薬 学 雑 誌
YAKUGAKU ZASSHI
87 (12) 1484~1488 (1967)

UDC 581.19 : 582.935 : 547.94.02

249. 萩庭丈寿, 坂井進一郎, 久保陽徳, 浜本武紀: ホウライカヅラ

(*Gardneria nutans* SIEB. et ZUCC.) のアルカロイド

Jōju Haginiwa, Shin-ichirō Sakai, Akinori Kubo, and Takenori Hamamoto:

Alkaloids of *Gardneria nutans* SIEB. et ZUCC.

(Faculty of Pharmaceutical Sciences, University of Chiba*¹)

Four new alkaloids, gardneramine, $C_{23}H_{28}O_5N_2$, gardnutine, $C_{20}H_{22}O_2N_2$, gardnerine $C_{20}H_{24}O_2N_2 \cdot H_2O$, and hydroxygardnutine $C_{20}H_{22}O_3N_2$ were isolated from a Japanese plant, *Gardneria nutans* SIEB. et ZUCC. (Japanese name "Hohrai-kazura"), and those alkaloids were characterized.

(Received May 25, 1967)

現在インドール系アルカロイドを含む植物は, 15科にわたっているが, 大部分の indole 及び dihydroindole 系アルカロイドは, アカネ科 (Rubiaceae), キョウチクトウ科 (Apocyanaceae) 及びフジウツギ科 (Loganiaceae) に含まれている。これらの植物は主として熱帯地方に産するのであるが, 我国における indole 系アルカロイドは Yohimbinoide アルカロイドとして Apocyanaceae では *Amsonia* (チョウジソウ) より β -Yohimbine, Rubiaceae では *Uncaria* (カギカヅラ) より oxindol 誘導体である rhynchophylline が, 見られるにすぎない。

最近, 著者等は, 日本産フジウツギ科植物成分の検討を始めたが, Strychnaceae (マチン亜族) 中 *Strychnos* (マチン属) と並ぶ *Gardneria* (ホウライカヅラ) より, 4種の新アルカロイドを単離し得たので報告する。

1966年5月千葉県清澄山にて採集せる乾燥幹及び根部 38.5 kg. より, 実験の部に記載せる方法に従い処理し, 粗塩基 78 g. (0.2%) を得, Table III~VII に示すようにアルミナクロマトグラフィーを繰返して, 4種の結晶性塩基成分を分離精製し, その精製結果を Table I, II に示す。Table I に示すように, 溶出順に A, B, C, D と仮称したが, これらが, 新アルカロイドであることが判明したので, 各々 gardneramine, gardnutine, gardnerine, hydroxygardnutine と命名した。

TABLE I. Alkaloids from *Gardneria nutans* SIEB. et ZUCC.

Order of eluate	m.p. (°C)	$[\alpha]_D^{25}$	pKa' (50% MCS)	Mol. formula	Name
Alk. A	133~134	-287.7	5.59	$C_{23}H_{28}O_5N_2$	gardneramine
" B	319~320 (decomp.)	+ 30.3	5.77	$C_{20}H_{22}O_2N_2$	gardnutine
" C	243~244	- 29.4	7.36	$C_{20}H_{24}O_2N_2 \cdot H_2O$	gardnerine
" D	311~312	+ 36.2	5.64	$C_{20}H_{22}O_3N_2$	hydroxygardnutine

TABLE II. Separation Data of Alkaloids

Crude material	38.5 kg. ^{a)}	11 kg. ^{b)}	10 kg. ^{c)}
Alk. A	9.343 g.	3.5 g.	3.427 g.
" B	0.794	0.195	0.924
" C	13.899	5.210	3.56
" D	1.328	0.400	0.478
Total amount	25.364	9.305	8.389

a) 採集日 1966, 5 b) 1965, 4 c) 1965, 7.

*1 Yayoi-cho, Chiba.

