



重唇石斛根的化学成分及其生物活性研究

马小迪, 蔡彩虹, 王昊, 吴妃, 郭东昇, 李桂琳, 戴好富, 周欣, 陈惠琴

引用本文:

马小迪, 蔡彩虹, 王昊, 等. 重唇石斛根的化学成分及其生物活性研究[J]. 热带亚热带植物学报, 2026, 34(4): 454–460.

在线阅读 View online: <https://doi.org/10.11926/jtsb.5057>

您可能感兴趣的其他文章

Articles you may be interested in

白花鬼针草中多烯炔类成分的分离及其生物活性研究

Studies on Isolation of Polyacetylenes from *Bidens pilosa* var. *radiata* and Their Biological Activities

热带亚热带植物学报. 2021, 29(2): 216–220 <https://doi.org/10.11926/jtsb.4312>

木槿的化学成分研究

Chemical Constituents from the Stems of *Hibiscus syriacus*

热带亚热带植物学报. 2021, 29(3): 331–338 <https://doi.org/10.11926/jtsb.4288>

杨桃叶的化学成分研究

Chemical Constituents from the Leaves of *Averrhoa carambola*

热带亚热带植物学报. 2021, 29(1): 105–111 <https://doi.org/10.11926/jtsb.4246>

薏苡糠壳的化学成分及其种子萌发活性研究

Chemical Constituents of *Coix lachryma-jobi* and Their Activities on Seed Germination

热带亚热带植物学报. 2021, 29(5): 556–562 <https://doi.org/10.11926/jtsb.4339>

宁前胡内生真菌 *Fusarium tricinctum* 固体发酵代谢产物研究

Metabolites of *Fusarium tricinctum*, An Endophytic Fungus Isolated from Ningguo *Peucedanum praeruptorum* on Solid Fermentation

热带亚热带植物学报. 2020, 28(2): 203–208 <https://doi.org/10.11926/jtsb.4135>

向下翻页，浏览PDF全文

重唇石斛根的化学成分及其生物活性研究

马小迪^{1,2}, 蔡彩虹², 王昊², 吴妃², 郭东昇², 李桂林³, 戴好富², 周欣^{1*}, 陈惠琴^{2*}

(1. 河北农业大学理工系, 河北 沧州 061100; 2. 中国热带农业科学院热带生物技术研究所, 海南省黎药资源天然产物研究与利用重点实验室, 海口 571101; 3. 云南省德宏热带农业科学研究所, 云南 瑞丽 678600)

摘要: 为探讨重唇石斛(*Dendrobium hercoglossum*)根部位的化学成分及其生物活性, 对其根部位乙醇提取物的乙酸乙酯相用硅胶柱层析、半制备液相色谱等现代色谱技术进行分离纯化, 再根据质谱和核磁等技术对单体化合物进行结构鉴定和抗炎活性筛选。结果表明, 从重唇石斛根部位乙醇提取物乙酸乙酯相中共分离鉴定了 8 个单体化合物, 分别为(*Z*)-烯酰吗啉 (1)、(*E*)-烯酰吗啉 (2)、dengibsin (3)、4-*O*-demethyl-nobilone (4)、dendroflorin (5)、对羟基苯丙酸 (6)、丁香酸 (7)、1*H*-indole-3-carbaldehyde (8)。活性测试结果表明化合物 4 能够抑制 LPS 诱导小鼠单核巨噬细胞 RAW264.7 产生 NO, IC₅₀ 值为(14.69±1.16) μmol/L。化合物 1 和 2 为首次从自然界中分离得到, 并首次报道其核磁数据; 化合物 1~8 均为首次从重唇石斛中分离得到, 且化合物 4 具有较好的抗炎活性。

关键词: 石斛属; 重唇石斛; 化学成分; 抗炎活性

doi: 10.11926/jtsb.5057 CSTR:32235.14.jtsb.5057

Chemical Constituents from Roots of *Dendrobium hercoglossum* (Orchidaceae) and Their Biological Activities

MA Xiaodi^{1,2}, CAI Caihong², WANG Hao², WU Fei², GUO Dongsheng², LI Guilin³, DAI Haofu², ZHOU Xin^{1*}, CHEN Huiqin^{2*}

(1. Department of Science and Technology, Hebei Agricultural University, Cangzhou 061100, Hebei, China; 2. Key Laboratory of Natural Products Research and Development of Li Folk Medicine of Hainan Province, Institute of Tropical Bioscience and Biotechnology, Chinese Academy of Tropical Agricultural Sciences, Haikou 571101, China; 3. Dehong Institute of Tropical Agricultural Sciences, Ruili 678600, Yunnan, China)

Abstract: To investigate the chemical constituents of the roots of *Dendrobium hercoglossum* and evaluate their biological activities, the ethyl acetate fraction of an ethanol extract from its roots was isolated and purified by using chromatographic techniques, including silica gel column chromatography and semi-preparative HPLC. The structures of the isolated compounds were elucidated through mass spectrometry and nuclear magnetic resonance spectroscopy (NMR), and then they were subsequently evaluated for anti-inflammatory and other biological activities. The results showed that eight compounds were isolated, such as (*Z*)-dimethomorph (1), (*E*)-dimethomorph (2), dengibsin (3), 4-*O*-demethyl-nobilone (4), dendroflorin (5), *p*-hydroxyphenylpropionic acid (6), syringic acid (7), 1*H*-indole-3-carbaldehyde (8). Compound 4 significantly inhibited LPS-induced NO production in RAW264.7 mouse macrophages, with an IC₅₀ value of (14.69±1.16) μmol/L. Compounds 1 and 2

收稿日期: 2025-08-25 接受日期: 2025-10-12

基金项目: 海南省自然科学基金青年基金项目(224QN316); 国家中药材产业技术体系项目(CARS-21); 云南省专家工作站项目(202405AF140026); 海南省孙汉董院士工作站基金项目资助

This work was supported by the Project for Natural Science in Hainan (Grant No. 224QN316), the Project for Industrial Technology System of Chinese Herbal Medicines (Grant No. CARS-21), the Project for Expert Workstation in Yunnan (Grant No. 202405AF140026), the Project of Sun Handong Academician Workstation in Hainan.

