

Supporting information for

Four New Flavonoids Isolated from the Aerial Parts of *Cadaba rotundifolia* Forssk. (Qadab)

Gadah Abdulaziz Al-Hamoud ^{1,2}, Raha Saud Orfali ^{2,*}, Sachiko Sugimoto ¹, Yoshi Yamano ¹, Nafee Alothyqi ³, Ali Mohammed Alzahrani ⁴, Katsuyoshi Matsunami ^{1,*}

¹ Department of Pharmacognosy, Graduate School of Biomedical and Health Sciences, Hiroshima University, 1-2-3 Kasumi, Minami-ku, Hiroshima 734-8553, Japan; matunamil@hiroshima-u.ac.jp (K.M.); yamano@hiroshima-u.ac.jp (Y.Y.); ssugimot@hiroshima-u.ac.jp (S.S.)

² Department of Pharmacognosy, College of Pharmacy, King Saud University, Riyadh 11495, Kingdom of Saudi Arabia; galhamoud@ksu.edu.sa (G.A.A.); rorfali@ksu.edu.sa (R.S.O.)

³ Department of Biology, Umm Al-Qura University, 1109- Makkah Al-Mukarramah, Kingdom of Saudi Arabia; niothyqi@uqu.edu.sa (N.A.)

⁴ Department of Biology, Arts and Sciences in Qilwah, 1988- Al-Baha University,
alialzahrani@bu.edu.sa (A.M.A.)

* Correspondence: matunamil@hiroshima-u.ac.jp (K.M.); rorfali@ksu.edu.sa
(R.S.O.); Tel.: +81-82-257-5335 (K.M.) ; +966-11-8055014 (R.S.O.)

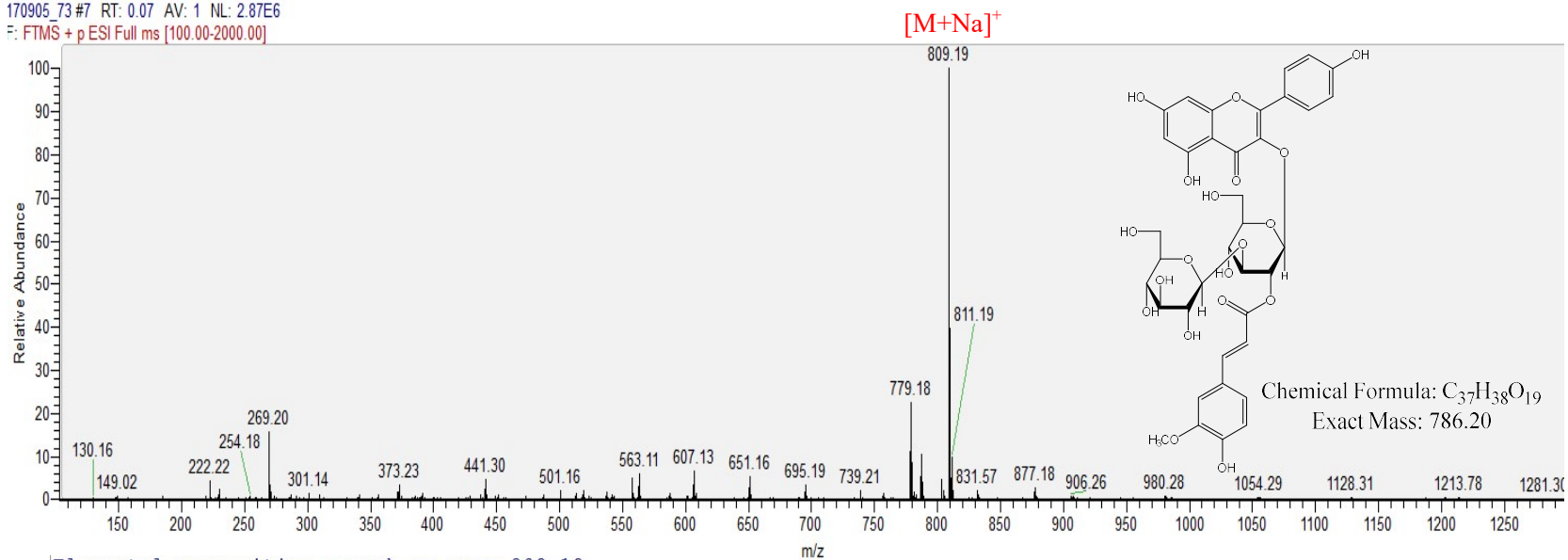
Contents

- Figure S1.** The HRESIMS spectrum of **1**.
Figure S2. The ^1H NMR spectrum of **1** in CD_3OD , 700 MHz.
Figure S3. The ^{13}C NMR spectrum of **1** in CD_3OD , 175 MHz.
Figure S4. The DEPT-135 NMR spectrum of **1** in CD_3OD , 175 MHz.
Figure S5. The COSY spectrum of **1** in CD_3OD , 500 MHz.
Figure S6. The HSQC spectrum of **1** in CD_3OD , 700 MHz.
Figure S7. The HMBC spectrum of **1** in CD_3OD , 700 MHz.
Figure S8. The UV spectrum of **1** in CH_3OH .
Figure S9. The IR spectrum of **1**.
Figure S10. The HRESIMS spectrum of **2**.
Figure S11. The ^1H NMR spectrum of **2** in CD_3OD , 600 MHz.
Figure S12. The ^{13}C NMR spectrum of **2** in CD_3OD , 150 MHz.
Figure S13. The DEPT-135 NMR spectrum of **2** in CD_3OD , 150 MHz.
Figure S14. The COSY spectrum of **2** in CD_3OD , 600 MHz.
Figure S15. The HSQC spectrum of **2** in CD_3OD , 600 MHz.
Figure S16. The HMBC spectrum of **2** in CD_3OD , 600 MHz.
Figure S17. The UV spectrum of **2** in CH_3OH .
Figure S18. The IR spectrum of **2**.
Figure S19. The HRESIMS spectrum of **3**.
Figure S20. The ^1H NMR spectrum of **3** in CD_3OD , 600 MHz.
Figure S21. The ^{13}C NMR spectrum of **3** in CD_3OD , 150 MHz.
Figure S22. The DEPT-135 NMR spectrum of **3** in CD_3OD , 125 MHz.
Figure S23. The COSY spectrum of **3** in CD_3OD , 600 MHz.
Figure S24. The HSQC spectrum of **3** in CD_3OD , 600 MHz.
Figure S25. The HMBC spectrum of **3** in CD_3OD , 600 MHz.
Figure S26. The UV spectrum of **3** in CH_3OH .
Figure S27. The IR spectrum of **3**.
Figure S28. The HRESIMS spectrum of **4**.
Figure S29. The ^1H NMR spectrum of **4** in CD_3OD , 600 MHz.
Figure S30. The ^{13}C NMR spectrum of **4** in CD_3OD , 150 MHz.
Figure S31. The COSY spectrum of **4** in CD_3OD , 600 MHz.
Figure S32. The HSQC spectrum of **4** in CD_3OD , 600 MHz.
Figure S33. The HMBC spectrum of **4** in CD_3OD , 600 MHz.
Figure S34. The UV spectrum of **4** in CH_3OH .
Figure S35. The IR spectrum of **4**.

Figure S1. The HRESIMS spectrum of **1**.

170905_73 #7 RT: 0.07 AV: 1 NL: 2.87E6

F: FTMS + p.ESI Full ms [100.00-2000.00]



Elemental composition search on mass 809.19

m/z= 804.19-814.19

| m/z | Theo. Mass | Delta (mmu) | RDB equiv. | Composition |
|----------|------------|-------------|------------|--|
| 809.1888 | 809.1899 | -1.11 | 18.5 | C ₃₇ H ₃₈ O ₁₉ Na |

Figure S2. The ^1H NMR spectrum of **1** in CD_3OD , 700 MHz.

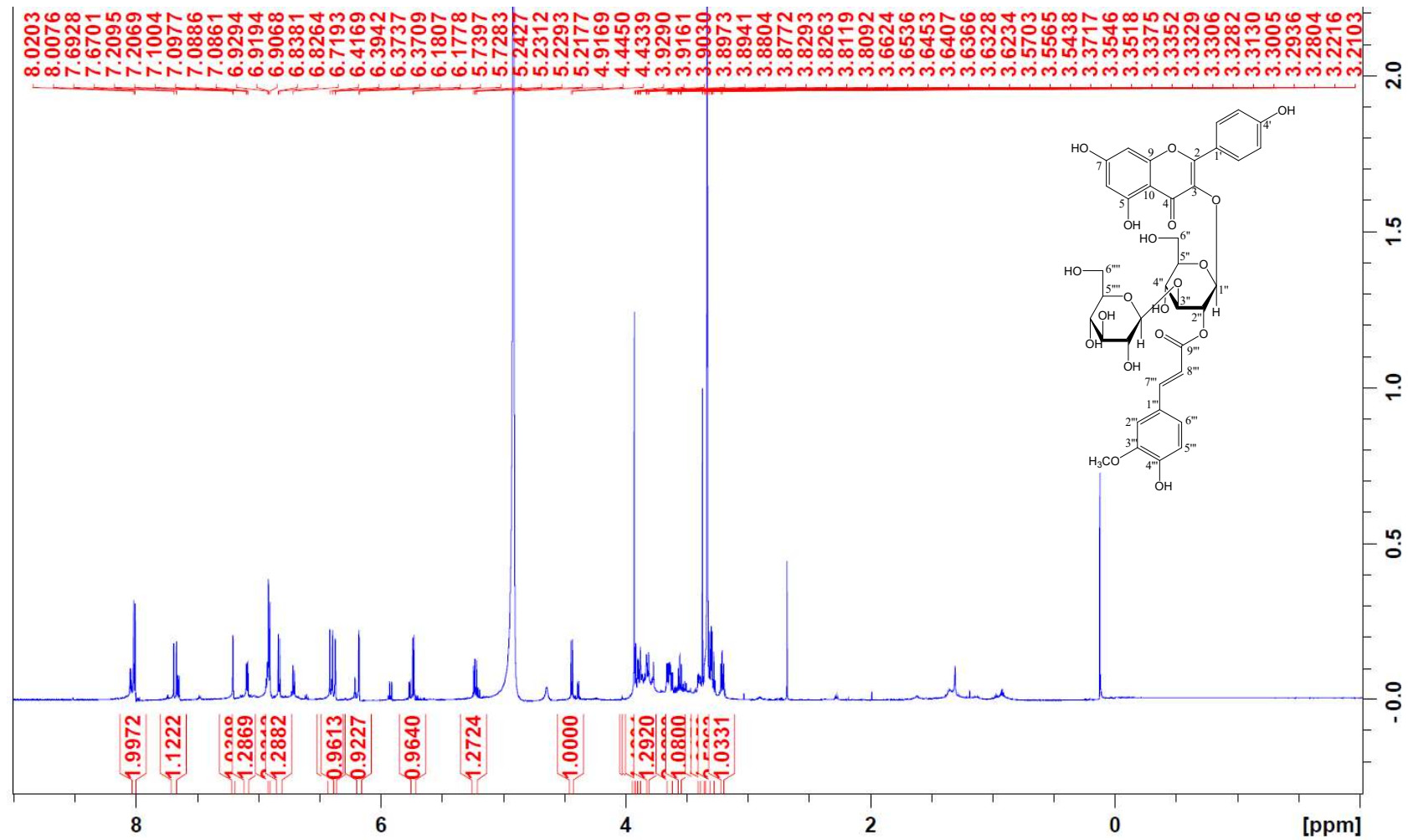


Figure S3. The ^{13}C NMR spectrum of **1** in CD_3OD , 175 MHz.

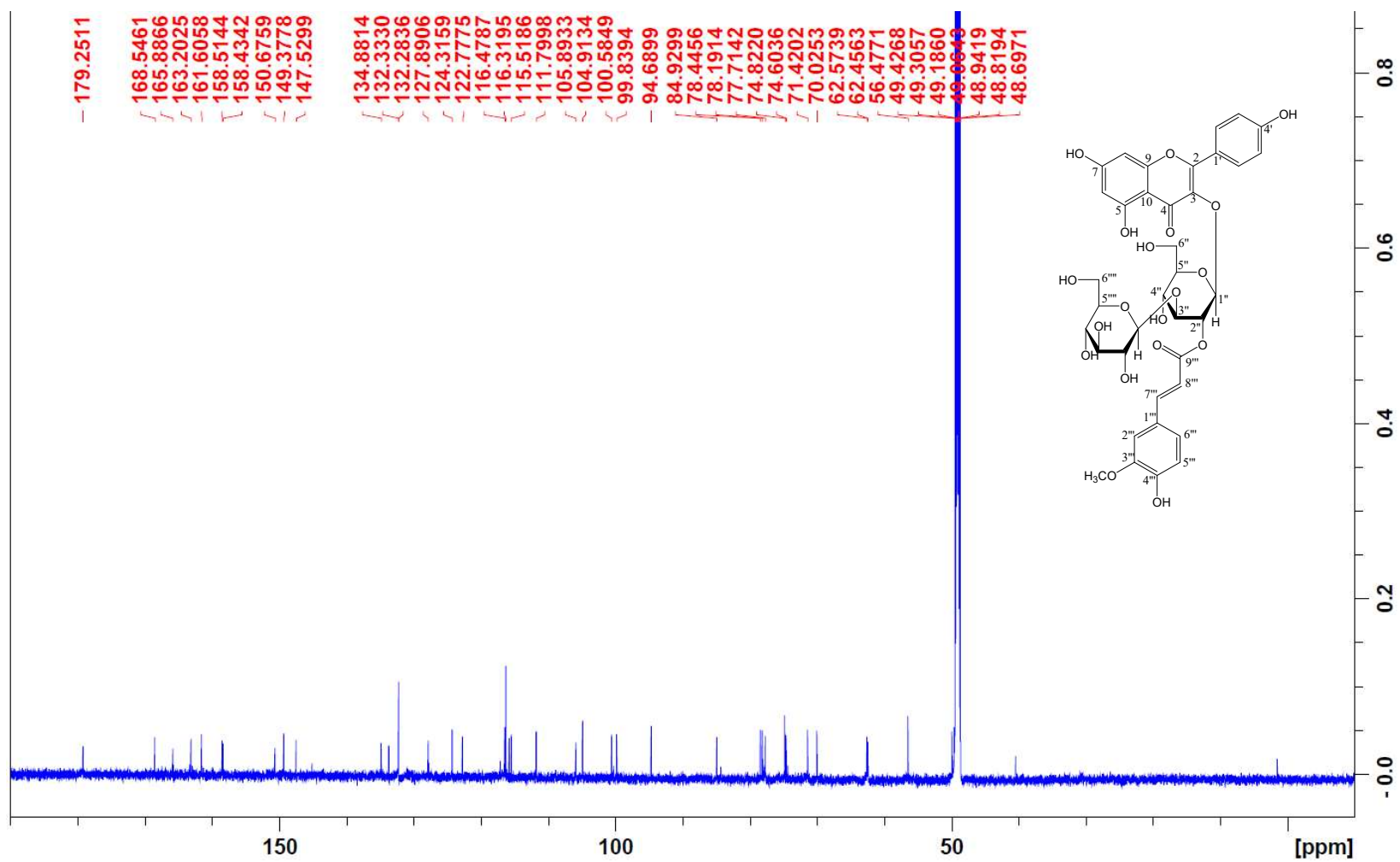


Figure S4. The DEPT-135 NMR spectrum of **1** in CD₃OD, 175 MHz.

