

365 nm 有淡蓝色荧光。¹H-NMR(400 MHz,DMSO-*d*₆)谱 δ 6.67(1H,d, $J=8.4$ Hz,H-5),7.24(1H,dd, $J=8.4,1.5$ Hz,H-6),7.39(1H,d, $J=1.5$ Hz,H-2)。¹³C-NMR(100 MHz,DMSO-*d*₆)谱 δ 167.2(C-7),148.3(C-4),144.6(C-3),121.3(C-6),121.3(C-1),117.5(C-2),114.8(C-5)。根据取代基对苯环质子、苯环上各碳化学位移值的影响,利用公式 $\delta=7.26+\sum Z_i$, $\delta=128.5+\sum Z_i$,计算各化合物中芳香氢质子、芳香碳的化学位移值,与实测值进行对照;确定化合物的结构为原儿茶酸。

参考文献:

- [1] 侯宽昭. 中国种子植物科属词典[M]. 第2版. 北京: 科学出版社, 1982.
- [2] 中国药材公司. 中国中药资源志要[M]. 北京: 科学出版社, 1994.
- [3] 朱华旭, 闵知大. 假麦包叶化学成分研究[J]. 中草药, 2004, 35(11): 1220-1221.
- [4] 朱华旭, 闵知大. 假麦包叶化学成分研究(I)[J]. 中草药, 2005, 36(12): 30-31.
- [5] Khac D D, Sung T, Campos A M, et al. Ellagic compounds from *Diplopanax stachyanthus* [J]. *Phytochemistry*, 1990, 29Z(1): 251-256.
- [6] Sato T. Comparative spectroscopic characterization of synthesized isomers of di-O-methylated ellagic acids [J]. *Phytochem Anal*, 1991, 2: 271-273.
- [7] Edwin H W, Yazaki Y. Properties of some methylellagic acids and their glycosides [J]. *Phytochemistry*, 1973, 12: 2963-2968.
- [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.
- [9] Castaneda P, Bahena A, Garcia E, et al. Secondary metabolites from the stem bark of *Celaenodendron mexicanum* [J]. *J Nat Prod*, 1993, 56(9): 1575-1579.
- [10] Gunasekera S P, Cordell G A, Farnsworth N R. Constituents of *Nealchornea yapurenis* (Euphorbiaceae) [J]. *J Nat Prod*, 1980, 43(2): 285-288.
- [11] 于德泉, 杨峻山. 分析化学手册——核磁共振谱分析[M]. 北京: 化学工业出版社, 2002.

生姜化学成分的研究

宣伟东, 卞俊, 袁兵, 钱晓蓉, 李文辉, 熊智

(解放军411医院 南京军区药理学专科中心, 上海 200434)

摘要:目的 研究生姜 *Zingiber officinale* 的化学成分。方法 采用乙醇提取、硅胶柱色谱、凝胶柱色谱进行分离和纯化, 单体化合物用波谱分析进行结构鉴定。结果 从醋酸乙酯部位分离得到12个化合物, 鉴定为三十一烷醇(I)、正二十四烷酸(II)、 β -谷甾醇(III)、1-羟基-7-甲氧基吡啶(N)、优吡啶(V)、1,6-二羟基吡啶(VI)、8-姜酚(VII)、6-姜酚(VIII)、6-姜烯酚(IX)、1-去氢姜辣二酮(X)、3,5-二酮-1,7-二-(3-甲氧基-4-羟基)苯基庚烷(XI)、(3S,5S)-3,5-二羟基-1-(4-羟基-3-甲氧基苯基)癸烷(XII)。结论 化合物I~VI为首次从该植物中分离得到, 化合物N~VI为首次分离得到的吡啶类化合物。