作者简介: 马小迪(2001 年生), 女, 硕士研究生, 研究方向为天然产物化学。E-mail: beibei010829@163.com

* 通讯作者 Corresponding author. E-mail: chenhuiqin@itbb.org.cn; zhouxin@hebau.edu.cn

were isolated as natural products for the first time, as well as their NMR data. Compounds **1–8** were isolated from *D. hercoglossum* for the first time. Compound **4** showed significant anti-inflammatory activity.

Key words: *Dendrobium*; *D. hercoglossum*; Chemical constituents; Anti-inflammatory activity

石斛属(*Dendrobium*)是兰科(Orchidaceae)物种数量位居第2的属^[1], 该属已确认的物种数量超过1 500种^[2]。在我国, 该属已记载有80余种, 集中分布于北回归线以南的海南岛、云贵高原及岭南丘陵等生态区域^[3]。石斛属植物性喜温暖湿润的阴凉环境, 因此多分布于热带亚热带丛林^[4]。作为一种药食两用植物, 石斛属植物在传统中医药体系中具有重要地位。对石斛属植物次生代谢产物的研究表明, 其化学成分主要包含酚类化合物、生物碱和倍半萜等多种类型化合物^[5–7]。随着近年来药理研究的深入, 报道石斛具有抗氧化^[8]、降血压^[9]、增强免疫力^[10]以及改善和缓解糖尿病相关并发症^[11]等作用。

重唇石斛(*D. hercoglossum*)是兰科石斛属的一种多年生附生草本植物, 多附生在海拔1 000 m左右的山地密林和湿润的岩石上。重唇石斛在中国广泛分布于秦岭淮河以南地区, 包括海南、云南和广东等省份, 其中在海南主要分布在乐东、保亭和昌江等地^[12]。早在《中国中药资源志要》中就有记载, 重唇石斛可治疗热病伤津、口干烦渴、病后虚热和食欲不振等症状^[13]。目前对重唇石斛次级代谢产物研究较少, 仅从中分离鉴定了46个化合物, 包括联苳类、生物碱类和酚酸类等化合物^[14–16], 对其进行活性筛选发现酚酸类和联苳类化合物具有较强的酪氨酸酶抑制活性, 部分联苳类化合物也具有较好的抗炎和抗肿瘤活性^[14]。本课题组已经对重唇石斛茎叶部分提取物的乙酸乙酯相进行了化学成分和生物活性研究, 分离得到了倍半萜、联苳和酚酸等类型的化合物^[14]。为了进一步探究重唇石斛不同部位的化学成分, 本研究对重唇石斛根部位的乙醇提取物乙酸乙酯萃取相进行了分离纯化, 并对单体化合物进行了抗炎等活性测试, 以期发现具有开发价值的功能性成分, 为药理研究、产品开发及应用奠定基础。

1 材料和方法

1.1 材料

重唇石斛根样品(鲜重3.10 kg), 2021年3月采自云南省保山市石斛栽培基地, 经中国热带农业科

学院热带生物技术研究所黄圣卓副研究员鉴定其为兰科石斛属重唇石斛(*Dendrobium hercoglossum*), 凭证标本(No. 20210315)存放于中国热带农业科学院热带生物技术研究所。

1.2 仪器

安捷伦1200型高效液相色谱仪(Agilent, USA); 半制备色谱柱(COSMOSIL, Japan); EYELA SB-1300型立式旋转蒸发仪(上海爱朗仪器公司); DLSB-10/30型冷却水循环装置(郑州长城科工贸有限公司); BS-100A型自动收集器(上海青浦沪西仪器厂); Bruker AV-500型(Bruker, Germany)和Quantum-Iplus 600型(武汉中科牛津波谱技术有限公司)核磁共振仪; 质谱仪(Bruker amaZon SL, Germany); Q/BKYY31-2000型电恒温鼓风干燥箱(上海跃进医疗器械厂); FDS-2000型冷冻干燥机(东京理化器械株式会社); BP221S型万分之一电子秤(北京赛多利斯天平有限公司); HH-W600型水浴锅(上海京孚仪器有限公司)。

1.3 提取和分离

将3.10 kg新鲜重唇石斛根样品干燥后粉碎, 用95%的乙醇加热回流提取3次, 滤液减压浓缩后得到218.0 g提取物, 再将乙醇提取物依次经石油醚(1 L×3)、乙酸乙酯(1 L×3)和正丁醇(1 L×3)萃取, 经减压浓缩分别得到石油醚相浸膏3.5 g, 乙酸乙酯相浸膏15.0 g, 正丁醇相浸膏52.5 g。本研究取乙酸乙酯相经减压硅胶柱色谱, 以石油醚:乙酸乙酯[100:1→1:1, V/V(下同)]为流动相进行梯度洗脱, 通过薄层色谱和高效液相色谱分析粗划段, 最终得到17个流份(Fr.1~Fr.17)。

