}\text{H}_{22}\text{O}_2$ 。<sup>1</sup>H NMR (600 MHz, CDCl<sub>3</sub>)  $\delta_{\text{H}}$  7.17 (1H, d,  $J = 8.1$  Hz, H-9), 7.14 (1H, d,  $J = 8.1$  Hz, H-8), 4.55 (1H, s, H-5), 3.44 (1H, m, H-11), 2.74 (2H, m, H-2), 2.22 (3H, s, H-14), 2.07 (1H, ddt,  $J = 14.0, 10.1, 5.2$  Hz, H-3a), 1.83 (1H, m, H-3b), 1.49 (3H, s, H-15), 1.29 (3H, m, H-13), 1.23 (3H, m, H-12); <sup>13</sup>C NMR (150 MHz, CDCl<sub>3</sub>)  $\delta_{\text{C}}$  134.0 (C-1), 23.7 (C-2), 28.7 (C-3), 71.2 (C-4), 71.1 (C-5), 147.5 (C-6), 134.2 (C-7), 123.8 (C-8), 130.2 (C-9), 132.8 (C-10), 26.6 (C-11), 24.1 (C-12), 25.5 (C-13), 19.7 (C-14), 27.8 (C-15)。以上数据与文献<sup>[8]</sup>报道基本一致,故鉴定该化合物为trans-4,5-dihydroxycorocalane。

化合物4 无色块状晶体(甲醇),HR-ESI-MS

$m/z$ : 221.1894  $[M-H_2O+H]^+$ , 分子式为  $C_{15}H_{26}O_2$ 。 $^1H$  NMR (600 MHz,  $CDCl_3$ )  $\delta_H$  5.43 (1H, dd,  $J = 5.7, 1.6$  Hz, H-5), 3.57 (1H, td,  $J = 10.8, 4.6$  Hz, H-8), 2.17 (1H, pd,  $J = 7.2, 1.6$  Hz, H-11), 2.07 (2H, m, H-3), 1.79 (1H, m, H-9), 1.76 (1H, m, H-10), 1.74 (1H, m, H-6), 1.72 (1H, m, H-2), 1.70 (3H, s, H-15), 1.60 (1H, ddt,  $J = 13.7, 6.8, 1.9$  Hz, H-2), 1.24 (1H, m, H-9), 1.19 (1H, m, H-7), 1.04 (3H, d,  $J = 7.2$  Hz, H-12), 0.99 (3H, d,  $J = 7.2$  Hz, H-13), 0.96 (3H, d,  $J = 6.8$  Hz, H-14);  $^{13}C$  NMR (150 MHz,  $CDCl_3$ )  $\delta_C$  72.2 (C-1), 22.0 (C-2), 26.6 (C-3), 134.2 (C-4), 122.7 (C-5), 46.3 (C-6), 55.4 (C-7), 71.1 (C-8), 41.0 (C-9), 39.2 (C-10), 26.7 (C-11), 19.4 (C-12), 21.1 (C-13), 15.0 (C-14), 23.6 (C-15)。以上数据与文献<sup>[9]</sup>报道基本一致, 鉴定该化合物为 trefoliol B。

化合物 5 淡黄色油状物, HR-ESI-MS  $m/z$ : 221.1898  $[M-H_2O+H]^+$ , 分子式为  $C_{15}H_{26}O_2$ 。 $^1H$  NMR (600 MHz,  $CD_3OD$ )  $\delta_H$  2.73 (1H, ddd,  $J = 11.6, 9.24, 5.3$  Hz, H-5), 2.20 (3H, s, H-15), 1.99 (1H, m, H-3b), 1.83 (1H, m, H-2b), 1.81 (1H, m, H-6), 1.76 (1H, m, H-9b), 1.63 (1H, m, H-8b), 1.59 (1H, m, H-3a), 1.52 (1H, m, H-11), 1.47 (1H, m, H-1), 1.40 (1H, m, H-2a), 1.33 (1H, m, H-9a), 1.15 (3H, s, H-14), 1.13 (1H, m, H-8a), 1.11 (1H, m, H-7), 0.91 (3H, d,  $J = 6.9$  Hz, H-12), 0.68 (3H, d,  $J = 6.8$  Hz, H-13);  $^{13}C$  NMR (150 MHz,  $CD_3OD$ )  $\delta_C$  58.0 (C-1), 26.5 (C-2), 29.7 (C-3), 214.8 (C-4), 56.9 (C-5), 48.0 (C-6), 50.8 (C-7), 23.9 (C-8), 42.8 (C-9), 73.5 (C-10), 30.7 (C-11), 22.3 (C-12), 16.0 (C-13), 19.9 (C-14), 29.8 (C-15)。以上数据与文献<sup>[10]</sup>报道基本一致, 故鉴定该化合物为 oplopanone。

