

单芽狗脊蕨的化学成分

杨明惠^{1,2}, 杨雪琼¹, 张凤梅¹, 杨亚滨¹, 蔡 乐¹, 丁中涛^{1*}

(1. 云南大学化学科学与工程学院, 教育部自然资源药物化学重点实验室, 云南 昆明 650091;

2. 大理学院生命科学与化学学院, 云南 大理 671000)

摘要:目的 研究单芽狗脊蕨的化学成分。方法 使用色谱技术对化学成分进行分离纯化, 根据理化性质、波谱特征鉴定结构。结果 从其甲醇提取物中分离了 12 个化合物, 分别鉴定为 6-苯乙烯基-2-吡喃酮-4'-O-β-D-葡萄糖苷()、坡那甾酮 A()、山柰酚-3-O-α-L-鼠李糖基-7-O-α-L-鼠李糖苷()、芹菜素-7-O-α-L-鼠李糖基-(1→3)-O-α-L-鼠李糖苷()、对苯甲酸鼠李糖醇苷()、1-O-β-D-半乳糖-(6→1)-α-D-半乳糖-2,3-O-月桂酸甘油二酯()、正丁基-O-α-D-呋喃果糖苷()、正丁基-O-β-D-呋喃果糖苷()、正丁基-O-β-D-吡喃果糖苷()、十六烷醇()、β-谷甾醇()、胡萝卜苷()。结论 除化合物 、 外, 其余化合物均为首次从单芽狗脊蕨中分离得到。

关键词:单芽狗脊蕨; 狗脊属; 坡那甾酮 A

中图分类号:R284.1

文献标识码:A

文章编号:0253-2670(2009)10-1546-04

单芽狗脊蕨 *Woodwardia unigemmata* (Mak.) Nakai 为乌毛蕨科狗脊属多年生草本植物, 性味苦, 微寒, 有小毒, 具有清热解毒、驱虫、凉血、止血等作用。民间用于治疗风热感冒、湿热痱疹、吐血、便血及崩漏等疾病^[1]。国外报道单芽狗脊蕨的甲醇提取物对 HIV-1 蛋白酶有明显的抑制作用^[2]。据文献报道^[3], 从单芽狗脊蕨中分离得到了山柰酚-3-O-α-L-鼠李糖基-7-O-α-L-鼠李糖苷、山柰酚-3-O-α-L-(4-O-乙酰基)-鼠李糖基-7-O-α-L-鼠李糖苷、谷甾醇以及 2 个黄酮苷混合物。为了寻找其活性成分, 打下进一步研究其药效的物质基础, 本实验对采自云南的单芽狗脊蕨的化学成分进行了研究, 利用常规色谱方法(大孔吸附树脂、硅胶、葡聚糖凝胶 L H20、RP-18 等柱色谱)和制备高效液相色谱, 从单芽狗脊蕨的甲醇提取物中分离鉴定了 12 个化合物, 分别是 6-苯乙烯基-2-吡喃酮-4'-O-β-D-葡萄糖苷()、坡那甾酮 A()、山柰酚-3-O-α-L-鼠李糖基-7-O-α-L-鼠李糖苷()、芹菜素-7-O-α-L-鼠李糖基-(1→3)-O-α-L-鼠李糖苷()、对苯甲酸鼠李糖醇苷()、1-O-β-D-半乳糖-(6→1)-α-D-半乳糖-2,3-O-月桂酸甘油二酯()、正丁基-O-α-D-呋喃果糖苷()、正丁基-O-β-D-呋喃果糖苷()、正丁基-O-β-D-吡喃果糖苷()、十六烷醇()、β-谷甾醇()、胡萝卜苷()。除化合物 、 外, 其余化合物均为首次从单芽狗脊蕨中分离得到。