Fr.8 (527.7 mg)经硅胶柱色谱, 以氯仿:甲醇(150:1→120:1)梯度洗脱, 通过薄层色谱硅胶板层析以乙醇浓硫酸溶液显色后合并相似流份, 得到2个流份(Fr.8.1~Fr.8.2); Fr.8.1 (35.23 mg)再经半制备高效液相色谱(C18柱, 甲醇:水=55:45洗脱, 流速4 mL/min, 检测波长254 nm), 在保留时间 t_R =8.4 min和 t_R =15.0 min处分别得到化合物**3** (11.0 mg)和**5** (0.9 mg) (图1)。Fr.10 (295.6 mg)经硅胶柱色谱, 以石油醚:乙酸乙酯(10:1→1:1)梯度洗脱, 通过薄层色谱硅胶板层析以乙醇浓硫酸溶液显色后合并相似流份, 得到7个流份(Fr.10.1~Fr.10.7); Fr.10.3

(13.8 mg)再经硅胶柱色谱,以石油醚:乙酸乙酯(8:1)为洗脱剂进行洗脱,得到化合物 **6** (3.0 mg)。Fr.11 (291.5 mg)经 Sephadex LH-20 葡聚糖凝胶柱以甲醇为流动相进行洗脱,分离得到 5 个流份(Fr.11.1~Fr.11.5); Fr.11.1 (14.1 mg)经半制备高效液相色谱(C18 柱,甲醇:水=20:80 洗脱,流速 4 mL/min,检测波长 210 nm),在保留时间 $t_R=21.7$ min 得到化合物 **8** (1.0 mg); Fr.11.3(23.9 mg)经半制备高效液相色谱(C18 柱,甲醇:水=30:70 洗脱,流速 4 mL/min,检测波长 254 nm),在保留时间 $t_R=19.0$ min 处得到

化合物 **7** (0.8 mg)。Fr.12 (484.7 mg)经 Sephadex LH-20 葡聚糖凝胶柱以甲醇为流动相进行洗脱,分离得到 6 个流份(Fr.12.1~Fr.12.6); Fr.12.2 (54.8 mg)经半制备高效液相色谱(C18 柱,甲醇:水=70:30 洗脱,流速 4 mL/min,检测波长 210 nm),在保留时间 $t_R=7.5$ min 和 $t_R=9.0$ min 处分别得到化合物 **2** (2.2 mg)和 **1** (5.8 mg); Fr.12.5 (16.7 mg)经半制备高效液相色谱(C18 柱,甲醇:水=50:50 洗脱,流速 4 mL/min,检测波长 254 nm),在保留时间 $t_R=7.1$ min 处得到化合物 **4** (1.0 mg)。

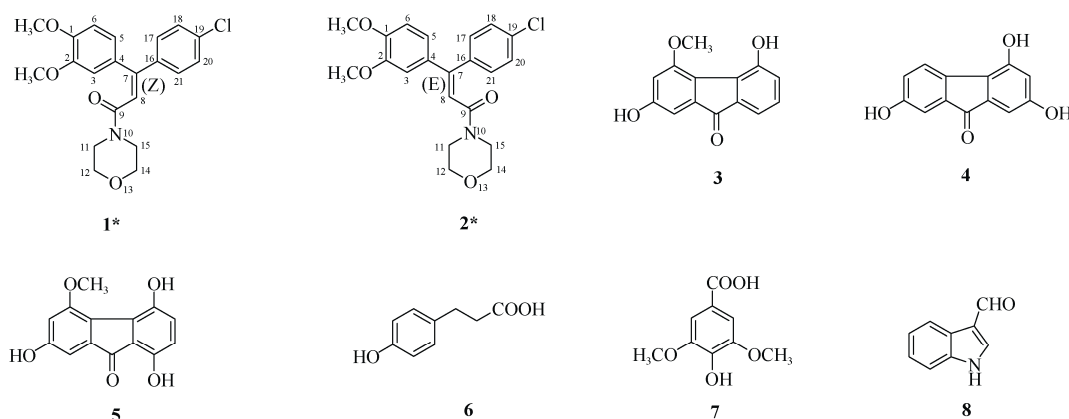


图 1 重唇石斛根部位分离鉴定的化合物。*: 新天然产物。

Fig. 1 Compounds isolated and identified from roots of *Dendrobium hercoglossum*. *: New natural product.

1.4 结构鉴定

化合物 1 淡黄色油状(甲醇)。 $[\alpha]_D^{25} + 6.0$ ($c = 0.10$, MeOH)。HR-ESI-MS 显示在 m/z 410.1130 和 412.1111 2 个峰的相对丰度比例约为 3:1, 推测分子中存在氯原子, 并结合碳谱数据推测其分子式为 $C_{21}H_{22}ClNO_4$, 不饱和度为 11。 1H NMR 和 ^{13}C NMR 数据提示结构中存在 1 个 ABX 耦合的苯环 [δ_C 151.3 (C-1); δ_C 150.4 (C-2); δ_C 114.2/ δ_H 6.83 (1H, br s, H-3); δ_C 132.3 (C-4); δ_C 123.5/ δ_H 6.77 (1H, br d, $J = 8.2$ Hz, H-5); δ_C 112.7/ δ_H 6.99 (1H, d, $J = 8.2$ Hz, H-6)], 1 个对位取代的苯环 [δ_C 140.8 (C-16); δ_C 130.8/ δ_H 7.32 (2H, dd, $J = 8.5, 1.5$ Hz, H-17, 21); δ_C 129.6/ δ_H 7.36 (2H, dd, $J = 8.5, 1.5$ Hz, H-18, 20); δ_C 135.8 (C-19)], 1 个三取代双键 [δ_C 147.9 (C-7); δ_C 120.9/ δ_H 6.28 (1H, s, H-8)], 1 个羰基 [δ_C 169.6 (C-9)] 和 4 个亚甲基 [δ_C 48.1/ δ_H 3.48 (2H, d, $J = 5.0$ Hz, H-11); δ_C 67.4/ δ_H 3.45 (2H, d, $J = 5.0$ Hz, H-12); δ_C 67.2/ δ_H 3.08 (2H, d, $J = 4.8$ Hz, H-14); δ_C 42.9/ δ_H 3.32 (2H, d, $J = 4.9$ Hz, H-15)]。根据 1H - 1H COSY 谱(图 2)中的关联信号 H-11/

