

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl⁷

C07D221/22

A61K 31/435

[12] 发明专利说明书

[21] ZL 专利号 92105347.9

[45] 授权公告日 2001 年 9 月 12 日

[11] 授权公告号 CN 1070852C

[22] 申请日 1992.7.4

[21] 申请号 92105347.9

[30] 优先权

[32] 1991.7.8 [33] JP [31] 263354/1991

[73] 专利权人 三和生药株式会社

地址 日本栃木县宇都宫市

[72] 发明人 村山光雄

审查员 冯吾战

[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

代理人 孟八一 杨丽琴

权利要求书 2 页 说明书 168 页 附图页数 0 页

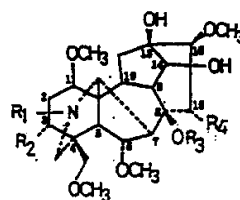
[54] 发明名称 乌头碱型化合物 14-O-酰化体的制法

[57] 摘要

以对具有通式(I)

[式中各符号的定义详见说明书]

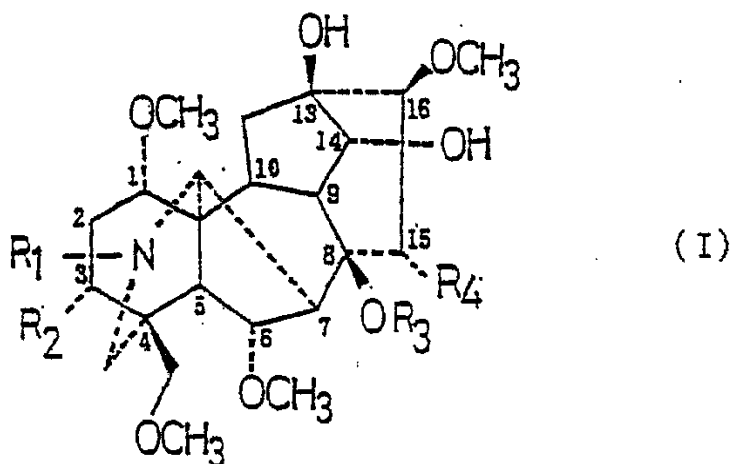
所表示的乌头碱型化学结构的化合物的 14 位羟基进行选择性酰化为特征的乌头碱型化合物的 14-O-酰化体的制法。



(I)

权 利 要 求 书

1. 一种制备通式(V)所示化合物的制备方法,



式中,

R_1 是氢原子或烷基,

R_2 是氢原子或羟基,

R_3 是氢原子或脂族酰基,

R_4 是氢原子或羟基,

R 为烷基或芳基,

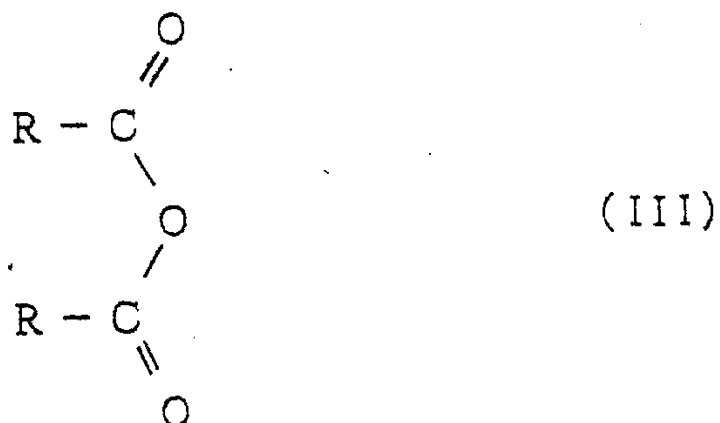
其特征在于, 在 -18°C 至 80°C 的温度下, 用通式(II)、通式(III)或通式(IV)所表示的化合物作为酰化剂, 对通式(I)所表示的乌头碱型化学结构的化合物中的 14 位羟基进行选择性的酰化, 以制备通式(V)的化合物,

所述通式(II)为,



式中, R 为烷基或芳基;

所述通式(III)为



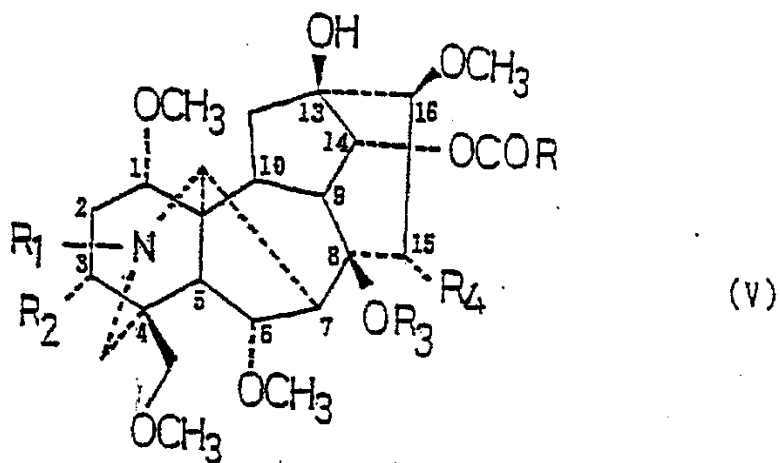
式中, R 表示烷基或芳基;

所述通式(IV)为



式中, R 烷基或芳基,

所述通式 (I) 为



式中

R_1 是氢原子或烷基,

R_2 是氢原子或羟基,

R_3 是氢原子或脂族酰基,

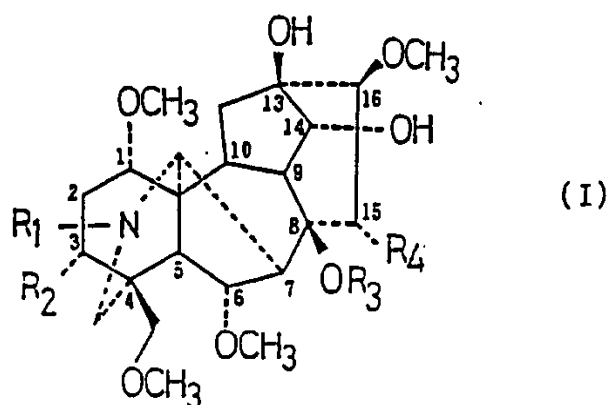
R_4 是氢原子或羟基,

说明书

乌头碱型化合物 14-O-酰化体的制法

本发明涉及具有乌头碱型化学结构的化合物的 14-O-酰化体的制造方法。即，本发明涉及以用具有通式 (I)：

通式 (I)：

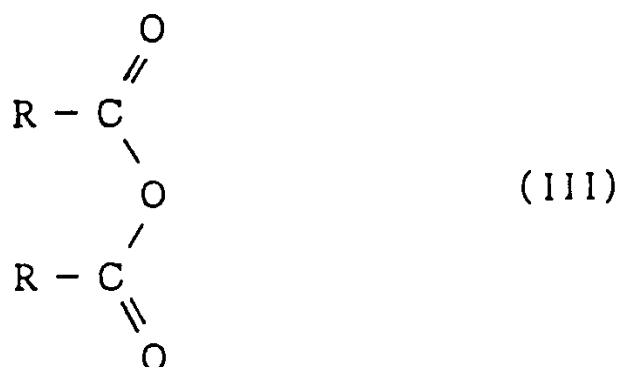


[式中， R_1 是氢原子或烷基或脂族酰基或芳族酰基， R_2 是氢原子或羟基或脂族酰氧基或芳族酰氧基， R_3 是氢原子或脂族酰基， R_4 是氢原子或羟基，但在 R_3 是氢原子的情况下或 R_4 是羟基的情况下， OR_3 的羟基和 / 或 R_4 的羟基也可以用醚型保护基加以保护，] 所表示的乌头碱型化学结构的化合物作为起始物质，用通式 (II)、通式 (III) 或通式 (IV)：

通式 (II)： $RCO - \text{卤素}$ (II)

[式中， R 表示烷基或芳基]

通式 (III)：



[式中, R 表示烷基或芳基]

通式 (IV) :

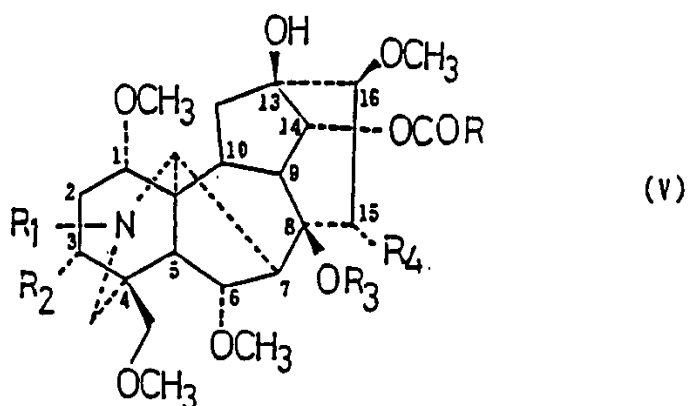


[式中, R 表示烷基或芳基]

所表示的化合物作为酰化剂, 对通式 (I) 所表示的乌头碱型化学结构

1 4 位的羟基进行选择性酰化为特征的、通式 (V) :

通式 (V)



[式中, R_1 是氢原子或烷基或脂族酰或芳族酰基, R_2 是氢原子或羟基或脂族酰氧基或芳族酰氧基, R_3 是氢原子或脂族酰基, R_4 是氢原子或羟基, R 是烷基或芳基, 但在 R_3 是氢原子的情况下或 R_4 是羟

基的情况下， OR_3 的羟基和/或 R_4 的羟基也可以用醚型保护基加以保护，]所表示的化合物的制法。

乌头碱类生物碱是毛茛科 (Ranunculaceae)、乌头属植物 (Aconitum) 块根中所含的生物碱成分，其毒性早就知道。乌头属植物的块根，主根称乌头，子根称附子，虽然它们都有毒，但自古以来就一直是作为医药使用的重要生药。其治疗上的目的包括镇痛、强心、利尿、保温、赋活等多方面，应用于疼痛、急性心力衰竭引起的四肢厥冷、烦躁、下痢、浮肿、不遂等，能促进代谢机能。这些有益作用的活性成分与双酯型的乌头碱类生物碱有密切关系，但其强毒性妨碍了它作为医药的利用。

本发明者曾着眼于作为附子主生物碱的乌头碱类生物碱的镇痛消炎作用，为得到降低了毒性又保持有益作用的衍生物而进行了各种研究，成功地提供了能作为安全性高的镇痛消炎剂的、许多具有乌头碱型化学结构的化合物。在这一系列研究中，发现通过在14位上置换各种各样的酯，能衍生出毒性比剧毒乌头碱类低并具有强镇痛消炎活性的化合物。可是，以前并不知道通过对具有上述通式(I)的乌头碱型化学结构的化合物的14位羟基进行酰化制造14-O-酰化体的方法。

本发明提供了以通过对具有上述通式(I)代表的乌头碱型化学结构的化合物的14位羟基用各种酰化剂进行酰化在其14位羟基上引进酰基为特征、具有乌头碱型化学结构且在14位上在酯键的化合物的制法。

以下详细说明本发明。

以使具有通式(I)代表的乌头碱型化学结构的化合物的14位羟基转变成酯为特征的14-O-酰化反应，可在适当温度下用通式(II)代表的脂族或芳族羧酰卤或通式(III)代表的脂族或芳族酐或通式(IV)

代表的脂族或芳族羧酸进行。

在使用通式 (II) 代表的脂族或芳族羧酰卤的情况下, 用适当的溶剂, 例如四氢呋喃、乙腈醚等、较好是碱性吡啶, 加入羧酰卤、搅拌, 就可得到通式 (V) 代表的化合物。作为羧酰卤的脂族羧酸, 可使用乙酸、丙酸、丁酸、戊酸等。作为羧酰卤的芳族羧酸, 可以使用安息香酸及在安息香酸苯环上有甲氧基、卤素、羟基、羧基等取代基的衍生物, 例如, 茴香酸, 对氯安息香酸, 对氟安息香酸, 对溴安息香酸, 间氯安息香酸, 间氟安息香酸, 间溴安息香酸, 3, 4, 5 - 三甲氧基安息香酸, 4, 5 - 二甲氧基安息香酸等。此外, 用有机金属试剂如正丁基锂、乙醇铯等把通式 (I) 代表的化合物的 1 4 位羟基变成醇盐, 向其中加入羧酰卤、搅拌, 也可以得到通式 (V) 代表的化合物。在通式 (II) 代表的羧酰卤没有市售的情况下, 在对应的羧酸中加入无机卤化物如磷酰氯、亚硫酸二氯、五氯化磷、三氯化磷、三溴化磷等, 搅拌, 就能得到相应的羧酰卤。

在使用通式 (III) 代表的脂族或芳族羧酸的酐的情况下, 用适当的溶剂, 如乙醚、四氢呋喃等, 较好是吡啶, 加入酐、搅拌, 就能得到通式 (V) 代表的化合物。作为脂族羧酸的酐, 可以使用诸如乙酐、丙酐、丁酐、戊酐等。作为芳族羧酸的酐, 可以使用诸如安息香酐、茴香酐、对氯安息香酐、对氟安息香酐、对溴安息香酐、间氯安息香酐、间氟安息香酐、间溴安息香酐、3, 4, 5 - 三甲氧基安息香酐、4, 5 - 二甲氧基安息香酐等。在通式 (III) 代表的酐无市售的情况下, 可在对应的羧酸中加入脱水剂, 例如低级脂族酐或低级脂族酰氯或卤代酸酯等, 通过蒸馏制得。

在使用通式 (IV) 代表的脂族或芳族羧酸的情况下, 可使用适当溶

剂如二氯甲烷、乙醚、四氢呋喃等，在酸催化剂如对甲苯磺酸、醚合三氟化硼、硫酸等的存在下，加入羧酸、搅拌，即可得通式 (V) 代表的化合物。作为脂族羧酸，可使用诸如乙酸、丙酸、丁酸、戊酸等。作为芳族羧酸，可使用安息香酸或在苯环上有甲氧基、卤素、羟基、羧基等取代基的安息香酸，例如，茴香酸、对氯安息香酸，对氟安息香酸，对溴安息香酸，间氯安息香酸，间氟安息香酸，间溴安息香酸，3, 4, 5-三甲氧基安息香酸，3, 4-二甲氧基安息香酸等。

在通式 (I) 代表的化合物的 R_2 或 R_4 为羟基的情况下，因条件而异，与 1, 4 位羟基共存的 R_2 或 R_4 羟基也可以酰化。在这样的情况下，只要把温度条件控制在低温，就能对 1, 4 位羟基进行选择性的酰化。此外，在 R_2 或 R_4 羟基用醚型保护基如四氢吡喃基、甲硫甲基、甲氧甲基、苯甲酰甲基、苄基等保护之后，再进行上述酰化反应，就能对 1, 4 位羟基进行选择性的酰化。然后，在 1, 4 位羟基酰化之后，把该化合物溶于有机溶剂如四氢呋喃中，加入酸如盐酸，同时搅拌，就能把醚型保护基转变成羟基。

作为通式 (I) 所代表的化合物，可以使用下述通式 (VI) [式中各符号： R_1 、 R_2 、 R_3 、 R_4 及 R_5 的含义参照表 1] 代表的、文献记载的化合物中那些 1, 4 位为羟基的化合物。此外，通式 (VI) 所代表的化合物的结构式中存在的取代基，凡能通过水解反应、酰化反应、脱烷基反应、烷基化反应和/或脱氧反应等的任意组合转变成所希望的其它取代基的，也可以使用。

通式 (VI)

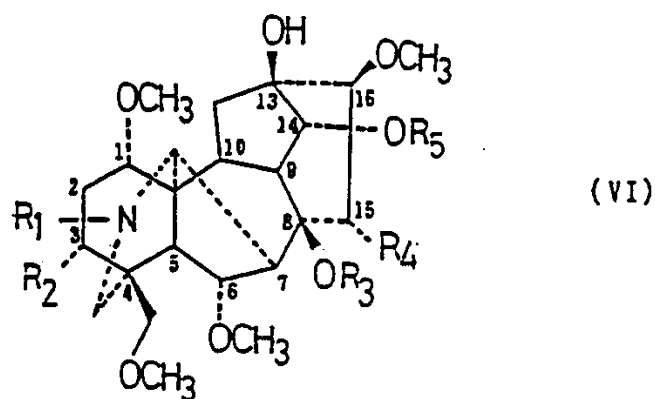


表 1

化合物名	R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	R ₅
乌头碱	C ₂ H ₅	OH	Ac	OH	Bz
美沙乌头碱	CH ₃	OH	Ac	OH	Bz
海帕乌头碱	CH ₃	H	Ac	OH	Bz
杰斯乌头碱	C ₂ H ₅	OH	Ac	OH	An
14-O-苯甲酰乌头胺	C ₂ H ₅	OH	H	OH	Bz
14-O-苯甲酰美沙乌头胺	C ₂ H ₅	OH	H	OH	Bz
14-O-苯甲酰海帕乌头胺	CH ₃	H	H	OH	Bz
14-O-茴香酰乌头胺	C ₂ H ₅	OH	H	OH	An
乌头胺	C ₂ H ₅	OH	H	OH	H✓
美沙乌头胺	CH ₃	OH	H	OH	H
海帕乌头胺	CH ₃	H	H	OH	H
脂乌头碱	C ₂ H ₅	OH			
脂杰斯乌头碱	C ₂ H ₅	OH	Lipo	OH	An

脂美沙乌头碱	CH ₃	OH	Lipo	OH	Bz
3-脱氧乌头碱	C ₂ H ₅	H	Ac	OH	Bz
3-O-乙酰乌头碱	C ₂ H ₅	AcO	Ac	OH	Bz
乌那乌头碱	C ₂ H ₅	H	Ac	H	An
3-O-乙酰乌那乌头碱	C ₂ H ₅	AcO	Ac	H	An
假乌头碱	C ₂ H ₅	OH	Ac	H	Vr
假乌头胺	C ₂ H ₅	OH	H	H	H
二乙酰假乌头碱	C ₂ H ₅	AcO	Ac	H	Vr
藜芦酰假乌头胺	C ₂ H ₅	OH	H	H	Vr
印乌头碱	C ₂ H ₅	OH	Ac	H	Bz

AC:CH₃CO-, Bz:C₆H₅CO-, An:CH₃OC₆H₄CO-, Vr:(CH₃O)₂C₆H₃CO-,

Lipo: 亚油酰基、十六酰基、油酰基、十八酰基、亚麻酰基

例如，在使通式 (VI) 所代表的化合物的 R₁ 转变成氢原子的情况下，可在适当溶剂如丙酮中与高锰酸钾的碳酸钠水溶液搅拌得到。此外，利用霍恩·布朗 (フォンブラウン) 反应，例如，让通式 (VI) 所代表的化合物在氯仿中与溴氰搅拌之后加水分解，也可以使与氮原子连接的取代基转变成氢原子。为了使通式 (VI) 所代表的化合物的 R₁ 转变成各种烷基，在合成了前述与氮原子连接的取代基为氢原子的化合物之后，用卤化烷基如氯烷基、碘烷基、溴烷基等在适当溶剂如甲醇中，在碳酸钠和水存在下，加入碘化钾，在室温搅拌，就能得到。另外，把与氮原子连接的取代基为氢原子的化合物溶于适当的溶剂如甲醇中，在碳酸钾及水的存在下，加入羧酰卤，在室温搅拌形成 N-酰基体之后，进行还原，例如加入氢化铝锂、在室温搅拌，也能使与氮连接的取代基转变成任意的烷基。为了使通式 (VI) 代表的化合物的 R₁ 转变成脂族酰基或芳族酰基的化合物，前述与氮连接的取代基为氢原子的化合物合成后，

在适当溶剂如甲醇中，在碳酸钾及水存在下，加入羧酐，在室温搅拌，就可得到。

在通式 (VI) 所代表的化合物的结构式中存在酯键的情况下，通过水解反应也可以使酯变成羟基。这种水解反应可以用碱性水解，例如用氢氧化钾的甲醇溶液作为溶剂在室温搅拌进行。此外，用水作为溶剂，依靠加热也能进行水解反应。但是，在起始物质难溶于水的情况下，通过在水中添加适当的有机溶剂，如二噁烷、四氢呋喃等，能更有效地进行水解反应。

为了使通式 (VI) 所代表的化合物中 R_2 为羟基的化合物的 R_2 转变成氢原子，通过进行 3 位羟基的脱氧反应，就能得到 3 位上有氢原子的化合物。例如，用亚硫酸二氯使相应的化合物脱水后，进行催化还原，或者在乙醚中在氯化钠存在下，与二硫化碳及碘甲烷反应，使 3 位羟基变成 S-甲硫代碳酸酐基后，通过用氢化三丁基锡还原，可以使 3 位羟基转变成氢原子。

为了使通式 (VI) 所代表的化合物的 R_2 转变成脂族酰氧基或芳族酰氧基，将通式 (VI) 所代表的化合物中 R_2 为羟基的化合物溶于适当溶剂如吡啶中，加入羧酐或酐，搅拌，可以使 3 位羟基转变成有脂族酰氧基或芳族酰氧基的化合物。

就通式 (VI) 所代表的化合物的 R_3 为氢原子的化合物而言，1,4 位羟基用前述醚型保护基保护后，加入羧酐或酐等、搅拌，使 R_2 变成酰氧基，再用适当的溶剂如四氢呋喃，加入酸如盐酸、搅拌，可以选择性地使 R_2 转变成酰氧基。

为了使通式 (VI) 所代表的化合物的 R_3 为氢原子的化合物的 R_3 转变成脂族酰基，在通式 (VI) 的 R_2 为羟基或 R_4 为羟基的情况下，

或在 R_5 为氢原子的情况下，在用醚型保护基保护 3 位、14 位或 15 位之后，将对应的化合物与酰化剂一起封管于安瓿等中，放置数日，就能使 8 位选择性地转变成脂族酰氧基。然后，在适当的溶剂如四氢呋喃中，加入盐酸等酸，搅拌，就能去掉醚型保护基。在 R_2 及 R_4 为氢原子或酰氧基、 R_5 为酰基的情况下，先溶于适当溶剂如吡啶中，再加入羧酰卤或酐、搅拌，可使 R_5 变成脂族酰基。

在通式 (VI) 所代表的化合物的 R_4 为羟基的情况下，为了使 R_4 的羟基转变成氢原子，无论使用通式 (VI) 所代表的化合物的 8 位为羟基的化合物，还是利用水解反应使 8 位转变成羟基后，都是通过脱氧反应，例如，在氢化钠存在下，加入二硫化碳及碘甲烷、搅拌，使 15 位羟基成为 S-甲基硫代碳酰酯体，然后用氢化三丁基锡等还原剂进行还原，就能使 R_4 转变成氢原子。

以下介绍本发明方法的实施例。

实施例 1

50 毫克 3-O-茴香酰乌头胺溶于 1 毫升吡啶中，加入 18 毫克 3-氯丙酰氯，在 80℃ 搅拌 4 小时。反应结束后，减压蒸馏除去吡啶，向残留物中加水，用 5% 碳酸氢钠水溶液调成碱性后，用氯仿萃取。氯仿层用水洗、用芒硝干燥后，减压浓缩至干。残留物用硅胶柱色谱法（溶剂为氨饱和乙醚）分离、精制，得到 19 毫克 3-O-茴香酰-14-O-(3-氯丙酰)乌头胺。

实施例 2

50 毫克 8-O-乙酰假乌头胺溶于 5 毫升无水吡啶中，在 -18℃ 添加 20 毫克间溴苯甲酰氯，搅拌 10 分钟后，用硅胶柱色谱法（10 克），用氯仿、5% 甲醇/氯仿、10% 甲醇/氯仿、15% 甲

醇/氯仿及20%甲醇/氯仿各30毫升依次淋洗。将其中10%甲醇/氯仿流出液和15%甲醇/氯仿流出液合并、减压蒸干。残留物用硅胶柱色谱法(30克)分离(分离溶剂:氨饱和的氯仿),得到27毫克8-O-乙酰-14-O-间溴苯甲酰假乌头胺。

实施例3

17毫克乌头胺溶于1毫升吡啶中,加入20毫克间茴香酰氯,在80℃搅拌4小时。反应结束后,减压蒸出吡啶,向残留物中加水,用5%碳酸氢钠水溶液调成碱性后,用氯仿萃取。氯仿层用水洗、用芒硝干燥后,减压浓缩至干。残留物用硅胶柱色谱法(溶剂:氨饱和乙醚)分离、精制,得到12毫克14-O-间茴香酰乌头胺。

实施例4

50毫克N-脱乙基-N-乙酰乌头胺溶于1毫升吡啶中,加入50微升 α -甲基-(4-(α -甲基乙酸)苯基)乙酰氯,在80℃搅拌4小时。反应结束后,减压蒸馏除去吡啶,向残留物中加水,用5%碳酸氢钠水溶液调成碱性后,用氯仿萃取。氯仿层用水洗,用芒硝干燥后,减压浓缩至干。残留物用硅胶柱色谱法(溶剂:氨饱和乙醚)分离、精制,得到28毫克N-脱乙基-N-乙酰-14-O-[α -甲基-(4-(α -甲基乙酸)苯基)乙酰]乌头胺。

实施例5

实施例1的3-O-茴香酰乌头胺和3-氯丙酰氯用50毫克N-脱乙基-N-苯甲酰乌头胺和30毫克3,4,5-三甲氧基苯甲酰氯代替,其它操作与实施例1相同,得到28毫克N-脱乙基-N-苯甲酰-14-O-三甲基棓酰乌头胺。

实施例6

实施例 1 的 3-O-茴香酰乌头胺和 3-氯丙酰氯用 50 毫克海帕乌头胺和 20 毫克对氯苯甲酰氯代替，其它操作与实施例 1 相同，得到 23 毫克 14-O-对氯苯甲酰海帕乌头胺。

实施例 7

实施例 1 的 3-O-茴香酰乌头胺和 3-氯丙酰氯用 50 毫克 3-O-乙酰乌头胺和 20 毫克间氯苯甲酰氯代替，其它操作与实施例 1 相同，得到 24 毫克 3-O-乙酰-14-O-间氯苯甲酰乌头胺。

实施例 8

实施例 3 的乌头胺用 30 毫克 3, 15-二-O-苄基乌头胺代替，其它操作与实施例 3 相同，得到 28 毫克 3, 15-二-O-苄基-14-O-间茴香酰乌头胺。

实施例 9

实施例 1 的 3-O-茴香酰乌头胺和 3-氯丙酰氯用 50 毫克 15-O-四氢吡喃基海帕乌头胺和 20 毫克对氯苯甲酰氯代替，其它操作与实施例 1 相同，获得 53 毫克 15-O-四氢吡喃基-14-O-对氯苯甲酰海帕乌头胺。

实施例 10

30 毫克乌头胺和 20 毫克对甲苯磺酸溶于 1.5 毫升乙醇中，在室温搅拌 1 小时。反应结束后，减压蒸出乙醇，向残留物添加冰水，用 5% 碳酸氢钠调至碱性，用氯仿萃取。氯仿层用水洗，用芒硝干燥后，减压浓缩至干。残留物用硅胶柱色谱法（溶剂：氨饱和乙醚）分离、精制，得到 14-O-乙酰乌头胺 28 毫克。

实施例 11

26 毫克 N-脱乙基-N-丙基乌头胺和 20 毫克对甲苯磺酰溶于

1. 5毫升乙醚中，在室温搅拌1小时。反应结束后，减压蒸出乙醚，向残留物添加冰水，用5%碳酸氢钠调成碱性，用氯仿萃取。氯仿层用水洗、用芒硝干燥后，减压浓缩至干。残留物用硅胶柱色谱法（溶剂：氨饱和乙醚）分离、精制，得到22毫克N-脱乙基-N-丙基-14-O-乙酰乌头胺。

