

肿节风化学成分的研究

童胜强¹, 黄娟², 王冰岚¹, 颜继忠^{1*}

(1. 浙江工业大学, 浙江 杭州 310032; 2. 浙江省兽药监察所, 浙江 杭州 310020)

摘要:目的 对肿节风化学成分进行研究。方法 采用各类柱色谱法分离纯化, 经光谱分析和文献对照, 确定结构。结果 分离得到 14 个化合物, 分别鉴定为二十二烷酸(1)、二十四烷酸(2)、-谷甾醇(3)、异秦皮啶(4)、羽扇豆醇(5)、槲皮素(6)、琥珀酸(7)、咖啡酸(8)、槲皮素-3-O-L-鼠李糖苷(9)、对羟基苯甲酸(10)、芦丁(11)、异秦皮啶-7-O-D-吡喃葡萄糖苷(12)、邻苯二甲酸(13)、3,4-二羟基苯甲酸(14)。结论 化合物 1、2、9、13 为首次从该植物中分离得到。

关键词:肿节风; 槲皮素-3-O-L-鼠李糖苷; 草珊瑚

中图分类号: R284.1 **文献标识码:** A **文章编号:** 0253-2670(2010)02-0198-04

肿节风为金粟兰科草珊瑚属植物草珊瑚 *Sarcandra glabra* (Thunb.) Nakai 的干燥全株, 又名草珊瑚、九节茶、观音茶、接骨金粟兰等, 《中国药典》2005 年版一部收载草珊瑚(肿节风)作为法定药材使用。药材主要产于江西等省。肿节风味苦、辛, 性平, 具清热凉血、活血消斑、祛风通络等功效, 用于治疗血热紫斑、紫癜, 风湿痹痛, 跌打损伤等症^[1]。近几十年来, 国内外学者对肿节风的化学成分及药理活性的研究已取得了一系列的成果。肿节风化学成分主要含有倍半萜、香豆素、黄酮、皂苷等成分^[2-4]。到目前为止, 从肿节风中分离鉴定了 80 多个化合物; 大量的药理研究表明肿节风具有抗菌消炎、抗肿瘤、抗病毒等多种活性。本实验主要对肿节风化学成分进行了研究, 采用多种色谱手段, 从肿节风的乙醇提取物中分离并鉴定了 14 个化合物, 其中 4 个为首次从该植物中分离得到。

1 材料和仪器

XRC-1 型显微熔点仪; Nicolet AVATAR-370 FT-IR 型红外光谱仪; Shimadzu UV-260 紫外分光光度仪; Bruker AC-80 型核磁共振仪; HP5989B 型质谱仪; LABCONCO Plus 型冷冻干燥仪。色谱用硅胶 GF₂₅₄ 和柱色谱硅胶 H 均为青岛海洋化工厂分厂出品; D₁₀₁ 大孔吸附树脂为天津化工厂产品; Sephadex LH-20 为 Amersham Biosciences 公司产品; MCF-gel (75~150 μm) 为日本三菱公司产品; 所用试剂为分析纯或化学纯, 水为蒸馏水。肿节风药材由浙江国镜药业有限公司提供, 经浙江中医药大学吕圭源教授鉴定为金粟兰科草珊瑚属植物

草珊瑚(肿节风) *Sarcandra glabra* (Thunb.) Nakai 的干燥全草。

2 提取和分离

肿节风药材 15 kg, 用 75% 工业乙醇冷浸提取 3 次, 每次 7 d, 合并提取液减压回收至无醇味后用适量的水混悬, 依次用石油醚、醋酸乙酯和正丁醇进行梯度萃取。回收溶剂得到石油醚部分(65 g)、醋酸乙酯部分(128 g)、正丁醇部分(107 g)。