化合物 6 白色针状晶体 (氯仿), HR-ESI-MS  $m/z$ : 221.1907  $[M-H_2O+H]^+$ , 分子式为  $C_{15}H_{26}O_2$ 。 $^1H$  NMR (600 MHz,  $CDCl_3$ )  $\delta_H$  5.34 (1H, m, H-9), 3.30 (1H, dd,  $J = 11.8, 4.0$  Hz, H-2), 2.20 (1H, m, H-11), 2.09 (1H, m, H-3a), 2.04 (2H, m, H-7), 1.88 (1H, m, H-10a), 1.85 (1H, m, H-3b), 1.74 (1H, m, H-4a), 1.60 (1H, m, H-10b), 1.54 (1H, m, H-4b), 1.30 (1H, dd,  $J = 11.9, 5.3$  Hz, H-6), 1.18 (3H, s, H-15), 1.03 (3H, d,  $J = 6.9$  Hz, H-12), 1.02 (3H, d,  $J = 6.9$  Hz, H-13), 0.96 (3H, s, H-14);  $^{13}C$  NMR (150 MHz,  $CDCl_3$ )  $\delta_C$  37.8 (C-1), 80.0 (C-2), 26.9 (C-3), 39.6 (C-4), 71.1 (C-5), 46.4 (C-6), 23.2 (C-7), 142.0 (C-8), 116.2 (C-9), 40.8 (C-10), 35.1 (C-11), 21.9 (C-12), 21.4 (C-13), 11.9 (C-14), 30.0 (C-15)。以上数据与文献<sup>[11]</sup>报道基本一致, 鉴定该化合物为 oplodiol。

化合物 7 无色油状物, HR-ESI-MS  $m/z$ : 209.1534  $[M+H]^+$ , 分子式为  $C_{13}H_{20}O_2$ 。 $^1H$  NMR (600 MHz,  $CD_3OD$ )

$\delta_H$  6.95 (1H, d,  $J = 9.8$  Hz, H-2), 6.16 (1H, d,  $J = 9.8$  Hz, H-3), 3.83 (1H, m, H-9), 2.61 (1H, td,  $J = 12.4, 5.4$  Hz, H-7a), 2.39 (1H, td,  $J = 12.6, 5.5$  Hz, H-7b), 1.90 (3H, s, H-11), 1.60 (2H, m, H-8), 1.29 (3H, s, H-12), 1.29 (3H, s, H-13), 1.23 (3H, d,  $J = 6.3$  Hz, H-10);  $^{13}C$  NMR (150 MHz,  $CD_3OD$ )  $\delta_C$  42.2 (C-1), 160.1 (C-2), 126.0 (C-3), 188.5 (C-4), 132.3 (C-5), 165.5 (C-6), 27.9 (C-7), 38.7 (C-8), 68.8 (C-9), 23.3 (C-10), 11.5 (C-11), 26.0 (C-12), 26.0 (C-13)。以上该化合物的  $^1H$  NMR 和  $^{13}C$  NMR 数据与文献<sup>[12]</sup>中化合物报道数据基本一致, 鉴定该化合物为 3-(3'-hydroxybutyl)-2,4,4-trimethylcyclohexa-2,5-dienone。

化合物 8 淡黄色油状物, HR-ESI-MS  $m/z$ : 211.1690  $[M+H]^+$ , 分子式为  $C_{13}H_{22}O_2$ 。 $^1H$  NMR (600 MHz,  $CD_3OD$ )  $\delta_H$  3.79 (1H, q,  $J = 6.1$  Hz, H-9), 2.45 (2H, dd,  $J = 7.4, 6.4$  Hz, H-2), 2.26 (2H, m, H-7), 1.83 (2H, dd,  $J = 7.4, 6.3$  Hz, H-3), 1.76 (3H, s, H-11), 1.58 (2H, m, H-8), 1.21 (3H, d,  $J = 6.3$  Hz, H-10), 1.20 (3H, s, H-12), 1.20 (3H, s, H-13);  $^{13}C$  NMR (150 MHz,  $CD_3OD$ )  $\delta_C$  37.6 (C-1), 38.4 (C-2), 35.1 (C-3), 201.5 (C-4), 131.6 (C-5), 168.3 (C-6), 27.2 (C-7), 39.0 (C-8), 68.9 (C-9), 23.2 (C-10), 11.7 (C-11), 28.1 (C-12), 27.2 (C-13)。以上数据与文献<sup>[13]</sup>报道基本一致, 鉴定该化合物为 9(*S*)-4-oxo-7,8-dihydro- $\beta$ -ionol。

