

# Isolation, Identification and Bioactivity Study of Chemical Components in *Adonis aestivalis* L.

Li Li, Yacheng Xing, Xiaomei Ma

College of Chemistry and Chemical Engineering, Qingdao University, Qingdao Shandong  
Email: lili10221993@163.com

Received: Mar. 5<sup>th</sup>, 2019; accepted: Mar. 18<sup>th</sup>, 2019; published: Mar. 25<sup>th</sup>, 2019

---

## Abstract

*Adonis aestivalis* L. is a kind of annual herb of the genus Ranunculaceae. The crude extract was extracted with organic solvent and 7 compounds were obtained from it. These compounds were isolated by a combination of usage of silica gel, Sephadex LH-20 and preparative of thin layer chromatography (pTLC). The structures of the compounds were identified by nuclear magnetic resonance spectroscopy, mass spectrometry, etc. Compounds 1, 2, 3, and 4 were all flavonoids, and compounds 5, 6 and 7 were steroids. The compounds were tested; DPPH activity and the activity of the flavonoid analogues were potent, which provided a scientific basis for the planting of the summer marigold flower.

## Keywords

*Adonis aestivalis* L., Structure Identification, DPPH Active

---

# 夏侧金盏花中化学成分的分 离鉴定及活性研究

李 莉, 邢雅成, 马晓梅

青岛大学化学化工学院, 山东 青岛  
Email: lili10221993@163.com

收稿日期: 2019年3月5日; 录用日期: 2019年3月18日; 发布日期: 2019年3月25日

---

## 摘 要

夏侧金盏花(*Adonis aestivalis* L.)是一种毛茛目, 毛茛科的一年生草本植物, 利用有机溶剂进行提取得到

粗提物, 所得粗提物用正相硅胶、反相硅胶、SephadexLH-20凝胶与制备薄层色谱(pTLC)等进行分离得到7个单体化合物, 通过核磁共振波谱、质谱等鉴定得出化合物的结构, 其中化合物1、2、3、4都是黄酮类化合物, 化合物5、6、7为甾体类化合物, 对所得到的化合物进行相关性质测试, 并对所得到的化合物进行了DPPH活性测试, 黄酮类化合物的抗氧化活性较强, 为夏侧金盏花的种植使用提供了科学的依据。

## 关键词

夏侧金盏花, 结构鉴定, DPPH活性

Copyright © 2019 by author(s) and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

## 1. 引言

夏侧金盏花[1] [2] (*Adonis aestivalis* L.)是一种一年生草本植物, 系毛茛目(*Ranunculales*), 毛茛科(*Ranunculaceae*), 侧金盏花属(*Adions*), 花瓣具有艳丽的红色, 可作为一种药用植物使用。主要产于新疆西部, 在亚洲西部, 欧洲也有分布。

侧金盏花属的植物在中国具有较广泛的分布, 该属植物中含有较多的活性成分, 如强心甙在治疗心律不齐、充血性心力衰竭等方面具有见效快, 毒性小等优点[3]。干燥的全草可以入药, 具有利尿, 强心等作用。本文主要研究了夏侧金盏花中化学成分的提取分离, 鉴定得到的7个化合物, 其中具有4个黄酮类化合物, 3个甾体类的化合物, 并对其做了抗氧化活性分析。夏侧金盏花已被发现为高活性物质虾青素的来源, 通过对其中含有的其它化学物质进行分离鉴定, 为夏侧金盏花更好的应用提供了指导意义。

## 2. 实验

### 2.1. 实验仪器及试剂

侧金盏花颗粒来自山东潍坊; 薄层色谱板 GF254 和柱色谱硅胶(200~300 目), 购自青岛鼎康硅胶有限公司; 显色剂为茴香醛硫酸溶液和碘; 所用有机溶剂均为重蒸工业级溶剂; 核磁共振仪为 Bruker Avance 500 型。