主塩基 C (gardnerine) はクロロホルム難溶、メタノール可溶性の物質で m.p. 243~244°, $[\alpha]_D^{25} -29.4^\circ$ (MeOH) の針晶である。分析値は $C_{20}H_{26}O_3N_2$ に一致するが、マスマスペクトルでは $M^+ = 324$ を示し 1 モルの結晶水の存在が認められる。本塩基は $OCH_3 \times 1$, $C-CH_3 \times 1$, $F \times 1$, $pK_a' 7.36$ (50% MCS), B. MeI $\cdot \frac{1}{2} H_2O$ m.p. 171~172° B. picrate (結晶水なし) m.p. 204~205° を与え、1 ケの三級塩基性窒素と非塩基性窒素 (indole 骨格の N) 1 ケの存在が認められる。

UV スペクトルは λ_{max}^{MeOH} 228.5, 268.5, 298 $m\mu$ を示し既知モデル化合物との比較により 2,3-di 置換 6-methoxyindole 系化合物であることが推論できる。IR スペクトルからは特に予測しうるデータは認められない。NMR スペクトルでは CF_3CO_2H 中 8.21 τ (d, $J=7$ c.p.s.) から $=\overset{H}{C}CH_3$ 基の存在が予測されるにすぎない。

副塩基 A (gardneramine) はクロロホルム可溶 m.p. 133~134°, $[\alpha]_D^{25} -287.7^\circ$ (MeOH) のプリズム晶であり $C_{23}H_{28}O_5N_2$ ($M^+ = 412$) の組成式に一致する。

本塩基は $OCH_3 \times 4$, $C-CH_3$ なし, $F \times 2$, $pK_a' 5.59$ (50% MCS), B $\cdot CH_3I \cdot HI$ m.p. 235° (decomp.), B $\cdot 2HClO_4 \cdot H_2O$ m.p. $>300^\circ$ を与え、2 ケの三級塩基性窒素の存在が認められる。UV スペクトルは λ_{max}^{MeOH} : 264, 270 (sh.), 324 $m\mu$, を示す。IR スペクトルは $CHCl_3$ 中 1584 cm^{-1} (s) を示す。NMR スペクトル ($CDCl_3$) では aro. $OCH_3 \times 3$, ali. $OCH_3 \times 1$ の存在が認められることから、本塩基は trimethoxyindolenine 系化合物であることが推論できる。

塩基 B (gardnutine) はクロロホルム難溶、メタノールより再結晶可能な物質で m.p. 319~321°, $[\alpha]_D^{25} +30.3^\circ$ (pyr.) を示し、 $C_{20}H_{22}O_2N_2$ ($M^+ = 322$) の組成式を有する。本塩基は $OCH_3 \times 1$, $C-CH_3 \times 1$, $F \times 1$, $pK_a' 5.77$ (50% MCS), B $\cdot CH_3I$ m.p. 277~278° (decomp.) を与え、塩基性窒素 1 ケと非塩基性窒素 (indol 骨格の N) の存在が認められる。UV スペクトルは λ_{max}^{MeOH} 223.5, 260, 295, 302 (sh.) $m\mu$ を示し、gardnerine (C) と類似の吸収である。IR スペクトル (KBr) は 3200 cm^{-1} (indol ν_{N-H}) 以外 ν_{N-H} or ν_{O-H} 領域に吸収が認められないことから methoxyl 基以外の酸素 1 ケはエーテルを形成している事が予測される。

塩基 D (hydroxygardnutine) はクロロホルム難溶、多量のメタノールより再結晶可能な物質であり m.p. 311~312°, $[\alpha]_D^{25} +36.2^\circ$ (pyr.) を示し、組成式 $C_{20}H_{22}O_3N_2$ ($M^+ = 338$) を有する。本塩基は $OCH_3 \times 1$, $C-CH_3$ なし, F の測定では約 1.7 mole 比の水素を吸収する。 $pK_a' 5.64$ (50% MCS), B $\cdot CH_3I$ m.p. 258~261° (decomp.) を与え、その UV スペクトルは λ_{max}^{MeOH} 223, 260, 295 $m\mu$ を示し gardnutine (B) と略同一の吸収を示す。IR スペクトル (KBr) では ν_{N-H} 3200, ν_{O-H} 3580 cm^{-1} を示し、3 ケの酸素の内、methoxyl 基以外少なくとも 1 ケの水酸基の存在を示す。これらアルカロイドの構造に関しては別個に報告する。¹⁾

以上に示したように 3 種の 6-methoxyindole 系及び 1 種の trimethoxyindolenine 系アルカロイドを単離し得た事実は植物分類上の見地から考えて極めて興味深いことと思われる。

実 験 の 部

薄層クロマト (TLC) は Kieselgel G, 110°, 2 hr. 活性化を使用、展開溶媒は benzen-EtOH-NH(Et)₂ (8 : 1.5 : 0.5) 系、および $CHCl_3$ -EtOH-NH(Et)₂ (3 : 1 : 0.5) 系を使用した。

