

DOI: 10.3969/j.issn.1000-3142.2014.04.014

张文芳,李涛,娄华勇,等.小果十大功劳化学成分的研究[J].广西植物,2014,34(4):500–504

Zhang WF, Li T, Lou HY, et al. Chemical constituents from *Mahonia bodinieri* [J]. *Guihaia*, 2014, 34(4): 500–504

小果十大功劳化学成分的研究

张文芳^{1,2}, 李涛², 娄华勇², 潘卫东^{2*}

(1. 贵阳中医学院, 贵阳 550002; 2. 贵州省中国科学院天然产物化学重点实验室, 贵阳 550002)

摘要:从小果十大功劳的石油醚层、氯仿层、正丁醇层中分离出 9 个化合物,利用 UV、IR、NMR 和 MS 等现代波谱分析方法,鉴定这 9 个化合物的结构为:二十九烷-10-醇(1)、亚麻酸甲酯(2)、 β -谷甾醇(3)、小檗碱(4)、异汉防己碱甲素(5)、四氢小檗碱(6)、白蓬皱褶碱(7)、药根碱(8)、1-棕榈酸单甘油酯(9)。所有化合物均为首次从该植物中分离得到。

关键词:小果十大功劳; 化学成分; 结构鉴定

中图分类号: Q946 文献标识码: A 文章编号: 1000-3142(2014)04-0500-05

Chemical constituents from *Mahonia bodinieri*

ZHANG Wen-Fang^{1,2}, LI Tao², LOU Hua-Yong², PAN Wei-Dong^{2*}(1. *Guiyang College of Traditional Chinese Medicine*, Guiyang 550002, China; 2. *Key Laboratory of Chemistry for Natural Products of Guizhou Province and Chinese Academy of Sciences*, Guiyang 550002, China)

Abstract: The chemical constituents of *Mahonia bodinieri* were studied by the method of chromatography and spectral analysis. Nine compounds were isolated and identified as nonacosan-10-ol(1), methyllinolenate(2), β -sitosterol(3), berberine(4), isotetrandrine(5), tetrahydroberberine(6), thalrugosine(7), jatrorrhizine(8), 1-monoplaminin(9). All these compounds were isolated from this genus for the first time.

Key words: *Mahonia bodinieri*; chemical constituent; structural elucidation

小果十大功劳(*Mahonia bodinieri*)是小檗科(Berberidaceae)十大功劳属(*Mahonia*)植物。十大功劳的根、茎、叶均可入药,可治疗发热,黄疸,痢疾,便秘并可消炎、消肿(董雷等,2007)。十大功劳属植物主含生物碱类化合物,还含有黄酮、糖、苷、酯、酚、醌类化合物。为了阐明其药效物质基础,期望得到有一定活性的先导化合物,我们采用现代分离手段和波谱技术对小果十大功劳化学成分进行较为系统的研究。从小檗科十大功劳属植物小果十大功劳干燥茎叶的 90% 乙醇提取物中,应用硅胶、葡聚糖凝胶(Sephadex LH-20)、RP-18 反相硅胶、半制备 HPLC 等多种分离材料和技术,经反复柱层析和梯

度洗脱分离得 9 个化合物。通过理化常数测定,UV、IR、NMR 和 MS 等现代波谱分析方法,鉴定它们的结构,分别为二十九烷-10-醇(1)、亚麻酸甲酯(2)、 β -谷甾醇(3)、小檗碱(4)、异汉防己碱甲素(5)、四氢小檗碱(6)、白蓬皱褶碱(7)、药根碱(8)、1-棕榈酸单甘油酯(9),见图 1。所有化合物均为首次从该植物中分离得到。

1 材料与仪器

实验用植物干燥茎叶(约 30 kg)于 2009 年 7 月购于贵阳市万东桥药材市场,产自贵州贵阳,经贵阳

收稿日期: 2013-09-25 修回日期: 2013-10-29

基金项目: 国家自然科学基金(81360479); 科技部“973”计划前期研究专项(2012CB722601); 贵州省中药现代化项目(黔科合中中药字[2011]5085 号)。

