

文章编号:1671-6833(2013)04-0094-05

朝藿定 C 的 NMR 数据解析

张海艳¹, 康建勋², 董建军¹, 赵天增¹, 吴鸣建³

(1. 河南省科学院 天然产物重点实验室, 河南 郑州 450002; 2. 郑州大学 化学系化学分子工程学院, 河南 郑州 450001; 3. 郑州大学 化工与能源学院, 河南 郑州 450001)

摘要: 用 NMR 数据解析方法对 8-异戊烯基黄酮醇苷类化合物朝藿定 C (Epimedin C) 的结构进行研究. 联合应用一维 NMR (¹H NMR/¹³C NMR/DEPT) 和二维 NMR (¹H-¹H COSY/HSQC/HMBC) 技术对朝藿定 C 进行归属指认. 朝藿定 C 所有的 ¹H 和 ¹³C NMR 数据 (包括异戊烯基和糖单元), 得到了详细解析和全归属, 其结构得到了进一步确证. 为该类药物异戊烯基和糖单元的结构鉴定提供了可靠的解析方法.

关键词: NMR; 归属; 2D NMR; 朝藿定 C

中图分类号: TQ460 **文献标志码:** A **doi:**10.3969/j.issn.1671-6833.2013.04.022

0 引言

朝藿定 C (Epimedin C) 为 8-异戊烯基黄酮醇苷类化合物, 具有很好的心血管保护和抗骨质疏松药理活性^[1]. 迄今已从小檗科淫羊藿属植物 *Epimedium koreanum*^[2], *Epimedium sagittatum*^[3], *Epimedium diphylum*^[4], *Epimedium sutchuenense*^[5], *Epimedium wanshanense*^[6], *Epimedium brevicornum*^[7], 川鄂淫羊藿^[8], *Epimedium hunanense*^[9], 粗毛淫羊藿^[10], 黔岭淫羊藿^[11] 中, 均发现该化合物的存在. 其 δ_H 、 J_{HH} 、 δ_C 数据已有报道^[2, 11], 但其归属详细解析过程和数据未见报道, 且糖单元 ¹H NMR 数据很不充分.

笔者对其进行了 ¹H 和 ¹³C NMR 测定, 并通过 DEPT 和 ¹H-¹H COSY、HSQC、HMBC 等 2D NMR 技术对其所有的 ¹H 和 ¹³C NMR 信号进行了全归属和详细解析, 着重指出了异戊烯基和糖单元的 NMR 数据特征.

1 实验部分

所有 NMR 实验均在 Bruker DPX 400 型核磁共振仪上进行. ¹H NMR 的工作频率为 400 MHz, ¹³C NMR 的工作频率为 100.577 MHz, 以

DMSO-d₆ 为溶剂.

质谱 ESI-MS 用 Waters Micromass 公司 Q-Tof Micro™ 型高分辨质谱仪测定.

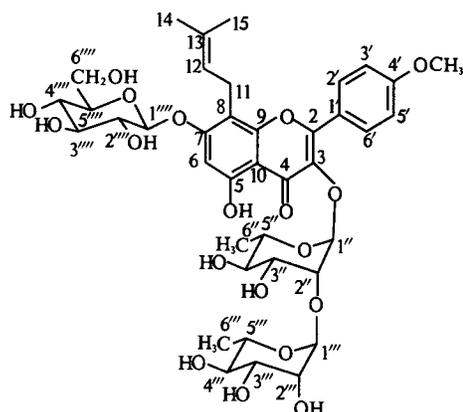


图 1 朝藿定 C 的结构

Fig. 1 The structure of Epimedin C

2 结果与讨论

试样为黄色粉末. 用高分辨质谱 (HRESI-MS) 确定其分子式为 C₃₉H₅₀O₁₉ ($m/z = 823.3053$ [M + H]⁺, calcd. for C₃₉H₅₁O₁₉ 823.3022; m/z 845.2844 [M + Na]⁺, calcd. for C₃₉H₅₀O₁₉Na 845.2841).