H-12 和 H-14/H-15, 以及 HMBC 谱中 H-11 与 C-15 的相关信号和 H-12 与 C-14 的相关信号, 结合化学位移表明 1,4-氧氮六环的存在。HMBC 谱中, H-8 与 C-4 和 C-16 有相关信号, H-21 和 H-5 与 C-7 有相关信号说明 2 个苯环分别由 C-4 和 C-16 与双键中的 C-7 相连。另外 HMBC 谱中的相关信号 H-8、H-11 和 H-15 与 C-9 有相关信号表明羰基碳 C-9 分别与 1,4-氧氮六环和双键中的 C-8 相连。2 个甲氧基的链接位置是由 HMBC 相关信号 1-OMe/C-1 和 2-OMe/C-2, 以及 ROESY 相关信号 H-6/1-OMe 和 H-3/2-OMe 确定的; 根据 C-19 的化学位移为 δ_C 135.8 及分子中存在氯原子, 所以推测 C-19 与氯原子相连^[17]。ROESY 谱中, H-8 和 H-21 的 NOE 效应确定 H-8/H-21 处于同侧, 表明 C7=C8 为顺式(Z)。因此, 化合物 **1** 鉴定为(Z)-烯酰吗啉。经查阅文献[18], 该化合物为首次从自然界中分离得到, 且首次报道其核磁数据(表 1)。

化合物 2 无色透明油状(甲醇)。 $[\alpha]_D^{25} - 4.0$ ($c = 0.10$, MeOH)。HR-ESI-MS 在 m/z 410.1130 和

412.1110 2 个峰的相对丰度比例约为 3:1, 推测分子中存在氯原子。分析 HR-ESI-MS 和 MNR 数据, 发现化合物 **2** 与 **1** 非常相似, 推测 2 个化合物具有相同的平面结构。进一步分析表明化合物 **2** 的 ROESY 谱中 H-8 和 H-3 具有相关信号, 表明 H-8/H-3 处于

同侧, 双键 C7=C8 为反式(*E*)结构, 与化合物 **1** 互为顺反异构体。综上, 化合物 **2** 鉴定为(*E*)-烯酰吗啉, 结构见图 1。经查阅文献[18], 该化合物也为首次从自然界中分离得到, 并首次报道其核磁数据(表 1)。

表 1 化合物 **1** 和 **2** 的 ^1H (500 MHz, CD_3OD)和 ^{13}C NMR (125 MHz, CD_3OD)数据

Table 1 ^1H (500 MHz, CD_3OD) and ^{13}C NMR (125 MHz, CD_3OD) data of compounds **1** and **2**

No.	化合物 1 Compound 1		化合物 2 Compound 2	
	δ_{H} (J in Hz)	δ_{C}	δ_{H} (J in Hz)	δ_{C}
1		151.3, C		151.6, C
2		150.4, C		150.4, C
3	6.83 (1H, brs)	114.2, CH	6.91 (1H, brs)	112.6, CH
4		132.2, C		134.4, C
5	6.77 (1H, br d, $J = 8.2$)	123.5, CH	6.80 (1H, br d, $J = 8.5$)	122.6, CH
6	6.99 (1H, d, $J = 8.2$)	112.7, CH	6.92 (1H, d, $J = 8.5$)	112.5, CH
7		147.9, C		148.3, C
8	6.28 (1H, s)	120.9, CH	6.39 (1H, s)	120.3, CH
9		169.6, C		169.4, C
11	3.32 (2H, d, $J = 4.9$)	48.1, CH_2	3.36 (2H, t, $J = 4.8$)	48.1, CH_2
12	3.08 (2H, d, $J = 4.8$)	67.4, CH_2	3.23 (2H, t, $J = 4.7$)	67.5, CH_2
14	3.45 (2H, d, $J = 5.0$)	67.2, CH_2	3.46 (2H, m)	67.2, CH_2
15	3.48 (2H, d, $J = 5.0$)	42.9, CH_2	3.46 (2H, m)	42.9, CH_2
16		140.8, C		139.0, C
17, 21	7.32 (2H, dd, $J = 8.5, 1.5$)	130.8, CH	7.22 (2H, d, $J = 8.0$)	132.2, CH
18, 20	7.36 (2H, dd, $J = 8.5, 1.5$)	129.6, CH	7.41 (2H, d, $J = 7.5$)	129.6, CH
19		135.8, C		135.7, C
1-OMe	3.86 (3H, s)	56.5, OMe	3.83 (3H, s)	56.4, OMe
2-OMe	3.75 (3H, s)	56.5, OMe	3.77 (3H, s)	56.5, OMe

