

如表 1 所示。波谱数据与文献报道一致^[4], 鉴定该化合物为槲皮素-3-O-β-D-葡萄糖苷。

化合物 X: 黄色粉末, mp 172 ~ 174 °C; ¹H-NMR (300 MHz, DMSO-d₆) δ: 6.18 (1H, s, H-6), 6.38 (1H, s, H-8), 6.88 (1H, d, J=8.4 Hz, H-5'), 7.25 (2H, d, J=8.4 Hz, H-6'), 7.30 (1H, s, H-2'), 5.25 (1H, s, H-1''); ¹³C-NMR 数据如表 1 所示。波谱数据与文献报道^[4]一致, 鉴定该化合物为槲皮素-3-O-α-鼠李糖苷。

References:

- [1] Xie X M. *Achnatherum splendens*-treasure of salina [J]. *J Bot* (植物杂志), 1995, 3: 19.
- [2] Yang X W, Jiang Y M, Li S H, et al. A new flavonol glucoside from aerial parts of *Manapant alhagi* [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 1996, 27(12): 707-711.
- [3] Jia L Y, Sun Q S, Huang S W. Isolation and identification of flavonoids from *Chrysanthemum morifolium* Ramat [J]. *Chin J Med Chem* (中国药物化学杂志), 2003, 53(6): 159-161.
- [4] Yin F, Hu L H, Lou F C. Chemical studies on the herb of *Ocimum basilicum* L. [J]. *Chin J Nat Med* (中国天然药物), 2004, 2(1): 20-24.
- [5] Chi J D, Su L C. A flavonol glucoside from the leaves of *Ginkgo biloba* L. [J]. *China J Chin Mater Med* (中国中药杂志), 1998, 23(4): 233-234.

软骨凹顶藻中的甾醇化合物

徐石海, 杨晓燕, 郭书好, 廖小建

(暨南大学 化学系, 广东 广州 510632)

凹顶藻属于红藻中的松节藻科, 近年来从凹顶藻发现了许多具有较好生理活性且结构新颖的化合物, 部分具有极高的药理学研究价值。软骨凹顶藻 *Laurencia cartilaginea* 是凹顶藻家族中的一种, 国内外部分学者对其进行过研究, 发现了一些活性化合物^[1,2]。由于地理位置和气候差异, 会影响海洋生物代谢产物。因此, 本研究对 2001 年 5 月采自中国南海西沙群岛的软骨凹顶藻的化学成分进行了研究, 从中分离得到 5α, 8α-环二氧麦角甾-6, 22-二烯-3β-醇(I)、胆甾-4-烯-3β, 6β-二醇(II)和豆甾-5, 22-二烯-3-O-β-D-吡喃葡萄糖苷(III)等 3 种甾醇单体化合物, 3 种甾醇均为首次从软骨凹顶藻中分离鉴定, 此研究进一步证实同种物质的代谢产物与地理位置有一定的关系。

1 仪器试剂

5-X 国产显微熔点仪(温度计未校正); A-VANCE-500 型核磁共振仪(德国 Bruker 公司, 内标 TMS); ZAB-MS 质谱仪(英国 VG 公司); HP5989A 质谱仪(美国 HP 公司); 色谱用硅胶(160~200 目, 200~300 目)和 TLC 用 GF₂₅₄ 硅胶板均为青岛海洋化工有限公司生产; 反相硅胶(Cosmosil 75 C21820 PN)为 Nacalai Tesque 公司产品, 反相硅胶板 RP₂₁₈ F₂₅₄ 为 Merck 公司生产。所用试剂

均为广州化学试剂厂产品。

2 提取与分离

将 2.75 kg 湿样品用 95% 工业酒精室温浸泡提取(15 d×4), 合并浸提液, 减压浓缩, 得深褐色浸膏。将浸膏悬浮于 700 mL 蒸馏水中, 以等体积的醋酸乙酯多次萃取, 合并萃取液减压浓缩得醋酸乙酯相 14 g。然后进行硅胶柱色谱, 以醋酸乙酯-石油醚为洗脱剂, 进行梯度洗脱, 分别从 20% 的醋酸乙酯-石油醚洗脱得到固体 A, 35% 的醋酸乙酯-石油醚洗脱得到固体 B, 60% 的醋酸乙酯-石油醚洗脱得到固体 C。固体 A、B、C 再反复经正、反相硅胶柱色谱得到单体化合物 I~III。