收稿日期:2012-11-20; 修订日期:2012-12-20

基金项目:河南省重大科技攻关计划资助项目(112101310600)

作者简介:张海艳(1982-),女,河南郑州人,河南省科学院副研究员,博士后,主要从事天然产物化学和波谱解析研究.

通信作者:赵天增(1941-),男,河南郑州人,教授,博士生导师,主要从事天然产物化学和核磁共振波谱解析的研究, E-mail: tianzeng_zhao@163.com.

朝藿定 C 的 $^1\text{H-NMR}$ 中, δ_{H} 6.66 (1H, s) 为黄酮苷元 A 环 C-6 位质子信号, 7.91 (2H, d, $J=8.8$ Hz), 7.14 (2H, d, $J=8.8$ Hz) 分别为 C 环 AA'BB' 自旋系统中 C-2', 6' 和 C-3', 5' 位的质子信号, 3.87 (1H, s) 为 C 环 C-4' 位甲氧基质子信号, 1.62 (3H, s), 1.70 (3H, s), 3.51 (1H, dd), 3.59 (1H, dd), 5.18 (1H, t, $J=6.7$ Hz) 为异戊烯基上的甲基、亚甲基和烯基质子信号, 12.64 (1H, s) 为 OH-5 的质子信号. δ_{H} 0.83 (3H, d, $J=5.2$ Hz), 1.12 (3H, $J=6.0$ Hz) 分别为 2 个鼠李糖的 6 位甲基质子信号, 5.40 (1H, d, $J=1.0$ Hz), 4.90 (1H, brs) 分别为 2 个鼠李糖的端位质子信号; δ_{H} 5.02 (1H, d, $J=7.1$ Hz) 为葡萄糖的端位质子信号; 显示朝藿定 C 含有 3 个糖单元.

朝藿定 C 的 $^{13}\text{C-NMR}$ 数据显示 39 个碳信号. DEPT 显示 5 个甲基碳信号、2 个亚甲基碳信号; 21 个叔碳信号; 11 个季碳信号. 其中, δ_{C} 55.4 为 C 环 4' 位甲氧基碳信号, 25.4, 17.8, 21.3, 122.1, 131.0 分别为异戊烯基上 14、15 位甲基碳、11 位亚甲基和 12、13 位双键碳信号; 159.0, 160.5, 108.3, 152.9, 105.5 分别为 A 环 5, 6, 7, 8, 9 和 10 位苯环碳信号, 130.5×2 , 114.0×2 , 161.4 分别为 C 环 1', 2' 和 6', 3' 和 5', 4' 位苯环碳信号, 178.1 为 B 环 C-4 羰基信号, 157.2, 134.5 为 B 环 C-2、C-3 信号. δ_{C} 17.4 和 17.5 为 2 个鼠李糖的甲基碳信号; δ_{C} 60.5 为葡萄糖的 6 位亚甲基碳信号; δ_{C} 100.4、100.6、101.5 分别为葡萄糖和 2 个鼠李糖的端位碳信号; 68.7 至 77.1 共有 12 条碳峰, 为 1 个葡萄糖和 2 个鼠李糖的其它糖信号, 显示朝藿定 C 含有 3 个糖单元, 与氢谱结论一致.

朝藿定 C 的甲基碳和甲基氢归属不易区分, 其归属区分如下^[12]: 处于双键顺式的 C-15 与 C-11 之间的 γ -效应较强, 导致 C-15 的 δ_{C} 值相对较低; 处于双键反式的 C-14 与 C-11 之间的 γ -效应较低, 导致 C-14 的 δ_{C} 值相对较高. H-14 和 H-15 的区分则基于上述结果通过 HMBC^[20] 确定. HMBC 显示 C-8 与 H-11a、H-11b 相关, 同时由于 C-8 与 H-14、H-15 形成高丙烯体系^[17], C-8 也与 H-14、H-15 相关, 从而证明了异戊烯基的连接位置.