实施例12

50毫克N-脱乙基乌头胺和20毫克对甲苯磺酸溶于1.5毫升乙醚中，在室温搅拌1小时。反应结束后，减压蒸出乙醚，向残留物中添加冰水，用5%碳酸氢钠调成碱性，用氯仿萃取。氯仿层用水洗，用芒硝干燥后、减压浓缩至干。残留物用硅胶柱色谱法（溶剂：氨饱和乙醚）分离、精制，得到12毫克N-脱乙基-14-O-乙酰乌头胺。

实施例13

100毫克乌头胺溶于10毫升四氢呋喃中，在-70℃添加0.5毫升正丁基锂己烷溶液，搅拌30分钟后，在室温加入100毫升对氯苯甲酰氯，搅拌30分钟。反应结束后，向反应液中加入少量水，减压蒸干。残留物用硅胶柱色谱法（溶剂：氨饱和氯仿）分离，用丙酮/己烷混合液重结晶，得到83毫克14-对氯苯甲酰乌头胺。

实施例14

实施例12的N-脱乙基乌头胺及乙醚分别用50毫克3,15-二-O-甲氧甲基乌头胺和20毫克安息香酐代替，其它操作与实施例12相同，得到47毫克3,15-二-O-甲氧甲基-14-O-苯甲酰乌头胺。

实施例15

100毫克乌头胺溶于2毫升吡啶中，在0℃条件下加入50毫克

对茴香酐，搅拌2小时。向反应液添加冰水，然后用氨调成碱性，用氯仿萃取。氯仿层用水洗，用芒硝干燥后减压蒸干，残留物用硅胶柱色谱法（溶剂：氨饱和氯仿）分离、精制，得到102毫克14-O-茴香酐乌头胺。

实施例16

实施例2的8-O-乙酰假乌头胺及间溴苯甲酰氯用250毫克乌头胺和0.15毫升对氯苯甲酰氯代替，其它操作与实施例2相同，得到207毫克14-O-对氯苯甲酰乌头胺。

实施例17

向230毫克1,4-苯-二-2-丙酸中加入1毫升亚硫酸二氯，加热回流4小时后，减压蒸出过剩的亚硫酸二氯。将50微升所得液体加入到含50毫克乌头胺的1毫升吡啶溶液中，在室温搅拌3小时。将反应液倾入冰水中，用氯仿萃取。氯仿层减压蒸干，残留物用硅胶柱色谱法（溶剂为氨饱和乙醚：己烷=4:1）分离、精制，得到23毫克14-O- α -甲基-(4-(α -甲基乙酸)苯基)乙酰乌头胺。

实施例18

添加100毫克乌头胺、0.2毫升醚合三氟化硼和1毫升丁酸，此溶液在室温搅拌24小时。向反应液中加水，用氨调成碱性后，用乙醚萃取。乙醚层用水洗，用芒硝干燥后减压蒸干。残留物用硅胶柱色谱法（溶剂：氨饱和乙醚）分离、精制，得到83毫克14-O-丁酰乌头胺。

实施例19

实施例18的丁酸用1毫升戊酸代替，其它操作与实施例18相同，得到85毫克14-O-戊酰乌头胺。

实施例 2 0

把 1 0 0 毫克乌头胺和 3 0 毫克对溴安息香酸悬浮于苯中，向其中添加 0 . 5 毫升三氟乙醚，在室温搅拌 2 天。将反应液倾入冰水中，用氨调成碱性后，用氯仿萃取。氯仿层用水洗，用芒硝干燥后减压蒸馏。残留物用硅胶柱色谱法（溶剂：氨饱和氯仿）分离、精制，得到 3 0 毫克 1 4 - O - （对溴苯甲酰）乌头胺。

实施例 2 1

实施例 2 0 的对溴安息香酸用 3 0 毫克 3 , 4 - 二甲氧基安息香酸代替，其它操作与实施例 2 0 相同，得到 2 8 毫克 1 4 - O - 藜芦酰乌头胺。

实施例 2 2

实施例 1 6 的乌头胺用 2 5 毫克 3 - 脱氧乌头胺代替，其它操作与实施例 1 6 相同，得到 2 0 毫克 3 - 脱氧 - 1 4 - O - 对氯苯甲酰乌头胺。

实施例 2 3

5 0 毫克 3 , 1 5 - 二脱氧乌头胺溶于 2 毫升吡啶，在 0 °C 条件下加入 2 5 毫克琥珀酐，搅拌 2 小时。向反应液中添加冰水后，用氯仿萃取。氯仿层用水洗，用芒硝干燥后减压蒸干，残留物用硅胶柱色谱法（溶剂：氨饱和氯仿）分离、精制，得到 4 0 毫克 3 , 1 5 - 二脱氧 - 1 4 - O - 琥珀酰乌头胺。

实施例 2 4

实施例 2 0 的乌头胺及对溴安息香酸用 1 0 0 毫克 3 , 1 5 - 二脱氧乌头胺和 3 0 毫克邻氯安息香酸代替，其它操作与实施例 2 0 相同，得到 2 8 毫克 3 , 1 5 - 二脱氧 - 1 4 - O - 邻氯苯甲酰乌头胺。

实施例 2 5

实施例 1 5 的乌头胺用 1 0 0 毫克 N - 戊基乌头胺代替, 其它操作与实施例 1 5 相同, 得到 1 0 0 毫克 N - 戊基 - 1 4 - O - 茴香酰乌头胺。

实施例 2 6

实施例 2 0 的乌头胺及对溴安息香酸用 1 0 0 毫克 3, 1 5 - 二 - O - 甲硫甲基乌头胺和 3 0 毫克 3, 4 - 二甲氧基安息香酸代替, 其它操作与实施例 2 0 相同, 得到 3 0 毫克 3, 1 5 - 二 - O - 甲硫甲基 - 1 4 - O - 藜芦酰乌头胺。

实施例 2 7

实施例 2 的 8 - O - 乙酰假乌头胺及间溴苯甲酰氯用 2 5 0 毫克 3 - 脱氧 - 1 5 - O - 苄基乌头胺和 0 . 1 5 毫升对氯苯甲酰氯代替, 其它操作与实例 2 相同, 得到 2 0 9 毫克 3 - 脱氧 - 1 5 - O - 苄基 - 1 4 - O - 对氯苯甲酰乌头胺。

实施例 2 8

实施例 1 0 的乌头胺用 3 0 毫克 3, 1 5 - 二 - O - 四氢吡喃基乌头胺代替, 其它操作与实施例 1 0 相同, 得到 2 6 毫克 3, 1 5 - 二 - O - 四氢吡喃基 - 1 4 - O - 乙酰乌头胺。

实施例 2 9

实施例 2 0 的乌头胺和对溴安息香酸用 1 0 0 毫克 N - 脱乙基 - N - 戊基 - 3 - O - 甲氧甲基假乌头胺和 3 0 毫克 3, 4 - 二甲氧基安息香酸代替, 其它操作与实施例 2 0 相同, 得到 3 2 毫克 N - 脱乙基 - N - 戊基 - 3 - O - 甲氧甲基 - 1 4 - O - 藜芦酰假乌头胺。

实施例 3 0

实施例 15 的乌头胺用 100 毫克 N-脱乙基-N-乙酰-3, 15-二-O-甲氧甲基乌头胺代替, 其它操作与实施例 15 相同, 得到 97 毫克 N-脱乙基-N-乙酰-3, 15-二-O-甲氧甲基-14-O-茴香酰乌头胺。

实施例 31

实施例 15 的乌头胺用 100 毫克 3, 15-二-O-甲硫甲基美沙乌头胺代替, 其它操作与实施例 15 相同, 得到 101 毫克 3, 15-二-O-甲硫甲基-14-O-茴香酰美沙乌头胺。

实施例 32

实施例 15 的乌头胺用 100 毫克 N-脱乙基-3, 15-二-O-甲氧甲基乌头胺代替, 其它操作与实施例 15 相同, 得到 103 毫克 N-脱乙基-3, 15-二-O-甲氧甲基-14-O-茴香酰乌头胺。

实施例 33

实施例 15 的乌头胺用 100 毫克 N-脱乙基-N-苯甲酰-3, 15-二-O-甲氧甲基乌头胺代替, 其它操作与实施例 15 相同, 得到 100 毫克 N-脱乙基-N-苯甲酰-3, 15-二-O-甲氧甲基-14-O-茴香酰乌头胺。

实施例 34

实施例 15 的乌头胺用 100 毫克 15-O-甲氧甲基乌头胺代替, 其它操作与实施例 15 相同, 得到 104 毫克 15-O-甲氧甲基-14-O-茴香酰乌头胺。

实施例 35

实施例 2 的 8-O-乙酰假乌头胺及间溴苯甲酰氯用 250 毫克 3-O-甲氧甲基乌头胺和 0.15 毫升对氯苯甲酰氯代替, 其它操作与

实施例 2 相同，得到 200 毫克 3-O-甲氧甲基-14-O-对氯苯甲酰乌头胺。

实施例 3 6

实施例 2 的 8-O-乙酰假乌头胺用 50 毫克 3-O-甲氧甲基假乌头胺代替，其它操作与实施例 2 相同，得到 25 毫克 3-O-甲氧甲基-14-O-间溴苯甲酰假乌头胺。

实施例 3 7

实施例 2 的 8-O-乙酰假乌头胺和间溴苯甲酰氯用 250 毫克 15-O-甲氧甲基海帕乌头胺和 0.15 毫升苯甲酰氯代替，其它操作与实例 2 相同，得到 195 毫克 15-O-甲氧甲基-14-O-苯甲酰海帕乌头胺。

实施例 3 8

实施例 1 的 3-O-茴香酰乌头胺及 3-氯丙酰氯用 50 毫克 3,15-二-O-四氢吡喃基美沙乌头胺和 25 毫克苯甲酰氯代替，其它操作与实例 1 相同，得到 51 毫克 3,15-二-O-四氢吡喃基-14-O-苯甲酰美沙乌头胺。

此外，以下进一步说明本发明方法的起始物质及用于其制造的中间体和有关化合物的制造的参考例。

参考例 1

(I) 在 5 毫升四氢呋喃中悬浮 46 毫克氢化钠，在 0℃ 条件下向其中添加 70 毫克乌头胺，搅拌 30 分钟。向此溶液中添加 0.5 毫升氯甲基·甲基醚，在室温搅拌 1 小时。将反应液倾入冰水中后，用氯仿萃取。氯仿层用水洗，用芒硝干燥后，在减压下蒸干。所得到的残留物用硅胶柱色谱法（10 克，氨饱和乙醚）分离、精制，得到 55 毫克 14-O-

—甲氧甲基乌头胺。

(2)将100毫克14-O-甲氧甲基乌头胺溶于3毫升吡啶中，加入75毫克对茴香酰氯，在搅拌下于80℃加热1小时。然后，向反应液中添中50毫升氯仿。氯仿层先用40毫升5%氨水再用40毫升水洗涤后，用氯化钙干燥，减压蒸干。残留物用薄层色谱法（溶剂为28%氨水饱和乙醚：己烷=5：1）分离、精制，得到90毫克3-O-茴香酰-14-O-甲氧甲基乌头胺。

(3)将30毫克3-O-茴香酰-14-O-甲氧甲基乌头胺溶于5毫升甲氢呋喃中，滴加0.5毫升浓盐酸，在50℃搅拌7小时。冷却后，边冷却边向反应液中加入氨水，用氨调至碱性后用氯仿萃取。氯仿层用水洗、用芒硝干燥后减压蒸干。所得到的残留物用硅胶柱色谱法（10克，5%甲醇/氨饱和氯仿）分离、精制，得到23毫克3-O-茴香酰乌头胺。

参考例2

(1)在5毫升四氢呋喃中悬浮35毫克氢化钠，在室温条件下向其中加入70毫克假乌头胺，搅拌30分钟。向此溶液中加入1毫升氯甲基·甲硫醚，加热回流5小时。将反应液倾入冰水后，用氨调成碱性，用氯仿萃取。氯仿层用水洗，用芒硝干燥后减压蒸干。所得的残留物用硅胶柱色谱法（10克，氨饱和乙醚）分离、精制，得到71毫克3，13，14-三-O-甲硫甲基假乌头胺。

(2)将70毫克3，13，14-三-O-甲硫甲基假乌头胺溶于6毫升乙酰氯中，加入40微升乙酸和20微升干燥的甲醇，封于安瓿中放置2周。然后，减压蒸馏除去反应液中的乙酰氯，向残留物中加水，用氨调成碱性，用氯仿萃取。氯仿层用水洗、用芒硝干燥后减压蒸干。

所得到的残留物用硅胶柱色谱法（10克，氨饱和乙醚）分离、精制，得到72毫克8-O-乙酰-3, 13, 14-三-O-甲硫甲基假乌头胺。

(3)参考例1(3)的3-O-茴香酰-14-O-甲氧甲基乌头胺用30毫克8-O-乙酰-3, 13, 14-三-O-甲硫甲基假乌头胺代替，其它操作与参考例1(3)相同，得到22毫克8-O-乙酰假乌头胺。

参考例3

(1)将550毫克乌头胺溶于66毫升丙酮中，向此溶液中加入25毫升高锰酸钾水溶液（887毫克/25毫升水）和4.5毫升碳酸钾水溶液（556毫克/4.5毫升水），在室温搅拌30分钟。反应结束后，减压浓缩，直至反应液不散发丙酮气味，残留液先进行冷却，然后加入33毫升2N硫酸和22毫升硫代硫酸钠水溶液（887毫克/22毫升水），用二氯甲烷洗涤。水层用碳酸钠调至pH 8~9，用二氯甲烷萃取。二氯甲烷层用芒硝干燥后，减压浓缩至干。残留物用硅胶柱色谱法（溶剂：5%甲醇/氨饱和氯仿）分离、精制，得到N-脱乙基乌头胺。

(2)将50毫克N-脱乙基乌头胺溶于1毫升甲醇中，加入50毫克碳酸钾、0.1毫升水和20微升乙酰氯，在室温搅拌1小时。反应结束后，将反应液减压浓缩至干，将残留物溶于20毫升氯仿，氯仿层用水洗涤、用芒硝干燥后，减压浓缩至干。残留物用硅胶柱色谱法（溶剂：5%甲醇/氨饱和氯仿）分离、精制，得到31毫克N-脱乙基-N-乙酰乌头胺。

参考例4

将 50 毫克 N-脱乙基乌头胺溶于 1 毫升甲醇中，加入 50 毫克碳酸钾、0.1 毫升水和 20 微升苯甲酰氯，在室温搅拌 1 小时。反应结束后，将反应液减压浓缩至干，残留物溶于 20 毫升氯仿中，氯仿层用水洗涤，用芒硝干燥后减压浓缩至干。残留物用硅胶柱色谱法（溶剂：5% 甲醇/氨饱和氯仿）分离、精制，得到 31 毫克 N-脱乙基-N-苯甲酰乌头胺。

参考例 5

(1) 向 50 毫克 14-O-甲氧甲基乌头胺中加入 1 毫升吡啶和 4 毫升乙酐，在室温搅拌 3 小时。将反应液减压浓缩至干，残留物溶于 50 毫升氯仿中，氯仿层先用 5% 碳酸氢钠水溶液然后用水洗涤，用芒硝干燥后减压蒸出。残留物用硅胶柱色谱法（溶剂：氨饱和乙醚）分离、精制，得到 48 毫克 3-O-乙酰-14-O-甲氧甲基乌头胺。

(2) 参考例 1 (3) 的 3-O-茴香酰-14-O-甲氧甲基乌头胺用 30 毫克 3-O-乙酰-14-O-甲氧甲基乌头胺代替，其它操作与实施例 1 (3) 相同，得到 20 毫克 3-O-乙酰乌头胺。

参考例 6

(1) 在 5 毫升四氢呋喃中悬浮 46 毫克氢化钠，在 0℃ 条件下向其中加入 70 毫克 14-O-茴香酰乌头胺，搅拌 30 分钟。向此溶液中加入 0.1 毫升苄基氯，在室温搅拌 20 小时。将反应液倾入冰水后，用氯仿萃取。氯仿层用水洗，用芒硝干燥后减压蒸干。得到的残留物用硅胶柱色谱法（10 克，氨饱和乙醚）分离、精制，得到 45 毫克 3, 15-二-O-苄基-14-O-茴香酰乌头胺。

(2) 将 40 毫克 3, 15-二-O-苄基-14-O-茴香酰乌头胺溶于 5 毫升 5% 氢氧化钾/甲醇溶液中，在室温搅拌 10 小时后，减压

蒸出甲醇。残留物溶于5毫升冰水中，用20毫升先用甲醇后用水洗净的Amberite XAD-2 (Organo公司制造)柱色谱法，用水淋洗直至流出来的水不呈碱性后，用300毫升甲醇淋洗。将此甲醇溶液减压蒸干，得到32毫克3, 15-二-O-苄基乌头胺。

参考例 7

(1)将70毫克海帕乌头碱溶于2毫升苯中，向其中加入3毫克对甲苯磺酸和0.3毫升2, 3-二氢吡喃，在60℃搅拌24小时。冷却后，向反应液中加入5%碳酸氢钠水溶液，用二氯甲烷溶液萃取。二氯甲烷层用水洗、用芒硝干燥后，减压蒸干。得到的残留物用硅胶柱色谱法(10克，氨饱和乙醚)分离、精制，得到65毫克15-O-四氢吡喃基海帕乌头碱。

(2)参考例6(2)的3, 15-二-O-苄基-14-O-茴香酰乌头胺用60毫克15-O-四氢吡喃基海帕乌头碱代替，其它操作与参考例6(2)相同，得到43毫克15-O-四氢吡喃基海帕乌头胺。

参考例 8

(1)参考例6(1)的14-O-茴香酰乌头胺及苄基氯分别用70毫克14-O-乙酰乌头胺及0.5毫升氯甲基·甲醚代替，其它操作与参考例6(1)相同，得到50毫克3, 15-二-O-甲氧甲基-14-O-乙酰乌头胺。

(2)参考例6(2)的3, 15-二-O-苄基-14-O-茴香酰乌头胺用50毫克3, 15-二-O-甲氧甲基-14-O-乙酰乌头胺代替，其它操作与参考例6(2)相同，得到30毫克3, 15-二-O-甲氧甲基乌头胺。

参考例 9

将 50 毫克 N-脱乙基乌头胺溶于 2 毫升甲醇/乙醚 (1:1) 混合液中, 加入 65 毫克碳酸钙和 0.5 毫升正丙基氯, 加热回流 2 小时。反应结束后, 将反应液中的不溶物过滤除去, 将反应液减压浓缩至干。残留物用硅胶柱色谱法 (溶剂, 5% 甲醇/氯饱和氯仿) 分离、精制, 得到 26 毫克 N-脱乙基-N-丙基乌头胺。

参考例 10

(1) 参考例 6 (1) 的 14-O-茴香酰乌头胺及苄基氯用 70 毫克 14-O-苯甲酰乌头胺及 0.5 毫升氯甲基·甲醚代替, 其它操作与参考例 6 (1) 相同, 得到 52 毫克 3, 15-二-O-甲氧甲基-14-O-苯甲酰乌头胺。

(2) 参考例 6 (2) 的 3, 15-二-O-苄基-14-O-茴香酰乌头胺用 100 毫克 3, 15-二-O-甲氧甲基-14-O-苯甲酰乌头胺代替, 其它操作与参考例 6 (2) 相同, 得到 76 毫克 3, 15-二-O-甲氧甲基乌头胺。

参考例 11

125 毫克乙酐与 76 毫克对茴香酸的混合物加热回流 30 分钟后, 在室温下放置冷却。将溶液中的固体粉碎后抽吸过滤。得到的结晶块用乙醚洗净后、干燥, 得到 60 毫克对茴香酐。

参考例 12

(1) 将 1.5 克镁悬浮于 10 毫升干燥四氢呋喃中, 用 30 分钟时间添加 12 克对二溴苯的四氢呋喃溶液 (25 毫升), 加热回流 4 小时。

(2) 将 9 克 β -溴丙酸乙酯和 70 毫克氯化镍溶于 10 毫升四氢呋喃中, 用 30 分钟时间向此溶液中滴加 (1) 的溶液, 在室温搅拌 18 小时。

向反应液中加入 10% 硫酸铵水溶液，用乙醚萃取。乙醚层用水洗、用芒硝干燥后，减压蒸干。残留物用己烷萃取，滤出不溶物后减压蒸馏，得到 1 克 1, 4-苯二-2-丙酸二乙酯。

(3) 将 500 毫克 1, 4-苯二-2-丙酸二乙酯溶于 5 毫升乙醇中，加 1 毫升 40% 氢氧化钠水溶液，在室温搅拌 12 小时。反应液减压浓缩，加水，用乙醚洗涤一次后，向水层加入 10% 盐酸水溶液，调成酸性，用乙醚萃取。乙醚层用水洗、用芒硝干燥后，减压蒸干，残留物用硅胶薄层色谱法（溶剂，苯）分离、精制，得到 230 毫克 1, 4-苯二-2-丙酸。

参考例 13

(1) 将 660 毫克 14-O-茴香酰乌头胺溶于 66 毫升丙酮，向此溶液中添加 25 毫升高锰酸钾水溶液（887 毫克/25 毫升水）和 4.5 毫升碳酸钾水溶液（556 毫克/4.5 毫升水），在室温搅拌 30 分钟。反应结束后，减压浓缩直至反应液不散发丙酮气味，向残留液中加入 33 毫升预先冷却的 2N 硫酸及 22 毫升硫代硫酸钠水溶液（887 毫克/22 毫升水），用二氯甲烷洗涤。水层用碳酸钠调至 pH 8~9，用二氯甲烷萃取。二氯甲烷层用芒硝干燥后，减压浓缩至干。残留物用硅胶柱色谱法（溶剂，5% 甲醇/氯饱和氯仿）分离、精制，得到 605 毫克 N-脱乙基-14-O-茴香酰乌头胺。

(2) 将 100 毫克 N-脱乙基-14-O-茴香酰乌头胺溶于 5 毫升 5% 氢氧化钾/甲醇溶液，在室温搅拌 10 小时后，减压蒸出甲醇。残留物溶于 5 毫升冰水中，用 20 毫升先用甲醇后用水洗涤的 Amberite XAD-2 (Organo 公司制造) 柱色谱法，用水淋洗直至溶出来的水不呈碱性后，用 300 毫升甲醇淋洗。这种甲醇溶液减压蒸干，得到 70 毫克 N

—脱乙基乌头胺。

参考例 1 4

参考例 9 的正丙基氯用 0.2 毫升甲基碘代替，其它操作与参考例 9 相同，得到 28 毫克美沙乌头胺。

参考例 1 5

(1) 将 300 毫克 14-O-茴香酰乌头胺和 380 毫克溴氟溶于 20 毫升氯仿中，加热回流 24 小时。冷却后，氯仿溶液用水洗，用芒硝干燥后，减压蒸干。残留物用硅胶柱色谱法（30 克，10% 甲醇/氯仿）分离、精制，得到 270 毫克 N-氟基-14-O-茴香酰乌头胺。

(2) 250 毫克 N-氟基-14-O-茴香酰乌头胺溶于 5 毫升浓盐酸中，加热回流 5 小时。冷却后，边冷却边向反应液中加入氨水，调成碱性后，用氯仿萃取。氯仿层用水洗，用芒硝干燥后，减压制干。得到的残留物用柱色谱法（20 克，5% 甲醇/氨饱和氯仿）分离、精制，得到 231 毫克 N-脱乙基-14-O-茴香酰乌头胺。

(3) 参考例 9 的 N-脱乙基乌头胺及正丙基氯用 50 毫克 N-脱乙基-14-O-茴香酰乌头胺和 0.2 毫升戊基溴代替，其它操作与参考例 9 相同，得到 49 毫克 N-脱乙基-N-戊基-14-O-茴香酰乌头胺。

(4) 参考例 6 (2) 的 3, 15-二-O-苄基-14-O-茴香酰乌头胺用 N-脱乙基-N-戊基-14-O-茴香酰乌头胺代替，其它操作与实例 6 (2) 相同，得到 38 毫克 N-脱乙基-N-戊基乌头胺。

参考例 1 6

(1) 将 50 毫克 3-脱氧杰斯乌头碱溶于 2 毫升二噁烷与 2 毫升水的

混合液中，加热回流4小时。冷却后，减压蒸出溶剂。残留物用薄层色谱法（溶剂，5%甲醇/氨饱和氯仿）分离、精制，得到38毫克3-脱氧-14-O-茴香酰乌头胺。

(2)参考例3(1)的乌头胺用580毫克3-脱氧-14-O-茴香酰乌头胺代替，其它操作与参考例3(1)相同，得到512毫克N-脱乙基-3-脱氧-14-O-茴香酰乌头胺。

(3)参考例9的N-脱乙基乌头胺用50毫克N-脱乙基-3-脱氧-14-O-茴香酰乌头胺代替，其它操作与参考例9相同，得到29毫克N-脱乙基-N-丙基-3-脱氧-14-O-茴香酰乌头胺。

参考例17

(1)向400毫克美沙乌头碱中加入8毫升吡啶和30毫升乙醇，在室温搅拌16小时。反应液减压浓缩至干，残留物溶于50毫升氯仿中，氯仿层用5%碳酸氢钠水溶液、然后用水洗涤，用芒硝干燥后减压蒸馏。残留物用硅胶柱色谱法（溶剂，氨水饱和乙醚）分离、精制，得到401毫克3-O-乙酰美沙乌头碱。

(2)参考例15(1)的14-O-茴香酰乌头胺用3-O-乙酰美沙乌头碱代替，其它操作与参考例15(1)相同，得到280毫克N-氰基-3-O-乙酰美沙乌头碱。

(3)参考例15(2)的N-氰基-14-O-茴香酰乌头胺用250毫克N-氰基-3-O-乙酰美沙乌头碱代替，其它操作与参考例15(2)相同，得到220毫克N-脱甲基-3-O-乙酰美沙乌头碱。

(4)参考例9的N-脱乙基乌头胺及正丙基氯用50毫克N-脱甲基-3-O-乙酰美沙乌头碱和乙基碘代替，其它操作与参考例9相同，得到29毫克3-O-乙酰乌头碱。

参考例 18

(1)将 100 毫克杰斯乌头碱溶于 3 毫升吡啶中, 加入 75 毫克对茴香酰氯, 搅拌下于 80℃加热 1 小时, 然后, 向反应液中加入 50 毫升氯仿。将氯仿层用 40 毫升 5%氨水、40 毫升水洗涤后, 用氯化钙干燥, 减压蒸干。残留物用薄层色谱法(溶剂, 28%氨水饱和乙醚: 己烷 = 5 : 1)分离、精制, 得到 3-O-茴香酰杰斯乌头碱。

(2)参考例 3 (1)的乌头胺用 550 毫克 3-O-茴香酰杰斯乌头碱代替, 其它操作与参考例 3 (1)相同, 得到 515 毫克 N-脱乙基-3-O-茴香酰杰斯乌头碱。

(3)参考例 9 的 N-脱乙基乌头胺及正丙基氯用 50 毫克 N-脱乙基-3-O-茴香酰杰斯乌头碱和 0.2 毫升甲基碘代替, 其它操作与参考例 9 相同, 得到 29 毫克 N-脱乙基-N-甲基-3-O-茴香酰杰斯乌头碱。

参考例 19

(1)参考例 6 (1)的 14-O-茴香酰乌头胺及苄基氯用 70 毫克美沙乌头碱和 0.5 毫升氯甲基·甲醚代替, 其它操作与参考例 6 (1)相同, 得到 55 毫克 3, 15-二-O-甲氧甲基美沙乌头碱。

(2)参考例 6 (2)的 3, 15-二-O-苄基-14-O-茴香酰乌头胺用 55 毫克 3, 15-二-O-甲氧甲基美沙乌头碱代替, 其它操作与参考例 6 (2)相同, 得到 51 毫克 3, 15-二-O-甲氧甲基美沙乌头胺。

