

Northeastern Mexico. *Uses.* Medicinal. *Previous work.* On the aerial portion, no compounds were identified.¹

Present work. The dried and grounded aerial part (3.5 kg) was extracted with light petroleum (30–60°). The light petroleum extract was steam distilled, yielding a greenish essential oil essential oil (0.1%) with and strong odour, d_4^{25} 0.878, n_D^{25} 1.4592, $[\alpha]_{589}^{25}$ +3.1°; $[\alpha]_{578}$ +3.9°; $[\alpha]_{546}$ +4.3°; $[\alpha]_{436}$ +6.7°; $[\alpha]_{365}$ +8.5°, IR, did not show any carbonyl or aromatic bands. 1,8-Cineole (92%) was isolated by preparative GLC (SE-30.5%) and identified by its physical properties, IR, NMR and co-TLC with an authentic specimen. The residue from steam distillation was saponified with KOH–MeOH, the unsaponifiable was taken with isopropyl ether and this solution was submitted to column chromatography on silica gel, elution with benzene gave hexacosanol-1, C₂₆H₅₄O, m.p. 74°, identified by m.m.p., IR and NMR of it and its acetate. Elution with CHCl₃ gave sitosterol, identified by direct comparison of it and its acetate with authentic specimens by m.m.p., IR, NMR, and co-TLC.

Acknowledgements—To Forge Foundation for financial assistance to Professor Dr. P. Crabbe from Syntex de México for encouragement and to Dr. Paulino Rojas for identification of the plant material.

¹ L. LEWIS and G. B. CARROLL, *J. Am. Pharm Assoc.* **39**, 591 (1950).

Phytochemistry, 1972, Vol. 11, pp. 2630 to 2631. Pergamon Press. Printed in England.

ISORHAMNETIN-3-GLYKOSIDE IN *EUPATORIUM LEPTOPHYLLUM*

H. WAGNER, M. A. IYENGAR, O. SELIGMANN und L. HÖRHAMMER

Institut für Pharmazeutische Arzneimittellehre der Universität München, München, Karlstr. 29
Germany

und

W. HERZ

Department of Chemistry, Florida State University, Tallahassee, FL 32306, U.S.A.

(Eingegangen 23 Februar 1972)

Key Word Index—*Eupatorium leptophyllum*; Compositae; isorhamnetin-3-galactorhamnoside; isorhamnetin-3-trioside; isorhamnetin-3-β-D-monogalactoside.

Pflanze und Herkunft. *Eupatorium leptophyllum* DC. Gesammelt von Dr. R. K. Godfrey (No. 67979) in der Nähe von Tallahassee, im August 1968. *Bisherige Untersuchung.* Keine über Flavonoide.

Isolierung und Identifizierung der Verbindungen. Die oberirdischen Teile der Pflanze wurden zuerst mit CHCl₃ und dann MeOH extrahiert. Nach Abtrennung des Chlorophylls durch Digerieren der methanolischen Extrakte mit heißem Wasser und Ausschütteln mit CHCl₃, Gewinnung eines Flavongemisches durch Extraktion der wäßrigen Lösung mit Äther und EtOAc, ergibt die Chromatographie des aus EtOAc erhaltenen Mischkristallisates an Kieselgelsäule mit EtOAc–MeOH–H₂O (100:16, 5:13,5) ergibt 3 Hauptglykoside.

Isorhamnetin-3-β-D-monogalactosid wurde durch Vergleich mit authen. Substanz, Hydrolyse, Cochromatographie in 3 Systemen, UV- und IR-Analyse identifiziert.