朝藿定 C 具有 1 个葡萄糖和 2 个鼠李糖, 其 NMR 数据解析主要应是如何区分 3 个糖的 NMR 数据归属. 具体分析如下:

HMBC 显示 δ_{C} 134.5 (C-3) 与 δ_{H} 5.40 相关, 证明 δ_{H} 5.40 归属 H-1", HSQC 显示 δ_{C} 100.6 与 δ_{H} 5.40 (1H, d, $J=1.0$ Hz) 相关, 证明 δ_{C} 100.6 归属

C-1". $^1\text{H-}^1\text{H COSY}$ 显示 δ_{H} 5.40 (H-1") 与 4.14 相关, 证明 δ_{H} 4.14 归属 H-2"; HSQC 显示 δ_{C} 75.5 与 δ_{H} 4.14 相关, 证明 δ_{C} 75.5 归属 C-2"; HMBC 显示 δ_{C} 75.5 与 δ_{H} 4.99 相关, 证明 δ_{H} 4.99 归属 OH-3"; $^1\text{H-}^1\text{H COSY}$ 显示 δ_{H} 4.99 与 3.62 相关, 证明 δ_{H} 3.62 归属 H-3", δ_{H} 3.62 与 3.16 相关, 证明 δ_{H} 3.16 归属 H-4". 与淫羊藿苷 $^1\text{H-NMR}$ 数据相比, δ_{H} 0.83 应归属鼠李糖 H-6", $^1\text{H-}^1\text{H COSY}$ 显示 δ_{H} 0.83 与 3.16 相关, 证明 H-5" 的化学位移为 3.16. 至此, C-3 位鼠李糖的 $^1\text{H-NMR}$ 数据全部得到归属, 再通过 HSQC 数据, δ_{C} 70.0/ δ_{H} 3.62, 71.3/3.16, 70.6/3.16, 17.4/0.83, 其 $^{13}\text{C-NMR}$ 数据也可得到全部归属.

HMBC 显示 δ_{C} 101.5 与 δ_{H} 4.14 (H-2")、4.71 (OH-2") 相关, 证明 δ_{C} 101.5 归属 C-1", 同时证明 2 个鼠李糖相连且为 1 \rightarrow 2 相连. HSQC 显示 δ_{C} 101.5 与 δ_{H} 4.90 (1H, brs) 相关, 证明 δ_{H} 4.90 归属 H-1". $^1\text{H-}^1\text{H COSY}$ 显示 δ_{H} 4.71 (OH-2") 与 3.70 相关, 证明 δ_{H} 3.70 归属 H-2". δ_{H} 3.70 与 3.38 相关, δ_{H} 3.38 与 3.20 相关, 证明 δ_{H} 3.38 与 3.20 分别归属 H-3" 和 H-4". 由于 δ_{H} 0.83 归属 H-6", 所以 δ_{H} 1.12 应归属另 1 个鼠李糖的 6 位甲基 H-6", $^1\text{H-}^1\text{H COSY}$ 显示 δ_{H} 1.12 与 3.38 相关, 证明 H-5" 的化学位移为 3.38. 至此, 另 1 个鼠李糖的 $^1\text{H-NMR}$ 数据全部得到归属, 再通过 HSQC 数据, δ_{C} 70.2/ δ_{H} 3.70, 70.4/3.38, 69.6/3.20, 68.7/3.38, 17.5/1.12, 其 $^{13}\text{C-NMR}$ 数据也可得到全部归属.

HSQC 显示 δ_{C} 100.4 与 δ_{H} 5.02 (H-1") 相关, HMBC 显示 δ_{C} 160.5 (C-7) 与 δ_{H} 5.02 相关, 说明 δ_{H} 5.02 归属 H-1", δ_{C} 100.4 归属 C-1", 同时说明 1 个葡萄糖连在 C-7 位. $^1\text{H-}^1\text{H COSY}$ 显示 δ_{H} 5.02 (H-1") 与 3.33 相关, 证明 δ_{H} 3.33 归属 H-2", 由于 δ_{H} 3.33 含有 2 个氢, 表明 δ_{H} 3.33 还归属另一氢. HSQC 显示 δ_{C} 60.5 与 δ_{H} 3.47, 3.74 相关, 表明 δ_{H} 3.47, 3.74 归属 H-6". $^1\text{H-}^1\text{H COSY}$ 显示 δ_{H} 3.43 与 3.74, 3.20 相关, 3.20 又与 3.33 相关, 证明 3.43 归属 H-5", 3.20 归属 H-4", 3.33 的另一个氢归属 H-3". 至此, 与 C-7 相连的葡萄糖的 $^1\text{H-NMR}$ 数据全部得到归属, 再通过 HSQC 数据, δ_{C} 73.3/ δ_{H} 3.33, 76.5/3.33, 71.8/3.20, 77.7/3.43, 参照淫羊藿苷^[17] 数据, 其 $^{13}\text{C-NMR}$ 数据也可得到全部归属.