(3)参考例 3 (1)的乌头胺用 550 毫克 3, 15-二-O-甲氧甲基美沙乌头胺代替, 其它操作与参考例 3 (1)相同, 得到 510 毫克 N-脱甲基-3, 15-二-O-甲氧甲基美沙乌头胺。

(4)参考例 9 的 N-脱乙基乌头胺及正丙基氯用 50 毫克 N-脱甲基-3, 15-二-O-甲氧甲基美沙乌头胺及 0.2 毫升乙基氯代替, 其它操作与参考例 9 相同, 得到 46 毫克 3, 15-二-O-甲氧甲基乌头胺。

参考例 20

(1)参考例 6 (1)的 14-O-茴香酰乌头胺及苄基氯分别用 70 毫克美沙乌头碱及 1 毫升氯甲基·甲硫醚代替, 其它操作与参考例 6 (1)相同, 得到 40 毫克 3, 15-二-O-甲硫甲基美沙乌头碱。

(2)参考例 6 (2)的 3, 15-二-O-苄基-14-O-茴香酰乌头胺用 40 毫克 3, 15-二-O-甲硫甲基美沙乌头碱代替, 其它操作与参考例 6 (2)相同, 得到 29 毫克 3, 15-二-O-甲硫甲基美沙乌头胺。

(3)参考例 15 (1)的 14-O-茴香酰乌头胺用 300 毫克 3, 15-二-O-甲硫甲基美沙乌头胺代替, 其它操作与参考例 15 (1)相同, 得到 258 毫克 N-氰基-3, 15-二-O-甲硫甲基美沙乌头胺。

(4)参考例 15 (2)的 N-氰基-14-O-茴香酰乌头胺用 250 毫克 N-氰基-3, 15-二-O-甲硫甲基美沙乌头胺代替, 其它操作与参考例 15 (2)相同, 得到 228 毫克 N-脱甲基-3, 15-二-O-甲硫甲基美沙乌头胺。

(5)参考例 9 的 N-脱乙基乌头胺及正丙基氯用 50 毫克 N-脱甲基-3, 15-二-O-甲硫甲基美沙乌头胺及 0.2 毫升乙基氯代替, 其它操作与参考例 9 相同, 得到 45 毫克 3, 15-二-O-甲硫甲基乌头胺。

参考例 2 1

(1) 将 70 毫克 14-O-苯甲酰美沙乌头胺溶于 2 毫升苯中，向其中加入 3 毫克对甲苯磺酸及 0.3 毫升 2,3-二氢吡喃，在 60℃ 搅拌 24 小时。冷却后，向反应液中加入 5% 碳酸氢钠水溶液，用二氯甲烷溶液萃取。二氯甲烷层用水洗，用芒硝干燥后，减压蒸干。得到的残留物用硅胶柱色谱法（10 克，氨饱和乙醚）分离、精制，得到 63 毫克 3,15-二-O-四氢吡喃基-14-O-苯甲酰美沙乌头胺。

(2) 参考例 6 (2) 的 3,15-二-O-苄基-14-O-茴香酰乌头胺用 60 毫克 3,15-二-O-四氢吡喃基-14-O-苯甲酰美沙乌头胺代替，其它操作与参考例 6 (2) 相同，得到 55 毫克 3,15-二-O-四氢吡喃基美沙乌头胺。

(3) 参考例 3 (1) 的乌头胺用 550 毫克 3,15-二-O-四氢吡喃基美沙乌头胺代替，其它操作与参考例 3 (1) 相同，得到 510 毫克 N-脱甲基-3,15-二-O-四氢吡喃基美沙乌头胺。

(4) 将 50 毫克 N-脱甲基-3,15-二-O-四氢吡喃基美沙乌头胺溶于 1 毫升甲醇中，加入 50 毫克碳酸钾、0.1 毫升水和 20 微升乙酰氯，在室温搅拌 1 小时。反应结束后，将反应液减压浓缩至干，残留物溶于 20 毫升氯仿，氯仿层用水洗涤、用芒硝干燥后，减压浓缩至干。残留物用硅胶柱色谱法（溶剂，5% 甲醇/氨饱和氯仿）分离、精制，得到 31 毫克 N-脱甲基-N-乙酰-3,15-二-O-四氢吡喃基美沙乌头胺。

(5) 将 30 毫克 N-脱甲基-N-乙酰-3,15-二-O-四氢吡喃基美沙乌头胺溶于 1 毫升甲苯中，加入 0.1 毫升 0.1 N 盐酸和 30 毫克锌汞齐，加热回流 6 小时。冷却后加入 10% 碳酸氢钠，用二

氯甲烷溶液萃取。二氯甲烷层用水洗、用芒硝干燥后，减压蒸干。残留物用硅胶柱色谱法（10克，氮饱和乙醚）分离、精制，得到20毫克乌头胺。

参考例 2 2

(1)参考例 3 (1)的乌头胺用 550 毫克 15-O-乙酰-14-O-苯甲酰乌头胺代替，其它操作与参考例 3 (1)相同，得到 505 毫克 N-脱乙基-15-O-乙酰-14-O-苯甲酰乌头胺。

(2)参考例 9 的 N-脱乙基乌头胺用 50 毫克 N-脱乙基-15-O-乙酰-14-O-苯甲酰乌头胺代替，其它操作与参考例 9 相同，得到 28 毫克 N-脱乙基-N-丙基-15-O-乙酰-14-O-苯甲酰乌头胺。

参考例 2 3

(1)参考例 6 (1)的 14-O-茴香酰乌头胺用 70 毫克 14-O-苯甲酰海帕乌头胺代替，其它操作与参考例 6 (1)相同，得到 46 毫克 15-O-苄基-14-O-苯甲酰海帕乌头胺。

(2)参考例 15 (1)的 14-O-茴香酰乌头胺用 300 毫克 15-O-苄基-14-O-苯甲酰海帕乌头胺代替，其它操作与参考例 15 (1)相同，得到 215 毫克 N-氰基-15-O-苄基-14-O-苯甲酰海帕乌头胺。

(3)参考例 15 (2)的 N-氰基-14-O-茴香酰乌头胺用 250 毫克 N-氰基-15-O-苄基-14-O-苯甲酰海帕乌头胺代替，其它操作与参考例 15 (2)相同，得到 220 毫克 N-脱甲基-15-O-苄基-14-O-苯甲酰海帕乌头胺。

(4)参考例 6 (2)的 3, 15-二-O-苄基-14-O-茴香酰乌头

胺用 130 毫克 N-脱甲基-15-O-苄基-14-O-苯甲酰海帕乌头胺代替，其它操作与参考例 6 (2) 相同，得到 94 毫克 N-脱甲基-15-O-苄基海帕乌头胺。

(5) 参考例 9 的 N-脱乙基乌头胺和正丙基氯用 50 毫克 N-脱甲基-15-O-苄基海帕乌头胺及 0.2 毫升乙基氯代替，其它操作与参考例 9 相同，得到 42 毫克 3-脱氧-15-O-苄基乌头胺。

参考例 24

(1) 参考例 3 (1) 的乌头胺用 550 毫克 3, 15-二-O-四氢吡喃基-14-O-苯甲酰美沙乌头胺代替，其它操作与参考例 3 (1) 相同，得到 510 毫克 N-脱甲基-3, 15-二-O-四氢吡喃基-14-O-苯甲酰美沙乌头胺。

(2) 参考例 21 (4) 的 N-脱甲基-3, 15-二-O-四氢吡喃基美沙乌头胺用 N-脱甲基-3, 15-二-O-四氢吡喃基-14-O-苯甲酰美沙乌头胺代替，其它操作与参考例 21 (4) 相同，得到 33 毫克 N-脱甲基-N-乙酰-3, 15-二-O-四氢吡喃基-14-O-苯甲酰美沙乌头胺。

(3) 将 30 毫克 N-脱甲基-N-乙酰-3, 15-二-O-四氢吡喃基-14-O-苯甲酰美沙乌头胺溶于 2 毫升四氢呋喃中，加入 10 毫克氢化铝锂，加热回流 5 小时。反应液倾入冰水中后，用氯仿萃取。氯仿层用水洗、用芒硝干燥后，减压蒸干。得到的残留物用硅胶柱色谱法 (10 克，氨饱和乙醚) 分离、精制，得到 20 毫克 3, 15-二-O-四氢吡喃基乌头胺。

参考例 25

(1) 100 毫克假乌头胺在 10 毫升二噁烷/水 (1:1) 混合液中

加热回流 4 小时。反应结束后，减压蒸出溶剂。得到的残留物用柱色谱或薄层色谱法（溶剂， 氨饱和乙醚） 分离、精制，得到 79.9 毫克（收率 85%）14-O-藜芦酰假乌头胺。

(2) 参考例 6 (1) 的 14-O-茴香酰乌头胺及苄基氯用 70 毫克 14-O-藜芦酰假乌头胺及 0.5 毫升氯甲基·甲醚代替，其它操作与参考例 6 (1) 相同，得到 60 毫克 3-O-甲氧甲基-14-O-藜芦酰假乌头胺。

(3) 参考例 3 (1) 的乌头胺用 550 毫克 3-O-甲氧甲基-14-O-藜芦酰假乌头胺代替，其它操作与参考例 3 (1) 相同，得到 500 毫克 N-脱乙基-3-O-甲氧甲基-14-O-藜芦酰假乌头胺。

(4) 参考例 9 的 N-脱乙基乌头胺及正丙基氯用 50 毫克 N-脱乙基-3-O-甲氧甲基-14-O-藜芦酰假乌头胺及 0.2 毫升戊基溴代替，其它操作与参考例 9 相同，得到 45 毫克 N-脱乙基-N-戊基-3-O-甲氧甲基-14-O-藜芦酰假乌头胺。

(5) 参考例 6 (2) 的 3, 15-二-O-苄基-14-O-茴香酰乌头胺用 45 毫克 N-脱乙基-N-戊基-3-O-甲氧甲基-14-O-藜芦酰假乌头胺代替，其它操作与参考例 6 (2) 相同，得到 36 毫克 N-脱乙基-N-戊基-3-O-甲氧甲基假乌头胺。

参考例 26

(1) 将 50 毫克 N-脱乙基-14-O-茴香酰乌头胺溶于 1 毫升甲醇中，加入 50 毫克碳酸钾、0.1 毫升水和 20 微升乙酰氯，在室温搅拌 1 小时。反应结束后，反应液减压浓缩至干，残留物溶于 20 毫升氯仿中，氯仿层用水洗涤，用芒硝干燥后，减压浓缩至干。残留物用硅胶柱色谱法（溶剂，5% 甲醇/氨饱和氯仿）分离、精制，得到 31 毫

克N-脱乙基-N-乙酰-14-O-茴香酰乌头胺。

(2)参考例6(2)的3, 15-二-O-苄基-14-O-茴香酰乌头胺用30毫克N-脱乙基-N-乙酰-14-O-茴香酰乌头胺代替, 其它操作与参考例6(2)相同, 得到22毫克N-脱乙基-N-乙酰乌头胺。

参考例27

参考例26(1)的乙酰氯用20微升苯甲酰氯代替, 其它操作与参考例26(1)相同, 得到25毫克N-脱乙基-N-苯甲酰-14-O-茴香酰乌头胺。参考例6(2)的3, 15-二-O-苄基-14-O-茴香酰乌头胺用20毫克N-脱乙基-N-苯甲酰-14-O-茴香酰乌头胺代替, 其它操作与参考例6(2)相同, 得到14毫克N-脱乙基-N-苯甲酰乌头胺。

参考例28

(1)参考例6(1)的14-O-茴香酰乌头胺及苄基氯用70毫克N-脱乙基-N-乙酰-14-O-茴香酰乌头胺和0.5毫升氯甲基·甲醚代替, 其它操作与参考例6(1)相同, 得到55毫克N-脱乙基-N-乙酰-3, 15-二-O-甲氧甲基-14-O-茴香酰乌头胺。

(2)参考例6(2)的3, 15-二-O-苄基-14-O-茴香酰乌头胺用50毫克N-脱乙基-N-乙酰-3, 15-二-O-甲氧甲基-14-O-茴香酰乌头胺代替, 其它操作与参考例6(2)相同, 得到38毫克N-脱乙基-N-乙酰-3, 15-二-O-甲氧甲基乌头胺。

参考例29

将120毫克14-O-苯甲酰乌头胺溶于5毫升10%氢氧化钾/甲醇溶液中, 在室温搅拌10小时后, 减压蒸出甲醇。残留物溶于5

毫升冰水中，用20毫升先用甲醇后用水洗涤的Amberite XAD-2 (Organo公司制造)柱色谱法，用水淋洗直至溶出来的水不呈碱性后，用300毫升甲醇淋洗。将此甲醇溶液减压蒸干，得到85毫克乌头胺。

参考例 3 0

将110毫克14-O-苯甲酰美沙乌头胺溶于5毫升3%氢氧化钾/甲醇溶液中，在室温搅拌10小时后，减压蒸出甲醇。残留物溶于5毫升冰水中，用20毫升先用甲醇后用水洗涤的Amberite XAD-2 (Organo公司制造)柱色谱法，用水淋洗直至溶出来的水不呈碱性后，用300毫升甲醇淋洗。此甲醇溶液减压蒸干，得到85毫克美沙乌头胺。

参考例 3 1

将120毫克14-O-茴香酰乌头胺溶于5毫升3%氢氧化钠/甲醇溶液中，在室温搅拌10小时后，减压蒸出甲醇。残留物溶于5毫升冰水中，用20毫升先用甲醇后用水洗涤的Amberite XAD-2 (Organo公司)柱色谱法，用水淋洗直至溶出来的水不呈碱性后，用300毫升甲醇淋洗。将此甲醇溶液减压蒸干，得到80毫克乌头胺。

参考例 3 2

将120毫克14-O-苯甲酰海帕乌头胺溶解于5毫升10%氢氧化钠/甲醇溶液中，在室温搅拌10小时后，减压蒸出甲醇。残留物溶于5毫升冰水后，用20毫升先用甲醇后用水洗涤的Amberite XAD-2 (Organo公司)柱色谱法，用水淋洗直至溶出来的水不呈碱性后，用300毫升甲醇淋洗。将此甲醇溶液减压蒸干，得到84毫克海帕乌头胺。

参考例 3 3

(1)参考例6(1)的14-O-茴香酰乌头胺和苄基氯用70毫克乌头

碱和 0.5 毫升氯甲基·甲醚代替，其它操作与参考例 6 (1) 相同，得到 5.7 毫克 3, 15-二-O-甲氧甲基乌头碱。

(2) 参考例 6 (2) 的 3, 15-二-O-苄基-14-O-茴香酰乌头胺用 5.0 毫克 3, 15-二-O-甲氧甲基乌头碱代替，其它操作与参考例 6 (2) 相同，得到 3.5 毫克 3, 15-二-O-甲氧甲基乌头胺。

参考例 3 4

(1) 参考例 6 (1) 的 14-O-茴香酰乌头胺和苄基氯用 7.0 毫克美沙乌头碱和 1 毫升氯甲基甲硫醚代替，其它操作与参考例 6 (1) 相同，得到 4.0 毫克 3, 15-二-O-甲硫甲基美沙乌头碱。

(2) 参考例 6 (2) 的 3, 15-二-O-苄基-14-O-茴香酰乌头胺用 4.0 毫克 3, 15-二-O-甲硫甲基美沙乌头碱代替，其它操作与参考例 6 (2) 相同，得到 2.9 毫克 3, 15-二-O-甲硫甲基美沙乌头胺。

参考例 3 5

(1) 参考例 6 (1) 的 14-O-茴香酰乌头胺用 7.0 毫克杰斯乌头碱代替，其它操作与参考例 6 (1) 相同，得到 4.6 毫克 3, 15-二-O-苄基杰斯乌头碱。

(2) 参考例 6 (2) 的 3, 15-二-O-苄基-14-O-茴香酰乌头胺用 4.0 毫克 3, 15-二-O-苄基杰斯乌头碱代替，其它操作与参考例 6 (2) 相同，得到 3.1 毫克 3, 15-二-O-苄基乌头胺。

参考例 3 6

(1) 参考例 3 3 (1) 的乌头碱用 7.0 毫克 N-脱乙基-14-O-茴香酰乌头胺代替，其它操作与参考例 3 3 (1) 相同，得到 5.3 毫克 N-脱乙基-3, 15-二-O-甲氧甲基-14-O-茴香酰乌头胺。

(2)参考例 6 (2)的 3, 15-二-O-苄基-14-O-茴香酰乌头胺用 50 毫克 N-脱乙基-3, 15-二-O-甲氧甲基-14-O-茴香酰乌头胺代替, 其它操作与参考例 6 (2)相同, 得到 34 毫克 N-脱乙基-3, 15-二-O-甲氧甲基乌头胺。

参考例 3 7

(1)参考例 3 3 (1)的乌头碱用 70 毫克 N-脱乙基-N-苯甲酰-14-O-茴香酰乌头胺代替, 其它操作与参考例 3 3 (1)相同, 得到 57 毫克 N-脱乙基-N-苯甲酰-3, 15-二-O-甲氧甲基-14-O-茴香酰乌头胺。

(2)参考例 6 (2)的 3, 15-二-O-苄基-14-O-茴香酰乌头胺用 50 毫克 N-脱乙基-N-苯甲酰-3, 15-二-O-甲氧甲基-14-O-茴香酰乌头胺代替, 其它操作与参考例 6 (2)相同, 得到 38 毫克 N-脱乙基-N-苯甲酰-3, 15-二-O-甲氧甲基乌头胺。

参考例 3 8

(1)参考例 3 3 (1)的乌头碱用 70 毫克 3-O-乙酰杰斯乌头碱代替, 其它操作与参考例 3 3 (1)相同, 得到 58 毫克 3-O-乙酰-15-O-甲氧甲基杰斯乌头碱。

(2)参考例 6 (2)的 3, 15-二-O-苄基-14-O-茴香酰乌头胺用 50 毫克 3-O-乙酰-15-O-甲氧甲基杰斯乌头碱代替, 其它操作与参考例 6 (2)相同, 得到 29 毫克 15-O-甲氧甲基乌头胺。

参考例 3 9

(1)参考例 3 3 (1)的乌头碱用 70 毫克 15-O-乙酰-14-O-苯甲酰乌头胺代替, 其它操作与参考例 3 3 (1)相同, 得到 52 毫克 15

-O-乙酰-3-O-甲氧甲基-14-O-苯甲酰乌头胺。

(2)参考例6(2)的3, 15-二-O-苄基-14-O-茴香酰乌头胺用50毫克15-O-乙酰-3-O-甲氧甲基-14-O-苯甲酰乌头胺代替, 其它操作与参考例6(2)相同, 得到38毫克3-O-甲氧甲基乌头胺。

参考例40

(1)参考例33(1)的乌头碱用70毫克假乌头碱代替, 其它操作与参考例33(1)相同, 得到56毫克3-O-甲氧甲基假乌头碱。

(2)参考例6(2)的3, 15-二-O-苄基-14-O-茴香酰乌头胺用50毫克3-O-甲氧甲基假乌头碱代替, 其它操作与参考例6(2)相同, 得到33毫克3-O-甲氧甲基假乌头胺。

参考例41

(1)参考例33(1)的乌头碱用70毫克14-O-苯甲酰海帕乌头胺代替, 其它操作与参考例33(1)相同, 得到54毫克15-O-甲氧甲基-14-O-苯甲酰海帕乌头胺。

(2)参考例6(2)的3, 15-二-O-苄基-14-O-茴香酰乌头胺用50毫克15-O-甲氧甲基-14-O-苯甲酰海帕乌头胺代替, 其它操作与参考例6(2)相同, 得到31毫克15-O-甲氧甲基海帕乌头胺。

参考例42

(1)将100毫克乌那乌头碱和10毫升水一起装入耐压安瓿中, 在120~130℃的外加热浴中放置5小时。反应液调成氨碱性后, 用氯仿萃取。氯仿层用水洗、用芒硝干燥后, 减压蒸干。残留物用硅胶柱色谱法(溶剂, 5%甲醇/氨饱和氯仿)分离、精制, 得到80毫克

14-O-茴香酰乌那乌头胺。

(2)参考例6(2)的3, 15-二-O-苄基-14-O-茴香酰乌头胺用70毫克14-O-茴香酰乌那乌头胺代替, 其它操作与参考例6(2)相同, 得到55毫克乌那乌头胺。

参考例43

将100毫克杰斯乌头碱溶于10毫升二噁烷/水(1:1)中, 加热回流4小时。冷却后, 反应液减压蒸干。残留物用硅胶柱色谱法(20克, 氨饱和氯仿)分离、精制, 得到83毫克14-O-茴香酰乌头胺。

参考例44

将100毫克海帕乌头碱溶于10毫升四氢呋喃/水(1:1)中, 加热回流4小时。冷却后, 反应液减压蒸干。残留物用硅胶柱色谱法(20克, 氨饱和氯仿)分离、精制, 得到81毫克14-O-苯甲酰海帕乌头胺。

参考例45

(1)将100毫克杰斯乌头碱溶于1.5毫升亚硫酸二氯中, 加热回流3小时。冷却后, 减压蒸出亚硫酸二氯。向残留物中加入冰水, 用5%碳酸氢钠水溶液调至碱性后, 用30毫升氯仿萃取3次。将氯仿层合并、用水洗、用芒硝干燥后, 减压浓缩至干。残留物用硅胶柱色谱法(溶剂, 氨饱和乙醚:正己烷=4:1)分离、精制, 得到72.3毫克脱水杰斯乌头碱。其次, 将70毫克脱水杰斯乌头碱溶于10毫升乙醇中, 加入33毫克氧化铂, 在氢气流下激烈搅拌1.5小时。反应结束后, 过滤催化剂, 将滤液减压浓缩至干。残留物用硅胶柱色谱法(溶剂, 氨饱和乙醚:正己烷=4:1)分离、精制, 得到37毫克3-脱

氧杰斯乌头碱。

(2)参考例 6 (2)的 3, 15-二-O-苄基-14-O-茴香酰乌头胺用 37 毫克 3-脱氧杰斯乌头碱代替, 其它操作与参考例 6 (2)相同, 得到 27 毫克 3-脱氧乌头胺。

参考例 4 6

(1)将 50 毫克 14-O-苯甲酰乌头胺和 3 毫克咪唑溶于 6 毫升四氢呋喃中, 在用冰冷却下加入 116 毫克 (60%油剂) 氢化钠, 在室温搅拌 30 分钟。向反应溶液中加入 1.2 毫升二硫化碳和 0.9 毫升甲基碘, 在室温搅拌 1.5 小时。把反应溶液倾入冰水中, 用氯仿萃取。氯仿层用水洗、用芒硝干燥后, 减压蒸干, 残留物用硅胶柱色谱法 (溶剂, 氨饱和乙醚: 己烷 = 3 : 2) 分离、精制, 得到 60 毫克 3, 15-二-O-(S-甲基)硫代碳酰-14-O-苯甲酰乌头胺。

(2)将 25 毫克 3, 15-二-O-(S-甲基)硫代碳酰-14-O-苯甲酰乌头胺溶于 1 毫升苯中, 加入 0.5 毫升氢化三丁基锡的苯溶液 (2/5), 加热回流 4 小时。冷却后, 减压蒸出反应液中的苯后, 残留物用硅胶柱色谱法 (溶剂, 氨饱和乙醚: 己烷 = 4 : 1) 分离、精制, 得到 12.5 毫克 3, 15-二脱氧-14-O-苯甲酰乌头胺。

(3)参考例 6 (2)的 3, 15-二-O-苄基-14-O-茴香酰乌头胺用 12 毫克 3, 15-二脱氧-14-O-苯甲酰乌头胺代替, 其它操作与参考例 6 (2)相同, 得到 8 毫克 3, 15-二脱氧乌头胺。

参考例 4 7

(1)参考例 17 (1)的美沙乌头碱用 404 毫克杰斯乌头碱代替, 其它操作与参考例 17 (1)相同, 得到 411.7 毫克 3-O-乙酰杰斯乌头碱 (收率 95.8%)。

(2)将100毫克3-O-乙酰杰斯乌头碱在10毫升二噁烷/水(1:1)混合液中加热回流4小时。反应结束后,减压蒸出溶剂。残留物用柱色谱或薄层色谱法(溶剂,氨饱和乙醚)分离、精制,得到79.9毫克3-O-乙酰-14-O-茴香酰乌头胺(收率85%)。

参考例48

(1)将100毫克杰斯乌头碱溶解于3毫升吡啶中,加入75毫克对茴香酰氯,在搅拌下于80℃加热1小时。然后,向反应液中加入50毫升氯仿。氯仿层用40毫升5%氨水、40毫升水洗涤后,用氯化钙干燥,减压蒸干。残留物用薄层色谱法(溶剂,28%氨水饱和乙醚:己烷=5:1)分离精制,得到95毫克3-O-茴香酰杰斯乌头碱。

(2)参考例47(2)的3-O-乙酰杰斯乌头碱用90毫克3-O-茴香酰杰斯乌头碱代替,其它操作与参考例47(2)相同,得到77毫克3-O-茴香酰-14-O-茴香酰乌头胺。

参考例49

(1)参考例33(1)的乌头碱用70毫克3-O-茴香酰杰斯乌头碱代替,其它操作与参考例33(1)相同,得到60毫克3-O-茴香酰-15-O-甲氧甲基杰斯乌头碱。

(2)参考例43的杰斯乌头碱用50毫克3-O-茴香酰-15-O-甲氧甲基杰斯乌头碱代替,其它操作与参考例43相同,得到46毫克3,14-二-O-茴香酰-15-O-甲氧甲基乌头胺。

参考例50

(1)将100毫克杰斯乌头碱溶解于3毫升吡啶中,加75毫克对茴香酰氯,搅拌下于80℃加热1小时。然后,向反应液中加入50毫升氯仿。氯仿层用40毫升5%氨水、40毫升水洗涤后,用氯化钙干燥、

减压蒸干。残留物用薄层色谱法（溶剂，28%氨水饱和乙醚：己烷=5：1）分离、精制，得到95毫克3-O-茴香酰杰斯乌头碱。

(2)参考例47(2)的3-O-乙酰杰斯乌头碱用90毫克3-O-茴香酰杰斯乌头碱代替，其它操作与参考例47(2)相同，得到77毫克3,14-二-O-茴香酰乌头胺。

参考例51

(1)将100毫克杰斯乌头碱溶解于二噁烷/水（1：1）混合液中，加热回流4小时。反应结束后，将反应液减压蒸干，残留物用硅胶柱色谱法（溶剂，5%甲醇/氨饱和氯仿）分离精制，得到70毫克14-O-茴香酰乌头胺。

(2)将50毫克14-O-茴香酰乌头胺及3毫克咪唑溶解于6毫升四氢呋喃中，在用冰冷却下向此溶液中加入116毫克（60%油剂）氢化钠，在室温搅拌30分钟。然后，向此反应液中加入1.2毫升二硫化碳和0.9毫升甲基碘，在室温搅拌1.5小时。反应液倾入冰水中，用氯仿萃取。氯仿层用水洗，用芒硝干燥后，减压蒸干，残留物用硅胶柱色谱法（溶剂，氨饱和乙醚）分离精制，得到58毫克3,15-二-O-（S-甲基）硫代碳酸酯-14-O-茴香酰乌头胺。

(3)将30毫克3,15-二-O-（S-甲基）硫代碳酸酯-14-O-茴香酰乌头胺溶解于1毫升苯中，向此溶液中添加0.5毫升含有0.2毫升氢化三丁基锡的苯溶液，加热回流4小时。冷却后，减压蒸出反应液中的苯，残留物用硅胶柱色谱法（溶剂，氨饱和乙醚）分离精制，得到15毫克3,15-二脱氧-14-O-茴香酰乌头胺。