石油醚层采用硅胶柱色谱分离, 以石油醚-醋酸乙酯梯度洗脱分为 6 个部分。第 5 部分硅胶柱色谱和 Sephadex LH-20 纯化得到化合物 1 和 2; 第 4 部分重结晶得到无色针晶, 即化合物 3。醋酸乙酯部分用硅胶柱色谱, 以石油醚-醋酸乙酯、氯仿-甲醇梯度洗脱得 6 个部分。第 1 部分经醋酸乙酯重结晶得到淡黄色结晶, 即化合物 4; 第 2 部分经硅胶柱色谱以及 Sephadex LH-20 纯化, 得到化合物 5; 第 3 部分采用硅胶柱色谱得到黄色粉末, 即化合物 6; 第 5 部分采用 MCF-gel 色谱和硅胶色谱, 得到化合物 7 和 8。正丁醇部分 109 g 经 D₁₀₁ 大孔树脂色谱依次得到水洗脱部分浸膏 12 g, 30% 乙醇部分 45 g, 50% 乙醇部分 24 g, 70% 乙醇部分 7 g 及 95% 乙醇洗脱部分。30% 乙醇洗脱部分硅胶色谱分为 4 个部分, 第 2 部分经硅胶和 ODS 反相柱色谱, 得化合物 9; 第 4 部分过硅胶柱色谱得化合物 10; 50% 乙醇洗脱浸膏经 ODS 反相柱色谱, 分成 3 个小部分, 第 1 个小部分 ODS 反相柱色谱得化合物 11, 第 2 个小部分过硅胶柱得化合物 12; 第 3 个小部分过 Sephadex LH-20 柱得化合物为 13 和 14。

* 收稿日期: 2009-05-31

基金项目: 浙江省科技厅重大科技攻关项目资助(2004C13009)

作者简介: 童胜强(1977—), 男, 浙江临安人, 浙江工业大学药学院讲师, 主要从事天然药物的研究。

* 通讯作者 颜继忠 Tel: (0571) 88320746 Fax: (0571) 88320913 E-mail: zyx@zjut.edu.cn

3 结构鉴定

化合物 1: 白色粉末, mp 74 ~ 77, 易溶于氯仿、热甲醇。薄层检识在紫外光 (254 nm) 下无吸收, 喷溴酚蓝显色剂, 在蓝色背景下显黄色, 提示可能为羧酸类化合物。IR $\text{KBr} (\text{cm}^{-1})$: 3 409 (强宽峰, -OH), 2 918, 2 848 (强峰, 多个 CH_2), 1 709, 1 633, 729, 719。 $^1\text{H-NMR} (\text{CDCl}_3)$: 0.88 (3H, t, $J = 6.8 \text{ Hz}$, CH_3), 1.25, 1.63, 2.35 (m, CH_2)。EFMS m/z : 340 [M^+], 185, 129, 111, 87, 73, 57, 43。以上为饱和长链脂肪酸的特征结构信号。HR-MS m/z : 340 [M^+], 提示该化合物的相对分子质量为 340。以上数据与文献报道^[5]基本一致, 推定该化合物为二十二烷酸。

化合物 2: 白色无定形粉末, mp 73 ~ 74, 易溶于热甲醇、氯仿, 不溶于水。薄层检识在紫外光下无吸收, 喷溴酚蓝显色剂, 在蓝色背景下显黄色, 提示可能为羧酸类化合物。IR $\text{KBr} (\text{cm}^{-1})$: 3 433 (强宽峰, OH), 2 918, 2 850 (强峰, 多个 CH_2), 1 715 (酯羰基), 1 635, 1 471, 1 107。EFMS m/z : 368 [M^+], 340, 129, 111, 87, 73, 57, 43。 $^1\text{H-NMR} (\text{CDCl}_3)$: 0.88 (3H, t, H-24), 1.25 ~ 1.30 (40H, m, H-4 ~ 23), 1.63 (2H, m, H-3), 2.34 (2H, t, H-2)。以上为饱和长链脂肪酸的特征结构信号。以上谱图数据与文献报道^[6]基本一致, 故确认该化合物为二十四烷酸。