朝藿定 C 的 $^1\text{H-}^{13}\text{C-NMR}$ 数据解析结果见表 1.

表1 朝藜定C的 ^1H NMR, ^{13}C NMR, HSQC, ^1H - ^1H COSY和HMBC数据(DMSO- d_6 , δ)
 Tab.1 ^1H NMR, ^{13}C NMR, HSQC, ^1H - ^1H COSY和HMBC data of Epimediniin C in DMSO- d_6

Position	δ_c (100 MHz)	δH (400 MHz)	HSQC	^1H - ^1H COSY	HMBC
2	157.2	—	—	—	2', 6' [$^3J(\text{C}, \text{H})$]
3	134.5	—	—	—	1" [$^3J(\text{C}, \text{H})$]
4	178.1	—	—	—	6 [$^4J(\text{C}, \text{H})$], OH-5 [$^4J(\text{C}, \text{H})$]
5	159.0	—	—	—	6 [$^3J(\text{C}, \text{H})$], OH-5 [$^2J(\text{C}, \text{H})$]
OH-5	—	12.64* (10H, s)	—	—	—
6	98.0	6.66 (1H, s)	+	+	OH-5 [$^3J(\text{C}, \text{H})$]
7	160.5	—	—	—	11a [$^3J(\text{C}, \text{H})$], 11b [$^3J(\text{C}, \text{H})$], 1" [$^3J(\text{C}, \text{H})$], 6 [$^2J(\text{C}, \text{H})$]
8	108.3	—	—	—	14 [$^5J(\text{C}, \text{H})$], 15 [$^3J(\text{C}, \text{H})$], 11a [$^2J(\text{C}, \text{H})$], 11b [$^2J(\text{C}, \text{H})$], 12 [$^3J(\text{C}, \text{H})$], 6 [$^3J(\text{C}, \text{H})$]
9	152.9	—	—	—	11a [$^3J(\text{C}, \text{H})$], 11b [$^3J(\text{C}, \text{H})$], 6 [$^4J(\text{C}, \text{H})$]
10	105.5	—	—	—	6 [$^3J(\text{C}, \text{H})$], OH-5 [$^3J(\text{C}, \text{H})$]
1'	122.0	—	—	—	3', 5' [$^3J(\text{C}, \text{H})$]
2', 6'	130.5	7.91 (2H, d, 8.8)	+	H-3', 5'	6', 2' [$^3J(\text{C}, \text{H})$]
3', 5'	114.0	7.14 (2H, d, 8.8)	+	H-2', 6'	5', 3' [$^3J(\text{C}, \text{H})$], 2', 6' [$^2J(\text{C}, \text{H})$]
4'	161.4	—	—	—	OCH ₃ [$^2J(\text{C}, \text{H})$], 3', 5' [$^2J(\text{C}, \text{H})$], ……2', 6' [$^3J(\text{C}, \text{H})$]
OCH ₃	55.4	3.87 (3H, s)	+	—	—
11	21.3	3.51* (1H, dd, 11.8, 6.7, H-11a)	+	H-11b, H-12	12 [$^2J(\text{C}, \text{H})$]
		3.59* (1H, dd, 11.8, 6.7, H-11b)	+	H-11a, H-12	