作者简介: 张文芳(1987-),女,河北廊坊人,硕士研究生,研究方向为天然产物研究,(E-mail) zhangwenfang0316@sina.com。

* 通讯作者: 潘卫东,博士,研究员,研究方向为天然药物化学,(E-mail) wdpan@163.com。

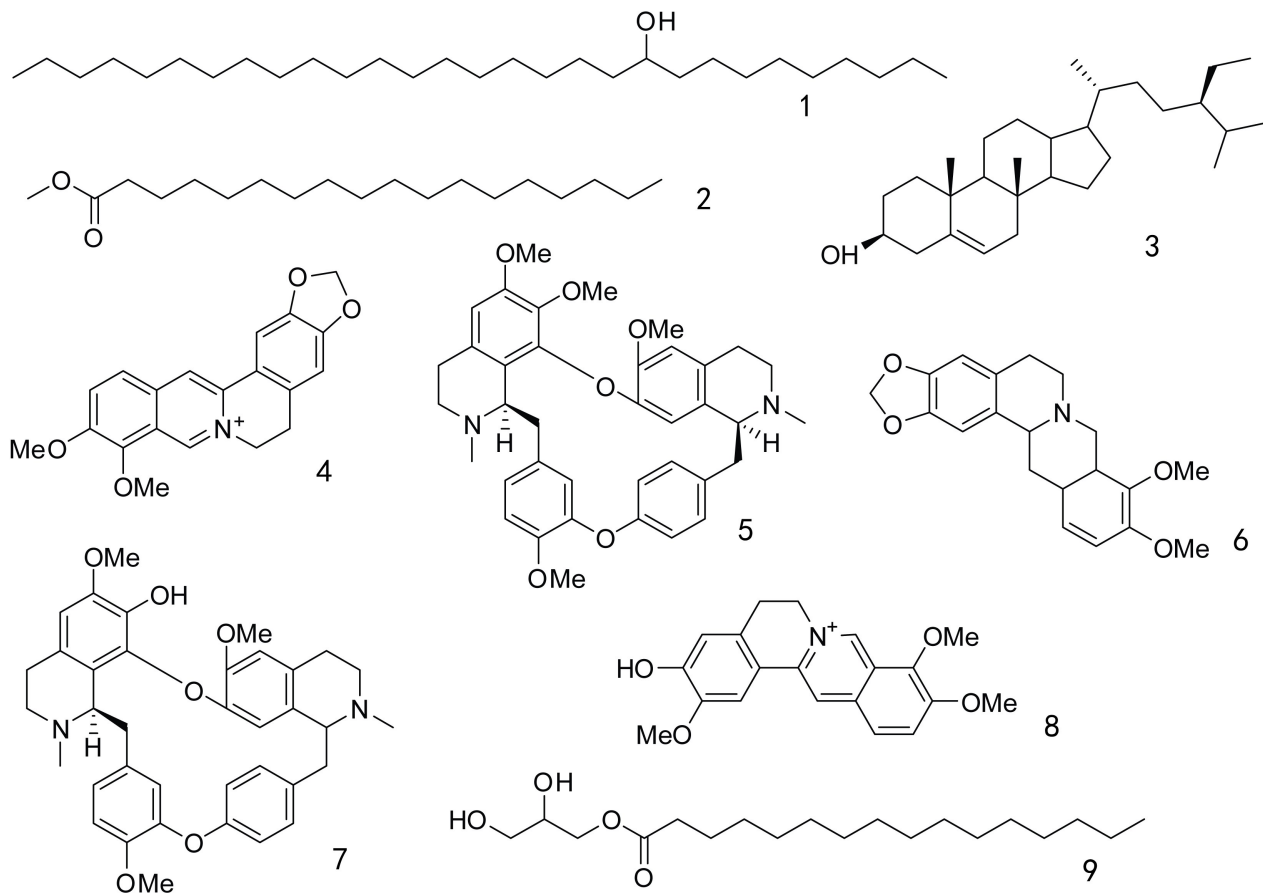


图 1 小果十大功劳化合物结构(1-9) 1. 二十九烷-10-醇; 2. 亚麻酸甲酯; 3. β -谷甾醇; 4. 小檗碱; 5. 异汉防己甲素; 6. 四氢小檗碱; 7. 白蓬皱褶碱; 8. 药根碱; 9. 1-棕榈酸单甘油酯。

