

· 研究论文 ·

DOI: 10.16801/j.issn.1008-7303.2019.0019

河朔莼花根中抑菌活性成分研究

胡志慧¹, 姬志勤^{1,2}, 魏少鹏^{*,1,3}

(1. 西北农林科技大学 植物保护学院, 陕西 杨凌 712100; 2. 陕西省植物源农药研究与开发重点实验室, 陕西 杨凌 712100; 3. 陕西省植物化学重点实验室, 陕西 宝鸡 721000)

摘要: 在活性追踪指导下, 采用多种分离技术从河朔莼花根甲醇提取物中分离得到 12 个化合物, 经核磁共振波谱、质谱等技术并结合相关文献确定其结构分别为 1-己酸-2,3-硬脂酸甘油三酯 (1)、 β -谷甾醇 (2)、月桂醇 (3)、顺-十八碳-9-烯酸 (4)、(2E)-庚基-3-(3,4-二羟基苯基) 丙烯酸酯 (5)、(-)-pluviatolide (6)、1 β -hydroxy-10 β -H-guaia-4,11-dien-3-one (7)、异狼毒素 (8)、新狼毒素 B (9)、瑞香酚 (10)、单棕榈酸甘油酯 (11) 和 (+)-去甲络石贰元 (12)。其中, 化合物 3、4 和 6~12 均为首次从河朔莼花中分离得到。抑菌活性测定结果表明: 异狼毒素 (8) 和新狼毒素 B (9) 对马铃薯晚疫病菌 *Phytophthora infestans* 菌丝生长和孢子萌发均表现出明显的抑制作用, 其中对菌丝生长的 EC₅₀ 值分别为 68.4 μ g/mL 和 44.9 μ g/mL, 对孢子萌发的 EC₅₀ 值分别为 25.1 μ g/mL 和 14.0 μ g/mL。

关键词: 河朔莼花; 分离鉴定; 抑菌活性; 马铃薯晚疫病菌

中图分类号: S482.292; O658 文献标志码: A 文章编号: 1008-7303(2019)02-0140-06

Studies on antifungal components in the roots of *Wikstroemia chamaedaphne* Meisn.

HU Zhihui¹, JI Zhiqin^{1,2}, WEI Shaopeng^{*,1,3}

(1. College of Plant Protection, Northwest A&F University, Yangling 712100, Shaanxi Province, China; 2. Shaanxi Province Key Laboratory Research & Development on Botanical Pesticides, Yangling 712100, Shaanxi Province, China; 3. Shaanxi Key Laboratory of Phytochemistry, Baoji 721000, Shaanxi Province, China)

Abstract: In this study, 12 compounds were isolated from the methanol extract of *Wikstroemia chamaedaphne* Meisn. using a variety of separation techniques. Based on the NMR, MS and the data in literatures, they were identified as 1-hexanoic acid-2,3-stearic acid triglyceride (1), β -sitosterol (2), dodecanol (3), *cis*-octadeca-9-enoic acid (4), (2E)-heptyl-3-(3,4-dihydroxyphenyl) acrylate (5), (-)-pluviatolide (6), 1 β -hydroxy-10 β -H-guaia-4,11-dien-3-one (7), isochamaejasmin (8), neochamaejasmin B (9), stelleranol (10), glyceryl monopalmitate (11) and (+)-nortrachelogenin (12). Among them, compounds 3, 4 and 6-12 were isolated from this plant for the first time. The results of antifungal activity evaluation indicated that isochamaejasmin (8) and neochamaejasmin B (9) showed significant inhibitory effects on the mycelial growth and the spore germination of *Phytophthora infestans*. The

收稿日期: 2018-12-20; 录用日期: 2019-02-14.

基金项目: 国家重点研发计划 (2017YFD0200506); 国家自然科学基金资助项目 (31371973, 31301700); 陕西省教育厅重点实验室科研计划项目 (访学项目, 13JS008).

作者简介: 胡志慧, 女, 硕士研究生, E-mail: hzhui_1996@qq.com; *魏少鹏, 通信作者 (Author for correspondence), 男, 副研究员, 主要从事农药活性天然产物的分离, E-mail: weishaopeng@nwsuaf.edu.cn

EC₅₀ values of **8** and **9** were 68.4 μg/mL and 44.9 μg/mL for the growth of *P. infestans*, respectively. And the EC₅₀ values of **8** and **9** were 25.1 μg/mL and 14.0 μg/mL, respectively, for the spore germination of *P. infestans*.