3 结构鉴定

化合物 I: 白色针状固体, mp 166~169 °C, 分子式为 C₂₈H₄₄O₃。EI-MS (*m/z*): 428 (M⁺), 410, 396, 337, 303, 301, 285, 253; ¹H-NMR (CD₃COCD₃) δ: 6.50 (1H, d, J=8.5 Hz, H-7), 6.25 (1H, d, J=8.5 Hz, H-6), 5.26 (2H, m, H-22/23), 3.77 (1H, m, H-3), 1.04 (3H, d, J=7.0 Hz), 0.94 (3H, d, J=7.0 Hz), 0.91 (3H, d, J=7.0 Hz), 0.89 (3H, s), 0.86 (3H, s), 0.85 (3H, d, J=1.5 Hz); ¹³C-NMR (CD₃COCD₃) δ: 35.4 (C-1), 30.6 (C-2), 65.9 (C-3), 37.5 (C-4), 82.3 (C-5), 136.3 (C-6), 130.9 (C-7),

收稿日期: 2005-10-08

基金项目: 国家“863”基金(2004AA628030); 广东省自然科学基金(39120); 广东省科学计划项目(2004B30101011)

作者简介: 徐石海(1967-), 男, 湖南隆回人, 教授, 博士生导师, 一直从事海洋药物化学的研究工作, 发表论文 70 余篇。

Tel: (020)85228856 Fax: (020)85221346 E-mail: txush@jnu.edu.cn

79.3(C-8), 52.2(C-9), 37.5(C-10), 23.7(C-11), 40.0(C-12), 44.9(C-13), 52.4(C-14), 21.0(C-15), 29.1(C-16), 56.8(C-17), 18.2(C-18), 13.1(C-19), 40.3(C-20), 21.0(C-21), 136.2(C-22), 132.6(C-23), 43.4(C-24), 33.6(C-25), 20.0(C-26), 19.7(C-27), 17.8(C-28)。以上数据与文献报道一致^[3], 因此该化合物鉴定为5 α , 8 α -环二氧麦角甾-6, 22-二烯-3 β -醇。

化合物 I: 无色针状固体, mp 222.5~225 °C, 分子式为C₂₇H₄₆O₂。EI-MS (m/z): 402, 384, 369, 366, 271, 247, 229, 211, 197, 175, 161, 135, 105, 95, 55; ¹H-NMR (500 Hz, C₅D₅N) δ : 5.54 (1H, brs), 4.22 (1H, brs), 4.18 (1H, m), 1.54 (1H, s), 0.99 (3H, d, $J=6.4$ Hz), 0.89 (6H, d, $J=6.6$ Hz), 0.73 (3H, s); ¹³C-NMR (500 Hz, C₅D₅N) δ : 147.2 (s, C-5), 129.9 (d, C-4), 73.8 (d, C-6), 67.6 (d, C-3), 56.6 (d, C-17), 56.6 (d, C-14), 55.1 (d, C-9), 42.9 (s, C-13), 40.8 (t, C-16), 40.3 (t, C-24), 39.8 (t, C-1), 37.7 (t, C-22), 37.4 (s, C-10), 36.5 (t, C-8), 36.1 (d, C-20), 31.0 (d, C-12), 30.2 (t, C-2), 28.5 (t, C-7), 28.2 (d, C-25), 24.6 (t, C-23), 24.2 (t, C-15), 22.9 (q, C-27), 22.7 (q, C-26), 21.7 (q, C-19), 21.4 (t, C-11), 19.0 (q, C-21), 12.2 (q, C-18)。查阅相关文献, 此数据与胆甾-4-烯-3 β , 6 β -二醇的光谱数据一致^[4]。