Fig. 1 Chemical constituents from *M. bodinieri* (1-9) 1. nonacosan-10-ol; 2. methylolenate; 3. β -sitosterol; 4. berberine; 5. isotetrandrine; 6. tetrahydroberberine; 7. thalrugosine; 8. jatrorrhizine; 9. 1-monoplaminin.

中医学院陈德媛教授鉴定为小檗科(Berberidaceae)十大功劳属(*Mahonia*)植物小果十大功劳(*M. bodinieri*)茎叶,标本保存在贵州省中国科学院天然产物化学重点实验室。

熔点仪 XT-4 双目显微熔测定仪(温度计未校正,北京泰克仪器有限公司);质谱仪(美国 HP-5973 型质谱仪)。核磁共振谱($^1\text{H-NMR}$, $^{13}\text{C-NMR}$, DEPT 及 2D-NMR)均在 INOVA-400 核磁共振仪上测定(TMS 为内标);柱层析用硅胶(200~300、300~400、40~80 目,硅胶 H)、薄层层析用硅胶(GF254)及高效薄层层析板均为青岛海洋化工厂分厂产品。反相材料 RP-18(40~63 μm)为 Merck 公司产品(Darmstadt, Germany);Sephadex LH-20(25~100 μm)为 Amersham Biosciences 公司产品(Sweden)。所用试剂如石油醚、氯仿、乙酸乙酯、丙酮、甲醇、正丁醇等均为工业试剂经重蒸处理,乙醇

为工业乙醇,HPLC 半制备用甲醇和乙腈为色谱纯,均为天津登科化学试剂有限公司的产品,其余试剂均为分析纯。氘代试剂购于武汉中兴科技公司。

2 提取分离

取小果十大功劳干燥茎叶 30 kg 粉碎,用 90% 的乙醇渗滤提取,减压浓缩蒸去乙醇得到总提取物浸膏。加适量水使其混悬,用石油醚萃取,并将所得到的萃取液减压浓缩至浸膏状,得到石油醚浸膏 200 g。将剩余的水层用浓盐酸调 pH 值至 1 后,有沉淀析出,过滤并重结晶后得化合物 4。滤液用乙酸乙酯萃取后,水层用 NaOH 溶液调 pH 值至 10 后用氯仿萃取,并将所得萃取液减压浓缩至浸膏,得到氯仿浸膏 300 g。剩余水层再用正丁醇萃取后减压浓缩得浸膏 25 g。

取石油醚萃取部分的浸膏(约200 g),加适量溶剂溶解,用硅胶(40~80目)拌样。将拌好的样品在水浴上蒸干后采用硅胶(200~300目)2 kg进行柱层析分离,用石油醚-乙酸乙酯混合溶剂梯度洗脱(石油醚:乙酸乙酯=100:0~0:100),最后用纯甲醇洗脱。每次接馏分约500 mL并减压浓缩回收溶剂。点板合并相似Rf值的部分。将第3段(Fr.3)经硅胶(200~300目,石油醚-乙酸乙酯梯度洗脱)柱层析分离,合并后分为3个段(Fr.3-1、Fr.3-2和Fr.3-3),将Fr.3-1段经Sephadex LH-20(氯仿:甲醇=1:1)凝胶柱层析及制备型薄层色谱(pre-TLC),得到化合物**1**(15 mg)。将Fr.3-2段经Sephadex LH-20(氯仿:甲醇=1:1)凝胶柱层析,硅胶柱层析(硅胶300~400目,石油醚-乙酸乙酯梯度洗脱)和制备型薄层色谱(pre-TLC),得化合物**2**(18 mg)。将第4段(Fr.4)自然析晶的样品进行重结晶和反复Sephadex LH-20(氯仿:甲醇=1:1)凝胶柱层析分离纯化,得到化合物**3**(500 mg)。将第7段(Fr.7)过MCI柱,水-甲醇梯度洗脱后有结晶析出,合并后经重结晶操作得化合物**9**(31 mg)。