### 2.2. 实验方法

#### 2.2.1. 样品处理

干燥的夏侧金盏花先用有机溶剂石油醚进行提取三次去除提取液中小极性化合物, 然后再用有机溶剂丙酮来进行提取, 提取后所得的粗提液用旋转蒸发器蒸干得到粗提物, 将得到的粗提物进行真空硅胶柱层析, 根据极性从小到大进行梯度洗脱, 得到分段的粗提物。经薄层色谱(TLC), 高效液相色谱(HPLC)检测, 正相硅胶、反相硅胶、SephadexLH-20 凝胶和 pTLC 等分离得到单体化合物并进行结构解析。

#### 2.2.2. 活性测试

1, 1-二苯基-2-三硝基苯肼(DPPH)清除自由基抗氧化活性测试, 将样品与阳性对照药 2, 6-二叔丁基-4-甲基苯酚(BHT)进行梯度稀释, 每个样品 100  $\mu$ L 加入 96 孔板中, 每个样品做三个平行, 向样品中加入 DPPH, 暗处放置 30 min, 在 517 nm 处测定吸光度 A<sub>sample</sub>; 样品中加入 100  $\mu$ L 甲醇溶液在 517 nm, 测

得吸光度  $A_{\text{sample blank}}$ ; 100  $\mu\text{L}$  甲醇中加入 100  $\mu\text{L}$  溶剂于 517 nm 处测定吸光度  $A_{\text{blank}}$ ; 100  $\mu\text{L}$  DPPH 中加入 100  $\mu\text{L}$  溶剂于 517 nm 处测定吸光度  $A_{\text{control}}$ 。通过对吸光度的测试, 进行不同化合物对自由基清除率的计算。

$$\text{清除率}\% = 100 - (A_{\text{sample}} - A_{\text{sample blank}}) * 100 / (A_{\text{control}} - A_{\text{blank}}) \quad (1)$$