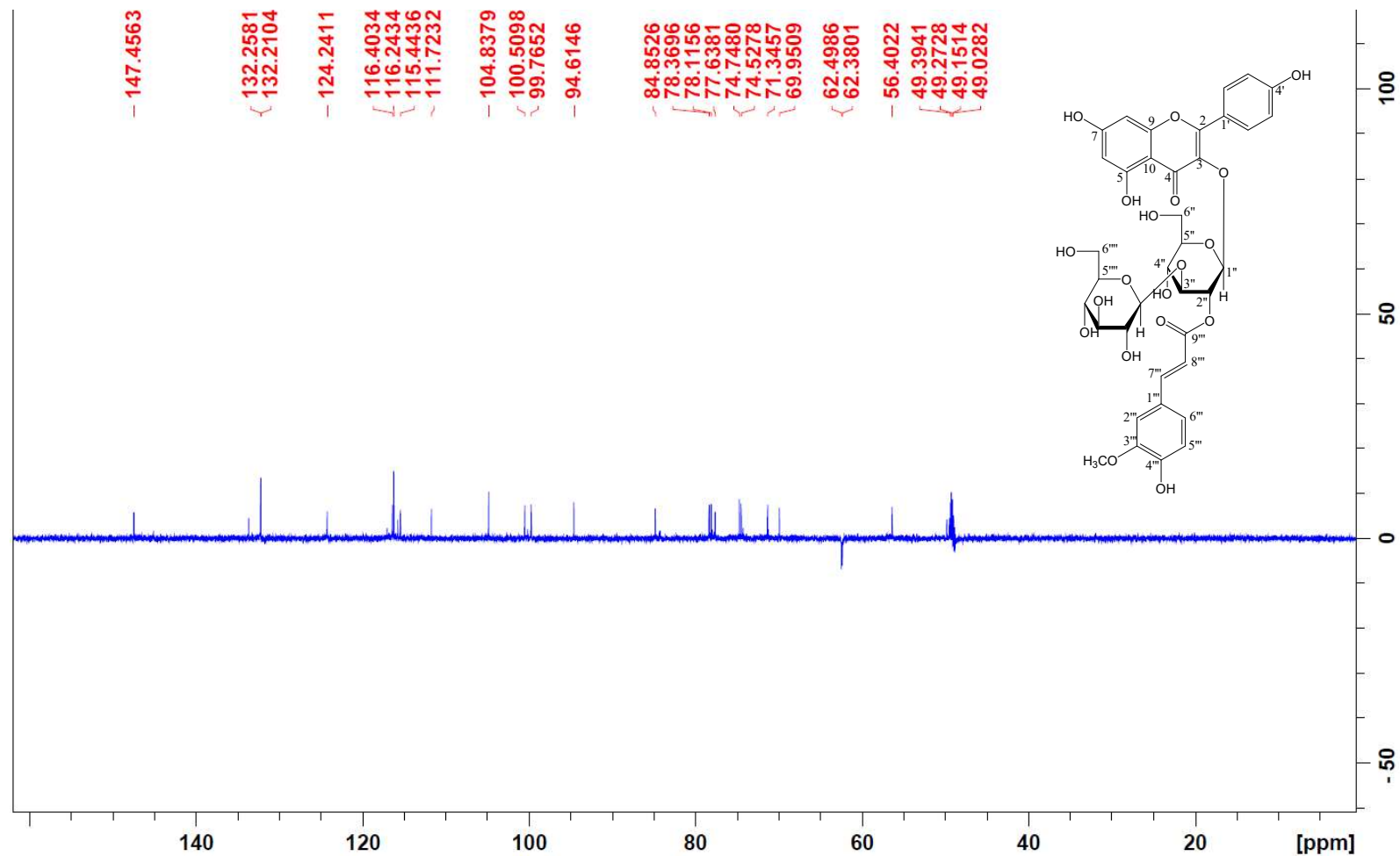


Figure S5. The COSY spectrum of **1** in CD₃OD, 500 MHz.

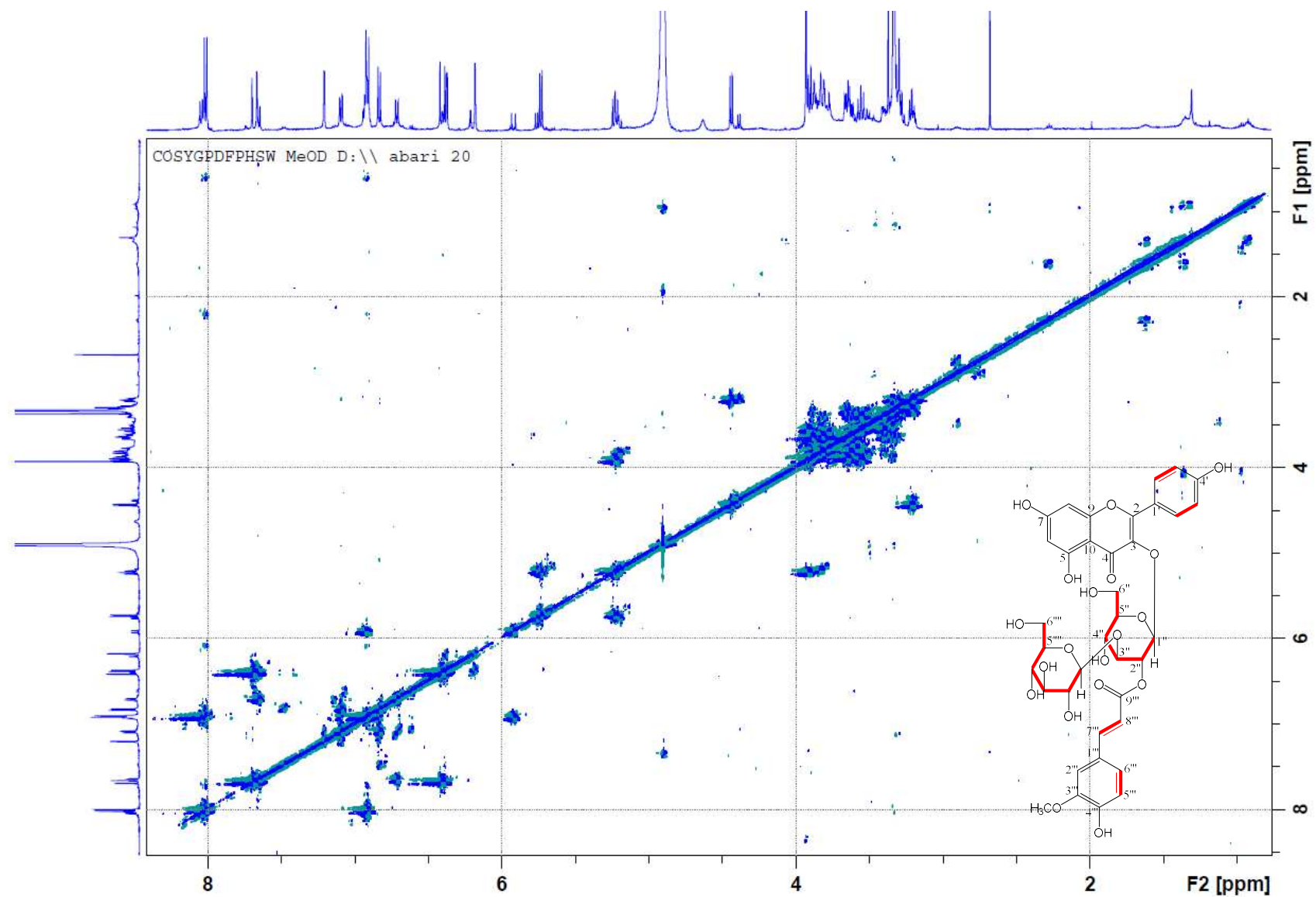


Figure S6. The HSQC spectrum of **1** in CD₃OD, 700 MHz.

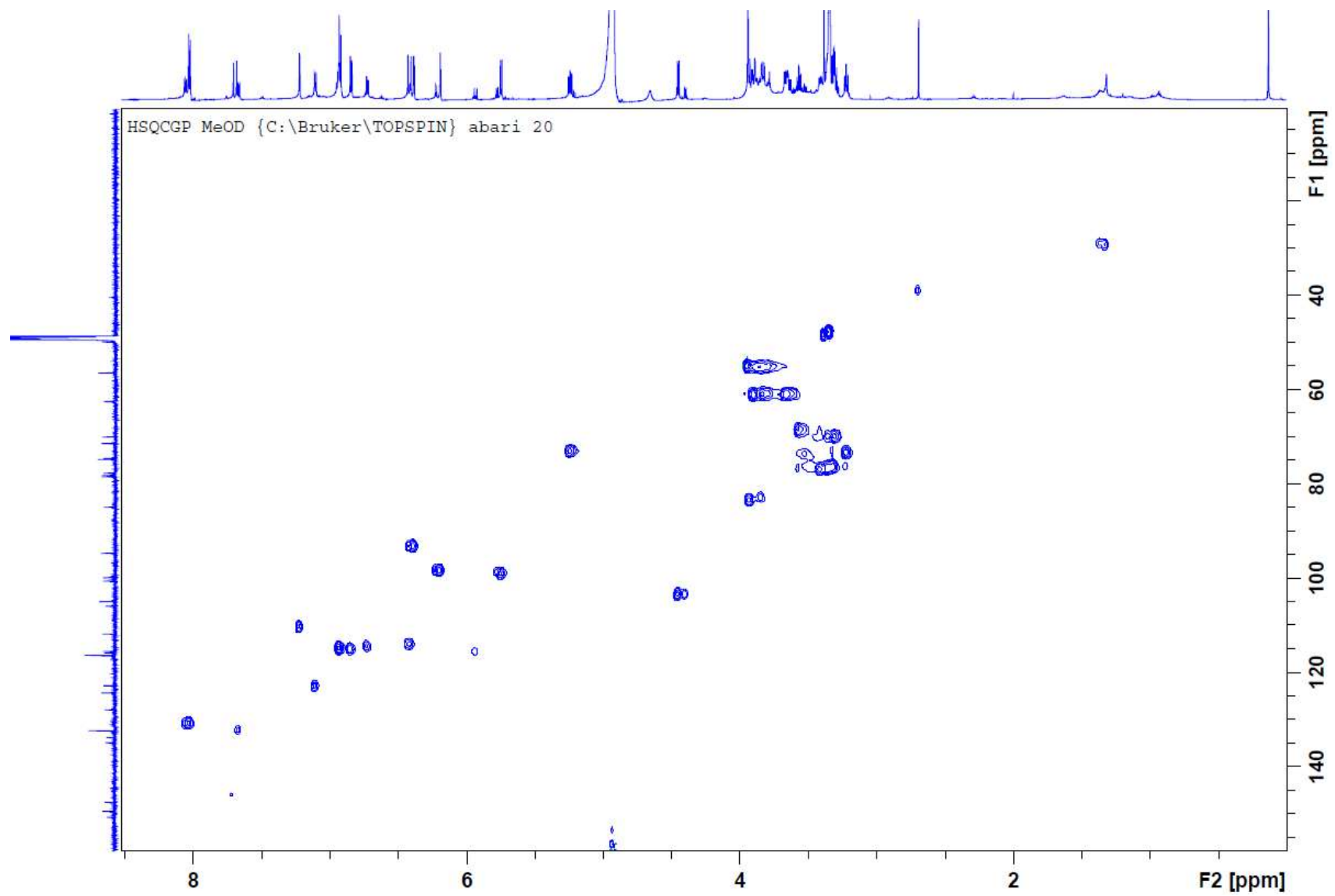


Figure S7. The HMBC spectrum of **1** in CD₃OD, 700 MHz

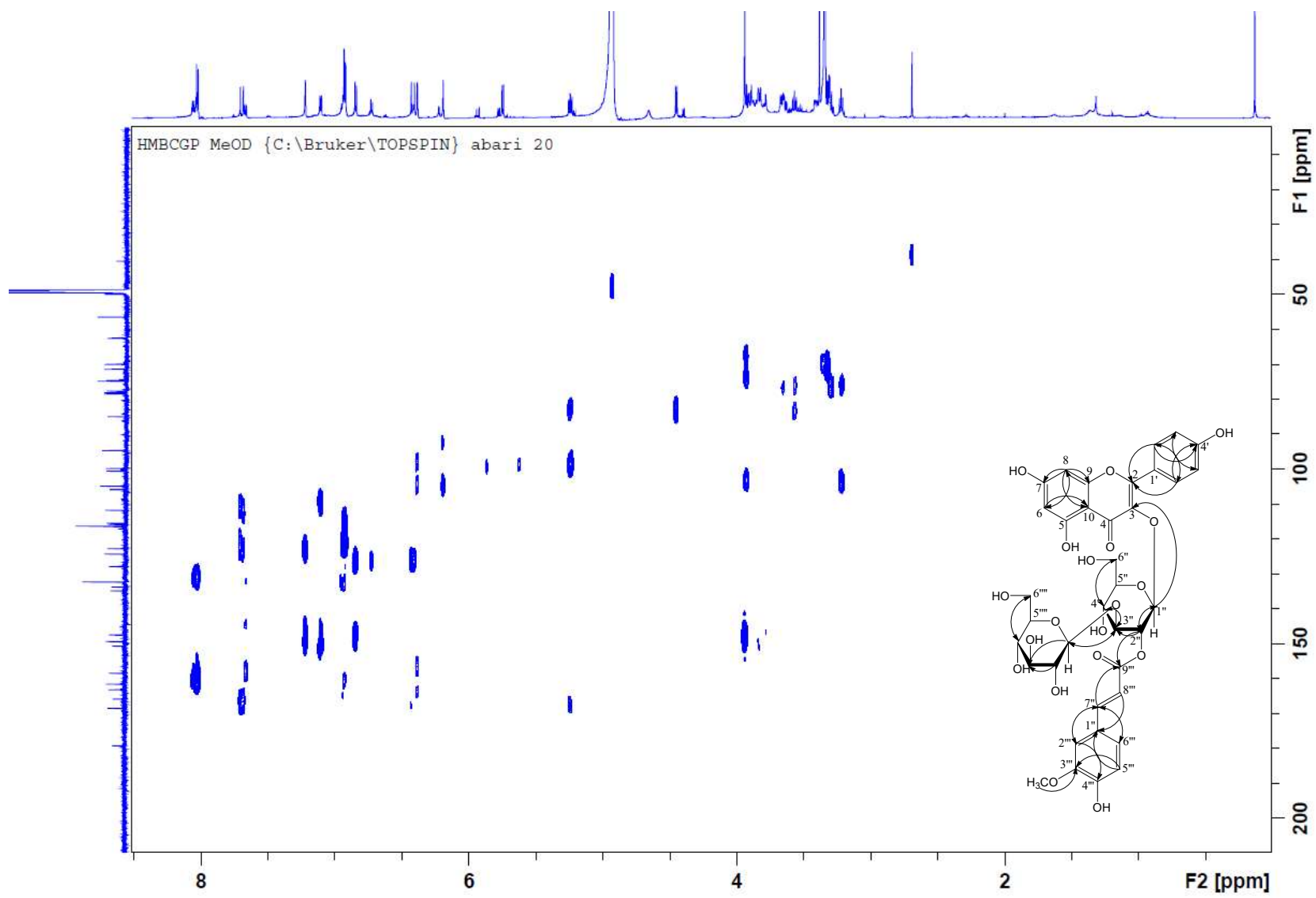
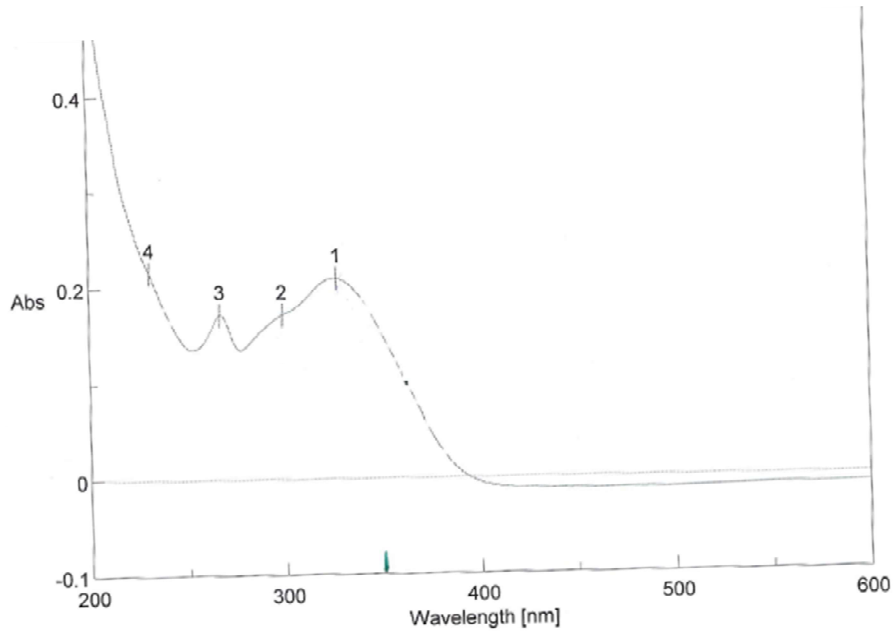


Figure S8. The UV spectrum of **1** in CH₃OH.