12	122.1	5.18 (1H, brt, 6.7)	+	H-14, H-15, H-11a, H-11b	14 [$^3J(\text{C}, \text{H})$], 15 [$^3J(\text{C}, \text{H})$], 11a [$^2J(\text{C}, \text{H})$], 11b [$^2J(\text{C}, \text{H})$]
13	131.0	—	—	—	14 [$^2J(\text{C}, \text{H})$], 15 [$^3J(\text{C}, \text{H})$], 11a [$^3J(\text{C}, \text{H})$], 11b [$^3J(\text{C}, \text{H})$]
14	25.4	1.62 (3H, brs)	+	H-12	15 [$^2J(\text{C}, \text{H})$], 12 [$^3J(\text{C}, \text{H})$]
15	17.8	1.70 (3H, brs)	+	H-12	14 [$^2J(\text{C}, \text{H})$], 12 [$^3J(\text{C}, \text{H})$]
1"	100.6	5.40 (1H, d, 1.0)	+	H-2"	2" [$^2J(\text{C}, \text{H})$]
2"	75.5	4.14 (1H, brd, 1.0)	+	H-1"	1" [$^3J(\text{C}, \text{H})$], OH-3" [$^3J(\text{C}, \text{H})$], 1" [$^2J(\text{C}, \text{H})$]
3"	70.0	3.62* (1H, m)	+	H-4", OH-3"	4" [$^2J(\text{C}, \text{H})$], 5" [$^3J(\text{C}, \text{H})$], 2" [$^2J(\text{C}, \text{H})$], OH-4" [$^3J(\text{C}, \text{H})$], OH-3" [$^2J(\text{C}, \text{H})$], 1" [$^3J(\text{C}, \text{H})$]
OH-3"		4.99* (10H, d, 5.2)	—	H-3"	
4"	71.3*	3.16* (1H, m)	+	H-3", OH-4"	6" [$^3J(\text{C}, \text{H})$], 5" [$^2J(\text{C}, \text{H})$], 3" [$^2J(\text{C}, \text{H})$], 2" [$^3J(\text{C}, \text{H})$], OH-4" [$^2J(\text{C}, \text{H})$], 1" [$^4J(\text{C}, \text{H})$]
OH-4"		4.89* (10H, d, 5.2)	—	H-4"	—
5"	70.6*	3.16* (1H, m)	+	H-6"	6" [$^2J(\text{C}, \text{H})$], 4" [$^2J(\text{C}, \text{H})$], OH-4" [$^3J(\text{C}, \text{H})$], 1" [$^3J(\text{C}, \text{H})$]
6"	17.4	0.83 (3H, d, 5.2)	+	H-5"	4" [$^3J(\text{C}, \text{H})$], 5" [$^2J(\text{C}, \text{H})$]
1"	101.5	4.90 (1H, brs)	+	—	2" [$^3J(\text{C}, \text{H})$], OH-2" [$^3J(\text{C}, \text{H})$]
2"	70.2	3.70* (1H, m)	+	H-3", OH-2"	4" [$^3J(\text{C}, \text{H})$], OH-3" [$^3J(\text{C}, \text{H})$], OH-2" [$^2J(\text{C}, \text{H})$], 1" [$^2J(\text{C}, \text{H})$]