化合物 3: 无色针晶, mp 137 ~ 140, Liebermann-Burchard 反应呈阳性, 提示可能为甾体类或三萜类化合物。IR $\text{KBr} (\text{cm}^{-1})$: 3 400, 2 951, 2 922, 1 073, 801。IR 与 β -谷甾醇标准图谱基本一致, 与对照品混合熔点不下降, $^1\text{H-NMR}$ 和 $^{13}\text{C-NMR}$ 数据与文献一致^[7], 故鉴定为 β -谷甾醇。

化合物 4: 淡黄色透明结晶, mp 150 ~ 152。其甲醇溶液在薄层硅胶板上呈现亮蓝色荧光斑点 (365 nm 紫外灯下), 氨熏后使荧光加强并转为蓝绿色, 三氯化铁反应为阳性 (呈蓝绿色), 示有酚羟基, 推测该化合物可能为香豆素类的化合物。 $^1\text{H-NMR} (\text{CD}_3\text{OD})$: 6.28 (1H, d, H-3), 7.60 (1H, d, H-4), 6.67 (1H, s, H-5), 4.09 (3H, s, OCH_3), 3.95 (3H, s, OCH_3)。以上数据与文献报道^[8]基本一致, 故确认为异秦皮啶。

化合物 5: 白色针晶, mp 220 ~ 221。Liebermann-Burchard 反应呈阳性。EFMS 给出分子离子峰 m/z : 426 [M^+], 与分子式 $\text{C}_{30}\text{H}_{50}\text{O}$ 相符。在 $^1\text{H-NMR} (\text{CDCl}_3)$ 图谱上, 可以观测到以下信号: 7

个甲基信号 0.76 (3H, s, CH_3 -24), 0.79 (3H, s, CH_3 -28), 0.83 (3H, s, CH_3 -25), 0.95 (3H, s, CH_3 -27), 0.97 (3H, s, CH_3 -23), 1.03 (3H, s, CH_3 -26), 1.68 (3H, s, CH_3 -30), 3 个处于较低场的质子信号, 如 3.19 (1H, dd, H-3), 4.57 (1H, brs, H-29a), 4.69 (1H, brs, H-29b)。 $^{13}\text{C-NMR} (\text{CDCl}_3)$: 38.7 (C-1), 27.4 (C-2), 79.0 (C-3), 38.8 (C-4), 55.3 (C-5), 18.3 (C-6), 34.3 (C-7), 40.8 (C-8), 50.4 (C-9), 37.2 (C-10), 20.9 (C-11), 25.2 (C-12), 38.1 (C-13), 42.3 (C-14), 27.4 (C-15), 35.6 (C-16), 42.8 (C-17), 48.3 (C-18), 48.0 (C-19), 150.9 (C-20), 29.8 (C-21), 40.0 (C-22), 27.9 (C-23), 15.3 (C-24), 16.1 (C-25), 15.9 (C-26), 14.5 (C-27), 17.9 (C-28), 109.3 (C-29), 19.3 (C-30)。所得数据与文献报道的羽扇豆醇的数据基本相同^[9], 由此推断化合物 5 为羽扇豆醇。

化合物 6: 黄色粉末 (CH_3OH), mp 306 ~ 308, 盐酸-镁粉试剂、三氯化铁试剂显色反应均为阳性, 示结构为含酚羟基的黄酮类化合物。 $^1\text{H-NMR} (\text{DMSO-}d_6)$: 12.28 (1H, s, OH), 7.6 (1H, dd, $J = 2.0 \text{ Hz}$, H-2), 7.51 (1H, dd, $J = 2.0, 8.2 \text{ Hz}$, H-6), 7.0 (1H, d, $J = 8.2 \text{ Hz}$, H-5), 6.4 (1H, d, $J = 2.0 \text{ Hz}$, H-8), 6.2 (1H, d, $J = 2.0 \text{ Hz}$, H-6)。 $^{13}\text{C-NMR} (\text{DMSO-}d_6)$: 176.0 (C-4), 164.0 (C-7), 161.4 (C-9), 156.2 (C-5), 147.5 (C-4), 146.9 (C-2), 145.0 (C-3), 135.8 (C-3), 122.0 (C-1), 120.0 (C-6), 115.5 (C-5), 115.0 (C-2), 103.0 (C-10), 98.1 (C-6), 93.4 (C-8)。根据以上理化数据鉴定为槲皮素, 并与文献报道^[10]的数据基本一致。

