

表 2 不同批号莪术油的抗癌活性成分含量 (%)

产地	批号	β 榄香烯	莪术醇	莪术酮
浙江	20000102	7.26	11.4	5.29
	20000103	7.20	10.6	5.24
	20000104	7.52	13.8	6.57
	20000106	6.62	16.2	8.83
	20000107	7.29	13.9	7.72
	20000201	7.63	11.3	4.30
	20000202	9.07	6.24	4.21
	20000203	9.18	11.9	5.37
	20000204	7.73	11.2	6.47
	20000205	8.96	12.2	6.19
	980705	7.14	7.71	3.55
	990302	9.72	8.28	3.56
	980711	9.04	9.04	3.56
	981103	10.0	9.52	4.27
	980703	3.36	7.63	4.62
	980103	10.0	8.38	4.09
	980309	9.01	9.25	3.96
	980120	9.53	11.3	5.66

β 榄香烯。另据报道^[3],温莪术的莪术油用 GLC GC-MS 鉴定,分离出 60 余个峰,其中含 β 榄香烯 (7.9%)、莪术醇 (2.86%)、莪术酮 (30.8%) 等,其中莪术醇、β 榄香烯、莪术酮有抗肿瘤作用,吉马酮有

细胞毒作用。本实验的研究表明,莪术油中 3 种抗癌活性成分均有一定的波动,其中 1998 年和 1999 年的 β 榄香烯的波动最大,近 3 倍,提示在用莪术油为原料制备制剂时,除了应规定莪术的产地外,对有效成分的含量也应规定一定的波动范围。

本实验摸索的色谱条件较文献^[4]做了改进,对莪术醇、β 榄香烯、莪术酮等抗癌活性成分均得到了基线分离,可用于原料和有关制剂的定量分析。

参考文献:

[1] 中国药典(一部)[S]. 2000.
[2] 田颂九. 莪术挥发油研究 I. 毛细管柱气层和气质联用分离鉴定温莪术挥发油[J]. 药物分析杂志, 1985, 5(1): 4-6.
[3] 方洪矩, 余竞光, 陈毓醇, 等. 我国姜黄属植物的研究 II. 五种姜黄属药用植物根茎挥发油化学成分的比较[J]. 药学学报, 1982, 17(6): 441-447.
[4] 王雪峰, 姚川, 胡昌. 莪术挥发油的 GC/MS 鉴定[J]. 中药材, 1991, 14(10): 35-37.
[5] 中国药典(一部)[S]. 1977: 462-463.
[6] 辽宁中医学院中医系肿瘤研究小组, 沈阳医学院中草药研究室, 沈阳医学院电镜室. 温莪术有效成分抗肿瘤作用的实验研究[J]. 新医学杂志, 1976, 1(12): 28-32.
[7] 傅乃武, 全兰萍, 郭永钿, 等. β 榄香烯的抗肿瘤作用和药理学研究[J]. 中药通报, 1984, 9(2): 35-39.

羽叶千里光地下部分生物碱的研究

程卫强¹, 韦新贵², 袁久志¹, 隋长惠¹⁽²⁰⁾

(1. 沈阳药科大学 中药系, 辽宁 沈阳 110015; 2. 中国科学院化学冶金研究所 生化工程国家重点实验室, 北京 100080)

中图分类号: R284.1 文献标识码: A 文章编号: 0253-2670-(2001)09-0783-02

在我们对羽叶千里光 *Senecio argunensis* Turcz. 化学成分的研究中,发现地上部分主要含黄酮类成分^[1];地下部分仅含生物碱及少量甾醇成分。因此,我们对地下部分的主要成分生物碱又作了进一步的研究

1 仪器及材料

羽叶千里光 1996 年 9 月下旬采自辽宁省通远堡,经沈阳药科大学许春泉高级工程师鉴定为 *Senecio argunensis* Turcz.

Brunker ARX-300 型核磁共振仪;硅胶 G-60 为青岛海洋化工厂产品;其它试剂均为分析纯

2 提取与分离

取根及根茎 1.2 kg 碎断后,工业乙醇浸泡,室

温超声提取 4 次,过滤,滤液旋转薄膜减压浓缩得浸膏约 100 g 用 1.5 mol/L 的 HCl 提取,提取液经浓氨水碱化至 pH9~10 后,用氯仿萃取。第一次萃取氯仿层浓缩析出 I 和 II 的混合物(约 150 mg)第二次、第三次萃取浓缩丙酮结晶得 III 和 IV 混合物(约 50 mg) 剩余的碱水层酸化后加入过量锌粉还原,还原后的水液经浓氨水碱化至 pH9~10 后用氯仿萃取又得 I 和 II 的混合物(约 1.5 g)。

3 鉴定

化合物 I + II: 无色针状结晶。气味特异,易溶于 CHCl₃, Dragendoff 试剂阳性,其 ¹H NMR (CDCl₃), ¹³C NMR (CDCl₃) 峰多数成对出现(峰高比约 1:1),并与千里光碱(senecinine)、千里光菲林