ホウライカヅラアルカロイドの定量 千葉県清澄山にて採集せるホウライカヅラ樹皮細根 330 g. を熱メタノールで抽出し、冷時析出せる沈殿物を濾去し、濃縮したエキスを 2% HCl 溶液を多量に加え 30° ぐらいで数回 $CHCl_3$ 抽出する。 $CHCl_3$ 溶液がほとんど着色せざるに至り、再び合した $CHCl_3$ 溶液を 2% HCl 溶液で振り水溶液の方に加える。この水溶液に 28% NH_4OH を多量に加え $CHCl_3$ にて抽出物のなくなるまで抽出し、溶媒を留去して残留するものを粗アルカロイドの量とした。粗アルカロイド 660 mg. (0.2%) を得る。材部 510 g. も同様に処理したがアルカロイドは得られなかった。なおメタノール抽出後冷時析出物をメタノールから再結晶して m.p. 166°. $[\alpha]_D^{25} -0.5^\circ$ (H_2O) の還元性のない結晶を得るが、標準品との混融により D-mannitol と同定した。D-mannitol は樹皮細根より 2%, 材部より 2% 得る。

ホウライカヅラアルカロイドの分離 1966 年 5 月 千葉県清澄山にて採集せる乾燥幹および根部の粉細物 38.5 kg. を熱メタノールで連続抽出 (3 日 $\times$ 3 回) し、冷時析出沈殿物を濾去し、抽出液を減圧下溶媒を留去しメタノールエキスとする。これに 3% HCl 溶液を EtOAc で十分抽出後水溶液を 28% NH_4OH でアルカリ性となし 5~10% MeOH 含有 $CHCl_3$ で十分抽出する。水溶液よりのライネッケ塩による検討では第四級アルカロイドの存在を認めなかった。 $CHCl_3$ 抽出液を水洗、乾燥後、溶媒を留去する。残留物を 10% MeOH 含有 $CHCl_3$ に溶解させ 2% NaOH 溶液で抽出する。さらに NaOH 溶液を $CHCl_3$ 抽出し、さきの $CHCl_3$ 溶液に合し、水洗、 Na_2SO_4 乾燥後溶媒を留去する。残留物を氷酢酸に温時溶解し、これに水を加えて約 10% 酢酸水溶液にする。

1) 第10回有機天然化合物討論会講演要旨 p. 17 (1966, 10).

不溶物を濾去し濾液をアンモニアアルカリ性にして 10% MeOH 含有 CHCl_3 にて十分抽出し水洗, Na_2SO_4 乾燥後溶媒を留去して粗アルカロイド 78 g. (0.2%) を得た. 2% NaOH 溶液は, NH_4Cl にて中性となし CHCl_3 および 10% MeOH 含有 CHCl_3 で抽出, 水洗, Na_2SO_4 乾燥後溶媒を留去し, amorph 状物質を得たが, Drage-ndorff-であったので, フェノール性アルカロイドの存在は認められない. 粗アルカロイドの分離結果は Table III~VII に示す.

アルカロイド A, B, C, D の性質 A (gardneramine): クロマト -A (Table III) より CHCl_3 溶出 (fract. A-1, -2) にて ether より再結晶して 5.304 g. m.p. $134\sim 135^\circ$, を得る.

クロマト -B (Table IV) より benzene- CHCl_3 (1:1) 溶出 (fract. 39~50) にて 0.492 g. m.p. 133° , クロマト -C (Table V) より CHCl_3 および 2% MeOH 含有 CHCl_3 溶出 (fract. 2~18) にて 3.547 g. m.p. 134° を得る. 総アルカロイド A 9.343 g., プリズム晶, m.p. $133\sim 134^\circ$. $[\alpha]_D^{25} -287.7^\circ$ (MeOH) を得る.