1 仪器与材料

NMR 谱用 Bruker AV-500 型核磁共振波谱仪测定; MS 谱用 Agilent G3250AALC/MSD TOF 质谱仪测定; Dresden HMK 显微熔点测定仪(未校正)。柱色谱用葡聚糖凝胶 Pharmadex L H-20, 为安法玛西亚技术(上海)有限公司产品; RP-18 购自 Merck 公司; 硅胶为青岛海洋化工厂产品; 植物样品于 2006 年 12 月采自云南省元阳县, 并经云南大学生命科学学院陆树刚教授鉴定为单芽狗脊蕨 *Woodwardia unigemmata* (Mak.) Nakai。标本保存在云南大学教育部自然资源药物化学重点实验室。

2 提取与分离

干燥的单芽狗脊蕨根茎 1.5 kg 粉碎, 用甲醇加热回流提取 4 次, 合并提取液并浓缩得浸膏 282.0 g。将浸膏溶于热水, 依次用石油醚、醋酸乙酯、正丁醇分步萃取, 醋酸乙酯萃取部分(16 g)经反复硅胶柱色谱, 氯仿-丙酮、氯仿-甲醇等混合溶剂梯度洗脱及 Pharmadex L H-20 凝胶柱色谱分离, 分别得到化合物 、 、 、 、 ~ 。正丁醇部分(126 g)使用 D101 型大孔树脂, 先经水洗脱后, 再用 90% 甲醇洗脱, 洗脱部分反复进行硅胶柱色谱、Pharmadex L H-20 凝胶柱色谱、RP-18 反相柱色谱分离, 及 HPLC 纯化, 得到化合物 、 ~ 。

3 结构鉴定

化合物 : 黄色粉末, 其分子式为 C₁₉H₂₀O₈;

* 收稿日期: 2009-02-19

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(30560178)

作者简介: 杨明惠(1964—), 女, 在读博士, 教授, 主要从事天然药物化学研究。

Tel: (0871) 5033719 E-mail: yangmh567@126.com

* 通讯作者 丁中涛 Tel/Fax: (0871) 5033726 E-mail: ztding@ynu.edu.cn

ESI-MS m/z : 375 $[M - H]^-$. 1H -NMR (500 MHz, CD_3OD) δ : 7.61 (1H, d, $J = 16.0$ Hz, H-8), 7.55 (2H, d, $J = 8.7$ Hz, H-10, 14), 7.13 (2H, d, $J = 8.7$ Hz, H-11, 13), 6.38 (1H, d, $J = 16.0$ Hz, H-7), 7.06 (1H, d, $J = 8.7$ Hz, H-5), 6.79 (1H, m, H-4), 4.99 (1H, d, $J = 7.4$ Hz, H-3); ^{13}C -NMR (125 MHz, CD_3OD) δ : 171.7 (C-2), 118.7 (C-3), 132.7 (C-4), 145.7 (C-5), 159.8 (C-6), 117.5 (C-7), 138.4 (C-8), 130.6 (C-9), 161.1 (C-12), 131.5 (C-10, 14), 118.4 (C-11, 13), 102.7 (C-1), 75.3 (C-2), 78.4 (C-3), 71.8 (C-4), 78.7 (C-5), 62.9 (C-6)。与文献数据^[4]进行比较, 鉴定该化合物为 6-苯乙烯基-2-吡喃酮-4'-O- β -D-葡萄糖苷。

化合物: 针状结晶, Liebermann-Burchard 反应呈阳性, 分子式为 $C_{27}H_{44}O_6$; ESI-MS m/z : 465 $[M + H]^+$. 1H -NMR (500 MHz, CD_3OD) δ : 5.71 (1H, d, $J = 2.1$ Hz, H-7), 1.77 (1H, m, H-1), 1.61 (3H, s, H-21), 1.19 (3H, s, H-19), 1.08 (3H, s, H-18), 0.81 (6H, d, $J = 6.3$ Hz, H-26, 27); ^{13}C -NMR (125 MHz, CD_3OD) δ : 38.1 (t, C-1), 69.1 (d, C-2), 69.0 (d, C-3), 33.3 (t, C-4), 52.2 (d, C-5), 206.9 (s, C-6), 122.5 (d, C-7), 168.4 (s, C-8), 35.5 (d, C-9), 39.6 (s, C-10), 21.9 (t, C-11), 32.1 (t, C-12), 48.6 (s, C-13), 85.7 (s, C-14), 31.2 (t, C-15), 21.9 (t, C-2~16), 50.9 (d, C-17), 18.4 (q, C-18), 24.8 (q, C-19), 78.4 (s, C-20), 21.4 (q, C-21), 78.3 (d, C-22), 37.8 (t, C-23), 30.9 (t, C-24), 29.6 (d, C-25), 23.8 (q, C-27), 23.2 (q, C-26)。将该化合物的碳谱、氢谱数据与已知化合物坡那甾酮 A^[5] 数据进行比较, 二者基本一致, 故鉴定该化合物为坡那甾酮 A。

