

Ephedra major Host. Herbasında Nonacosanol-(10) Saptanması*

Nonacosanol-(10) Determination in the Herbs of Ephedra major Host.

Mekin TANKER İnci KILIÇER**

Ephedra türleri (Ephedraceae), yeryüzünde yaygın olarak bulunurlar. Bu çalışmada, Anadolu'da yetişen türlerden biri olan *E. major* bitkisinin, kurutulmuş toprak üstü kısımları incelenmiş ve bu kısımların petrol eterli ekstrelerinden nonacosanol-(10) isimli bir hidrokarbon ayrılmıştır.

MATERYAL VE YÖNTEM

Ankara civarından, ilk ve sonbaharda toplanan bitkinin herbası gölgede kurutuldu. Toz haline getirilip Soxhlet apareyinde petrol eteriyle (40° - 60°) tüketildi. Yoğunlaştırılan ekstre Kieselgel (0,05 - 0,2 mm) (Merck) adsorbantıyla hazırlanan sütuna (25x4 cm) uygulandı ve karbontetraklorürle elüe edildi. Elüatta oluşan kristallerin erime noktası saptandı, IR, NMR, Mass spektrumlarıyla teşhisi yapıldı.

BULGULAR

Droğun petrol eteri ile hazırlanan ekstresi Kieselgel (0,05 - 0,2) sütununa uygulanarak, sütun önce karbontetraklorürle yıkandı. Beklemeyle, elüatta tıy görünümünde kristaller oluştu. Süzülerek ayrılan kristaller kurutma tabancasında kloroform üzerinde kurutuldu. 80° - 83°C de eridikleri görüldü.

* Ecz. İnci Kılıçer'in "*Ephedra major Host. Üzerinde Farmakognozik Araştırmalar*" isimli doktora tezinin bir kısmıdır. Sınav tarihi: Temmuz 1974.

Redaksiyona verildiği tarih: 3 Ekim 1977.

** Farmakognozisi Kürsüsü, Eczacılık Fakültesi, Ankara Üniversitesi.

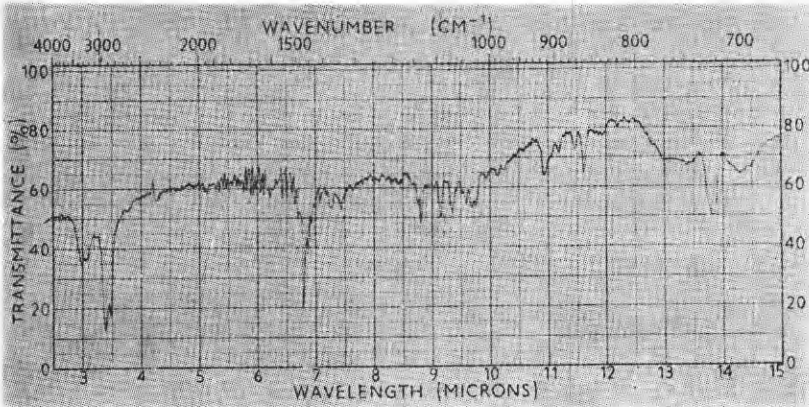
İnce tabaka kromatografisine uygulanabilmeleri için kristaller kloroformda çözüldü. Çözelti Kieselgel G (Merck) adsorbantı ile kaplanmış plâğa damlatıldı. Plâk etilasetat-sikloheksan-karbontetraklorür (15: 10: 75) solvan sistemiyle develepe edildi. Rhodamin B (6) püskürtüldükten sonra, 2 saat 110°C lik etüvde tutuldu. UV ışığında (254 m μ) tek leke görüldü.

UV Spektrumu:

Kristallerin kloroformdaki 1/5000 lik çözeltisi 200–600 m μ dalga boyu arasındaki alanda incelendi, absorpsiyon görülmedi.

IR Spektrumu:

Spektrumun genel görünüşü bir alkolü andırmaktadır. 3100–3600 cm⁻¹ de bulunan bant serbest OH grubunu, 2800 cm⁻¹ –3100 cm⁻¹ arasındaki pikler de C zincirini düşündürmektedir. Yine 1137 cm⁻¹, 1087 cm⁻¹1068 cm⁻¹ ile 1000–1050 cm⁻¹arasındaki 3 pik de C zincirini belirtmektedir (1,2) (Spektr. 1).

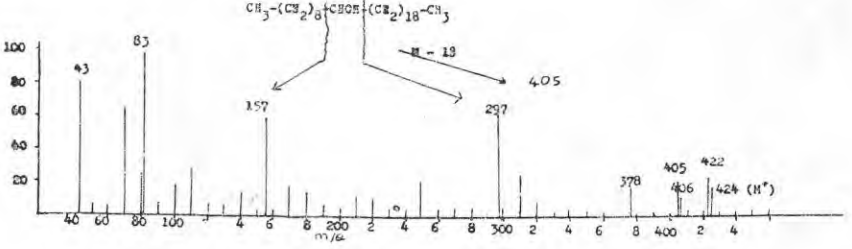


Spektr. 1. *Ephedra major*'dan izole edilen nonacosanol (10)'un IR spektrumu

Mass Spektrumu:

Spektrumda 424 m⁽⁺⁾ iyonu görülmektedir. Eşit konsantrasyona sahip olan 157 m/e ve 297 m/e de piklerden OH grubunun 10. C atomu üzerinde olduğu anlaşılmaktadır. Çünkü relatif yoğunluğa göre

parçalanmanın buradaki C bağlarında olduğu spektrumlarda görülmektedir (Spektr. 2).