[コメント情報]

試料名
コメント
測定者
所属
会社

HU

[データ情報]

作成日時 2018/07/02 20:18
データタイプ 等間隔データ
横軸 Wavelength [nm]
縦軸 Abs
スタート 600 nm
エンド 200 nm
データ間隔 1 nm
データ数 401

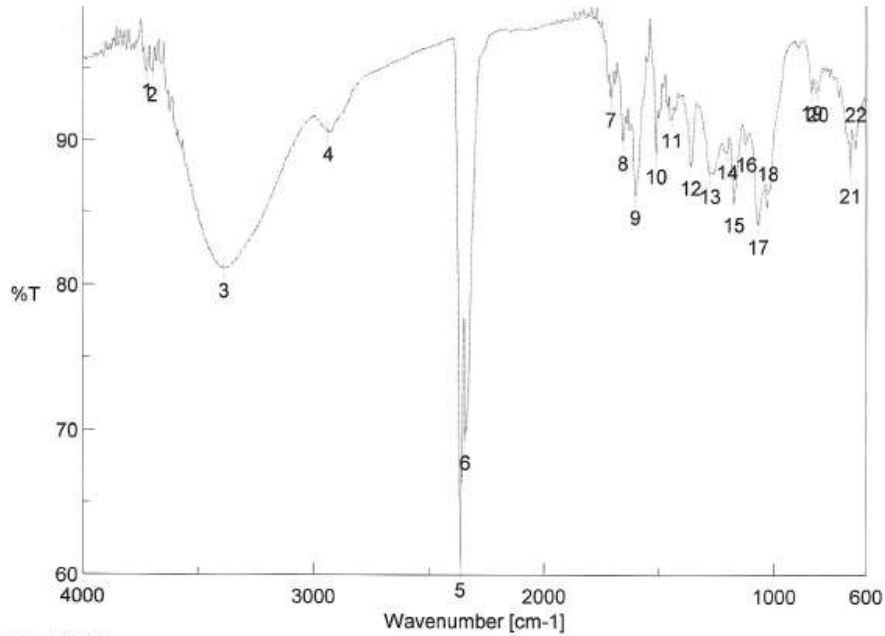
[測定情報]

装置名 V-630
機種名 V-630
シリアル番号 A042161148
測定日時 2018/07/02 20:18
測光モード Abs
測定範囲 600 - 200 nm
データ取込間隔 1 nm
UV/Vis バンド幅 1.5 nm
レスポンス Fast
走査速度 400 nm/min
光源切換 340 nm
光源 D2/WI
フィルタ切換 ステップ
補正 ベースライン

[ピーク検出結果]

| No. | 位置 | 強度 | No. | 位置 | 強度 |
|-----|-----|----------|-----|-----|----------|
| 1 | 327 | 0.208647 | 2 | 299 | 0.170714 |
| 3 | 267 | 0.171392 | 4 | 231 | 0.215791 |

Figure S9. The IR spectrum of 1.



[コメント情報]

試料名
コメント
測定者
所属
会社 HU

[データ情報]

作成日時 2018/06/28 17:13
データタイプ 等間隔データ
横軸 Wavenumber [cm-1]
縦軸 %T
スタート 599.753 cm-1
エンド 7800.65 cm-1
データ間隔 0.964233 cm-1
データ数 7469

[測定情報]

機種名 FT/IR-4600typeA
シリアル番号 D015461786
測定日時 2018/06/28 17:13
光源 標準光源
検出器 TGS
積算回数 10
分解 4 cm-1
ゼロフィリング On
アポダイゼーション Cosine
ゲイン Auto (2)
アパーチャー Auto (7.1 mm)
スキャンスピード Auto (2 mm/sec)
フィルタ Auto (30000 Hz)

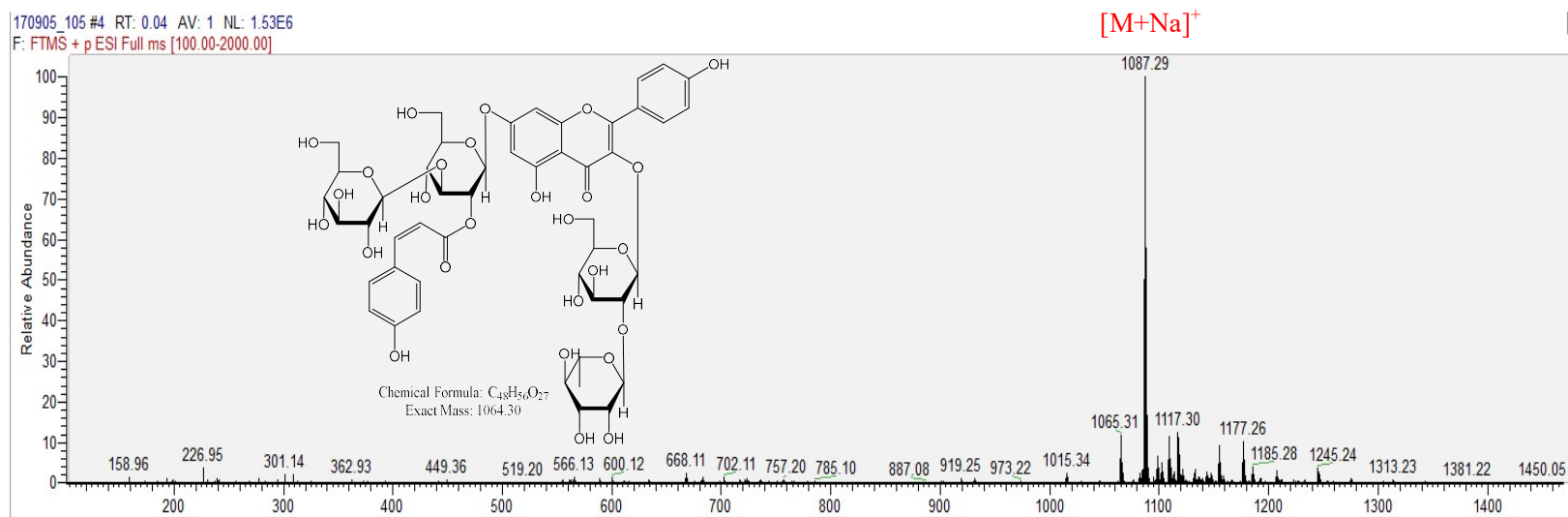
[ピーク検出結果]

| No. | 位置 | 強度 | No. | 位置 | 強度 |
|-----|---------|---------|-----|---------|---------|
| 1 | 3721.94 | 94.9495 | 2 | 3698.8 | 94.7024 |
| 3 | 3388.32 | 81.1179 | 4 | 2936.09 | 90.5848 |
| 5 | 2363.34 | 60.4968 | 6 | 2341.16 | 69.2916 |
| 7 | 1710.55 | 92.9836 | 8 | 1658.48 | 89.9664 |
| 9 | 1604.48 | 86.2189 | 10 | 1513.85 | 89.0788 |
| 11 | 1446.35 | 91.5601 | 12 | 1363.43 | 88.2767 |
| 13 | 1280.5 | 87.7144 | 14 | 1205.29 | 89.38 |

[ピーク検出結果]

| No. | 位置 | 強度 | No. | 位置 | 強度 |
|-----|---------|---------|-----|---------|---------|
| 15 | 1176.36 | 85.7295 | 16 | 1122.37 | 89.9077 |
| 17 | 1070.3 | 84.2004 | 18 | 1028.84 | 86.1398 |
| 19 | 836.955 | 93.4566 | 20 | 810.92 | 93.3788 |
| 21 | 669.178 | 87.7475 | 22 | 645.072 | 90.2335 |

Figure S10. The HRESIMS spectrum of **2**.



Elemental composition search on mass 1087.29

m/z= 1082.29-1092.29

| m/z | Theo. Mass | Delta (mmu) | RDB equiv. | Composition |
|-----------|------------|-------------|------------|--|
| 1087.2875 | 1087.2901 | -2.64 | 20.5 | C ₄₈ H ₅₆ O ₂₇ Na |

Figure S11. The ¹H NMR spectrum of **2** in CD₃OD, 600 MHz.

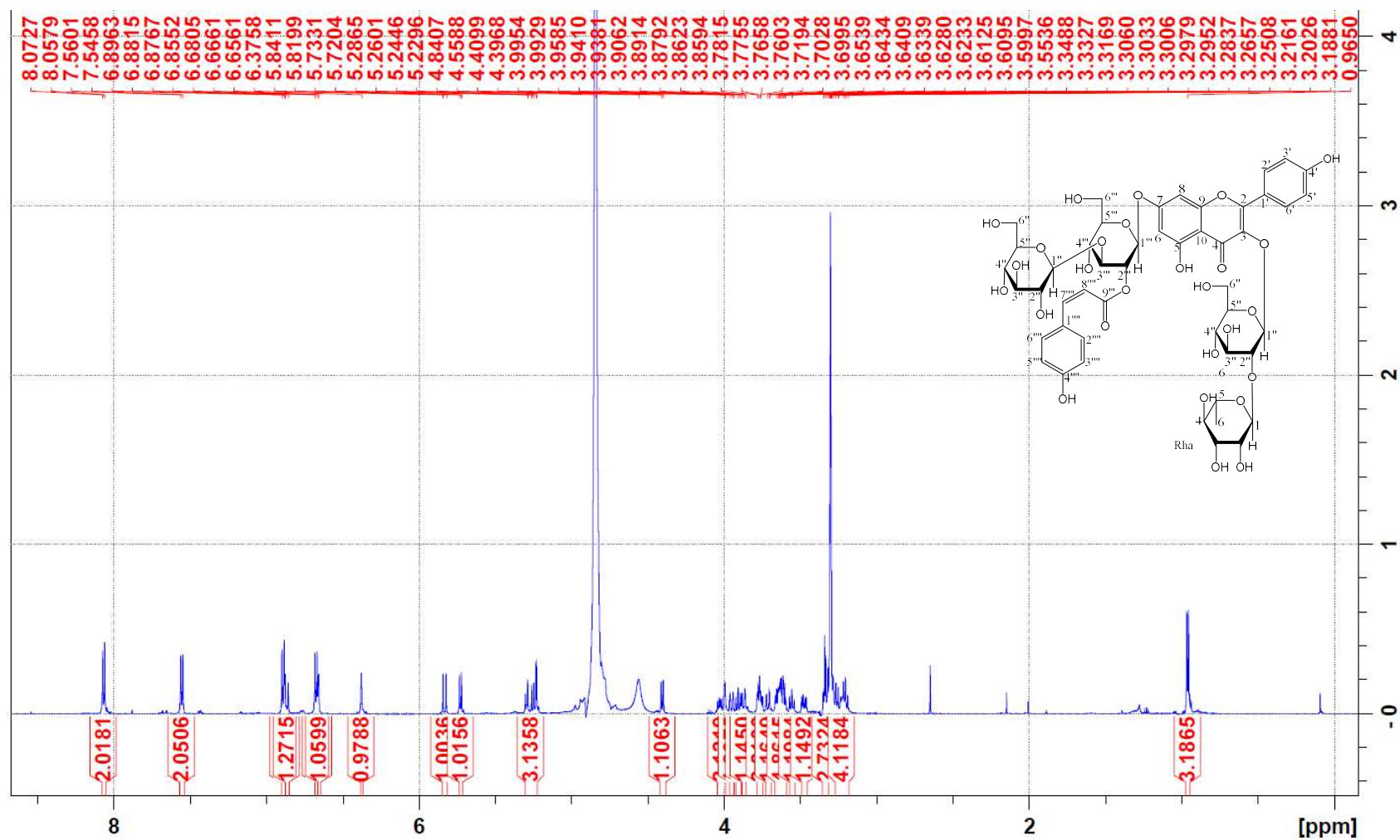


Figure S12. The ^{13}C NMR spectrum of **2** in CD_3OD , 150 MHz.

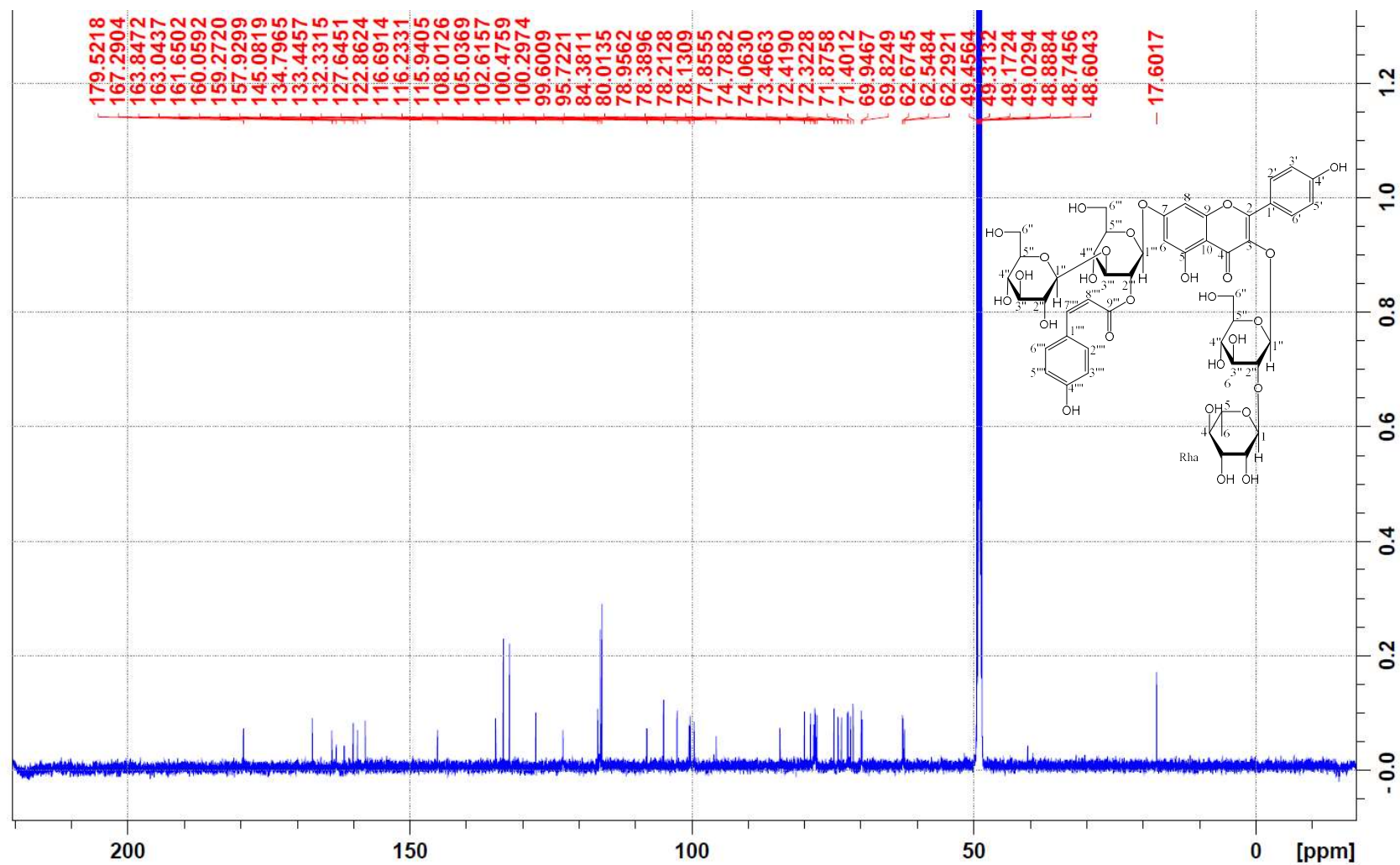


Figure S13. The DEPT-135 spectrum of **2** in CD₃OD, 150 MHz.

