

;分子式: $C_9H_{10}O_3$; 确定化合物 为 2-羟基-4-甲氧基苯乙酮^[6]。

化合物 : 无色针晶; mp 98.3 ~ 98.5 ; 依据光谱分析, 确定化合物 为正三十四烷酸^[7]。

化合物：无色针状体(乙醇); mp 71.5 ~ 72.5℃; 与硬脂酸对照品混合测熔点不下降, TLC 的 R_f 值一致, 故确证该化合物为硬脂酸。

化合物：浅黄色粉末; mp 333 ~ 335 ; 分子式: $C_{16}H_{10}O_8$; MS, 1H NMR 和 ^{13}C NMR 数据与文献报道的一致^[8], 故确定化合物 3 为 3,3'-二-氧-甲基鞣花酸 (3,3'-di-*O*-methyllellagic acid)。

化合物：无色结晶；mp 137 ~ 138。与 β -谷甾醇对照品混合测熔点不下降，TLC 的 R_f 值一致，故确证该化合物为 β -谷甾醇。

化合物：无色粉末; $m_p > 300$ 。与胡萝卜苷对照品混合测熔点不下降, TLC 的 R_f 值一致, 故确证该化合物为胡萝卜苷。

致谢: 本实验室仪器组测试所有光谱数据。

References:

- [1] Wu C Y. *Compendium of New China (Xinhua) Herbal*. (新

华本草纲要) [M]. 3rd ed. Shanghai: Shanghai Science and Technology Publisher, 1991.

- [2] Zhou G Z, Pen D M, Ma Z, *et al.* The Chemical constituents of the leaves of *Sapitum sebifenum* [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 1996, 27(11): 652.
- [3] Rowan D D, Russell G B. 3 β -Methoxyhop-22(29)-ene from *Chinochloa cheese-manii* [J]. *Phytochemistry*, 1992, 31(2): 702-702.
- [4] Siewart M, Marion P D, Reynolds W F, *et al.* Unambiguous structural and nuclear magnetic resonance spectral characterization of two triterpenoids of *Maprounea guianensis* by two-dimensional nuclear magnetic resonance spectroscopy [J]. *Can J Chem*, 1987, 65: 2519-2525.
- [5] Sibanda S, Ndengu B, Multari G, *et al.* A coumarin glucoside from *Xeromphis obovata* [J]. *Phytochemistry*, 1989, 28(5): 1550-1552.
- [6] Amarendra P, Gargi G, Sengupta P K, *et al.* Carbon-13 NMR spectra studies on chalcones and acetophenones [J]. *Magn Reson Chem*, 1987, 25: 734-742.
- [7] Baneriji J, Das A K, Ghoshal N, *et al.* Studies on rutaceae: Part I—chemical investigation on the constituents of *Atalantia wightii* Tanaka, *Aegle marmelos* Correa ex Koen, *Ruta graveolens* Linn and *Micromelum pubescens* Blume [J]. *Indian J Chem Sect B Org Chem Med Chem*, 1988, 27: 594.
- [8] Nawwar M A M, Buddrus J, Bauer H. Dimeric phenolic constituents from the roots of *Tamarix nilotica* [J]. *Phytochemistry*, 1982, 21(7): 1755-1758.

问荆化学成分研究

赵磊, 张承忠^{*}, 李冲, 陶保全^{*}

(兰州医学院 药学系, 甘肃 兰州 730000)

问荆 *Equisetum arvense* L. 为木贼科植物, 多年生草本。具止血、利尿、明目之功效。用于治疗吐血、淋症、目赤翳膜等^[1]。本实验对问荆全草化学成分进行了研究, 从中分离鉴定了 5 个成分, 其中 2 个成分为首次从该植物中得到。

1 仪器与材料

X-4 型显微熔点仪(未校正), VG ZAB-MS 质谱仪, Bruker AM-400 核磁共振仪(TMS 内标)。薄层色谱用硅胶 G, 柱色谱硅胶(100~200 目)均为青岛海洋化工厂产品, 柱色谱聚酰胺(解放军 83305 部队 701 厂), 聚酰胺薄膜(浙江黄岩生化材料厂)。问荆 *E. arvense* L. 采自甘肃省通渭县。