(4)参考例6(2)的3,15-二-O-苄基-14-O-茴香酰乌头胺用15毫克3,15-二脱氧-14-O-茴香酰乌头胺代替，其它

操作与参考例 6 (2) 相同, 得到 9.2 毫克 3, 15-二脱氧乌头胺。

参考例 5 2

(1) 将 30 毫克 3-O-乙酰-8-脱乙酰乌那乌头碱溶于 0.5 毫升吡啶中, 加入 0.5 毫升 2, 2, 2-三氯乙氧基碳酸酐。在室温搅拌 8 小时。冷却后, 向反应液中加入冰水, 添加 5% 碳酸氢钠水溶液调成碱性后, 用氯仿萃取。氯仿层用水洗、用芒硝干燥后, 减压蒸干。残留物用硅胶柱色谱法 (溶剂, 氯饱和乙醚: 己烷 = 4:1) 分离精制, 得到 32 毫克 3-O-乙酰-13-O-(2, 2, 2-三氯乙氧基碳酸酐)-8-脱乙酰乌那乌头碱。

(2) 将 30 毫克 3-O-乙酰-13-O-(2, 2, 2-三氯乙氧基碳酸酐)-8-脱乙酰乌那乌头碱溶于 0.5 毫升吡啶中, 加入 0.5 毫升戊酐, 加热回流 3 小时。冷却后, 向反应液中加入冰水, 添加 5% 碳酸氢钠水溶液调成碱性后, 用氯仿萃取。氯仿层用水洗, 用芒硝干燥后, 减压蒸干。残留物用硅胶柱色谱法 (溶剂, 氯饱和乙醚: 己烷 = 4:1) 分离精制, 得到 10 毫克 3-O-乙酰-13-O-(2, 2, 2-三氯乙氧基碳酸酐)-8-戊酰乌那乌头碱。

(3) 将 10 毫克 3-O-乙酰-13-O-(2, 2, 2-三氯乙氧基碳酸酐)-8-O-戊酰乌那乌头碱溶于 0.5 毫升乙酸中, 加入 30 毫克锌粉, 在室温搅拌 12 小时。过滤除去反应液中的锌粉, 用 10% 氨水调成碱性后, 用氯仿萃取。氯仿层用水洗、用芒硝干燥后, 减压蒸干。残留物用硅胶柱色谱法 (溶剂, 氯饱和乙醚) 分离精制, 得到 6 毫克 3-O-乙酰-8-O-戊酰乌那乌头碱。

以下是上述实施例和参考例所得到的化合物的物理性质和分析数据。

(1) 3-O-茴香酰乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 3320 、 1710cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现如下信号(δ , ppm):

7.98(2H, d, $J=8.9$ Hz) (茴香酰基的H)

6.95(2H, d, $J=8.9$ Hz) (同 上)

5.16(1H, dd, $J=12.1, 5.4$ Hz) (3位的H)

3.87(3H, s) (茴香酰基的甲氧基的甲基H)

3.75(3H, s) (1,6,16,18位甲氧基的甲基H)

3.41(3H, s) (同 上)

3.38(3H, s) (同 上)

3.30(3H, s) (同 上)

1.13(3H, t, $J=7.0\text{Hz}$) (N-乙基上的甲基)

3) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现如下信号(δ , ppm)

165.0(茴香酰基的羰基C)

163.4, 131.5, 122.1, 113.9 (茴香酰基的苯环C)

91.3, 83.4, 82.2, 80.6, 78.4, 78.2, 77.6, 74.5, 71.4(16, 1, 6, 14, 8, 15, 18, 13, 3位C)

61.3, 59.1, 58.0, 55.5 (16, 18, 6, 1 位的甲氧基C)

55.0 (茴香酰基的甲氧基C)

46.2(N-乙基的亚甲基C)

13.2 (N-乙基的甲基C)

4) 质谱分析

m/z 633(M^+)

(2) 3-O-茴香酰-14-O-(3-氯丙酰)乌头胺的物性值
和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在3320, 1715 cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现如下信号(δ , ppm):

- 7.98 (2H, d, $J=8.9\text{Hz}$) (茴香酰基的H)
- 6.95 (2H, d, $J=8.9\text{Hz}$) (同上)
- 5.16 (1H, dd, $J=12.1, 5.4\text{Hz}$) (3位的H)
- 4.83 (1H, d, $J=5.0\text{Hz}$) (14位的H)
- 4.10 (2H, t, $J=7.2\text{Hz}$) (3-氯丙酰的亚甲基H)
- 3.47 (2H, t, $J=7.2\text{Hz}$) (同上)
- 3.88 (3H, s) (茴香酰基的甲氧基的甲基H)
- 3.70 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基的甲基H)
- 3.31 (3H, s) (同上)
- 3.30 (3H, s) (同上)
- 3.25 (3H, s) (同上)
- 1.10 (3H, t, $J=7.0\text{Hz}$) (N-乙基上的甲基)

3) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现如下信号(δ , ppm):

- 170.2 (3-氯丙酰的羰基C)
- 165.0 (茴香酰基的羰基C)

163.3, 131.6, 122.0, 113.8 (茴香酰基的苯环C)
90.8, 83.4, 82.3, 79.8, 79.5, 78.6, 77.3, 74.8,
71.3 (16, 1, 6, 15, 15, 8, 18, 13, 3位的C)
60.9, 59.1, 58.0, 55.6 (16, 18, 6, 1位的甲氧基C)
55.0 (茴香酰基的甲氧基C)
49.0 (N-乙基的亚甲基C)
13.3 (N-乙基的甲基C)

4) 质谱分析

m/z 723, 725 (M^+)

(3) 8-O-乙酰假乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1715cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现如下信号(δ , ppm):

3.55 (3H, s) (1,6,16,18位甲氧基的甲基H)

3.30 (3H, s) (同 上)

3.28 (3H, s) (同 上)

3.15 (3H, s) (同 上)

1.32 (3H, s) (乙酰基的甲基H)

1.13 (3H, t, $J=7.0\text{ Hz}$) (N-乙基的甲基)

3) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现如下信号(δ , ppm):

170.2 (乙酰基的羰基C)

85.2, 84.3, 83.0, 82.3, 79.4, 77.6, 75.4, 72.2

(8, 1, 16, 6, 14, 18, 13, 3位的C)

59.6, 58.0, 57.5, 56.1 (18, 16, 6, 1位的甲氧基C)

47.4 (N-乙基的亚甲基C)

13.6 (N-乙基的甲基C)

21.3 (乙酰基的甲基C)

4) 质谱分析

m/z 495 (M^+)

(4) 8-O-乙酰-14-O-间溴苯甲酰假乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1723cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}} (\log \epsilon)_{\text{nm}} = 225(4.15), 280(3.14), 289(3.12)$

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

8.18-7.34(5H, m) (间溴苯甲酰的苯环H)

4.88 (1H, d, $J=4,5$ Hz) (14位的H)

3.58 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基的甲基H)

3.30 (3H, s) (同上)

3.27 (3H, s) (同上)

3.16 (3H, s) (同上)

1.34 (3H, s) (乙酰基的甲基H)

1.11 (3H, t, $J=7.0\text{Hz}$) (N-乙基的甲基)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号 (δ , ppm):

170.2 (乙酰基的羰基C)

165.0 (间溴苯甲酰的羰基C)

136.4, 136.1, 132.0, 130.1, 128.3, 122.6 (间溴苯甲酰基的苯环C)

85.3, 83.6, 83.0, 78.4, 76.2, 74.7, 70.9 (8, 1, 16, 6, 14, 18, 13, 3位C)

58.9, 58.7, 57.6, 55.7 (18, 16, 6, 1位的甲氧基C)

47.2 (N-乙基的亚甲基C)

13.3 (N-乙基的甲基C)

21.5 (乙酰基的甲基C)

5) 质谱分析

m/z 679, 681 (M^+)

(5) 14-O-间茴香酰乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1720cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}} (\log \epsilon)_{\text{nm}} = 236(4.07), 296(2.62)$

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号 (δ , ppm):

7.26-7.64(5H, m) (间茴香酰的苯环H)

4.97 (1H, d, $J=5.0\text{ Hz}$) (14位H)

3.87 (3H, s) (间茴香酰的甲氧基的甲基H)

3.71 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基的甲基H)

3.31 (3H, s) (同上)

3.29 (3H, s) (同上)

3.25 (3H, s) (同上)

1.10 (3H, t, $J=7.0$ Hz) (N-乙基的甲基)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

165.0 (间茴香酰的羰基C)

158.9, 131.2, 129.5, 121.4, 118.3, 115.3

(间溴苯甲酰的苯环C)

90.8, 83.5, 82.4, 81.9, 79.5, 78.6, 77.3, 74.8, 71.9 (16, 6,

1, 15, 14, 8, 18, 13, 3位C)

60.9, 59.1, 58.0, 55.6 (18, 16, 6, 1位的甲氧基C)

55.4 (间茴香酰的甲氧基C)

48.4 (N-乙基的亚甲基C)

13.5 (N-乙基的甲基C)

5) 质谱分析

m/z 635 (M^+)

(6) N-脱乙基-N-乙酰乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 $1715, 1654\text{cm}^{-1}$ 出现吸收极大值。

2) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

3.64 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基的甲基H)

3.30 (3H, s) (同上)

3.26 (3H, s) (同上)

3.25 (3H, s) (同上)

2.85 (3H, s) (乙酰基的甲基H)

3) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

172.1 (乙酰基的羰基C)

91.1, 83.4, 81.6, 80.3, 78.9, 78.5, 77.3, 76.7, 71.1 (16, 6, 1, 14, 13, 15, 18, 8, 3位C)

61.1, 58.0, 56.0, 55.4 (18, 16, 6, 1位甲氧基C)

21.4 (乙酰基的甲基C)

4) 质谱分析

m/z 513(M^+)

(7) N-脱乙基-N-乙酰-14-O- α -甲基-(4-(α -甲基乙酸)苯基)乙酰乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在1715, 1654 cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}} (\log \epsilon)_{\text{nm}} = 220(4.03), 256(3.88)$

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

7.40 (4H, s) (苯环H)

4.91 (1H, d) (14位H)

3.70 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基的甲基H)

3.45 (3H, s) (同上)

3.30 (3H, s) (同上)

3.29 (3H, s) (同上)

3.63 (2H, q, $J=7.0$ Hz) (α -甲基乙酰及 α -甲基乙酸的甲基H)

2.86 (3H, s) (乙酰基的甲基H)

1.42 (6H, s) (α -甲基乙酰及 α -甲基乙酸的甲基H)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

180.5 (羰基C)

172.1 (乙酰基的羰基C)

166.0 (羰基C)

140.4, 139.3, 128.2, 127.0 (苯环C)

91.0, 83.3, 81.5, 81.0, 80.1, 77.3, 76.0, 75.0,

71.0 (16, 6, 1, 15, 14, 18, 8, 13, 3位C)

61.3, 58.1, 57.8, 55.7 (18, 16, 6, 1位甲氧基C)

60.4, 60.2 (α -甲基乙酰及 α -甲基乙酸的甲基C)

21.4 (乙酰基的甲基C)

18.2, 18.1 (α -甲基乙酰及 α -甲基乙酸的甲基C)

5) 质谱分析

m/z 717 (M^+)

(8) N-脱乙基-N-苯甲酰乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在1711, 1653 cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}} (\log \epsilon)_{\text{nm}} = 231(3.95)$

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

7.82-7.10(5H, m) (苯甲酰的H)

3.65 (3H, s) (1, 6, 16, 18 位甲氧基的甲基H)

3.31 (3H, s) (同上)

3.27 (3H, s) (同上)

3.25 (3H, s) (同上)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

165.7 (苯甲酰基的羰基C)

133.2, 129.8, 129.5, 128.3 (苯甲酰基C)

91.3, 83.3, 81.6, 80.2, 79.0, 78.4, 77.2, 76.5, 71.0

(16, 6, 1, 14, 13, 15, 18, 8, 3位C)

61.1, 58.0, 56.0, 55.4 (18, 16, 6, 1 位甲氧基C)

5) 质谱分析

m/z 575 (M^+)

(9) N-脱乙基-N-苯甲酰-14-O-三甲基枹酰乌头胺的物性
值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在1720, 1653 cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}}$ ($\log \epsilon$) nm = 215(4.05), 229(3.97), 265(4.00)

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

7.35 (2H, s) (三甲基格酰基的苯环H)

7.85-7.08 (5H, m) (苯甲酰基的H)

4.95 (1H, d, $J=4.8$ Hz) (14位的H)

3.88 (9H, s) (三甲基格酰基的甲氧基的甲基H)

3.64 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基的甲基H)

3.31 (3H, s) (同上)

3.30 (3H, s) (同上)

3.26 (3H, s) (同上)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

166.0, 165.7 (苯甲酰基及三甲基格酰基的羰基C)

145.2, 133.8, 133.2, 129.8, 129.5, 128.3, 124.3, 107.5

(苯甲酰基及三甲基格酰基的C)

91.5, 83.0, 81.2, 80.0, 79.1, 78.4, 77.0, 76.3, 70.8

(16, 6, 1, 14, 13, 15, 18, 8, 3位C)

61.3, 59.3, 58.0, 56.1 (18, 16, 6, 1位甲氧基的C)

55.8 (三甲基格酰基的甲氧基的甲基C)

5) 质谱分析

m/z 769 (M^+)

(10) 14-0-对氯苯甲酰海帕乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1715cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}} (\log \epsilon)_{\text{nm}} = 246(4.07)$

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

- 7.97 (2H, d, $J=8.8$ Hz) (对氯苯甲酰基的苯环H)
- 7.43 (2H, d, $J=8.8$ Hz) (同上)
- 4.90 (1H, d, $J=4.8$ Hz) (14位的H)
- 3.71 (3H, s) (1, 6, 16, 18 位甲氧基的甲基H)
- 3.31 (3H, s) (同上)
- 3.26 (3H, s) (同上)
- 3.24 (3H, s) (同上)
- 2.23 (3H, s) (N-甲基的甲基H)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

- 165.3 (对氯苯甲酰基的羰基C)
- 139.5, 131.1, 128.7, 128.1 (对氯苯甲酰基的苯环C)
- 90.8, 85.0, 83.1, 82.0, 80.1, 80.0, 78.9, 74.8
(16, 1, 6, 15, 14, 18, 8, 13位C)
- 60.9, 59.0, 57.9, 56.5 (18, 16, 6, 1位甲氧基C)
- 42.5 (N-甲基的甲基C)

5) 质谱分析

m/z 507, 509 (M^+)

(11) 3-O-乙酰乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 $3320, 1710\text{cm}^{-1}$ 出现吸收极大值。

2) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号 (δ , ppm):

- 4.70 (1H, dd, $J=12.1, 7.0$ Hz) (3位H)
- 3.70 (3H, s) (1, 6, 16, 18 位甲氧基的甲基H)
- 3.30 (3H, s) (同上)
- 3.16 (3H, s) (同上)
- 3.12 (3H, s) (同上)
- 1.94 (3H, s) (乙酰基的甲基H)
- 1.09 (3H, t, $J=7.0$ Hz) (N-乙基的甲基)

3) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号 (δ , ppm):

- 172.2 (乙酰基的羰基C)
- 91.2, 83.5, 82.3, 80.4, 78.4, 78.5, 77.6, 74.3, 71.7
(16, 1, 6, 14, 8, 15, 18, 13, 3的C)
- 60.7, 58.8, 58.3, 56.3 (16, 18, 6, 1位甲氧基的C)
- 46.2 (N-乙基的亚甲基C)
- 13.2 (N-乙基的甲基C)

4) 质谱分析

m/z 541 (M^+)

(12) 3-O-乙酰-14-O-间氟苯甲酰乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1715cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}}$ ($\log \epsilon$) $_{\text{nm}}=213(4.09), 280(3.28), 289(3.25)$

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号 (δ , ppm):

- 8.02-7.35 (5H, m) (间氯苯甲酰基的苯环H)
- 4.71 (1H, dd, $J=12.1, 7.0$ Hz) (3位的H)
- 4.65 (1H, d, $J=4.5$, Hz) (14位的H)
- 3.72 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基的甲基H)
- 3.31 (3H, s) (同上)
- 3.15 (3H, s) (同上)
- 3.12 (3H, s) (同上)
- 1.96 (3H, s) (乙酰基的甲基H)
- 1.10 (3H, t, $J=7.0$ Hz) (N-乙基的甲基)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号 (δ , ppm):

- 172.2 (乙酰基的羰基C)
- 165.2 (间氯苯甲酰的羰基C)
- 91.3, 83.6, 82.2, 79.1, 78.4, 78.5, 77.5, 74.5, 71.7
(16, 1, 6, 14, 8, 15, 18, 13, 3的C)
- 60.3, 59.0, 58.3, 56.0 (16, 18, 6, 1位甲氧基的C)
- 47.0 (N-乙基的亚甲基C)
- 13.1 (N-乙基的甲基C)
- 21.3 (乙酰基的甲基C)

5) 质谱分析

m/z 683, 685 (M^+)

(13) 3,15-二-O-苄基乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 3500cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}} (\log \epsilon)_{\text{nm}} = 225 (3.66)$

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

7.26 (10H, s) (苄基的苯环H)

4.52 (4H, s) (苄基的亚甲基H)

3.67 (3H, s) (1, 6, 16, 18 位甲氧基的甲基H)

3.30 (3H, s) (同上)

3.29 (3H, s) (同上)

3.23 (3H, s) (同上)

1.09 (3H, t, $J=7.0\text{ Hz}$) (N-乙基的甲基)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

141.5, 128.8, 127.1, 126.5 (苄基的苯环C)

91.3, 83.6, 82.2, 80.1, 78.3, 78.2, 77.6, 74.3,

71.5 (16, 1, 6, 14, 8, 18, 15, 13, 3 的C)

60.7, 58.9, 57.7, 56.2 (16, 18, 6, 1位的甲氧基C)

64.0 (苄基的亚甲基C)

47.6 (N-乙基的亚甲基C)

13.0 (N-乙基的甲基C)

5) 质谱分析

m/z 679 (M^+)

(14) 3,15-二-O-苄基-14-O-间茴香酰乌头胺的物性值的分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1715cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}} (\log \epsilon) \text{nm} = 225(3.65), 235(3.87), 296(2.62)$

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

7.64-7.25 (5H, m) (间茴香酰基的H)

7.27 (10H, s) (苄基的苯环H)

4.92 (1H, d, $J=5.0$ Hz) (14位的H)

4.50 (4H, s) (苄基的亚甲基H)

3.87 (3H, s) (间茴香酰基的甲氧基的甲基H)

3.70 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基的甲基H)

3.30 (3H, s) (同上)

3.29 (3H, s) (同上)

3.25 (3H, s) (同上)

1.08 (3H, t, $J=7.0$ Hz) (N-乙基的甲基)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

166.0 (间茴香酰基的羰基C)

158.9, 141.6, 131.0, 129.5, 128.6, 127.0, 126.7, 121.5,

118.3, 115.3 (间茴香酰基及苄基的苯环C)

91.8, 84.0, 83.7, 79.0, 78.2, 78.0, 77.5, 74.3, 71.5

(16, 1, 6, 14, 8, 18, 15, 13, 3的C)

61.0, 59.1, 58.0, 56.1 (16, 18, 6, 1位甲氧基的C)

55.4 (间茴香酰基的甲氧基C)

64.0 (苜基的亚甲基C)

47.7 (N-乙基的亚甲基C)

13.0 (N-乙基的甲基C)

5) 质谱分析

m/z 813 (M^+)

(15) 15-O-四氢吡喃基海帕乌头胺的物性质及分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 3300 cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

4.30 (1H, d, $J=6.8\text{ Hz}$) (15位的H)

4.61 (1H, m) (四氢吡喃基的H)

1.73-1.62 (8H, m) (同上)

3.54 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基的甲基H)

3.13 (6H, s) (同上)

3.02 (3H, s) (同上)

2.21 (3H, s) (N-甲基的H)

3) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

91.2, 85.2, 83.6, 80.2, 79.8, 79.6, 76.2, 75.7

(16, 1, 6, 18, 15, 14, 13, 8位的C)

61.5, 59.0, 57.9, 56.5 (16, 18, 6, 1位的甲氧基C)

42.8 (N-甲基的C)

4) 质谱分析

m/z 553 (M^+)

(16) 15-0-四氢吡喃基-14-0-对氯苯甲酰海柏乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1715cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}} (\log \epsilon)_{\text{nm}} = 246(4.07)$

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

7.97 (2H, d, $J=8.8$ Hz) (对氯苯甲酰基的苯环H)

7.43 (2H, d, $J=8.8$ Hz) (同上)

4.90 (1H, d, $J=4.8$ Hz) (14位的H)

4.33 (1H, d, $J=6.8$ Hz) (15位的H)

4.60 (1H, m), 1.73-1.62 (8H, m)

(四氢吡喃基的H)

3.71 (3H, s) (1, 6, 16, 18 位甲氧基的甲基H)

3.31 (3H, s) (同上)

3.26 (3H, s) (同上)

3.24 (3H, s) (同上)

2.23 (3H, s) (N-甲基的甲基H)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

165.3 (对氯苯甲酰基的羰基C)

139.5, 131.1, 128.7, 128.1 (对氯苯甲酰基的苯环C)

90.8, 85.0, 83.1, 82.0, 80.1, 80.0, 78.9, 74.8

(16, 1, 6, 15, 14, 18, 8, 13位的C)

60.9, 59.0, 57.9, 56.5 (18, 16, 6, 1位甲氧基的C)

42.5 (N-甲基的甲基C)

5) 质谱分析

m/z 591, 593 (M^+)

(17) 14-O-乙酰乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1713cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

4.95 (1H, d, $J=4.8$ Hz) (14位的 β H)

3.71 (6H, s) (1, 6, 16 及18位甲氧基的H)

3.31 (3H, s) (同上)

3.29 (3H, s) (同上)

3.25 (3H, s) (同上)

2.01 (3H, s) (乙酰基的甲基H)

1.10 (3H, t, $J=7.0$ Hz) (N-乙基的甲基H)

3) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

171.5 (乙酰基的羰基C)

90.7, 83.5, 82.4, 79.9, 79.5, 78.6, 77.3, 74.8, 71.9

(16, 6, 1, 15, 14, 8, 8, 18, 13, 3位的C)

60.9, 59.1, 58.0, 55.6 (16, 18, 6, 1位甲氧基的C)

49.0 (N-乙基的亚甲基C)

13.3 (N-乙基的甲基C)

21.5 (乙酰基的甲基C)

4) 质谱分析

m/z 541 (M^+)

5) 元素分析

$C_{27}H_{43}NO_{10}$, 计算值 C: 59.87, H: 8.00, N: 2.59

实测值 C: 60.05, H: 8.08, N: 2.44

(18) N-脱乙基-N-丙基乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 3300cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

3.70 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基的甲基H)

3.38 (3H, s) (同上)

3.37 (3H, s) (同上)

3.29 (3H, s) (同上)

0.60 (3H, t, $J=7.0\text{ Hz}$) (N-丙基的甲基H)

3) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

91.8, 84.0, 83.0, 80.3, 78.8, 78.5, 77.4, 76.5, 71.9

(16, 6, 1, 14, 13, 15, 18, 8, 3位C)

62.0, 59.1, 58.0, 55.7 (16, 18, 6, 1位甲氧基的C)

10.3 (N-丙基的甲基C)

4) 质谱分析

m/z 513 (M^+)

(19) N-脱乙基-N-丙基-14-O-乙酰乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在3300, 1710 cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

4.96 (1H, d, $J=4.8\text{Hz}$) (14位的H)

3.71 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基的甲基H)

3.33 (3H, s) (同上)

3.29 (3H, s) (同上)

3.25 (3H, s) (同上)

2.03 (3H, s) (乙酰基的甲基H)

0.58 (3H, t, $J=7.0\text{ Hz}$) (N-丙基的甲基H)

3) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

172.2 (乙酰基的羰基C)

90.5, 83.6, 82.3, 79.9, 79.4, 78.5, 77.4, 74.8, 71.9

(16, 6, 1, 15, 14, 8, 18, 13, 3位C)

61.0, 59.0, 58.0, 55.6 (16, 18, 6, 1位甲氧基的C)

21.3 (乙酰基的甲基C)

10.1 (N-丙基的甲基C)

4) 质谱分析

m/z 555 (M^+)

(20) N-脱乙基乌头胺的物性值及分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 3300cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

3.65 (3H, s) (1, 6, 16, 18 位甲氧基的甲基H)

3.31 (3H, s) (同上)

3.20 (3H, s) (同上)

3.26 (3H, s) (同上)

3) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

91.2, 83.5, 81.8, 80.6, 78.8, 78.6, 77.4, 76.4, 71.0

(16, 6, 1, 14, 13, 15, 18, 8, 3位C)

61.0, 58.1, 55.6, 55.4 (18, 16, 6, 1位甲氧基的C)

4) 质谱分析

m/z 471 (M^+)

(21) N-脱乙基-14-O-乙酰乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1713cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

4.96 (1H, d, $J=4.8$ Hz) (14位的H)

3.65 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基的甲基H)

3.31 (3H, s) (同上)

3.20 (3H, s) (同上)

3.26 (3H, s) (同上)

3) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

172.0 (乙酰基的羰基C)

91.2, 83.5, 81.8, 80.6, 78.8, 78.6, 77.4, 76.4, 71.0

(16, 6, 1, 14, 13, 15, 18, 8, 3位C)

61.0, 58.1, 55.6, 55.4 (18, 16, 6, 1位甲氧基的C)

21.1 (乙酰基的甲基C)

4) 质谱分析

m/z 513 (M^+)

(22) 14-对氯苯甲酰乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 3500 , 1720cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}} (\log \epsilon) \text{nm} = 240 (3.98)$

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

7.99 (2H, d, $J=8.9$ Hz) (对氯苯甲酰基的H)

7.40 (2H; d, $J=8.9$ Hz) (同上)

4.97 (1H, d, $J=5.4$ Hz) (14位的H)

3.71 (3H, s) (1, 6, 16及18位甲氧基的H)

3.31 (3H, s) (同上)

3.30 (3H, s) (同上)

3.26 (3H, s) (同上)

1.10 (3H, t, $J=7.0$ Hz) (N-乙基的甲基H)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

165.3 (14位对氯苯甲酰基的羰基C)

139.6, 131.1, 128.8, 128.2 (对氯苯甲酰基的C)

90.7, 83.0, 82.4, 81.8, 79.9, 78.5, 77.1, 74.6, 71.6

(16, 6, 1, 15, 14, 8, 18, 13, 3位的C)

60.8, 59.1, 58.0, 55.7 (16, 18, 6及1位甲氧基的C)

48.9 (N-乙基的亚甲基C)

13.0 (N-乙基的甲基C)

5) 质谱分析

在 m/z 637及 m/z 639 出现分子离子峰。

(23) 3,15-二-O-甲氧甲基乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 3500 cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

4.69 (4H, s) (甲氧甲基的亚甲基H)

3.67 (3H, s) (1,6, 16, 18位甲氧基及甲氧甲基的甲基H)

3.42 (6H, s) (同上)

3.30 (3H, s) (同上)

3.29 (3H, s) (同上)

3.23 (3H, s) (同上)

1.09 (3H, t, $J=7.0\text{Hz}$) (N-乙基的甲基)

3) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

91.3, 83.6, 82.2, 80.1, 78.3, 78.2, 77.6, 74.3, 71.5

(16, 1, 6, 14, 8, 18, 15, 13, 3位C)

60.7, 58.9, 57.7, 56.2 (16, 18, 6, 1位甲氧基的C)

63.5 (甲氧甲基的亚甲基C)

55.2 (甲氧甲基的甲基C)

48.6 (N-乙基的亚甲基C)

13.0 (N-乙基的甲基C)

4) 质谱分析

m/z 607 (M^+)

(24) 3,15-二-O-甲氧甲基-14-O-苯甲酰乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1710cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

7.96-7.36 (5H, m) (苯甲酰基的H)

4.85 (1H, d, $J=5.2\text{Hz}$) (14位的H)

4.70 (2H, s), 4.65 (2H, s) (甲氧甲基的亚甲基H)

3.71 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基和甲氧甲基的甲基H)

3.42 (6H, s) (同上)

3.31 (3H, s) (同上)