$\text{C}_{23}\text{H}_{28}\text{O}_5\text{N}_2$ Anal. Calcd.: C, 66.97; H, 6.84; N, 6.79; mol. wt., 412. Found: C, 67.38, 66.96, 67.15; H, 6.87, 6.81, 6.89; N, 7.15; mol. wt. M^+ 412 (Mass.); pK_a' 5.59 (50% MCS); $\text{OCH}_3 \times 4$ Calcd. 30.2%, Found 27.36, 28.35%; F $\times 2$ Found 2.1 モル比; UV $\lambda_{\text{max}}^{\text{MeOH}}$ m μ (log ϵ): 264 (3.82), 270 (3.80 sh), 324 (3.78), $\lambda_{\text{min}}^{\text{MeOH}}$ m μ (log ϵ): 258 (3.79), 291 (3.25); IR (CHCl_3) cm^{-1} : 1584 (s), 1493 (m). NMR (τ) (CDCl_3): 3.5 (s, 1H, aro.), 4.45~4.7 (m, 1H, >CH), 6.0~6.15 (3 $\times$ s, 9H, aro. OCH_3), 6.63 (s, 3H, ali. OCH_3).

$\text{C}_{23}\text{H}_{28}\text{O}_5\text{N}_2 \cdot 2\text{HClO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ プリズム晶 (acetone-ether) m.p. $>300^\circ$ (175° より褐変) $\text{C}_{23}\text{H}_{28}\text{O}_5\text{N}_2 \cdot 2\text{HClO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ Anal. Calcd.: C, 43.75; H, 5.11; N, 4.44. Found: C, 43.80; H, 5.19; N, 4.90. $\text{C}_{23}\text{H}_{28}\text{O}_5\text{N}_2 \cdot \text{CH}_3\text{I} \cdot \text{HI}$ プリズム晶 (MeOH) m.p. 235° (decomp.)

$\text{C}_{23}\text{H}_{28}\text{O}_5\text{N}_2 \cdot \text{CH}_3\text{I} \cdot \text{HI}$ Anal. Calcd.: C, 42.25; H, 4.73; N, 4.11. Found: C, 42.23; H, 4.99; N, 4.23.

B (gardnutine): クロマト -B (Table IV) より CHCl_3 溶出 (fract. 65~74) にて MeOH から再結晶して

TABLE III. Chromatography-A

Crude base 78 g. Al_2O_3 550 g.

Fraction No.	ml./fract.	Solvent	Total wt. gm.	Cryst. gm.	Amorph. gm.	Alk. components
1	200	CHCl_3	4.2	2.524	1.129	A
2	200	CHCl_3	11.3	7.214	3.505	A + B
3	200	CHCl_3	13.4	7.056	5.706	A + B + C
4	200	CHCl_3	6.0	2.513	2.866	B + C
5	200	CHCl_3	2.9	1.481	0.779	B + C
		Total	37.8	21.141	13.985	
6	200	3% MeOH- CHCl_3	2.9	1.354	0.678	B + C
7	200	3% MeOH- CHCl_3	2.9	1.390	0.645	B + C
8	200	3% MeOH- CHCl_3	4.3	2.087	1.297	C
9	200	3% MeOH- CHCl_3	10.1	2.535	6.706	C
10	200	3% MeOH- CHCl_3	6.1	1.161	4.012	C + D
		Total	26.3	8.527	13.338	
11	200	5% MeOH- CHCl_3	4.0	0.820	0.922	D
12	200	5% MeOH- CHCl_3	0.9	0.527	0.499	D
13	200	5% MeOH- CHCl_3	1.3	0.527	0.982	D
		Total	6.2	1.874	2.403	
14	200	7% MeOH- CHCl_3	1.1			
15	200	7% MeOH- CHCl_3	0.6			
		Total	1.7			
16	200	10% MeOH- CHCl_3	0.6			
17	300	10% MeOH- CHCl_3	1.1			
		Total	1.7			
18	600	MeOH	1.8			
19	750	MeOH	0.3			
		Total	2.1			
		Total eluate	75.8			

0.463 g. m.p. 319~321° を得る. 2% MeOH 含有 CHCl₃ 溶出 (fract. 75~86) より大量の MeOH にて再結晶して 0.308 g. m.p. 318~321° を得る. クロマト-D (Table VI) より CHCl₃ 溶出 (fract. 15~16) より MeOH にて再結晶して 23 mg., m.p. 318° を得る. 総アルカロイド B 0.794 g., m.p. 319~321°, $[\alpha]_D^{25} +30.3^\circ$ (pyr.) を得る.