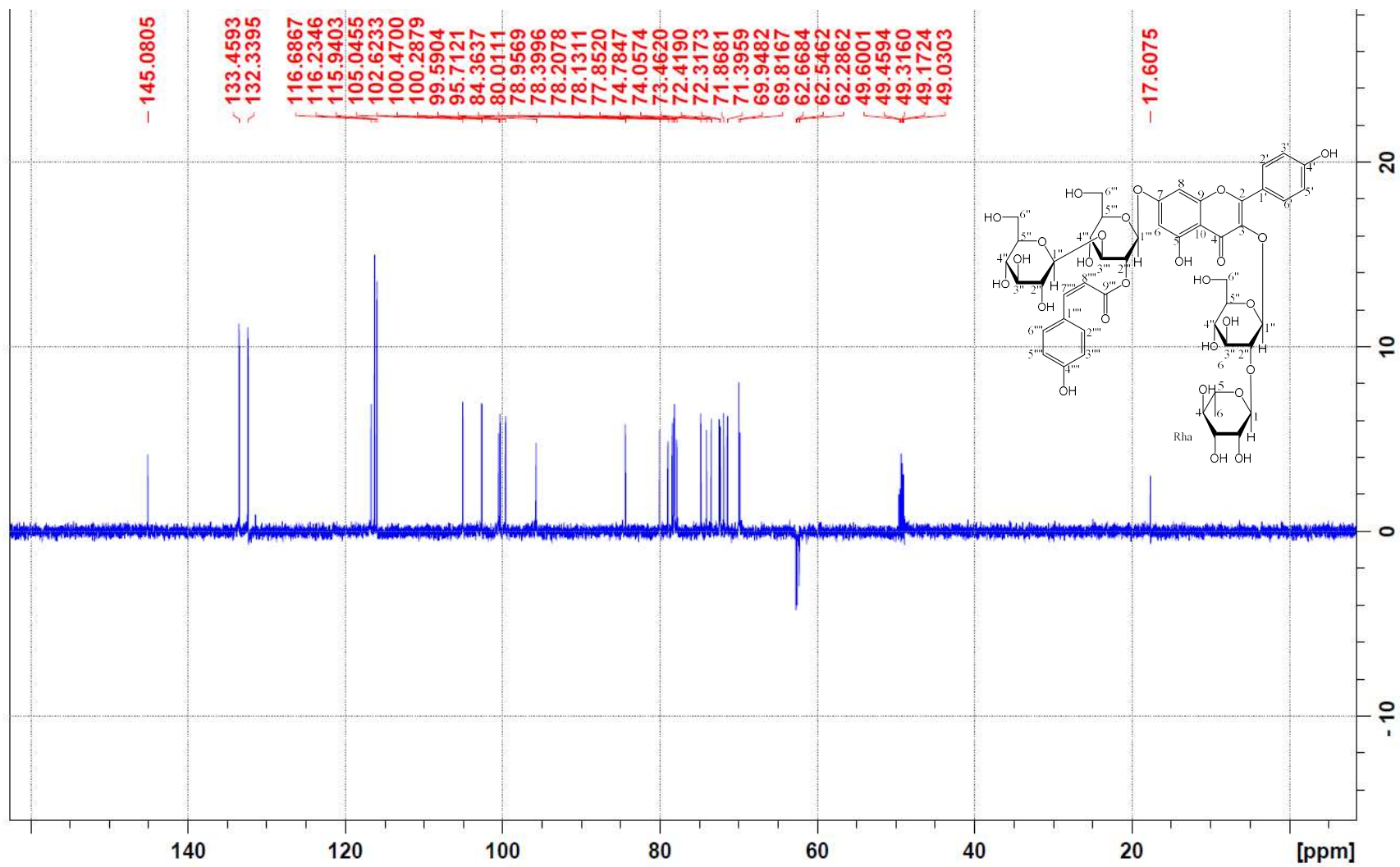


Figure S14. The COSY spectrum of **2** in CD₃OD, 600 MHz.

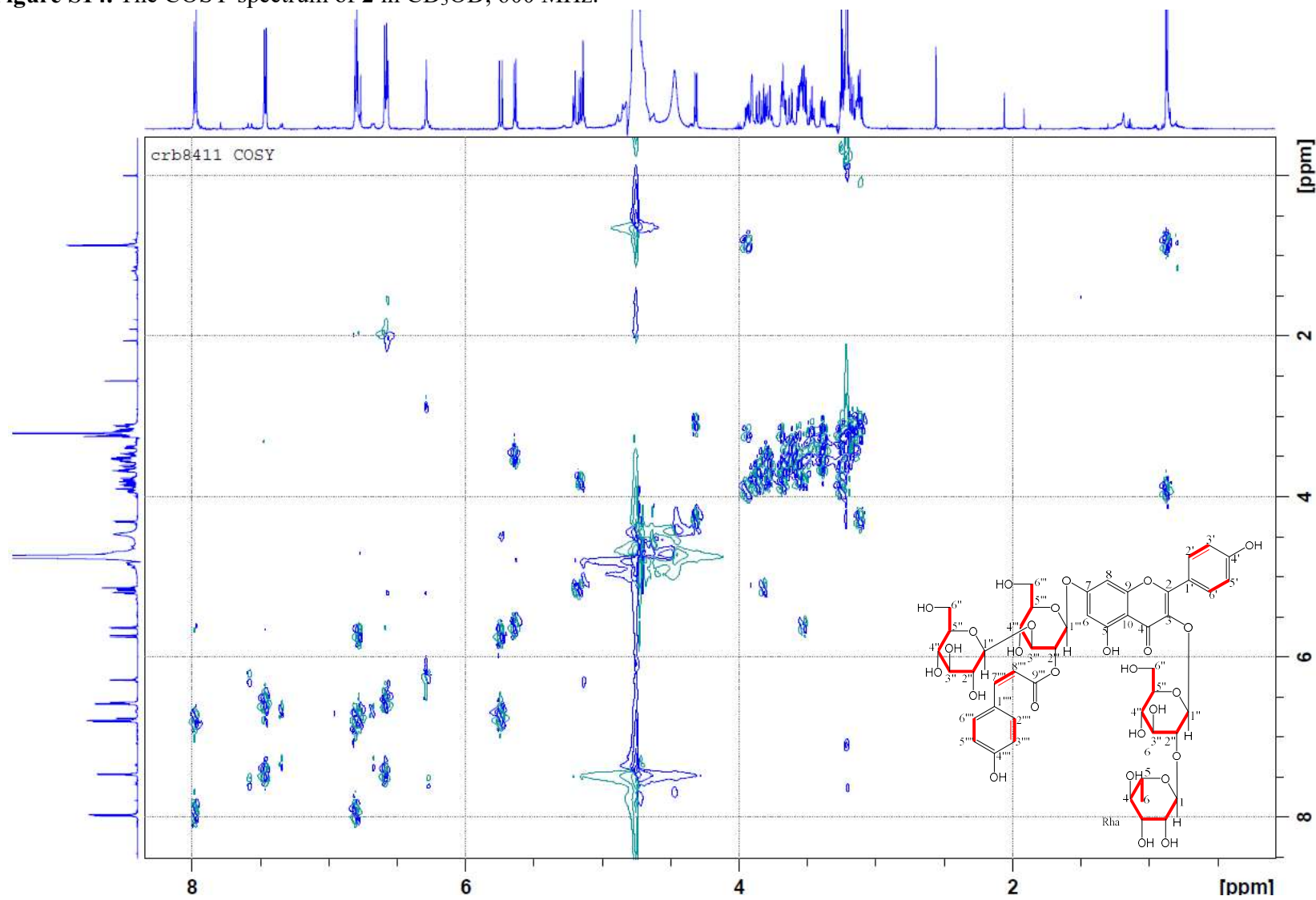


Figure S15. The HSQC spectrum of **2** in CD₃OD, 600 MHz.

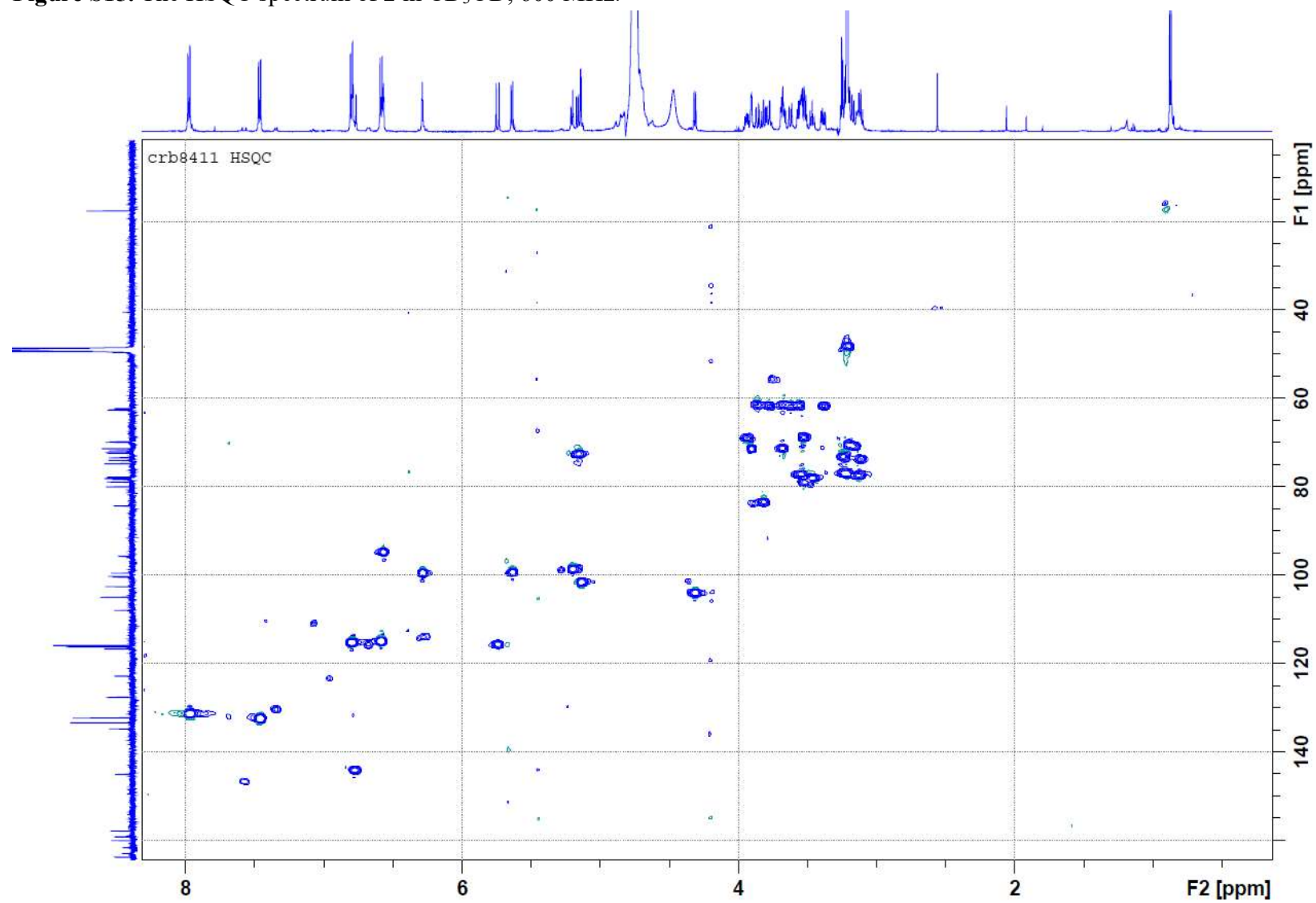


Figure S16. The HMBC spectrum of **2** in CD₃OD, 600 MHz.

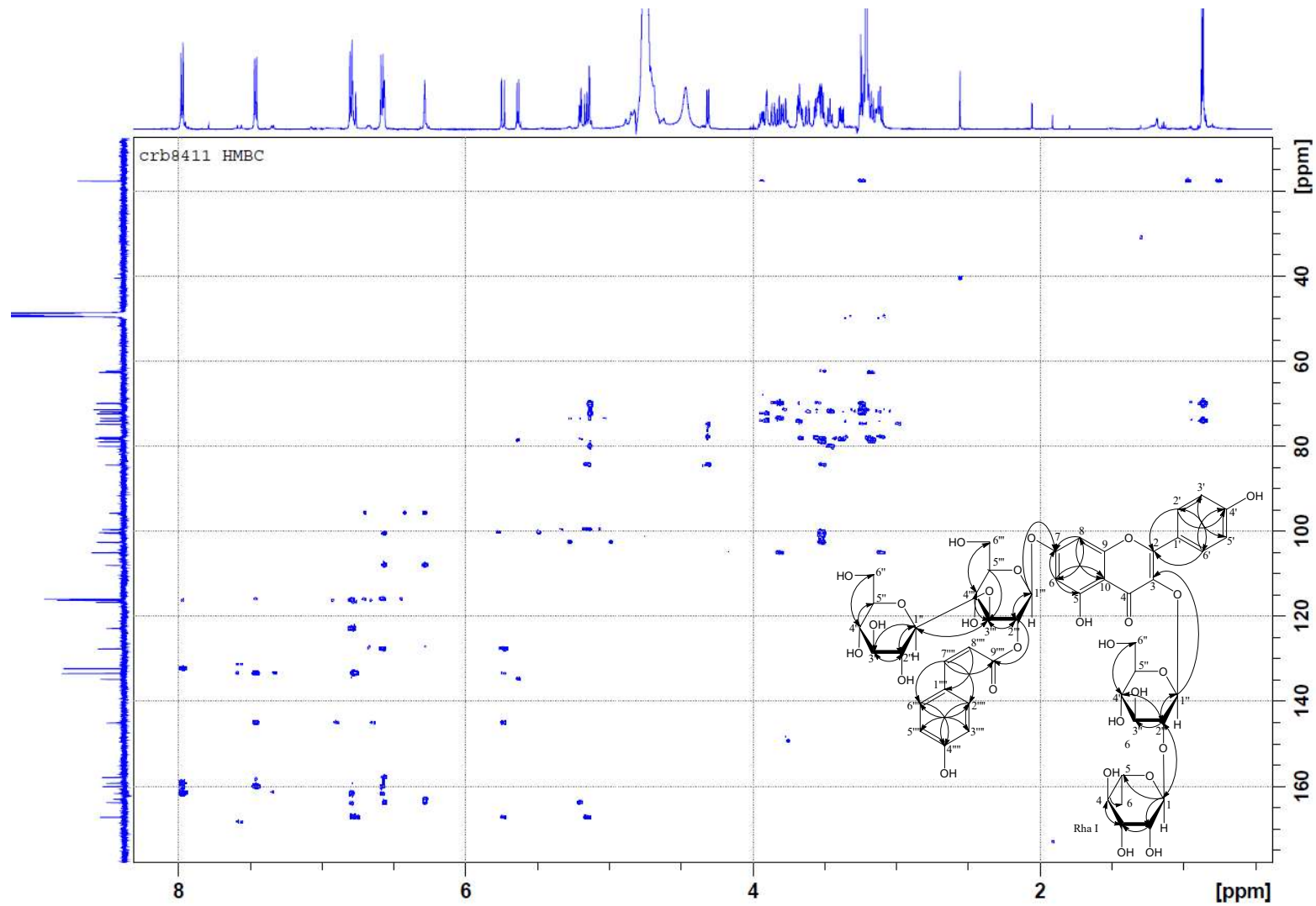
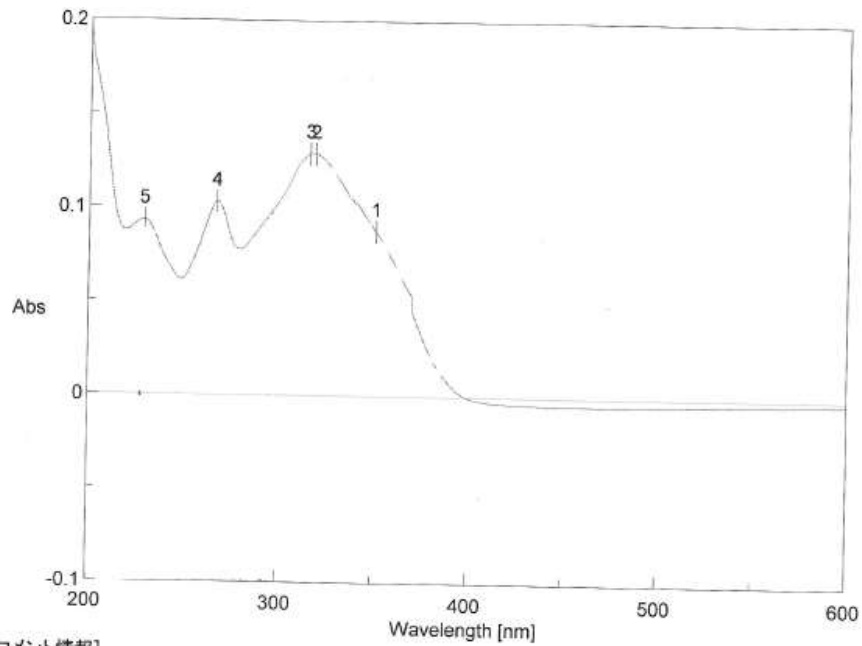


Figure S17. The UV spectrum of **2** in CH₃OH.