化合物 7: 白色片状结晶, mp 185 ~ 187。溶于甲醇、乙醇和水。紫外灯下无暗斑和荧光, 三氯化铁反应显粉红色。 $^1\text{H-NMR} (\text{DMSO-}d_6)$: 12.12 (1H, s, COOH), 2.50 (2H, s, CH_2)。 $^{13}\text{C-NMR} (\text{CD}_3\text{OD})$: 628.7 (CH_2), 173.6 (COOH)。碳的信号峰明显要高于平常所见碳的信号峰, 推测该分子可能是个对称结构。结合 NMR 谱数据, 推测分子式为 $\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_4$ 。以上数据与文献报道^[9]基本一致, 故鉴定为琥珀酸。

化合物 8: 黄白色粉末, mp 218 ~ 220。EFMS m/z : 203 [M^+], 与分子式 $\text{C}_9\text{H}_8\text{O}$ 相符。 $^1\text{H-NMR} (\text{CD}_3\text{OD})$: 7.46 (1H, d, H-7), 6.97 (1H, d, H-2), 6.85 (1H, dd, H-6), 6.71 (1H, d, H-5), 6.15 (1H, d, H-8)。以上数据与文献报道^[11]基本一致, 故鉴定为咖啡酸。

化合物 9: 黄色粉末, mp 188 ~ 191。盐酸-镁

粉反应显阳性,推测可能是黄酮类化合物。Molish 反应呈阳性,说明该化合物连有糖。EFMS m/z : 302, 274, 229, 153, 128。 $^1\text{H-NMR}$ ($\text{DMSO-}d_6$): 12.59(1H, s, OH-5), 7.50(1H, d, H-2), 6.89(1H, d, H-5), 7.60(1H, dd, H-6), 6.20(1H, d, H-6), 6.40(1H, d, H-8), 5.40(1H, br, H-1), 3.22~3.44(糖环上质子信号), 1.00(3H, d, H-6)。 $^{13}\text{C-NMR}$ (CD_3COCD_3): 156.2(C-2), 136.5(C-3), 179.1(C-4), 161.7(C-5), 99.4(C-6), 162.2(C-7), 93.9(C-8), 157.2(C-9), 104.9(C-10), 121.7(C-1), 116.5(C-2), 143.9(C-3), 148.4(C-4), 115.5(C-5), 121.4(C-6), 103.1(C-1), 70.8(C-2), 71.5(C-3), 72.6(C-4), 70.8(C-5), 16.8(C-6)。光谱数据与文献基本一致^[12],故鉴定该化合物为槲皮素-3-*O*-*L*-鼠李糖苷。

化合物 10: 白色结晶, mp 214~216, 与 0.05% 溴甲酚绿-乙醇溶液显酸性反应,提示为有机酸类化合物。IR KBr (cm^{-1}): 3436, 2936, 2860, 1736, 1462, 1380, 1054, 961, 802。 $^1\text{H-NMR}$ (CD_3OD): 6.7(2H, m, $J = 14, 2.5$ Hz, H-3, 5), 7.8(2H, m, $J = 14, 2.5$ Hz, H-2, 6)。根据光谱数据鉴定该化合物为对羟基苯甲酸,并与标准 Sadtler 谱中对羟基苯甲酸的数据对照^[13],基本一致。

