

$J=11.7\text{Hz}$)。 ^{13}C NMR 数据见表。以上数据与文献^[4,5]报道的 16 β ,17-双羟基-贝壳杉-19-羧酸完全一致。

晶 IV: 无色针晶, mp 138~140°C, Molish 反应阳性。IR $_{\text{KBr}}$ cm^{-1} : 3404 (-OH), 2388, 1727 (-COO-), 1652 (-COO-), 1449, 1376, 1076 (-C-O-)。FAB-MS (m/z): 563.4 [M+Na]⁺, 547.6 (M+Li), 分子量 540。元素分析: C 62.32, H 8.06, C₂₈H₄₄O₈。 ^1H NMR (C₅D₅N, 400MHz) δppm : 1.30 (6H, s, 2 \times CH₃), 1.93 (3H, s, CH₃), 6.25 (1H, d, $J=8\text{Hz}$, 糖端基质子), 4.2~4.32 (8H, 多重峰, 糖上氧原子的谐位氢及 C₁₇-H)。 ^{13}C NMR 数据见表。晶 IV 水解后 PC 检出葡萄糖。以上数据与文献^[6]报道的 16 β -羟基-17-乙酰氧基-(一)-贝壳杉-19-羧酸- β -D-吡喃葡萄糖酯完全一致。

晶 V: 无色针晶, mp 166~167°C, Molish 反应阳性。IR $_{\text{KBr}}$ cm^{-1} : 3358 (-OH), 2982, 2867, 1720 (-COO), 1465, 1450。FAB-MS m/z : 521.6 (M+Na)⁺,

505.6 (M+Li)⁺, 分子量 498。元素分析: C 62.60, H 8.41, 分子式 C₂₆H₄₂O₉。 ^1H NMR (C₅D₅N, 400MHz) δppm : 1.30 (6H, s, 2 \times CH₃), 6.25 (1H, d, $J=8\text{Hz}$, 糖的端基质子), 3.70~3.85 (8H, 多重峰, 糖上氧原子谐位质子及 C₁₇-H)。 ^{13}C NMR 见表。V 的酸水解 PC 检出葡萄糖。以上数据与文献^[6]报道的 16 β ,17-双羟基-(一)-贝壳杉-19-羧酸- β -D-吡喃葡萄糖酯完全一致。

参考文献

- 1 江苏新医学院. 中药大辞典. 上册. 上海: 上海科技出版社, 1985. 177
- 2 国家医药管理局中草药情报中心站. 植物药有效成分手册. 北京: 人民卫生出版社, 1986. 468, 469
- 3 胡昌奇, 等. 中草药, 1983, 4(11): 486
- 4 Werner H, et al. Phytochemistry, 1984, 23(7): 1453
- 5 Joseph T E, et al. J Nat Prod, 1987, 50(5): 979
- 6 Cheng D L, et al. Phytochemistry, 1993, 33(5): 1181

(1994-01-17 收稿)

东北铁线莲茎叶化学成分的研究

吉林省中医中药研究院中药研究所(长春 130021)

李淑子 杨立宏 齐志斌*
杨美林 李大达 白云鹏
徐国经

东北铁线莲 *Clematis manshurica* Rupr. 是毛茛科铁线莲属多年生蔓生草本植物^[1], 是威灵仙的基源植物之一, 具有祛风湿, 通经络, 散瘀积等功效。用于治疗风寒湿痹, 关节不利, 四肢麻木, 扁桃体炎, 黄疸性肝炎, 胆石症、丝虫病等^[2]。长期以来, 多以根入药, 由于大量挖根, 严重地破坏了资源, 而且废其地上部分也是一种浪费。为了扩大威灵仙的药用资源, 我们对东北铁线莲的茎叶与根进行了化学和药理的比较研究。结果表明, 茎叶和根具有相似的化学成分, 且其茎叶的抗炎、镇痛效果优于根。本文首次报道从其茎叶的石油醚萃取液中分得 2 种三萜类化合物。

1 提取和分离

东北铁线莲茎叶 56kg, 以 75% 乙醇回流提取, 减压回收乙醇, 再用正丁醇萃取, 回收正丁醇得流浸膏 1590g。加入等体积的水溶解, 再用石油醚萃取, 回收石油醚得浸膏 1044g, 进行硅胶柱层析。用石油醚-乙酸乙酯为流动相梯度洗脱, 再经重结晶得化合物 I~II。

2 鉴定

化合物 I: 无色针晶, mp 239~240°C, IR $_{\text{KBr}}$ cm^{-1} : 2960, 1730, 1460, 1380, 1360, 1250, 1040, 800。 ^1H NMR (CDCl₃) δppm : 0.83 (3H, s, C₂₈-CH₃), 0.86 (3H, s, C₂₄-CH₃), 0.869 (6H, s, C₂₉-CH₃, C₃₀-