Keywords: *Wikstroemia chamedaphne*; separation and identification; *Phytophthora infestans*; antifungal activity

河朔莠花 *Wikstroemia chamaedaphne* Meisn., 又名黄芩花、芩蒿、药鱼梢 (北京) 和黄闷头花 (河北), 是瑞香科莠花属一种有毒植物^[1], 其气微, 味辛、涩, 性寒, 有刺激性, 广泛分布于中国河北、山西、河南、陕西、甘肃、四川及湖北等地, 其花、叶、籽、根和皮均可药用, 也可用于防治多种瓜类害虫及食叶害虫^[2]。

目前, 有关河朔莠花的研究主要集中于花蕾的化学成分及其在临床医学上的应用。据报道, 河朔莠花花蕾的次生代谢物主要有糖类、氨基酸、油脂、生物碱、酚类、苷类、黄酮类和萜类等^[3], 其中二萜类化合物为主要药理活性物质, 具有抗肿瘤、抗乙肝病毒 (HBV) 及抑制 HBsAg 产生等作用, 临床用于抗早孕、治疗急性、慢性肝炎及白血病等^[4-7]。河朔莠花作为土农药的历史已久远^[2], 而根为非药用部位, 其具有资源丰富、经济成本低等优点, 其活性成分值得研究。鉴于此, 本研究对河朔莠花根的活性成分进行了系统分离, 从其甲醇提取物中分离鉴定出 12 个化合物, 初步评价了其农用抑菌活性。

1 材料与方法

1.1 供试植物及药剂

河朔莠花: 2017 年采集于山西省永济市, 植物标本经西北农林科技大学李玉平教授鉴定为河朔莠花 *Wikstroemia chamaedaphne* Meisn, 现存于西北农林科技大学植物保护学院农药研究所, 自然通风晾晒干燥后粉碎, 备用。

对照药剂: 98% 嘧菌酯 (azoxystrobin) 原药, 购于江苏瑞邦农药厂有限公司。

1.2 供试病原真菌

马铃薯晚疫病菌 *Phytophthora infestans*、苹果炭疽病菌 *Colletotrichum gloesporioides*、玉米弯孢病菌 *Curvularia lunata*、小麦赤霉病菌 *Fusarium graminearum* 和西瓜枯萎病菌 *Fusarium oxysporum*, 均由西北农林科技大学农药研究所保存并提供。

1.3 主要试剂和仪器

提取用甲醇: 工业级, 重蒸处理后使用; 萃取及分离试剂: 国产分析纯; 柱层析硅胶 [38~48 μm (300~400 目)]、薄层层析硅胶 (GF₂₅₄) 均为青岛海洋化工厂生产。

WPR 熔点仪 (上海精科仪器有限公司); Shimadzu LC-6AD 高效液相色谱仪 (日本岛津公司); Bruker RPX 500MHz 核磁共振波谱仪 (德国布鲁克公司); Thermo LCQ Advantage MAX 质谱仪 (美国热电公司); Anton Paar MCP 300 旋光仪 (德国 Anton Paar Opto Tec 股份有限公司)。

1.4 化学成分的提取与分离

1.4.1 化学成分的提取 称取河朔莠花根 4.0 kg, 甲醇隔夜浸泡后加热超声提取 3 次 (20 min/次), 过滤, 合并提取液, 减压浓缩, 得到甲醇浸膏 (647 g), 于 4 °C 冰箱中保存备用。

