

## 中国软珊瑚化学成份的研究(十一)

赖作企 龙康侯

(化学系)

在前文<sup>(1)</sup>中提到从一种新种软珊瑚(*Sinularia Fibrilla* sp. nov.)中分离出一种无色透明片状晶体(S304),含量约0.15%,熔点135.0—136.0°C[乙醇],分子式为C<sub>30</sub>H<sub>50</sub>O,是一种甾族化合物。经波谱和混合熔点鉴定为:23-乙基-24-亚甲基- $\Delta^6$ -胆甾烯-3 $\beta$ -醇(sipalosterol-A)。本文报导鉴定S<sub>304</sub>数据。

IR  $\nu_{\text{max}}$  KBr: 3450(宽,强), 3100, 1648, 1472, 1385, 1375, 1060, 990, 962, 890, 843, 804 cm<sup>-1</sup>

红外光谱表明:没有羰基,存在双键(3100,1648 cm<sup>-1</sup>)和羟基(3450cm<sup>-1</sup>)等官能团。

<sup>1</sup>HNMR  $\delta_{\text{TMS}}^{\text{CDCl}_3}$ : 0.67(s,3H), 0.88(t,3H), 0.96(d,3H), 1.00(s,3H), 1.03(d,6H), 1.58(s,1H,重氢交换后消失), 3.46(m,b,1H), 4.67(s,1H), 4.72(s,1H), 5.32(m,1H)。

从<sup>1</sup>HNMR可看出有典型的胆甾醇骨架的特征<sup>(2)</sup>;  $\delta$ 3.46(m,b,1H)是3-位 $\alpha$ -氢(与OH同连于一个碳上),  $\delta$ 1.57(s,1H,重氢交换后消失)为3位OH,  $\delta$ 5.32(m,1H)是6-位氢(烯氢)。

MS m/e: M<sup>+</sup>426, 411(M<sup>+</sup>-CH<sub>3</sub>), 398(M<sup>+</sup>-C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>), 383(M<sup>+</sup>-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>), 365[M-CH(C-H<sub>3</sub>)<sub>2</sub>-H<sub>2</sub>O], 314(100%)(M<sup>+</sup>-C<sub>8</sub>H<sub>16</sub>), 300, 299, 281, 271(M<sup>+</sup>-侧链-2H), 255(M<sup>+</sup>-侧链-H<sub>2</sub>O), 229, 213, 55, 43。

从分子式为C<sub>30</sub>H<sub>50</sub>O, 不饱和度为6, 减去甾核(4个环和C<sub>5</sub>上一个双键), 故甾核侧键应为11个碳和1个双键。从质谱m/e271(强峰)也证实了这一点。m/e314(100%)指出侧键的双键在C<sub>24</sub>、C<sub>28</sub>位上<sup>(3)</sup>, 它是经麦氏(McLafferty)重排产生的。从上述质谱碎片峰表明S<sub>304</sub>存在 $\Delta^6$ , 3 $\beta$ 羟基甾核<sup>(4a,b)</sup>。

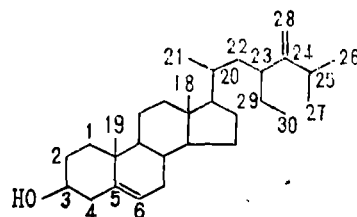
另外从IR1375,1385cm<sup>-1</sup>说明存在异丙基, 1060cm<sup>-1</sup>(强)是 $\nu_{C-C}$ 特征吸收, 890cm<sup>-1</sup>为双取代末端双键。

在<sup>1</sup>HNMR中4.67和4.72(均为s,1H)为末端双键上的2个质子。化合物S<sub>304</sub>存在6个甲基, 它们的化学位移是: 0.67(s,3H)为C<sub>18</sub>的CH<sub>3</sub>, 1.00(s,3H)为C<sub>16</sub>的CH<sub>3</sub>, 0.96(d,3H)为C<sub>21</sub>的CH<sub>3</sub>, 1.03(d,6H)为C<sub>26</sub>、C<sub>27</sub>的两个CH<sub>3</sub>, 0.88(t,3H)为C<sub>30</sub>的CH<sub>3</sub>。

由上述数据推测 $S_{304}$ 为23-乙基-24-亚甲基- $\Delta^6$ -胆甾烯-3 $\beta$ -醇, 即sipalosterol-A<sup>(5)</sup>;

它是近年从同一海域采集的别种软珊瑚中提取的新型甾族化合物。

测定 $S_{304}$ 与23-乙基-24-亚甲基- $\Delta^6$ -胆甾烯-3 $\beta$ -醇的混合熔点为135.0—136.0°C与 $S_{304}$ 的熔点相同, 因此确定 $S_{304}$ 为23-乙基-24-亚甲基- $\Delta^6$ -胆甾烯-3 $\beta$ -醇。



熔点未经校正。红外光谱用IR-27型仪测定, 核磁共振谱用EM-360 60MHz型仪测定, 质谱用MAT311A型仪测定。IR、<sup>1</sup>HNMR、MS均由广西医药研究所仪器室代做。林永成提供纯的23-乙基-24-亚甲基- $\Delta^6$ -胆甾烯-3 $\beta$ -醇样品作混合熔点。试验所用软珊瑚的种属由南海海洋研究所李楚玢鉴定。

### 参 考 文 献

- [1] 赖作企、龙康侯、李瑞声, 中山大学学报(自然科学版), 1981, 2, 14.
- [2] 梁晓天, 核磁共振, 科学出版社, 1976, 27.
- [3] Massey, I.J., Djerassi C., *J. Org Chem.*, 44(1979), 2448.
- [4] a) M.Wahid Khalil, et al., *Steroids*, 35(1980), 707.  
b) Z.V.Zarslakiis, *Mass Spectrometry of steroids*, 1976, 96.
- [5] 龙康侯等, 中山大学学报(自然科学版), 1981, 4, 105.

## Studies on the Chinese Soft Corals (XII)

Lai Zuoqi Long Kanghou

### Abstract

The structure of compound S304,  $C_{30}H_{50}O$ , a steroid isolated from a species of soft coral (*Sinularia Fibrilla* sp. nov.), was identified from spectral data and mixed melting point.