[コメント情報]

試料名
コメント
測定者
所属
会社

HU

[データ情報]

作成日時 2018/07/04 18:32
データタイプ 等間隔データ
横軸 Wavelength [nm]
縦軸 Abs
スタート 200 nm
エンド 600 nm
データ間隔 1 nm
データ数 401

[測定情報]

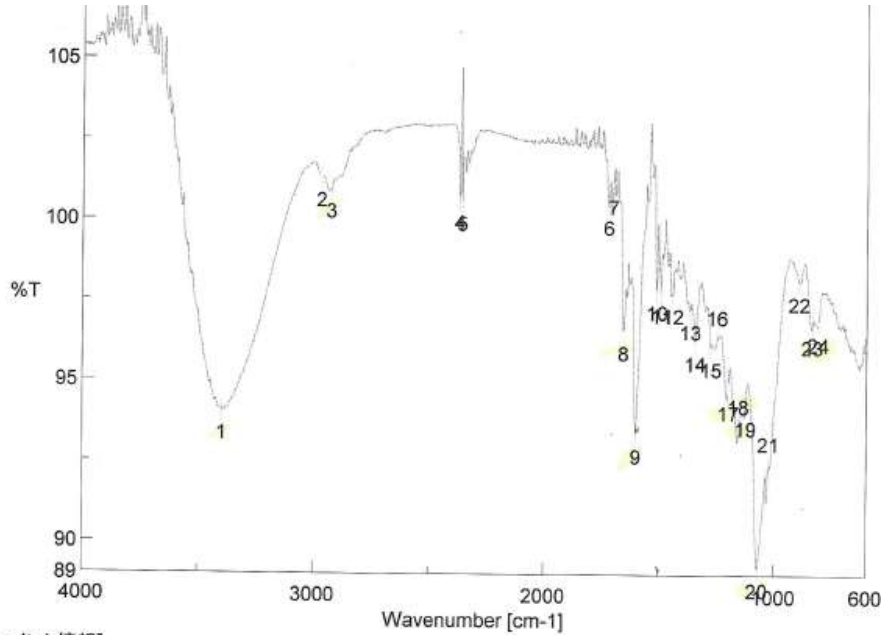
装置名 V-630
機種名 V-630
シリアル番号 A042161148
測定日時 2018/07/04 18:31
測光モード Abs
測定範囲 600 - 200 nm
データ取込間隔 1 nm
UV/Vis バンド幅 1.5 nm
レスポンス Fast
走査速度 400 nm/min
光源切換 340 nm
光源 D2/WI
フィルタ切換 ステップ
補正 ベースライン

[ピーク検出結果]

| No. | 位置 | 強度 | No. | 位置 | 強度 |
|-----|-----|-----------|-----|-----|----------|
| 1 | 351 | 0.0878893 | 2 | 319 | 0.128869 |
| 3 | 316 | 0.128939 | 4 | 287 | 0.102983 |
| 5 | 229 | 0.0929446 | | | |

= 305 0.984

Figure S18. The IR spectrum of 2.



[コメント情報]

試料名
コメント
測定者
所属
会社 HU

[データ情報]

作成日時 2018/07/04 15:56
データタイプ 等間隔データ
横軸 Wavenumber [cm-1]
縦軸 %T
スタート 599.753 cm-1
エンド 7800.65 cm-1
データ間隔 0.964233 cm-1
データ数 7469

[測定情報]

機種名 FT/IR-4600typeA
シリアル番号 D015461786
測定日時 2018/07/04 15:56
光源 標準光源
検出器 TGS
積算回数 10
分解 4 cm-1
ゼロフィリング On
アポダイゼーション Cosine
ゲイン Auto (2)
アパーチャー Auto (7.1 mm)
スキャンスピード Auto (2 mm/sec)
フィルタ Auto (30000 Hz)

[ピーク検出結果]

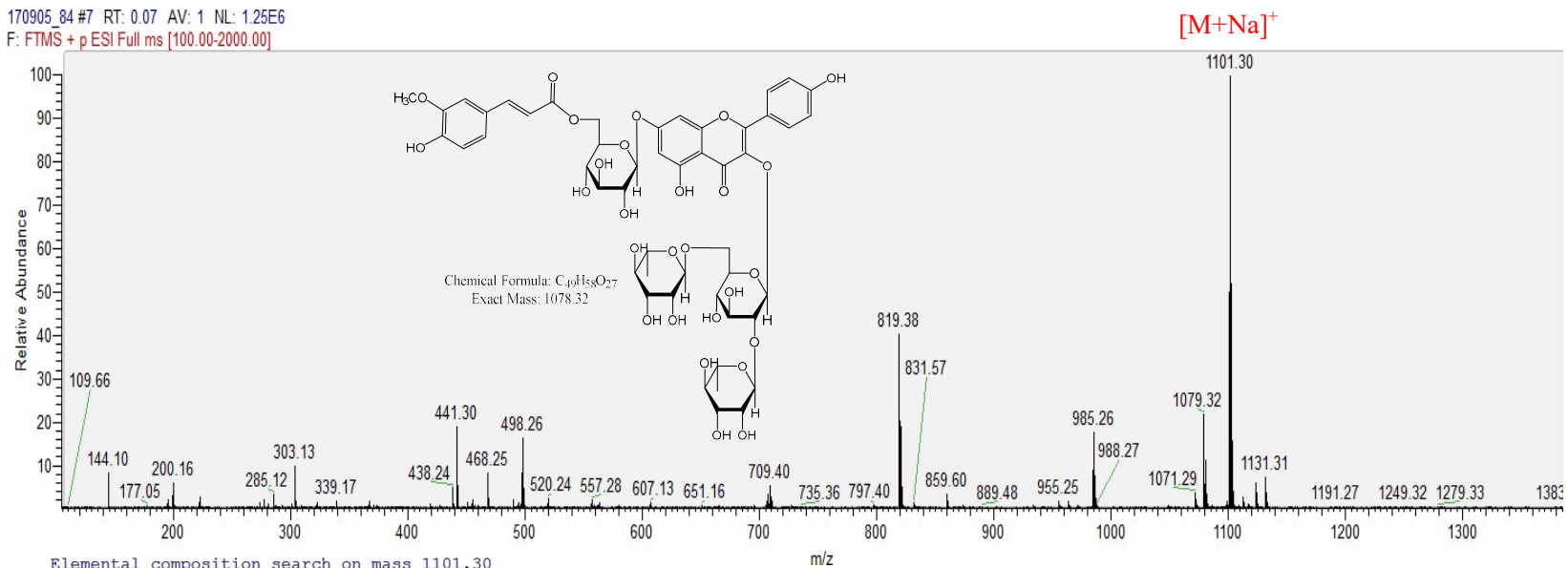
| No. | 位置 | 強度 | No. | 位置 | 強度 |
|-----|---------|---------|-----|---------|---------|
| 1 | 3397.96 | 94.0493 | 2 | 2965.98 | 101.287 |
| 3 | 2924.52 | 100.947 | 4 | 2367.19 | 100.627 |
| 5 | 2357.55 | 100.577 | 6 | 1721.16 | 100.471 |
| 7 | 1701.87 | 101.107 | 8 | 1657.52 | 96.5757 |
| 9 | 1603.52 | 93.3858 | 10 | 1512.88 | 97.8359 |
| 11 | 1493.6 | 97.7406 | 12 | 1442.49 | 97.7332 |
| 13 | 1367.28 | 97.2424 | 14 | 1345.11 | 96.2604 |

[ピーク検出結果]

| No. | 位置 | 強度 | No. | 位置 | 強度 |
|-----|---------|---------|-----|---------|---------|
| 15 | 1276.65 | 96.0813 | 16 | 1250.61 | 96.2852 |
| 17 | 1201.43 | 94.748 | 18 | 1157.08 | 93.5446 |
| 19 | 1126.22 | 94.2661 | 20 | 1072.23 | 89.2203 |
| 21 | 1024.98 | 92.3861 | 22 | 893.844 | 98.1213 |
| 23 | 836.955 | 96.7832 | 24 | 810.92 | 96.8669 |

Figure S19. The HRESIMS spectrum of **3**.

170905 84 #7 RT: 0.07 AV: 1 NL: 1.25E6
 F: FTMS + p ESI Full ms [100.00-2000.00]



Elemental composition search on mass 1101.30

m/z = 1096.30-1106.30

| m/z | Theo. Mass | Delta (mmu) | RDB equiv. | Composition |
|-----------|------------|-------------|------------|--|
| 1101.3021 | 1101.3058 | -3.65 | 20.5 | C ₄₉ H ₅₈ O ₂₇ Na |

Figure S20. The ¹H NMR spectrum of **3** in CD₃OD, 600 MHz.

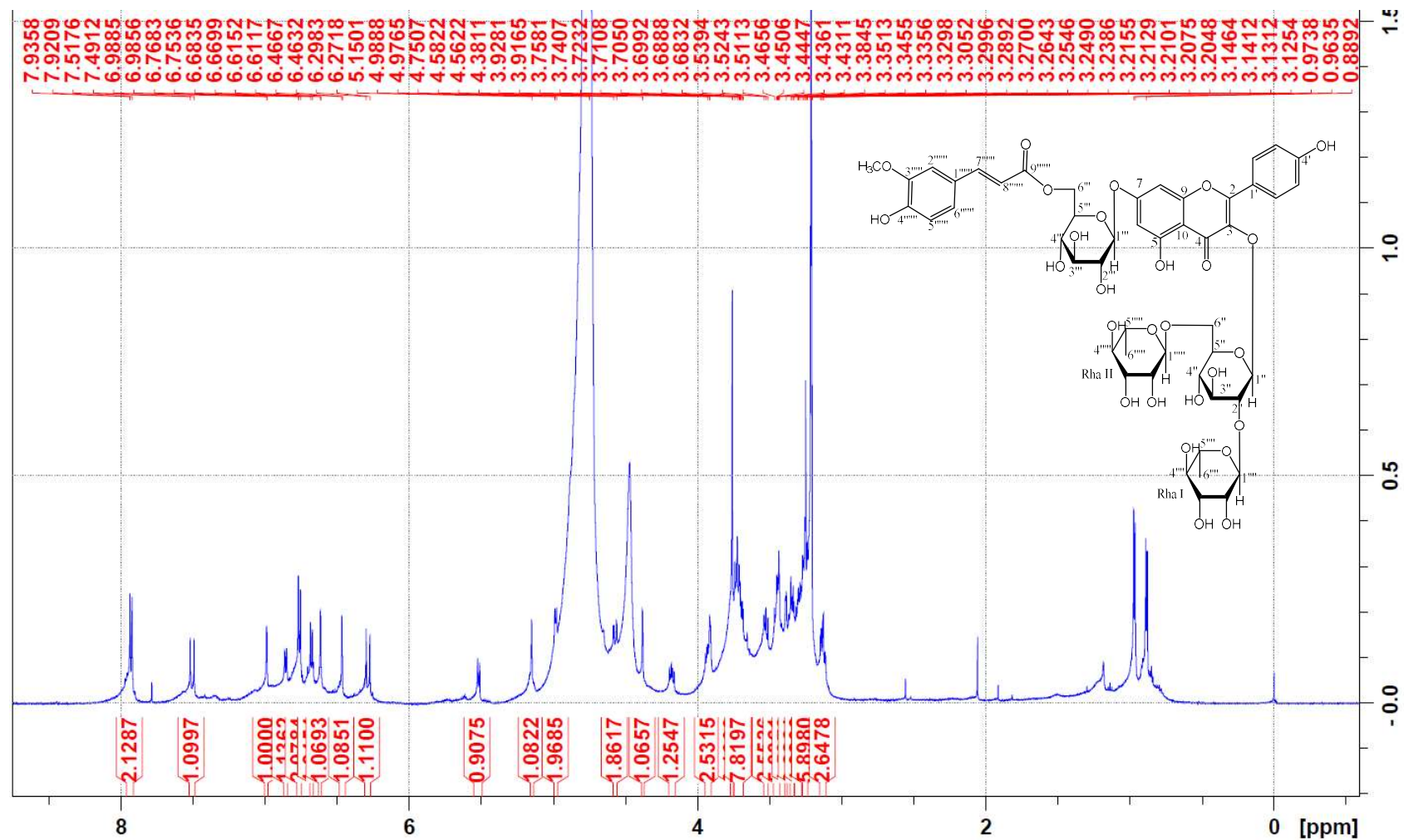


Figure S21. The ^{13}C NMR spectrum of **3** in CD_3OD , 150 MHz.

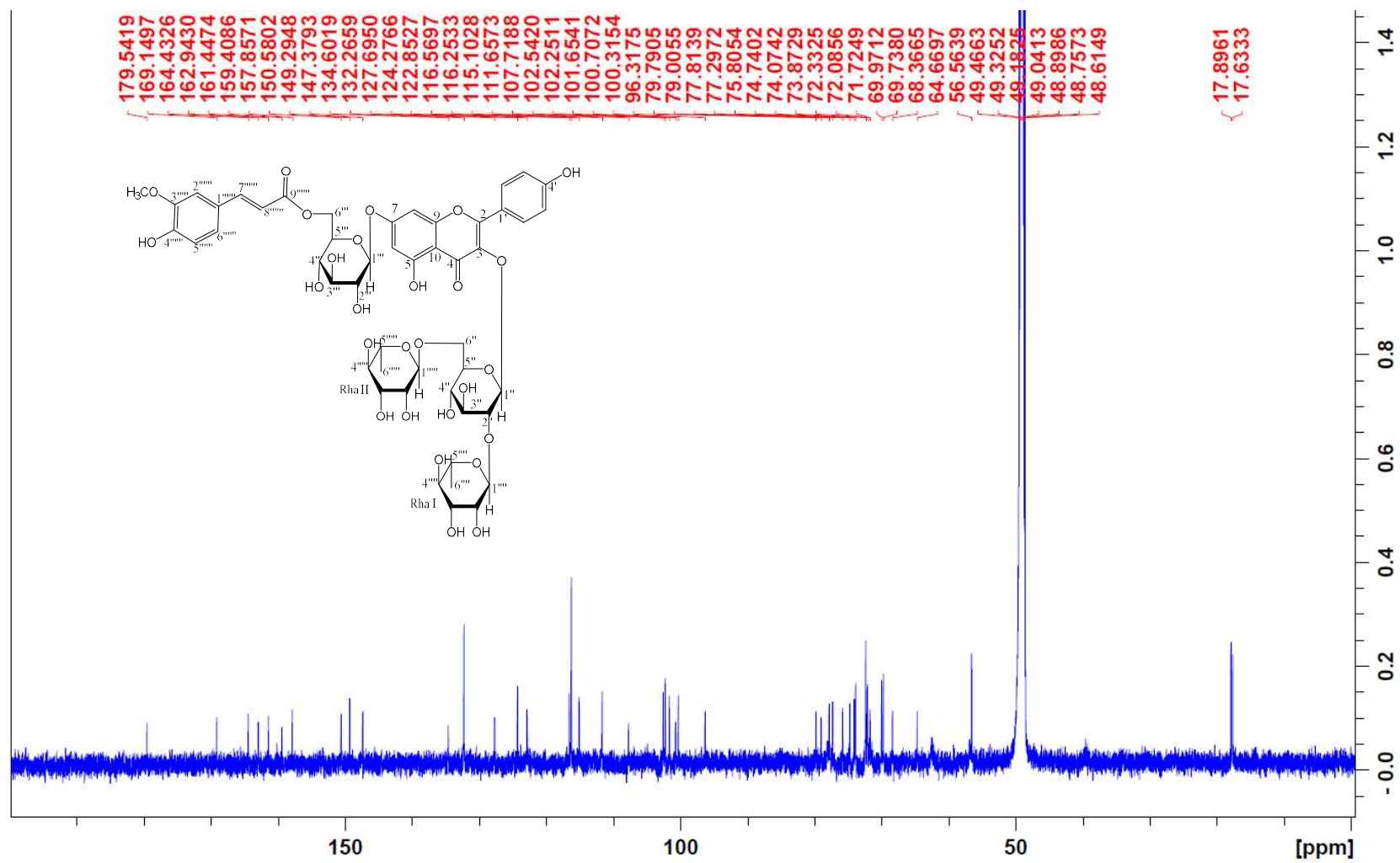


Figure S22. The DEPT-135 spectrum of **3** in CD₃OD, 150 MHz.

