

(C-29)。以上数据与文献报道一致<sup>[2,3]</sup>,故证明该化合物为24-乙基-7,22-二烯胆甾醇。

化合物Ⅲ:无色油状物,分子式 $C_{21}H_{22}O_5$ , mp 94~96 °C。ESI(+)<sup>357</sup>。<sup>1</sup>H-NMR  $\delta$ (CHCl<sub>3</sub>): 1.65 (3H, d,  $J=1.5$  Hz, 8-CH<sub>3</sub>), 3.24 (3H, s, 3'-OCH<sub>3</sub>), 3.79 (3H, s, 4'-OCH<sub>3</sub>), 3.14 (2H, m, H-7'), 5.10 (2H, m, H-9'), 5.96 (2H, s, -OCH<sub>2</sub>O-), 5.89 (2H, m, H-5', 8'), 6.13 (1H, s, H-2'), 6.94 (1H, s, H-7), 6.76 (3H, m, H-2, 5, 6); <sup>13</sup>C-NMR  $\delta$ (CHCl<sub>3</sub>): 131.3 (C-1), 109.2 (C-2), 146.2 (C-3), 147.2 (C-4), 107.9 (C-5), 122.8 (C-6), 126.9 (C-7), 132.6 (C-8), 139.6 (C-1'), 141.0 (C-2'), 79.7 (C-3'), 172.2 (C-4'), 105.6 (C-5'), 186.9 (C-6'), 32.6 (C-7'), 134.9 (C-8'), 117.0 (C-9'), 14.0 (8-CH<sub>3</sub>), 52.4 (3'-OCH<sub>3</sub>), 56.0 (4'-OCH<sub>3</sub>)。以上数据与文献报道<sup>[4]</sup>一致,故证明该化合物为futoquinol。

化合物Ⅳ:白色粉末(HPLC制备),分子式为 $C_{15}H_{10}O_5$ 。ESI(+)<sup>271</sup>。<sup>1</sup>H-NMR  $\delta$ (DMSO-d<sub>6</sub>): 6.21 (1H, d,  $J=2$  Hz, H-6), 6.37 (1H, d,  $J=2$  Hz, H-8), 7.37 (2H, d,  $J=8.5$  Hz, H-2', 6'), 6.82 (2H, d,  $J=8.5$  Hz, H-3', 5'), 8.32 (1H, s, H-2), 12.96 (1H, s, 5-OH); <sup>13</sup>C-NMR  $\delta$ (DMSO-d<sub>6</sub>): 154.1 (C-

2), 121.4 (C-3), 180.3 (C-4), 157.6 (C-5), 99.3 (C-6), 164.8 (C-7), 93.9 (C-8), 157.8 (C-9), 104.5 (C-10), 122.4 (C-1'), 130.4 (C-2', 6'), 115.3 (C-3', 5'), 162.2 (C-4')。根据以上数据确定该化合物为5,7,4'-三羟基异黄酮。

化合物Ⅴ:白色针状结晶(CHCl<sub>3</sub>),分子式 $C_{18}H_{18}O_3$ , mp 149~150 °C。<sup>1</sup>H-NMR、<sup>13</sup>C-NMR数据与文献报道<sup>[5]</sup>一致,故证明该化合物为巴豆环氧素。

#### References:

- [1] Ma Y, Han W Q, Wang Y Y. PAF antagonistic benzofuran neolignans from *Piper kadsura* [J]. *Acta Pharm Sin* (药学报), 1993, 28(5): 370-373.
- [2] Succrow W, Slopianka M, Kircher H W. The occurrence of C<sub>29</sub> sterol with different configurations at C-24 in *Cucurbita pepo* as shown by 270 MHz NMR [J]. *Phytochemistry*, 1976, 15: 1533-1535.
- [3] Akihisa T, Kinura Y, Wilhelmus C M C. Eight novel sterols from the roots of *Bryonia dioica* [J]. *Chem Pharm Bull*, 1996, 44: 1202-1207.
- [4] Takahashi S, Dgiso A. The structure of futquinol, a constituent of *Piper futokodzura* Sieb. et Zucc. [J]. *Chem Pharm Bull*, 1970, 18: 100-104.
- [5] Kupchan S M, Hemingway R J, Smith R M. Tumor inhibitors XIV crotepoixide, a novel cyclohexane diepoxide tumor inhibitor from *Croton macrostochys* [J]. *J Org Chem*, 1969, 34: 3898-3902.