关键词: 生姜; 吡啶类; 姜辣素

中图分类号: R284.1

文献标识码: A

文章编号: 0253-2670(2008)11-1616-04

生姜是姜科姜属植物姜 *Zingiber officinale* Rosc. 的根茎, 是一种广泛应用的药食两用植物。药用生姜是姜的新鲜根茎, 亦即鲜姜。味辛, 性微温, 归肺、脾、胃经, 解表散寒, 温中止呕, 化痰止咳。主治风寒感冒、胃寒呕吐、寒痰咳嗽。生姜具有提高消化酶活性、保护胃黏膜细胞、抑制血小板凝聚、降血脂、抗肿瘤、抗运动病、消除自由基、抗氧化、防腐抑菌等多方面生物活性。生姜的化学成分主要为挥发油、姜辣素和二苯基庚烷3大类成分。笔者从该植物的醋酸乙酯提取物中分离得到12个成分, 经波谱分析鉴定了其化学结构, 分别为: 三十一烷醇(I)、正二十四烷酸(II)、 β -谷甾醇(III)、1-羟基-7-甲氧基吡啶

(N)、优吡啶(V)、1,6-二羟基吡啶(VI)、8-姜酚(VII)、6-姜酚(VIII)、6-姜烯酚(IX)、1-去氢姜辣二酮(X)、3,5-二酮-1,7-二-(3-甲氧基-4-羟基)苯基庚烷(XI)、(3S,5S)-3,5-二羟基-1-(4-羟基-3-甲氧基苯基)癸烷(XII)。其中, 化合物I~VI为首次从该植物中分离得到, 化合物N~VI为首次分离得到的吡啶类化合物。

1 仪器与试剂

熔点用RY-2熔点测定仪测定; NMR用Bruker DRX-400核磁共振仪测定(TMS为内标); IR用Bruker Vector 22红外光谱仪测定; EI-MS用Varian MAT-212质谱仪测定; Sephadex

收稿日期: 2008-04-15

作者简介: 宣伟东(1971-), 男, 浙江诸暨人, 博士, 解放军第411医院副主任药师。 Tel/Fax: (021)65280289

E-mail: wdxuan@hotmail.com

LH-20 凝胶为 Pharmacia 公司产品;柱色谱硅胶(200~300 目)、薄层色谱硅胶(40 μm)、HSGF₂₅₄ 高效薄层色谱板均为烟台芝罘黄务硅胶开发试验厂生产,所用试剂均为分析纯。生姜新鲜根茎采集自山东郯城地区。

2 提取和分离

鲜姜 2.0 kg 洗净,粉碎后用 80% 乙醇加热回流提取 3 次,每次 2 h。提取液减压回收乙醇,残渣加蒸馏水 1 L,混悬。依次用石油醚、醋酸乙酯、正丁醇进行萃取,得石油醚提取物 10 g、醋酸乙酯提取物 18 g、正丁醇提取物 24 g。醋酸乙酯提取物经硅胶色谱柱分离,石油醚-醋酸乙酯梯度洗脱,Sephadex LH-20 凝胶柱纯化,分别得到化合物 I (120 mg)、II (200 mg)、III (86 mg)、IV (42 mg)、V (360 mg)、VI (152 mg)、VII (800 mg)、VIII (2.4 g)、IX (66 mg)、X (38 mg)、XI (135 mg)、XII (26 mg)。

3 结构鉴定

化合物 I: 白色粉末 (EtOAc)。mp 106~108 $^{\circ}\text{C}$ 。IR $\nu_{\text{max}}^{\text{KBr}}$ (cm^{-1}): 3 318, 2 960, 2 915, 1 465, 1 137, 717。EI-MS m/z (%): 452 (M^+), 407, 379, 309, 267, 225, 181, 139, 97, 57 (100)。 $^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3 , 400 MHz) δ : 3.58 (2H, t, $J=6.8$ Hz, H-1), 1.48 (2H, m, H-2), 1.18 (56H, m), 0.82 (3H, t, $J=6.4$ Hz, H-31)。 $^{13}\text{C-NMR}$ (CDCl_3 , 125 MHz) δ : 63.09 (C-1), 32.82 (C-2), 31.91 (C-3), 29.68~29.42 (24C), 29.34 (C-28), 25.73 (C-29), 22.66 (C-30), 14.07 (C-31)。以上光谱数据与文献报道^[1]一致,推断化合物 I 为三十一烷醇。

