

光石韦 化学成分 研究 β -谷甾醇 豆甾醇 ⑥

物与确定为对羟基苯甲酸。

化合物 IV: 白色粒晶, mp 285°C ~ 286°C, IR ν_{max} cm^{-1} : 3 000, 1 380, 1 370, 1 640, 1 035。经与胡萝卜苷标准样品比较, IR、TLC 完全一致, 且混合熔点不下降, 故化合物 IV 确定为胡萝卜苷。

化合物 V: 白色粉末, HR-MS m/z 178.0623, $[\text{M}]^+$, $\text{C}_{10}\text{H}_{10}\text{O}_3$, 分子量 178.0664, $^1\text{H-NMR}$ (acetone- d_6): 3.67 (3H, s, OCH₃), 6.29 (1H, d, J = 15.6 Hz, C₃-H), 6.84 (2H, d, J = 8.8, C₅,₆-H), 7.50 (2H, d, J = 8.8, C₂,₄-H), 7.55 (1H, d, J = 15.6, C₇-H), 以上数据与对甲氧基-反式-肉桂酸标准品完全一致, 故化合物与确定为对甲氧基-反式-肉桂酸。

化合物 VI: 黄色粉末, $[\alpha]_D^{25} = -35.5^\circ$ (c, 0.23, MeOH), HR-FAB-MS m/z 595.1654, $[\text{M}+\text{H}]^+$, $\text{C}_{27}\text{H}_{31}\text{O}_{15}$, 分子量 595.1669, IR: 3 409, 1 659, 1 608, 1 495, 1 359, 1 180, 812。UV: 213 (4.47), 266 (4.44), 350 (4.36) 以上数据及 $^1\text{H-NMR}$ 、 $^{13}\text{C-NMR}$ 数据与文献报道一致^[5]。故化合物 VI 确定为山柰素-3-O- β -D-葡萄糖吡喃糖 (6 \rightarrow 1)- α -L-鼠李吡喃糖苷。

化合物 VII: 黄色粉末, HR-FAB-MS, m/z 463.0882, $[\text{M}-\text{H}]^+$, $\text{C}_{21}\text{H}_{31}\text{O}_{12}$, 分子量 463.0870,

IR: 3 360, 1 662, 1 608, 1 497, 1 364, 1 301, 1 200, 810。UV: 256 (4.39), 356 (4.31)。以上数据及 $^1\text{H-NMR}$ 、 $^{13}\text{C-NMR}$ 数据与文献报道^[6]一致, 故化合物 VII 确定为槲皮素-3-O- β -D-葡萄糖吡喃糖苷。

化合物 VIII: 黄色粉末, 经与槲皮素-3-O- β -D-半乳吡喃糖 (6 \rightarrow 1)- α -L-鼠李吡喃糖苷标准样品比较, IR、TLC、 ^1H 、 $^{13}\text{C-NMR}$ 数据完全一致, 故化合物 VIII 确定为槲皮素-3-O- β -D-半乳吡喃糖 (6 \rightarrow 1)- α -L-鼠李吡喃糖苷。

致谢: 本研究得到日本安寿元制药株式会社水野昌典会长和日本岐阜药科大学水野瑞夫名誉教授的大力支持。

参考文献

- 1 中国科学院中国植物志编辑委员会. 中国植物志. 北京: 科学出版社, 1997, (41): 62
- 2 全国中草药汇编编写组. 全国中草药汇编. 上册. 北京: 人民卫生出版社, 1975: 831
- 3 谢 蕾, 等. 广东医学院学报, 1986, (2): 78
- 4 杨其蘊, 等. 植物学报, 1989, 31(2): 128
- 5 Yasakawa K, et al. Phytochemistry, 1967, 26: 1224
- 6 Markham KR, et al. Tetrahedron, 1987, 34: 1389 (1998-03-19 收稿)

