

5.94(3H, s), 3.86(3H, s), 3.78(3H, s), 1.86(3H, s); <sup>13</sup>CNMR谱数据见表 1 经与文献<sup>[4]</sup>对照,确定为 α-别隐品碱。

化合物 IX: 白色颗粒状结晶(甲醇), mp 221 °C ~ 223 °C。改良碘化铋钾喷雾显色反应呈阳性, <sup>1</sup>HNM R(CDCl<sub>3</sub>-TMS) δ 7.00(1H, s), 6.72(1H, d, J = 7.6 Hz), 6.69(1H, d, J = 7.6 Hz), 6.67(1H, s), 5.95(3H, s), 1.89(3H, s); <sup>13</sup>CNMR谱数据见表 1 经与文献<sup>[4]</sup>对照,确定为隐品碱。

化合物 X: 白色粉末(甲醇),改良碘化铋钾喷雾显色反应呈阳性, <sup>1</sup>HNM R(CDCl<sub>3</sub>-TMS) δ 8.01(2H, m), 7.57(1H, m), 7.45(2H, m); 3.36(12H, s, 4-OCH<sub>3</sub>), 1.12(3H, t, -CH<sub>3</sub>); <sup>13</sup>CNMR数据见表 2 经与文献<sup>[5]</sup>对照,确定为苯甲酰新乌头宁。

化合物 XI: 白色粉末(甲醇), mp 203.4 °C ~

204.2 °C。改良碘化铋钾喷雾显色反应呈阳性, <sup>1</sup>HNM R(CDCl<sub>3</sub>-TMS) δ 8.02(2H, m), 7.59(1H, m), 7.46(2H, m), 3.95(3H, s, OCH<sub>3</sub>), 3.30(3H, s, OCH<sub>3</sub>), 3.25(3H, s, OCH<sub>3</sub>), 3.17(3H, s, OCH<sub>3</sub>), 1.08(3H, t, -CH<sub>3</sub>); <sup>13</sup>CNMR数据见表 2 经与文献<sup>[5]</sup>对照,确定为乌头碱。

参考文献:

- [1] 金国章, 胥 杉. 延胡索的药理研究 I. 延胡索甲、乙和丑素和癸素的镇痛作用 [J]. 生理学报, 1957, 21(2): 150-157.
- [2] 唐希灿, 金国章, 胥 杉. 延胡索的药理研究 IX. 延胡索丑素和癸素的中枢神经系统作用 [J]. 生理学报, 1962, 25(2): 143-148.
- [3] 朱任宏, 何林兴, 陈 女燕. 中国延胡索之研究 I. 浙江东阳延胡索中的植物碱 [J]. 化学学报, 1962, 28(4): 195-199.
- [4] 王浴铭, 朱风云, 汪茂田, 等. 咽喉草化学成分的研究 [J]. 中草药, 1987, 18(10): 434-435.
- [5] 于德泉, 杨峻山. 分析化学手册(第七分册) [M]. 北京: 化学工业出版社, 1999.

## 排骨灵化学成分的研究

李 琰, 杨世林\*, 徐丽珍

(中国医学科学院 协和医科大学药用植物研究所, 北京 100094)

摘要: 目的 研究排骨灵 *Fissistigma bracteolatum* 藤茎的化学成分。方法 利用多种色谱技术进行分离纯化, 根据理化性质和波谱分析等进行结构鉴定。结果 从该植物乙醇提取物中分离得到 6 个生物碱——(-)-xylopine (I), norcepharadione B(II), (-)-thaipetaline(III), (-)-discretamine(IV), coclaurine(V), herdenine(VI) 和 β, α-二羟基麦角甾烷(VII)。结论 化合物 I, V ~ VII 为首次从本属植物中得到。