取氯仿层萃取部分的浸膏(约300 g),加适量溶剂溶解,用硅胶(40~80目)拌样并于水浴锅上蒸干。将蒸干后的样品用硅胶(200~300目)柱层析分离,所用硅胶为2 kg。用氯仿-甲醇-二乙胺混合溶剂梯度洗脱(氯仿:甲醇:二乙胺=100:0:1~0:100:1),每次接馏分约500 mL并减压浓缩回收溶剂。合并相似部分,将氯仿萃取部分共分成3段(A、B、C段)。将A段经反复的硅胶柱层析(硅胶300~400目,石油醚-乙酸乙酯-二乙胺梯度洗脱),Sephadex LH-20(氯仿:甲醇=1:1)凝胶柱层析和反复硅胶柱层析(硅胶H,石油醚-丙酮-二乙胺梯度洗脱)分离纯化,得化合物**5**(20 mg)和化合物**6**(15 mg)。将B段经反复的硅胶柱层析(硅胶300~400目,石油醚-乙酸乙酯-二乙胺梯度洗脱)、Sephadex LH-20(甲醇)凝胶柱层析,反相硅胶(RP-18)柱层析和半制备型高效液相色谱仪(pre-HPLC,甲醇:水=65:35,ODS柱)分离纯化得到化合物**7**(23 mg)。

取正丁醇层萃取部分的浸膏(约25 g),加适量溶剂溶解,用硅胶(40~80目)拌样并于水浴锅上蒸干。将蒸干后的样品采用硅胶(200~300目)柱层析分离,所用硅胶为500 g。用氯仿-甲醇-二乙胺混合溶剂梯度洗脱(氯仿:甲醇:二乙胺=100:0:1

~0:100:1),每次接馏分约200 mL并减压浓缩回收溶剂。发现第10~13馏分有结晶析出。将它们合并后重结晶得到化合物**8**(40 mg)。

3 结构鉴定

化合物**1** 白色粉末,10%硫酸显色为紫色。EI-MS给出分子离子峰 m/z :406 $[M-H_2O]^+$,EI-MS的 m/z 分别给出297,157,139,125,111,97,83,69,57,43,30的碎片离子峰,经于质谱库中的标准谱图对照,确定为二十九烷-10-醇(Nonacosan-10-ol)。¹H-NMR(400 MHz,CDCl₃) δ :3.60(1H,br s,H-10),1.80(1H,s,10-OH),1.40(4H,s,H-9,11),1.23(48H,br s,H-2-8,H-12-28),0.87(6H,s,H-1,29)。其EI-MS与¹H-NMR的数据和文献(Ahmd *et al.*,1987)报道的数据相一致,故确定该化合物**1**为二十九烷-10-醇。

化合物**2** 淡黄色液体,EI-MS给出分子离子峰 m/z :292,EI-MS的 m/z 分别给出261,236,223,191,173,163,149,135,121,108,95,79,67,55,41的碎片峰,经与质谱库中的标准谱图对照,鉴定该化合物**2**为亚麻酸甲酯(Methyl linolenate)。

化合物**3** 白色针状晶体(石油醚-乙酸乙酯),mp 135~136 °C,Liebermann-Burchard反应呈阳性。EI-MS的 m/z 分别给出414,396,255,213,145,107,81,69,55,43的碎片峰,与 β -谷甾醇已知品TLC对比,R_f值一致,且混合溶点不降低,故鉴定该化合物**3**为 β -谷甾醇(β -sitosterol)。