化合物 II: 白色腊状粉末 (EtOAc), mp 86~87 $^{\circ}\text{C}$ 。EI-MS m/z (%): 368 (M^+), 325, 311, 297, 241, 185, 129, 73 (100)。IR $\nu_{\text{max}}^{\text{KBr}}$ (cm^{-1}): 2 920, 1 705。 $^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3 , 400 MHz) δ : 2.54 (2H, t, $J=7.6$ Hz, H-2), 1.61 (2H, m, H-2), 1.22 (38H, m), 0.86 (3H, t, $J=7.2$ Hz, H-24)。 $^{13}\text{C-NMR}$ (CDCl_3 , 125 MHz) δ : 178.57 (C-1), 33.88 (C-2), 24.74 (C-3), 29.69 (13C), 29.59 (C-19), 29.43 (C-20), 29.35 (C-19), 29.23 (C-20), 29.09 (C-21), 31.92 (C-22), 22.36 (C-23), 14.06 (C-24)。据以上光谱数据,推断化合物 II 为正二十四烷醇。

化合物 III: 无色针状结晶 (EtOAc), mp 140~142 $^{\circ}\text{C}$ 。EI-MS 给出分子离子峰: 414 (M^+ , 100)。IR $\nu_{\text{max}}^{\text{KBr}}$ (cm^{-1}): 3 430, 2 950, 1 640, 1 380, 950, 795。化合物 III 的 EI-MS, IR, Rf 值与 β -谷甾醇对照品一致,混合后熔点不下降,确定为 β -谷甾醇。

化合物 IV: 黄色针晶 (MeOH), mp 127~128 $^{\circ}\text{C}$ 。 $^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3 , 400 MHz) δ : 6.77 (1H, d, $J=8.4$ Hz, H-2), 7.53 (1H, t, $J=8.4$ Hz, H-3), 6.91 (1H, d, $J=8.4$ Hz, H-4), 7.40 (1H, d, $J=9.2$ Hz, H-5), 7.38 (1H, d, $J=9.2$ Hz, H-6), 7.61 (1H, d, $J=3.2$ Hz, H-8)。 $^{13}\text{C-NMR}$ (CDCl_3 , 125 MHz) δ : 161.81 (C-1), 105.14 (C-2), 136.56 (C-3), 106.96 (C-4), 125.69 (C-5), 119.29 (C-6), 151.09 (C-7), 110.08 (C-8), 182.09 (C-9), 156.35 (C-4a), 156.14 (C-10a), 120.85 (C-8a), 108.69 (C-9a), 55.94 (-OCH₃)。以上光谱数据与文献报道^[2]一致,鉴定化合物 IV 为 1-羟基-7-甲氧基卅酮。

化合物 V: 浅绿色针晶 (MeOH), mp 139~140 $^{\circ}\text{C}$ 。 $^1\text{H-NMR}$ (MeOH- d_4 , 400 MHz) δ : 6.72 (1H, d, $J=8.4$ Hz, H-2), 7.61 (1H, t, $J=8.4$ Hz, H-3), 6.93 (1H, d, $J=8.4$ Hz, H-4), 7.40 (1H, d, $J=2.8$ Hz, H-5), 7.30 (1H, q, $J=9.2$ Hz, H-6)。 $^{13}\text{C-NMR}$ (MeOH- d_4 , 125 MHz) δ : 161.51 (C-1), 106.69 (C-2), 136.45 (C-3), 107.94 (C-4), 120.82 (C-5), 118.83 (C-6), 150.13 (C-7), 109.28 (C-8), 182.12 (C-9), 156.49 (C-4a), 154.13 (C-10), 120.82 (C-8a), 108.11 (C-9a)。以上光谱数据与文献报道^[3]一致,确定化合物 V 为优卅酮。