1.4.2 化学成分的分离 将全部甲醇粗提物浸膏用甲醇溶解, 加入硅胶拌样, 晾干研磨成粉, 湿法装柱, 干法上样, 硅胶柱依次用石油醚, $V(\text{石油醚}): V(\text{乙酸乙酯}) = 10:1, 5:2, 1:1$, 乙酸乙酯, $V(\text{乙酸乙酯}): V(\text{甲醇}) = 10:1, 5:2, 1:1$ 和甲醇梯度洗脱, 收集馏分, 减压浓缩后经 TLC 检测后合并相同组分, 分别得到 Fr.1(4.27 g)、Fr.2(35.24 g)、Fr.3(8.67 g)、Fr.4(16.74 g)、Fr.5(202.63 g)、Fr.6(124.12 g) 和 Fr.7(77.19 g) 共 7 个组分。其中 F3 经硅胶柱梯度洗脱 [洗脱溶剂为 $V(\text{石油醚}): V(\text{乙酸乙酯}) = 100:1, 50:1, 20:1, 10:1, 5:1, 1:1$] 共得到 Fr.3-1(0.17 g)、Fr.3-2(0.63 g)、Fr.3-3(0.87 g)、Fr.3-4(1.24 g)、Fr.3-5(2.72 g)、Fr.3-6(0.85 g) 和 Fr.3-7(0.21 g) 7 个部分: 其中, Fr.3-2 经硅胶柱纯化 [$V(\text{石油醚}): V(\text{乙酸乙酯}) = 50:1$] 得化合物 **1**(68 mg); Fr.3-4 继续经硅胶柱梯度洗脱 [$V(\text{石油醚}): V(\text{乙酸乙酯}) = 100:1, 50:1, 100:3, 25:1, 20:1$] 得化合物 **2**(149.3 mg)、**3**(8.5 mg) 和 **4**(12.4 mg); Fr.3-5 有白色固体析出, 用乙酸乙酯重结晶得到化合物 **5**(156.4 mg); Fr.3-

7 经 HPLC 纯化后得化合物 **6**(1.6 mg) 和 **7** (88.4 mg)。Fr.4 经硅胶柱梯度洗脱 [洗脱溶剂为 $V(\text{石油醚}):V(\text{乙酸乙酯})=20:1、10:1、5:1、2:1、1:1$] 共得到 7 个部分: Fr.4-1(0.78 g)、Fr.4-2(0.96 g)、Fr.4-3(6.78 g)、Fr.4-4(1.30 g)、Fr.4-5(0.39 g)、Fr.4-6(1.08 g) 和 Fr.4-7(1.47 g)。其中 Fr.4-2 和 Fr.4-3 经 HPLC 纯化分别得化合物 **8**(2.98 g)、**9**(1.87 g) 和 **10**(4 mg); Fr.4-6 经反复硅胶柱层析 [$V(\text{石油醚}):V(\text{乙酸乙酯})=10:1$] 纯化得化合物 **11**(51.9 mg) 和 **12**(10 mg)。

1.4.3 结构鉴定 根据化合物 **1**~**12** 的熔点、质谱、核磁共振氢谱及碳谱, 并结合相关文献解析其结构。

1.5 抑菌活性测定

1.5.1 粗提物及所分离化合物对植物病原真菌菌丝生长的抑制作用 采用菌丝生长速率法^[8] 分别测定了甲醇粗提物不同馏分及所分离 12 个化合物对 5 种供试病原菌的抑制作用。将粗提物不同馏分用含 5% 丙酮的无菌水溶液配制成质量浓度为 $1.00 \times 10^4 \mu\text{g/mL}$ 的样品溶液。取 1 mL 该样品溶液加入 9 mL PDA 培养基 (马铃薯晚疫病原菌用黑麦培养基^[9]) 中, 制成质量浓度为 $1.00 \times 10^3 \mu\text{g/mL}$ 含药平板。所分离的化合物用含 5% 丙酮的无菌水溶液溶解并加入到 PDA 中制成质量浓度分别为 200、100、50、25 和 $12.5 \mu\text{g/mL}$ 的含药平板。对照组均加入等量溶剂, 每个处理 3 次重复。将供

试病原真菌菌饼 (直径 5 mm) 分别接种于含药平板上, 于 $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 培养箱中培养 2~7 d (马铃薯晚疫病菌于 $18\text{ }^{\circ}\text{C}$ 恒温培养箱中黑暗培养 7~10 d), 待对照皿长满菌丝, 用十字交叉法测量菌落直径, 计算菌丝生长抑制率, 并进行数据处理。

1.5.2 化合物对真菌孢子萌发的抑制作用 采用孢子萌发法^[10]。用适量无菌水冲洗培养基中的真菌菌落, 并用纱布过滤去除菌丝, 取上清液。用无菌水将孢子囊浓度调节至 10×10 倍显微镜下每视野每毫升 180~200 个孢子囊, 制备孢子囊悬浮液。将供试试剂用含 2% 丙酮的无菌水配制成系列浓度梯度的药液, 分别与孢子囊悬浮液等体积混合, 使药液最终质量浓度分别为 0、3.75、7.5、15、30 和 $60 \mu\text{g/mL}$ 。对照组加入等量溶剂, 每个处理 3 次重复。混合液在 $4\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下恒温培养 4~6 h, 释放完游动孢子仅剩空孢子囊壳即为萌发。当对照组孢子萌发率达到 80% 以上时检查结果。统计各处理组孢子萌发数, 计算萌发率, 并进行数据处理。