$C_{20}H_{22}O_2N_2$ Anal. Calcd.: C, 74.51; H, 6.88; N, 8.69; mol. wt. 322. Found: C, 73.97; H, 7.05; N, 8.62; mol. wt. $M^+=322$ (Mass.); pKa' 5.77 (50% MCS); $OCH_3 \times 1$ Calcd. 9.63%, Found 9.59%; F $\times 1$ Found 0.70 モル比; UV λ_{max}^{MeOH} m μ (log ϵ): 223.5 (4.63), 260 (3.64), 295 (3.73), 302 (3.63 sh), λ_{min}^{MeOH} m μ (log ϵ): 248 (3.56), 276.5 (3.45); IR (KBr) cm⁻¹; ν_{N-H} 3200.

$C_{20}H_{22}O_2N_2 \cdot CH_3I$ 針晶 (MeOH) m.p. 277~278° (decomp.)

$C_{20}H_{22}O_2N_2 \cdot CH_3I$ Anal. Calcd.: C, 54.32; H, 5.43; N, 6.03. Found: C, 53.98; H, 5.39; N, 6.23.

C (gardnerine) クロマト-B (Table IV) より 2% MeOH 含有 CHCl₃ 溶出 (fract. 75~86), 3, 4% MeOH 含有 CHCl₃ 溶出 (fract. 87~99) にて acetone-H₂O から再結晶して針晶 6.228 g., m.p. 242~243° を得る. クロマト-C (Table V) より 3% MeOH 含有 CHCl₃ 溶出 (fract. 23) にて 1.353 g., クロマト-D (Table VI) より 1% MeOH 含有 CHCl₃ 溶出 (fract. 28~44) にて 3.458 g., クロマト-E (Table VII) より 2% MeOH 含有 CHCl₃ 溶出 (fract. 19~32) にて 2.850 g. を得る. 総アルカロイド C 針晶 13.899 g., m.p. 243~244°, $[\alpha]_D^{25} -29.4^\circ$ (MeOH) を得る.

$C_{20}H_{24}O_2N_2 \cdot H_2O$ Anal. Calcd.: C, 70.15; H, 7.65; N, 8.18, mol. wt. 342. Found: C, 69.98, 69.50, 69.54; H, 7.69, 7.67, 7.62; N, 8.38; mol. wt. $M^+=324$ (Mass.); pKa' 7.36 (50% MCS); $OCH_3 \times 1$ Calcd. 9.06%, Found 8.81%; F $\times 1$ Found 0.82 モル比; UV λ_{max}^{MeOH} m μ (log ϵ): 228.5 (4.56), 268.5 (3.70), 298 (3.77), λ_{min}^{MeOH} m μ (log ϵ): 253 (3.60), 282 (3.59). IR (KBr) cm⁻¹: ν_{N-H} 3520, ν_{O-H} 3290; NMR (CF₃COOH) τ : 8.21 (d, J=7 c.p.s. = $\begin{smallmatrix} H \\ | \\ CH_3 \end{smallmatrix}$)

$C_{20}H_{24}O_2N_2 \cdot CH_3I \cdot \frac{1}{2}H_2O$ 板晶 (MeOH-ether) m.p. 171~172°

$C_{20}H_{24}O_2N_2 \cdot CH_3I \cdot \frac{1}{2}H_2O$ Anal., Calcd.: C, 53.06; H, 5.94; N, 5.89. Found: C, 53.13, 53.20; H, 5.95, 6.03; N, 5.86, 5.77.

$C_{20}H_{24}O_2N_2 \cdot C_6H_5O_7N_3$ 橙色針状晶 (EtOH-ether) m.p. 204~205°

$C_{20}H_{24}O_2N_2 \cdot C_6H_5O_7N_3$ Anal. Calcd.: C, 56.41; H, 4.92; N, 12.65. Found: C, 56.69; H, 5.02; N, 12.59.

D (hydroxygardnutine) クロマト-A (Table III) より 3% MeOH 含有 CHCl₃, 5% MeOH 含有 CHCl₃ 溶出 (fract. 1~10, 11, 12, 13) にて MeOH から再結晶して 1.328 g. m.p. 311~313°, $[\alpha]_D^{25} +36.2^\circ$ (pyr.) を得る.

$C_{20}H_{22}O_3N_2$ Anal. Calcd.: C, 70.98; H, 6.55; N, 8.28. mol. wt. 338. Found: C, 70.69, 70.74; H, 6.33, 6.40; N, 8.39; mol. wt. $M^+=338$ (Mass.); pKa' 5.64 (50% MCS); $OCH_3 \times 1$ Calcd. 9.17%, Found 8.11%; F $\times 1$ Found 1.7 モル比; UV λ_{max}^{MeOH} m μ (log ϵ): 223 (4.61), 260.5 (3.69), 295 (3.79), 301 (3.70 sh), λ_{min}^{MeOH} m μ (log ϵ): 248.5 (3.62), 276.5 (3.51). IR (KBr) cm⁻¹: ν_{N-H} 3200, ν_{OH} 3580.