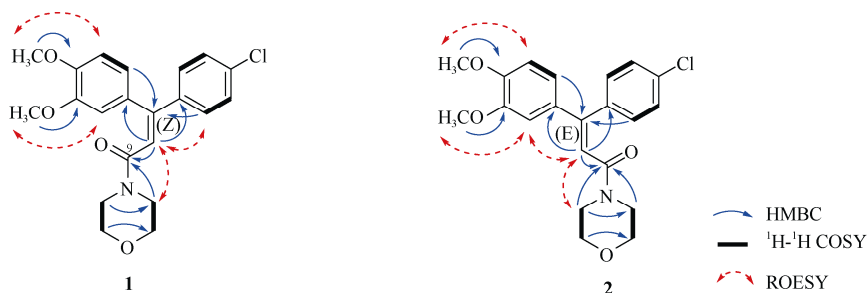


图 2 化合物 **1** 和 **2** 的关键 2D NMR 信号

Fig. 2 Key 2D NMR signals of compounds **1** and **2**

化合物 3 粉色粉末(甲醇); ESI-MS m/z 265.05 $[\text{M} + \text{Na}]^+$, 分子式为 $\text{C}_{14}\text{H}_{10}\text{O}_4$ 。 ^1H NMR (500 MHz, CD_3OD): δ_{H} 7.07 (2H, m, H-7, 8), 6.92 (1H, dd, $J = 7.3, 1.8$ Hz, H-6), 6.74 (1H, d, $J = 2.1$ Hz, H-1), 6.66 (1H, d, $J = 2.1$ Hz, H-3), 4.04 (3H, s, 4-OMe); ^{13}C NMR (125 MHz, CD_3OD): δ_{C} 195.1 (C-9), 161.6 (C-4), 153.9 (C-2), 151.9 (C-5), 137.6 (C-9a), 136.2 (C-

8a), 130.3 (C-7), 128.4 (C-4b), 125.5 (C-6), 122.9 (C-8), 117.3 (C-4a), 106.5 (C-1), 106.4 (C-3), 57.5 (4-OMe)。上述数据与文献[19]报道基本一致, 故鉴定为 dengibsin。

化合物 4 粉色油状(甲醇); ESI-MS m/z 251.03 $[\text{M} + \text{Na}]^+$, 分子式为 $\text{C}_{13}\text{H}_8\text{O}_4$ 。 ^1H NMR (500 MHz, CD_3OD): δ_{H} 7.45 (H, d, $J = 8.1$ Hz, H-5), 6.91 (1H, d,

$J = 2.4$ Hz, H-8), 6.81 (1H, dd, $J = 8.1, 2.4$ Hz, H-6), 6.53 (1H, d, $J = 2.1$ Hz, H-1), 6.38 (1H, d, $J = 2.1$ Hz, H-3); ^{13}C NMR (125 MHz, CD_3OD): δ_{C} 196.6 (C-9), 159.9 (C-2), 157.8 (C-7), 154.7 (C-4), 138.1 (C-4b), 138 (C-9a), 136.3 (C-8a), 124.8 (C-5), 123.4 (C-4a), 121.9 (C-6), 112.2 (C-8), 110.2 (C-3), 104.5 (C-1)。上述数据与文献[20]报道基本一致, 故鉴定为 4-*O*-demethyl-nobilone。

化合物 5 粉色粉末(甲醇); ESI-MS m/z 259.33 $[\text{M} + \text{H}]^+$, 分子式为 $\text{C}_{14}\text{H}_{10}\text{O}_5$ 。 ^1H NMR (500 MHz, CD_3OD): δ_{H} 6.83 (H, d, $J = 8.9$ Hz, H-3), 6.74 (1H, br s, H-8), 6.66 (1H, br s, H-6), 6.55 (1H, d, $J = 8.9$ Hz, H-2), 4.03 (3H, s, 5-OMe); ^{13}C NMR (125 MHz, CD_3OD): δ_{C} 195.4 (C-9), 161.5 (C-7), 154.3 (C-5), 153.2 (C-1), 145.7 (C-4), 138.1 (C-8a), 129.1 (C-3), 125.3 (C-4a), 122.5 (C-4b), 120.1 (C-2), 118.1 (C-9a), 105.9 (C-6), 105.8 (C-8), 57.4 (5-OMe)。上述数据与文献报道[21]基本一致, 故鉴定为 dendroflorin。

化合物 6 黄色粉末(甲醇); ESI-MS m/z 167.07 $[\text{M} + \text{H}]^+$, 分子式为 $\text{C}_9\text{H}_{10}\text{O}_3$ 。 ^1H -NMR (500 MHz, CD_3OD): δ_{H} 7.03 (2H, d, $J = 8.4$ Hz, H-5, 9), 6.69 (2H, d, $J = 8.5$ Hz, H-6, 8), 2.81 (2H, t, $J = 7.7$ Hz, H₂-3), 2.53 (2H, t, $J = 7.7$ Hz, H₂-2); ^{13}C NMR (125 MHz, CD_3OD): δ_{C} 177.1 (C-1), 156.8 (C-7), 133.0 (C-4), 130.3 (C-5, 9), 116.2 (C-6, 8), 37.3 (C-2), 31.3 (C-3)。上述数据与文献[22]报道基本一致, 故鉴定为对羟基苯丙酸。

化合物 7 黄色油状(甲醇); ESI-MS m/z 199.17 $[\text{M} + \text{H}]^+$, 分子式为 $\text{C}_9\text{H}_{10}\text{O}_5$ 。 ^1H NMR (500 MHz, CD_3OD): δ_{H} 12.94 (1H, s, COOH), 7.22 (2H, s, H-2, 6), 3.91 (6H, s, 3, 5-OMe); ^{13}C NMR (125 MHz, CD_3OD): δ_{C} 192.7 (COOH), 149.9 (C-3, 5), 142.3 (C-4), 122.8 (C-1), 108.4 (C-2, 6), 56.8 (3, 5-OMe)。上述数据与文献[23]报道基本一致, 故鉴定为 4-羟基-3,5-二甲氧基苯甲酸, 即丁香酸。