2 提取分离

问荆全草 15 kg, EtOH 回流提取 3 次, 减压回收

EtOH 得流浸膏, MeOH 溶解, 经硅胶柱层析, 以氯仿、氯仿-甲醇(12:1, 8:1, 5:1, 3:1)依次洗脱, 得3部分。第一部分经硅胶柱, 氯仿-甲醇(10:1)洗脱, 多次层析, 分离得化合物 (50 mg)。第二部分经聚酰胺柱, 乙酸乙酯-甲醇(9:2)洗脱, 甲醇重结晶得化合物 (25 mg)。第三部分经聚酰胺柱层析, 乙酸乙酯-甲醇(4:1, 3:1)依次洗脱, 得A、B两部分。A部分经相同的柱层析, 乙酸乙酯-甲醇-水(4:1:0.1)洗脱, 甲醇重结晶得化合物 (80 mg), B部分经聚酰胺柱层析, 用25%乙醇洗脱, 得化合物 (20 mg), (23 mg)。化合物 Molish 反应呈阳性。化合物 、 、 盐酸-镁粉、Molish 反应均为阳性。

3 结构鉴定

化合物：无色方晶, mp 211 ~ 213

* 收稿日期: 2001-11-23

作者简介: 赵 磊, 兰州医学院 99 级在职研究生, 现工作单位为甘肃省定西地区药品检验所

* 通讯作者

(MeOH)。FAB-MS m/z : 379[$M + Na$]⁺。 ¹HNMR (CD₃OD) δ: 3.76(3H, s, OCH₃), 4.76(1H, d, J = 7.0 Hz, H-1), 6.42(1H, d, J = 16.0 Hz, H-8), 7.03(1H, d, J = 8.3 Hz, H-5), 7.09(1H, brs, H-2), 7.19(1H, d, J = 8.3 Hz, H-6), 7.52(1H, d, J = 16.0 Hz, H-7); ¹³CNMR(DMSO- d_6): 见表 1。以上数据结合文献报道的阿魏酸碳谱数据推定该化合物为阿魏酸葡萄糖酯^[2]。

化合物：黄色结晶, mp 234 ~ 236 (MeOH)。FAB-MS m/z : 471[$M + Na$]⁺, 455[$M + Li$]⁺。 ¹HNMR(DMSO- d_6) δ: 5.51(1H, d, J = 7.2 Hz, H-1), 6.67(1H, brs, H-6), 6.99(1H, brs, H-8), 7.14(2H, d, J = 8.0 Hz, H-3, 5), 8.27(2H, d, J = 8.0 Hz, H-2, 6); ¹³CNMR: 见表 1。以上数据与文献^[3]报道的山柰酚-7- O - β -D-葡萄糖苷一致。

表 1 化合物 ~ 的¹³CNMR 谱数据

Table 1 Data of ¹³CNMR of compound -

碳序号					
1	129.8				
2	114.9	147.8	156.4	157.7	157.1
3	147.4	137.0	133.6	133.5	133.0
4	146.8	176.6	177.6	177.0	177.1
5	116.2	161.0	161.2	162.7	162.7
6	121.0	99.2	98.8	99.8	99.5
7	144.5	163.2	164.2	162.9	162.7
8	115.8	94.6	93.7	93.6	93.8
9	166.9	156.2	156.6	156.4	156.1
10		105.3	104.2	106.3	105.9
-OCH ₃	51.3				
1'	101.7	122.2	121.4	118.4	118.2
2'	73.2	130.0	115.3	131.1	131.0
3'	77.3	115.8	144.9	116.2	116.1
4'	69.8	160.0	148.5	164.1	162.7
5'	75.7	115.8	116.4	116.2	116.1
6'	60.7	130.0	121.8	131.1	131.0
1''		100.8	101.1	102.7	101.0
2''		73.9	74.2	74.5	74.3
3''		78.1	77.6	77.5	77.5
4''		70.3	70.0	70.9	70.0
5''		77.4	76.6	76.8	76.6
6''		61.4	61.1	67.0	60.9
1⊙				101.2	99.8
2⊙				69.9	73.2
3⊙				70.0	77.2
4⊙				72.3	69.7
5⊙				68.5	76.5
6⊙				17.7	60.7
1'''				100.2	
2'''				73.5	
3'''				76.8	
4'''				70.6	
5'''				76.0	
6'''				61.0	