化合物**4** 黄色粉末,碘化铍钾反应阳性。EI-MS m/z :337 $[M]^+$,321,306,292,278。其质谱图与小檗碱标准图谱对照一致。¹H-NMR(400 MHz,DMSO-*d*₆)谱中有六个芳香氢质子信号 δ :7.09(1H,s,H-4),7.80(1H,s,H-1),8.01(1H,d, J =9.2 Hz,H-12),8.20(1H,d, J =9.2 Hz,H-11),8.95(1H,s,H-13),9.89(1H,s,H-8),单个连氧亚甲基质子信号 δ :6.18(2H,s,2,3-OCH₂O),2个邻亚甲基质子信号 δ :3.21(2H,t, J =6.4 Hz,H-5),4.94(2H,t, J =6.8 Hz,H-6),1组甲氧基质子信号 δ :4.07(3H,s,9-OCH₃),4.10(3H,s,10-OCH₃)。¹³C-NMR(100 MHz,DMSO-*d*₆) δ :153.1(C-9),152.8(C-3),149.5(C-2),144.6(C-8),144.3(C-10),139.5(C-13a),134.4(C-12a),132.0(C-4a),127.9(C-13),124.8(C-12),122.8(C-13b),122.5(C-11),122.2(C-

8a), 109.9 (C-4), 106.0 (C-1), 101.9 (2, 3-O-CH₂-O), 61.8 (9-OCH₃), 57.3 (10-OCH₃), 26.3 (C-5)。以上数据与文献(孙建龙等, 2009)报道的小檗碱的数据对照基本一致, 故确定该化合物 **4** 为小檗碱 (Berberine)。

化合物 **5** 白色片状晶体(氯仿-乙酸乙酯), 碘化铯钾反应阳性。EI-MS m/z : 622 [M]⁺, 607, 395, 381, 221, 192; ¹H-NMR (400 MHz, CDCl₃) 显示有芳氢 δ : 5.96, 6.25, 6.51, 6.64, 6.78, 6.80, 7.10, 7.27, 2 个 N-CH₃ 基团上 6 个 H 的 δ : 2.29, 2.57, 4 个 O-CH₃ 基团上 12 个 H δ : 3.13, 3.62, 3.75, 3.92; ¹³C-NMR (100 MHz, CDCl₃) δ : 24.0 (C-4), 26.1 (C-4'), 38.3 (C-17'), 39.5 (C-17), 43.3 (2-NMe), 43.5 (2'-NMe), 44.4 (C-3), 46.6 (C-3'), 56.0 (6-OMe), 56.2 (6'-OMe), 56.6 (12-OMe), 60.9 (7-OMe), 62.5 (C-1), 64.4 (C-1'), 106.0 (C-5), 111.7 (C-13), 111.8 (C-5'), 116.4 (C-10), 120.3 (C-14'), 122.1 (C-11'), 122.4 (C-14), 123.2 (C-16), 128.4 (C-16'), 129.4 (C-15), 130.0 (C-15'), 130.4 (C-14'), 132.5 (C-10'), 135.9 (C-9), 136.1 (C-9'), 137.5 (C-7), 144.0 (C-7'), 147.5 (C-11), 148.9 (C-8), 150.0 (C-6'), 150.3 (C-12), 152.2 (C-6), 154.4 (C-12')。以上数据与文献(曾祥英等, 2003)报道的异汉防己甲素的数据基本一致, 故鉴定该化合物 **5** 为异汉防己甲素。