(20) 收稿日期: 2001-03-19
作者简介: 程卫强,男,硕士,助理研究员,就职于上海医药工业研究院制剂室,从事中药注射剂的研究与开发。 Tel (021) 65442731

碱 (seneciphilline)^[2,3] ¹H NMR ¹³C NMR 叠加基本一致,故鉴定其为千里光碱、千里光菲林碱的混和物。

化合物III+ IV: 无色块状结晶 气味特异。易溶于 H₂O CHCl₃, Dragendoff 试剂阳性,其 ¹H NMR (CDCl₃) ¹³C NMR (D₂O)峰多数成对出现 (峰高比约 1∶ 1),并与文献^[2,3]千里光碱 *N* 氧化物 (senecinine *N*-oxide)、千里光菲林碱 *N* 氧化物 (seneciphilline *N*-oxide)叠架基本一致,故鉴定其为千里光碱 *N* 氧化物、千里光菲林碱 *N* 氧化物的混和物。

4 讨论

在本文生物碱的提取过程中,条件温和,直接酸提碱萃取分离出的游离生物碱和其氧化物均较少,而用 Zn 粉还原后得到大量的游离生物碱,这是因为在植物体中,这类生物碱存在的主要形式为 *N* 氧化物,氧化的吡咯里西啶生物碱极性较大 水溶性较

好,因而不易被生物碱的常用萃取溶剂 CHCl₃ 提取出;当游离的生物碱在第一次萃取除去后,第二、第三次萃取主要得到其氮氧化物结晶而析出

吡咯里西啶生物碱是 70年代以来研究较多的一类新的抗癌活性物质,由于其具有较大的毒性,目前国内外正以其为前体化合物努力研制新的结构;羽叶千里光的地下部分含相对大量 (约 1.4%)并且组分较单一的这类生物碱,其分离纯化简单,可望成为合成吡咯里西啶类化合物的原料。

参考文献:

[1] 程卫强,隋长惠,袁久志,等. 羽叶千里光黄酮类成分研究 [J]. 中草药, 1999, 30(10): 727-729.
[2] Segall H J, Dallas T L. ¹H NMR spectroscopy of pyrrolizidine alkaloids[J]. Phytochemistry, 1983, 22(5): 1271-1273.
[3] Molyneux R T, Roitman J N, Mabry B, *et al.* ¹³C NMR spectroscopy of pyrrolizoline alkaloids[J]. Phytochemistry, 1982, 21(2): 439-443.

中华卷柏的化学成分研究

戴 忠,王钢力,侯钦云⁽²⁰⁾,倪 龙,魏 峰,林瑞超
(中国药品生物制品检定所,北京 100050)

中图分类号: R284. 1 文献标识码: A 文章编号: 0253- 2670-(2001) 09- 0784- 02

中华卷柏系卷柏属植物 *Selaginella sinensis* (Desv.) Spring 的全草 该属植物约 700多种,广布于世界各地 我国约产 50种,其中供药用者约 20多种,中华卷柏系该科供药用植物中我国所特有的种 广泛分布于我国华北、东北等地,其全草味淡、微苦、性凉,有清热利尿、解毒散寒、消炎止血、止泻的功效,用于肝炎、胆囊炎、气管炎、慢性肾炎、痢疾、湿疹、外伤出血及烫火伤^[1],尤其对慢性气管炎具有良好的疗效^[2]。但目前对该属植物的基础研究一直很薄弱,为了更好地开发利用中华卷柏植物资源,我们对其进行了系统的化学成分研究,从其乙醇提取物中分离并鉴定了 4个化合物。

1 仪器与试剂

熔点测定: AAE 042型显微熔点测定仪,温度计未校正;紫外光谱仪: 岛津 UV-2100型紫外分光

光度计;红外光谱仪: Nicolet Impact400型红外分光光度计;¹H NMR和¹³C NMR用核磁共振仪: INO-V A-500型核磁共振仪;质谱仪: Zab-2f和 Autospec Ultima-Tof型质谱仪;柱层析用硅胶: 青岛海洋化工厂生产。中华卷柏采自河北省雾灵山 (1996年 8月)。

2 提取与分离

中华卷柏的干燥全草 5 kg,用 10倍量 95% 乙酸回流提取 3次,滤过,合并滤液,回收乙醇,浓缩物置水浴上挥尽乙醇,得中华卷柏浸膏。将浸膏混悬于 700 mL水中,分别用氯仿、乙醇乙酯和正丁醇进行萃取,各萃取部分经减压浓缩得 3个部分。氯仿部分用硅胶 H进行常压柱层析,用不同比例的石油醚 (60℃ ~ 90℃) 氯仿进行洗脱,得化合物I ;乙酸乙酯部分 (23 g)用硅胶 H进行柱层析和制备薄层层析 (展开

(20) 收稿日期: 2000-10-08
基金项目: 科技部“九·五”科技攻关项目: No 97-B-14
作者简介: 戴 忠 (1963-),男,黑龙江省肇东市人,现工作单位: 中国药材集团公司,硕士。Tel (010) 67154933
* 哈尔滨中药二厂