2 结果与分析

2.1 粗提物不同馏分对真菌菌丝生长的抑制作用 菌丝生长抑制作用测定结果 (表 1) 表明: 在供试 $1.00 \times 10^3 \mu\text{g/mL}$ 浓度下, 河朔莠花根甲醇粗提取物馏分 Fr.4 和 Fr.5 对马铃薯晚疫病原菌菌丝生长的抑制率达 100%, 其余馏分对供试 5 种病原真菌菌丝生长无明显抑制作用。

表 1 河朔莠花根甲醇粗提物不同馏分对 5 种病原菌菌丝生长的抑制作用

Table 1 Inhibitory effect of different fractions of methanol extract from *Wikstroemia chamedaphne* on the mycelia growth of five plant pathogenic fungi

供试样品 Sample	抑制率 Inhibition rate/%				
	马铃薯晚疫病菌 <i>P. infestans</i>	苹果炭疽病菌 <i>C. gloeosporioides</i>	玉米弯孢病菌 <i>C. lunata</i>	小麦赤霉病菌 <i>F. graminearum</i>	西瓜枯萎病菌 <i>F. oxysporum</i>
Fr.1	0	0	0	27.5	0
Fr.2	0	38.2	0	30.7	34.1
Fr.3	0	23.5	27.9	35.2	41.0
Fr.4	100	0	37.2	41.8	0
Fr.5	100	31.2	42.5	31.9	21.2
Fr.6	22.1	33.2	47.4	22.4	31.0
Fr.7	17.5	0	30.0	34.7	29.3