化合物 **6** 白色毛状晶体(氯仿), 碘化铯钾反应阳性。ESI-MS m/z : 340 [M+H]⁺; ¹H-NMR (400 MHz, CDCl₃) δ : 6.82 (1H, s, H-1), 6.65 (1H, s, H-4), 6.60 (1H, s, H-11), 6.57 (1H, s, H-12), 4.72 (2H, s, 2, 3-O-CH₂-O), 3.90 (8H, m, H-5, 6, 8, 13), 3.85 (3H, s, 10-OCH₃), 3.66 (1H, d, J = 14.8 Hz, H-13a), 3.56 (1H, dd, J = 2.8, 8 Hz, H-8a), 3.47 (3H, s, 9-OCH₃), 2.82 (1H, m, H-12a); ¹³C-NMR (100 MHz, CDCl₃) δ : 149.9 (C-9), 145.9 (C-2), 145.8 (C-3), 144.8 (C-10), 130.7 (C-13b), 128.5 (C-12a), 127.6 (C-8a), 127.4 (C-4a), 123.4 (C-12), 110.5 (C-11), 108.1 (C-4), 105.2 (C-1), 101.1 (2, 3-OCH₂O-), 60.0 (C-13a), 58.7 (10-OCH₃), 55.2 (9-OCH₃), 53.9 (C-8), 51.4 (C-6), 36.2 (C-13), 29.5 (C-5)。以上数据与文献(Richard *et al.*, 1989)报道的基本一致, 故鉴定该化合物 **6** 为四氢小檗碱 (Tetrahydroberberine)。

化合物 **7** 白色粉末, 碘化铯钾反应阳性。EI-

MS m/z : 608 [M]⁺, 593, 416, 381, 365, 191, 168, 146; ¹H-NMR (400 MHz, CDCl₃) δ : 7.33 (1H, dd, J = 2.0, 8.4 Hz, H-14'), 7.06 (1H, dd, J = 2.4, 8.0 Hz, H-13'), 6.84 (1H, dd, J = 2.4, 8.0 Hz, H-11'), 6.78 (1H, d, J = 8.0 Hz, H-13), 6.75 (1H, s, H-5'), 6.73 (1H, d, J = 8.0 Hz, H-14), 6.44 (1H, dd, J = 1.6, 8.4 Hz, H-10'), 6.37 (1H, s, H-5), 6.27 (1H, s, H-10), 6.07 (1H, s, H-8'), 4.05 (1H, d, J = 9.6 Hz, H-1), 3.93 (3H, s, 12-OMe), 3.92 (3H, s, 6'-OMe), 3.79 (3H, s, 6-OMe), 3.68 (1H, m, H-1'), 3.29 (4H, m, H-3, 3'), 2.97 (2H, m, H- α'), 2.86 (4H, m, H- α , 4'), 2.69 (2H, m, H-4), 2.53 (3H, s, 2-NMe), 2.33 (3H, s, 2'-NMe); ¹³C-NMR (100 MHz, CDCl₃) δ : 22.3 (C-4), 25.3 (C-4'), 37.8 (C- α'), 39.0 (C- α), 42.1 (2-NMe), 42.8 (2'-NMe), 43.7 (C-3), 45.7 (C-3'), 55.8 (6-OMe), 55.8 (6'-OMe), 56.0 (12-OMe), 60.0 (C-1), 64.8 (C-1'), 107.4 (C-5), 111.3 (C-13), 112.1 (C-5'), 114.7 (C-10), 121.0 (C-8'), 121.7 (C-14), 122.1 (C-4a), 122.5 (C-13'), 122.6 (C-11'), 124.2 (C-8a), 130.0 (C-14'), 130.4 (C-4a'), 130.8 (C-8a'), 131.9 (C-10'), 133.0 (C-9), 135.2 (C-9'), 136.5 (C-7), 143.2 (C-7'), 144.1 (C-8), 146.4 (C-12), 146.9 (C-6), 149.0 (C-6'), 150.0 (C-11), 154.2 (C-12')。以上数据与文献(Long *et al.*, 1993)报道的基本一致, 故鉴定化合物 **7** 为白蓬皱褶碱 (Thalrugosine)。

