

[Chem. Pharm. Bull., 32, 4219 (1984)]

Synthesis of 5,6'-Dihydroxy-2',3',4',6,7-pentamethoxyflavone

MUNEKAZU IINUMA, KIYOSHI IWASHIMA, TOSHIYUKI TANAKA,
SHIN MATSUURA

5,6'-Dihydroxy-2',3',4',6,7-pentamethoxyflavone 合成

飯沼宗和, 岩嶋 浄, 田中稔幸, 松浦 信

高度に水酸化されたフラボンのうち, 近年 Roberts らにより *Brickellia veronicaefolia* および *B. chlorolepis* から単離された 5,6'-dihydroxy-2',3',4',6,7-pentamethoxyflavone (I) がある。フラボン体の構造を確認する目的で I およびその類似体, 2',5-dihydroxy-3',4',6,6',7-pentamethoxy- (II), および 3',5-dihydroxy-2',4',6,6',7-pentamethoxyflavone (III) の合成を試みた。B 環部分の原料アルデヒド体は, 2,5-dihydroxy-1,3-dimethoxybenzene を出発原料とし, ベンジル化, イソプロピル化および Vilsmeier 反応を組合わせて得た (6-isopropoxy-2,3,4-trimethoxy-, 2-isopropoxy-3,4,6-trimethoxy-, 3-benzyloxy-2,4,6-trimethoxybenzaldehyde)。これらアルデヒド類は何れも, 2-hydroxy-4,5,6-trimethoxyacetophenone と縮合させ, カルコン体としたのち, 酸化してフラボン体へと導いた。脱ベンジル化, あるいは脱イソプロピル化, 部分脱メチル化を行い, 目的の I (mp177—178°C) II (mp187—188°C), III (mp198—199°C) を得た。これら合成品の各種機器スペクトルデータは天然品と異なる。従って, *B. veronicaefolia* のフラボンはその構造について再検討が必要と考えられる。

[J. Chromatogr., 283, 231 (1984)]

Determination of the Herbicides Paraquat and Diquat in Blood and Urine by Gas Chromatography

SHŌZI KAWASE*, SUSUMU KANNO*, SHIGEO UKAI

ガスクロマトグラフィーによる血液および尿中の除草剤 Paraquat および Diquat の定量

河瀬章司*, 管野 進*, 鵜飼茂夫

血液 (3.4% HClO₄ あるいは10%トリクロル酢酸で除タンパク処理) 及び尿中の paraquat (I) 並びに diquat (II) はライネッケ塩によって高収率でライネッケ錯体 (III, IV) として沈殿することが認められ, また, I 及び II のライネッケ錯体 (III, IV) は, NaBH₄-NiCl₂ 系還元によって容易に対応する完全還元成績体に導かれ, IIIからは 1,1'-dimethyl-4,4'-dipiperidine を, IVからは trans- 並びに cis-perhydro-8a,10a-diazaphenanthrene を与えることを認めた。これらの完全還元物質は GC によって血液及び尿中成分の妨害なしに定量できることを明らかにした。

5% KOH + 5% Apiezon grease L/Chromosorb W (AW, DMCS) ガラスカラムは 1—70µg/ml の I 及び II の定量に適しており, 本 GC 条件では還元剤に由来する不純物のピークと完全に分離し定量に影響のないことを認めた。また, I 及び II の同時定量が可能なことを確認した。

本法は血液, 尿ばかりでなく各種臓器組織等の生体試料中, あるいは土壌, 河川等の環境汚染物中からの I 及び II の定量への応用が期待される。

* 岐阜県警察本部鑑識課