化合物 9 无色油状物, HR-ESI-MS  $m/z$ : 223.1694  $[M+H]^+$ , 分子式为  $C_{14}H_{22}O_2$ 。 $^1H$  NMR (600 MHz,  $CDCl_3$ )  $\delta_H$  2.51 (2H, m, H-8), 2.17 (3H, s, 14- $CH_3$ ), 2.13 (1H, m, H-1a), 2.04 (2H, m, H-2), 2.00 (1H, m, H-1b), 1.86 (1H, m, H-10), 1.77 (1H, m, H-11), 1.73 (1H, m, H-7a), 1.66 (1H, m, H-7b), 1.63 (1H, dd,  $J = 4.7, 3.3$  Hz, H-4), 1.04 (1H, ddd,  $J = 10.0, 4.1, 2.8$  Hz, H-5), 0.91 (3H, d,  $J = 6.9$  Hz, 12- $CH_3$ ), 0.90 (3H, d,  $J = 6.9$  Hz, 13- $CH_3$ ), 0.69 (1H, m, H-6);  $^{13}C$  NMR (150 MHz,  $CDCl_3$ )  $\delta_C$  23.1 (C-1), 32.9 (C-2), 214.4 (C-3), 34.6 (C-4), 29.9 (C-5), 46.5 (C-6), 24.9 (C-7), 41.8 (C-8), 208.9 (C-9), 28.1 (C-10), 31.1 (C-11), 19.3 (12- $CH_3$ ), 19.7 (13- $CH_3$ ), 30.2 (14- $CH_3$ )。以上数据与文献<sup>[14]</sup>报道基本一致, 鉴定该化合物为 saniculamoid D。

作者贡献: 郭娜是本文的第一作者, 负责提取分离、结构鉴定及论文撰写; 吴华强协助药材部分提取分离工作; 舒任庚是本文的通讯作者, 负责实验设计及把关, 提供本文思路, 参与稿件修改等工作。

利益冲突: 本文不存在任何利益冲突。

## References

- [1] Huang WP, Wen ZQ, Wu H, et al. Primary research on compo-

- nents with anticomplement and antitussive activities from leaves extracts of *Chimonanthus nitens* [J]. Chin Tradit Herb Drugs (中草药), 2020, 50: 3869-3875.
- [2] Zhang PY, Shu RG, Yan XL, et al. Chemical constituents of *Chimonanthus nitens* Oliv. [J]. Chin Pharm J (中国药学杂志), 2017, 52: 1594-1596.
- [3] Yu H, Wang TY, Wang J, et al. Research progress of chemical compositions of *Chimonanthus nitens* Oliv. and their biological activities [J]. Chin J Pharm Anal (药物分析杂志), 2021, 41: 1477-1486.
- [4] Wu YQ, Liu YL, Lin LF, et al. Research progress on chemical composition, preparation, pharmacological action and clinical application of *Chimonanthus Nitens* Folium [J]. Chin J Tradit Med Pharm (中华中医药杂志), 2021, 36: 6599-6607.
- [5] Guo N, Shu QB, Dong YL, et al. Sesquiterpenoids from the leaves of *Chimonanthus nitens* [J]. J Asian Nat Prod Res, 2022. DOI: 10.1080/10286020.2022.2058932.
- [6] Guo N, Shu QB, Zhang PY, et al. Six new cadinane-type sesquiterpenoids from the leaves of *Chimonanthus nitens* Oliv. [J]. Fitoterapia, 2021, 154: 105019.
- [7] Xue Y, Zhang C, Wu ZB, et al. Sesquiterpenes from *Artemisia girdalii* var. *longipedunculata* [J]. J Chin Pharm Sci, 2018, 27: 66-71.
- [8] Kuo YH, Yu MT. Four new sesquiterpenes from the heartwood of *Juniperus formosana* var. *concolor* [J]. Chem Pharm Bull, 1999, 47: 1017-1019.
- [9] Ding JH, Li ZH, Wei K, et al. Two new sesquiterpenoids from cultures of the basidiomycete *Tremella foliacea* [J]. J Asian Nat Prod Res, 2016, 18: 46-50.
- [10] Wong KC, Hamid A, Eldeen IMS, et al. A new sesquiterpenoid from the rhizomes of *Homalomena sagittifolia* [J]. Nat Prod Res, 2012, 26: 850-858.
- [11] Li J, Xu B, Zhao XF, et al. Sesquiterpenoids of *Acori Calami* Rhizoma [J]. China J Chin Mate Med (中国中药杂志), 2016, 41: 2118-2123.
- [12] Lu XT, Shao L, Zhao BQ, et al. Chemical constituents from *Pleioblastus amarus* and their anti-inflammatory activity [J]. Chin Tradit Pat Med (中成药), 2019, 41: 2663-2667.
- [13] Macías FA, Lacret R, Varela RM, et al. Bioactive apocarotenoids from *Tectona grandis* [J]. Phytochemistry, 2008, 69: 2708-2715.
- [14] Li XS, Zhou XJ, Zhang XJ, et al. Sesquiterpene and norsesquiterpene derivatives from *Sanicula lamelligera* and their biological evaluation [J]. J Nat Prod, 2011, 74: 1521.