化合物 8 白色粉末(甲醇); ESI-MS m/z 146.16 $[\text{M} + \text{H}]^+$, 分子式为 $\text{C}_9\text{H}_7\text{NO}$ 。 ^1H NMR (500 MHz, CD_3OD): δ_{H} 9.89 (1H, s, H-10), 8.16 (1H, d, $J = 7.8$ Hz, H-5), 8.10 (1H, s, H-2), 7.48 (1H, d, $J = 8.0$ Hz, H-8), 7.28 (1H, t, $J = 6.8$ Hz, H-6), 7.24 (1H, t, $J = 7.5$ Hz, H-7); ^{13}C NMR (125 MHz, CD_3OD): δ_{C} 187.4 (C-10), 139.7 (C-2), 139.0 (C-9), 125.7 (C-3), 125.0 (C-6), 123.6 (C-5, 7), 120.1 (C-4), 113.1 (C-8)。上述数据与

文献[24]报道基本一致, 故鉴定为 1*H*-indole-3-carbaldehyde。

2 生物活性测试

2.1 神经保护活性

采用 MTT 法^[25]测试化合物 3~8 对 H_2O_2 诱导人神经母细胞瘤(SH-SY5Y)细胞损伤后的细胞生存率, 测试化合物的神经保护活性。将维生素 E 做为阳性对照, DMSO 为阴性对照。首先将 SH-SY5Y 细胞(1.2×10^4 个/mL)在 37 °C、5% CO_2 的条件下, 在 96 孔板中培养 24 h, 分别将 SH-SY5Y 细胞与梯度稀释的化合物样品(80、40、20、10 $\mu\text{mol/L}$)孵育 3 h 后, 在每个孔中加入 1 000 $\mu\text{mol/L}$ 的 H_2O_2 , 孵育 6 h 后, 在每孔中加入 20 μL MTT (5 mg/mL), 孵育 4 h, 吸弃多余的培养基, 再用 DMSO 溶解多余的甲瓩。用酶标仪测定各孔在 490 nm 处的吸光度, 各组的细胞活力以相对于对照组(100%)的百分比表示, 结果表明化合物 3~8 均不能保护 SH-SY5Y 细胞免受 H_2O_2 诱导的氧化应激的干扰。

2.2 酪氨酸酶抑制活性

参照前人^[26-27]的方法对化合物 1~4 和 6 进行酪氨酸酶抑制活性筛选, 配制 PBS、酪氨酸酶溶液、酪氨酸溶液以及曲酸溶液, 实验使用 96 孔板, 样品组为 585 μL 配置好的酪氨酸酶溶液以及 90 μL 样品混合后每孔加入 150 μL , 重复 3 次。此外, 设置阳性(曲酸)、阴性(DMSO)、空白(DMSO)组, 然后在 37 °C 下放置 15 min, 除空白组外每孔加入 50 μL 酪氨酸溶液, 空白组则每孔加入 50 μL PBS。在 37 °C 下使其充分反应 20 min 后, 在 475 nm 波长下检测 OD 值, 计算抑制率(%)=[(OD_{阴性}-OD_{空白})-(OD_{样品}-OD_{本底})]/(OD_{阴性}-OD_{空白}) $\times 100\%$ 。

结果表明, 化合物 1~4 和 6 抑制率均小于 50%, 未检测到酪氨酸酶抑制活性。

2.3 抗炎活性

2.3.1 化合物的抗炎活性初筛

在进行抗炎活性测试之前, 需要测定单体化合物对小鼠单核巨噬细胞 RAW264.7 的毒性, 以排除由于化合物毒性对实验结果的干扰。筛选没有细胞毒性的化合物浓度, 以脂多糖(LPS)诱导的小鼠单核巨噬细胞 RAW264.7 模型, 对化合物进行抗炎活性筛选^[28-30]。槲皮素作为阳性对照, 初筛浓度为

100 $\mu\text{mol/L}$, 初筛抑制率结果见表2。

2.3.2 化合物抗炎活性的 IC_{50} 值测试

对初筛抑制率大于50%的化合物2、4、6、7进行抗炎活性复筛。将初筛浓度梯度稀释至4个浓度(50、25、12.5、6.25 $\mu\text{mol/L}$), 根据测试结果计算 IC_{50} 值, 结果见表2。

表2 化合物(100 $\mu\text{mol/L}$)的抗炎活性

Table 2 Anti-inflammatory activities of compounds (100 $\mu\text{mol/L}$)

化合物 Compound	抑制率 /% Inhibitory rate	IC_{50} ($\mu\text{mol/L}$)
1	-17.37	-
2	59.06	88.72 $\pm$ 1.95
3	42.71	-
4	77.63	14.69 $\pm$ 1.16
5	47.41	-
6	80.15	30.58 $\pm$ 0.52
7	71.60	22.44 $\pm$ 1.35
8	-2.97	-
槲皮素	102.91	11.86 $\pm$ 1.07

3 结果和讨论

本研究利用多种现代分离技术从重唇石斛根部位的乙酸乙酯相分离鉴定了8个化合物, 分别为(*Z*)-烯酰吗啉(1)、(*E*)-烯酰吗啉(2)、dengibsin(3)、4-*O*-demethyl-nobilone(4)、dendroflorin(5)、对羟基苯丙酸(6)、丁香酸(7)、1*H*-indole-3-carbaldehyde(8), 均为首次从重唇石斛中分离得到, 其中1和2为首次从自然界中分离得到, 并首次报道了其核磁数据。

目前对重唇石斛的研究较少, 本课题组已对其茎叶进行了化学成分研究^[14]。本研究分离得到的生物碱类、酚酸类化合物在茎叶中也有报道, 但是茱萸酮类化合物尚未在茎叶中报道, 同时茱萸酮类化合物也是首次在重唇石斛中分离得到。本研究丰富了重唇石斛的化学成分类型。