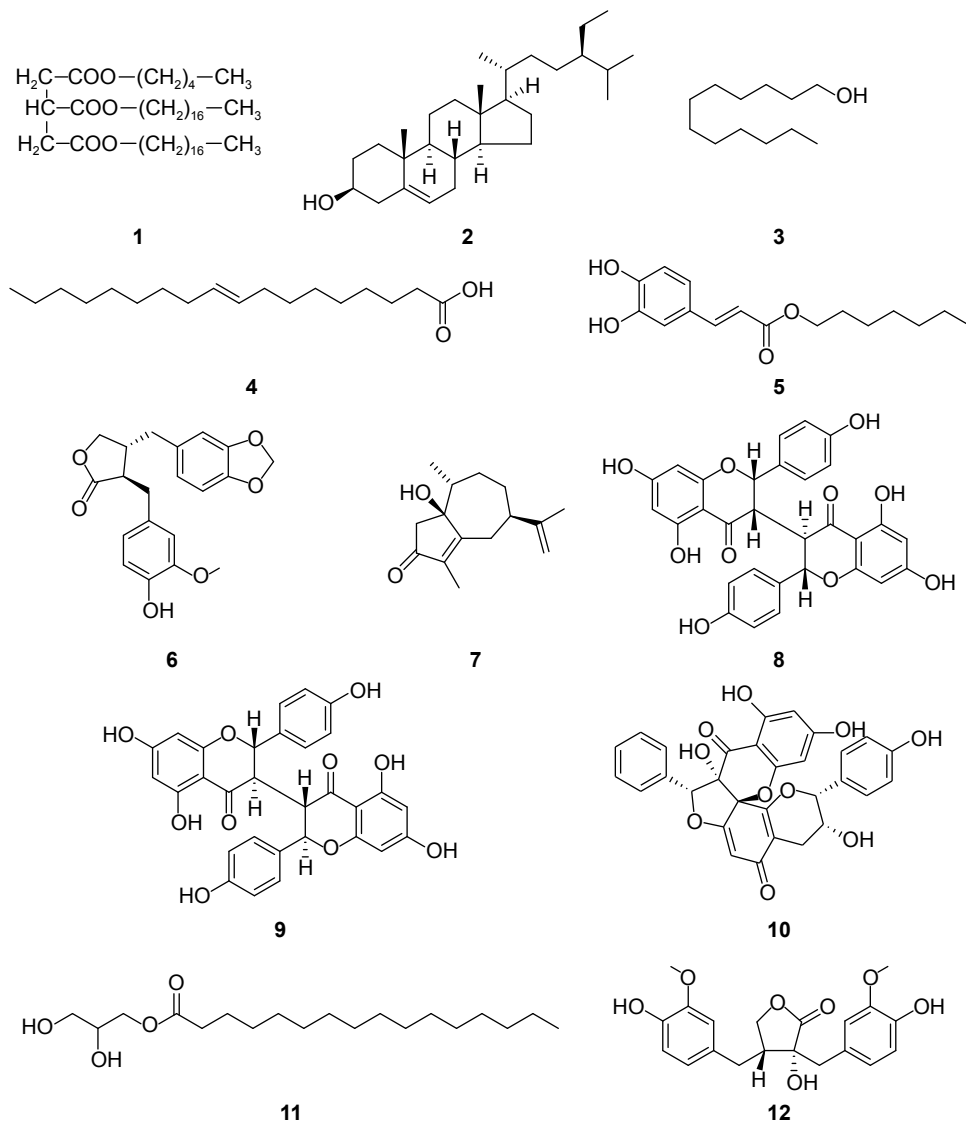
2.2 结构鉴定

采用 ^1H NMR、 ^{13}C NMR 和 ESI-MS 对化合物 **1**~**12** 进行结构鉴定, 并结合相关文献确定其结构, 如图式 1 所示。

化合物 **1**: 淡黄色油状物, 分子式 $\text{C}_{45}\text{H}_{86}\text{O}_6$;

其 ^1H NMR 和 ^{13}C NMR 数据与文献 [11] 报道一致, 故该化合物鉴定为 1-己酸-2,3-硬脂酸甘油三酯 (1-hexanoic acid-2,3-stearic acid triglyceride)。

化合物 **2**: 白色粉末, m.p. $134\sim135\text{ }^{\circ}\text{C}$ (文献值^[12] $134\sim136\text{ }^{\circ}\text{C}$), 分子式 $\text{C}_{29}\text{H}_{50}\text{O}$; 其 ^1H NMR



图式 1 化合物 1~12 的化学结构

Scheme 1 The structural formula of compounds 1-12

和 ^{13}C NMR 数据与文献 [12] 报道一致, 故该化合物鉴定为 β -谷甾醇 (β -sitosterol)。

化合物 3: 白色固体, m.p. 75~79 °C (文献值^[13] 76~78 °C), 分子式 $\text{C}_{12}\text{H}_{26}\text{O}$; 其 ^1H NMR 和 ^{13}C NMR 数据与文献 [13] 报道一致, 故该化合物鉴定为月桂醇 (dodecanol)。

化合物 4: 淡黄色固体, m.p. 13~15 °C (文献值^[14] 12~14 °C), 分子式 $\text{C}_{18}\text{H}_{34}\text{O}_2$; 其 ^1H NMR 和 ^{13}C NMR 数据与文献 [14] 报道一致, 故该化合物鉴定为顺-十八碳-9-烯酸 (*cis*-octadec-9-enoic acid)。

化合物 5: 白色粉末, m.p. 232~234 °C (文献值^[15] 230~235 °C), 分子式 $\text{C}_{18}\text{H}_{23}\text{O}_4$; 其 ^1H NMR 和 ^{13}C NMR 数据与文献 [15] 报道一致, 故该化合物鉴定为 (2*E*)-庚基-3-(3,4-二羟基苯基) 丙烯酸酯

((2*E*)-heptyl-3-(3,4-dihydroxyphenyl) acrylate)。

化合物 6: 浅棕色晶体, $[\alpha]_{\text{D}}^{25} -53.7$ (c 0.1, CHCl_3), m.p. 160~162 °C (文献值^[16] 162 °C), 分子式 $\text{C}_{20}\text{H}_{20}\text{O}_6$; 其 ^1H NMR 和 ^{13}C NMR 数据与文献 [16] 报道一致, 故该化合物鉴定为 (-)-pluviatolide。

化合物 7: 淡黄色油状物, $[\alpha]_{\text{D}}^{25} -40$ (c 0.3, CHCl_3), 分子式 $\text{C}_{15}\text{H}_{22}\text{O}_2$; 其 ^1H NMR 和 ^{13}C NMR 数据与文献 [17] 报道一致, 故该化合物鉴定为 1 β -hydroxy-10 β -*H*-guaia-4,11-dien-3-one。

化合物 8: 棕黄色晶体, $[\alpha]_{\text{D}}^{25} 0$ (c 0.5, MeOH), m.p. 201~203 °C; ESI-MS(m/z): 541.0[M-H] $^-$, 分子式 $\text{C}_{30}\text{H}_{22}\text{O}_{10}$; 其 ^1H NMR 和 ^{13}C NMR 数据与文献 [18] 报道一致, 故该化合物鉴定为异狼毒素 (isochamaejasmin)。