### 3. 化合物结构鉴定及活性结果

#### 3.1. 结构鉴定

对所得到的化合物用核磁共振波谱(NMR)解析, 得到化合物的结构, 见图 1。

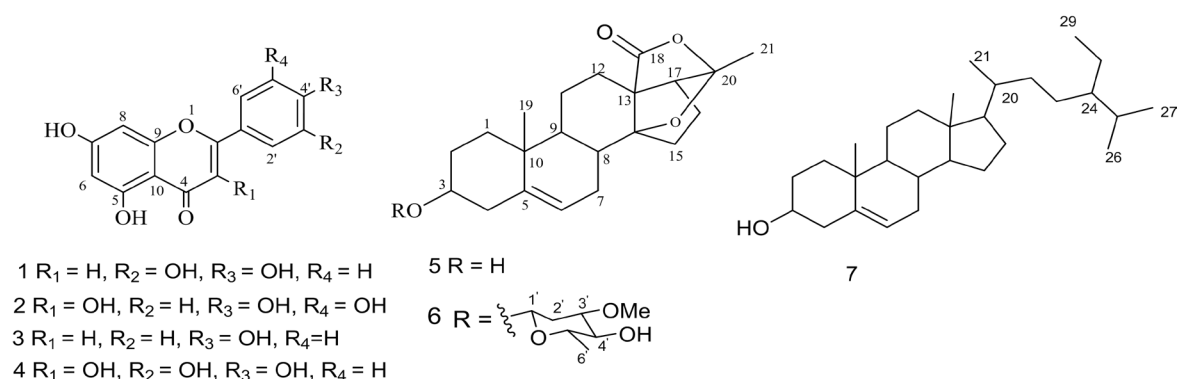


Figure 1. Structures of compounds 1-7

图 1. 化合物 1~7 的结构式

**化合物 1:** 淡黄色固体(DSMO):  $^1\text{H}$  NMR (DMSO- $d_6$ , 500MHz)  $\delta$ : 12.97 (1H, s, OH-5), 10.04 (1H, s, OH-7), 9.72 (1H, s, OH-3'), 9.70 (1H, s, OH-4'), 7.40-7.42 (2H, s, s, H-2', H-6'), 6.88-6.90 (1H, d,  $J = 7.9$  Hz, H-5'), 6.66 (1H, s, H-3), 6.44 (1H, s, H-8), 6.18 (1H, s, H-6);  $^{13}\text{C}$  NMR(DMSO- $d_6$ , 125MHz)  $\delta$ : 181.65 (C, C-4), 164.14 (C, C-2), 163.89 (C, C-7), 161.49 (C, C-9), 157.29 (C, C-5), 149.69 (C, C-4'), 145.74 (C, C-3'), 121.54 (C, C-1'), 118.98 (CH, C-6'), 116.02 (CH, C-5'), 113.38 (CH, C-2'), 103.71 (C, C-10), 102.88 (CH, C-3), 98.84 (CH, C-6), 93.84 (CH, C-8)。化合物分子式为  $\text{C}_{15}\text{H}_{10}\text{O}_6$ , 分子量为 286, 其波谱数据与文献[4]木质素(luteolin)报道数据基本一致, 鉴定为木质素结构。

**化合物 2:** 淡黄色固体(DSMO):  $^1\text{H}$  NMR (DMSO- $d_6$ , 500MHz),  $\delta$ : 12.49 (1H, s, OH-5), 9.39 (1H, s, OH-7), 9.39 (1H, s, OH-3), 9.39 (1H, s, OH-4'), 9.39 (1H, s, OH-5'), 7.68 (1H, d,  $J = 1.7$  Hz, H-2'), 7.54 (1H, dd,  $J = 8.4, 1.8$  Hz, H-6'), 6.88 (1H, d,  $J = 8.4$  Hz, H-3'), 6.41 (1H, d,  $J = 1.3$  Hz, H-8), 6.19 (1H, d,  $J = 1.3$  Hz, H-6);  $^{13}\text{C}$  NMR(DMSO- $d_6$ , 125MHz)  $\delta$ : 175.83 (C, C-4), 163.91 (C, C-7), 160.72 (C, C-5), 156.14 (C, C-9), 147.70 (C, C-2), 146.80 (C, C-4'), 145.05 (CH, C-5'), 135.72 (CH, C-3), 121.97 (C, C-1'), 119.97 (CH, C-2'), 115.60 (CH, C-3'), 115.08 (CH, C-6'), 103.00 (C, C-10), 98.19 (CH, C-6), 93.35 (CH, C-8)。化合物分子式为  $\text{C}_{15}\text{H}_{10}\text{O}_7$ , 分子量为 302, 与文献[4]槲皮素(Quercetin)数据一致, 鉴定为槲皮素结构。

**化合物 3:** 淡黄色固体(DSMO):  $^1\text{H}$  NMR (DMSO- $d_6$ , 500MHz)  $\delta$ : 12.48 (1H, s, OH-5), 10.61 (1H, s, OH-7), 10.61 (1H, s, OH-4'), 7.92 (2H, d,  $J = 8.5$  Hz, H-2', 6'), 6.92 (2H, d,  $J = 8.5$  Hz, H-3', 5'), 6.77 (1H, s, H-3), 6.44 (1H, s, H-6), 6.19 (1H, s, H-8);  $^{13}\text{C}$  NMR (DMSO- $d_6$ , 125MHz) 181.72 (C, C-4), 164.18 (C, C-7), 163.72 (C, C-2), 161.44 (C, C-4'), 161.17 (C, C-5), 157.21 (C, C-9), 128.43 (CH, C-2', C-6'), 121.06 (C, C-1'), 115.95 (CH, C-3', C-5'), 103.76 (C, C-10), 102.82 (CH, C-3), 98.84 (CH, C-6), 93.95 (CH, C-8)。化合物分子式为  $\text{C}_{15}\text{H}_{10}\text{O}_5$ , 分子量为 270, 与文献[5]所报道化合物波谱数据基本一致。