化合物: 黄色针状结晶, 分子式为 $C_{27}H_{30}O_{12}$; ESI-MS m/z : 579 $[M + H]^+$, 433 ($M + H - 146$), 287 ($M + H - 146 - 146$)。 1H -NMR (500 MHz, CD_3OD) δ : 7.80 (2H, d, $J = 8.0$ Hz, H-2', 6'), 6.95 (2H, d, $J = 9.0$ Hz, H-3', 5'), 6.73 (1H, d, $J = 2.0$ Hz, H-8), 6.47 (1H, d, $J = 2.0$ Hz, H-6), 5.58 (1H, d, $J = 2.0$ Hz, H-1_{Rha1}), 5.41 (1H, d, $J = 2.0$ Hz, H-1_{Rha2}), 1.28 (3H, d, $J = 5.0$ Hz, 6-Me_{Rha1}), 0.95 (3H, d, $J = 5.0$ Hz, 6-Me_{Rha2}); ^{13}C -NMR (125 MHz, CD_3OD) δ : 160.2 (C-2), 136.9 (C-3), 180.2 (C-4), 163.4 (C-5), 101.0 (C-6), 164.0 (C-7), 96.1 (C-8), 158.5 (C-9), 108.0 (C-10), 122.9 (C-1), 132.42 (C-2', 6'), 117.0 (C-3', 5'), 162.2 (C-4'), δ (Rha2): 101.0 和 100.3 (C-1), 72.3 和

72.1 (C-2), 72.5 和 71.7 (C-3), 74.1 和 73.6 (C-4), 72.5 和 72.3 (C-5), 18.5 和 18.1 (C-6)。以上数据与文献报道^[6]一致, 确定该化合物为山奈酚-3-O- α -L-鼠李糖基-7-O- α -L-鼠李糖苷。

化合物: 浅黄色粉末, 盐酸-镁粉反应呈阳性, 酸水解后检出鼠李糖, 分子式为 $C_{27}H_{31}O_{13}$; ESI-MS m/z : 564 $[M + H]^+$, 417 ($M + H - 146$)。 1H -NMR (500 MHz, CD_3OD) δ : 7.75 (2H, d, $J = 8.0$ Hz, H-2', 6'), 6.95 (2H, d, $J = 8.0$ Hz, H-3', 5'), 6.73 (1H, s, H-3), 6.46 (1H, d, $J = 2.0$ Hz, H-8), 6.25 (1H, d, $J = 2.0$ Hz, H-6), 5.46 (1H, brs, H-1_{Rha1}), 5.31 (1H, brs, H-1_{Rha2}), 1.10 (3H, d, $J = 6.0$ Hz, CH_3 _{Rha1}), 0.90 (3H, d, $J = 6.0$ Hz, 6-Me_{Rha2}); ^{13}C -NMR (125 MHz, CD_3OD-d_4) δ : 164.0 (C-2), 103.4 (C-3), 180.1 (C-4), 163.4 (C-5), 100.3 (C-6), 163.4 (C-7), 96.1 (C-8), 158.5 (C-9), 108.0 (C-10), 122.8 (C-1), 132.4 (C-2', 6'), 117.0 (C-3', 5'), 162.3 (C-4'); δ (Rha $\times 2$): 103.0 和 101.0 (C-1), 70.2 和 72.1 (C-2), 72.7 和 72.5 (C-3), 74.1 和 75.4 (C-4), 70.5 和 70.1 (C-5), 18.5 (C-6)。结合文献报道^[7], 确定该化合物为芹菜素-7-O- α -L-鼠李糖基-(1 $\rightarrow$ 3)-O- α -L-鼠李糖苷。