化合物 **9**: 黄色晶体, $[\alpha]_D^{25}+143$ (c 0.7, MeOH), m.p. 205~206 °C; ESI-MS(m/z): 540.9[M-H]⁻, 分子式 C₃₀H₂₂O₁₀; 其 ¹H NMR 和 ¹³C NMR 数据与文献 [18] 报道一致, 故该化合物鉴定为新狼毒素 B(neochamaejasmin B)。

化合物 **10**: 黄色粉末, $[\alpha]_D^{25}-115$ (c 0.1, MeOH), m.p. 262~264 °C (文献值^[17] 263~265 °C); ESI-MS (m/z): 557.8[M-H]⁻, 分子式 C₃₀H₂₂O₁₁; 其 ¹H NMR 和 ¹³C NMR 数据与文献 [17] 报道一致, 故该化合物鉴定为瑞香酚 (stelleranol)。

化合物 **11**: 白色粉末, m.p. 68~70 °C (文献值^[19] 69~70 °C), 分子式 C₁₉H₃₈O₄; 其 ¹H NMR 和 ¹³C NMR 数据与文献 [19] 报道一致, 故该化

物鉴定为单棕榈酸甘油酯 (glyceroyl monopalmitate)。

化合物 **12**: 白色粉末, $[\alpha]_D^{25}+7.8$ (c 0.5, CHCl₃), m.p. 86~89 °C, 分子式 C₂₀H₂₂O₇; 其 ¹H NMR 和 ¹³C NMR 数据与文献 [20] 报道一致, 故该化合物鉴定为 (+)-去甲络石甙元 ((+)-nortrachelogenin)。

2.3 化合物的抑菌活性

抑菌活性测定结果 (表 2) 表明: 化合物 **1~7** 和 **10~12** 对该马铃薯晚疫病菌菌丝生长无明显抑制作用, 而化合物 **8**(异狼毒素) 和 **9**(新狼毒素 B) 则对其有明显抑制作用, 其 EC₅₀ 值分别为 68.4 和 44.9 μg/mL; 同时化合物 **8** 和 **9** 对马铃薯晚疫病原菌的孢子萌发亦有较好的抑制作用, 其 EC₅₀ 值分别为 25.1 和 14.0 μg/mL。

表 2 化合物 8 和 9 对马铃薯晚疫病菌菌丝生长和孢子萌发的抑制作用

Table 2 Inhibitory effect of compounds 8 and 9 on the mycelial growth and spore germination of *P. infestans*

化合物 Compound	菌丝生长 Mycelial growth			孢子萌发 Spore germination		
	毒力回归方程 Toxicity regression equation	R ²	EC ₅₀ 值(95%置信区间) EC ₅₀ value (95% CL)/ (μg/mL)	毒力回归方程 Toxicity regression equation	R ²	EC ₅₀ 值(95%置信区间) EC ₅₀ value (95% CL)/ (μg/mL)
8 (异狼毒素 isochamaejasmin)	y=21.312 + 0.262x	0.993	68.4 (46.8~89.3)	y=13.419 + 0.929x	0.962	25.1 (16.7~38.3)
9 (新狼毒素 B neochamaejasmin B)	y=19.556+0.424x	0.966	44.9 (27.8~71.5)	y=9.740 + 1.892x	0.974	14.0 (9.18~22.2)
啞菌酯 azoxystrobin	y=18.208 + 1.768x	0.957	11.2 (9.18~22.2)	y=12.735 + 23.167x	0.967	1.04 (0.633~1.74)

3 结论与讨论

本研究对河朔莠花根的抑菌活性成分进行了系统研究, 从中分离鉴定出 12 个化合物, 其中化合物 **3**、**4** 和 **6~12** 均为首次从该植物中分离得到。通过与已报道的其花蕾中的化学成分^[3, 5-6, 21] 对比, 发现黄酮类化合物在花蕾和根中均有发现, 但根中的双二氢黄酮化合物 (化合物 **8** 和化合物 **9**) 为首次从该植物中分离得到, 而花蕾中特征药理活性成分茺花酯乙^[6] 等二萜类化合物在根中暂未发现。抑菌活性测定结果表明, 分离得到的化合物 **8**(异狼毒素) 和化合物 **9**(新狼毒素 B) 对马铃薯晚疫病菌菌丝生长和孢子萌发均有一定的抑制作用, 是河朔莠花根的主要抑菌活性成分。新狼毒素 B 是瑞香狼毒的特征组分, 已有研究表明, 新狼毒素 B 对水稻稻瘟病菌 *Pyricularia grisea* 及辣椒疫霉 *Phytophthora capsici* Leonian 等多种病原菌均有一定的抑制效果^[22-23], 但对马铃薯晚疫病菌的抑制作用为首次发现。河朔莠花根作为非药用部位, 来源广、经济成本低, 具有良好