化合物 VI: 黄色针晶 (MeOH), mp 315 $^{\circ}\text{C}$ 。 $^1\text{H-NMR}$ (MeOH- d_4 , 400 MHz) δ : 6.72 (1H, d, $J=8.4$ Hz, H-2), 7.61 (1H, t, $J=8.4$ Hz, H-3), 6.91 (1H, d, $J=8.4$ Hz, H-4), 7.49 (1H, d, $J=2.8$ Hz, H-5), 7.39 (1H, q, $J=9.2$ Hz, H-7)。 $^{13}\text{C-NMR}$ (MeOH- d_4 , 125 MHz) δ : 161.50 (C-1), 106.68 (C-2), 136.44 (C-3), 107.93 (C-4), 120.81 (C-5), 150.12 (C-6), 118.82 (C-7), 109.27 (C-8), 182.11 (C-9), 156.48 (C-4a), 154.12 (C-10a), 120.81 (C-8a), 108.10 (C-9a)。以上光谱数据与文献报道^[4]一致,鉴定化合物 VI 为 1,6-二羟基卅酮。

化合物 VII: 浅黄色固体, mp 32~35 $^{\circ}\text{C}$ 。EI-MS m/z (%): 322 (M^+), 308, 276, 194, 150, 137 (100), 122, 91。 $^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3 , 400 MHz) δ : 7.10 (1H, d, $J=8.8$ Hz, H-5'), 6.75 (1H, s, H-2'), 6.69 (1H, d, $J=8.8$ Hz, H-6'), 4.29 (1H, m, H-8), 3.89 (3H, s, H-OCH₃), 2.76 (2H, dd, $J=7.2, 4.4$ Hz, H-11), 2.75 (2H, dd, $J=7.2, 4.4$ Hz, H-12), 2.55 (2H, m, H-9), 1.59~1.40 (12H, m), 0.78 (3H, t, $J=7.2$ Hz, H-1)。 $^{13}\text{C-NMR}$ (CDCl_3 , 125 MHz) δ : 13.95 (C-1), 22.47 (C-2), 28.97 (C-3), 25.80 (C-4), 29.05

(C-5), 29.41 (C-6), 36.33 (C-7), 67.56 (C-8), 49.18 (C-9), 211.31 (C-10), 45.23 (C-11), 31.71 (C-12), 132.42 (C-1'), 110.94 (C-2'), 146.40 (C-3'), 143.85 (C-4'), 114.40 (C-5'), 120.51 (C-6'), 55.64 (C-OCH₃)。以上数据与文献报道^[5]一致,故确定化合物Ⅵ为8-姜酚。

化合物Ⅶ:无色油状物。EI-MS m/z (%):294 (M^+), 276, 194, 150, 137 (100), 122。¹H-NMR (CDCl₃, 400 MHz) δ : 7.10 (1H, d, $J=8.8$ Hz, H-5'), 6.96 (1H, s, H-2'), 6.70 (1H, d, $J=8.8$ Hz, H-6'), 3.90 (1H, m, H-6), 3.85 (3H, s, H-OCH₃), 2.94 (2H, dd, $J=7.2, 4.4$ Hz, H-9), 2.85 (2H, dd, $J=7.2, 4.4$ Hz, H-10), 2.56 (2H, m, H-7), 1.78~1.52 (8H, m), 0.71 (3H, t, $J=7.2$ Hz, H-1)。¹³C-NMR (CDCl₃, 125 MHz) δ : 13.80 (C-1), 22.37 (C-2), 29.02 (C-3), 24.93 (C-4), 36.36 (C-5), 67.58 (C-6), 49.24 (C-7), 211.24 (C-8), 45.16 (C-9), 31.52 (C-10), 132.43 (C-1'), 111.13 (C-2'), 146.55 (C-3'), 143.88 (C-4'), 114.53 (C-5'), 120.50 (C-6'), 55.64 (C-OCH₃)。以上数据与文献报道^[5]一致,故确定化合物Ⅶ为6-姜酚。