化合物: 浅黄绿色粉末, 分子式为 $C_{13}H_{16}O_7$; ESI-MS m/z : 284 $[M]^+$; 1H -NMR (500 MHz, CD_3OD) δ : 7.85 (2H, d, $J = 8.5$ Hz, H-2, 6), 6.79 (2H, d, $J = 8.5$ Hz, H-3, 5), 5.60 (1H, d, $J = 7.5$ Hz, H-1), 1.01 (3H, d, $J = 6.0$ Hz, H-6), 3.0~4.0 (4H, H-2', 3', 4', 5'), 12.5 (1H, brs, COOH); ^{13}C -NMR (125 MHz, CD_3OD) δ : 171.4 (s, COOH), 163.0 (s, C-4), 134.2 (s, C-1), 132.4 (d, C-2, 6), 117.5 (d, C-3, 5), 101.4 (d, C-1), 71.3 (d, C-2), 70.8 (d, C-3), 72.3 (d, C-4), 70.1 (d, C-5), 18.9 (q, C-6)。以上数据与文献对照一致^[8], 鉴定为对苯甲酸鼠李糖醇苷。

化合物: 白色粉末, ESI-MS m/z : 803 $[M + Na]^+$. 1H -NMR (500 MHz, C_5D_5N) δ : 5.67 (1H, brs, H-2), 4.68 (1H, d, $J = 12.5$ Hz, H-3), 4.49 (1H, d, $J = 12.5$ Hz, H-3), 5.52 (1H, d, $J = 3.5$ Hz, H-1'''), 4.76 (1H, d, $J = 7.4$ Hz, H-1'''), 4.12 (1H, m, H-1), 4.04 (1H, m, H-1), 1.64~1.26 (H-2'~11 和 H-2''~11'), 0.89 (6H, t, $J = 6.7$ Hz, H-12', 12''), ^{13}C -NMR (125 MHz, C_5D_5N) δ : 175.65 (C-1), 175.53 (C-1'), 107.9 (C-1'''), 103.7 (C-1'''), 77.4 (C-5'''), 76.9 (C-3'''), 75.2 (C-5'''), 74.6 (C-

4'''), 74.1 (C-2'''), 73.4 (C-2, 3'''), 73.0 (C-2'''), 72.2 (C-4'''), 70.6 (C-1), 70.4 (C-6'''), 65.7 (C-3), 64.9 (C-6'''), 36.8 (C-2'), 36.6 (C-2'), 22.3 ~ 34.5 (C-3' ~ 11' 和 C-3'' ~ 11''), 16.6 (C-12', 12''). 经与文献对照^[9], 鉴定该化合物为 1-O-β-D-半乳糖-(6 → 1)-α-D-半乳糖-2,3-O-月桂酸甘油二酯。

化合物 : 无色糖浆状物质, Molish 反应出现紫色环。酸水解薄层仅检出 D-果糖。¹H-NMR (500 MHz, CD₃OD) δ: 3.52 (1H, dt, J = 9.2, 6.4 Hz, H-1a), 3.61 (1H, dt, J = 9.2, 6.8 Hz, H-1b), 1.51 ~ 1.57 (2H, m, H-2), 1.38 ~ 1.43 (2H, m, H-3), 0.92 (3H, t, J = 7.3 Hz, H-4), 3.61 (1H, d, J = 11.9 Hz, H-1'a), 3.70 (1H, d, J = 11.9 Hz, H-1'b), 4.08 (1H, d, J = 4.9 Hz, H-3'), 3.89 (1H, dd, J = 7.0, 4.9 Hz, H-4'), 3.83 (1H, ddd, J = 7.0, 2.8, 4.9 Hz, H-5'), 3.62 (1H, ddd, J = 12.0, 4.9 Hz, H-6'a), 3.77 (1H, dd, J = 12.0, 2.8 Hz, H-6'b)。¹³C-NMR (125 MHz, CD₃OD) δ: 62.2 (C-1), 33.8 (C-2), 20.9 (C-3), 14.8 (C-4), 62.5 (C-1'), 109.3 (C-2'), 84.3 (C-3'), 78.9 (C-4'), 83.7 (C-5'), 63.1 (C-6)。将化合物的波谱数据与文献报道^[10]的正丁基-O-α-D-呋喃果糖苷的数据相比较, 两者基本一致, 因此鉴定该化合物为正丁基-O-α-D-呋喃果糖苷。