## 苦竹化学成分的研究

陈 竞<sup>1</sup>, 姚 慧<sup>2</sup>, 林惠芬<sup>2</sup>, 胡昌奇, 杨 君<sup>1\*</sup>

(1. 复旦大学药学院, 上海 200032; 2. 上海家化联合股份有限公司, 上海 200082)

苦竹 *Pleiblastus amarus* (Keng) Keng f. 为禾本科竹亚科苦竹属植物, 主要分布在东亚地区, 其笋具有清热除烦、除湿、利水的功效, 主治热病烦渴、湿热黄疸、小便不利、脚气<sup>[1]</sup>, 但其药用成分方面迄今未见文献报道。为探索该植物的有效成分, 揭示其生理活性物质, 为该植物的深层次开发提供基础资料, 笔者对苦竹的笋干进行了化学成分研究。在对苦竹笋进行抗氧化活性研究时, 发现其水溶性部位表现出一定的活性, 从中分离并鉴定了5个化合物, 分别为腺苷(I)、对羟基苯乙醇(II)、对羟基苯甲醛(III)、 $\beta$ -谷甾醇(IV)、胡萝卜苷(V)。所有化合物均为首次从该植物中分得。

### 1 仪器和材料

Agilent 1100 Series LC/MSD 和 Agilent 5973 N MSD 质谱仪, Mercury Plus 400 核磁共振仪, Avatar 360 E. S. P. (Thermo Nicolet Corporation) 红外光谱仪。薄层色谱用硅胶板 GF<sub>254</sub> 及柱色谱用硅胶(300~400目)均为烟台市芝罘黄务硅胶开发试验厂产品, Sephadex LH-20 (Amersham Pharmacia Biotech), 所用溶剂均为分析纯或化学纯。苦竹及其笋干购自重庆万州区, 由复旦大学药学院潘胜利教授鉴定。

### 2 提取和分离

苦竹笋干乙醇浸膏 882 g, 3 倍量水沉, 滤过, 将

收稿日期: 2004-05-16

作者简介: 陈 竞(1979-), 男, 上海人, 复旦大学药学院硕士研究生。

\* 通讯作者 Tel: (021)54237127 Fax: (021)54237079 E-mail: yangjun@shmu.edu.cn

水溶液浓缩成适量,依次用石油醚、氯仿、醋酸乙酯及正丁醇萃取 3 次,并分别浓缩得到石油醚、氯仿、醋酸乙酯和正丁醇浸膏。正丁醇浸膏经硅胶柱色谱,氯仿-甲醇梯度洗脱得到不同组分,进一步用硅胶柱、Sephadex LH-20 等色谱方法得到单体化合物 I ~ V。

### 3 结构鉴定

化合物 I: 白色粉末, EI-MS  $m/z$ : 267  $[M^+]$ , 237, 178, 164, 148, 136, 135, 119, 108, 73, 57, 43。API-MS  $m/z$ : 268  $[M+H^+]$ , 290  $[M+Na^+]$ 。元素分析结果: C 44.4%, H 4.9%, N 2.8%, O 24.9%; 分子式为  $C_{10}H_{13}N_3O_4$ 。IR  $\nu_{max}^{KBr} \text{ cm}^{-1}$ : 3 423 ( $\nu_{NH}$ ), 1 681 ( $\nu_{C=N}$ ), 1 607 ( $\nu_{C=C}$ )。 $^1H$ -NMR ( $\delta$ , DMSO- $d_6$ ): 8.31 (1H, s, H-2), 8.11 (1H, s, H-8), 7.29 (2H, s, H<sub>2</sub>N-6), 5.86 (1H, d, H-1'), 4.59 (1H, q, H-2'), 4.13 (1H, q, H-3'), 3.95 (1H, q, H-4'), 3.66 (1H, dt, H-5'), 3.54 (1H, d, H-5'), 5.13 (1H, d, HO-3'), 5.39 (2H, d, HO-2', HO-5');  $^{13}C$ -NMR ( $\delta$ , DMSO- $d_6$ ): 151.5 (C-2), 148.2 (C-4), 118.8 (C-5), 155.3 (C-6), 139.2 (C-8), 87.5 (C-1'), 73.1 (C-2'), 70.4 (C-3'), 85.5 (C-4'), 61.5 (C-5')。经与文献报道对照确定其结构应为腺苷<sup>[2,3]</sup>。