**化合物 4:** 淡黄色固体(DMSO):  $^1\text{H}$  NMR (DMSO-*d*<sub>6</sub>, 500MHz)  $\delta$ : 12.48 (1H, s, OH-5), 8.04 (2H, d,  $J$  = 8.9 Hz, H-2', 6'), 6.92 (2H, d,  $J$  = 8.9 Hz, H-3', 5'), 6.44 (1H, d,  $J$  = 1.9 Hz, H-8), 6.19 (1H, d,  $J$  = 1.9 Hz, H-6);  $^{13}\text{C}$  NMR (DMSO-*d*<sub>6</sub>, 125MHz) 175.89 (C, C-4), 163.92 (C, C-7), 160.70 (C, C-9), 159.18 (C, C-4'), 156.17 (C, C-5), 146.80 (C, C-4'), 135.64 (CH, C-3), 129.48 (CH, C-2', C-6'), 121.66 (C, C-1'), 115.42 (CH, C-3'), 103.02 (C, C-10), 98.02 (CH, C-6), 93.46 (CH, C-8)。化合物分子量为  $\text{C}_{15}\text{H}_{10}\text{O}_6$ , 分子量为 286, 与文献[6]所报道化合物波谱数据基本一致。

**化合物 5:** 棕黄色固体(DMSO):  $^1\text{H}$  NMR (DMSO-*d*<sub>6</sub>, 500MHz)  $\delta$ : 5.28 (1H, m, H-6), 4.62 (1H, s, OH-3), 3.25-3.36 (3H, m, H-3, H-4), 2.77 (1H, d,  $J$  = 2.7, H-17), 1.66-2.17, 1.00-1.42 (16H, m, H-1, 2, 7, 8, 9, 11, 12, 15, 16), 1.51 (3H, s, H-21), 0.87 (3H, s, H-19);  $^{13}\text{C}$  NMR(DMSO-*d*<sub>6</sub>, 125MHz) $\delta$ : 175.27 (C, C-18), 140.58 (C, C-5), 119.36 (CH, C-6), 113.19 (C, C-20), 90.82 (C, C-14), 69.78 (CH, C-3), 58.22 (C, C-13), 57.48 (CH, C-17), 44.48 (CH, C-9), 42.12 (CH<sub>2</sub>, C-4), 36.92 (CH<sub>2</sub>, C-1), 36.23 (C, C-10), 34.75 (CH, C-8), 31.34 (CH<sub>2</sub>, C-2), 28.15 (CH<sub>2</sub>, C-15), 26.44 (CH<sub>2</sub>, C-7), 20.92 (CH<sub>2</sub>, C-12), 19.85 (CH<sub>2</sub>, C-11), 18.98 (CH<sub>3</sub>, C-19), 17.66 (CH<sub>2</sub>, C-16), 15.25 (CH<sub>3</sub>, C-21)。分子量为 344, 分子式为  $\text{C}_{21}\text{H}_{28}\text{O}_4$ , 与文献[7]所报道化合物数据一致。