化合物Ⅷ:黄色粉末。EI-MS m/z (%):276 (M^+), 205, 151, 137 (100)。¹H-NMR (CDCl₃, 400 MHz) δ : 6.81 (1H, d, $J=8.0$ Hz, H-5'), 6.80 (1H, d, $J=16.0$ Hz, H-6), 6.68 (1H, d, $J=1.6$ Hz, H-2'), 6.64 (1H, dd, $J=1.6, 8.0$ Hz, H-6'), 6.05 (1H, d, $J=16.0$ Hz, H-7), 3.90 (3H, s, 3'-OMe), 2.81 (4H, m, CH₂×2), 2.17 (2H, m, H-10), 0.82 (3H, t, $J=7.0$ Hz, H-1)。¹³C-NMR (CDCl₃, 125 MHz) δ : 199.82 (C-8), 147.85 (C-6), 146.41 (C-3'), 143.92 (C-4'), 133.24 (C-1'), 130.31 (C-7), 120.88 (C-6'), 114.28 (C-5'), 111.13 (C-2'), 55.63 (C-OCH₃), 42.0 (C-9), 32.4 (C-4), 31.1 (C-10), 29.81 (C-3), 27.74 (C-5), 22.43 (C-2), 13.86 (C-1)。以上数据与文献报道^[6]一致,故确定化合物Ⅷ为6-姜烯酚。

化合物Ⅸ:黄色粉末。EI-MS m/z (%):290 (M^+), 272, 247, 234, 219, 201, 191, 177 (100)。¹H-NMR (CDCl₃, 400 MHz) δ : 7.51 (1H, d, $J=16.0$ Hz, H-1), 7.05 (1H, dd, $J=1.6, 8.0$ Hz, H-6'), 7.03 (1H, d, $J=1.6$ Hz, H-2'), 6.95 (1H, d, $J=8.0$ Hz, H-5'), 6.28 (1H, d, $J=16.0$ Hz, H-2), 5.65 (1H, s, H-4), 3.91 (3H, s, 3'-OMe), 2.36 (2H, t, $J=8.0$ Hz, H-6), 1.63 (2H, m, H-7), 1.30 (4H, m, H-8, 9), 0.91 (3H, t, $J=7.0$ Hz, H-10)。以上数据与

文献报道^[7]1-去氢姜辣二酮一致。

化合物Ⅹ:黄色粉末。EI-MS m/z (%):372 (M^+), 150, 137 (100)。¹H-NMR (CDCl₃, 400 MHz) δ : 6.80 (2H, d, $J=8.0$ Hz, H-5', 5''), 6.64 (2H, dd, $J=8.0, 2.0$ Hz, H-6', 6''), 6.60 (2H, d, $J=2.0$ Hz, H-2', 2''), 3.88 (6H, s, 3', 3''-OMe), 2.82 (4H, t, $J=8.0$ Hz, H-1, 7), 2.70 (4H, t, $J=8.0$ Hz, H-2, 6)。¹³C-NMR (CDCl₃, 125 MHz) δ : 193.22 (C-3), 146.44 (C-3', 3''), 143.86 (C-4', 4''), 132.45 (C-1', 1''), 120.71 (C-6', 6''), 114.32 (C-5', 5''), 110.88 (C-2', 2''), 55.86 (C-3', 3''-OMe), 43.43 (C-4), 40.25 (C-1, 7), 31.27 (C-2, 6)。以上数据和文献报道^[8]的数据一致,鉴定化合物Ⅹ为3,5-二酮-1,7-二-(3-甲氧基-4-羟基)苯基庚烷。