* 延边医学院药学系 92 届毕业生

CH₃), 0.874 (3H, s, C₂₇-CH₃), 1.128 (3H, s, C₂₇-CH₃), 2.051 (3H, s, 乙酰基甲基), 4.503 (1H, t, J=7.6 Hz, C_{3a}-H), 5.182 (1H, t, J=3.2 Hz, C₁₂-H);
¹³CNMR (CDCl₃) δppm: 170.995 (羰基 C), 145.192 (C₁₂), 121.615 (C₁₃), 80.914 (C₃); EI-MS m/z: 469 (M+1), 218, 203, 189。以上数据与文献^[3]对照确定化合物 I 为 3-O-乙酰基齐墩果酸-12-烯(3-O-acetyloleanan-12-ene)。

化合物 II: 无色针晶, mp 140~147°C。IR、EI-MS 数据与 β-谷甾醇标准品一致, 与标准品共 TLC, 显单一斑点, 推断 II 为 β-谷甾醇。

化合物 III: 无色针晶, mp 210°C, ¹HNMR (CDCl₃) δppm: 0.725 (3H, s, CH₃), 0.870 (3H, s, CH₃), 0.887 (3H, s, CH₃), 0.954 (3H, s, CH₃), 1.001 (3H, s, CH₃), 1.006 (3H, s, CH₃), 1.049 (3H, s,

CH₃), 1.180 (3H, s, CH₃)。EIMS m/z: 412 (M⁺), 341, 273, 259, 205。结合 DEPT 135°, DEPT 90°等推测化合物 III 为 18α-齐墩果烷(18α-oleanane)。

致谢: 吉林省中医中药研究院严仲凯研究员鉴定原植物; 中科院长春应用化学研究所代测核磁共振谱, 红外光谱和质谱; 吉林省药检所化学室代测熔点; 沈阳药科大学赠送部分标准品。

参考文献

- 1 段维和, 等. 吉林药材图志. 北京: 中医古籍出版社, 1987. 89
- 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, 1990. 614
- 3 Seo S. et al. Tetrahedron Lett, 1975, :7

(1993-12-07 收稿)

胶囊装中药粉末低温间歇气流灭菌法除菌效果的观察

天津市南开区中医医院(300102) 祁淑玲
 天津市南开医院 张冬慧

为适应一般医院药剂科殆具有的设备条件, 特观察了胶囊装中药粉末以低温间歇气流灭菌法对中药粉末的灭菌效果。经对药粉细菌总数、霉菌总数的测定, 结果均达到中华人民共和国卫生部颁发的《药品卫生标准》的要求。

1 材料和方法

仪器: 恒温干燥箱, 药物粉碎机。

2 操作方法

将中药材饮片用常水冲洗去除泥土杂物后烘干。随后将其铺放于搪瓷盘中置恒温干燥箱中 60°C 常压干燥, 根据饮片质地干燥 2~4h, 干燥后用药物粉碎机粉碎, 用药典标准 6 号筛(100 目)过筛, 收集通过筛网目的粉末再次铺放于瓷盘中, 置恒温干燥箱内升温至 60~80°C 后, 关闭电源, 待烤箱降至 20°C 左右后, 再重复上述操作 1 或 2 次即可供用于填装胶囊, 在净化间(100,000 级)内完成填装胶囊过程。当胶囊室温贮藏 10d 左右, 取样按《中国药典》(1990)年版第二增补本中规定的操作程序对样品做微生物限度检查。结果见表。

表 不同胶囊剂染菌量

药品名称	细菌总数个/g	霉菌总数个/g
养脑调神胶囊	4.1 × 10 ⁴	3.1 × 10 ²
壮腰舒筋胶囊	4.5 × 10 ⁴	2.3 × 10 ²
补脑养髓胶囊	3.0 × 10 ⁴	4.9 × 10 ²
心脉静胶囊	4.9 × 10 ⁴	4.6 × 10 ²
心脉舒胶囊	3.5 × 10 ⁴	2.3 × 10 ²

按此法操作未检出控制菌。

3 讨论

3.1 我们生产的硬胶囊系药材粉末直接分装于空心胶囊制成。过去采用一般常规操作方法, 难以达到微生物限度检查的标准。现采用本法进行灭菌处理, 结果表明灭菌效果好, 能达到《药品卫生标准》规定的要求, 即每克含细菌数不得超过 5.0 × 10⁴ 个、霉菌总数不得超过 5.0 × 10² 个。

3.2 根据不同品种饮片的理化特性和药理作用, 宜采用不同温度处理, 但最高温度不应超过 80°C。

(1995-05-18 收稿)