续表1

Position	δ_c (100 MHz)	δ_H (400 MHz)	HSQC	1H - 1H COSY	HMBC
OH-2 ^m		4.71 [*] (1OH, d, 4.4)	—	H-2 ^m	—
3 ^m	70.4 ^b	3.38 [*] (1H, m)	+	H-4 ^m , H-2 ^m , OH-3 ^m	4 ^m [² J(C, H)], OH-3 ^m [³ J(C, H)], OH-4 ^m [² J(C, H)], OH-2 ^m [³ J(C, H)], 1 ^m [³ J(C, H)]
OH-3 ^m		4.52 [*] (1OH, d, 5.8)	—	H-3 ^m	—
4 ^m	69.6 ^{**}	3.20 [*] (1H, m)	+	H-3 ^m , H-5 ^m , OH-4 ^m	6 ^m [³ J(C, H)], 3 ^m [⁴ J(C, H)], 5 ^m [² J(C, H)], OH-4 ^m [² J(C, H)]
OH-4 ^m		4.69 [*] (OH-4 ^m , d, 5.6)	—	H-4 ^m	—
5 ^m	68.7 ^{b, **}	3.38 [*] (1H, m)	+	H-6 ^m , H-4 ^m	6 ^m [² J(C, H)], OH-4 ^m [³ J(C, H)], 1 ^m [³ J(C, H)]
6 ^m	17.5	1.12(3H, d, 5.2)	+	H-5 ^m	4 ^m [³ J(C, H)]
1 ^m	100.4	5.02(1H, d, 7.1)	+	H-2 ^m	2 ^m [² J(C, H)], 3 ^m [³ J(C, H)], OH-2 ^m [³ J(C, H)]
2 ^m	73.3	3.33 [*] (1H, m)	+	H-1 ^m , OH-2 ^m	3 ^m [² J(C, H)], OH-2 ^m [³ J(C, H)]
OH-2 ^m	—	5.37 [*] (1OH, d, 4.5)	—	H-2 ^m	—
3 ^m	76.5	3.33 [*] (1H, m)	+	H-4 ^m , OH-3 ^m	4 ^m [² J(C, H)], 2 ^m [² J(C, H)], OH-4 ^m [³ J(C, H)], OH-3 ^m [² J(C, H)]
OH-3 ^m	—	5.15 [*] (1OH, d, 3.8)	—	H-3 ^m	—
4 ^m	71.8 ^{**}	3.20 [*] (1H, m)	+	H-3 ^m , H-5 ^m , OH-4 ^m	—
OH-4 ^m	—	5.08 [*] (1OH, d, 5.2)	—	H-4 ^m	—
5 ^m	77.1	3.43 [*] (1H, m)	+	H-4 ^m , H-6 ^m ^b	OH-4 ^m [³ J(C, H)]
6 ^m	60.5	3.47 [*] (1H, m, H-6 ^m ^a)	+	H-6 ^m ^b , OH-6 ^m	5 ^m [² J(C, H)], OH-6 ^m [² J(C, H)]
		3.74 [*] (1H, m, H-6 ^m ^b)	+	H-5 ^m , H-6 ^m ^a , OH-6 ^m	
OH-6 ^m	—	4.65 [*] (1OH, t, 5.6)	—	H-6 ^m ^a , H-6 ^m ^b	—

注: ^a, ^b 归属可互换; * 为文献中未明确归属的碳氢信号; ** 为文献中归属错误的碳信号。

3 结论

笔者联合运用 1H 、 ^{13}C NMR、DEPT 一维 NMR 技术和 1H - 1H COSY、HSQC、HMBC 二维 NMR 技术对朝藿定 C 所有的 1H 和 ^{13}C NMR 数据进行详细解析和全归属,为该类药物异戊烯基和糖单元的结构鉴定提供了可靠的解析方法。

参考文献:

- [1] CHEN Yan, ZHAO Yan-hong, JIA Xiao-bin, et al. Intestinal absorption mechanisms of prenylated flavonoids present in the heat-processed *Epimedium koreanum* Nakai (Yin Yanghuo) [J]. *Pharm Res*, 2008, 25(9):2190-2199.
- [2] OSHIMA Y, OKAMOTO M, HIKINO H. Epimedin A, B, and C, Flavonol glycosides from *Epimedium koreanum* herbs [J]. *Heterocycles* 1987, 26(4):935-938.
- [3] MIZUNO M, SAKAKIBARA N, HANIOKA S, et al. Flavonol glycosides from *Epimedium sagittatum* [J]. *Phytochemistry* 1988, 27(11):3641-3643.
- [4] MIZUNO M, LINUMA M, TANAKA T, et al. Flavonol glycosides in the roots of *Epimedium diphyllum* [J]. *Phyto-chemistry* 1988, 27(11):3645-3647.
- [5] MIZUNO M, IINUMA M, TANAKA T, et al. Sutchuenoside A: a New Kaempferol Glycoside from the Aerial Parts of *Epimedium sutchuenense* [J]. *J Nat Prod*, 1991, 54(5):1427-1429.
- [6] LI Wen-kui, ZHANG Ru-yi, XIAO Pei-gen. Flavonoids from *Epimedium wanshanense* [J]. *Phytochemistry*, 1996, 43(2):527-530.
- [7] GUO Bao-lin, LI Wen-kui, YU Jing-guang, et al. Brevicornin, a flavonol from *Epimedium brevicornum* [J]. *Phytochemistry*, 1996, 41(3):991-992.
- [8] 郭宝林, 余竟光, 肖培根. 川鄂淫羊藿化学成分的研究 [J]. *中国中药杂志*, 1996, 21(6):353-355.