化合物Ⅺ:无色油状物。EI-MS m/z (%):296 (M^+), 137 (100), 122。¹H-NMR (CDCl₃, 400 MHz) δ : 6.76 (1H, d, $J=1.8$ Hz, H-2'), 6.68 (1H, d, $J=8.0$ Hz, H-5'), 6.62 (1H, dd, $J=8.0, 1.8$ Hz, H-6'), 3.77~3.82 (5H, m, H-3, 5, 3'-OMe), 2.61 (2H, m, H-1), 1.70 (2H, m, H-2), 1.56 (2H, m, H-4), 1.49 (2H, m, H-6), 1.31~1.43 (6H, m, H-7, 8, 9), 0.90 (3H, t, $J=7.0$ Hz, H-10)。¹³C-NMR (CDCl₃, 125 MHz) δ : 31.91 (C-1), 39.33 (C-2), 68.81 (C-3), 42.35 (C-4), 69.50 (C-5), 37.47 (C-6), 25.44 (C-7), 31.85 (C-8), 22.66 (C-9), 14.09 (C-10), 133.92 (C-1'), 110.90 (C-2'), 146.45 (C-3'), 143.62 (C-4'), 114.34 (C-5'), 120.79 (C-6'), 55.89 (C-3'-OMe)。以上数据和文献报道^[9]的(3S, 5S)-3,5-二羟基-1-(4-羟基-3-甲氧基苯基)癸烷一致。

参考文献:

- [1] 赵 谦, 廖矛川, 郭济贤. 凌曾花的化学成分与抗生育活性(英文)[J]. 天然产物研究与开发, 2002, 14(3): 1-6.
- [2] Kijjoa A, Gonzalez M J, Afonso C M, et al. Xanthones from *Calophyllum teysmannii* var. *inophylloide* [J]. *Phytochemistry*, 2000, 53(8): 1021-1024.
- [3] Lin L L, Huang F, Chen S B, et al. Xanthones from the roots of *Polygala caudata* and their antioxidation and vasodilatation activities *in vitro* [J]. *Planta Med*, 2005, 71(4): 372-375.
- [4] Lannang A M, Komguem J, Ngninze F N, et al. Bangangxanthone A and B, two xanthones from the stem bark of *Garcinia polyantha* Oliv [J]. *Phytochemistry*, 2005, 66(19): 2351-2355.
- [5] Yoshikawa M, Hatakeyama S, Taniguchi K, et al. 6-Gingesulfonic acid, a new anti-ulcer principle, and ginger glycolipids A, B and C, three new monoacyldigalactosylglycerols from *Zingiber rhizoma* originating in Taiwan [J]. *Chem Pharm Bull*, 1992, 40(8): 2239-2241.
- [6] Endo K, Kanno E, Oshima Y, et al. Structures of antifungal diarylheptenones, gingerenones A, B, C and isogingerenone B, isolated from the rhizomes of *Zingiber officinale* [J].

- Phytochemistry*, 1990, 29: 797-799.
- [7] Huang Q R, Iwamoto M. Anti-5-hydro-xytryptamine effect of gaanolactone, diterpenoid isolated from ginger [J]. *Chem Pharm Bull*, 1991, 39: 397-399.
- [8] Sui Z H, Salto R, Li J, et al. Inhibition of the HIV-1 and HIV-2 proteases by curcumin and curcumin boron complexes [J]. *Bioorg Med Chem*, 1993, 1: 415-422.
- [9] Kikuzaki H, Tsai S M, Nakatani N. Gingerdiol related compounds from the rhizomes of *Zingiber officinale* [J]. *Phytochemistry*, 1992, 31(5): 1783-1786.

裂叶铁线莲的化学成分研究

闫利华^{1,2}, 徐丽珍^{1*}, 林佳¹, 邹忠梅¹, 赵保华¹, 杨世林^{3,4*}

(1. 中国医学科学院 中国协和医科大学药用植物研究所, 北京 100094; 2. 中国中医科学院中药研究所, 北京 100700; 3. 中药固体制剂制造技术国家工程研究中心, 江西 南昌 330006; 4. 江西中医学院, 江西 南昌 330006)

摘要:目的 研究裂叶铁线莲 *Clematis parviloba* 茎的化学成分。方法 采用硅胶、Sephadex LH-20 和 HPLC 等色谱手段进行化学成分的分离纯化, 根据波谱数据结合理化性质鉴定化合物结构。结果 从裂叶铁线莲茎的乙醇提取物中分离得到 7 个化合物, 其结构分别鉴定为东莨菪内酯(I)、4,7-二甲氧基-5-甲基香豆素(II)、4,6,7-三甲氧基-5-甲基香豆素(III)、dihydrodehydrodiconiferyl alcohol(IV)、boehmenan(V)、erythro-carolignan E(VI)、threo-carolignan E(VII)。结论 化合物 II~VII 为首次从该属植物中分离得到, 其他化合物为首次从该植物中分离得到。

