

1. 95, 犍牦牛儿醇 3. 17, 对聚伞花素 2. 93, d-香芹酮 0. 16, 香橙烯 9. 61, α -丁香烯 1. 26, 芳萘烯 1. 44, β -杜松烯 2. 01, α -杜松醇 0. 79, 4-乙烯辛醇 0. 12, 苯乙酸-甲酯 0. 14, 十三碳酸乙酯 0. 12, 十八碳烷 0. 13, 十六碳醇 0. 14, 十九碳烷 0. 11, 十六碳酸 0. 14, 油酸 6. 27, $\Delta^5, 6$ -十八碳烯酸 0. 12, 黄酮苷 0. 18, D-甘露醇 0. 16, β -谷甾醇 0. 17, 二十四碳烷 0. 13, 二十三碳醇 0. 12 其每一个烃类的归一化量与总的归一化量的比值, 百分含量如下: 醇、酯类 15 个, 百分比 2. 36%。烷、烃类 6 个, 百分比为 0. 672%。芳香烃类 4 个, 百分比为 0. 507%。萜类化合物 27 个, 其百分比为 96. 47%。我们所测试到的芳香醇为 37. 87% 与

总值百分含量的比 56. 4%。这与文献^[1,4]所描述的 60% 左右基本相一致。

参考文献

- 1 江苏新医学院. 中药大辞典. 下册. 上海: 上海人民出版社, 1975 1547, 3231
- 2 肖崇厚编. 中药提取鉴定原理. 上海: 上海科技出版社, 1975 80
- 3 Stenhagen E, et al. Registry of Mass Spectral Data. John Wiley and Sons. 1974, vol III: 2035
- 4 国家医药管理局中草药中心情报站编. 植物药有效成分手册. 北京: 人民卫生出版社, 1986, 3 669
- 5 冉先德编. 中华药海. 上卷. 第一册. 黑龙江: 哈尔滨出版社, 1980 61
- 6 唐亮, 等主编. 分类草药性. 北京: 人民卫生出版社, 1970 77

(1999-04-02收稿)

分蘖葱头化学成分的研究

白求恩医科大学(长春 130021)

刘银燕 刘丽娟 杨晓虹

分蘖葱头 *Allium cepa* L. var. *agrogatum* Don (缩写为 ACAD) 为百合科葱属植物。我们曾对 ACAD 干扰花生四烯酸代谢系列及有效成分进行了研究^[1-7]。从 ACAD 中分离得到了具有抑制血小板聚集作用的甲基烯丙基三硫化物 (MATS) 等 8 种含硫化合物^[2]和具有降压作用的前列腺素 A₁^[3], 又测定了该植物的微量元素及氨基酸含量^[4-6], 且在体外实验中证明其醇提取物具有抑制血小板聚集和干扰血小板的花生四烯酸代谢, 抑制其环氧化酶途径, 抑制血栓素 A₂ 及 12(S)-羟基-十七碳三烯酸合成的作用^[1,7]。为了寻找新的生理活性成分, 我们对该植物的非挥发性成分进行了研究, 从 ACAD 的鳞茎中得到 3 个黄酮类化合物, 根据其理化常数及光谱分析分别确定为槲皮素、槲皮素-4'-O- β -D-葡萄糖吡喃糖苷和槲皮素-3, 4'-O- β -D-葡萄糖吡喃糖苷。

1 仪器和材料

熔点用 Reichert 显微熔点测定仪测定, 温度计未校正; 紫外分光光度计为 SHIMADZU UV-2200A 型; 红外光谱仪为 JASCO 410 FT-IR, KBr 压片; EI-MS 和 FAB-MS 为 JEOL JMS-BU 20GC 型; 核磁共振仪为 ¹H NMR Varian Unity Plus 400 NMR; ¹³C NMR JEOL JNM-EX 270 型, TMS 为内标。薄层层析用硅胶为 Merck Kieselgel 60 F254 Art. 5715; 层析用 Diaion HP-20 和 Sephadex LH-20 均为日本三菱化学公司出品。