化合物 : 无色糖浆状物质, Molish 反应出现紫色环。酸水解薄层仅检出 D-果糖。¹H-NMR (500 MHz, CD₃OD) δ: 3.49 (1H, dt, J = 9.2, 6.4 Hz, H-1a), 3.66 (1H, dt, J = 9.2, 6.8 Hz, H-1b), 1.50 ~ 1.55 (2H, m, H-2), 1.35 ~ 1.41 (2H, m, H-3), 0.92 (3H, t, J = 7.3 Hz, H-4), 3.52 (1H, d, J = 11.9 Hz, H-1'a), 3.67 (1H, d, J = 11.9 Hz, H-1'b), 4.09 (1H, d, J = 4.9 Hz, H-3'), 3.89 (1H, dd, J = 7.0, 4.9 Hz, H-4'), 3.83 (1H, ddd, J = 7.0, 2.8, 4.9 Hz, H-5'), 3.62 (1H, dd, J = 12.0, 4.9 Hz, H-6'a), 3.77 (1H, dd, J = 12.0, 2.8 Hz, H-6'b)。¹³C-NMR (125 MHz, CD₃OD) δ: 62.2 (C-1), 33.8 (C-2), 20.8 (C-3), 14.9 (C-4), 62.5 (C-1'), 105.6 (C-2'), 78.9 (C-3'), 77.8 (C-4'), 83.7 (C-5'), 65.5 (C-6)。将化合物的波谱数据与文献报道^[10]的正丁基-O-β-D-呋喃果糖苷的数据相比较, 两者基本一致, 因此鉴定该化合物为正丁基-O-β-D-呋喃果糖苷。

化合物 : 无色糖浆状物质, Molish 反应出现紫色环, 酸水解薄层仅检出 D-果糖。¹H-NMR (500

MHz, CD₃OD) δ: 3.49 (1H, dt, J = 9.2, 6.4 Hz, H-1a), 3.52 (1H, dt, J = 9.2, 6.8 Hz, H-1b), 1.53 ~ 1.59 (2H, m, H-2), 1.35 ~ 1.44 (2H, m, H-3), 0.92 (3H, t, J = 7.3 Hz, H-4), 3.67 (1H, d, J = 11.9 Hz, H-1'a), 3.74 (1H, d, J = 11.9 Hz, H-1'b), 3.93 (1H, d, J = 4.9 Hz, H-3'), 3.89 (1H, dd, J = 7.0, 4.9 Hz, H-4'), 3.83 (1H, ddd, J = 7.0, 2.8, 4.9 Hz, H-5'), 3.62 (1H, dd, J = 12.0, 4.9 Hz, H-6'a), 3.77 (1H, dd, J = 12.0, 2.8 Hz, H-6'b)。¹³C-NMR (125 MHz, CD₃OD) δ: 62.7 (C-1), 33.8 (C-2), 20.9 (C-3), 14.9 (C-4), 63.9 (C-1'), 102.2 (C-2'), 71.0 (C-3'), 72.0 (C-4'), 71.5 (C-5'), 65.6 (C-6)。将化合物的波谱数据与文献报道^[8,10]的正丁基-O-β-D-吡喃果糖苷的数据相比较, 两者基本一致, 因此鉴定该化合物为正丁基-O-β-D-吡喃果糖苷。