关键词: 裂叶铁线莲; 香豆素; 木脂素

中图分类号: R284.1

文献标识码: A

文章编号: 0253-2670(2008)11-1619-03

裂叶铁线莲 *Clematis parviloba* Gardn. et Champ. 为毛茛科铁线莲属植物, 产于我国华南、西南地区及浙江、江西。具有利尿消肿、通经下乳、行气活血的功效, 用于治疗风湿骨痛、水肿、尿路感染、乳汁不通等症^[1]。该属植物主要含有三萜皂苷、木脂素、黄酮等化学成分^[2]。但关于裂叶铁线莲的化学成分研究, 国内外尚无报道, 为了填补裂叶铁线莲化学成分研究的空白, 寻找其活性物质, 合理利用其药物资源, 笔者对裂叶铁线莲茎的化学成分进行了系统研究。本文报道从其 95% 乙醇提取物的石油醚和氯仿萃取部分分离得到的 3 个香豆素和 4 个木脂素成分, 分别鉴定为东莨菪内酯(I)、4,7-二甲氧基-5-甲基香豆素(II)、4,6,7-三甲氧基-5-甲基香豆素(III)、dihydrodehydrodiconiferyl alcohol(IV)、boehmenan(V)、erythro-carolignan E(VI)、threo-carolignan E(VII)。化合物 II~VII 为首次从该属植物中分离得到, 其余化合物为首次从该植物中分离得到。

1 仪器和材料

Fisher-Johns 熔点测定仪; Varian Unity INOVA-600 型超导核磁共振仪; Micromass ZabSpec 磁质谱仪; Büchi B-688 中压柱色谱仪;

Waters Delta Prep 制备高效液相色谱系统; Waters Nova-Pak HR C₁₈ (300 mm × 7.8 mm, 6 μm) 和 Alltima Silica 半制备柱 (250 mm × 10 mm, 10 μm)。色谱用硅胶均为青岛海洋化工厂产品; 色谱纯环己烷和醋酸乙酯为 Fisher 公司产品; 色谱纯甲醇为天津四友化工厂产品; 其余溶剂均为分析纯, 为北京化工厂产品。

植物样品于 1997 年采自云南, 由中国医学科学院药用植物研究所林余霖教授鉴定为毛茛科铁线莲属植物裂叶铁线莲 *C. parviloba* Gardn. et Champ. 的干燥茎。药材标本存放于中国医学科学院药用植物研究所天然药物研究中心植化室。

2 提取和分离

裂叶铁线莲干燥茎 9.5 kg, 粉碎, 用 95% 乙醇回流提取 3 次, 每次 2 h。回收乙醇, 将浓缩的提取物悬浮于水中, 依次用石油醚、氯仿、醋酸乙酯、正丁醇萃取。石油醚萃取部分浸膏经硅胶柱色谱分离, 石油醚-醋酸乙酯梯度洗脱, 其中石油醚-醋酸乙酯 (9:1) 洗脱物经 Sephadex LH-20 柱色谱纯化, 得到化合物 II (10 mg)。氯仿萃取部分浸膏经硅胶柱色谱分离, 以石油醚-醋酸乙酯-甲醇系统梯度洗脱, 收集各流份合并后得到 14 个组分 (Fr. B1~Fr. B14)。

收稿日期: 2008-03-28

作者简介: 闫利华 (1980-), 女, 山西吕梁人, 博士, 助理研究员, 主要从事中药活性成分研究。 Tel: (010) 84047332

E-mail: yanlh2829@hotmail.com

* 通讯作者 徐丽珍 E-mail: xulizhen2002@hotmail.com

杨世林 Tel: (010) 62899705 E-mail: yangshilin9705@hotmail.com