植物原料购于长春, 产地长春市郊, 经长春中医药大学邓明鲁教授鉴定为 *Allium cepa* L. var. *agrogatum* Don

2 提取和分离

取新鲜分蘖葱头鳞茎 18 kg, 去皮根, 切碎后干燥, 制成粗粉, 用 95% 乙醇冷浸, 回收乙醇得浸膏 200 g

取浸膏 200 g, 分散在 300 mL 水中, 依次用氯仿、乙酸乙酯、正丁醇萃取 3 次, 分别回收溶剂得氯仿提取物 8.8 g, 乙酸乙酯提取物 4.5 g 和正丁醇提取物 15.1 g。取乙酸乙酯提取物经 Diaion HP-20 型层析柱, 依次用水、20% 甲醇、80% 甲醇和甲醇洗脱, 分别去溶剂得各种甲醇提取物。取 80% 甲醇提取物用少量洗脱剂 (甲醇: 水 = 1: 1) 溶解后, Sephadex LH-20 柱层析, 用甲醇洗脱后, 分离得到化合物 I、II, 正丁醇部分按上法分得化合物 III

3 鉴定

化合物 I: 黄色粉末, mp > 300 °C。紫外灯下显黄色荧光。HCl-Mg 反应、FeCl₃ 反应均阳性。UV、IR、MS、¹H, ¹³C NMR 数据与文献对照一致^[8,9], 确定化合物 I 为槲皮素。

化合物 II: 黄色粉末, mp 208 °C ~ 212 °C, HCl-Mg 反应、FeCl₃ 反应均阳性, $[\alpha]_D^{27} - 72^\circ$ (c, 0.1, MeOH) UV $\lambda_{max}^{MeOH} nm$ 254, 365 IR $\nu_{max}^{KBr} cm^{-1}$: 3 759, 3 363 (OH), 1 654 (conjugated, > C=O), 1 602

(atom, C=C) EIMS m/z 465. 1066 $[(M+H)^+$, error - 7.2 mmu] $^1\text{HNM R}(\text{DMSO-}d_6)$ δ 7.79 (1H, J= 2.0 Hz, 2'-H), 7.71(1H, J= 8.6, 2.0 Hz, 6'-H), 7.33(1H, J= 8.6 Hz, 5'-H), 6.53(1H, J= 2.0 Hz, 8-H), 6.28(1H, J= 2.0 Hz, 6-H), 4.94 (1H, J= 6.9 Hz, 1'-H). $^{13}\text{CNMR}(\text{DMSO-}d_6)$ δ 146.72(C-2), 136.52(C-3), 176.08(C-4), 160.71(C-5), 98.28(C-6), 164.18(C-7), 93.52(C-8), 156.24(C-9), 103.06(C-10), 125.17(C-1'), 115.13(C-2'), 145.85(C-3'), 146.36(C-4'), 115.83(C-5'), 119.49(C-6'), 101.39(C-11'), 73.28(C-2''), 75.96(C-3''), 69.79(C-4''), 77.29(C-5''), 60.71(C-6''). II 酸水解后纸层析,糖为葡萄糖,苷元鉴定为槲皮素 以上数据与文献值对照^[10],确定为槲皮素-4'-O β -D-葡萄糖吡喃糖苷。

化合物III:黄色粉末, mp 205 $^{\circ}\text{C}$ ~ 207 $^{\circ}\text{C}$, HCl-Mg 反应 FeCl₃ 反应均阳性, $[\alpha]_D^{27}$ - 62 $^{\circ}$ (c, 0.1, MeOH), UV $\lambda_{\text{max}}^{\text{MeOH}}$ nmr 265, 365 IR $\nu_{\text{max}}^{\text{KBr}}$ cm^{-1} : 3372, (OH), 1655(conjugated, > C=O), 1606(atom, C=C) EIMS m/z 427. 1562 $[(M+H)^+$, error - 0.2 mmu] $^1\text{HNM R}(\text{DMSO-}d_6)$ δ 7.66(1H, J= 2.0 Hz, 2'-H), 7.62(1H, J= 8.6, 2.0 Hz, 6'-H), 7.22