3.29 (3H, s) (同上)

3.25 (3H, s) (同上)

1.10 (3H, t, $J=7.0$ Hz) (N-乙基的甲基)

3) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

166.1 (苯甲酰基的羰基C)

132.7, 130.3, 129.8, 128.3 (苯甲酰基的C)

90.8, 83.6, 82.4, 80.0, 79.3, 76.6, 75.3, 74.8, 71.5

(16, 6, 1, 15, 14, 8, 18, 13, 3的C)

61.0, 59.1, 58.0, 55.6 (16, 18, 6, 1位甲氧基的C)

63.5, 63.4 (甲氧甲基的亚甲基C)

55.2, 55.0 (甲氧甲基的甲基C)

49.0 (N-乙基的亚甲基C)

13.3 (N-乙基的甲基C)

4) 质谱分析

m/z 691 (M^+)

(25) 14-O- α -甲基(4-(α -甲基乙酸)苯基)乙酰乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1715cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}}$ ($\log \epsilon$) $_{\text{nm}} = 220(4.03), 256(3.88)$

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号 (δ , ppm):

- 7.42 (4H, s) (苯环的H)
- 4.83 (1H, d, $J=4.7$ Hz) (14位的H)
- 3.71 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基的甲基H)
- 3.46 (3H, s) (同上)
- 3.31 (3H, s) (同上)
- 3.29 (3H, s) (同上)
- 3.63 (2H, q, $J=7.0$ Hz) (α -甲基乙酰和 α -甲基乙酸的亚甲基H)
- 1.42 (6H, s) (α -甲基乙酰和 α -甲基乙酸的甲基H)
- 1.11 (3H, t, $J=7.0$ Hz) (N-乙基的甲基)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号 (δ , ppm):

- 180.5 (羰基C)
- 166.0 (羰基C)
- 140.4, 139.3, 128.2, 127.0 (苯环C)
- 91.1, 83.2, 81.3, 81.0, 80.1, 77.3, 76.0, 75.1, 71.2
(16, 6, 1, 15, 14, 18, 8, 13, 3位C)
- 61.3, 58.1, 57.8, 55.7 (18, 16, 6, 1位甲氧基的C)
- 60.4, 60.2 (α -甲基乙酰和 α -甲基乙酸的亚甲基C)
- 18.2, 18.1 (α -甲基乙酰和 α -甲基乙酸的甲基C)
- 49.0 (N-乙基的亚甲基C)
- 13.3 (N-乙基的甲基C)

5) 质谱分析

m/z 703 (M^+)

(26) 14-0-丁酰乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1715 cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

- 4.85 (1H, d, $J=4.7\text{ Hz}$) (14位的H)
- 3.70 (3H, s) (1, 6, 16, 18 位甲氧基的甲基H)
- 3.45 (3H, s) (同上)
- 3.30 (3H, s) (同上)
- 3.29 (3H, s) (同上)
- 1.11 (3H, t, $J=7.0\text{ Hz}$) (N-乙基的甲基H)
- 0.84 (3H, t, $J=7.0\text{ Hz}$) (丁酰的甲基H)

3) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

- 175.3 (羰基C)
- 91.3, 83.2, 81.3, 81.0, 80.0, 77.5, 76.3, 75.0, 71.0
(16, 6, 1, 15, 14, 18, 8, 13, 3位C)
- 61.3, 58.1, 57.8, 55.7 (18, 16, 6, 1位甲氧基的C)
- 49.0 (N-乙基的亚甲基C)
- 13.3 (N-乙基的甲基C)
- 10.2 (丁酰的甲基C)

4) 质谱分析

m/z 569 (M^+)

(27) 14-0-戊酰乌头碱的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1715cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

4.73 (1H, d, $J=4.7$ Hz) (14位的H)

3.69 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基的甲基H)

3.43 (3H, s) (同上)

3.32 (3H, s) (同上)

3.28 (3H, s) (同上)

1.09 (3H, t, $J=7.0$ Hz) (N-乙基的甲基H)

0.66 (3H, t, $J=7.0$ Hz) (戊酰的甲基H)

3) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

175.8 (羰基C)

91.5, 83.0, 81.2, 80.8, 79.9, 77.5, 76.4, 74.8, 71.1

(16, 6, 1, 15, 14, 18, 8, 13, 3的C)

61.1, 58.0, 57.8, 55.3 (18, 16, 6, 1 位甲氧基的C)

49.2 (N-乙基的亚甲基C)

13.0 (N-乙基的甲基C)

17.8 (戊酰的甲基C)

4) 质谱分析

m/z 583 (M^+)

(28) 14-O-(对溴苯甲酰)乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1720 cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}} (\log \epsilon)_{\text{nm}} = 245 (3.85)$$

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

- 7.47 (2H, d, $J=8.7\text{ Hz}$) (对溴苯甲酰的H)
- 6.93 (2H, d, $J=8.7\text{ Hz}$) (同上)
- 4.92 (1H, d, $J=4.7\text{ Hz}$) (14位的H)
- 3.75 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基的甲基H)
- 3.31 (3H, s) (同上)
- 3.28 (3H, s) (同上)
- 3.24 (3H, s) (同上)
- 1.02 (3H, t, $J=7.0\text{ Hz}$) (N-乙基的甲基H)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

- 165.8 (羰基C)
- 150.5, 133.1, 124.3, 120.8 (对溴苯甲酰的C)
- 90.7, 83.4, 82.3, 82.0, 79.4, 78.6, 77.3, 74.7, 72.0
(16, 6, 1, 15, 14, 18, 8, 13, 3的C)
- 60.9, 59.1, 57.8, 55.6 (18, 16, 6, 1位甲氧基的C)
- 48.8 (N-乙基的亚甲基C)
- 13.0 (N-乙基的甲基C)

5) 质谱分析

$$m/z\ 681, 683 (M^+)$$

(29) 14-0-藜芦酰乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1720cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}} (\log \epsilon)_{\text{nm}} = 221(4.35), 264(4.05), 295(3.84)$

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

6.89-7.68 (3H, m) (藜芦酰基的H)

4.97 (1H, d, $J=5.0$ Hz) (14位的 β H)

3.92 (6H, s) (藜芦酰基的甲氧基H)

3.71 (3H, s) (1, 6, 16和18位甲氧基的H)

3.31 (3H, s) (同上)

3.29 (3H, s) (同上)

3.25 (3H, s) (同上)

1.10 (3H, t, $J=7.0$ Hz) (N-乙基的甲基H)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

166.0 (藜芦酰基的羰基C)

122.5, 110.6, 153.1, 148.3, 112.3 (藜芦酰基的C)

90.8, 83.5, 82.4, 81.9, 79.5, 78.6, 77.3, 74.8, 71.9

(16, 6, 1, 15, 14, 8, 18, 13, 3位C)

55.8 (藜芦酰基的甲氧基C)

60.9, 59.1, 58.0, 55.6 (16, 18, 6, 1位的甲氧基C)

48.4 (N-乙基的亚甲基C)

13.5 (N-乙基的甲基C)

5) 质谱分析

m/z 663 (M^+)

6) 元素分析

$C_{34}H_{49}NO_{12}$, 计算值 C: 61.52, H: 7.44, N: 2.11

实测值 C: 61.80, H: 7.56, N: 2.09

(30) 3-脱氧乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 3230cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

3.64 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基的甲基H)

3.30 (3H, s) (同上)

3.26 (3H, s) (同上)

3.24 (3H, s) (同上)

1.14 (3H, t, $J=7.0\text{ Hz}$) (N-乙基的甲基H)

3) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

91.3, 85.2, 83.6, 80.4, 79.0, 78.9, 76.4, 75.7

(16, 6, 1, 18, 14, 15, 13, 8位C)

61.5, 59.0, 57.9, 56.5 (16, 18, 6, 1位甲氧基的C)

49.2 (N-乙基的亚甲基C)

13.0 (N-乙基的甲基C)

4) 质谱分析

m/z 483 (M^+)

(31) 3-脱氧-14-O-对氯苯甲酰乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1715cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}} (\log \epsilon)_{\text{nm}} = 246(4.08)$

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

7.97 (2H, d, $J=8.8$ Hz) (对氯苯甲酰基H)

7.43 (2H, d, $J=8.8$ Hz) (同上)

4.90 (1H, d, $J=4.8$ Hz) (14位的H)

3.69 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基的甲基H)

3.30 (3H, s) (同上)

3.26 (3H, s) (同上)

3.24 (3H, s) (同上)

1.14 (3H, t, $J=7.0$ Hz) (N-乙基的甲基H)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

165.2 (对氯苯甲酰基的羰基C)

139.6, 131.1, 128.8, 128.1 (对氯苯甲酰基的C)

90.8, 85.0, 83.6, 81.9, 81.7, 79.5, 78.6, 74.8

(16, 1, 6, 15, 18, 14, 8, 13的C)

61.5, 59.0, 57.9, 56.5 (16, 18, 6, 1位的甲氧基C)

49.2 (N-乙基的亚甲基C)

13.0 (N-乙基的甲基C)

5) 质谱分析

m/z 621, 623 (M^+)

(32) 3,15-二脱氧乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 3450 cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

3.55 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基的甲基H)

3.42 (6H, s) (同上)

3.38 (3H, s) (同上)

1.23 (3H, d, $J=7.0\text{Hz}$) (N-乙基的甲基H)

3) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

85.7, 84.4, 82.3, 80.6, 79.3, 76.7, 72.8

(1, 16, 6, 18, 14, 13, 8位C)

59.1, 57.8, 57.2, 56.2 (18, 16, 6, 1位甲氧基的C)

48.8 (N-乙基的亚甲基C)

13.1 (N-乙基的甲基C)

4) 质谱分析

m/z 467 (M^+)

(33) 3,15-二脱氧-14-O-琥珀酰乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1715cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

- 4.65 (1H, d, $J=5.5\text{Hz}$) (14位的H)
- 3.38 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基的甲基H)
- 3.30 (3H, s) (同上)
- 3.28 (3H, s) (同上)
- 3.27 (3H, s) (同上)
- 2.84 (4H, s) (琥珀酰基的亚甲基H)
- 1.23 (3H, d, $J=7.0\text{ Hz}$) (N-乙基的甲基H)

3) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

- 170.8 (琥珀酰基的羰基C)
- 85.5, 83.4, 82.5, 80.8, 80.3, 76.1, 73.5
(1, 16, 6, 14, 18, 13, 8位C)
- 59.3, 58.3, 57.6, 56.4 (18, 16, 6, 1位甲氧基的C)
- 48.9 (N-乙基的亚甲基C)
- 13.3 (N-乙基的甲基C)
- 29.8, 29.8 (琥珀酰基的亚甲基C)

4) 质谱分析

m/z 567 (M^+)

(34) 3,15-二脱氧-14-O-邻氯苯甲酰乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1705cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOAc}} (\log \epsilon)_{\text{nm}} = 223 (3.98)$$

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

- 7.32-6.93 (4H, m) (苯甲酰基的H)
- 4.99 (1H, d, $J=5.3$ Hz) (14位的H)
- 3.39 (3H, s) (1, 6, 16, 18 位甲氧基的甲基H)
- 3.31 (3H, s) (同上)
- 3.28 (3H, s) (同上)
- 3.26 (3H, s) (同上)
- 1.20 (3H, d, $J=7.0$ Hz) (N-乙基的甲基H)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

- 167.0 (邻氯苯甲酰基的羰基C)
- 152.3, 130.0, 128.6, 127.2, 123.1 (邻氯苯甲酰基的C)
- 85.3, 83.2, 82.6, 80.6, 80.3, 76.2, 73.8
(1, 16, 6, 14, 18, 13, 8的C)
- 59.3, 58.3, 57.6, 56.4 (18, 16, 6, 1位甲氧基的C)
- 49.0 (N-乙基的亚甲基C)
- 13.4 (N-乙基的甲基C)

5) 质谱分析

m/z 605, 607 (M^+)

(35) N-脱乙基-N-戊基乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 3300cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

- 3.87 (3H, s) (茴香酰基的甲氧基的甲基H)
- 3.70 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基的甲基H)
- 3.38 (3H, s) (同上)
- 3.37 (3H, s) (同上)
- 3.29 (3H, s) (同上)
- 0.60 (3H, t, $J=7.0$ Hz) (N-戊基的甲基H)

3) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

- 91.8, 84.0, 83.0, 80.3, 78.8, 78.5, 77.4, 76.5, 71.9
(16, 6, 1, 14, 13, 15, 18, 8, 3位C)
- 62.0, 59.1, 58.0, 55.7 (16, 18, 6, 1位甲氧基的C)
- 55.4 (茴香酰基的甲氧基的甲基C)
- 19.5 (N-戊基的甲基C)

4) 质谱分析

m/z 541 (M^+)

(36) N-脱乙基-N-戊基-14-O-茴香酰乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1715cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}}$ ($\log \epsilon$) nm = 259(3.95)

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号 (δ , ppm):

- 7.97 (2H, d, $J=8.9$ Hz) (茴香酰基的H)
- 6.91 (2H, d, $J=8.9$ Hz) (同上)
- 4.97 (1H, d, $J=4.8$ Hz) (14位的H)
- 3.87 (3H, s) (茴香基的甲氧基的甲基H)
- 3.65 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基的甲基H)
- 3.31 (3H, s) (同上)
- 3.29 (3H, s) (同上)
- 3.26 (3H, s) (同上)
- 0.60 (3H, t, $J=7.1$ Hz) (N-戊基的甲基H)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号 (δ , ppm):

- 166.2 (茴香酰基的羰基C)
- 163.4, 131.7, 122.1, 113.6 (茴香酰基的苯环C)
- 90.8, 83.6, 82.3, 81.8, 79.5, 78.6, 77.3, 74.5, 71.7
(16, 6, 1, 15, 14, 8, 18, 13, 3位C)
- 61.0, 59.1, 57.6, 55.6 (18, 16, 6, 1位甲氧基的C)
- 55.4 (茴香酰基的甲氧基的甲基C)
- 19.7 (N-戊基的甲基C)

5) 质谱分析

m/z 665 (M^+)

(37) 3,15-二-O-甲氧甲基乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 3300cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

- 3.78 (2H, s), 3.63 (2H, s) (甲氧甲基的亚甲基H)
- 3.64 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基的甲基H)
- 3.26 (3H, s) (同上)
- 3.24 (3H, s) (同上)
- 3.20 (3H, s) (同上)
- 2.03 (3H, s), 2.01 (3H, s) (甲氧甲基的甲基H)
- 1.11 (3H, t, $J=7.0$ Hz) (N-乙基的甲基H)

3) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

- 90.1, 83.2, 82.3, 79.9, 78.7, 78.5, 75.6, 74.0, 71.1
(16, 6, 1, 15, 14, 8, 18, 13, 3位C)
- 61.1, 58.9, 58.0, 56.0 (16, 18, 6, 位甲氧基的C)
- 62.5, 62.1 (甲氧甲基的亚甲基C)
- 20.2, 19.9 (甲氧甲基的甲基C)
- 48.8 (N-乙基的亚甲基C)
- 13.0 (N-乙基的甲基C)

4) 质谱分析

m/z 619 (M^+)

(38) 3-脱氧-15-O-苄基乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 3450cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}} (\log \epsilon)_{\text{nm}} = 224 (3.68)$

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

- 7.24 (5H, s) (苄基的H)
- 4.50 (2H, s) (苄基的亚甲基H)
- 3.71 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基的甲基H)
- 3.45 (3H, s) (同上)
- 3.31 (3H, s) (同上)
- 3.28 (3H, s) (同上)
- 1.09 (3H, t, $J=7.0\text{Hz}$) (N-乙基的甲基H)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

- 141.2, 128.8, 127.0, 126.6 (苄基的C)
- 91.2, 84.0, 83.7, 81.5, 80.0, 79.9, 78.2, 75.4
(16, 1, 6, 8, 18, 14, 15, 13位C)
- 61.3, 59.1, 56.8, 55.9 (16, 18, 6, 1位甲氧基的C)
- 64.2 (苄基的亚甲基C)
- 49.6 (N-乙基的亚甲基C)
- 12.5 (N-乙基的甲基C)

5) 质谱分析

m/z 587 (M^+)

(39) 3,15-二-O-四氢吡喃基乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 3430cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

- 4.30 (1H, d, $J=6.8\text{Hz}$) (15位的H)
- 4.63 (1H, m) (四氢吡喃基的H)
- 1.73-1.62(8H, m) (同上)
- 3.70 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基的甲基H)
- 3.31 (3H, s) (同上)
- 3.27 (3H, s) (同上)
- 3.25 (3H, s) (同上)
- 1.12 (3H, t, $J=7.0\text{ Hz}$) (N-乙基的甲基H)

3) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

- 90.3, 83.3, 82.1, 80.9, 80.3, 77.4, 76.4, 74.5,
- 71.5 (16, 6, 1, 15, 14, 18, 8, 13, 3位C)
- 60.9, 59.0, 58.0, 56.4 (18, 16, 6, 1位甲氧基的C)
- 47.5 (N-乙基的亚甲基C)
- 13.1 (N-乙基的甲基C)

4) 质谱分析

m/z 667 (M^+)

(40) N-脱乙基-N-戊基-3-O-甲氧甲基假乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 3300cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

- 4.73 (2H, s) (甲氧甲基的亚甲基H)
- 3.45 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基和甲氧甲基的甲基H)
- 3.36 (3H, s) (同上)
- 3.30 (3H, s) (同上)
- 3.29 (3H, s) (同上)
- 3.25 (3H, s) (同上)
- 0.63 (3H, d, $J=7.0$ Hz) (N-戊基的甲基H)

3) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

- 84.6, 83.2, 82.4, 79.6, 77.5, 76.9, 72.9, 71.0
(1, 16, 6, 14, 18, 13, 8, 3位C)
- 59.4, 57.9, 57.4, 56.3 (18, 16, 6, 1位甲氧基的C)
- 66.2 (甲氧甲基的亚甲基C)
- 55.1 (甲氧甲基的甲基C)
- 10.2 (N-戊基的甲基C)

4) 质谱分析

m/z 601 (M^+)

(41) N-脱乙基-N-戊基-3-O-甲氧甲基-14-O-藜芦酰假乌头
胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1720cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}}$ ($\log \epsilon$) $_{\text{nm}}$ = 221(4.34), 265(4.07), 294(3.74)

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

- 7.69-6.85(5H, m) (藜芦酰基的H)
- 5.11 (1H, d, $J=4.5$ Hz) (14位的H)
- 4.71 (2H, s) (甲氧甲基的亚甲基H)
- 3.92 (6H, s) (藜芦酰基的甲氧基H)
- 3.44 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基及甲氧甲基的甲基H)
- 3.36 (3H, s) (同上)
- 3.31 (3H, s) (同上)
- 3.29 (3H, s) (同上)
- 3.26 (3H, s) (同上)
- 0.65 (3H, d, $J=7.0\text{Hz}$) (N-戊基的甲基H)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

- 166.1 (藜芦酰基的羰基C)
- 153.2, 148.5, 122.4, 112.2, 110.5(藜芦酰基的C)
- 83.6, 82.5, 82.1, 79.9, 76.6, 75.9, 73.5, 71.0
(1, 16, 6, 14, 18, 13, 8, 3的C)
- 59.0, 58.2, 57.5, 55.7 (18, 16, 6, 1位甲氧基的C)
- 55.6 (藜芦酰基的甲氧基C)
- 66.2 (甲氧甲基的亚甲基C)
- 55.1 (甲氧甲基的甲基C)
- 10.2 (N-戊基的甲基C)

5) 质谱分析

m/z 733 (M^+)

(42) N-脱乙基-N-乙酰-3,15-二-O-甲氧甲基乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在3230, 1645 cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

4.70 (2H, s) (甲氧甲基的亚甲基H)

4.68 (2H, s) (同上)

3.64 (3H, s) (1, 6, 16, 18位及甲氧甲基的甲氧基的甲基H)

3.44 (6H, s) (同上)

3.30 (3H, s) (同上)

3.26 (3H, s) (同上)

3.24 (3H, s) (同上)

2.85 (3H, s) (N-乙酰的甲基H)

3) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

172.1 (N-乙酰的羰基C)

91.3, 83.3, 81.6, 80.3, 78.9, 78.5, 77.3, 76.7,

71.1 (16, 6, 1, 14, 13, 15, 18, 8, 3位C)

61.1, 58.0, 57.7, 56.0 (18, 16, 6, 1位甲氧基的C)

63.2, 62.9 (甲氧甲基的亚甲基C)

55.1, 55.0 (甲氧甲基的甲基C)

22.3 (N-乙酰的甲基C)

4) 质谱分析

m/z 631 (M^+)

(43) N-脱乙基-N-乙酰-3,15-二-O-甲氧甲基-14-O-茴香酰乌头胺的物性值及分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在1705, 1645 cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}} (\log \epsilon)_{\text{nm}} = 258(4.02)$

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

7.99 (2H, d, $J=8.9$ Hz) (茴香酰基的H)

6.93 (2H, d, $J=8.9$ Hz) (同上)

4.98 (1H, d, $J=5.3$ Hz) (14位的H)

4.70 (2H, s) (甲氧甲基的亚甲基H)

4.68 (2H, s) (同上)

3.85 (3H, s) (茴香酰基的甲氧基的甲基H)

3.70 (3H, s) (1, 6, 16, 18位及甲氧甲基的甲氧基的甲基H)

3.44 (6H, s) (同上)

3.31 (3H, s) (同上)

3.26 (3H, s) (同上)

3.24 (3H, s) (同上)

2.85 (3H, s) (N-乙酰的甲基H)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

170.3 (N-乙酰的羰基C)

166.0 (茴香酰基的羰基C)

163.4, 131.6, 122.0, 113.8 (茴香酰基的C)

91.3, 83.6, 81.8, 79.1, 78.4, 78.2, 77.9, 74.3,

71.5 (16, 6, 1, 14, 8, 18, 15, 13, 3位C)

60.8, 59.1, 57.7, 56.0 (18, 16, 6, 1位甲氧基的C)

55.4(茴香酰基的甲氧基C)

63.3, 62.8 (甲氧甲基的亚甲基C)

55.2, 55.0 (甲氧甲基的甲基C)

22.4 (N-乙酰的甲基C)

5) 质谱分析

m/z 765 (M^+)

(44) N-脱甲基-3,15-二-O-甲氧甲基美沙乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 3300cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

4.71 (2H, s), 4.65 (2H, s) (甲氧甲基的亚甲基H)

3.65 (3H, s) (1, 6, 16, 18 位甲氧基及甲氧甲基的甲基H)

3.42 (6H, s) (同上)

3.27 (3H, s) (同上)

3.24 (3H, s) (同上)

3.20 (3H, s) (同上)

3) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

90.3, 83.0, 81.3, 79.9, 78.8, 78.7, 75.8, 74.2, 71.2

(16, 6, 1, 15, 14, 8, 18, 13, 3位C)

61.0, 58.9, 58.1, 56.0 (16, 18, 6, 1位甲氧基的C)

63.6, 63.4 (甲氧甲基的亚甲基C)

55.3, 55.1 (甲氧甲基的甲基C)

4) 质谱分析

m/z 561 (M^+)

(45) N-脱乙基-3,15-二-O-甲氧甲基乌头胺的物性值及分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 3230cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

4.70 (2H, s) (甲氧甲基的亚甲基H)

4.68 (2H, s) (同上)

3.64 (3H, s) (1, 6, 16, 18 位及甲氧甲基的甲氧基的甲基H)

3.44 (6H, s) (同上)

3.30 (3H, s) (同上)

3.26 (3H, s) (同上)

3.24 (3H, s) (同上)

3) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

91.3, 83.3, 81.6, 80.3, 78.9, 78.5, 77.3, 76.7,

71.1 (16, 6, 1, 14, 13, 15, 18, 8, 3位C)

61.1, 58.0, 57.7, 56.0 (18, 16, 6, 1位甲氧基的C)

63.2, 62.9 (甲氧甲基的亚甲基C)

55.1, 55.0 (甲氧甲基的甲基C)

4) 质谱分析

m/z 603 (M^+)

(46) N-脱乙基-3,15-二-O-甲氧甲基-14-O-茴香酰乌头胺的物性值
和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1705cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}} (\log \epsilon) \text{nm} = 258(4.02)$

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

7.99 (2H, d, $J=8.9$ Hz) (茴香酰基的H)

6.93 (2H, d, $J=8.9$ Hz) (同上)

4.98 (1H, d, $J=5.3$ Hz) (14位的H)

4.70 (2H, s) (甲氧甲基的亚甲基H)

4.68 (2H, s) (同上)

3.85 (3H, s) (茴香酰基的甲氧基的甲基H)

3.70 (3H, s) (1, 6, 16, 18位及甲氧甲基的甲氧基的甲基H)

3.44 (6H, s) (同上)

3.31 (3H, s) (同上)

3.26 (3H, s) (同上)

3.24 (3H, s) (同上)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

166.0 (茴香酰基的羰基C)

163.4, 131.6, 122.0, 113.8 (茴香酰基的C)

91.3, 83.6, 81.8, 79.1, 78.4, 78.2, 77.9, 74.3, 71.5

(16, 6, 1, 14, 8, 18, 15, 13, 3位C)

60.8, 59.1, 57.7, 56.0 (18, 16, 6, 1位甲氧基的C)

55.4 (茴香酰基的甲氧基C)

63.3, 62.8 (甲氧甲基的亚甲基C)

55.2, 55.0 (甲氧甲基的甲基C)

5) 质谱分析

m/z 723 (M^+)

(47) N-脱乙基-N-苯甲酰-3,15-二-O-甲氧甲基乌头胺的物性值
和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 $1720, 1645\text{cm}^{-1}$ 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}} (\log \epsilon)_{\text{nm}} = 230 (3.98)$

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

7.85-7.08 (5H, m) (苯甲酰基的H)

4.71 (2H, s) (甲氧甲基的亚甲基H)

4.69 (2H, s) (同上)

3.70 (3H, s) (1, 6, 16, 18位及甲氧甲基的甲氧基的甲基H)

3.45 (6H, s) (同上)

3.30 (3H, s) (同上)

3.28 (3H, s) (同上)

3.24 (3H, s) (同上)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

165.7 (苯甲酰基的羰基C)

133.2, 129.8, 129.5, 128.3(苯甲酰基的C)

91.3, 83.3, 81.6, 80.3, 78.9, 78.5, 77.3, 76.7, 71.1

(16, 6, 1, 14, 13, 15, 18, 8, 3位C)

61.3, 59.1, 58.0, 56.1 (18, 16, 6, 1位的甲氧基C)

63.2, 63.0 (甲氧甲基的亚甲基C)

55.2, 55.1 (甲氧甲基的甲基C)

5) 质谱分析

m/z 683 (M^+)

(48) N-脱乙基-N-苯甲酰-3,15-二-O-甲氧甲基-O-茴香酰乌头

胺的物性值及分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在1715, 1645 cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}}$ ($\log \epsilon$) nm = 230(3.98), 258(4.02)

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

7.99 (2H, d, J=8.9 Hz) (茴香酰基的H)

6.93 (2H, d, J=8.9 Hz) (同上)

7.85-7.08 (5H, m) (苯甲酰基的H)

4.71 (2H, s) (甲氧甲基的亚甲基H)

4.69 (2H, s) (同上)

4.98 (1H, d, J=5.3 Hz) (14位的H)

3.85 (3H, s) (茴香酰基的甲氧基的甲基H)

3.71 (3H, s) (1, 6, 16, 18位及甲氧甲基的甲氧基的甲基H)

3.44 (6H, s) (同上)

3.30 (3H, s) (同上)

3.27 (3H, s) (同上)

3.23 (3H, s) (同上)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

166.0, 165.7 (苯甲酰基及茴香酰基的羰基C)

163.4, 133.2, 131.6, 129.8, 129.5, 128.3, 122.0, 113.8

(茴香酰基及苯甲酰基的C)