化合物 : 白色结晶, ESI-MS *m/z*: 243 [M + H]⁺, 分子式为 C₁₆H₃₄O。¹H-NMR (500 MHz, CDCl₃) δ: 3.94 (2H, t, J = 6.7 Hz), 1.51 (2H, m), 1.15 (24H, brs), 0.76 (3H, t, J = 6.7 Hz)。¹³C-NMR (125 MHz, CDCl₃) δ: 64.8 (C-1), 34.8 (C-2), 32.3 (C-3), 29.4 ~ 29.7 (CH₂ × 10), 25.4 (C-14), 23.1 (C-15), 14.5 (CH₃), 综上所述可确定化合物为正十六烷醇。

化合物 : 无色晶体, 易溶于氯仿, mp 133 ~ 134, 薄层喷硫酸-乙醇溶液加热显紫红色。该化合物经 TLC 与 β-谷甾醇的对照品对照, 在 3 种溶剂体系下其 R_f 值一致, 确定该化合物为 β-谷甾醇。

化合物 : 白色结晶粉末 (甲醇), 易溶于吡啶, mp 292 ~ 298, Liebermann-Burchard 反应呈阳性, 与胡萝卜苷已知对照品进行共薄层, R_f 值一致, 且显色过程相同, 故鉴定该化合物为胡萝卜苷。

参考文献:

- [1] 吴征镒. 新华本草纲要 (第三册) [M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1990.
- [2] Lam T L, Lam M L, Au T K, et al. A comparison of human immunodeficiency virus type-1 protease inhibition activities by the aqueous antimelbanul extracts of Chinese medicinal herbs [J]. *Life Sci*, 2000, 67(23): 2889-2896.
- [3] 马秉智, 高增平. 狗脊贯众的化学成分及质量研究 [D]. 北京: 北京中医药大学, 2005.
- [4] Romo J, Mundo H, Carono M A. Isolation and structure of panamine: a component of the *Sweatia Panamensis* [J]. *Rev Latinoam Quim*, 1972, 3(2): 46-49.
- [5] Vokac K, Budesnsky M, Harmatha J, et al. Ecdysteroid constituents of the mushroom *Tapinella panuoides* [J]. *Phytochemistry*, 1998, 49(7): 2109-2114.
- [6] Mulinacci N, Vincieri A B, Bambagiotti-Alberti M, et al.

- Flavonol glycosides from *Sedum telephium* subspecies *Maximum leaves* [J]. *Phytochemistry*, 1995, 38(2): 531-533.
- [7] Matsumoto S, Iwashina T, Kitajima J. Evidence by flavonoid markers of four natural hybrids among *Asplenium normale* and related species (Aspleniaceae) in Japan [J]. *Biochem Syst Ecol*, 2003, 31(1): 51-58.
- [8] 秦文杰, 王钢力, 林瑞超. 短柱肖蕨化学成分研究() [J]. 中草药, 2007, 38(10): 1466-1468.
- [9] 杨 岚, 王满元, 赵玉英, 等. 荚果蕨贯众化学成分研究 [J]. 药学报, 2005, 40(3): 252-254.
- [10] 李 帅, 匡海学, 冈田嘉仁, 等. 鬼针草有效成分的研究() [J]. 中草药, 2004, 35(9): 972-975.

清明花枝叶化学成分的研究

王 培^{1,2}, 宋启示^{1*}, 徐 蔚¹, 李尚真¹

(1. 中国科学院西双版纳热带植物园, 云南 昆明 650223; 2. 中国科学院研究生院, 北京 100049)