**化合物 6:** 棕黄色固体(DMSO):  $^1\text{H}$  NMR (DMSO-*d*<sub>6</sub>, 500MHz),  $\delta$ : 5.33 (1H, t, H-6), 5.01 (1H, s, H-1'), 4.59 (1H, d,  $J$  = 9.2 Hz, H-4'), 3.57 (1H, s, H-5'), 3.30 (3H, m, H-7'), 3.11 (1H, m, H-3'), 2.77 (1H, m, H-17), 2.37, 2.83 (2H, m, C-4), 2.37, 1.61 (2H, s, H-2'), 1.66-2.15, 1.00-1.42 (16H, m, H-1, 2, 7, 8, 9, 11, 12, 15, 16), 1.23 (1H, s, H-6'), 1.51 (3H, s, H-21), 0.87 (3H, s, H-19);  $^{13}\text{C}$  NMR(DMSO-*d*<sub>6</sub>, 125MHz)  $\delta$ : 175.24 (C, C-18), 139.67 (C, C-5), 120.23 (CH, C-6), 113.19 (C, C-20), 96.87 (C, C-1'), 90.76 (C, C-14), 79.95 (CH, C-3'), 76.30 (CH, C-3), 75.10 (CH, C-4'), 71.53 (CH, C-5'), 58.21 (C, C-13), 57.48 (CH, C-17), 56.35 (CH<sub>3</sub>, C-7'), 44.41 (CH, C-9), 38.3 (CH<sub>2</sub>, C-4), 36.75 (CH<sub>2</sub>, C-1), 36.49 (CH<sub>2</sub>, C-2'), 36.31 (C, C-10), 34.68 (CH, C-8), 29.3 (CH<sub>2</sub>, C-2), 28.12 (CH<sub>2</sub>, C-15), 26.43 (CH<sub>2</sub>, C-7), 20.89 (CH<sub>2</sub>, C-12), 19.8 (CH<sub>2</sub>, C-11), 18.87 (CH<sub>3</sub>, C-19), 18.01 (CH<sub>3</sub>, C-6'), 17.63 (CH<sub>2</sub>, C-16), 15.24 (CH<sub>3</sub>, C-21)。分子量为 488, 分子式为  $\text{C}_{28}\text{H}_{40}\text{O}_7$ , 与文献[8]所报道化合物数据一致。

**化合物 7:** 白色片状固体( $\text{CHCl}_3$ ):  $^1\text{H}$  NMR (DMSO-*d*<sub>6</sub>, 500MHz),  $\delta$ : 5.33 (1H, m, H-6), 3.48-3.54 (1H, m, H-3), 1.00 (3H, s, H-19), 0.76-0.91 (12H, m, H-21, 26, 27, 29), 0.67 (3H, s, H-18);  $^{13}\text{C}$  NMR(DMSO-*d*<sub>6</sub>, 125MHz) $\delta$ : 140.88 (C, C-5), 121.82 (C, C-6), 71.89 (C, C-3), 56.88 (CH, C-13), 56.18 (CH, C-17), 50.25 (CH, C-9), 45.95 (CH, C-24), 42.44 (CH<sub>2</sub>, C-4), 42.40 (C, C-13), 39.90 (CH<sub>2</sub>, C-12), 37.38 (CH<sub>2</sub>, C-1), 36.62 (C, C-11), 36.27 (CH<sub>2</sub>, C-20), 34.06 (CH<sub>2</sub>, C-22), 32.02 (CH<sub>2</sub>, C-7), 32.02 (CH, C-8), 31.76 (CH<sub>2</sub>, C-2), 29.27 (CH, C-25), 28.38 (CH<sub>2</sub>, C-16), 26.19 (CH<sub>2</sub>, C-18), 24.43 (CH<sub>2</sub>, C-15), 23.18 (CH<sub>2</sub>, C-28), 21.21 (CH<sub>2</sub>, C-11), 19.95 (CH<sub>3</sub>, C-26), 19.52 (CH<sub>3</sub>, C-19), 19.17 (CH<sub>3</sub>, C-27), 18.91 (CH<sub>3</sub>, C-21), 12.13 (CH<sub>3</sub>, C-29), 12.00 (CH<sub>3</sub>, C-18)。分子量为 414, 分子式为  $\text{C}_{29}\text{H}_{50}\text{O}$ , 与文献[9]对照核磁数据基本相同, 可以确定为  $\beta$ -谷甾醇。

### 3.2. DPPH 抗氧化活性实验

通过公式(1)计算化合物的自由基清除率, 从而得到半清除浓度( $\text{IC}_{50}$ )值, 实验结果显示: 黄酮类化合物具有较强的抗氧化活性。化合物 1、2 和 4 均具有较强的抗氧化活性, 其  $\text{IC}_{50}$  分别为 10  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、8  $\mu\text{g}/\text{mL}$  及 50  $\mu\text{g}/\text{mL}$ , 阳性对照化合物 BHT  $\text{IC}_{50}$  为 15  $\mu\text{g}/\text{mL}$ , 甾体类的化合物抗氧化活性较弱, 见表 1。