③

253 ~ 254 光石韦化学成分的研究

R284/

衡阳医学院 (421001) 郑兴* 余 麟 廖端芳 朱炳阳
中国科学院昆明植物研究所 许云龙 ✓
中国科学院上海药物研究所 徐 军

光石韦 *Pyrrosia clavata* (Bak.) Ching 为水龙骨科石韦属植物, 广布于陕西、甘肃、福建、湖南、云南等地, 民间用于感冒咳嗽、吐血、小便不利、泌尿系结石、经闭及外伤出血等^[1], 其化学成分未见报道。

从云南省药材公司购买的光石韦地上部分的乙醇提取物中经反复柱层析, 得到 6 个化合物, 经光谱鉴定为: β -谷甾醇 (I), 豆甾醇 (II), 胡萝卜苷 (III), 齐墩果酸 (IV), 芒果苷 (V) 和蔗糖 (VI), 这 6 个化合物均系首次从该植物中获得, 其中 IV 为首次从石韦属植物中获得。

1 仪器

熔点由 Kofler 显微熔点仪测定 (未经校正)。红外光谱由岛津 IR-450 红外光谱仪测定。 $^{13}\text{C-NMR}$ 由 Bruker AM-400 型核磁共振仪测定, CDCl_3 作溶剂, TMS 为内标。质谱仪为 Finnigan-4510 型。

2 提取与分离

1.0 kg 光石韦, 粉碎, 用工业酒精热回流提取, 减压回收后, 依次用石油醚、乙酸乙酯、正丁醇提取, 分别减压浓缩, 回收溶剂, 得到石油醚部分 (A)、乙酸乙酯部分 (B) 和正丁醇部分 (C)。

A 进行硅胶柱层析, 先用石油醚洗脱, 然后用石油醚-丙酮梯度洗脱, 得 2 个结晶性化合物 I、II。

* 郑 兴 男, 1993 年 7 月毕业于西安医科大学药学院, 获理学学士学位, 1996 年 7 月于中国科学院昆明植物研究所植物化学开放实验室获理学硕士学位, 导师系许云龙研究员。主持与参与湖南省教委课题各一项, 主持衡阳医学院课题二项, 参与湖南省科委重大课题与卫生部课题各一项。发表科研论文 5 篇, 参加国际国内学术会议各 2 次, 申报专利一项。现于衡阳医学院从事新药研制与开发工作。



龙眼 龙眼三萜B

晶体结构 木村全刚

B用石油醚-乙酸乙酯梯度洗脱,经反复柱层析,得2个结晶性化合物Ⅲ、Ⅳ。

C经硅胶柱层析,用CHCl₃-MeOH梯度洗脱得化合物Ⅴ。将正丁醇提取后的水母液浓缩长时间放置后析出蔗糖Ⅵ。

3 鉴定

化合物Ⅰ:白色针晶(CHCl₃), C₂₈H₅₀O, mp 139℃~141℃。IR、MS数据与文献^[2]报道的β-谷甾醇基本一致,故确证Ⅰ为β-谷甾醇。

化合物Ⅱ:白色片晶(CHCl₃), C₂₈H₄₆O, mp 170℃,其R_f值与豆甾醇标准样品相同,IR、MS、¹³CNMR数据与文献^[3]报道一致,故确证化合物Ⅱ为豆甾醇。

化合物Ⅲ:白色粉末, C₃₁H₅₀O₆, mp 298℃, IR、MS数据与文献^[4]报道的胡萝卜苷基本一致,故确定Ⅲ为胡萝卜苷。

化合物Ⅳ:白色块状结晶(MeOH), mp 309℃~310℃。IR、MS数据与文献^[4]报道的齐墩果酸基本

一致,确证Ⅳ为齐墩果酸。

化合物Ⅴ:浅黄色针晶(MeOH), C₁₉H₃₈O₁₁, mp 258℃,其IR、MS、¹³CNMR光谱数据与文献^[3]报道的芒果苷一致,故确证Ⅴ为芒果苷。

化合物Ⅵ:无色粒状结晶(MeOH), mp 168℃~170℃, FAB-MS m/z: 341(M⁺-1)。2% H₂SO₄水解后,用纸层析检出葡萄糖与果糖,与标准蔗糖混合熔点不下降,故确定Ⅵ为蔗糖

