

表 1 化合物 I、II 的 ¹³C NMR 数据(δppm)

C 位	苷 元		C 位	糖部分	
	I	II		I	II
1	39.26	39.64	C-3		
2	26.78	26.29	GLc-1	105.24	105.18
3	89.03	89.41	2	83.65	83.95
4	40.14	39.76	3	78.43	77.45
5	56.49	56.80	4	71.74	71.58
6	18.58	18.88	5	78.09	78.22
7	35.31	35.50	6	62.79	62.70
8	37.05	40.15	GLc-1'	106.25	105.60
9	50.51	50.68	2'	77.34	77.26
10	39.84	37.35	3'	78.28	78.80
11	32.33	31.17	4'	71.67	71.68
12	71.02	70.58	5'	78.08	78.32
13	49.36	49.97	6'	62.89	62.82
14	51.75	51.86	C-20		
15	31.56	31.32	GLc-1		98.37
16	26.77	27.11	2		75.15
17	51.91	53.66	3		78.32
18	16.54	16.47	4		71.56
19	15.97	16.26	5		77.06
20	73.10	83.95	6		72.88
21	22.94	26.76	GLc-1'		106.17
22	43.41	36.63	2'		75.06
23	22.77	23.62	3'		78.20
24	126.19	126.40	4'		71.50
25	130.92	131.46	5'		78.42
26	25.99	26.02	6'		62.91
27	17.71	17.89			
28	28.26	28.57			
29	16.47	16.74			
30	17.45	17.45			

I : 在 C₅D₅N 中测定

II : 在 CD₃OD 中测定

化合物 II : 白色粉末, mp 197°C ~ 200°C, [α]_D²⁰ + 5°(c, 0.15, MeOH)。FAB-MS m/z: 1 131 (M+Na)⁺, 969 (M+Na-Glc)⁺, 807 (M⁺Na-2×Glc)⁺。IR ν_{max}^{KBr} cm⁻¹: 3 409 (OH), 2 938 (ν_{CH₂}), 1 651 (C=C), 1 391 (δCH₃), 1 082 (ν_{C-O}), 892 (β-D 糖苷键)。¹H NMR (CD₃OD) δ ppm: 0.59 (3H, s), 0.74 (3H, s), 0.76 (3H, s), 0.89 (3H, s), 1.07 (3H, s), 4.66 (1H, d, J=7.6 Hz), 4.77 (1H, d, J=7.6 Hz), 4.92 (1H, d, J=7.6 Hz), 5.17 (1H, d, J=7.6 Hz), 以上 4 个信号为葡萄糖端基质子信号, 5.38 (1H, m, C₂₄-H)。¹³C NMR 数据见附表 1。

参 考 文 献

- 1 李 静, 等. 中草药, 1996; 27(11): 647
- 2 Asakawa J, et al. Tetrahedron, 1997; 33: 1935
(1997-08-13 收稿)

河南鼠尾草化学成分的研究

同济医科大学药学院(武汉 430030)

蔡亚玲*

湖北中医学院药理学系

刘焱文 谭文界 吴和珍

英国 Portsmouth 大学

杨明河

河南鼠尾草 *Salvia honania* L. H. Bailey 系唇形科鼠尾草属植物, 主要分布在湖北、河南两省, 是一种民间常用草药, 其功效为活血调经, 祛瘀止痛。

将河南鼠尾草的丙酮提取物经氯仿-水分配所得氯仿提取物, 进行离心薄层层析及制备薄层层析, 分得 3 个化合物, 经鉴定分别为丹参酮- II A、隐丹参酮和 β-谷甾醇。所有成分均系首次从该植物中分得。

1 仪器与试剂

熔点系用 XRC-1 显微熔点仪测定, 未校正。紫外光谱用 Shimadzu UV-2100 仪测定。红外光谱用 NICOLET FT-IR 710 仪测定。核磁共振谱用 JEOL-270 MHz 仪测定。质谱用 JEOLD 300 仪测定。离心薄层层析仪为 LBC-1 型。层析用硅胶为青岛海洋化工厂出产。所用试剂均为国产分析纯。

2 提取和分离

河南鼠尾草干粉(1 kg)用工业丙酮渗漉, 所得渗漉液减压浓缩至干, 将其进行氯仿-水(1:1)分配, 得氯仿提取物 41 g。将氯仿提取物经离心薄层层析分离, 得化合物 I、化合物 II 和化合物 III。

3 鉴定

丹参酮- II A(I): mp 203 °C ~ 203 °C, UV λ_{max}^{EtOH} nm(log ε): 224(4.41), 250(sh, 4.36), 268(4.49), 350(3.30), 456(3.84); IR (KBr) cm⁻¹: 2 925, 1 693, 1 670, 1 583, 1 536, 1 460, 1 428, 1 381, 1 325, 1 284, 1 192, 1 159, 1 143, 958, 913, 835, 794; ¹H-MNR (CDCl₃, TMS) δ ppm: 1.31 (6H, s), 1.66 (2H, m), 1.80 (2H, m), 2.28 (3H, s), 3.19 (2H, t, J=7),