化合物 **8** 黄色针状结晶(甲醇)。碘化铯钾反应阳性。EI-MS m/z : 337, 323, 308, 294, 278; ¹H-NMR (400 MHz, CD₃OD) δ : 3.20 (2H, m, H-5), 4.04 (3H, s, 2-OCH₃), 4.10 (3H, s, 10-OCH₃), 4.23 (3H, s, 9-OCH₃), 4.94 (2H, t, J = 6, 12.4 Hz, H-6), 6.85 (1H, s, H-4), 7.69 (1H, s, H-1), 7.54 (1H, s, H-4), 7.99 (1H, d, J = 9.2, H-12), 8.02 (1H, d, J = 9.2, H-11), 8.70 (1H, s, H-13), 9.75 (1H, s, H-8)。 ¹³C-NMR (100 MHz, CD₃OD) δ : 27.2 (C-5), 56.7 (2-OCH₃), 56.8 (C-6), 57.3 (10-OCH₃), 62.4 (9-OCH₃), 109.1 (C-1), 115.3 (C-4), 118.3 (C-13b), 120.5 (C-13), 122.4 (C-8a), 123.8 (C-12), 127.3 (C-11), 129.0 (C-4a), 134.5 (C-12a), 139.3 (C-13a), 144.7 (C-9), 145.0 (C-8), 149.0 (C-2), 150.8 (C-10), 151.1 (C-3)。以上数据与文献(樊丽博等, 2011)报道的基本一致, 故确定此化合物 **8** 为药根碱 (Jatrorrhizine)。

化合物 **9** 白色蜡状固体。ESI-MS m/z : 353

[M+Na]⁺。EI-MS m/z : 331, 313, 299, 257, 239, 134, 98, 74, 57, 43。¹H-NMR(400 MHz, CDCl₃) δ : 4.18(2H, m, H-1'), 3.95(1H, m, H-2'), 3.65(2H, m, H-3'), 2.57(1H, br s, 2'-OH), 2.36(2H, t, $J = 7.6, 15.2$ Hz, H-2,), 2.13(1H, br s, 3'-OH), 1.62(2H, m, H-3), 1.27(24H, br s, H-4-15), 0.88(3H, t, $J = 6.8, 13.6$ Hz, H-16)。以上数据与文献(孙胄轩等, 2009)报道的 1-棕榈酸单甘油酯的数据一致, 故确定该化合物 **9** 为 1-棕榈酸单甘油酯(1-Monoplaminin)。

致谢 核磁共振谱由贵州省中国科学院天然产物化学重点实验室的张建新研究员测定; 质谱(EI 和 ESI)由贵州省中国科学院天然产物化学重点实验室的王道平副研究员测定。

参考文献:

- Ahmd VU, Moheem FV, Rasheed TR, *et al.* 1987. A Triterpenoid from *Cocculus hirsutus* [J]. *Phytochemistry*, **26**(3): 793-794
Dong L(董雷), Yang XH(杨晓虹), Liu YY(刘银燕), *et al.* 2007.

The application of *Mahonia* on the activitis(十大功劳属植物的药理作用研究进展)[J]. *Chin J Mod Drug Appl*(中国现代药物应用), **1**(6): 72-74

- Fan LB(樊丽博), Zhang XH(张晓会), Liu XJ(刘兴金), *et al.* 2011. Chemical constituents analysis of *Mahonia fortunei*(狭叶十大功劳化学成份分析)[J]. *Chin J Vet Drug*(中国兽药杂志), **45**(10): 34-36
Long ZL, Hui LS, Cindy K, *et al.* 1993. Cytotoxic and antimalarial Bisbenzylisoquinoline alkaloids from *Cyclea barbata*[J]. *J Nat Prod*, **56**(1): 22-29
Richard HAM, *et al.* 1989. Assignment of ¹H and ¹³C NMR resonances of some isoquinoline alkaloids[J]. *Phytochemistry*, **10**: 3 331
Sun JL(孙建龙), Deng AJ(邓安碧), Li ZH(李志宏), *et al.* 2009. Studies on chemical constituents of roots of *Linum usitatissimum*(亚麻根的化学成分研究)[J]. *Chin J Chin Mat Med*(中国中药杂志), **34**(6): 718-720
Sun ZX(孙胄轩), Huang XF(黄雪峰), Kong LY(孔令义), 2009. Chemical constituents from the stems of *Asparagus officinalis*(芦笋茎的化学成分研究)[J]. *Mod Chin Med*(中国现代中药), **11**(6): 9-11
Zeng XY(曾祥英), Lao BS(劳邦盛), Dong XC(董熙昌), *et al.* 2003. Study on anti-influenza effect of alkaloids from roots of *Mahonia bealei in vitro*(阔叶十大功劳根中生物碱组分体外抗流感病毒实验研究)[J]. *J Chin Med Mat*(中药材), **26**(1): 29-30