同时研究表明化合物2、4、6和7具有不同程度的抗炎活性, 其中化合物4的抗炎活性较显著, 其 IC_{50} 值[(14.69 $\pm$ 1.16) $\mu\text{mol/L}$]与阳性对照槲皮素[(11.86 $\pm$ 1.07) $\mu\text{mol/L}$]较接近, 也与曹雪^[2]的报道接近, 而化合物2、6、7均为首次报道其抗炎活性。这对重唇石斛中的茱萸酮类化合物作为抗炎成分提供了新的依据。

参考文献

- [1] WU S Y. Chemical constituents and anti-inflammatory studies of the stems of *Dendrobium henanenses* [D]. Hefei: Anhui University of Chinese Medicine, 2023. [吴丝雨. 河南石斛化学成分及其抗炎活性研究 [D]. 合肥: 安徽中医药大学, 2023. doi: 10.26922/d.cnki.ganzc.2023.000475.]
- [2] CAO X. Study on the constituents with α -glucosidase inhibitors and anti-inflammatory activities from *Dendrobium nobile* Lindl. [D]. Nanjing: Nanjing Agricultural University, 2020. [曹雪. 金钗石斛中 α -葡萄糖苷酶抑制剂和抗炎活性成分研究 [D]. 南京: 南京农业大学, 2020. doi: 10.27244/d.cnki.gnjnu.2020.001739.]
- [3] MA G X, XU G J, XU L S, et al. Survey and identification of commercial samples of shihu (*Dendrobium* Sw.) (III) [J]. Chin Trad Herb Drugs, 1995(7): 370–372. [马国祥, 徐国钧, 徐珞珊, 等. 商品石斛的调查及鉴定(III) [J]. 中草药, 1995(7): 370–372.]
- [4] XUE K, LI M. Introduction to national key protected wild plants: *Dendrobium* [J]. Life World, 2022(9): 92–95. [薛凯, 李敏. 国家重点保护野生植物介绍——石斛属 [J]. 生命世界, 2022(9): 92–95.]
- [5] LIN T, SHAO J L, LIU X Y, et al. Research progress of determination of main characteristic components in *Dendrobium* [J]. Chem Anal Meter, 2019, 28(4): 119–124. [林涛, 邵金良, 刘兴勇, 等. 石斛中主要特征成分测定研究进展 [J]. 化学分析计量, 2019, 28(4): 119–124. doi: 10.3969/j.issn.1008-6145.2019.04.029.]
- [6] ZHAO J R, WANG Y H, JIN Y, et al. Research advances in chemical constituents and pharmacological activities of *Dendrobium* plants [J]. China J Chin Mat Med, 2022, 47(9): 2358–2372. [赵菊润, 王艺涵, 金艳, 等. 石斛属植物化学成分及药理活性研究进展 [J]. 中国中药杂志, 2022, 47(9): 2358–2372. doi: 10.19540/j.cnki.cjcmm.20220216.601.]
- [7] TAN L C, LI Z, YANG J Y, et al. Research progress on chemical constituents and pharmacological effects of *Dendrobium* [J]. Shandong Chem Ind, 2023, 52(1): 74–76. [谭丽春, 李征, 杨继勇, 等. 石斛属植物的化学成分及药理作用研究进展 [J]. 山东化工, 2023, 52(1): 74–76. doi: 10.19319/j.cnki.issn.1008-021x.2023.01.041.]
- [8] LUO A X, HE X J, ZHOU S D, et al. Purification, composition analysis and antioxidant activity of the polysaccharides from *Dendrobium nobile* Lindl. [J]. Carbohydr Polym, 2010, 79(4): 1014–1019. doi: 10.1016/j.carbpol.2009.10.033.
- [9] SU J, WANG T, YAN M Q, et al. Effect of *Dendrobii officinalis* superfine powder on overeating greasy-induced metabolic hypertension in rats [J]. China J Chin Mat Med, 2021, 46(7): 1658–1666. [苏洁, 王婷, 颜美秋, 等. 铁皮石斛超微粉对“过食膏粱厚味”致代谢性高血压病模型大鼠的影响 [J]. 中国中药杂志, 2021, 46(7): 1658–1666.]