(1H, J= 8.6 Hz, 5'-H), 6.45(1H, J= 2.0 Hz, 8-H), 6.23(1H, J= 2.0 Hz, 6-H), 4.85(1H, J= 7.3 Hz, 1''-H), 5.46(1H, J= 7.6 Hz, 1'''-H) $^{13}\text{CNMR}(\text{DMSO-}d_6)$ δ 155.43(C-2), 133.83(C-3), 177.51(C-4), 161.24(C-5), 98.86(C-6), 164.65(C-7), 93.75(C-8), 156.47(C-9), 104.00(C-10), 124.50(C-1'), 115.45(C-2'), 147.52(C-3'), 146.16(C-4'), 116.55(C-5'), 121.01(C-6'), 101.45(C-1''), 73.31(C-2''), 75.87(C-3''), 69.75(C-4''), 77.25(C-5''), 60.71(C-6''), 100.76(C-1'''), 74.16(C-2'''), 76.50(C-3'''), 70.01(C-4'''), 77.67(C-5'''), 60.99(C-6'''). 以上数据与文献^[10]值对照一致,故鉴定III为槲皮素-3,4'-O-二 β -D-葡萄糖吡喃糖苷。

参考文献

- 1 谷月卿,等.药学报,1988,23(1): 8
- 2 江漫涛,等.白求恩医科大学学报,1984,10(5): 477
- 3 孙启良,等.中草药,1988,19(4): 146
- 4 杨晓虹,等.白求恩医科大学学报,1996,22(6): 600
- 5 杨晓虹,等.人参研究,1995,7(4): 31
- 6 刘银燕,等.中华微量元素科学,1996,3(1): 17
- 7 江漫涛,等.白求恩医科大学学报,1984,10(6): 609
- 8 向仁德,等.中草药,1994,25(4): 179
- 9 王兆全,等.药学报,1980,15(6): 365
- 10 Fossen T, et al. Phytochemistry, 1998, 42(2): 281

(1999-12-02收稿)

铁轴草黄酮成分的研究

天津医科大学药学院(300203) 朱元元*

天津长征医院药剂科 许 岚

铁轴草 *Teucrium quadrifarium* Buch-Ham 为唇形科香科属植物。分布在我国广西、云南等地。民间用于治于胃肠炎、痢疾等^[1]。该植物中二萜类成分已见报道。黄酮类化合物具有抗炎、抗菌及抗病毒等作用。我们将广西产铁轴草全草乙醇提取物依次用石油醚、丙酮提取。从丙酮部分分得2个黄酮成分。经化学方法和光谱分析与标准图谱对照,确定化合物I为金合欢素(acacetin),化合物II为5,4',5'-三羟基-6,2'-二甲氧基黄酮

1 材料和仪器

Boetius 显微熔点测定仪(温度计未校正); Perkin-Elmer 683型红外光谱仪; ZAB-2F型紫外

分光光度计; MS-50质谱仪; AM-400核磁共振仪。柱层析用硅胶。硅胶 H为青岛海洋化工厂产品; 显色剂: 5% 硫酸-乙醇溶液; 大孔树脂 RA 103型北京化工厂产品

2 提取和分离

铁轴草干燥全草 5 kg, 95%乙醇回流提取 3次, 浓缩得黑棕色固体提取物 579 g。石油醚(60 $^{\circ}\text{C}$ ~ 90 $^{\circ}\text{C}$)多次搅拌提取, 至提取液颜色变浅为止。合并提取液, 回收溶剂, 得石油醚提取物 43.5 g, 石油醚不溶物加丙酮搅拌提取多次, 合并提取液, 回收溶剂, 得丙酮提取物 120 g。丙酮提取物 120 g溶于甲

(下转第 385页)

* 朱元元 1982年毕业于北京医学院药学系, 药物化学专业, 副教授, 现任天津医科大学药学院药化教研室副主任。主要从事合成药物和中药的开发与新药的研究, 新药质量标准、制备工艺研究等。并从事药物化学的教学工作。