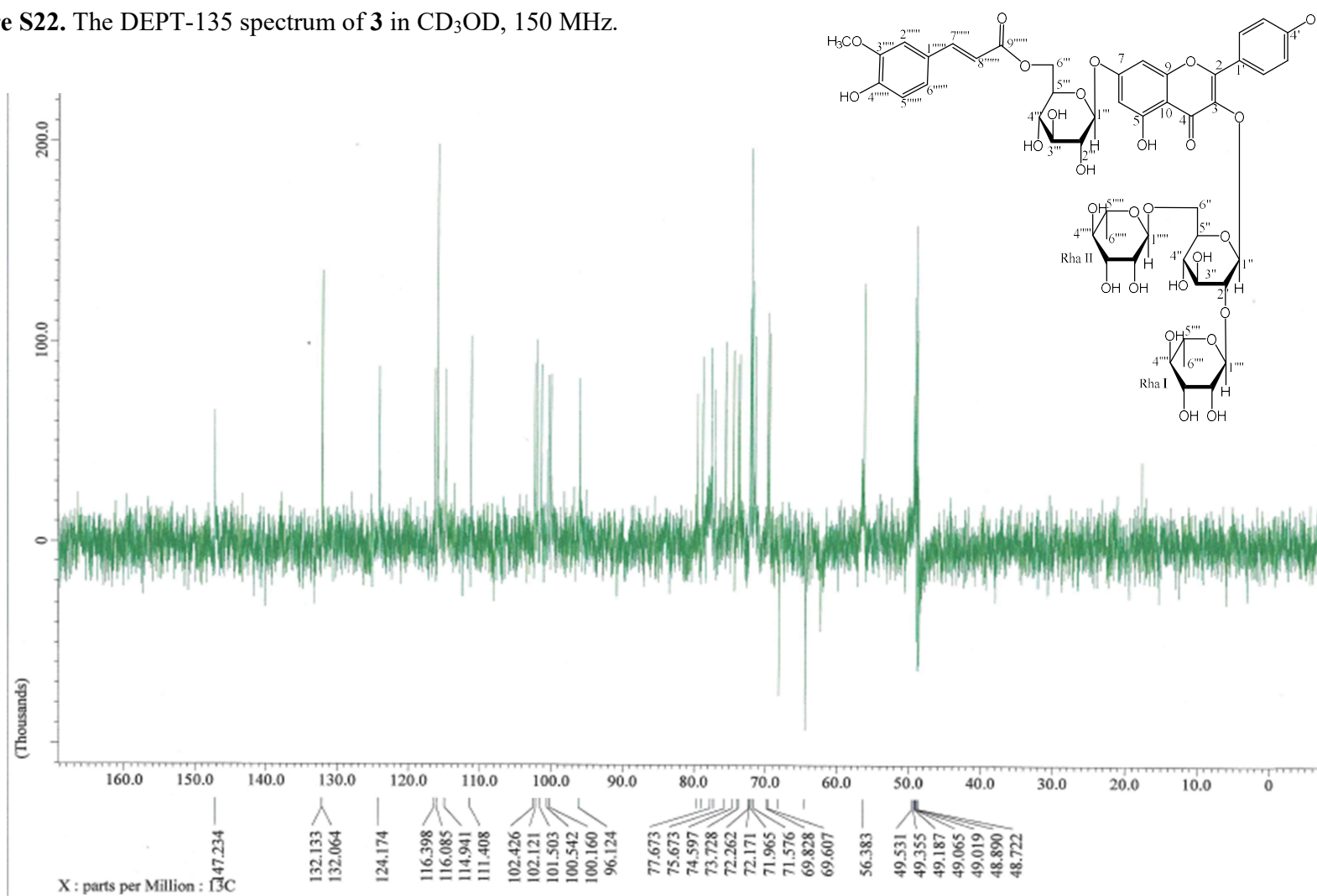


Figure S23. The COSY spectrum of **3** in CD₃OD, 600 MHz.

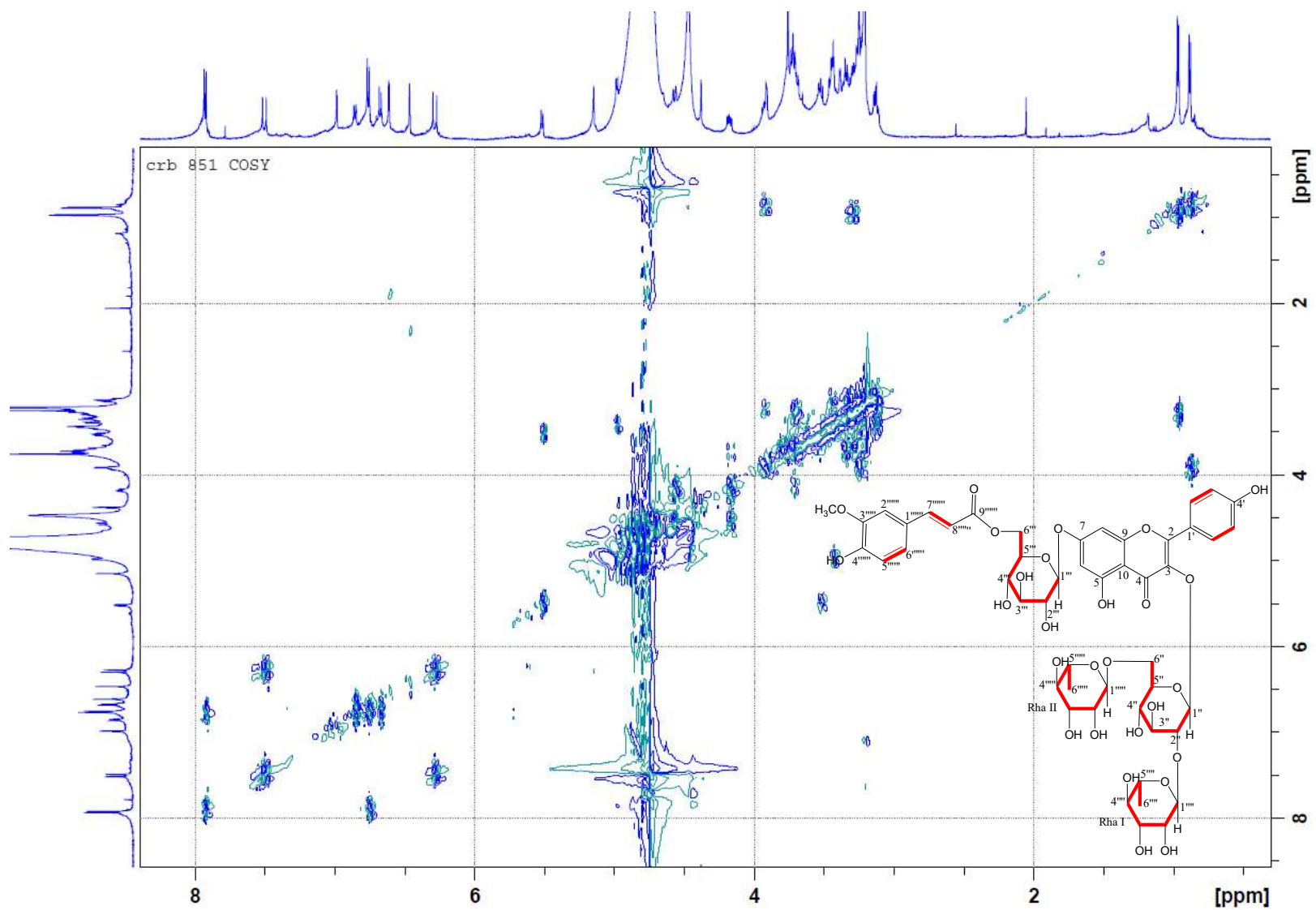


Figure S24. The HSQC spectrum of **3** in CD₃OD, 600 MHz.

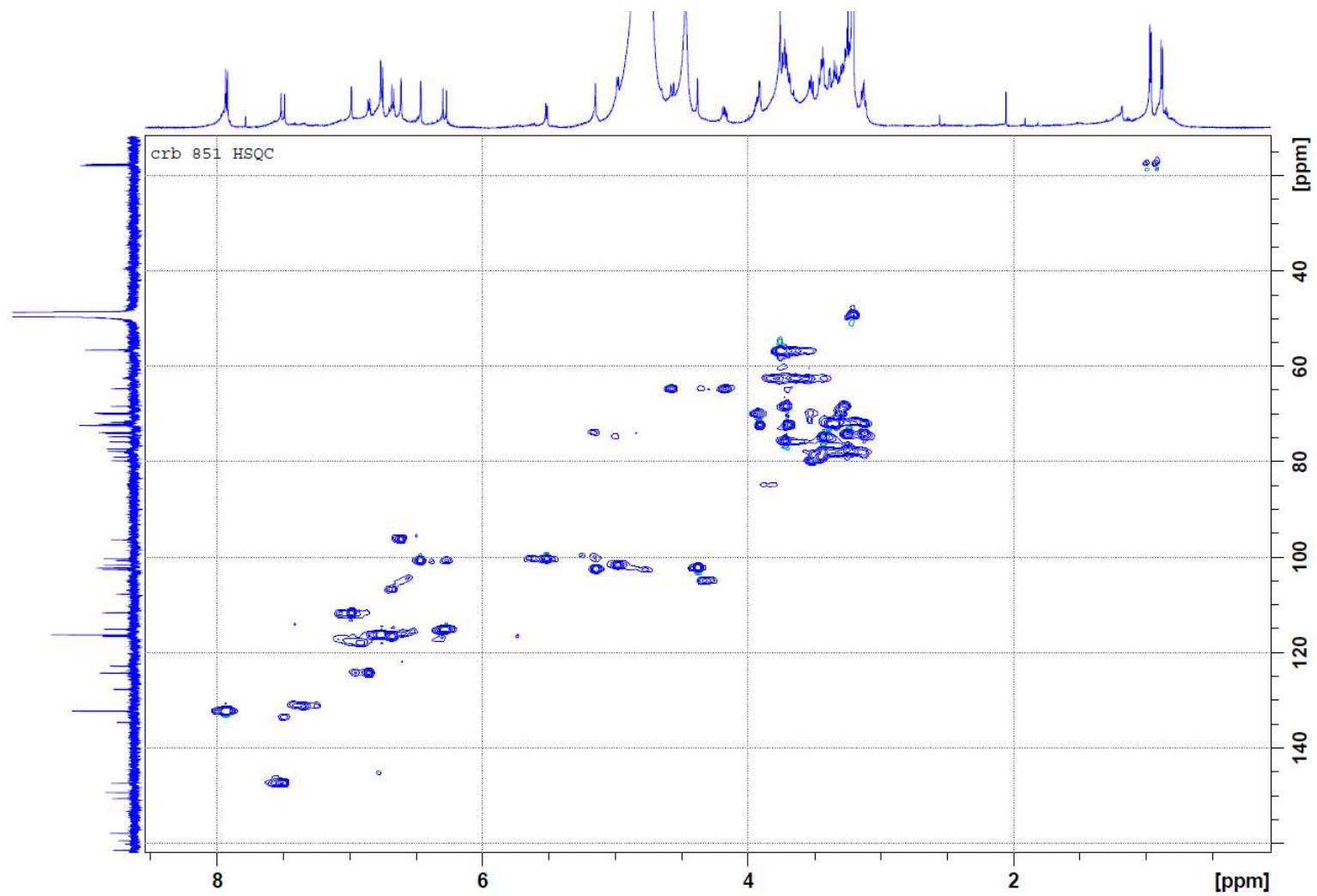


Figure S25. The HMBC spectrum of **3** in CD₃OD, 600 MHz.

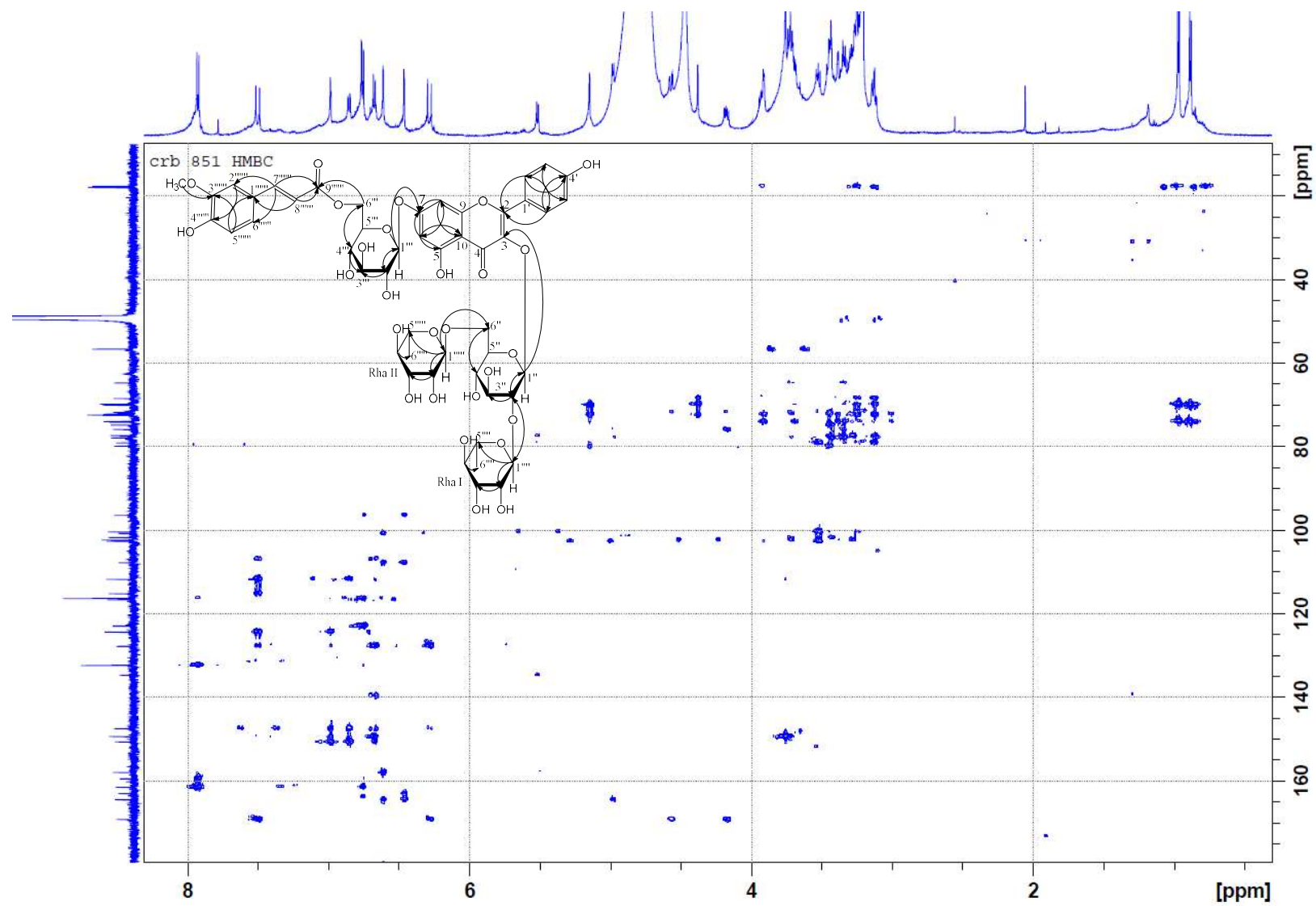
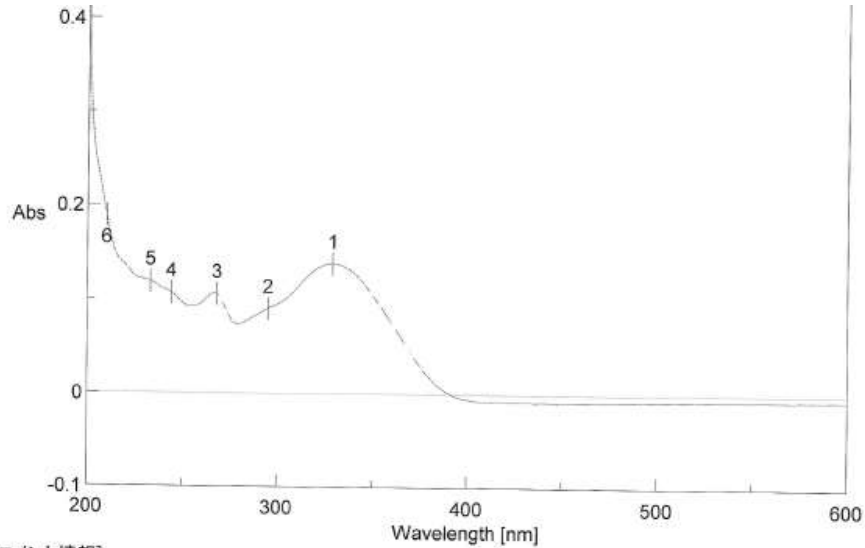


Figure S26. The UV spectrum of **3** in CH₃OH.