致谢:所有光谱数据均由中科院昆明植物研究所植物化学开放实验室仪器测试中心测定。原植物由中科院昆明植物所分类室武掌功研究员鉴定。

参考文献

- 1 江苏省植物研究所. 新华本草纲要(第三册). 上海:上海科技出版社, 1991: 725
- 2 蓝树彬. 中国中药杂志, 1996, 21(1): 138
- 3 郑兴, 等. 中国中药杂志, 1998, 23(2): 98
- 4 齐一萍, 等. 中国中药杂志, 1996, 21(4): 234

(1998-01-13 收稿)

254-255

龙眼三萜B的晶体结构

R284-1

福建省漳州卫生学校(363 000)

徐 坚*

龙眼学名 *Dimocarpus longan* Lour, 属无患子科 (*Sapindaceae*) 龙眼属植物。其果壳味甘、性温, 无毒, 水煎液外涂可治皮肤过敏、痱疖、止痛等。1989年, 我们用石油醚冷浸龙眼壳(干), 提取液经浓缩, 上硅胶柱, 经不同比例的石油醚-丙酮洗脱, 无水乙醇重结晶先后得到2种晶体, 一种是无色平板状晶体, 命名为龙眼三萜A, 另一种是无色针状晶体, 命名为龙眼三萜B, 对两者分别作了红外光谱, 紫外光谱, 核磁共振, 质谱, 以及一系列的化学鉴定反应和查阅有关资料, 确定了平面结构。为了搞清龙眼三萜A和龙眼三萜B的空间结构, 经与中国科学院福建物质结构研究所陈元柱先生等合作, 完成了对龙眼三萜A的X射线单晶结构测定, 确定了其空间结构^[1], 通过比较龙眼三萜B与龙眼三萜A的红外光谱, 紫外光谱, 核磁共振和质谱, 确定龙眼三萜B的结构如图1。

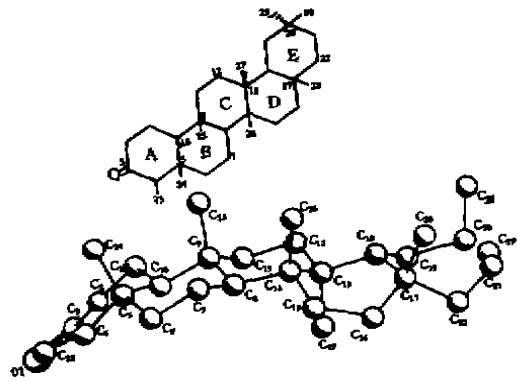


图1 龙眼三萜B分子的立体结构

1 光谱数据

1.1 高分辨质谱: 龙眼三萜A: 41 (67%), 55 (96%), 69 (100%), 81 (76%), 95 (88%), 109 (61%), 123 (48%), 125 (52%), 137 (23%), 149 (18%), 165 (51%), 179 (21%), 191 (15%), 206

* 徐 坚 男, 1981年毕业于福建卫校药学大专一班。1982~1983年在南京药学院中草药化学教研室进修。现工作在漳州卫校中药教研室, 讲师, 专业特长: 中药化学。主要科研成果: 龙眼三萜-A的晶体结构《有机化学》, 60Co 辐照对猴头菇产量的影响食用菌菌层层析和纸层层析的自动报警装置, 《专利》3种炮制方法对白芍化学成分的影响, 《中药材》钩吻总碱提取方法的比较, 《药学通报》一种滤袋剂浸出速率的测定方法-减量法《中成药研究》