开发价值。

本研究仅对河朔莠花根甲醇粗提物的 Fr.1~Fr.4 的化学成分进行了初步研究, 分离得到 2 个活性成分, 而活性筛选结果表明 Fr.5 对马铃薯晚疫病原菌具有明显抑制作用, 其中是否含有其他活性成分有待进一步研究。

参考文献 (Reference):

[1] 中国科学院中国植物志编辑委员会. 中国植物志(五十二卷第一分册)[M]. 北京: 科学出版社, 1999. 322.
Editorial Board of Flora of China, Chinese Academy of Sciences. Flora of China(Part 1, The fifty-two volume)[M]. Beijing: Science Press, 1999. 322.

[2] 中国土农药志编辑委员会. 中国土农药志[M]. 北京: 科学出版社, 1959. 103-105.
Editorial Board of Chinese Agrochemicals, Edited. Chinese agrochemicals[M]. Beijing: Science Press, 1959. 103-105.

[3] 曹娟云, 郑宏春, 白重炎. 河朔莠花花的化学成分初步检测[J]. 延安大学学报 (自然科学版), 2001, 20(2): 68-70.
CAO J Y, ZHENG H C, BAI C Y. The chemical composition of the flower of *Wikstroemia chamaedaphne* Meisn.[J]. *J Yanan Univ (Nat Sci Ed)*, 2001, 20(2): 68-70.

[4] 赵莉茜, 刘素琪, 曹挥, 等. 河朔莠花药理作用及临床应用的研究

[J]. *山西医药杂志*, 2004(3): 187-189.

ZHAO L L, LIU S Q, CAO H, et al. Research progress of the plant *Wikstroemia chamedaphne* Meissn[J]. *Shanxi Med J*, 2004(3): 187-189.

[5] 张志强, 李石飞, 张立伟, 等. 黄芩花化学成分及其抗乙肝病毒作用 [J]. *中草药*, 2017, 48(7): 1292-1297.

ZHANG Z Q, LI S F, ZHANG L W, et al. Chemical constituents from flowers of *Wikstroemia chamaedaphne* and their anti-hepatitis B virus activity[J]. *Chinese Traditional Herbal Drugs*, 2017, 48(7): 1292-1297.

[6] 鱼爱和, 邓虹珠, 李瀛, 等. 黄芩花乙醇液抗早孕 312 例临床分析 [J]. *中国中药杂志*, 2000(2): 54-55.

YU A H, DENG H Z, LI Y, et al. A clinical analysis of 312 cases of anti-early pregnancy with alcohol extract of *Wikstroemia chamaedaphne*[J]. *China J Chinese Materia Medica*, 2000(2): 54-55.

[7] YESILADA E, TANINAKA H, TAKAISHI Y, et al. *In vitro* inhibitory effects of *Daphne oleoides* ssp. *oleoides* on inflammatory cytokines and activity-guided isolation of active constituents[J]. *Cytokine*, 2001, 13(6): 359-364.

[8] 王静, 叶敏, 范黎明, 等. 菌丝生长速率法筛选纤维素降解菌的研究 [J]. *中国农学通报*, 2013, 29(33): 323-326.

WANG J, YE M, FAN L M, et al. Screening of Cellulose degrading fungi by mycelium growth rate method[J]. *Chinese Agric Sci Bull*, 2013, 29(33): 323-326.

[9] 李惠霞, 刘永刚, 王蒂, 等. 马铃薯晚疫病菌培养条件的研究[J]. *中国马铃薯*, 2007, 21(4): 203-205.

LI H X, LIU Y G, WANG D, et al. Studies on suitable culture conditions of *Phytophthora infestans*[J]. *Chinese Potato Journal*, 2007, 21(4): 203-205.

[10] 朱丽丹, 徐进, 杨志辉, 等. 五种杀菌剂对马铃薯晚疫病孢子萌发的抑制作用 [J]. *湖北农业科学*, 2015, 54(5): 1097-1101.