91.3, 83.6, 82.1, 79.8, 78.6, 78.1, 77.6, 74.5, 70.8

(16, 6, 1, 14, 8, 18, 15, 13, 3位C)

61.3, 59.1, 58.0, 56.1 (18, 16, 6, 1 位的甲氧基C)

55.4 (茴香酰基的甲氧基C)

63.2, 63.0 (甲氧甲基的亚甲基C)

55.2, 55.1 (甲氧甲基的甲基C)

5) 质谱分析

m/z 817 (M^+)

(49) 15-O-甲氧甲基乌头胺的物性值及分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 3230cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

4.68 (2H, s) (甲氧甲基的亚甲基H)

3.64 (3H, s) (1, 6, 16, 18位及甲氧甲基的甲氧基的甲基H)

3.44 (3H, s) (同上)

3.30 (3H, s) (同上)

3.26 (3H, s) (同上)

3.24 (3H, s) (同上)

1.10 (3H, t, $J=7.0\text{ Hz}$) (N-乙基的甲基H)

3) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

91.3, 83.3, 81.6, 80.3, 78.9, 78.5, 77.3, 76.7, 71.1

(16, 6, 1, 14, 13, 15, 18, 8, 3位C)

61.1, 58.0, 57.7, 56.0 (18, 16, 6, 1位甲氧基的C)

62.9 (甲氧甲基的亚甲基C)

55.0 (甲氧甲基的甲基C)

48.9 (N-乙基的亚甲基C)

13.3 (N-乙基的甲基C)

4) 质谱分析

m/z 543 (M^+)

(50) 3-O-甲氧甲基乌头胺的物性值及分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 3230cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

4.70 (2H, s) (甲氧甲基的亚甲基H)

3.64 (3H, s) (1, 6, 16, 18位及甲氧甲基的甲氧基的甲基H)

3.45 (3H, s) (同上)

3.30 (3H, s) (同上)

3.26 (3H, s) (同上)

3.24 (3H, s) (同上)

1.14 (3H, t, $J=7.0\text{ Hz}$) (N-乙基的甲基H)

3) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

91.3, 83.3, 82.3, 81.2, 80.1, 77.3, 76.0, 75.0, 72.0

(16, 6, 1, 15, 14, 18, 8, 13, 3位C)

61.1, 58.0, 57.7, 56.0 (18, 16, 6, 1 位甲氧基的C)

63.3 (甲氧甲基的亚甲基C)

55.3 (甲氧甲基的甲基C)

49.2 (N-乙基的亚甲基C)

13.0 (N-乙基的甲基C)

4) 质谱分析

m/z 543 (M^+)

(51) 3-O-甲氧甲基假乌头胺的物性值及分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 3300cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

4.73 (2H, s) (甲氧甲基的亚甲基H)

3.45 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基及甲氧甲基的甲基H)

3.36 (3H, s) (同上)

3.30 (3H, s) (同上)

3.29 (3H, s) (同上)

3.25 (3H, s) (同上)

1.12 (3H, d, $J=7.0\text{ Hz}$) (N-乙基的甲基H)

3) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

84.6, 83.2, 82.4, 79.6, 77.5, 76.9, 72.9, 71.0

(1, 16, 6, 14, 18, 13, 8, 3位C)

59.4, 57.9, 57.4, 56.3 (18, 16, 6, 1位甲氧基的C)

66.2 (甲氧甲基的亚甲基C)

55.1 (甲氧甲基的甲基C)

49.2 (N-乙基的亚甲基C)

13.0 (N-乙基的甲基C)

4) 质谱分析

m/z 527 (M^+)

(52) 15-O-甲氧甲基海帕乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 3300cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

- 4.68 (2H, s) (甲氧甲基的亚甲基H)
- 3.69 (3H, s) (1, 6, 16, 18位及甲氧甲基的甲氧基的甲基H)
- 3.42 (3H, s) (同上)
- 3.33 (3H, s) (同上)
- 3.30 (3H, s) (同上)
- 3.29 (3H, s) (同上)
- 2.37 (3H, s) (N-甲基的甲基H)

3) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

- 91.2, 85.2, 83.6, 79.9, 79.0, 76.4, 75.7, 74.9
(16, 1, 6, 18, 14, 15, 8, 13的C)
- 61.5, 59.0, 57.9, 56.5 (18, 16, 6, 1位甲氧基的C)
- 62.9 (甲氧甲基的亚甲基C)
- 55.1 (甲氧甲基的甲基C)
- 42.8 (N-甲基的甲基C)

4) 质谱分析

m/z 513 (M^+)

(53) 15-O-甲氧甲基-14-O-苯甲酰海帕乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1715cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}} (\log \epsilon)_{\text{nm}} = 230(4.02)$

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

- 8.25-7.67(5H, m) (苯甲酰基的H)
- 5.04 (1H, d, $J=4.8$ Hz) (14位的H)
- 4.68 (2H, s) (甲氧甲基的亚甲基H)
- 3.69 (3H, s) (1, 6, 16, 18位6及甲氧甲基的甲氧基的甲基H)
- 3.42 (3H, s) (同上)
- 3.33 (3H, s) (同上)
- 3.30 (3H, s) (同上)
- 3.29 (3H, s) (同上)
- 2.37 (3H, s) (N-甲基的甲基H)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

- 165.9 (苯甲酰基的羰基C)
- 133.2, 129.8, 129.6, 128.6 (苯甲酰基的C)
- 91.0, 83.9, 82.5, 81.8, 81.7, 79.8, 79.6, 74.9 (16, 1, 6, 8, 15, 14, 18, 13 位C)
- 60.8, 58.9, 57.9, 55.7 (18, 16, 6, 1位甲氧基的C)
- 62.9 (甲氧甲基的亚甲基C)
- 55.1 (甲氧甲基的甲基C)
- 42.6 (N-甲基的甲基C)

5) 质谱分析

m/z 617 (M^+)

(54) 3,15-二-0-四氢吡喃基美沙乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 3430cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

4.30 (1H, d, $J=6.8$ Hz) (15位的H)

4.63 (1H, m) (四氢吡喃基的H)

1.73-1.62 (8H, m) (同上)

3.70 (3H, s) (1, 6, 16, 18 位甲氧基的甲基H)

3.31 (3H, s) (同上)

3.27 (3H, s) (同上)

3.25 (3H, s) (同上)

2.21 (3H, s) (N-甲基的甲基H)

3) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

90.3, 83.3, 82.1, 80.9, 80.3, 77.4, 76.4, 74.5, 71.5

(16, 6, 1, 15, 14, 18, 8, 13, 3位C)

60.9, 59.0, 58.0, 56.4 (18, 16, 6, 1 位甲氧基的C)

42.5 (N-甲基的甲基C)

4) 质谱分析

m/z 653 ((M^+))

(55) 3,15-二-0-四氢吡喃基-14-0-苯甲酰美沙乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1715cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}} (\log \epsilon)_{\text{nm}} = 230 (4.07)$$

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

8.06-7.42 (5H, m) (苯甲酰基的苯环H)

4.86 (1H, d, $J=4.8\text{ Hz}$) (14位的H)

4.33 (1H, d, $J=6.8\text{ Hz}$) (15位的H)

4.60 (1H, m) (四氢吡喃基的H)

1.73 -1.62 (8H, m) (同上)

3.71 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基的甲基H)

3.31 (3H, s) (同上)

3.26 (3H, s) (同上)

3.24 (3H, s) (同上)

2.23 (3H, s) (N-甲基的甲基H)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

166.0 (苯甲酰基的羰基C)

132.7, 130.3, 129.8, 128.3 (苯甲酰基的苯环C)

90.3, 83.3, 82.1, 81.0, 80.1, 77.6, 76.7, 74.5, 71.5

(16, 6, 1, 15, 14, 18, 8, 13, 3位C)

60.9, 59.0, 57.9, 56.5 (18, 16, 6, 1位甲氧基的C)

42.3 (N-甲基的甲基C)

5) 质谱分析

m/z 757 (M^+)

(56) 14-0-甲氧甲基乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 3300cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

4.70 (2H, s) (甲氧甲基的亚甲基H)

4.43 (1H, d, $J=5.4$ Hz) (14位H)

3.77 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基及甲氧甲基的甲基H)

3.42 (3H, s) (同上)

3.38 (3H, s) (同上)

3.37 (3H, s) (同上)

3.29 (3H, s) (同上)

1.15 (3H, t, $J=7.0$ Hz) (N-乙基的甲基)

3) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

91.8, 84.1, 83.0, 78.8, 78.5, 77.6, 74.5, 71.8

(16, 1, 6, 14, 8, 15, 18, 13, 3位C)

63.3 (甲氧甲基的亚甲基C)

55.2 (甲氧甲基的甲基C)

61.7, 59.1, 58.0, 55.7 (16, 18, 6, 1 位甲氧基的C)

46.2 (N-乙基的亚甲基C)

13.4 (N-乙基的甲基C)

4) 质谱分析

m/z 543 (M^+)

(57) 3-O-茴香酰-14-O-甲氧甲基乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在3300, 1715 cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

7.99 (2H, d, $J=8.9$ Hz) (茴香酰基的H)

6.93 (2H, d, $J=8.9$ Hz) (同上)

5.15 (1H, dd, $J=12.1, 5.4$ Hz) (3位的H)

4.70 (2H, s) (甲氧甲基的亚甲基H)

4.43 (1H, d, $J=5.4$ Hz) (14位的H)

3.86 (3H, s) (茴香酰基的甲氧基的甲基H)

3.76 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基及甲氧甲基的甲基H)

3.42 (3H, s) (同上)

3.38 (3H, s) (同上)

3.37 (3H, s) (同上)

3.29 (3H, s) (同上)

1.15 (3H, t, $J=7.0\text{Hz}$) (N-乙基的甲基)

3) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

165.1 (茴香酰基的羰基C)

163.5, 131.6, 122.0, 113.8 (茴香酰基的苯环C)

91.6, 83.5, 82.1, 78.9, 78.6, 78.3, 77.5, 74.3, 71.6

(16, 1, 6, 14, 8, 15, 18, 13, 3位C)

63.4 (甲氧甲基的亚甲基C)

55.3 (甲氧甲基的甲基C)

61.6, 59.0, 58.2, 55.6 (16, 18, 6, 1位甲氧基的C)

55.0 (茴香酰基的甲氧基C)

46.1 (N-乙基的亚甲基C)

13.3 (N-乙基的甲基C)

4) 质谱分析

m/z 677 (M^+)

(58) 3,13,14-三-O-甲硫甲基假乌头胺的物性值和分析数据

1) 1H 核磁共振谱($CDCl_3$)分析

出现下列信号(δ , ppm):

4.40 (1H, d, $J=5.4$ Hz) (14位的H)

3.57 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基的甲基H)

3.30 (3H, s) (同上)

3.28 (3H, s) (同上)

3.17 (3H, s) (同上)

2.10 (3H, s) (甲硫甲基的甲基H)

2.05 (3H, s) (同上)

2.03 (3H, s) (同上)

1.13 (3H, t, $J=7.0$ Hz) (N-乙基的甲基)

2) ^{13}C 核磁共振谱($CDCl_3$)分析

出现下列信号(δ , ppm):

84.5, 83.2, 82.4, 79.7, 77.6, 75.5, 72.9, 71.8

(1, 16, 6, 14, 18, 13, 8, 3位C)

62.5 (甲硫甲基的亚甲基C)

62.3 (同上)

62.1 (同上)

20.0 (甲氧甲基的甲基C)

19.9 (同上)

19.8 (同上)

59.4, 57.9, 57.4, 56.3 (18, 16, 6, 1位甲氧基的C)

47.2 (N-乙基的亚甲基C)

13.7 (N-乙基的甲基C)

3) 质谱分析

m/z 663 (M^+)

(59) 8-0-乙酰-3,13,14-三-0-甲硫甲基假乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1715cm^{-1} 出现吸收极大值。

出现下列信号(δ , ppm):

4.40 (1H, d, $J=5.4\text{Hz}$) (14位的H)

3.57 (3H, s) (1, 6, 16, 18 位甲氧基的甲基H)

3.30 (3H, s) (同上)

3.28 (3H, s) (同上)

3.17 (3H, s) (同上)

2.10 (3H, s) (甲硫甲基的甲基H)

2.05 (3H, s) (同上)

2.03 (3H, s) (同上)

1.32 (3H, s) (乙酰基的甲基H)

1.13 (3H, t, $J=7.0$ Hz) (N-乙基的甲基)

3) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

170.0 (乙酰基的羰基C)

85.0, 84.3, 83.1, 82.2, 79.9, 77.5, 75.3, 71.7

(8, 1, 16, 6, 14, 18, 13, 3位C)

62.5 (甲硫甲基的亚甲基C)

62.2 (同上)

62.1 (同上)

20.1 (甲氧甲基的甲基C)

19.9 (同上)

19.8 (同上)

59.6, 58.0, 57.5, 56.1 (18, 16, 6, 1位甲氧基的C)

47.2 (N-乙基的亚甲基C)

13.7 (N-乙基的甲基C)

21.5 (乙酰基的甲基C)

4) 质谱分析

m/z 675 (M^+)

(60) 3-O-乙酰-14-O-甲氧甲基乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在3300, 1715 cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

4.92 (1H, dd, J=12.5, 6.0 Hz) (3位的H)
4.70 (2H, s) (甲氧甲基的亚甲基H)
4.43 (1H, d, J=5.4 Hz) (14位的H)
3.76 (3H, s) (1, 6, 16, 18 位甲氧基及甲氧甲基的甲基H)
3.42 (3H, s) (同上)
3.38 (3H, s) (同上)
3.37 (3H, s) (同上)
3.29 (3H, s) (同上)
2.08 (3H, s) (乙酰基的甲基H)
1.15 (3H, t, J=7.0 Hz) (N-乙基的甲基)

3) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

170.1 (乙酰基的羰基C)
91.5, 83.9, 82.1, 78.9, 78.6, 78.3, 77.5, 74.3,
71.6 (16, 1, 6, 14, 8, 15, 18, 13, 3位C)
63.3 (甲氧甲基的亚甲基C)
55.4 (甲氧甲基的甲基C)
61.6, 59.1, 58.3, 55.8 (16, 18, 6, 1位甲氧基的C)
46.1 (N-乙基的亚甲基C)
13.3 (N-乙基的甲基C)
21.4 (乙酰基的甲基C)

4) 质谱分析

m/z 585 (M^+)

(61) 3,15-二-O-苄基-14-O-茴香酰乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1710 cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}} (\log \epsilon)_{\text{nm}} = 225(3.65), 260(3.50)$

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

7.99 (2H, d, $J=8.9\text{ Hz}$) (茴香酰基的H)

6.93 (2H, d, $J=8.9\text{ Hz}$) (同上)

7.28 (10H, s) (苄基的苯环H)

4.97 (1H, d, $J=5.3\text{ Hz}$) (14位的H)

4.53 (4H, s) (苄基的亚甲基H)

3.85 (3H, s) (茴香酰基的甲氧基的甲基H)

3.70 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基的甲基H)

3.31 (3H, s) (同上)

3.29 (3H, s) (同上)

3.24 (3H, s) (同上)

1.10 (3H, t, $J=7.0\text{ Hz}$) (N-乙基的甲基)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

165.1 (茴香酰基的羰基C)

163.5, 131.6, 122.0, 113.8 (茴香酰基的苯环C)

141.6, 128.6, 127.0, 126.7 (苄基的苯环C)

91.3, 83.6, 82.2, 79.1, 78.4, 78.2, 77.5, 74.5,

71.5 (16, 1, 6, 14, 8, 18, 15, 13, 3位C)

60.8, 58.8, 57.7, 56.0 (16, 18, 6, 1位甲氧基的C)

55.4 (茴香酰基的甲氧基C)

64.1 (苜基的亚甲基C)

47.8 (N-乙基的亚甲基C)

13.2 (N-乙基的甲基C)

5) 质谱分析

m/z 813 (M^+)

(62) 15-O-四氢吡喃基海帕乌头碱的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1720 cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}} (\log \epsilon)_{\text{nm}} = 230 (3.85)$

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

7.78-7.20 (5H, m) (苯甲酰基的H)

4.68 (1H, d, $J=4.7\text{ Hz}$) (14位的H)

4.51 (1H, d, $J=6.8\text{ Hz}$) (15位的H)

4.63 (1H, m) (四氢吡喃基的H)

1.73-1.62 (8H, m) (同上)

3.50 (3H, s) (1, 6, 16, 18 位甲氧基的甲基H)

3.12 (6H, s) (同上)

3.03 (3H, s) (同上)

2.23 (3H, s) (N-甲基的H)

1.30 (3H, s) (乙酰基的甲基H)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

172.3 (乙酰基的羰基C)

166.0 (苯甲酰基的羰基C)

133.2, 129.9, 129.6, 128.6 (苯甲酰基的C)

91.9, 90.0, 85.0, 83.2, 80.1, 79.8, 78.8, 74.1

(8, 16, 1, 6, 18, 15, 14, 13位C)

60.9, 59.0, 58.0, 56.5 (16, 18, 6, 1位甲氧基的C)

42.6 (N-甲基的C)

21.4 (乙酰基的甲基C)

5) 质谱分析

m/z 699 (M^+)

(63) 3,15-二-O-甲氧甲基-14-O-乙酰乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1710cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

4.95 (1H, d, $J=4.8$ Hz) (14位的H)

4.70 (2H, s) (甲氧甲基的亚甲基H)

4.68 (2H, s) (同上)

3.71 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基及甲氧甲基的甲基H)

3.42 (6H, s) (同上)

3.31 (3H, s) (同上)

3.29 (3H, s) (同上)

3.25 (3H, s) (同上)

2.01 (3H, s) (乙酰基的甲基H)

1.10 (3H, t, $J=7.0$ Hz) (N-乙基的甲基)

3) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

171.5 (乙酰基的羰基C)

90.8, 83.6, 82.4, 80.0, 79.5, 78.6, 77.4, 74.8, 71.5

(16, 6, 1, 15, 14, 8, 18, 13, 3位C)

60.8, 59.1, 58.0, 55.6 (16, 18, 6, 1位甲氧基的C)

63.5 (甲氧甲基的亚甲基C)

55.2 (甲氧甲基的甲基C)

49.0 (N-乙基的亚甲基C)

13.0 (N-乙基的甲基C)

21.5 (乙酰基的甲基C)

4) 质谱分析

m/z 629 (M^+)

(64) N-脱乙基-14-O-茴香酰乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1715cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}}$ ($\log \epsilon$) nm = 259(3.93)

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

7.99 (2H, d, $J=8.9$ Hz) (茴香酰基的H)

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

- 7.99 (2H, d, $J=8.9$ Hz) (茴香酰基的H)
- 6.93 (2H, d, $J=8.9$ Hz) (同上)
- 4.98 (1H, d, $J=4.8$ Hz) (14位的H)
- 3.87 (3H, s) (茴香酰基的甲氧基的甲基H)
- 3.70 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基的甲基H)
- 3.31 (3H, s) (同上)
- 3.29 (3H, s) (同上)
- 3.24 (3H, s) (同上)
- 1.10 (3H, t, $J=7.0$ Hz) (N-乙基的甲基H)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

- 166.0 (茴香酰基的羰基C)
- 163.5, 131.6, 122.0, 113.8 (茴香酰基的苯环C)
- 90.7, 85.2, 83.6, 81.9, 81.7, 79.5, 78.6, 74.8
(16, 1, 6, 15, 18, 14, 8, 13 位C)
- 60.9, 59.1, 58.0, 55.7 (18, 16, 6, 1位甲氧基的C)
- 55.4 (茴香酰基的甲氧基的甲基C)
- 48.8 (N-乙基的亚甲基C)
- 13.0 (N-乙基的甲基C)

5) 质谱分析

m/z 647 (M^+)

(67) N-脱乙基-3-脱氧-14-O-茴香酰乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1717cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}} (\log \epsilon) \text{nm} = 260 (3.96)$

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

8.00 (2H, d, $J=8.9$ Hz) (茴香酰基的H)

6.92 (2H, d, $J=8.9$ Hz) (同上)

4.97 (1H, d, $J=4.8$ Hz) (14位H)

3.87 (3H, s) (茴香酰基的甲氧基的甲基H)

3.71 (3H, s) (1, 6, 16, 18 位甲氧基的甲基H)

3.30 (3H, s) (同上)

3.29 (3H, s) (同上)

3.23 (3H, s) (同上)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

166.0 (茴香酰基的羧基C)

163.5, 131.6, 122.0, 113.8 (茴香酰基的苯环C)

90.3, 85.4, 83.5, 81.8, 81.6, 79.5, 78.5, 74.6

(16, 1, 6, 15, 18, 14, 8, 13 位C)

60.9, 59.1, 58.0, 55.7 (18, 16, 6, 1 位甲氧基的C)

55.4 (茴香酰基的甲氧基的甲基C)

5) 质谱分析

m/z 619 (M^+)

(68) N-脱乙基-N-丙基-3-脱氧-14-O-茴香酰乌头胺的物性
值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1712cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}} (\log \epsilon) \text{nm} = 258(3.89)$

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

7.98 (2H, d, $J=8.9$ Hz) (茴香酰基的H)

6.95 (2H, d, $J=8.9$ Hz) (同上)

4.99 (1H, d, $J=4.8$ Hz) (14位H)

3.87 (3H, s) (茴香酰基的甲氧基的甲基H)

3.72 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基的甲基H)

3.31 (3H, s) (同上)

3.29 (3H, s) (同上)

3.25 (3H, s) (同上)

0.58 (3H, t, $J=7.0$ Hz) (N-丙基的甲基H)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

166.1 (茴香酰基的羰基C)

163.4, 131.5, 122.3, 113.7 (茴香酰基的苯环C)

90.8, 85.2, 83.6, 81.9, 81.5, 79.4, 78.3, 74.6

(16, 1, 6, 15, 18, 14, 8, 13 位C)

60.9, 59.1, 58.2, 55.6 (18, 16, 6, 1位甲氧基的C)

55.4 (茴香酰基的甲氧基的甲基C)

10.3 (N-丙基的甲基C)

5) 质谱分析

m/z 661 (M^+)

(69) 3-O-乙酰美沙乌头碱的物性值与分析数据

1) $[\alpha]_D^{25} = +19.3^\circ$ ($C=1.20$) ($CHCl_3$)

2) 红外吸收光谱(KBr)分析

在3500, 2940, 1720 cm^{-1} 出现吸收极大值。

3) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{max}^{EtOH} (\log \epsilon)_{nm} = 229.5 (4.18)$

4) 1H 核磁共振谱($CDCl_3$)分析

出现下列信号(δ , ppm):

8.10-8.02 (2H, m) (苯甲酰基的H)

7.58-7.40 (3H, m) (同上)

4.87 (1H, d, $J=5.0$ Hz) (14位的H)

4.44 (1H, m) (15位的H)

4.07 (1H, d, $J=7.0$ Hz) (6位的H)

3.73 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基的H)

3.27 (3H, s) (同上)

3.19 (6H, s) (同上)

2.35 (3H, s) (N-甲基的H)

2.06 (3H, s) (3位乙酰基的H)

1.38 (3H, s) (8位乙酰基的H)

5) ^{13}C 核磁共振谱($CDCl_3$)分析

出现下列信号 (δ , ppm):

172.3, 170.1 (8, 3位乙酰基的羰基C)

166.0 (14位苯甲酰基的羰基C)

133.0, 129.8, 129.5, 128.5 (苯甲酰基的C)

91.7, 90.1, 83.3, 81.9, 78.9, 74.1 71.4, 71.2

(8, 16, 6, 1, 14, 15, 13, 18, 3位C)

61.0, 58.7, 58.2, 56.6 (16, 18, 6, 1位甲氧基的C)

42.4 (N-甲基的C)

21.3, 21.1 (3, 8位乙酰基的甲基C)

6) 质谱分析

m/z 673 (M^+)

(70) N-氰基-3-O-乙酰美沙乌头碱的物性值及分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在2180, 1717 cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}}$ ($\log \epsilon$) $_{\text{nm}}$ = 230 (4.00)

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号 (δ , ppm):

8.10-7.40 (5H, m) (苯甲酰基的H)

5.15 (1H, dd, $J=12.0, 5.4$ Hz) (3位的H)

4.87 (1H, d, $J=5.0$ Hz) (14位的H)

3.73 (3H, s) (1, 6, 16, 18 位甲氧基的甲基H)

3.31 (3H, s) (同上)

3.28 (3H, s) (同上)

3.26 (3H, s) (同上)

2.06 (3H, s), 1.38 (3H, s) (乙酰基的甲基H)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

172.3, 170.1 (乙酰基的羰基C)

166.0 (苯甲酰基的羰基C)

133.0, 129.8, 129.5, 128.5 (苯甲酰基的苯环C)

125.0 (N-氰基的C)

91.0, 90.1, 83.3, 82.1, 79.9, 79.8, 77.5, 74.1, 71.2

(16, 8, 6, 1, 15, 14, 18, 13, 3位C)

61.0, 58.7, 58.2, 56.6 (18, 16, 6, 1位甲氧基的C)

5) 质谱分析

m/z 694 (M^+)

(71) N-脱甲基-3-O-乙酰美沙乌头碱的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在2182, 1715 cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}} (\log \epsilon) \text{nm} = 229 (4.00)$

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

8.08-7.36 (5H, m) (苯甲酰基的H)

5.13 (1H, dd, $J=12.0, 5.4 \text{ Hz}$) (3位的H)

4.88 (1H, d, $J=5.0 \text{ Hz}$) (14位的H)

3.72 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基的甲基H)

3.30 (3H, s) (同上)

3.29 (3H, s) (同上)

3.26 (3H, s) (同上)

2.07 (3H, s), 1.39 (3H, s) (乙酰基的甲基H)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

172.2, 170.3 (乙酰基的羰基C)

166.2 (苯甲酰基的羰基C)

133.3, 129.7, 129.5, 128.4 (苯甲酰基的苯环C)

91.1, 90.2, 83.4, 82.0, 78.9, 78.8, 77.5, 74.1, 71.1

(16, 8, 6, 1, 15, 14, 18, 13, 3位C)

61.0, 58.7, 58.2, 56.6 (18, 16, 6, 1位甲氧基的C)

21.2, 21.0 (乙酰基的甲基C)

5) 质谱分析

m/z 669 (M^+)

(72) N-脱乙基-3-O-茴香酰杰斯乌头碱的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1705cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}}$ ($\log \epsilon$) $_{\text{nm}} = 257(4.49)$

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

7.99 (4H, d, $J=8.9\text{Hz}$) (茴香酰基的H)

6.92 (4H, d, $J=8.9\text{Hz}$) (同上)

5.17 (1H, dd, J=12.1, 5.4 Hz) (3位的H)
4.86 (1H, d, J=5.3 Hz) (14位的H)
3.86 (6H, s) (茴香酰基的甲氧基的甲基H)
3.74 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基的甲基H)
3.26 (3H, s) (同上)
3.21 (3H, s) (同上)
3.12 (3H, s) (同上)
1.44 (3H, s) (乙酰基的甲基H)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

172.3 (乙酰基的羰基C)
165.6, 165.2 (茴香酰基的羰基C)
163.5, 131.6, 122.0, 113.8 (茴香酰基的苯环C)
91.9, 90.1, 83.5, 82.0, 78.7, 78.6, 74.1, 71.6
(8, 16, 1, 6, 15, 14, 13, 18, 3位C)
61.0, 58.7, 56.3, 55.7 (18, 16, 6, 1位甲氧基的C)
55.4 (茴香酰基的甲氧基的甲基C)
21.2 (乙酰基的甲基C)

5) 质谱分析

m/z 781 (M^+)

(73) N-脱乙基-N-甲基-3-O-茴香酰杰斯乌头碱的物性值和分析

数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1710cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}} (\log \epsilon)_{\text{nm}} = 259 \quad (4.33)$$