- doi: 10.19540/j.cnki.cjcmm.20201027.403.]
- [10] WEI X P, SUN W, ZHU P P, et al. Refined polysaccharide from *Dendrobium devonianum* resists H1N1 influenza viral infection in mice by activating immunity through the TLR4/MyD88/NF- κ B pathway [J]. *Front Immunol*, 2022, 13: 999945. doi: 10.3389/fimmu.2022.999945.
- [11] LI X F. Comparison of hypoglycemic activities of polysaccharides from *Dendrobium huoshanense* and four *Dendrobium* species cited in Pharmacopoeia [D]. Hefei: Hefei University of Technology, 2012. [李秀芳. 霍山石斛和四种药典石斛多糖降血糖活性比较研究 [D]. 合肥: 合肥工业大学, 2012.]
- [12] CHEN X Q. *Florae Reipublicae Popularis Sinicae*, Tomus 18 [M]. Beijing: Science Press, 1999. [陈心启. 中国植物志, 第 18 卷 [M]. 北京: 科学出版社, 1999.]
- [13] ZHANG H Y, ZHANG Z Y. Summary of Chinese Traditional Medicine Resources [M]. Beijing: Science Press, 1994. [张惠源, 张志英. 中国中药资源志要 [M]. 北京: 科学出版社, 1994.]
- [14] GUO D S. Chemical constituents from *Dendrobium hercoglossum* (Orchidaceae) and their biological activities [D]. Haikou: Hainan University, 2023. [郭东昇. 重唇石斛化学成分及其生物活性研究 [D]. 海口: 海南大学, 2023. doi: 10.27073/d.cnki.ghadu.2023.001280.]
- [15] CHENG L, CHEN Z Y, SHANG Z M, et al. Chemical constituents of *Dendrobium hercoglossum* [J]. *Chin Trad Herb Drugs*, 2020, 51(12): 3126–3130. [成蕾, 陈志有, 尚志梅, 等. 重唇石斛化学成分研究 [J]. *中草药*, 2020, 51(12): 3126–3130. doi: 10.7501/j.issn.0253-2670.2020.12.002.]
- [16] CHENG L, FANG Y K, HE H L, et al. Two new bibenzyls from *Dendrobium hercoglossum* [J]. *Rec Nat Prod*, 2022, 16(4): 353–357. doi: 10.25135/rnp.291.2109.2198.
- [17] GAO Y H, LIU J M, LU H X, et al. Two new 2-(2-Phenylethyl) chromen-4-ones from *Aquilaria sinensis* (Lour.) Gilg [J]. *Helv Chim Acta*, 2012, 95(6): 951–954. doi: 10.1002/hlca.201100442.
- [18] ALBERT G, CURTZE J, DRANDAREVSKI C A. Dimethomorph (CME 151), a novel curative fungicide [C]// Proceedings of the British Crop Protection Conference: Pests and Diseases. Brighton: BCPC Registered Office, 1988.
- [19] ZHOU W, SHEN X C, ZENG Q F, et al. Fluorenone constituents in *Dendrobium nobile* [J]. *J Chin Med Mat*, 2018, 41 (8): 1887–1889. [周威, 沈祥春, 曾庆芳, 等. 金钗石斛的茛菪酮类成分研究 [J]. *中药材*, 2018, 41(8): 1887–1889. doi: 10.13863/j.issn1001-4454.2018.08.023.]
- [20] CAO X, YANG L, DAI H F, et al. One new lignan and one new fluorenone from *Dendrobium nobile* Lindl. [J]. *Phytochem Lett*, 2021, 44: 164–168. doi: 10.1016/j.phytol.2021.06.022.
- [21] FAN C Q, WANG W, WANG Y P, et al. Chemical constituents from *Dendrobium densiflorum* [J]. *Phytochemistry*, 2001, 57(8): 1255–1258. doi: 10.1016/S0031-9422(01)00168-6.
- [22] OWEN R W, HAUBNER R, MIER W, et al. Isolation, structure elucidation and antioxidant potential of the major phenolic and flavonoid compounds in brined olive drupes [J]. *Food Chem Toxicol*, 2003, 41(5): 703–717. doi: 10.1016/S0278-6915(3)00011-5.
- [23] ZHANG L J, LIAO S G, ZHAN Z H, et al. Study on the chemical constituents of phenolic acids from *Polygonum capitatum* [J]. *Lishizhen Med Mat Med Res*, 2010, 21(8): 1946–1947. [张丽娟, 廖尚高, 詹哲浩, 等. 头花蓼酚酸类化学成分研究 [J]. *时珍国医国药*, 2010, 21(8): 1946–1947. doi: 10.3969/j.issn.1008-0805.2010.08.044.]
- [24] QIU Y Q, QI S H, ZHANG C, et al. Studies on the chemical constituents of *Coreopsis tinctoria* [J]. *Chin Trad Herb Drugs*, 2009, 40(5): 701–704. [邱蕴绮, 漆淑华, 张偲, 等. 闹苞菊的化学成分研究 [J]. *中草药*, 2009, 40(5): 701–704. doi: 10.3321/j.issn:0253-2670.2009.05.009.]
- [25] WEI Y M, YANG L, MEI W L, et al. Phenolic compounds from the sclerotia of *Inonotus obliquus* [J]. *Nat Prod Res*, 2022, 36(9): 2413–2417. doi: 10.1080/14786419.2020.1833202.
- [26] HE X M, YANG N, GAN L M, et al. The antioxidant activity and tyrosinase inhibition of different extracts of ethanol extracts from *Bletilla striata* root [J]. *J W Anhui Univ*, 2025, 41(2): 45–48. [何晓梅, 杨娜, 甘丽敏, 等. 白及须根乙醇提取物不同萃取相抗氧化及抑制酪氨酸酶活性 [J]. *皖西学院学报*, 2025, 41(2): 45–48. doi: 10.3969/j.issn.1009-9735.2025.02.008.]
- [27] ZHANG J C, WANG C T, WANG C T, et al. Understanding the role of extracts from sea buckthorn seed residues in anti-melanogenesis properties on B16F10 melanoma cells [J]. *Food Funct*, 2018, 9(10): 5402–5416. doi: 10.1039/C8FO01427B.
- [28] LI Y L, WEI F F, DAI H F, et al. Study on the anti-inflammatory active components of non-alkaloids in *Stemona parviflora* Wright [J]. *China Trop Agric*, 2025(3): 30–37. [李艳丽, 韦芳芳, 戴好富, 等. 细花百部非生物碱抗炎活性成分研究 [J]. *中国热带农业*, 2025(3): 30–37. doi: 10.3969/j.issn.1673-0658.2025.03.006.]
- [29] YANG H R, WANG H, WANG P, et al. Bi-2-(2-phenethyl) chromone derivatives from agarwood of *Aquilaria filaria* in the Philippines [J]. *Phytochemistry*, 2024, 222: 114108. doi: 10.1016/j.phytochem.2024.114108.
- [30] YAN X Y, LI W, WANG H, et al. Three new dimeric 2-(2-phenethyl) chromones from the agarwood of *Aquilaria malaccensis* [J]. *Phytochem Lett*, 2025, 66: 81–85. doi: 10.1016/j.phytol.2025.02.003.