化合物 II: 微黄色粉末, API-MS  $m/z$ : 138  $[M^+]$ , 139  $[M+H^+]$ ; IR  $\nu_{max}^{KBr} \text{ cm}^{-1}$ : 3 851 ( $\nu_{OH}$ ), 3 137 ( $\nu_{CH}$ ), 1 614, 1 518, 1 496 (苯环)。 $^1H$ -NMR ( $\delta$ ,  $CD_3OD$ ) 谱在  $\delta$  7.10 (2H, d,  $J=8.42$  Hz, H-2, H-

6),  $\delta$  6.77 (2H, d,  $J=8.42$  Hz, H-3, H-4) 表示存在一对位取代的苯环; 而  $\delta$  3.10 (2H, t) 和  $\delta$  2.85 (2H, t) 应为 2 个直接相连的亚甲基, 确定其结构为对羟基苯乙醇, 最后经与 SDBS 数据库标准图谱对照, 结果与其氢谱和碳谱数据均一致。

化合物 III: 白色针晶,  $^1H$ -NMR ( $\delta$ , Acetone- $d_6$ ): 7.80 (2H, dt,  $J=8.72, 2.03$  Hz), 7.01 (2H, dt,  $J=8.72, 2.03$  Hz), 9.85 (1H, s, CHO), 9.42 (1H, s, HO-4);  $^{13}C$ -NMR ( $\delta$ , Acetone- $d_6$ ): 189.8 (CHO), 162.8 (C-1), 132.0 (C-2, 6), 129.6 (C-4), 116.0 (C-3, 5), 经与 SDBS 数据库标准图谱对照, 与其氢谱和碳谱数据均一致, 故确定其结构为对羟基苯甲醛。

化合物 IV: 白色针晶, 其与对照品比较熔点、TLC, 结果一致, 证实为  $\beta$ -谷甾醇。

化合物 V: 白色粉末, 通过与对照品比较熔点及 TLC, 确定结构为胡萝卜苷。

### References:

- [1] Editorial Board of China Herbal, State Administration of Traditional Chinese Medicine, China. *China Herbal* (中华本草) [M]. Shanghai: Shanghai Scientific and Technical Publishers, 1999.
- [2] Yu D Q, Yang J S, Xie J X. *Handbook of Analytical Chemistry* (分析化学手册) [M]. 5th ed. Beijing: Chemical Industry Press, 1989.
- [3] Marie-Therese C, Ronald J P, David M G, et al. Carbon-13 magnetic resonance XXV. A basic set of parameters for investigation of tautomerism in purines established from carbon-13 magnetic resonance studies using certain purines and pyrrolo [2, 3-d] pyrimidines [J]. *J Am Chem Soc*, 1975, 97 (16): 4627-4636.

## 西蒙 I 号番薯毛状根化学成分的研究 (II)

袁珊琴, 赵毅民, 尤勇, 于能江

(军事医学科学院毒物药物研究所, 北京 100850)

西蒙 I 号番薯 *Ipomoea batatas* Lam. Variety Simon No. 1, 是巴西联邦国立农科大学发现的药用番薯, 20 世纪 80 年代引入我国。对多种出血性疾病及胰岛素非依赖型糖尿病有疗效, 并有提高免疫功能和抑制癌细胞作用<sup>[1,2]</sup>。应用发根农杆菌从该番薯叶片中诱生了毛状根, 并相继从中分离得到萜类、甾醇及生物碱类成分<sup>[3,4]</sup>。为进一步研究番薯毛状根中的次生代谢产物, 以寻找具有药用前景的先导化合物, 采用溶剂萃取和制备性 TLC 的方法, 从番薯毛

状根中又分得 2 个单体化合物, 鉴定为: 6-甲氧基-7-羟基香豆精 (I) 和 7-羟基香豆精 (II)。2 个化合物为从番薯毛状根中首次分得, 在番薯原植物中亦未见文献报道。

### 1 仪器与材料

熔点用 MP-53 型微量熔点仪测定; 核磁共振谱用 JNM-GX-400 型仪测定, 工作频率:  $^1H$ -NMR 400 MHz,  $^{13}C$ -NMR 100 MHz ( $CDCl_3$  及  $Me_2CO-d_6$  为溶剂, 四甲基硅为内标); 质谱测定用