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

- 8.01 (4H, d, $J=8.9$ Hz) (茴香酰基的H)
- 6.94 (4H, d, $J=8.9$ Hz) (同上)
- 5.18 (1H, dd, $J=12.1, 5.4$ Hz) (3位的H)
- 4.87 (1H, d, $J=5.3$ Hz) (14位的H)
- 3.87 (6H, s) (茴香酰基的甲氧基的甲基H)
- 3.75 (3H, s) (1, 6, 16, 18 位甲氧基的甲基H)
- 3.25 (3H, s) (同上)
- 3.21 (3H, s) (同上)
- 3.12 (3H, s) (同上)
- 2.35 (3H, s) (N-甲基的甲基H)
- 1.44 (3H, s) (乙酰基的甲基H)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

- 172.2 (乙酰基的羰基C)
- 165.5, 165.3 (茴香酰基的羰基C)
- 163.4, 131.6, 122.1, 113.9 (茴香酰基的苯环C)
- 92.0, 90.2, 83.6, 82.1, 78.7, 78.6, 74.0, 71.4, 71.2
(8, 16, 1, 6, 15, 14, 13, 18, 3位C)
- 61.0, 58.8, 58.2, 56.5, (18, 16, 6, 1位甲氧基的C)
- 55.4 (茴香酰基的甲氧基的甲基C)

21.3 (乙酰基的甲基C)

5) 质谱分析

m/z 795 (M^+)

(74) 3,15-二-O-甲氧甲基美沙乌头碱的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1710cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

7.96-7.36 (5H, m) (苯甲酰基的H)

4.85 (1H, d, $J=5.2$ Hz) (14位的H)

4.70 (2H, s), 4.65 (2H, s) (甲氧甲基的亚甲基H)

3.71 (3H, s) (1, 6, 16, 18 位甲氧基及甲氧甲基的甲基H)

3.42 (6H, s) (同上)

3.31 (3H, s) (同上)

3.29 (3H, s) (同上)

3.25 (3H, s) (同上)

2.35 (3H, t, $J=7.0$ Hz) (N-甲基的甲基H)

1.38 (3H, s) (乙酰基的甲基H)

3) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

172.1 (乙酰基的羰基C)

166.0 (苯甲酰基的羰基C)

132.7, 130.3, 129.8, 128.3 (苯甲酰基的C)

91.8, 90.1, 83.2, 82.4, 78.9, 78.8, 75.8, 74.1, 71.0

(8, 16, 6, 1, 15, 14, 18, 13, 3位C)

61.0, 59.1, 58.0, 55.6 (16, 18, 6, 1位甲氧基的C)

63.5, 63.4 (甲氧甲基的亚甲基C)

55.2, 55.0 (甲氧甲基的甲基C)

42.2 (N-甲基的甲基C)

4) 质谱分析

m/z 719 (M^+)

(75) 3,15-二-O-甲氧甲基美沙乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 3300cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

4.70 (2H, s), 4.65 (2H, s) (甲氧甲基的亚甲基H)

3.64 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基及甲氧甲基的甲基H)

3.42 (6H, s) (同上)

3.26 (3H, s) (同上)

3.24 (3H, s) (同上)

3.21 (3H, s) (同上)

2.35 (3H, t, $J=7.0\text{ Hz}$) (N-甲基的甲基H)

3) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

90.3, 83.0, 82.2, 79.9, 78.8, 78.6, 75.8, 74.1, 71.2

(16, 6, 1, 15, 14, 8, 18, 13, 3位C)

61.1, 58.8, 58.0, 56.0 (16, 18, 6, 1位甲氧基的C)

63.5, 63.4 (甲氧甲基的亚甲基C)

55.2, 55.0 (甲氧甲基的甲基C)

42.3 (N-甲基的甲基C)

4) 质谱分析

m/z 573 (M^+)

(76) N-氟基-3,15-二-O-甲硫甲基美沙乌头胺的物性值及分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在3300, 2182cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

3.75 (2H, s), 3.66 (2H, s) (甲硫甲基的亚甲基H)

3.65 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基的甲基H)

3.27 (3H, s) (同上)

3.25 (3H, s) (同上)

3.22 (3H, s) (同上)

2.03 (3H, s), 2.01 (3H, s) (甲硫甲基的甲基H)

3) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

125.0 (N-氟基的C)

90.5, 83.2, 82.1, 80.0, 78.7, 78.5, 75.8, 74.0, 71.1

(16, 6, 1, 15, 14, 8, 18, 13, 3位C)

61.1, 58.9, 58.1, 56.2 (16, 18, 6, 1位甲氧基的C)

62.5, 62.2 (甲硫甲基的亚甲基C)

20.2, 19.8 (甲硫甲基的甲基C)

4) 质谱分析

m/z 616 (M^+)

(77) N-脱甲基-3,15-二-O-甲硫甲基美沙乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 3300cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

3.75 (2H, s), 3.62 (2H, s) (甲硫甲基的亚甲基H)

3.66 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基的甲基H)

3.27 (3H, s) (同上)

3.24 (3H, s) (同上)

3.20 (3H, s) (同上)

2.03 (3H, s), 2.00 (3H, s) (甲硫甲基的甲基H)

3) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

90.3, 83.0, 81.2, 79.9, 78.7, 78.5, 75.9, 74.0, 70.9

(16, 6, 1, 15, 14, 8, 18, 13, 3位C)

61.1, 58.8, 58.1, 56.1 (16, 18, 6, 1位甲氧基的C)

62.5, 62.2 (甲硫甲基的亚甲基C)

20.2, 19.8 (甲硫甲基的甲基C)

4) 质谱分析

m/z 591 (M^+)

(78) N-脱甲基-N-乙酰-3,15-二-O-四氢吡喃基美沙乌头胺的物性

值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1705cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

4.35 (1H, d, $J=6.8\text{Hz}$) (15位的H)

4.60 (1H, m) (四氢吡喃基的H)

1.73-1.62 (8H, m) (同上)

3.70 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基的甲基H)

3.31 (3H, s) (同上)

3.26 (3H, s) (同上)

3.24 (3H, s) (同上)

2.85 (3H, s) (N-乙酰的甲基H)

3) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

170.3 (N-乙酰的羰基C)

90.1, 83.3, 82.1, 80.5, 80.2, 77.6, 76.5, 74.3, 71.2

(16, 6, 1, 15, 14, 18, 8, 13, 3位C)

60.8, 59.1, 58.0, 56.5 (18, 16, 6, 1位甲氧基的C)

22.4 (N-乙酰的甲基C)

4) 质谱分析

m/z 681 (M^+)

(79) N-脱甲基-3,15-二-O-四氢吡喃基美沙乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 3430cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

4.30 (1H, d, $J=6.8$ Hz) (15位的H)

4.63 (1H, m) (四氢吡喃基的H)

1.73 -1.62 (8H, m) (同上)

3.70 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基的甲基H)

3.31 (3H, s) (同上)

3.25 (3H, s) (同上)

3.23 (3H, s) (同上)

3) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

90.3, 83.3, 81.1, 80.8, 80.2, 77.5, 76.3, 74.6, 71.3

(16, 6, 1, 15, 14, 18, 8, 13, 3位C)

61.0, 59.0, 57.1, 56.4 (18, 16, 6, 1 位甲氧基的C)

4) 质谱分析

m/z 639 (M^+)

(80) N-脱乙基-15-O-乙酰-14-O-苯甲酰乌头胺的物性值和分析数

据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1710cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}}$ ($\log \epsilon$) nm = 230 (3.93)

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

- 7.96 -7.36 (5H, m) (苯甲酰基的H)
- 5.40 (1H, d, $J=6.2$ Hz) (15位的H)
- 4.86 (1H, d, $J=4.8$ Hz) (14位的H)
- 3.64 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基的甲基H)
- 3.26 (3H, s) (同上)
- 3.21 (3H, s) (同上)
- 3.18 (3H, s) (同上)
- 2.16 (3H, s) (乙酰基的甲基H)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

- 173.2 (乙酰基的羰基C)
- 166.2 (苯甲酰基的羰基C)
- 132.9, 130.2, 129.8, 128.4 (茴香酰基的苯环C)
- 88.7, 87.2, 82.5, 81.7, 79.4, 77.0, 76.7, 74.8, 71.5
(16, 15, 6, 1, 14, 18, 8, 13, 3位C)
- 61.3, 59.0, 57.5, 55.6 (16, 6, 18, 1位甲氧基的C)
- 20.7 (乙酰基的甲基C)

5) 质谱分析

m/z 617 (M^+)

(81) N-脱乙基-N-丙基-15-O-乙酰-14-O-苯甲酰乌头胺的物性
值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1705cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}} (\log \epsilon)_{\text{nm}} = 230(4.01)$

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

7.98-7.34 (5H, m) (苯甲酰基的H)

5.42 (1H, d, $J=6.2$ Hz) (15位的H)

4.84 (1H, d, $J=4.8$ Hz) (14位的H)

3.65 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基的甲基H)

3.26 (3H, s) (同上)

3.23 (3H, s) (同上)

3.18 (3H, s) (同上)

2.15 (3H, s) (乙酰基的甲基H)

0.58 (3H, t, $J=7.0$ Hz) (N-丙基的甲基H)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

173.0 (乙酰基的羰基C)

166.1 (苯甲酰基的羰基C)

132.9, 130.3, 129.8, 128.3 (茴香酰基的苯环C)

88.7, 87.0, 82.3, 81.5, 79.4, 77.3, 76.6, 74.9, 71.4

(16, 15, 6, 1, 14, 18, 8, 13, 3位C)

61.3, 59.0, 57.5, 55.6 (16, 6, 18, 1位甲氧基的C)

20.8 (乙酰基的甲基C)

10.3 (N-丙基的甲基C)

5) 质谱分析

m/z 659 (M^+)

(82) 15-O-苄基-14-O-苯甲酰海帕乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1705cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}} (\log \epsilon)_{\text{nm}} = 225(3.66), 230(3.92)$

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

8.10-7.43 (5H, m) (苯甲酰基的H)

7.26 (5H, s) (苄基的H)

4.98 (1H, d, $J=5.1\text{ Hz}$) (14位的H)

4.52 (2H, s) (苄基的亚甲基H)

3.73 (3H, s) (1, 6, 16, 18 位甲氧基的甲基H)

3.47 (3H, s) (同上)

3.33 (3H, s) (同上)

3.30 (3H, s) (同上)

2.23 (3H, s) (N-甲基的H)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

166.3 (苯甲酰基的羰基C)

141.5, 133.0, 130.1, 129.6, 128.8, 128.4, 127.1, 126.5

(苯甲酰基及苄基的C)

91.2, 85.2, 83.6, 81.7, 80.2, 79.8, 78.2, 74.9

(16, 1, 6, 8, 18, 14, 15, 13位C)

61.5, 59.0, 57.9, 56.5 (16, 18, 6, 1位甲氧基的C)

64.0 (苄基的亚甲基C)

42.8 (N-甲基C)

5) 质谱分析

m/z 663 (M^+)

(83) N-氟基-15-O-苄基-14-O-苯甲酰海帕乌头胺的物性值及分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在2180, 1715 cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}} (\log \epsilon)_{\text{nm}} = 223 (3.68), 230 (3.90)$

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

8.08-7.42(5H, m) (苯甲酰基的H)

7.25 (5H, s) (苄基的H)

4.99 (1H, d, $J=5.1$ Hz) (14位的H)

4.51 (2H, s) (苄基的亚甲基H)

3.71 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基的甲基H)

3.48 (3H, s) (同上)

3.34 (3H, s) (同上)

3.29 (3H, s) (同上)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

166.0 (苯甲酰基的羰基C)

141.2, 133.1, 130.1, 129.6, 128.8, 128.3, 127.0, 126.4

(苯甲酰基及苄基的C)

125.0 (N-氟基的C)

91.3, 85.1, 83.7, 81.5, 80.1, 79.9, 78.0, 75.0

(16, 1, 6, 8, 18, 14, 15, 13位C)

61.3, 59.1, 57.8, 56.3 (16, 18, 6, 1 位甲氧基的C)

64.1 (苄基的亚甲基C)

5) 质谱分析

m/z 674 (M^+)

(84) N-脱甲基-15-O-苄基-14-O-苯甲酰海帕乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 $1715, \text{cm}^{-1}$ 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}} (\log \epsilon)_{\text{nm}} = 223 (3.68), 230 (3.90)$

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

8.08-7.42 (5H, m) (苯甲酰基的H)

7.25 (5H, s) (苄基的H)

4.99 (1H, d, $J=5.1 \text{ Hz}$) (14位的H)

4.51 (2H, s) (苄基的亚甲基H)

3.71 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基的甲基H)

3.48 (3H, s) (同上)

3.30 (3H, s) (同上)

3.29 (3H, s) (同上)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

166.0 (苯甲酰基的羰基C)

141.2, 133.1, 130.1, 129.6, 128.8, 128.3, 127.0, 126.4

(苯甲酰基及苄基的C)

91.5, 84.0, 83.7, 81.5, 80.0, 79.8, 78.0, 74.9

(16, 1, 6, 8, 18, 14, 15, 13位C)

61.3, 59.1, 56.8, 55.9 (16, 18, 6, 1位甲氧基的C)

64.0 (苄基的亚甲基C)

5) 质谱分析

m/z 649 (M^+)

(85) N-脱甲基-15-O-苄基海帕乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 3450 cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}} (\log \epsilon)_{\text{nm}} = 223 (3.77)$

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

7.25 (5H, s) (苄基的H)

4.51 (2H, s) (苄基的亚甲基H)

3.71 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基的甲基H)

3.46 (3H, s) (同上)

3.30 (3H, s) (同上)

3.29 (3H, s) (同上)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

141.2, 128.8, 127.0, 126.5 (苄基的C)

91.3, 84.0, 83.7, 81.5, 80.1, 79.9, 78.0, 75.5

(16, 1, 6, 8, 18, 14, 15, 13位C)

61.3, 59.1, 56.8, 55.9 (16, 18, 6, 1位甲氧基的C)

64.2 (苄基的亚甲基C)

5) 质谱分析

m/z 545 (M^+)

(86) N-脱甲基-3,15-二-O-四氢吡喃基-14-O-苯甲酰美沙乌头胺的

物性值及分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1715cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}} (\log \epsilon)_{\text{nm}} = 230(4.07)$

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

8.06-7.42 (5H, m) (苯甲酰基的苯环H)

4.86 (1H, d, $J=4.8$ Hz) (14位的H)

4.33 (1H, d, $J=6.8$ Hz) (15位的H)

4.60 (1H, m) (四氢吡喃基的H)

1.73-1.62 (8H, m) (同上)

3.71 (3H, s) (1, 6, 16, 18 位甲氧基的甲基H)

3.31 (3H, s) (同上)

3.26 (3H, s) (同上)

3.24 (3H, s) (同上)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

166.0 (苯甲酰基的羰基C)

132.7, 130.3, 129.8, 128.3 (苯甲酰基的苯环C)

90.3, 83.3, 81.2, 81.0, 80.1, 77.6, 76.7, 74.5, 71.5

(16, 6, 1, 15, 14, 18, 8, 13, 3位C)

60.9, 59.0, 57.9, 56.5 (18, 16, 6, 1 位甲氧基的C)

5) 质谱分析

m/z 743 (M^+)

(87) N-脱甲基-N-乙酰-3,15-二-O-四氢吡喃基-14-O-苯甲酰美沙乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1715cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

8.05-7.44 (5H, m) (苯甲酰基的H)

4.85 (1H, d, $J=5.0$ Hz) (14位的H)

4.35 (1H, d, $J=6.8$ Hz) (15位的H)

4.60 (1H, m) (四氢吡喃基的H)

1.73-1.62 (8H, m) (同上)

3.70 (3H, s) (1, 6, 16, 18 位甲氧基的甲基H)

3.31 (3H, s) (同上)

3.26 (3H, s) (同上)

3.24 (3H, s) (同上)

2.85 (3H, s) (N-乙酰的甲基H)

3) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

170.3 (N-乙酰的羰基C)

166.0 (苯甲酰基的羰基C)

132.8, 130.0, 129.9, 128.3 (苯甲酰基的C)

90.1, 83.3, 82.1, 80.5, 80.2, 77.6, 76.8, 74.3, 71.2

(16, 6, 1, 15, 14, 18, 8, 13, 3位C)

60.8, 59.1, 58.0, 56.5 (18, 16, 6, 1位甲氧基C)

22.4 (N-乙酰的甲基C)

4) 质谱分析

m/z 785 (M^+)

(88) 3-O-甲氧甲基-14-O-藜芦酰假乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1720cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}}$ ($\log \epsilon$) nm = 221(4.34), 264(4.08), 295(3.84)

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

7.68-6.86 (5H, m) (藜芦酰基的H)

5.10 (1H, d, J=4.5 Hz) (14位的H)
4.72 (2H, s) (甲氧甲基的亚甲基H)
3.92 (6H, s) (藜芦酰基的甲氧基H)
3.44 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基及甲氧甲基的甲基H)
3.37 (3H, s) (同上)
3.32 (3H, s) (同上)
3.29 (3H, s) (同上)
3.26 (3H, s) (同上)
1.11 (3H, d, J=7.0 Hz) (N-乙基的甲基H)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

166.2 (藜芦酰基的羰基C)
153.1, 148.6, 122.5, 112.3, 110.5 (藜芦酰基的C)
83.4, 82.5, 82.3, 79.8, 76.7, 75.8, 73.6, 70.8
(1, 16, 6, 14, 18, 13, 8, 3位C)
59.1, 58.3, 57.5, 55.7 (18, 16, 6, 1 位甲氧基的C)
55.8 (藜芦酰基的甲氧基C)
66.3 (甲氧甲基的亚甲基C)
55.2 (甲氧甲基的甲基C)
47.5 (N-乙基的亚甲基C)
13.5 (N-乙基的甲基C)

5) 质谱分析

m/z 691 (M^+)

(89) N-脱乙基-3-O-甲氧甲基-14-O-藜芦酸假乌头胺的物性值和分

析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1720cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}} (\log \epsilon)_{\text{nm}} = 220 (4.34), 265 (4.08), 296 (3.84)$

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

7.68-6.85 (5H, m) (藜芦酰基的H)

5.12 (1H, d, $J=4.5$ Hz) (14位的H)

4.70 (2H, s) (甲氧甲基的亚甲基H)

3.91 (6H, s) (藜芦酰基的甲氧基H)

3.45 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基及甲氧甲基的甲基H)

3.37 (3H, s) (同上)

3.32 (3H, s) (同上)

3.30 (3H, s) (同上)

3.27 (3H, s) (同上)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

1660.0 (藜芦酰基的羰基C)

153.2, 148.5, 122.4, 112.2, 110.5 (藜芦酰基的C)

82.6, 82.5, 82.3, 79.8, 76.7, 75.8, 73.6, 70.8

(1, 16, 6, 14, 18, 13, 8, 3位C)

59.0, 58.2, 57.5, 55.7 (18, 16, 6, 1位甲氧基C)

55.7 (藜芦酰基的甲氧基C)

66.2 (甲氧甲基的亚甲基C)

55.2 (甲氧甲基的甲基C)

5) 质谱分析

m/z 663 (M^+)

(30) N-脱乙基-N-乙酰-14-0-茴香酰乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在1705, 1645 cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}} (\log \epsilon) \text{nm} = 258(4.02)$

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

7.99 (2H, d, $J=8.9$ Hz) (茴香酰基的H)

6.93 (2H, d, $J=8.9$ Hz) (同上)

4.98 (1H, d, $J=5.3\text{Hz}$) (14位的H)

3.85 (3H, s) (茴香酰基的甲氧基的甲基H)

3.70 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基的甲基H)

3.31 (3H, s) (同上)

3.26 (3H, s) (同上)

3.24 (3H, s) (同上)

2.85 (3H, s) (N-乙酰的甲基H)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

170.3 (N-乙酰的羰基C)

166.0 (茴香酰基的羰基C)

163.4, 131.6, 122.0, 113.8 (茴香酰基的C)

91.3, 83.6, 82.1, 79.1, 78.4, 78.2, 77.5, 74.3, 71.5

(16, 6, 1, 14, 8, 18, 15, 13, 3位C)

60.8, 59.1, 57.7, 56.0 (18, 16, 6, 1位甲氧基的C)

55.4 (茴香酰基的甲氧基C)

22.4 (N-乙酰的甲基C)

5) 质谱分析

m/z 677 (M^+)

(91) N-脱乙基-N-苯甲酰-14-O-茴香酰乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在1715, 1645 cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}}$ ($\log \epsilon$) $_{\text{nm}}$ = 230(3.98), 258(4.02)

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

7.99 (2H, d, $J=8.9$ Hz) (茴香酰基的H)

6.93 (2H, d, $J=8.9$ Hz) (同上)

7.85-7.08 (5H, m) (苯甲酰基的H)

4.98 (1H, d, $J=5.3\text{Hz}$) (14位的H)

3.85 (3H, s) (茴香酰基的甲氧基的甲基H)

3.71 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基的甲基H)

3.30 (3H, s) (同上)

3.27 (3H, s) (同上)

3.23 (3H, s) (同上)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

166.0, 165.7 (苯甲酰基及茴香酰基的羰基C)

163.4, 133.2, 131.6, 129.8, 129.5, 128.3, 122.0, 113.1

(茴香酰基和苯甲酰基的C)

91.3, 83.6, 82.1, 79.8, 78.6, 78.1, 77.6, 74.5,

70.8 (16, 6, 1, 14, 8, 18, 15, 13, 3位C)

61.3, 59.1, 58.0, 56.1 (18, 16, 6, 1位甲氧基的C)

55.4 (茴香酰基的甲氧基C)

5) 质谱分析

m/z 729 (M^+)

(92) 3,15-二-O-甲氧甲基乌头碱的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1715cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}} (\log \epsilon)_{\text{nm}} = 230 (4.02)$

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

8.25-7.67 (5H, m) (苯甲酰基的H)

5.04 (1H, d, $J=4.8$ Hz) (14位的H)

4.70 (2H, s) (甲氧甲基的亚甲基H)

4.68 (2H, s) (同上)

3.88 (3H, s) (1, 6, 16, 18位及甲氧甲基的甲氧基的甲基H)

3.42 (6H, s) (同上)
3.40 (3H, s) (同上)
3.38 (3H, s) (同上)
3.29 (3H, s) (同上)
1.44 (3H, s) (乙酰基的甲基H)
1.15 (3H, d, J=7.0 Hz) (N-乙基的甲基H)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

172.3 (乙酰的羰基C)
165.9 (苯甲酰基的羰基C)
133.2, 129.8, 129.6, 128.6 (苯甲酰基的C)
92.0, 90.1, 83.4, 82.3, 78.9, 77.5, 75.6, 74.0, 71.5
(8, 16, 6, 1, 14, 15, 18, 13, 3位C)
60.8, 58.9, 57.9, 55.7 (18, 16, 6, 1位甲氧基的C)
63.3, 62.9 (甲氧甲基的亚甲基C)
55.3, 55.1 (甲氧甲基的甲基C)
48.8 (N-乙基的亚甲基C)
13.3 (N-乙基的甲基C)
21.4 (乙酰的甲基C)

5) 质谱分析

m/z 733 (M^+)

(93) 3,15-二-O-甲氧甲基-14-O-茴香酰乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1715cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}} (\log \epsilon)_{\text{nm}} = 258(4.02)$$

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

- 8.02 (2H, d, $J=8.9\text{ Hz}$) (茴香酰基的H)
- 6.93 (2H, d, $J=8.9\text{ Hz}$) (同上)
- 4.95 (1H, d, $J=5.3\text{ Hz}$) (14位的H)
- 4.71 (2H, s) (甲氧甲基的亚甲基H)
- 4.68 (2H, s) (同上)
- 3.85 (3H, s) (茴香酰基的甲氧基的甲基H)
- 3.72 (3H, s) (1, 6, 16, 18位及甲氧甲基的甲氧基的甲基H)
- 3.44 (6H, s) (同上)
- 3.30 (3H, s) (同上)
- 3.26 (3H, s) (同上)
- 3.23 (3H, s) (同上)
- 1.15 (3H, s) (N-乙基的甲基H)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

- 166.0 (茴香酰基的羰基C)
- 163.5, 131.4, 122.1, 113.8 (茴香酰基的C)
- 91.2, 83.5, 81.7, 79.3, 78.5, 78.1, 77.9, 74.2, 71.3
(16, 6, 1, 14, 8, 18, 15, 13, 3位C)
- 60.8, 59.1, 57.7, 56.0 (18, 16, 6, 1位甲氧基的C)

55.4 (茴香酰基的甲氧基C)

63.3, 62.8 (甲氧甲基的亚甲基C)

55.2, 55.0 (甲氧甲基的甲基C)

48.9 (N-乙基的亚甲基C)

13.3 (NJ-乙基的甲基C)

5) 质谱分析

m/z 751 (M^+)

(94) 3,15-二-O-甲硫甲基美沙乌头碱的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1710cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

7.96-7.36 (5H, m) (苯甲酰基的H)

4.85 (1H, d, $J=5.2$ Hz) (14位的H)

3.76 (2H, s), 3.64 (2H, s) (甲硫甲基的亚甲基H)

3.71 (3H, s) (1, 6, 16, 18 位甲氧基的甲基H)

3.31 (3H, s) (同上)

3.29 (3H, s) (同上)

3.25 (3H, s) (同上)

2.35 (3H, t, $J=7.0$ Hz) (N-甲基的甲基H)

2.03 (3H, s), 2.00 (3H, s) (甲硫甲基的甲基H)

1.38 (3H, s) (乙酰基的甲基H)

3) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

172.1 (乙酰基的羰基C)

166.0 (苯甲酰基的羰基C)

132.7, 130.3, 129.8, 128.3 (苯甲酰基的C)

91.8, 90.1, 83.2, 82.4, 78.9, 78.8, 75.8, 74.1, 71.0

(8, 16, 6, 1, 15, 14, 18, 13, 3位C)

61.0, 59.1, 58.0, 55.6 (16, 18, 6, 1位甲氧基的C)

62.5, 62.2 (甲硫甲基的亚甲基C)

20.2, 19.8 (甲硫甲基的甲基C)

42.2 (N-甲基的甲基C)

4) 质谱分析

m/z 751 (M^+)

(95) 3,15-二-O-甲硫甲基美沙乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 3300cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

3.76 (2H, s), 3.64 (2H, s) (甲硫甲基的亚甲基H)

3.64 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基的甲基H)

3.26 (3H, s) (同上)

3.24 (3H, s) (同上)

3.21 (3H, s) (同上)

2.03 (3H, s), 2.00 (3H, s) (甲硫甲基的甲基H)

2.35 (3H, t, $J=7.0\text{ Hz}$) (N-甲基的甲基H)

3) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号 (δ , ppm):

90.3, 83.0, 82.2, 79.9, 78.8, 78.6, 75.8, 74.1, 71.2

(16, 6, 1, 15, 14, 8, 18, 13, 3位C)

61.1, 58.8, 58.0, 56.0 (16, 18, 6, 1位甲氧基的C)

62.5, 62.2 (甲硫甲基的亚甲基C)

20.2, 19.8 (甲硫甲基的甲基C)

42.3 (N-甲基的甲基C)

4) 质谱分析

m/z 605 (M^+)

(96) 3,15-二-O-苄基杰斯乌头碱的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1715cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}} (\log \epsilon)_{\text{nm}} = 225(3.65), 258(4.13)$

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号 (δ , ppm):

7.99 (2H, d, $J=8.9\text{Hz}$) (茴香酰基的H)

6.93 (2H, d, $J=8.9\text{Hz}$) (同上)

7.23 (10H, s) (苄基的H)

4.82 (1H, d, $J=4.5\text{Hz}$) (14位的H)

4.53 (4H, s) (苄基的亚甲基H)

3.85 (3H, s) (茴香酰基的甲氧基的甲基H)

3.70 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲基的H)

3.40 (3H, s) (同上)

3.38 (3H, s) (同上)

3.29 (3H, s) (同上)

1.45 (3H, s) (乙酰的甲基H)

1.19 (3H, d, $J=7.0$ Hz) (N-乙基的甲基H)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