[コメント情報]

試料名
コメント
測定者
所属
会社 HU

[データ情報]

作成日時 2018/07/02 20:37
データタイプ 等間隔データ
横軸 Wavelength [nm]
縦軸 Abs
スタート 600 nm
エンド 200 nm
データ間隔 1 nm
データ数 401

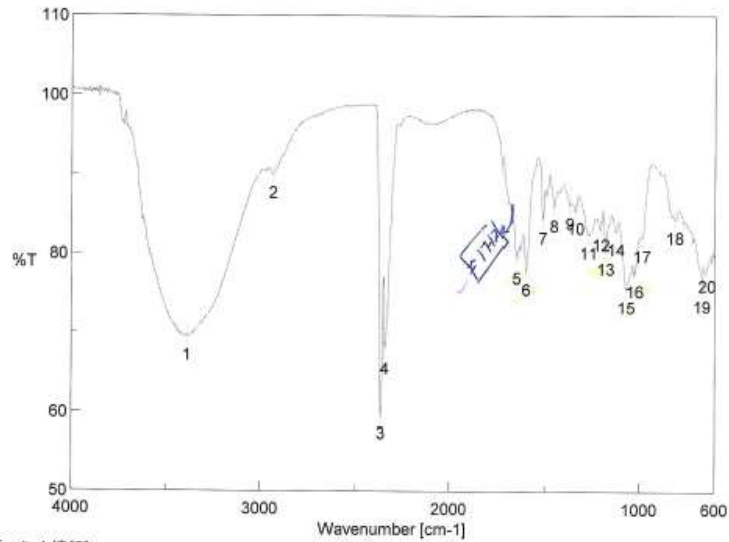
[測定情報]

装置名 V-630
機種名 V-630
シリアル番号 A042161148
測定日時 2018/07/02 20:37
測光モード Abs
測定範囲 600 - 200 nm
データ取込間隔 1 nm
UV/Vis バンド幅 1.5 nm
レスポンス Fast
走査速度 400 nm/min
光源切換 340 nm
光源 D2/WI
フィルタ切換 ステップ
補正 ベースライン

[ピーク検出結果]

| No. | 位置 | 強度 | No. | 位置 | 強度 |
|-----|-----|----------|-----|-----|-----------|
| 1 | 329 | 0.138572 | 2 | 295 | 0.0901297 |
| 3 | 268 | 0.105603 | 4 | 244 | 0.106448 |
| 5 | 233 | 0.118901 | 6 | 210 | 0.18853 |

Figure S27. The IR spectrum of 3.



[コメント情報]

試料名
コメント
測定者
所属
会社

HU

[データ情報]

作成日時 2018/06/28 17:19
データタイプ 等間隔データ
横軸 Wavenumber [cm-1]
縦軸 %T
スタート 599.753 cm-1
エンド 7800.65 cm-1
データ間隔 0.964233 cm-1
データ数 7469

[測定情報]

機種名 FT/IR-4600typeA
シリアル番号 D015461786
測定日時 2018/06/28 17:19
光源 標準光源
検出器 TGS
積算回数 10
分解 4 cm-1
ゼロフィリング On
アポダイゼーション Cosine
ゲイン Auto (2)
アパーチャ Auto (7.1 mm)
スキャンスピード Auto (2 mm/sec)
フィルタ Auto (30000 Hz)

[ピーク検出結果]

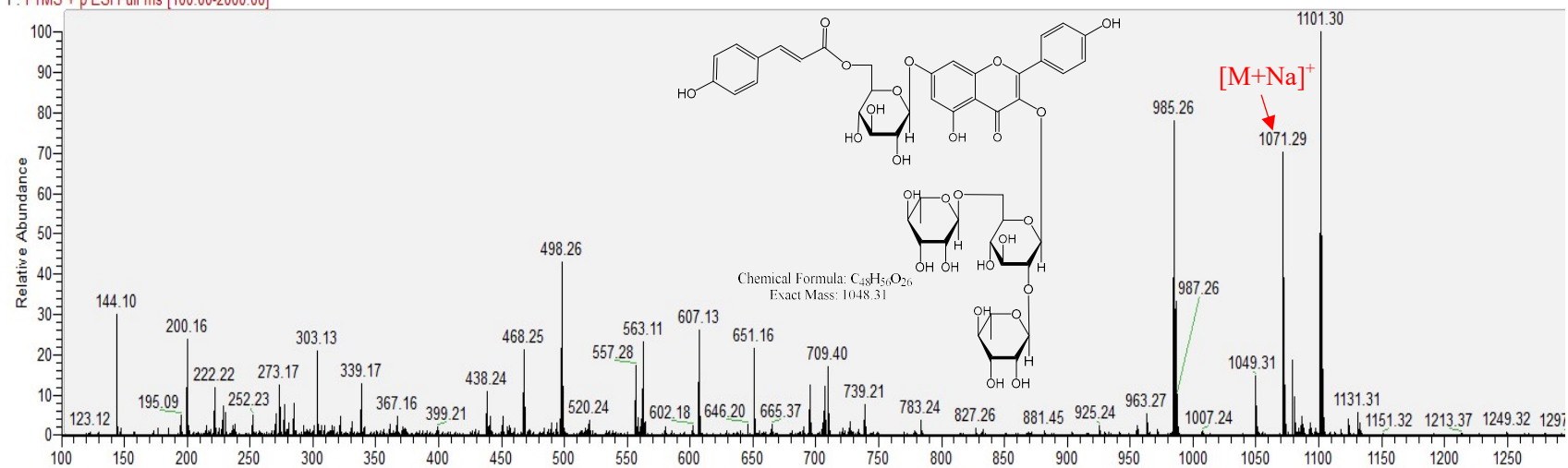
| No. | 位置 | 強度 | No. | 位置 | 強度 |
|------|---------|---------|------|---------|---------|
| ✓ 1 | 3389.28 | 69.5281 | ✓ 2 | 2932.23 | 89.9835 |
| ✓ 3 | 2362.37 | 59.6281 | ✓ 4 | 2341.16 | 67.8766 |
| ✓ 5 | 1651.73 | 79.3603 | ✓ 6 | 1601.59 | 77.9251 |
| ✓ 7 | 1513.85 | 84.4268 | ✓ 8 | 1455.03 | 85.9357 |
| ✓ 9 | 1371.14 | 86.2565 | ✓ 10 | 1341.25 | 85.6483 |
| ✓ 11 | 1271.82 | 82.553 | ✓ 12 | 1205.29 | 83.5948 |
| ✓ 13 | 1180.22 | 80.5581 | ✓ 14 | 1126.22 | 83.012 |

[ピーク検出結果]

| No. | 位置 | 強度 | No. | 位置 | 強度 |
|------|---------|---------|------|---------|---------|
| ✓ 15 | 1071.26 | 75.6865 | ✓ 16 | 1024.98 | 77.7535 |
| ✓ 17 | 987.375 | 82.1855 | ✓ 18 | 814.777 | 84.4895 |
| ✓ 19 | 669.178 | 75.8501 | ✓ 20 | 641.215 | 78.4624 |

Figure S28. The HRESIMS spectrum of **4**.

170905_85 #7 RT: 0.07 AV: 1 NL: 4.37E5
 F: FTMS + p ESI Full ms [100.00-2000.00]



Elemental composition search on mass 1071.29

m/z= 1066.29-1076.29

| m/z | Theo. Mass | Delta (mmu) | RDB equiv. | Composition |
|-----------|------------|-------------|------------|--|
| 1071.2925 | 1071.2952 | -2.72 | 20.5 | C ₄₈ H ₅₆ O ₂₆ Na |

Figure S29. The ^1H NMR spectrum of **4** in CD_3OD , 600 MHz.

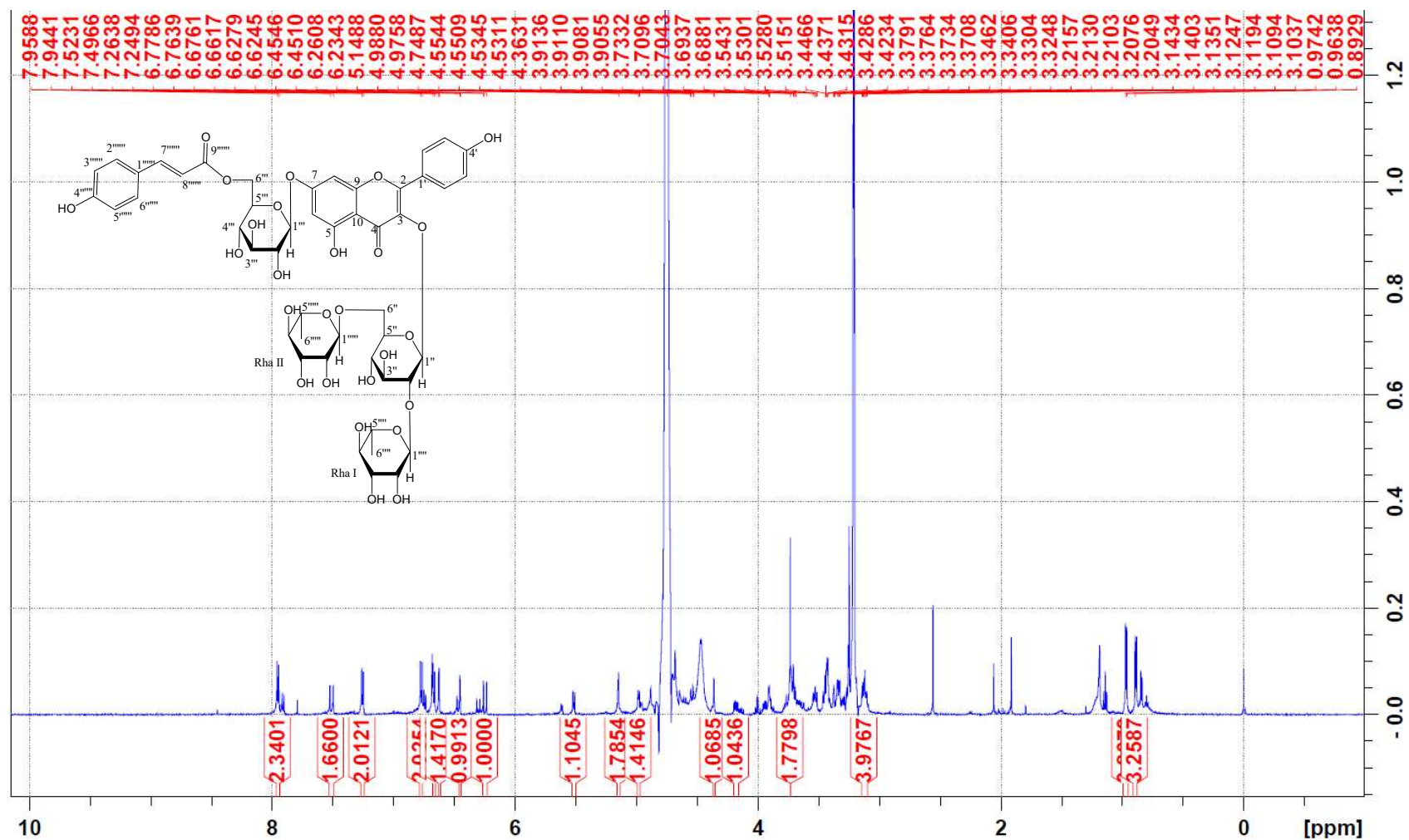


Figure S30. The ^{13}C NMR spectrum of **4** in CD_3OD , 150 MHz.

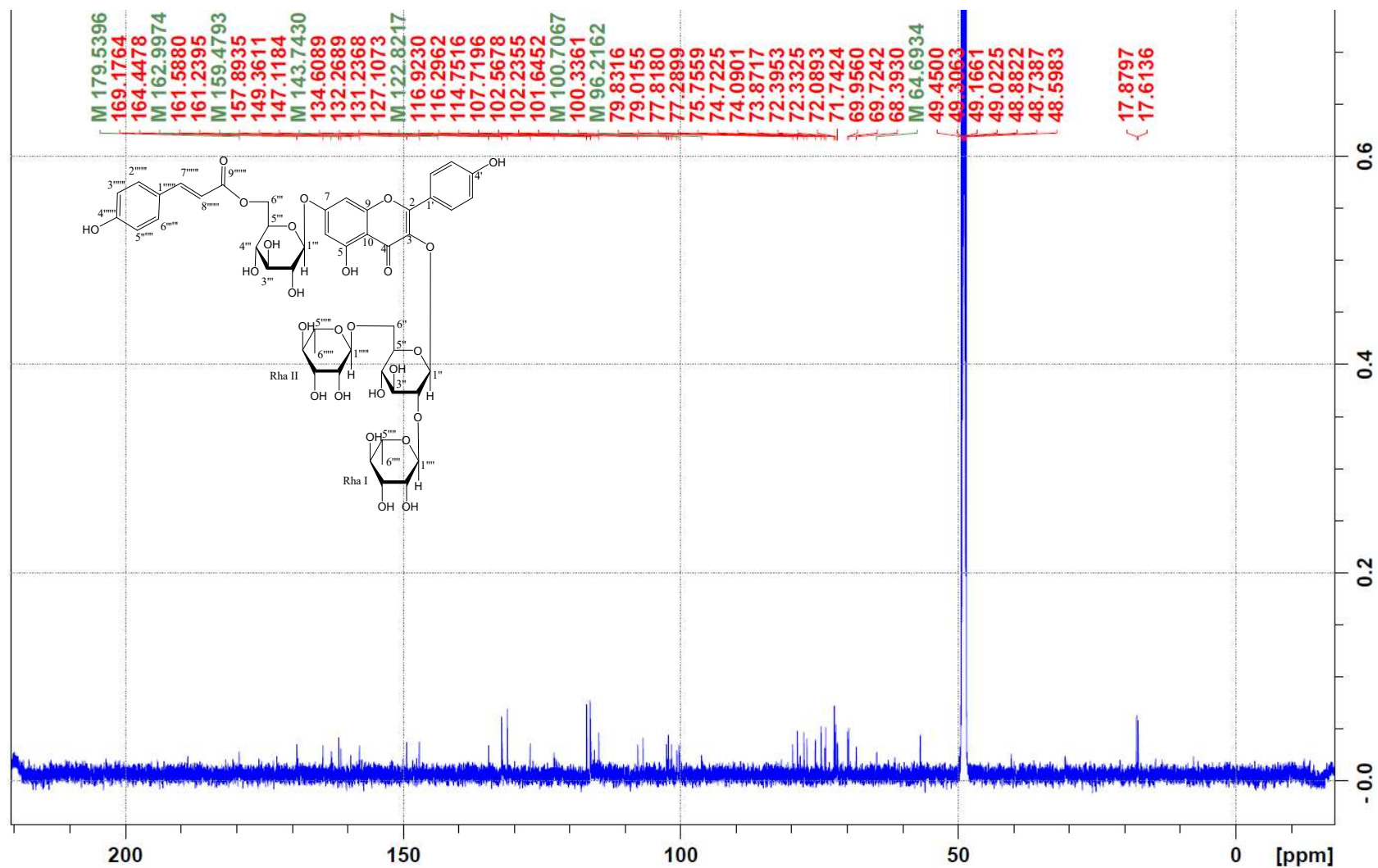


Figure S31. The COSY NMR spectrum of **4** in CD₃OD, 600 MHz.