化合物 11: 黄色粉末, mp 174~178。盐酸-镁粉反应显阳性,推测可能是黄酮类化合物。Molish 反应呈阳性,说明该化合物连有糖。TLC 上的斑点喷 2% 三氯化铝-乙醇溶液,在 365 nm 紫外灯照射下,显黄绿色荧光。IR KBr (cm^{-1}): 3408 (br), 1655, 1605, 1559, 1507, 1457, 1362, 1296, 1203, 1063, 1012, 808。 $^1\text{H-NMR}$ ($\text{DMSO-}d_6$): 12.59(1H, s, 5-OH), 10.80(1H, s, 7-OH), 9.63(1H, s, 4-OH), 9.16(1H, s, 3-OH), 7.54(1H, d, $J = 8.1$ Hz, H-6), 7.53(1H, s, H-2), 6.84(1H, d, $J = 8.1$ Hz, H-5), 6.38(1H, s, H-8), 6.19(1H, s, H-6), 5.34(1H, d, $J = 6.9$ Hz, H-1), 0.99(3H, d, $J = 6.0$ Hz, H-6'')。 $^{13}\text{C-NMR}$ ($\text{DMSO-}d_6$): 101.7(C-2), 74.6(C-3), 77.0(C-4), 71.1(C-5), 76.5(C-6), 67.5(C-7), 101.3(C-8), 70.6(C-9), 70.9(C-10), 72.4(C-1), 68.8(C-2), 18.2(C-3)。 $^1\text{H-NMR}$ 和 $^{13}\text{C-NMR}$ 数据与文献报道^[14]的芦丁数据基本一致,确定为芦丁。

化合物 12: 白色针晶, mp 218~220。其丙酮溶液在薄层硅胶板上呈现蓝色荧光斑点(365 nm 紫外灯下),而且 Molish 反应呈阳性,推测化合物 12

可能是香豆素苷类化合物。EFMS m/z : 585, 559, 537, 494, 407, 352, 304。 $^1\text{H-NMR}$ ($\text{DMSO-}d_6$): 6.40(1H, d, H-3), 7.82(1H, d, H-4), 7.05(1H, s, H-5), 5.16(1H, d, H-1), 4.05(3H, s, OCH_3), 3.81(3H, s, OCH_3)。 $^{13}\text{C-NMR}$ (CD_3OD): 159.9(C-2), 115(C-3), 146.0(C-4), 103.9(C-4a), 140.2(C-5), 144.1(C-6), 142.3(C-7), 142.0(C-8), 135.7(C-8a), 105.5(C-1), 75.1(C-2), 78.5(C-3), 70.0(C-4), 79.5(C-5), 61.8(C-6), 61.2(OCH_3), 56.7(OCH_3)。根据以上信息判断该化合物为异秦皮啶-7-*O*-*D*-吡喃葡萄糖苷,即刺木骨苷 B1,光谱数据与文献报道^[15]基本一致。

化合物 13: 块状结晶, mp 200~203。与 0.05% 溴甲酚绿-乙醇溶液显酸性反应,提示为有机酸类化合物。IR KBr (cm^{-1}): 3080, 3012, 2896, 2656, 2528, 1702, 1685, 1678, 1592, 1581, 1480, 1402, 1280, 1554, 1071, 905, 830, 795, 741, 670。 $^1\text{H-NMR}$ ($\text{DMSO-}d_6$): 12.95(2H, brs, COOH), 7.76(2H, m, H-3, 6), 7.58(2H, m, H-4, 5), EFMS m/z : 166, 149, 122, 105, 76, 50。根据光谱数据鉴定该化合物为邻苯二甲酸,并与标准 Sadtler 谱中邻苯二甲酸的数据对照^[13],基本一致。

