

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 $\nu_{\max}^{KBr}$ cm^{-1} : 3 423 (ν_{NH}), 1 681 ($\nu_{C=N}$), 1 607 ($\nu_{C=C}$)。 1H -NMR (δ , DMSO- d_6): 8.31 (1H, s, H-2), 8.11 (1H, s, H-8), 7.29 (2H, s, H₂N-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 (δ , 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^[2,3]。

化合物 II: 微黄色粉末, API-MS m/z : 138 $[M^+]$, 139 $[M+H^+]$; IR $\nu_{\max}^{KBr}$ cm^{-1} : 3 851 (ν_{OH}), 3 137 (ν_{CH}), 1 614, 1 518, 1 496 (苯环)。 1H -NMR (δ , CD₃OD) 谱在 δ 7.10 (2H, d, $J=8.42$ Hz, H-2, H-

6), δ 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 δ 3.10 (2H, t) 和 δ 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 (δ , 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 (δ , 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 β -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^[1,2]。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^[3,4]。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 (CDCl₃ 及 Me₂CO- d_6 为溶剂, 四甲基硅为内标); 质谱测定用

MAT-711型质谱仪测定;薄层色谱用硅胶为青岛海洋化工厂出品。

2 提取和分离

番薯毛状根冷冻干燥后粉碎成细粉,以95%乙醇热提并浓缩成浸膏。所得醇提取物依次以石油醚、醋酸乙酯、无水乙醇及70%乙醇萃取得到多个部位。将醋酸乙酯提取部位采用制备性TLC分离,以环己烷-醋酸乙酯(1:2)为展开剂,按紫外灯显示的暗带将板层切割成6个部位,取第4部位再进行制备性TLC分离,以醋酸乙酯-甲醇-氨水(8.5:1.5:1)为展开剂,得到2个单体(I和II),经氯仿-丙酮反复重结晶,分别得化合物I和II。

3 结构鉴定

化合物I:白色针状结晶,分子式 $C_{10}H_8O_4$, mp 202~204℃。HREI-MS m/z (%):192.042 0(M^+ , 100, 计算值:192.042 3), 177(56, $M-15$), 164(19, $M-28$), 149(47, $M-15-28$), 121(15, $M-15-2\times 28$), 79(15), 69(12)。 1H -NMR($CDCl_3$) δ :7.60(1H, d, $J=9.32$ Hz, H-4), 6.92(1H, s, H-5), 6.85(1H, s, H-8), 6.27(1H, d, $J=9.56$ Hz, H-3), 6.15(1H, br. s, 7-OH), 3.96(3H, s, 6- CH_3O)。 ^{13}C -NMR($CDCl_3$) δ :161.46(C-2), 150.21(C-9), 149.64(C-7), 143.96(C-6), 143.32(C-4), 113.39(C-5), 111.47(C-10), 107.42(C-3), 103.15(C-8), 56.39(6- CH_3)。以上光谱数据与文献报道的6-甲氧基-7-羟基香豆精相符^[5,6]。

化合物II:白色针状结晶,分子式 $C_9H_6O_3$, mp 231~233℃。HREI-MS m/z (%):162.032 0(M^+ , 100, 计算值:162.031 7), 134(82, $M-28$), 105(18,

$M-57$), 97(11), 81(12), 78(16), 71(20), 69(17)。 1H -NMR(Me_2CO-d_6) δ :9.48(1H, s, 7-OH), 7.87(1H, d, $J=9.56$ Hz, H-4), 7.52(1H, d, $J=8.56$ Hz, H-5), 6.84(1H, dd, $J=8.56, 2.24$ Hz, H-6), 6.75(1H, d, $J=2.52$ Hz, H-8), 6.17(1H, d, $J=9.56$ Hz, H-3)。 ^{13}C -NMR(Me_2CO-d_6) δ :162.03(C-7), 161.05(C-2), 157.00(C-9), 144.73(C-4), 130.47(C-5), 113.78(C-6), 112.95(C-10), 112.85(C-3), 103.31(C-8)。以上光谱数据与文献报道的7-羟基香豆精^[5,6]相符。

致谢:西蒙I号番薯原植物由山东师范大学生物系张慧娟教授惠赠;番薯毛状根由本室尤勇等培养;质谱、核磁由本院仪器中心代测。

References:

- [1] Xiang R D, Ding J H, Han Y, *et al.* Studies on the chemical constituents of sweet potato introduced from Brazilian [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 1994, 25(4): 179-181.
- [2] Xu J H, Chen Y Q, Wu G T, *et al.* An experimental study on the anti-cancer effects of stems and leaves of sweet potato Simon I [J]. *J Fujian Med Univ* (福建医科大学学报), 1997, 21(1): 20-22.
- [3] Yuan S Q, You Y, Zhou Y H, *et al.* Studies on the chemical constituents of the hairy roots of *Ipomoea batatas* Lam. [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2001, 32(Suppl): 30-31.
- [4] Yuan S Q, Zhao Y M, You Y. Studies on the alkaloids of the hairy roots of *Ipomoea batatas* Lam. [J]. *Acta Pharm Sin* (药学报), 2004, 39(10): 818-820.
- [5] Yu D Q, Yang J S. *Handbook of Analytical Chemistry—Analysis of NMR Spectrum* (分析化学手册·核磁共振谱分析) [M]. Vol VI. Beijing: Chemical Industry Press, 1999.
- [6] Cong P Z, Li S Y. *Mass Spectroscopy of Organic Natural Products* [M]. Beijing: China Medico-Pharmaceutical Science and Technology Publishing House, 2003.

山蜡梅叶的化学成分研究(I)

肖炳坤¹, 刘耀明², 冯淑香³, 黄荣清¹, 骆传环¹, 董俊兴¹

(1. 军事医学科学院放射医学研究所, 北京 100850; 2. 江中制药集团, 江西 南昌 330006;

3. 江西中医学院, 江西 南昌 330006)

山蜡梅 *Chimonanthus nitens* Oliv. 为我国特有的蜡梅科蜡梅属植物, 药用部位为其干燥叶, 主要分布于江西德兴大茅山区、婺源怀玉山区及安徽徽州

山区齐云山一带, 为山坡、路旁、溪边、疏林中的野生品, 具有解表祛风、清热解毒之功效^[1]。当地民间称之为香风茶(安徽)、毛山茶(江西婺源), 习惯用叶泡

收稿日期: 2004-05-03

作者简介: 肖炳坤(1973—), 男, 江西高安人, 中药化学硕士, 助研, 从事天然产物活性成分研究。

Tel: (010)66931341 E-mail: xiaobk@sohu.com