化合物 II: 白色粉末, mp 202.5~204.9 °C, 分子式为C₃₅H₅₈O₆。FAB-MS (m/z): 597 ([M + Na]⁺); ¹H-NMR (500 Hz, C₅D₅N) δ : 5.37 (1H,

brs), 5.27 (1H, m), 5.07 (1H, d, $J=7.7$ Hz), 3.97~4.56 (7H, m), 1.09 (3H, s), 1.01 (3H, d), 0.96 (3H, d), 0.91 (3H, d), 0.89 (3H, d), 0.69 (3H, d); ¹³C-NMR (500 Hz, C₅D₅N) δ : 141.0 (s, C-5), 136.6 (d, C-22), 132.1 (d, C-23), 121.7 (d, C-6), 102.6 (d, C-1'), 78.6 (d, C-3'), 78.4 (d, C-5'), 78.2 (d, C-3), 75.3 (d, C-2'), 71.8 (d, C-4'), 63.0 (t, C-6'), 56.9 (d, C-14), 56.2 (d, C-17), 50.4 (d, C-9), 46.2 (d, C-24), 43.3 (d, C-25), 42.5 (s, C-13), 40.0 (t, C-12), 39.4 (t, C-4), 37.5 (t, C-1), 37.0 (s, C-10), 36.4 (d, C-20), 34.3 (t, C-2), 32.2 (t, C-7), 32.1 (d, C-8), 28.5 (t, C-16), 24.5 (t, C-15), 23.5 (t, C-28), 21.3 (t, C-11), 19.9 (q, C-26), 19.8 (q, C-19), 19.4 (q, C-27), 19.0 (q, C-21), 12.2 (q, C-18), 12.0 (q, C-29)。此数据与文献报道的豆甾-5, 22-二烯-3-O- β -D-吡喃葡萄糖苷一致^[5]。

References:

- [1] Lu Y, Lu D, Zheng Q T, et al. Crystal structure determination of caulerpin [J]. *China J Struct Chem* (结构化学), 1994, 13(6): 471-476.
- [2] Juangdan E G, Kalidindi R, Scheuer P. Two new chamigranes from an Hawaiian red alga, *Laurencia cartilagine* [J]. *Tetrahedron*, 1997, 53(4): 521-528.
- [3] Kazufumi T, Masami I. 5 α , 8 α -Epidioxysterol sulfate from a diatom *Odontella aurita* [J]. *Phytochemistry*, 2002, 61(2): 359-360.
- [4] Wahidulla S D, Souza L, Govender M. Lipid constituents of the red alga *Azocotophora spicifera* [J]. *Phytochemistry*, 1998, 48(7): 1203-1206.
- [5] Liu X K, Li W. Chemical constituents from maqianzi *Strychnos nux-vomica* [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 1998, 29(7): 435-438.

通城移植毛喉鞘蕊花的化学成分研究

李水清, 杨巧容, 王小明, 邹国安, 刘焱文*

(湖北中医学院 中药资源与中药化学省级重点实验室, 湖北 武汉 430061)

毛喉鞘蕊花 *Coleus forskohlii* Briq. 系唇形科鞘蕊花属植物, 是印度和我国云南民间治疗咳嗽、哮喘等疾病的草药。现代药理研究表明, 该植物对支气管哮喘、充血性心力衰竭、肿瘤转移、青光眼等具有良好作用^[1]。毛喉鞘蕊花主产印度, 1989 年我国植物学家

在云南省发现毛喉鞘蕊花, 界定为稀有植物。湖北福人药业股份有限公司为扩大该药用植物资源, 将毛喉鞘蕊花移植到湖北省通城县, 实施 GAP 种植。本研究对通城移植的毛喉鞘蕊花的化学成分进行了研究, 从中分离得到 6 个单体成分, 分别鉴定为 1, 6-二乙

收稿日期: 2005-09-22

作者简介: 李水清 (1963—), 男, 副主任药师, 在读博士, 从事中药活性成分的研究。 Tel: (027) 61218668

* 通讯作者 刘焱文 Tel: (027) 88920834 Fax: (027) 88920834 E-mail: ywliu913@sina.com