172.3 (乙酰的羰基C)

165.7 (苯甲酰基的羰基C)

163.5, 133.2, 131.4, 129.8, 129.6, 122.1, 128.6,

113.8 (茴香酰基和苄基的C)

92.0, 90.0, 83.4, 82.3, 78.9, 77.5, 75.6, 74.0,

71.1 (8, 16, 6, 1, 14, 15, 18, 13, 3位C)

61.1, 59.0, 57.9, 55.8 (18, 16, 6, 1位甲氧基的C)

55.4 (茴香酰基的甲基C)

64.3 (苄基的亚甲基C)

48.9 (N-乙基的亚甲基C)

13.3 (N-乙基的甲基C)

21.5 (乙酰的甲基C)

5) 质谱分析

m/z 855 (M^+)

(97) 3-O-乙酰-15-O-甲氧甲基杰斯乌头碱的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1715cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}} (\log \epsilon)_{\text{nm}} = 258(4.13)$

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

- 7.89 (2H, d, $J=9.0\text{Hz}$) (茴香酰基的H)
- 6.93 (2H, d, $J=9.0\text{ Hz}$) (同上)
- 4.91 (1H, dd, $J=12.2, 5.3\text{ Hz}$) (3位的H)
- 4.82 (1H, d, $J=4.5\text{ Hz}$) (14位的H)
- 4.71 (2H, s) (甲氧甲基的亚甲基H)
- 3.85 (3H, s) (茴香酰基的甲氧基的甲基H)
- 3.70 (3H, s) (1, 6, 16, 18位及甲氧甲基的甲基H)
- 3.45 (3H, s) (同上)
- 3.40 (3H, s) (同上)
- 3.38 (3H, s) (同上)
- 3.29 (3H, s) (同上)
- 2.06 (3H, s) (乙酰的甲基H)
- 1.45 (3H, s) (同上)
- 1.10 (3H, d, $J=7.0\text{ Hz}$) (N-乙基的甲基H)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

- 172.3, 170.2 (乙酰的羰基C)
- 165.7 (茴香酰基的羰基C)
- 163.5, 131.6, 122.1, 113.8 (茴香酰基的C)
- 92.0, 90.0, 83.4, 82.3, 78.9, 77.5, 75.6, 74.0, 71.4
(8, 16, 6, 1, 14, 15, 18, 13, 3位C)

61.1, 59.0, 57.9, 55.8 (18, 16, 6, 1位甲氧基的C)

55.4 (茴香酰基的甲基C)

63.0 (甲氧甲基的亚甲基C)

55.1 (甲氧甲基的甲基C)

48.9 (N-乙基的亚甲基C)

13.3 (N-乙基的甲基C)

21.5, 21.2 (乙酰的甲基C)

5) 质谱分析

m/z 761 (M^+)

(98) 3-O-乙酰杰斯乌头碱的物性值和分析数据

1) $[\alpha]_D^{25} = +27.7^\circ$ ($C=1.09$) ($CHCl_3$)

2) 红外吸收光谱(KBr)分析

在3500, 2900, 1710 cm^{-1} 出现吸收极大值。

3) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{max}^{EtOH} (\log \epsilon)_{nm} = 258 (3.95)$

4) 1H 核磁共振谱($CDCl_3$)分析

出现下列信号(δ , ppm):

7.98 (2H, d, $J=9.24$ Hz) (茴香酰基的H)

6.93 (2H, d, $J=9.24$ Hz) (同上)

4.84 (1H, d, $J=9.24$ Hz) (14位的H)

4.46 (1H, m, $J=5.28, 2.96$ Hz) (15位的H)

4.08 (1H, d, $J=6.59$ Hz) (6位的H)

3.87 (3H, s) (茴香酰基的甲氧基H)

3.73 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基的H)

3.25 (3H, s) (同上)

3.20 (6H, s) (同上)

2.06 (3H, s) (3位乙酰基的H)

1.43 (3H, s) (8位乙酰基的H)

1.10 (3H, t, $J=7.0$ Hz) (N-乙基的甲基H)

5) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

172.3, 170.2 (8, 3位乙酰基的羰基C)

165.7 (14位茴香酰基的羰基C)

122.3, 131.6, 113.8, 163.4 (茴香酰基的C)

91.8, 90.2, 83.5, 81.9, 78.5, 78.7, 74.1, 71.4, 71.2

(8, 16, 6, 1, 14, 15, 13, 18, 3位C)

60.7, 58.7, 58.2, 56.3 (16, 18, 6, 1位甲氧基的C)

13.4 (N-乙基的甲基C)

21.1, 21.4 (3, 8位乙酰基的甲基C)

6) 质谱分析

m/z 717 (M^+)

(99) 15-O-乙酰-3-O-甲氧甲基-14-O-苯甲酰乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1720cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}} (\log \epsilon)_{\text{nm}} = 230 (4.00)$

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

- 7.96-7.36 (5H, m) (苯甲酰基的H)
- 5.40 (1H, d, $J=6.4\text{Hz}$) (15位的H)
- 4.86 (1H, d, $J=4.8\text{ Hz}$) (14位的H)
- 4.70 (2H, s) (甲氧甲基的亚甲基H)
- 3.64 (3H, s) (1, 6, 16, 18位及甲氧甲基的甲氧基的甲基H)
- 3.42 (3H, s) (同上)
- 3.26 (3H, s) (同上)
- 3.21 (3H, s) (同上)
- 3.18 (3H, s) (同上)
- 2.16 (3H, s) (乙酰的甲基C)
- 1.44 (3H, s) (同上)
- 1.35 (3H, d, $J=7.0\text{ Hz}$) (N-乙基的甲基H)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

- 173.3 (乙酰的羰基C)
- 166.4 (苯甲酰基的羰基C)
- 133.2, 129.8, 129.6, 128.6 (苯甲酰基的C)
- 88.9, 87.2, 82.7, 82.3, 79.4, 77.0, 76.7, 74.8,
72.0 (16, 15, 6, 1, 14, 18, 8, 13, 3位C)
- 61.3, 59.0, 57.5, 55.6 (16, 6, 18, 1位甲氧基的C)
- 63.3 (甲氧甲基的亚甲基C)
- 55.3 (甲氧甲基的甲基C)
- 48.8 (N-乙基的亚甲基C)

13.1 (N-乙基的甲基C)

20.7 (乙酰的甲基C)

5) 质谱分析

m/z 689 (M^+)

(100) 3-O-甲氧甲基假乌头碱的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1720cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}} (\log \epsilon) \text{nm} = 221(4.30), 263(4.02), 295(3.75)$

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

7.65-6.85 (5H, m) (藜芦酰基的H)

5.11 (1H, d, $J=4.5$ Hz) (14位的H)

4.72 (2H, s) (甲氧甲基的亚甲基H)

3.93 (6H, s) (藜芦酰基的甲氧基H)

3.45 (3H, s) (1, 6, 16, 18 位甲氧基及甲氧甲基的甲基H)

3.37 (3H, s) (同上)

3.30 (3H, s) (同上)

3.29 (3H, s) (同上)

3.25 (3H, s) (同上)

1.32 (3H, s) (乙酰基的甲基H)

1.12 (3H, d, $J=7.0$ Hz) (N-乙基的甲基H)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

169.4 (乙酰基的羰基C)

165.6 (藜芦酰基的羰基C)

153.2, 148.5, 122.4, 112.2, 110.5 (藜芦酰基的C)

85.3, 83.0, 83.6, 82.1, 78.4, 76.2, 74.5, 71.0

(8, 16, 1, 6, 14, 18, 13, 3位C)

59.0, 58.7, 57.5, 55.7 (18, 16, 6, 1位甲氧基的C)

55.6 (藜芦酰基的甲氧基C)

66.2 (甲氧甲基的亚甲基C)

55.1 (甲氧甲基的甲基C)

49.2 (N-乙基的亚甲基C)

13.0 (N-乙基的甲基C)

21.5 (乙酰基的甲基C)

5) 质谱分析

m/z 733 (M^+)

(101) 14-O-茴香酰乌那乌头胺的物性值及分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1715cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}} (\log \epsilon)_{\text{nm}} = 258(4.02)$

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

8.02 (2H, d, $J=8.9\text{Hz}$) (茴香酰基的H)

6.93 (2H, d, $J=8.9\text{Hz}$) (同上)

4.95 (1H, d, $J=5.3\text{Hz}$) (14位的H)

3.87 (3H, s) (茴香酰基的甲氧基的甲基C)

3.55 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基的甲基H)

3.30 (3H, s) (同上)

3.26 (3H, s) (同上)

3.16 (3H, s) (同上)

1.10 (3H, d, $J=7.0$ Hz) (N-乙基的甲基H)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

166.0 (茴香酰基的羰基C)

163.5, 131.4, 122.1, 113.8 (茴香酰基的C)

82.5, 83.4, 82.5, 79.8, 76.7, 75.8, 73.6, 71.3

(16, 6, 1, 14, 18, 13, 8, 3位C)

59.1, 58.8, 57.7, 55.8 (18, 16, 6, 1位甲氧基的C)

55.4 (茴香酰基的甲氧基C)

48.9 (N-乙基的亚甲基C)

13.3 (N-乙基的甲基C)

5) 质谱分析

m/z 617 (M^+)

(102) 3,15-二-O-(S-甲基)硫代碳酸酯-14-O-苯甲酰乌头胺的物性值
和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1720 cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}}$ ($\log \epsilon$) $_{\text{nm}} = 230$ (4.00)

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

- 8.28-7.45 (5H, m) (苯甲酰基的H)
- 5.73 (1H, dd, $J=11.1, 7.4$ Hz) (3位H)
- 5.15 (1H, d, $J=5.4$ Hz) (14位H)
- 4.18 (1H, d, $J=5.8$ Hz) (15位H)
- 3.54 (3H, s) (1, 6, 16, 18 位甲氧基的甲基H)
- 3.30 (3H, s) (同上)
- 3.19 (3H, s) (同上)
- 3.17 (3H, s) (同上)
- 2.65 (3H, s), 2.58 (3H, s) (S-甲基的H)
- 1.35 (3H, d, $J=7.0$ Hz) (N-乙基的甲基H)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

- 217.0, 214.1 (硫代碳酰的C)
- 166.4 (苯甲酰基的羰基C)
- 133.2, 129.8, 129.6, 128.6 (苯甲酰基的C)
- 88.9, 87.7, 82.7, 82.3, 81.3, 78.9, 77.2, 76.8, 74.5
(16, 15, 6, 1, 3, 14, 18, 8, 13 位C)
- 61.3, 59.0, 57.5, 55.6 (16, 6, 18, 1位甲氧基的C)
- 48.8 (N-乙基的亚甲基C)
- 13.1 (N-乙基的甲基C)
- 18.8, 19.5 (S-甲基的C)

5) 质谱分析

m/z 783 (M^+)

(103) 3,5-二脱氧-14-O-苯甲酰乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1715cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}} (\log \epsilon)_{\text{nm}} = 228(4.02)$

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

8.06-7.42 (5H, m) (苯甲酰基的H)

5.19 (1H, d, $J=5.3$ Hz) (14位的H)

3.38 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基的甲基H)

3.30 (3H, s) (同上)

3.28 (3H, s) (同上)

3.27 (3H, s) (同上)

1.23 (3H, d, $J=7.0$ Hz) (N-乙基的甲基H)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

167.0 (苯甲酰基的羰基C)

133.1, 130.2, 129.8, 128.6 (苯甲酰基的C)

85.4, 83.4, 82.5, 80.5, 80.4, 76.3, 73.7

(1, 16, 6, 14, 18, 13, 8位C)

59.3, 58.3, 57.6, 56.4 (18, 16, 6, 1位甲氧基的C)

48.9 (N-乙基的亚甲基C)

13.3 (N-乙基的甲基C)

5) 质谱分析

m/z 571 (M^+)

(104) 3-O-乙酰-14-O-茴香酰乌头胺的物性值及分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1715cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}} (\log \epsilon)_{\text{nm}} = 258 (4.13)$

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

7.89 (2H, d, $J=9.0$ Hz) (茴香酰基的H)

6.93 (2H, d, $J=9.0$ Hz) (同上)

5.02 (1H, d, $J=12.2, 5.3$ Hz) (3位H)

4.93 (1H, d, $J=4.5$ Hz) (14位H)

3.85 (3H, s) (茴香酰基的甲氧基的甲基H)

3.72 (3H, s) (1, 6, 16, 18位的甲基H)

3.31 (3H, s) (同上)

3.29 (3H, s) (同上)

3.26 (3H, s) (同上)

2.08 (3H, s) (乙酰的甲基H)

1.10 (3H, d, $J=7.0$ Hz) (N-乙基的甲基H)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

170.2 (乙酰的羰基C)

165.7 (茴香酰基的羰基C)

163.5, 131.6, 122.1, 113.8 (茴香酰基的C)

91.5, 83.9, 82.1, 81.9, 80.1, 75.9, 75.0, 72.0, 72.2

(16, 6, 1, 15, 14, 8, 13, 18, 3位C)

61.3, 58.7, 58.1, 56.0 (16, 6, 18, 1位甲氧基的C)

55.4 (茴香酰基的甲基C)

48.9 (N-乙基的亚甲基C)

13.3 (N-乙基的甲基C)

21.0 (乙酰的甲基C)

5) 质谱分析

m/z 675 (M^+)

(105) 3-O-茴香酰-14-O-茴香酰乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1715cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}} (\log \epsilon) \text{nm} = 258 (4.13)$

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

7.99 (4H, d, $J=9.0$ Hz) (茴香酰基的H)

6.93 (4H, d, $J=9.0$ Hz) (同上)

5.17 (1H, dd, $J=12.2, 5.3$ Hz) (3位的H)

4.86 (1H, d, $J=4.5\text{Hz}$) (14位的H)

3.86 (3H, s) (茴香酰基的甲氧基的甲基H)

3.74 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲基H)

3.26 (3H, s) (同上)

3.22 (3H, s) (同上)

3.12 (3H, s) (同上)

1.13 (3H, d, $J=7.0$ Hz) (N-乙基的甲基H)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

165.7, 165.2 (茴香酰基的羰基C)

163.5, 131.6, 122.1, 113.8 (茴香酰基的C)

91.3, 83.8, 82.3, 82.0, 80.2, 75.9, 74.1, 71.7, 71.6

(16, 6, 1, 15, 14, 8, 13, 18, 3 位C)

61.3, 58.7, 58.1, 56.0 (16, 6, 18, 1位甲氧基的C)

55.4 (茴香酰基的甲基C)

48.9 (N-乙基的亚甲基C)

13.3 (N-乙基的甲基C)

5) 质谱分析

m/z 767 (M^+)

(106) 3-O-茴香酰-15-O-甲氧甲基杰斯乌头碱的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1715cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}} (\log \epsilon)_{\text{nm}} = 258 (4.13)$

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

8.00 (4H, d, $J=9.0$ Hz) (茴香酰基的H)

6.92 (4H, d, J=9.0 Hz) (同上)
5.18 (1H, dd, J=12.2, 5.3 Hz) (3位的H)
4.87 (1H, d, J=4.5Hz) (14位的H)
4.71 (2H, s) (甲氧甲基的亚甲基H)
3.85 (3H, s) (茴香酰基的甲氧基的甲基H)
3.70 (3H, s) (1, 6, 16, 18位及甲氧甲基的甲基H)
3.45 (3H, s) (同上)
3.40 (3H, s) (同上)
3.38 (3H, s) (同上)
3.29 (3H, s) (同上)
1.45 (3H, s) (乙酰的甲基H)
1.10 (3H, d, J=7.0 Hz) (N-乙基的甲基H)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

170.2 (乙酰的羰基C)
165.7, 165.3 (茴香酰基的羰基C)
163.5, 131.6, 122.1, 113.8 (茴香酰基的C)
91.9, 90.0, 83.4, 82.3, 79.1, 78.5, 74.1, 71.6, 71.6
(8, 16, 6, 1, 15, 14, 13, 18, 3位C)
61.1, 59.0, 57.9, 55.8 (18, 16, 6, 1位甲氧基的C)
55.4 (茴香酰基的甲基C)
63.0 (甲氧甲基的亚甲基C)
55.1 (甲氧甲基的甲基C)
48.9 (N-乙基的亚甲基C)

13.3 (N-乙基的甲基C)

21.5 (乙酰的甲基C)

5) 质谱分析

m/z 853 (M^+)

(107) 3,14-二-O-茴香酰-15-O-甲氧甲基乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1715cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}} (\log \epsilon)_{\text{nm}} = 258(4.13)$

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

7.98 (4H, d, $J=9.0$ Hz) (茴香酰基的H)

6.94 (4H, d, $J=7.0\text{Hz}$) (同上)

5.16 (1H, dd, $J=12.2, 5.3$ Hz) (3位的H)

4.88 (1H, d, $J=4.5$ Hz) (14位的H)

4.70 (2H, s) (甲氧甲基的亚甲基H)

3.85 (3H, s) (茴香酰基的甲氧基的甲基H)

3.72 (3H, s) (1, 16, 16, 18位及甲氧甲基的甲基H)

3.45 (3H, s) (同上)

3.25 (3H, s) (同上)

3.21 (3H, s) (同上)

3.12 (3H, s) (同上)

1.11 (3H, d, $J=7.0$ Hz) (N-乙基的甲基H)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

165.7, 165.2 (茴香酰基的羰基C)

163.5, 131.6, 122.1, 113.8 (茴香酰基的C)

91.2, 83.8, 82.2, 82.1, 80.0, 75.8, 74.0, 71.8, 71.6

(16, 6, 1, 15, 14, 8, 13, 18, 3位C)

61.1, 58.8, 58.0, 56.1 (16, 6, 18, 1位甲氧基的C)

55.4 (茴香酰基的甲基C)

63.0 (甲氧甲基的亚甲基C)

55.1 (甲氧甲基的甲基C)

48.8 (N-乙基的亚甲基C)

13.2 (N-乙基的甲基C)

5) 质谱分析

m/z 811 (M^+)

(108) 3,15-二-O-(S-甲基)硫代碳酸酐-14-O-茴香酰乌头胺的物性
值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1720cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}} (\log \epsilon)_{\text{nm}} = 258 (4.00)$

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

7.98 (4H, d, $J=9.0$ Hz) (茴香酰基的H)

6.94 (4H, d, $J=9.0$ Hz) (同上)

5.73 (1H, dd, J=11.1, 7.4 Hz) (3位的H)
5.12 (1H, d, J=5.4 Hz) (14位的H)
4.19 (1H, d, J=5.8 Hz) (15位的H)
3.85 (3H, s) (茴香酰基的甲氧基的甲基H)
3.54 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基的甲基H)
3.30 (3H, s) (同上)
3.19 (3H, s) (同上)
3.17 (3H, s) (同上)
2.66 (3H, s), 2.58 (3H, s) (S-甲基的H)
1.33 (3H, d, J=7.0 Hz) (N-乙基的甲基H)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

217.0, 214.1 (硫代碳酰的C)
166.4 (茴香酰基的羰基C)
163.5, 131.6, 122.1, 113.8 (茴香酰基的C)
88.9, 87.7, 82.7, 82.3, 81.3, 78.9, 77.2, 76.8, 74.5
(16, 15, 6, 1, 3, 14, 18, 8, 13 位C)
61.3, 59.0, 57.5, 55.6 (16, 6, 18, 1位甲氧基的C)
55.4 (茴香酰基的甲基C)
48.7 (N-乙基的亚甲基C)
13.0 (N-乙基的甲基C)
18.9, 19.4 (S-甲基的C)

5) 质谱分析

m/z 813 (M^+)

(109) 3,15-二脱氧-14-O-茴香酰乌头胺的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1720 cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}} (\log \epsilon)_{\text{nm}} = 259 (4.02)$

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

7.99 (4H, d, $J=8.9\text{ Hz}$) (茴香酰基的H)

6.93 (4H, d, $J=8.9\text{ Hz}$) (同上)

5.20 (1H, d, $J=5.3\text{ Hz}$) (14位的H)

3.85 (3H, s) (茴香酰基的甲氧基的甲基H)

3.39 (3H, s) (1, 6, 16, 18 位甲氧基的甲基H)

3.29 (3H, s) (同上)

3.28 (3H, s) (同上)

3.26 (3H, s) (同上)

1.20 (3H, d, $J=7.0\text{ Hz}$) (N-乙基的甲基H)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

167.0 (茴香酰基的羰基C)

163.5, 131.6, 122.1, 113.8 (茴香酰基的C)

85.5, 83.4, 82.6, 80.3, 80.2, 76.5, 73.6

(1, 16, 6, 14, 18, 13, 8位C)

59.3, 58.3, 57.6, 56.4 (18, 16, 6, 1位甲氧基的C)

55.4 (茴香酰基的甲基C)

48.9 (N-乙基的亚甲基C)

13.3 (N-乙基的甲基C)

5) 质谱分析

m/z 601 (M^+)

(110) 3-O-乙酰-13-O-(2,2,2-三氯乙氧碳酸酯) -8-脱乙酰乌那乌头碱的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1720 cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}} (\log \epsilon)_{\text{nm}} = 260 (4.02)$

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

7.99 (2H, d, $J=8.9\text{ Hz}$) (茴香酰基的H)

6.89 (2H, d, $J=8.9\text{ Hz}$) (同上)

5.40 (1H, d, $J=5.3\text{ Hz}$) (14位的H)

4.91 (1H, dd, $J=11.5, 5.4\text{ Hz}$) (3位的H)

4.80 (2H, m) (2,2,2-三氯乙氧碳酸酯基的亚甲基)

3.84 (3H, s) (茴香酰基的甲氧基的甲基H)

3.55 (3H, s) (1, 6, 16, 18 位甲氧基的甲基H)

3.27 (3H, s) (同上)

3.26 (3H, s) (同上)

3.21 (3H, s) (同上)

2.06 (3H, s) (乙酰基的甲基H)

1.02 (3H, d, $J=7.0\text{ Hz}$) (N-乙基的甲基H)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

176.7 (乙酰基的羰基C)

166.2 (茴香酰基的羰基C)

153.5 (2,2,2-三氯乙氧碳酰基的羰基C)

164.5, 131.8, 123.7, 113.8 (茴香酰基的C)

94.6 (2,2,2-三氯乙氧碳酰基的季C)

83.5, 83.1, 82.9, 82.0, 79.3, 73.8, 72.0, 71.8

(16, 6, 13, 1, 14, 8, 18, 3位C)

59.1, 58.3, 57.5, 56.5 (18, 6, 16, 1位甲氧基的C)

55.4 (茴香酰基的甲氧基C)

48.9 (N-乙基的亚甲基C)

13.5 (N-乙基的甲基C)

5) 质谱分析

m/z 765, 767 (M^+)

(111) 3-O-乙酰-13-O-(2,2,2-三氯乙氧碳酰)-8-O-戊酰乌那乌

头碱的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1720 cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}} (\log \epsilon)_{\text{nm}} = 259 (4.02)$

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

7.99 (2H, d, $J=8.9\text{ Hz}$) (茴香酰基的H)

6.87 (2H, d, J=8.9 Hz) (同上)
5.41 (1H, d, J=5.3 Hz) (14位的H)
4.90 (1H, dd, J=11.5, 5.4 Hz) (3位的H)
4.83 (2H, m) (2,2,2-三氯乙氧碳酰基的亚甲基)
3.85 (3H, s) (茴香酰基的甲氧基的甲基H)
3.55 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基的甲基H)
3.27 (3H, s) (同上)
3.25 (3H, s) (同上)
3.20 (3H, s) (同上)
2.03 (3H, s) (乙酰基的甲基H)
1.02 (3H, d, J=7.0 Hz) (N-乙基的甲基H)
0.45 (3H, d, J=7.0 Hz) (戊酰基的甲基H)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

176.7 (乙酰基的羰基C)
170.3 (戊酰基的羰基C)
166.2 (茴香酰基的羰基C)
153.5 (2,2,2-三氯乙氧碳酰基的羰基C)
164.5, 131.8, 123.7, 113.8 (茴香酰基的C)
94.6 (2,2,2-三氯乙氧碳酰基的季C)
83.8, 83.4, 82.9, 82.7, 82.1, 79.9, 72.3, 71.8
(8, 16, 6, 13, 1, 14, 18, 3位C)
59.1, 58.3, 57.5, 56.5 (18, 6, 16, 1位甲氧基的C)
55.4 (茴香酰基的甲氧基 C)

48.9 (N-乙基的亚甲基C)

13.5 (N-乙基的甲基C)

15.5 (戊酰基的甲基C)

5) 质谱分析

m/z 849, 851 (M^+)

(112) 3-O-乙酰-8-O-戊酰乌那乌头碱的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1715cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}} (\log \epsilon)_{\text{nm}} = 259(4.13)$

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

8.07 (2H, d, $J=8.9$ Hz) (茴香酰基的H)

6.98 (2H, d, $J=8.9$ Hz) (同上)

4.90 (1H, dd, $J=11.5, 5.4$ Hz) (3位的H)

4.86 (1H, d, $J=5.3$ Hz) (14位的H)

3.87 (3H, s) (茴香酰基的甲氧基的甲基H)

3.52 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基的甲基H)

3.24 (3H, s) (同上)

3.19 (3H, s) (同上)

3.17 (3H, s) (同上)

2.06 (3H, s) (乙酰基的甲基H)

1.11 (3H, d, $J=7.0$ Hz) (N-乙基的甲基H)

0.48 (3H, d, $J=7.0$ Hz) (戊酰基的甲基H)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

176.7 (乙酰基的羰基C)

170.3 (戊酰基的羰基C)

166.2 (茴香酰基的羰基C)

164.8, 131.8, 123.7, 113.8 (茴香酰基的C)

85.5, 83.9, 83.5, 81.9, 78.6, 74.9, 71.8, 71.7

(8, 16, 6, 1, 14, 13, 18, 3位C)

58.9, 58.8, 58.2, 56.3 (6, 18, 6, 1位甲氧基的C)

55.4 (茴香酰基的甲氧基C)

49.0 (N-乙基的亚甲基C)

13.5 (N-乙基的甲基C)

15.3 (戊酰基的甲基C)

5) 质谱分析

m/z 743 (M^+)

(113) 3-O-乙酰-8-脱乙酰乌那乌头碱的物性值和分析数据

1) 红外吸收光谱(KBr)分析

在 1710 cm^{-1} 出现吸收极大值。

2) 紫外吸收光谱(乙醇)分析

$\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}}$ ($\log \epsilon$) $_{\text{nm}} = 259$ (4.02)

3) ^1H 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

8.07 (2H, d, $J=8.9\text{ Hz}$) (茴香酰基的H)

6.98 (2H, d, $J=8.9\text{ Hz}$) (同上)

4.91 (1H, dd, J=11.5, 5.4 Hz) (3位H)
4.86 (1H, d, J=5.3 Hz) (14位的H)
3.87 (3H, s) (茴香酰基的甲氧基的甲基H)
3.56 (3H, s) (1, 6, 16, 18位甲氧基的甲基H)
3.30 (3H, s) (同上)
3.23 (3H, s) (同上)
3.16 (3H, s) (同上)
2.06 (3H, s) (乙酰基的甲基H)
1.10 (3H, d, J=7.0 Hz) (N-乙基的甲基H)

4) ^{13}C 核磁共振谱(CDCl_3)分析

出现下列信号(δ , ppm):

176.7 (乙酰基的羰基C)
166.2 (茴香酰基的羰基C)
164.5, 131.8, 123.7, 113.8 (茴香酰基的C)
83.2, 82.4, 81.9, 79.8, 76.0, 73.8, 72.0, 71.8
(16, 6, 1, 14, 13, 8, 18, 3位C)
59.1, 58.3, 57.5, 56.5 (18, 6, 16, 1位甲氧基的C)
55.4 (茴香酰基的甲氧基C)
48.9 (N-乙基的亚甲基C)
13.5 (N-乙基的甲基C)

5) 质谱分析

m/z 659 (M^+)