**Table 1.** The DPPH active of the compounds

**表 1.** 化合物的 DPPH 活性

化合物	1	2	3	4	5	6	7	BHT
$\text{IC}_{50}$ ( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )	10	8	-	5	-	-	-	15

## 4. 结论与展望

夏侧金盏花是一种陆生的植物,在以往的研究中较少,因为虾青素的存在,引起一些研究者的注意,本文对夏侧金盏花中其它化合物进行了分离提取并进行了结构鉴定,并得到抗氧化活性较强的黄酮类化合物,对夏侧金盏花进行更为系统的研究,为夏侧金盏花的种植和应用提供了科学的依据。

## 致 谢

李莉、邢雅成感谢中国科学院实验海洋生物学重点实验室提供的实验条件。

## 参考文献

- [1] 高新征,刘婧,郭强,等. 夏侧金盏花 Actin 基因片段的克隆及表达分析[J]. 海南医学院学报, 2013, 19(3): 293-295.
- [2] 张霞, 仙娜. 夏侧金盏花栽培技术[J]. 中国花卉园艺, 2014(24): 27.
- [3] 傅翔, 张汉明. 侧金盏花属植物成分及药理研究进展[J]. 植物资源与环境, 1995, 4(3): 56-60.
- [4] Jun, L. Hua, J. and Renbing, S. (2009) A New Acylated Quercetin Glycoside from the Leaves of *Stevia rebaudiana* Bertoni. *Natural Product Research*, **23**, 1378-1393. <https://doi.org/10.1080/14786410802447294>
- [5] Akria, I., Maki, F., Lucy, K., et al. (1989) Structure of a New Acylated Flavonoid Glycoside, from Flowers of *Eurya japonica* THUNB. *Chemical & Pharmaceutical Bulletin*, **37**, 2819-2821. <https://doi.org/10.1248/cpb.37.2819>
- [6] Takehiko, F., Koichi, N., Ikuko, K., et al. (1988) Chemical Studies on the Constituents of *Hyphear Tanakae* Hosokawa from Different Host Trees. *Chemical & Pharmaceutical Bulletin*, **36**, 1180-1184. <https://doi.org/10.1248/cpb.36.1180>
- [7] Minpei, K., Satoshi, K., Shingo, U., et al. (2010) Amurensiosides A-K, 11 New Pregnane Glycosides from the Roots of *Adonis amurensis*. *Steroids*, **75**, 83-94. <https://doi.org/10.1016/j.steroids.2009.10.008>
- [8] Minpei, K., Satoshi, K., et al. (2018) Aestivalosides A-L, Twelve Pregnane Glycosides from the Seeds of *Adonis aestivalis*. *Phytochemistry*, **150**, 75-84. <https://doi.org/10.1016/j.phytochem.2018.03.001>
- [9] Junichi, K. and Yasuko, T. (1993) Constituents of *Prunus zippeliana* Leaves and Branches. *Chemical & Pharmaceutical Bulletin*, **41**, 2007-2009. <https://doi.org/10.1248/cpb.41.2007>

### 知网检索的两种方式:

1. 打开知网页面 <http://kns.cnki.net/kns/brief/result.aspx?dbPrefix=WWJD>  
下拉列表框选择: [ISSN], 输入期刊 ISSN: 2330-5231, 即可查询
2. 打开知网首页 <http://cnki.net/>  
左侧“国际文献总库”进入, 输入文章标题, 即可查询

投稿请点击: <http://www.hanspub.org/Submission.aspx>

期刊邮箱: [jocr@hanspub.org](mailto:jocr@hanspub.org)