化合物 14: 白色粉末, mp 193~195。IR KBr (cm^{-1}): 3208, 1678, 1603, 1527, 1297, 1131, 1096, 941, 768。EFMS m/z : 154, 137, 119, 110, 97, 91, 81, 69, 63, 53, 44, 41。 $^1\text{H-NMR}$ (CD_3OD): 7.46(1H, s, H-2), 7.45(1H, d, H-6), 6.85(1H, s, H-5)。 $^{13}\text{C-NMR}$ (CD_3OD): 170.3(COOH), 151.5(C-4), 146.2(C-3), 123.9(C-1), 123.3(C-6), 117.9(C-2), 115.9(C-5)。以上数据与文献报道^[16]基本一致,故鉴定为 3,4-二羟基苯甲酸。

参考文献:

- [1] 中国药典[S]. 一部. 2005.
- [2] 王钢力, 陈道峰, 林瑞超. 肿节风的化学成分及其制剂质量控制研究进展[J]. 中草药, 2003, 34(8): 12-14.
- [3] 王冰岚, 童胜强, 颜继忠. 肿节风注射液研究进展及临床应用[J]. 中成药, 2007, 29(3): 426-429.
- [4] 邹小燕, 高慧媛, 吴斌, 等. 肿节风化学成分的研究[J]. 中草药, 2007, 38(3): 354-356.
- [5] 尚小雅. 五脉绿绒蒿化学成分的研究[D]. 兰州: 兰州医学院, 2002.
- [6] 顾志平, 李彤梅, 肖培根, 等. 毛柱马钱化学成分的研究[J]. 中国药理学杂志, 1997, 22(1): 40-41.
- [7] 徐润生, 袁珂, 殷明文, 等. 羽芒菊化学成分研究[J]. 中草药, 2009, 40(7): 1015-1018.
- [8] 王爱琴, 谢平, 易扬华. 肿节风中香豆精类成分的研究[J]. 药学学报, 1983, 14(6): 21.
- [9] 于德泉, 杨峻山. 分析化学手册[M]. 第7分册. 北京: 化学工业出版社, 1999.

- [10] 唐 丽, 李国玉, 杨炳友, 等. 广枣化学成分的研究 [J]. 中草药, 2009, 40(4): 541-543.
- [11] 凌 云, 鲍燕燕, 张永林, 等. 兴安蒲公英的化学成分研究 [J]. 中草药, 2000, 31(1): 10-11.
- [12] 杨书慧, 田 瑄. 秀雅杜鹃化学成分的研究 [J]. 西北植物学报, 2007, 27(2): 364-370.
- [13] Nuclear Magnetic Resonance Spectra [S]. 1969.
- [14] 唐于平, 王 颖, 楼凤昌, 等. 银杏叶中的黄酮醇苷类成分 [J]. 药学学报, 2005, 35(5): 363-366.
- [15] 国家医药管理局中草药情报中心站. 植物药有效成分手册 [M]. 北京: 人民卫生出版社, 1986.
- [16] Sadavongvivad C, Supavilai P. Three monohydroxy-coumarines from *Alyxia Incida* [J]. *Phytochemistry*, 1977, 16(9): 1451.

白附子的化学成分研究

艾凤伟, 张 嵩, 李艳凤, 马英丽*

(黑龙江中医药大学药学院, 黑龙江 哈尔滨 150040)

摘要:目的 研究白附子的化学成分。方法 采用溶剂提取和多种色谱方法分离和纯化, 根据化合物的理化常数和波谱数据鉴定其结构。结果 从醋酸乙酯、正丁醇、石油醚部位分离鉴定了 16 个化合物, 分别为松柏苷(1)、5-羟甲基-2-呋喃甲醛(2)、松脂素-4-O-D-葡萄糖苷(3)、松脂素(4)、新橄榄脂素(5)、落叶松脂醇(6)、乙基松柏苷(7)、-谷甾醇(8)、天师酸(9)、棕榈酸(10)、桂皮酸(11)、胡萝卜苷(12)、尿苷(13)、腺苷(14)、单癸酸甘油酯(15)、3-单十八烯酸甘油酯(16)。结论 6 个木脂素化合物(1, 3~7)均为首次从天南星科植物中分得。