$C_{20}H_{22}O_3N_2 \cdot CH_3I$ 砂状晶 (MeOH) m.p. 258~261°

$C_{20}H_{22}O_3N_2 \cdot CH_3I$ Anal. Calcd.: C, 52.56; H, 5.25; N, 5.83. Found: C, 52.20; H, 5.14; N, 5.48.

TABLE IV. Chromatography-B

A-2 Amorph. and A-3, -4, -5 Cryst. 12.301 g. Al₂O₃ 280 g.

Fraction No.	ml./fract.	Solvent	Total wt. gm.	Cryst. gm.	Amorph. gm.	Alk. component
1~ 21	50	benzene-CHCl ₃ (2 : 1)				
22~ 38	50	benzene-CHCl ₃ (1 : 1)				
39~ 50	50	benzene-CHCl ₃ (1 : 1)		0.492	0.725	A
51~ 52	50	benzene-CHCl ₃ (1 : 1)				
53~ 58	50	benzene-CHCl ₃ (1 : 3)	0.205			
59~ 64	50	CHCl ₃				
65~ 68	50	CHCl ₃		0.463	0.273	B
69~ 74	50	2% MeOH-CHCl ₃				
75~ 89	50	2% MeOH-CHCl ₃		4.862	1.301	B + C
90~ 94	50	3% MeOH-CHCl ₃		1.674	1.063	C
95~ 98	50	4% MeOH-CHCl ₃				
99~109	50	5% MeOH-CHCl ₃				
110~113	50	7% MeOH-CHCl ₃	0.433			
114~118	75	MeOH	0.078			
Total eluate			11.578 (g.)			

TABLE V. Chromatography-C
A-1, -2, -3, -4, -5 Amorph. 18.486 g. Al_2O_3 250 g.

Fraction No.	ml./fract.	Solvent	Total wt. gm.	Cryst. gm.	Amorph. gm.	Alk. component
1~8	50	benzene- CHCl_3 (1:1)				
9~15	50	CHCl_3		3.547		A
16~18	50	2% MeOH- CHCl_3				
19~28	50	2% MeOH- CHCl_3	7.005	1.358	5.647	C
29~31	50	3% MeOH- CHCl_3				
32~38	50	5% MeOH- CHCl_3	0.584			
39~49	50	7% MeOH- CHCl_3				
50~56	50	10% MeOH- CHCl_3				
57	50	MeOH				
Total eluate			11.131 (g.)			

TABLE VI. Chromatography-D
A-6, -7, -8, -9 Cryst. 7.366 g., Al_2O_3 200 g.

Fraction No.	ml./fract.	Solvent	Total wt. gm.	Cryst. gm.	Amorph. gm.	Alk. component
1~22	50	CHCl_3	1.700			B + C
23~34	50	1% MeOH- CHCl_3		3.458	0.493	C
35~40	50	2% MeOH- CHCl_3				
41~51	50	3% MeOH- CHCl_3	1.368			C + D
52~57	50	5% MeOH- CHCl_3	0.119			
58~61	50	10% MeOH- CHCl_3				
62~63	50	MeOH				
Total eluate			7.130 (g.)			

TABLE VII. Chromatography-E
A-6, -7, -8, -9, -10 Amorph. 13.338 g. Al_2O_3 250 g.

Fraction No.	ml./fract.	Solvent	Total wt. gm.	Cryst. gm.	Amorph. gm.	Alk. component
1~21	50	CHCl_3	1.999			
22~38	50	2% MeOH- CHCl_3	6.047	2.850		C
39~45	50	3% MeOH- CHCl_3	0.185			
45~54	50	5% MeOH- CHCl_3	0.461			
55~59	50	10% MeOH- CHCl_3				
60~61	50	MeOH				
Total eluate			9.071 (g.)			

本研究の一部は文部省試験研究費により支弁した。また NMR 測定に関し種々御世話いただいた国立ガンセンター川添豊博士、放医研日野亨博士、日本電子 K.K. またマススペクトルで御世話いただいた日立製作所に感謝致します。

千葉大学薬学部