摘 要:目的 研究清明花 *Beaumontia grandiflora* 的化学成分。方法 采用硅胶、Sephadex L H-20、MCI 柱色谱进行成分分离、纯化, 通过波谱分析(MS、¹H-NMR 和 ¹³C-NMR) 等方法进行结构鉴定。结果 共分离得到 11 个化合物, 分别鉴定为 β-谷甾醇(), β-豆甾醇(), 胡萝卜苷(), 正十六烷醇(), 东莨菪亭(), 羽扇豆醇(), 乌苏酸(), 齐墩果酸(), 2α, 3α, 23-三羟基-12-烯-28-乌苏酸(), 常春藤皂苷元(), 2-羟基苯甲酸()。结论 11 种化合物均为首次从该种植物中得到。

关键词:夹竹桃科; 清明花; 民族药

中图分类号: R284.1

文献标识码: A

文章编号: 0253-2670(2009)10-1549-03

清明花 *Beaumontia grandiflora* Wall. 为夹竹桃科植物^[1], 云南少数民族称其为刹抢龙。分布于云南山地的林中, 广东、广西、福建以及印度境内。历史上将其用作跌打损伤和风湿的治疗。资料显示对该种植物的化学成分研究不充分; 为进一步寻找其中活性成分, 开发民族药物, 本实验对清明花进行了化学成分的研究。从其枝和叶中得到 11 个化合物, 并进行了结构鉴定, 分别为 β-谷甾醇(), β-豆甾醇(), β-胡萝卜苷(), 正十六烷醇(), 东莨菪亭(), 羽扇豆醇(), 乌苏酸(), 齐墩果酸(), 2α, 3α, 23-三羟基-12-烯-28-乌苏酸(), 常春藤皂苷元(), 2-羟基苯甲酸()。11 种化合物均为首次从该种植物中得到。

1 仪器与材料

核磁共振谱用 Bruker AM-400、DRX-500 测定, TMS 为内标; 质谱用英国 VG 公司 VG Auto Spec-3000 型测定; 熔点用 XTRC-1 显微熔点仪测定(温度计未校正); 柱色谱硅胶(200~300 目)、薄层硅胶板(100 mm×50 mm)均为青岛海洋化工厂生产; 大孔树脂 D-101 由天津市大钧科技开发有限公司生产; MCI 凝胶; Sephadex L H-20 为 GE 生产。

清明花枝叶采自西双版纳热带植物园, 由中国

科学院西双版纳热带植物园宋启示研究员鉴定。

2 提取与分离

清明花枝、叶 20 kg, 晾干, 粉碎后用 95% 甲醇加热回流提取 4 次(3 h、2 h、2 h、2 h), 合并提取液, 减压浓缩为浸膏。将浸膏加水振荡溶解, 依次用石油醚、氯仿、正丁醇萃取。得到石油醚萃取物 306 g, 氯仿萃取物 201 g, 正丁醇萃取物 350 g。石油醚萃取物用硅胶柱色谱反复色谱得到化合物 (0.511 g)、(10.500 g)。氯仿萃取物先上硅胶柱进行色谱, 以氯仿-甲醇(95:5, 90:10, 80:20, 60:40)梯度洗脱, 将所得的各组分反复利用硅胶柱、Sephadex L H-20 柱和 MCI 柱分离纯化得到化合物 (0.021 g)、(0.042 g)、(0.015 g)、(20.754 g)、(0.063 g)、(0.471 g)。从正丁醇部分得到化合物 (1.028 g)、(0.054 g)、(0.007 g)。

3 结构鉴定

化合物 : 无色针晶, mp 136~138 (氯仿)。其 MS、¹H-NMR 图谱与 β-谷甾醇的标准图谱一致, TLC 上的斑点位置及显色均相同, 与对照品混合熔点不下降, 故化合物 确定为 β-谷甾醇。

化合物 : 白色针晶, mp 165~170 (甲醇)。其 MS、¹H-NMR 与 β-豆甾醇对照品谱图一致, TLC

* 收稿日期: 2009-02-20

作者简介: 王 培(1982—), 男, 山东淄博人, 在读硕士研究生, 研究方向为药用植物化学。

Tel: 13708879322 E-mail: wangpei@xtbg.ac.cn

* 通讯作者 宋启示 Tel: (0871) 5160902 E-mail: songqs@xtbg.ac.cn