关键词:白附子; 天南星科; 木脂素类

中图分类号:R284.1

文献标识码:A

文章编号:0253-2670(2010)02-0201-03

白附子(习称禹白附)为天南星科犁头尖属植物独角莲 *Typhonium giganteum* Engl. 的干燥块茎。始载于《名医别录》, 在中国有着悠久的药用历史, 具有逐寒湿、祛风痰、止痛止痉、解毒散结等功效^[1], 临床上常用来治疗惊风癫痫、破伤风、偏头痛等症。民间也用于治疗恶疮、毒蛇咬伤。近年来有报道, 白附子能治疗多种恶性肿瘤^[2], 动物实验也显示明显的抗肿瘤作用^[3], 但相关的化学成分研究未见报道。白附子的化学成分报道只有挥发油、有机酸、氨基酸和脑苷等^[4, 5], 因此本实验对白附子的化学成分进行了系统研究, 运用各种柱色谱法得到了 16 个化合物, 分别鉴定为松柏苷(1)、5-羟甲基-2-呋喃甲醛(2)、松脂素-4-O-D-葡萄糖苷(3)、松脂素(4)、新橄榄脂素(5)、落叶松脂醇(6)、乙基松柏苷(7)、-谷甾醇(8)、天师酸(9)、棕榈酸(10)、桂皮酸(11)、胡萝卜苷(12)、尿苷(13)、腺苷(14)、单癸酸甘油酯(15)、3-单十八烯酸甘油酯(16)。其中化合物 1, 3~7 为首次从天南星科植物中分得。

1 仪器与材料

RY-2 型熔点仪; Bruker-600 型核磁共振仪 (TMS 为内标); Finigan MA TLCQ 质谱仪, 离子源为 ESI, 分析器为离子阱; Agilent 1100 制备型高效

液相色谱仪, ZORBAX SB C₁₈ 色谱柱; 色谱用硅胶为青岛海洋化工厂生产; 预制高效硅胶板与中压制备 Lobar 柱均购自 Merck 公司。所用试剂均为分析纯。白附子生品采自黑龙江省五常市(人工种植), 经黑龙江中医药大学生药学教研室都晓伟教授鉴定为天南星科独角莲 *Typhonium giganteum* Engl. 的干燥块茎。

2 提取与分离

白附子生品 12 kg, 粉碎, 用 80% 乙醇加热回流提取 4 次, 每次 1 h, 溶剂首次 5 倍量, 其余 4 倍量, 合并滤液, 浓缩得浸膏 1.66 kg, 分别以水饱和石油醚(60~90 ℃)、醋酸乙酯、正丁醇萃取。将各萃取液回收溶剂分别得醋酸乙酯萃取物 310 g, 正丁醇萃取物 240 g, 石油醚萃取物 220 g。醋酸乙酯部分经硅胶柱反复分离得到化合物 1~12; 正丁醇部分经硅胶柱反复分离得化合物 13 和 14; 石油醚部分经硅胶柱反复分离得化合物 15 和 16。

3 结构鉴定

化合物 1: 白色粉末。mp 184~185 ℃, Molisch 反应阳性。¹H-NMR (DMSO, 600 MHz): 7.05 (1H, d, J = 1.8 Hz, H-2), 7.01 (1H, d, J = 8.4 Hz, H-5), 6.88 (1H, dd, J = 8.4, 1.8 Hz, H-6), 6.46

* 收稿日期: 2009-09-26

基金项目: 黑龙江省自然科学基金资助项目(D200630); 黑龙江省博士研究生创新基金资助项目(YJSCX2007-0176HLJ)

* 通讯作者 马英丽 Tel: (0451) 82196178 E-mail: mylt666@sina.com