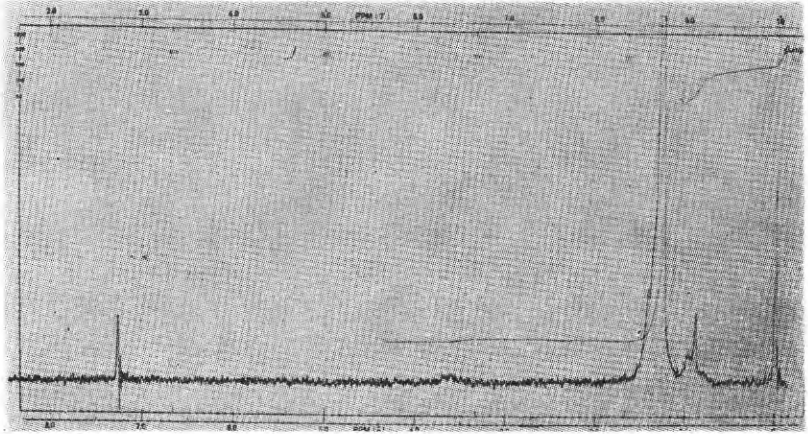


Spektr. 2. *Ephedra major*'dan izole edilen nonacosanol (10)'un Mass spektrunu

NMR Spektrumu:

0.9 ppm (δ) da görülen multiplet, 6 proton ve zincirlerin uçlarındaki metil gruplarını vermektedir. 1.35 ppm (δ) daki 53 protonu belirleyen sinyal ise dallanmamış metile protonları göstermektedir.

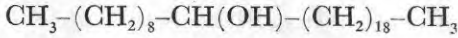
Deuterium kloroform içinde spektrum alındığından dolayı, OH bandı yani sekonder alkol fonksiyonuna ait sinyal alınmamıştır (5) (Spektr. 3).



Spektr. 3. *Ephedra major*'dan izole edilen nonacosanol (10)'un NMR spektrumu

SONUÇ VE TARTIŞMA

Yukarıdaki sonuçlara göre madde, 10. karbon atomunda sekonder alkol grubu taşıyan 29 karbon ve 60 hidrojenli düz bir moleküldür ($C_{29}H_{60}O$). Bu özelliklere uyan madde daha önce *Ephedra gerardiana*'da da bulunmuş olan nonacosanol-10 (Ginnol) adlı alkoldür (3,4).



ÖZET

Ankara civarından toplanmış *Ephedra major* Host. türünün toprak üstü kısımları, kurutulduktan sonra, Soxhlet apareyinde petrol eteri ($40^\circ - 60^\circ$) ile tüketildi. Ekstre Kieselgel (0.05 - 0.2 mm) (Merck) adsorbantıyla hazırlanan sütuna (25x4 cm) uygulandı. Sütunun karbontetraklorürlü fraksiyonlarında, beklemeyle kristaller oluştu. Bu kristallerin erime noktalarının tayini, Mass ve NMR spektrumlarının incelenmesi sonucu nonacosanol-10 (Ginnol) oldukları saptandı.

SUMMARY

The overground parts of *E. major* Host. which grows wild near Ankara, were extracted with petroleum ether ($40^\circ - 60^\circ$) in Soxhlet apparatus. The extract was applied to a Kieselgel (0.05 - 0.2 mm) (Merck) column which, measured 25x4 cm. Crystals formed in the CCl_4 fraction eluted from the column. These crystals were identified as nonacosanol-10 by m.p., Mass spectrum and NMR.

LİTERATÜR

1. **Avram, M., Mateescu, G.H.D.**, La Spectroscopie Infrarouge, Dunod, Paris (1970).
2. **Bellamy, L.J.**, The Infrared Spectra of Complex Molecules, London, Methuen Co. Ltd., New York, John Wiley Sons. Inc (1966.).
3. **Hiroyuki, A.** *Yakuaku Zasshi* **79**, 58-60 (1959), (Ref: C.A., **53**, 10032d)
4. **Karrer, W.** Konstitution und Vorkommen der Organischen Pflanzenstoffe Birkhauser Verlag Basel und Stuttgart (1958).
5. **Martin, M.L. Martin, G.J.**, Manuel de Resonance Nuclear, Azontay Ed. Paris (1971).
6. **Stahl, E.**, *Dünnschicht Chromatographie*, Springer, Verlag Berlin, Heidelberg, New York (1967).