(上接第 509 页 Continue from page 509)

糖为 17.69%, 木三糖为 11.23%, 更高聚合度聚糖比例为 29.42%。

参考文献:

- Broekaert WF, Courtin CM, Verbeke K, *et al.* 2011. Prebiotic and other health-related effects of cereal-derived arabinoxylans, arabinoxylan-oligosaccharides, and xylooligosaccharides [J]. *Crit Rev Food Sci & Nutr*, **51**(2): 178-194
Ede R, Brunow G, Popp Ius K, *et al.* 1988. Formic acid/peroxy formic acid pulping. Part I. Reactions of betary other model compounds with formic acid[J]. *Nordic Pulp & Paper Res J*, **3**(3): 119-123
Gobinath D, Madhu AN, Prashant G, *et al.* 2010. Beneficial effect of xylo-oligosaccharides and fructo-oligosaccharides in streptozotocin-induced diabetic rats[J]. *British J Nutr*, **104**(1): 40-47
Jahan MS. 2006. Formic acid pulping of bagasse[J]. *Bangladesh J Sci Ind Res*, **41**(3-4): 245-250
Jayapal N, Samanta AK, Kolte AP, *et al.* 2013. Value addition to sugarcane bagasse: Xylan extraction and its process optimization for xylooligosaccharides production[J]. *Ind Crops & Prod*, **42**: 14-24
Poppius K, Laamanen L, Sundquist J, *et al.* 1986. Bleached pulp by peroxyacid/alkaline peroxide delignification[J]. *Paperi Japuu*, **68**(2): 87-92
Quoc Lam H, Le Bigot Y, Delmas M, *et al.* 2001. A new procedure for the destructuring of vegetable matter at atmospheric pressure by a catalyst/solvent system of formic acid/acetic acid. Applied

to the pulping of triticale straw[J]. *Ind Crops & Prod*, **14**(2): 139-144

- Ruggiero R, Machado EH, da Silva D, *et al.* 1998. Bleached chemical pulp from eucalyptus grandis wood produced by peroxyformic acid pulping and photochemical bleaching[J]. *Holzforchung*, **5**: 325-332
Samanta AK, Jayapal N, Kolte AP, *et al.* 2013. Application of Pigeon Pea(*Cajanus cajan*) stalks as raw material for xylooligosaccharides production[J]. *Appl Biochem & Biotechnol*, **169**(8): 2 392-2 404
Shi GL(石国良), Zhou YH(周玉恒), Zhang HR(张厚瑞), *et al.* 2010. Enzymatic hydrolysis properties of bagasse xylan by xylanase shearzyme 500 L(木聚糖酶 Shearzyme 500 L(酶解蔗渣木聚糖的特性研究)[J]. *Food Sci*(食品科学), **31**(24): 102-106
Tu QL(涂启梁), Fu SY(付时雨), Zhan HY(詹怀宇), *et al.* 2008. Hydrolyzation of carbohydrates in organosolv pulping of bagasse with formic acid(蔗渣甲酸法蒸煮过程中碳水化合物降解规律)[J]. *J Fujian Agric Univ: Nat Sci Edit*(福建农林大学学报·自然科学版), **37**(4): 404-408
Tu QL, Fu SY, Zhan HY, *et al.* 2008. Kinetic Modeling of Formic Acid Pulping of Bagasse[J]. *J Agric Food Chem*, **56**: 3 097-3 101
Wang J, Cao Y, Wang C, *et al.* 2011. Wheat bran xylooligosaccharides improve blood lipid metabolism and antioxidant status in rats fed a high-fat diet[J]. *Carbohydr Polym*, **86**(3): 1 192-1 197
Young RA, Akhtar M. 1998. Environmentally friendly technologies for the pulp and paper industry[R]. J Wiley: 65