(下转第 738 页)

* 蔡亚玲, 硕士, 1997 年毕业于湖北中医学院药理学系, 天然药物化学专业, 现就职于同济医科大学药学院, 助教。

拟对其进行鉴别,但由于黄芪甲苷在黄芪中含量普遍偏低,且有人参皂苷等对其严重干扰,经实验确立上述黄芪薄层鉴别方法,专属性强,为制剂中存在皂苷类成分干扰的黄芪鉴别提供了一个可行的实验方法。

3.2 川芎的薄层鉴别,方中同时含有当归和川芎二种药材,当以乙醚回流提取制备供试品溶液作薄层鉴别时,出现了当归和川芎共有的特征斑点。为了单独鉴别川芎,将样品经盐酸处理,再以醋酸乙酯将弱碱性的川芎生物碱提出作为供试品溶液,可有效地鉴别该制剂中的川芎。

3.3 提取人参皂苷时,曾将甲醇提取液蒸干

后,直接以水饱和和正丁醇萃取,乳化严重,不易分层,改用先经 D₁₀₁型大孔吸附树脂柱、水及 20%乙醇洗脱,可除去部分水溶性、极性大的杂质,再用水饱和的正丁醇萃取,纯化效果更好,且不易乳化,样品色谱斑点无背景吸收。

参考文献

- 1 郭文菊. 药物分析杂志,1995;15(4):54
- 2 杨美林. 药物分析杂志,1995;15(3):53
- 3 金向群. 药物分析杂志,1996;16(2):112
- 4 沙世炎. 中草药有效成分分析法(上册). 北京:人民卫生出版社,1985;33
- 5 中华人民共和国药典(1990年版一部). 注释选编. 广州:广东科技出版社,1993;178

(1998-03-16 收稿)

Quality Standard of Yuren Fengru Wan

Shen Yuhua, Yu Wenjing and Zhu Xiukui (Jilin Provincial Institute for Drug Control, Changchun 130062)

Abstract Yuren Fengru Wan (YFW), is a compound pill prepared from *Panax ginseng* C. A. Mey, *Astragalus membranaceus* (Fisch.) Bunge, *Vaccaria segetalis* (Neck.) Garcke and *Ligusticum chuanxiong* Hort, which nourish the kidney and liver, while regulate the "Chong" and "Ren" channels, primarily for the control of gynecological functions. The presence of *A. membranaceus*, *V. segetalis* and *L. chuanxiong* were identified by TLC and the amount of ginsenoside Rg₁ was assayed by TLCS to contain 0.55%. The recovery was 97.54%, (RSD=3.43%). The methods were simple, reliable and reproducible.

Key words *Astragalus membranaceus* (Fisch.) Bunge *Vaccaria segetalis* (Neck.) Garcke *Ligusticum chuanxiong* Hert. ginsenoside Rg₁ TLC scanning

(上接第 733 页)

7.22(1 H,s),7.55(1 H, dd, J=8),7.63(1 H,d, J=8);MS m/z(%):294(M⁺,100),279(42.5),261(76.9),251(57.2)。以上数据与丹参酮-Ⅱ^[1,2]一致。

隐丹参酮Ⅱ:mp 183.5℃~185℃,UV_{λ_{max}}^{EtOH}(logε):217(4.28),262(4.46),355(3.42),445(3.44);IR(KBr)cm⁻¹:2900,2850,1660,1646,1618,1572,1550,1455,1445,1395,1330,1288,1195,1169,1020,942,850,728,690;¹H-NMR(CDCl₃,TMS):1.31(6 H,s),1.35(3 H, d, J=7),1.65(2 H,m),1.78(2 H,m),3.22(2 H,t, J=6),3.60(1 H,m),4.36(1 H, dd, J=7),4.90(1 H, t, J=12),7.50(1 H,d, J=8),7.63(1 H,d, J=8);

MS m/z(%):290(M⁺,100),268(29.1),281(8.6),263(4.5)。以上数据与隐丹参酮一致^[1,2]。

β-谷甾醇(Ⅲ),mp 139℃~140℃;薄层层析 Rf 值,¹H-NMR、MS 值均与 β-谷甾醇一致,且混合熔点不下降。

致谢:原植物由麻城市中医院江熟平、湖北省药检所康四和、解放军总后药检所刘文尧协助采集,湖北中医学院鉴定教研室陈科力副教授鉴定。紫外光谱和红外光谱由湖北省医药工业研究所惠清印、周萍测定,氢谱和质谱由英国 Portsmouth 大学测定。

参考文献

- 1 徐学民,等. 中草药,1982;13(11):5
- 2 罗厚蔚,等. 药学学报,1989;24(5):341

(1997-12-17 收稿)