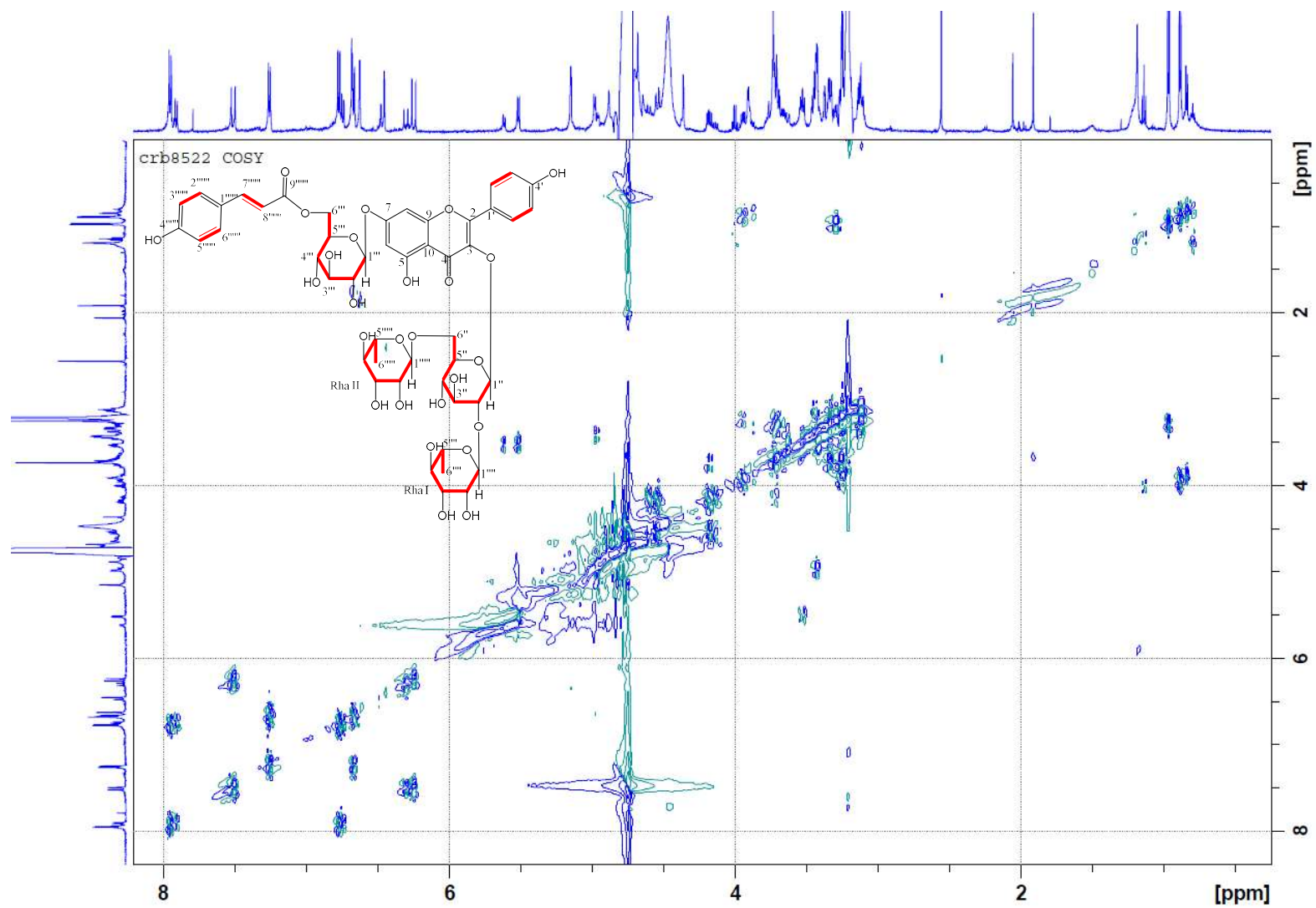


Figure S32. The HSQC NMR spectrum of **4** in CD₃OD, 600 MHz.

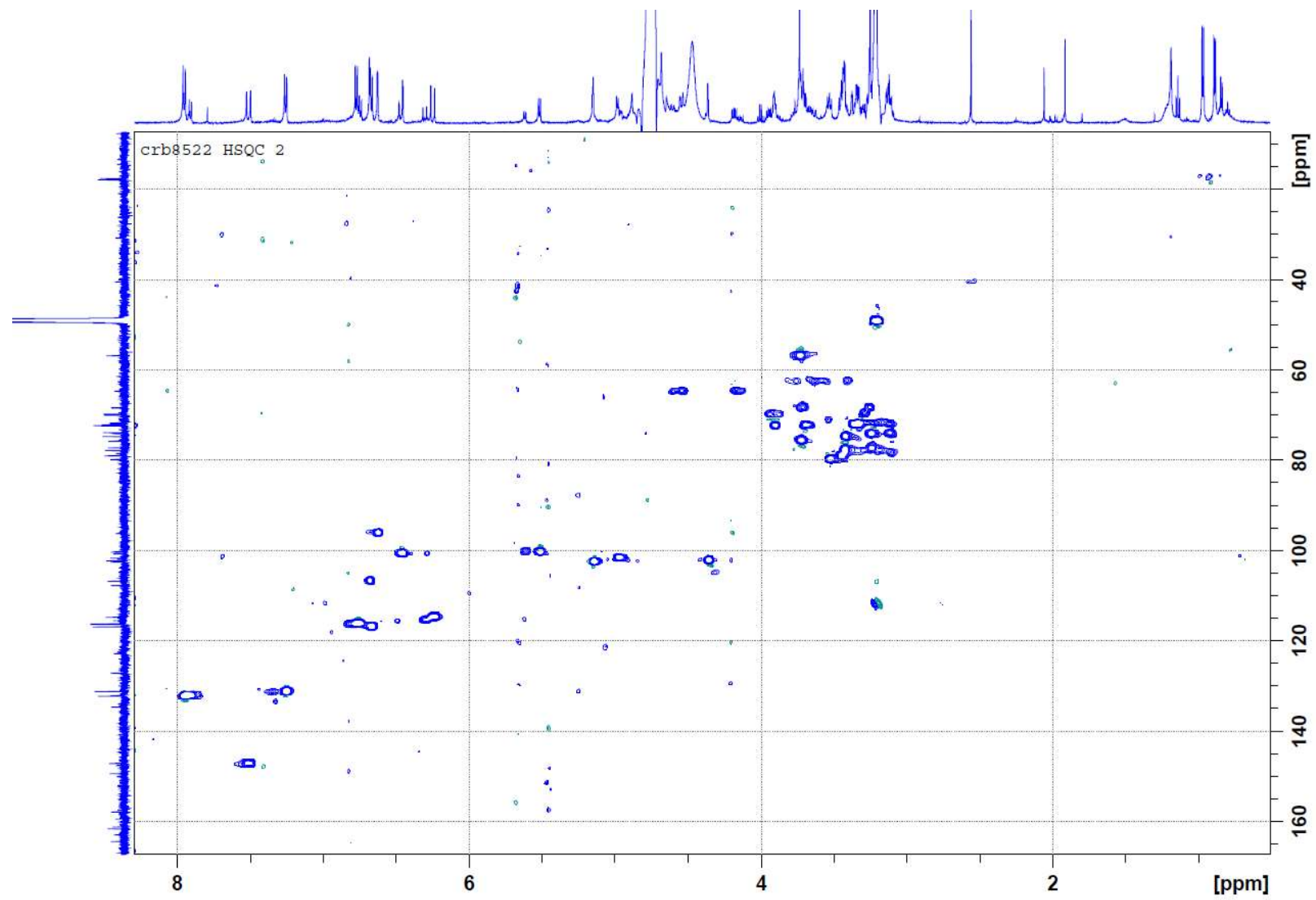


Figure S33. The HMBC NMR spectrum of **4** in CD₃OD, 600 MHz.

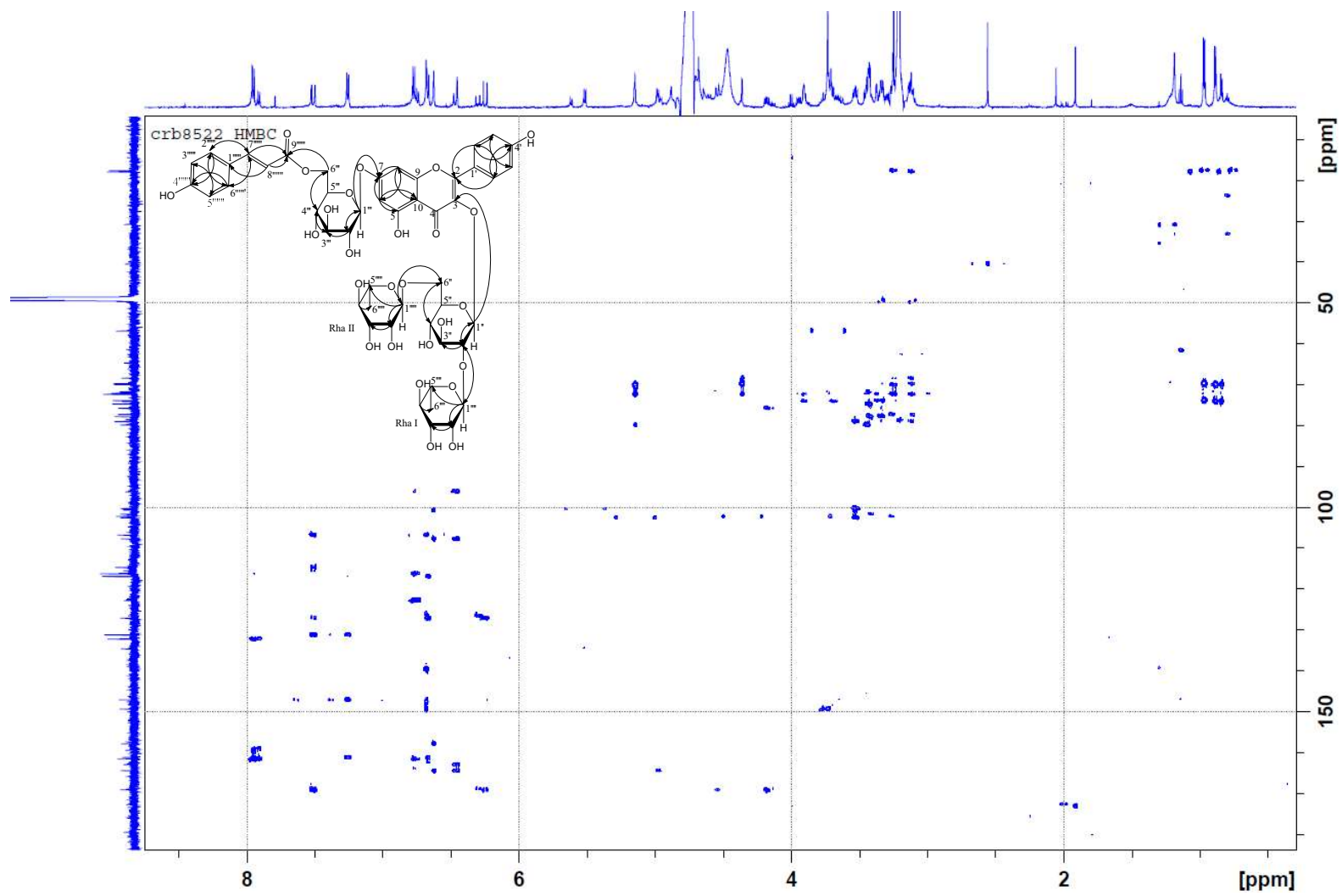
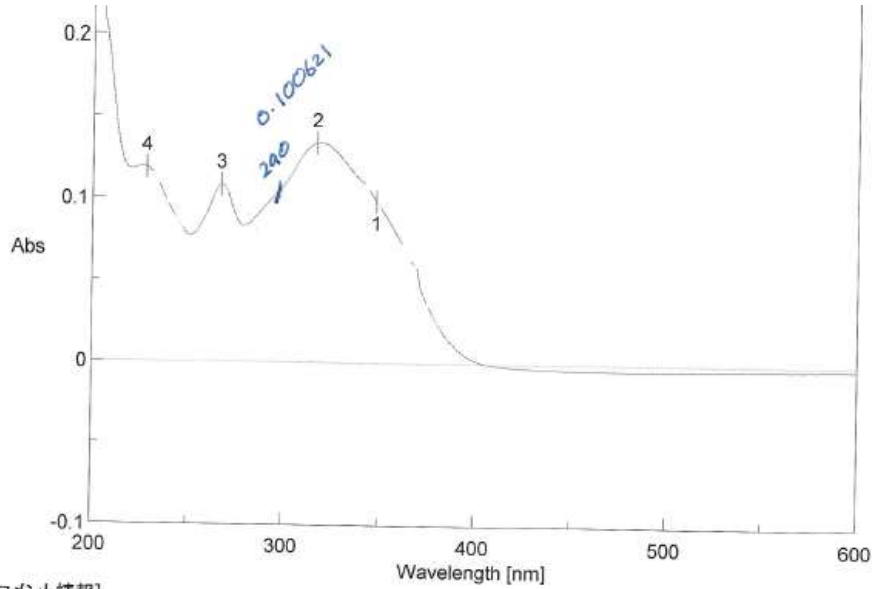


Figure S34. The UV spectrum of 4 in CH₃OH.



[コメント情報]

試料名
コメント
測定者
所属
会社 HU

[データ情報]

作成日時 2018/07/04 18:26
データタイプ 等間隔データ
横軸 Wavelength [nm]
縦軸 Abs
スタート 600 nm
エンド 200 nm
データ間隔 1 nm
データ数 401

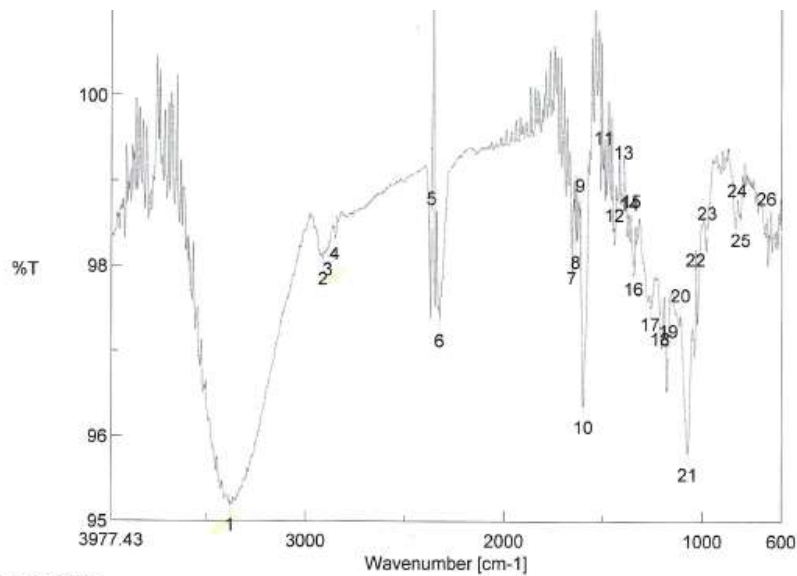
[測定情報]

装置名 V-630
機種名 V-630
シリアル番号 A042161148
測定日時 2018/07/04 18:26
測光モード Abs
測定範囲 600 - 200 nm
データ取込間隔 1 nm
UV/Vis バンド幅 1.5 nm
レスポンス Fast
走査速度 400 nm/min
光源切換 340 nm
光源 D2/WI
フィルタ切換 ステップ
補正 ベースライン

[ピーク検出結果]

| No. | 位置 | 強度 | No. | 位置 | 強度 |
|-----|-----|-----------|-----|-----|----------|
| 1 | 348 | 0.0992154 | 2 | 317 | 0.134589 |
| 3 | 267 | 0.108621 | 4 | 228 | 0.118853 |

Figure S35. The IR spectrum of 4.



[コメント情報]

試料名
コメント
測定者
所属
会社

HU

[データ情報]

作成日時 2018/07/04 16:16
データタイプ 等間隔データ
横軸 Wavenumber [cm-1]
縦軸 %T
スタート 599.753 cm-1
エンド 7800.65 cm-1
データ間隔 0.964233 cm-1
データ数 7469

[測定情報]

機種名 FT/IR-4600typeA
シリアル番号 D015461786
測定日時 2018/07/04 16:16
光源 標準光源
検出器 TGS
積算回数 10
分解 4 cm-1
ゼロフィリング On
アポダイゼーション Cosine
ゲイン Auto (2)
アパーチャー Auto (7.1 mm)
スキャンスピード Auto (2 mm/sec)
フィルタ Auto (30000 Hz)

[ピーク検出結果]

| No. | 位置 | 強度 | No. | 位置 | 強度 |
|-----|---------|---------|-----|---------|---------|
| 1 | 3379.64 | 95.1948 | 2 | 2912.95 | 98.0898 |
| 3 | 2889.81 | 98.2016 | 4 | 2855.1 | 98.387 |
| 5 | 2367.19 | 98.5577 | 6 | 2325.73 | 97.3581 |
| 7 | 1660.41 | 98.1028 | 8 | 1641.13 | 98.2915 |
| 9 | 1617.98 | 98.7136 | 10 | 1601.59 | 96.3532 |
| 11 | 1499.38 | 99.2697 | 12 | 1445.39 | 98.3674 |
| 13 | 1399.1 | 99.1031 | 14 | 1372.1 | 98.5032 |

[ピーク検出結果]

| No. | 位置 | 強度 | No. | 位置 | 強度 |
|-----|---------|---------|-----|---------|---------|
| 15 | 1360.53 | 98.5325 | 16 | 1348.96 | 97.9792 |
| 17 | 1265.07 | 97.5596 | 18 | 1214.93 | 97.3881 |
| 19 | 1172.51 | 97.001 | 20 | 1110.8 | 97.4221 |
| 21 | 1074.16 | 95.7951 | 22 | 1034.62 | 97.8447 |
| 23 | 976.769 | 98.3952 | 24 | 826.348 | 98.6617 |
| 25 | 807.063 | 98.5589 | 26 | 676.892 | 98.5653 |