关键词: 排骨灵; 生物碱; 爪馥木属

中图分类号: R284.1 文献标识码: A 文章编号: 0253-2670(2002)02-0109-02

### Chemical composition of *Fissistigma bracteolatum*

LI Yan, YANG Shi-lin, XU Li-zhen

(Institute of Medicinal Plant Development, Chinese Academy of Medical Sciences and Peking Union Medical College, Beijing 100094, China)

**Key words** *Fissistigma bracteolatum* Chatter.; alkaloids; *Fissistigma* Griff.

#### 1 仪器与材料

熔点测定用 Fisher-Johns 熔点测定仪, 紫外光谱用 Philips PYE Union PU 8800 型紫外光谱仪测定, 红外光谱用 Perkin-Elmer 983 G 型红外光谱仪测定, 比旋度用 Perkin-Elmer 341 旋光仪测定, 核磁共振氢谱及碳谱用 ARX400 核磁共振仪测定, NOESY 谱用 GNMGX 400 超导核磁共振仪测定,

质谱用 ZAB-2F 及 ZAB SPECE 质谱仪测定。柱层析及薄层层析用硅胶由青岛海洋化工厂生产, 所用溶剂及显色剂均为化学纯或分析纯。

本植物采自云南, 由中国医学科学院药用植物研究所资源室连文琰、林寿全研究员鉴定。

#### 2 提取与分离

排骨灵干燥藤茎的粗粉 14.61 kg 以 95% 工业

收稿日期: 2001-03-16

作者简介: 李 琰 (1972-), 女, 四川开县人, 中国医学科学院、协和医科大学药用植物研究所新药室助理研究员, 硕士, 主要从事天然产物研究和中药新药的研制工作。Tel (010) 62899705 E-mail liyean@ hotmail.com

\* 通讯联系人

酒精加热回流提取 3 次, 提取液合并, 减压回收溶剂, 得棕褐色粘稠的半干浸膏 1 130 g。总浸膏先后用 5% HCl, 5% NaHCO<sub>3</sub> 处理, 分成碱性部分 (A)、酸性部分 (B) 和中性部分 (C)。碱性部分 (A) 4.2 g 经硅胶柱反复层析, 最后经 Sephadex LH20 柱纯化, 得到化合物 I、III、IV、V、VI。中性部分 (C) 210 g 吸附于硅胶上, 置沙氏提取器内, 依次用石油醚、氯仿、乙酸乙酯、丙酮、甲醇回流洗脱, 各部分减压回收溶剂。乙酸乙酯部分 (27 g) 经反复硅胶柱层析后得到化合物 II 和 VII。

### 3 鉴定

化合物 I: 浅棕色针晶 (甲醇), mp 194 °C ~ 196 °C (216 °C dec.), 与 Dragendorff 试剂反应产生棕红色沉淀,  $[\alpha]_D^{25} - 4.76^\circ$  (c, 0.021 in MeOH) UV, IR MS, <sup>1</sup>H NMR 数据均与文献报道 1, 2 次甲二氧基-9-甲氧基阿朴菲, 即 (-)-xylophine<sup>[2]</sup> 相符。

化合物 II: 金黄色针晶 (甲醇), mp 275 °C ~ 277 °C, 与 Dragendorff 试剂反应产生棕红色沉淀,  $[\alpha]_D^{20} \pm 0^\circ$  UV, IR MS, <sup>1</sup>H <sup>13</sup>C NMR 数据均与文献报道 norcepharadione B<sup>[3,4]</sup> 相符。

化合物 III: 白色针晶 (易氧化成黄色), mp 169 °C ~ 170 °C (172 °C dec.) (氯仿-甲醇), 与 Dragendorff 试剂反应产生棕红色沉淀,  $[\alpha]_D^{20} - 276.6^\circ$  (c, 0.0705 in MeOH) UV, IR MS, <sup>1</sup>H NMR 数据均与文献报道 2, 3, 9-三甲氧基-4, 10-二羟基四氢原小檗碱, 即 (-)-thai-petaline<sup>[5]</sup> 相符。