化合物：黄色结晶, mp 178 ~ 180 (MeOH)。FAB-MS m/z : 487[$M + Na$]⁺, 471[$M + Li$]⁺。 ¹HNMR(DMSO- d_6) δ: 5.46(1H, d, J = 7.2 Hz, H-1), 6.20(1H, brs, H-6), 6.40(1H, brs, H-8), 6.84(2H, d, J = 8.4 Hz, H-5), 7.57(1H, d, J = 8.4 Hz, H-6), 7.58(1H, brs, H-2), ¹³CNMR 数据见表 1。以上数据与文献报道的槲皮素-3- O - β -D-吡喃葡萄糖苷数据一致^[4,5]。

化合物：黄色结晶, mp 210 ~ 212 (MeOH)。FAB-MS m/z : 779[$M + Na$]⁺, 763[$M + Li$]⁺。 ¹HNMR(DMSO- d_6) δ: 1.14(3H, d, J = 5.9 Hz, CH₃), 4.70(1H, brs, H-1⊙), 5.31(1H, d, J = 7.2 Hz, H-1), 5.50(1H, d, J = 7.4 Hz, H-1), 6.50(1H, brs, H-6), 6.73(1H, brs, H-8), 6.97(2H, d, J = 8.8 Hz, H-3, 5), 8.13(2H, d, J = 8.8 Hz, H-2, 6); ¹³CNMR 数据见表 1。以上数据与文献报道的山柰酚-3-芸香糖-7-葡萄糖苷数据一致^[3]。

化合物：黄色结晶, mp 202 ~ 204 (MeOH)。FAB-MS m/z : 633[$M + Na$]⁺, 617[$M + Li$]⁺。 ¹HNMR(DMSO- d_6) δ: 5.04(1H, d, J = 7.4 Hz, H-1⊙), 5.45(1H, d, J = 7.3 Hz, H-1), 6.37(1H, brs, H-6), 6.72(1H, brs, H-8), 6.77(2H, d, J = 8.4 Hz, H-3, 5), 8.02(2H, d, J = 8.4 Hz, H-2, 6); ¹³CNMR 数据见表 1。以上数据与文献报道的山柰酚-3,7-双葡萄糖苷数据一致^[6]。

致谢: 原植物由本院生药教研室马志刚副教授鉴定, 核磁共振谱、质谱由兰州大学分析测试中心测定。

References:

[1] Editorial Board of "China Herbal", State Administration of Traditional Chinese Medicine, China. *China Herbal* (中华本草) [M]. Shanghai: Shanghai Science and Technology Publisher, 1999.

[2] Information Center of Chinese Herbal Medicine, State Pharmaceutical Administration of China. *Handbook of Active Components in Plant Medicine* (植物药有效成分手册) [M]. Beijing: People's Medical Publishing House, 1986.

[3] Gong Y H. ¹³CNMR Chemical Shift of Natural Organic Compounds (天然有机化合物¹³C 核磁共振化学位移) [M]. Kunming: Yunnan Science and Technology Publishing House, 1980.

[4] Xie C, Xu L Z, Zhao B H, et al. Studies on constituents of *Lysimachia capillipes* [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2000, 31(2): 81-83.

[5] Su Y F, Liu J S, Guo D A, et al. Flavonoids from aerial parts of *Conyza blinii* [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2001, 32(6): 496-497.

[6] Wei J X, Cao S M, Liang N J, et al. Studies on the chemical constituents of bee's pollen from *Fagopyrum esculentum* [J]. *China J Chin Mater Med* (中国中药杂志), 1990, 15(5): 293-295.