ZHU L D, XU J, YANG Z H, et al. Inhibition effect of five fungicides on spore germination of *Phytophthora infestans*[J]. *Hubei Agric Sci*, 2015, 54(5): 1097-1101.

[11] LIE KEN JIE M S F, LAM CC. ¹H-Nuclear magnetic resonance spectroscopic studies of saturated, acetylenic and ethylenic triacylglycerols[J]. *Chemistry and Physics of Lipids*, 1995, 77(2): 155-171.

[12] 刘珊珊, 孙文, 杨红兵, 等. 角果藜的化学成分研究(英文)[J]. *天然产物研究与开发*, 2012, 24(12): 1738-1742.

LIU S S, SUN W, YANG H B, et al. Chemical Constituents of *Ceratocarpus arenarius* L. (in English)[J]. *Nat Prod Res Devel*, 2012, 24(12): 1738-1742.

[13] 周中林, 孙继燕, 潘利明, 等. 玉叶金花化学成分研究[J]. *广东药科大学学报*, 2017, 33(2): 184-186.

ZHOU Z L, SUN J Y, PAN L M, et al. Studies on chemical constituents from *Mussaenda Pubescens* Ait. f.[J]. *J Guangdong Pharmaceu Univ*, 2017, 33(2): 184-186.

[14] HAMID A A, AIYELAAGBE O O, NEGIA S, et al. Corrigendum: bioguided isolation and antiproliferative activity of constituents from *Smilax korthalsii* A. D. C. leaves[J]. *Journal of the Chinese Chemical Society*, 2016, 63(8): 562-571.

[15] MADAN S, PANNAKAL S T, GANAPATY S, et al. Phenolic glucosides from *Flacourtia indica*[J]. *Natural Product Communications*, 2009, 4(3): 381.

[16] ZHANG G, SHIMOKAWA S, MOCHIZUKI M, et al. Chemical constituents of *Aristolochia constricta*: antispasmodic effects of its constituents in guinea-pig ileum and isolation of a diterpeno-lignan hybrid[J]. *Journal of Natural Products*, 2008, 71(7): 1167-1172.

[17] 孙文婷, 蔡由生, 杨升平. 芫花根的化学成分[J]. *中国实验方剂学杂志*, 2016, 22(23): 49-54.

SUN W T, CAI Y S, YANG S P. Chemical constituents from roots of *Daphne genkwa*[J]. *Chinese Journal of Experimental Traditional Medical Formulae*, 2016, 22(23): 49-54.

[18] CHEN Y Q, SU J, SHEN Y H, et al. Flavonoids from *Daphne holosericea*[J]. *Chem Nat Comp*, 2009, 45(4): 542-544.

[19] 吴少华, 吴大刚, 陈有为, 等. 紫牡丹的化学成分研究[J]. *中草药*, 2005, 36(5): 648-651.

WU S H, WU D G, CHEN Y W, et al. Chemical constituents of *Paeonia delavayi*[J]. *Chinese Trad Herbal Drugs*, 2005, 36(5): 648-651.

[20] 彭伟文, 何文生, 纪梦颖, 等. 黑面神药材 70% 乙醇提取部分的化学成分研究 [J]. *中国药房*, 2017, 28(36): 5144-5147.

PENG W W, HE W S, JI M Y, et al. Study on chemical constituents of 70% ethanol extract of *Breynia fruticosa*[J]. *China Pharmacy*, 2017, 28(36): 5144-5147.

[21] 郭洁茹. 两种芫花属药用植物化学成分和生物活性研究[D]. 武汉: 华中科技大学, 2012.

GUO J R. Study on the chemical constituents and biological activities of two *Wikstroemia* medicinal plants[D]. Wuhan: Huazhong University of Science and Technology, 2012.

[22] 吴漫晔. 瑞香狼毒药材化学成分研究[D]. 广州: 广州中医药大学, 2010.

WU M Y. Studies on chemical compositions of *Stellerae chamaejasmis* L.[D]. Guangzhou: Guangzhou University of Chinese Medicine, 2010.

[23] 元超. 瑞香狼毒抑菌活性成分研究[D]. 杨凌: 西北农林科技大学, 2004.

YUAN C. Study on antifungal compounds in *Stellera chamaejasme* L.[D]. Yangling: Northwest A&F University, 2004.

(责任编辑: 金淑惠)