化合物 IV: 白色片晶 (甲醇), mp 190 °C ~ 192 °C (204 °C dec.), 与 Dragendorff 试剂反应产生棕红色沉淀,  $[\alpha]_D^{20} - 246.7^\circ$  (c, 0.03 in MeOH) UV, IR MS, <sup>1</sup>H NMR 数据均与文献报道 (-)-2, 9-二甲氧基-3, 10-二羟基四氢原小檗碱, 即 (-)-discretamine<sup>[6]</sup> 一致。

化合物 V: 浅黄色粉末状固体 (氯仿-甲醇), mp 124 °C ~ 126 °C (氯仿-甲醇), 与 Dragendorff 试剂反应产生棕红色沉淀,  $[\alpha]_D^{20} + 6.1^\circ$  (c, 0.082 in MeOH) MS, <sup>1</sup>H NMR 数据均与文献报道 1R-7-甲氧基-6, 4'-二羟基-1-苄基异喹啉 [1R-7-methoxy-6, 4'-dihydroxy-1-benzylisoquinoline], 即 1R-coclaurine<sup>[7]</sup> 相符。

化合物 VI: 无色针晶 (甲醇), mp 172 °C ~ 174 °C (甲醇), 与 Dragendorff 试剂反应产生棕红色沉淀 UV, IR MS, <sup>1</sup>H NMR 数据均与文献报道 N, N'-二甲基-对羟基苯乙胺, 即 hordenine<sup>[8]</sup> 相符。

化合物 VII: 无色针晶 (丙醇), mp 208 °C ~ 210 °C。MS, <sup>1</sup>H NMR 数据均与文献报道 β, 6-二羟基麦角甾烷 (stigmatane-β, 6-diol)<sup>[9]</sup> 相符。

### 参考文献:

- [1] 谢宗万, 梁爱华, 滕兰英. 全国中草药汇编 (下册) [M]. 北京: 人民卫生出版社, 1978.
- [2] Michinori A, Hdeji I, Mititi F. Oxoaporphine alkaloid from the callus tissue of *Stephania cepharantha* [J]. Phytochemistry, 1975, 14: 1673-1674.
- [3] Michinori A, Hdeji I, Mititi F. Four new fluorescent components isolated from the callus tissue of *Stephania cepharantha* [J]. Tetrahedron Letters, 1974, 4E: 3609-3612.
- [4] Marie L, Helene G, Jean B, et al. O-Thaipetaline, a tetrahydropyroberberine from a Malaya *Annonaceae* [J]. Phytochemistry, 1990, 29(12): 3845-3847.
- [5] Marie L, Helene G, Jean B, et al. (-)-Thaipetaline, a tetrahydropyroberberine from a Malaya *Annonaceae* [J]. Phytochemistry, 1990, 29(12): 3845-3847.
- [6] Wilhelm J R, Einar B H. The structure of discretamine, a tetrahydropyroberberine alkaloid [J]. Helvetica Chimica Acta, 1975, 58: 209-211.
- [7] Saxena N K, Bhakuni D S. Quaternary alkaloids of *Tiliacora racemosa* Colebr [J]. Journal of the Indian Chemical Society, 1980, 57: 773.
- [8] Srinivasan P R, Lichter R L. <sup>13</sup>C NMR spectral studies of arecoline, hordenine, strychnine and brucine [J]. Organic Magnetic Resonance, 1976, 8: 198-201.
- [9] Das B, Srinivas K V N S. Two new sterols from the marine red alga *Gracilaria edulis* [J]. Plant Medica, 1993, 59: 572-573.

美国 ALPHA 实验室认可  
美中国际合作中国企业

## 葡萄籽提取物

(原花青素 ≥ 95%)

专业生产厂家

电话: 0086-022-26721040; 26723305; 26737125 传真: 0086-022-26721041



网址: <http://www.jf-natural.com.cn>

Tianjin Jianfeng Natural Product R & D Co., Ltd

天津尖峰天然产物公司

天津北辰科技园科园路