- [9] LIANG H R, VYORELA H, VUORELA P, et al. Isolation and Immunomodulatory effect of flavonol glycosides from *Epimedium hunanense* [J]. *Planta Med*, 1997, 63, 316 - 319.
- [10] 贾宪声, 吴家其, 茅青. 粗毛淫羊藿根的化学成分研究(II) [J]. *中国中药杂志*, 1998, 23(12): 737 - 739.
- [11] 韩冰, 沈彤, 刘东, 等. 黔岭淫羊藿的化学成分研究 II [J]. *中国药学杂志*, 2002, 37(10): 740 - 742.
- [12] 方起程, 赵天增, 秦海林. 天然药物化学研究 [M]. 北京: 中国协和医科大学出版社, 2006: 28 - 54.

NMR Study on Epimedin C

ZHANG Hai-yan¹, KANG Jian-xun², DONG Jian-jun¹, ZHAO Tian-zeng¹, WU Ming-jian³

(1. Key Laboratory of Natural Products, Henan Academy of Sciences, Zhengzhou 450002, China; 2. The College of Chemistry and Molecular Engineering, Zhengzhou University, Zhengzhou 450001, China; 3. Department of Chemical and Energy Engineering, Zhengzhou University, Zhengzhou 450001, China)

Abstract: Epimedin C, a 8-isopentene flavonol glycoside isolated from *Epimedium speices*, was detected through 1D (¹H, ¹³C NMR and DEPT) and 2D NMR (¹H-¹H COSY, HSQC, and HMBC) techniques. Finally, its ¹H and ¹³C NMR spectra were completely analyzed and assigned and its structure was further identified. This research provided NMR data analysis method and evidences for the identification of 8-isopentene flavonol glycosides, especially the isopentene group and glucose units.

Key words: NMR; assignment; 2D NMR; Epimedin C

(上接第 93 页)

Study on the Optical Properties of Fluorophosphate Glass

CAO Guo-xi¹, HU He-fang², GAN Fu-xi²

(1. Institute of Henan Coal and Chemical Industry Group, Zhengzhou, 450046, China; 2. Shanghai Institute of Optics and Fine Mechanics, Academia Sinica, Shanghai 201800, China)

Abstract: The ultraviolet and infrared optical properties of glasses were studied when BaF₂ was substituted by Ba(PO₃)₂ in fluoroaluminate glass by ultraviolet and infrared spectroscopy methods. Research indicates that, the introduction of Ba(PO₃)₂ can reduce the scattering and the absorption of crystal defects in glass, and causes a migration of ultraviolet absorption edge to short wavelength. However, due to the intrinsic absorption, the ultraviolet absorption edge moves to long wavelength again with the increase of Ba(PO₃)₂ content, and the glass with 1% mole Ba(PO₃)₂ content has the shortest ultraviolet cut-off wavelength. The phosphorus-oxygen bond(P-O) vibration produces a strong absorption peak at about 4700 nm, and the vibration of P-O-H bond results in the absorption peak of 5850 nm, that cause the shift of infrared absorption edge to short wavelength direction. Influenced by hydrogen bonds, the absorption peak of hydroxyl group shifts to longer wavelength, and obviously broadened, reducing the transmission of glass in 3000 ~ 4000 nm scope.

Key words: materials; glass; fluorophosphate; optical property; hydroxyl group