Isorhamnetin-3-galactorhamnosid. Schmp. 175–177°. $[\alpha]_D^{25} -70,2^\circ$ (c, 0,689 Pyridin). UV: $\lambda_{\max}$ 253, 269 sch, 297, 343 (MeOH), $\lambda_{\max}$ 275, 326, 380 (NaAOc). IR: Carbonyl-1640 cm^{-1} , Hydroxyl-2400–3600 cm^{-1} . NMR: DMSO- d_6 , H-2'- δ = 8,06 ppm (d) J = 2 Hz, H-6'- δ = 7,58 ppm (q) J = 9, J = 2, H-5'- δ = 6,97 ppm (d) J = 9, H-8- δ = 6,51 (d) J = 2, H-6- δ = 6,28 (d) J = 2, CH-1 Galactose δ = 5,48 (d) J = 7, CH-1 Rhamnose δ = 4,49 (s) br, OCH₃-Zucker δ = 3,0–4,1, CH₃-Rhamnose δ = 1,12 (d) J = 6; C₂₈H₃₂O₁₆ (624,536); ber. C, 53,85; H, 5,16; gef. C, 54,00; H, 5,05%. Hydrolyse mit HCl (5%) 1 Std. Isorhamnetin, Galactose und Rhamnose. Ein 3-Galactorhamnosid des Isorhamnetins wurde unseres Wissens bis jetzt nicht beschrieben*¹.

Isorhamnetin-3-triosid. Schmp. 153–155° $[\alpha]_D^{25} -96,8^\circ$ (c, 0,929 Pyridin). UV: $\lambda_{\max}$ 253, 268 sch, 302 sch, 354 (MeOH). IR: Carbonyl-1650 cm^{-1} , Hydroxyl-2500–3600 cm^{-1} . NMR: DMSO- d_6 , H-2'- δ = 8,12 (d) J = 2, H-6'- δ = 7,60 (q) J = 9, J = 2, H-5'- δ = 7,0 (d) J = 9, H-8- δ = 6,51 (d) J = 2, H-6- δ = 6,30 (d) J = 2, CH-1 des Trisaccharides- δ = 5,80 (d) J = 7, δ = 5,16 (s) br, δ = 4,55 (s) br, OCH₃- δ = 4,02 (s), CH-Zucker- δ = 3,0–4,2, CH₃-Rhamnose δ = 0,8–1,3. C₃₄H₄₂O₂₀ (770,68); ber. C, 52,98; H, 5,50; gef. C, 52,00; H, 5,71%.

Acetylierung mit Essigsäureanhydrid und Pyridin liefert ein Undecaacetat: Schmp. 124–126°. NMR: CDCl₃, H-2'- δ = 7,88 (d) J = 2, H-6'- δ = 7,70 (q) J = 9, J = 2, H-8'- δ = 7,36 (d) J = 2, H-5'- δ = 7,19 (d) J = 9, H-6- δ = 6,9 (d) J = 2. Zuckerprotonen- δ = 3,3–5,7, OCH₃- δ = 3,95, OAc-5- δ = 2,52, OAc-4'- δ = 2,33, OAc-Zucker δ = 1,91–2,14, CH₃-Rhamnose- δ = 0,90–1,17. C₅₆H₆₄O₃₁ (1233,072); ber. C, 54,55; H, 5,23; gef. C, 54,50; H, 5,24%.

Hydrolyse mit HCl (5%) 1 Std. Isorhamnetin, Galactose, Rhamnose und Glucose. Ein Isorhamnetin-triglykosid^{1,2} mit den Zuckerkomponenten Glucose, Galactose und Rhamnose wurde bereits beschrieben, doch ist eine Identität auf Grund der wenigen Literaturdaten nicht gesichert. Die Ermittlungen über die Verknüpfungsweise der Zucker in dem Trisaccharid werden fortgeführt.

Zur Chemotaxonomie der *Eupatorium* Arten: Während wir in 9 Arten nur 3-Glykoside des Kämpferols und Quercetins³ bzw. Vicenin⁴ gefunden haben, zeigt die vorliegende Art bemerkenswerterweise nur Isorhamnetin-Abkömmlinge.

Anerkennung—Diese Arbeit wurde teilweise gefördert durch einen Grant des U.S. Public Health Service (Rg-GM-05814).

*Isorhamnetin-3-rutinosid (Narcissin) wurde bereits in unserem Arbeitskreise synthetisiert.

¹ H. G. ARNDT, Dissertation, München Universität (1965).

² G. TAPPI und E. MENZIANI, *Gazz. Chim. Ital.* **85**, 694 (1955).

³ H. WAGNER, M. A. IYENGAR, L. HÖRMAMMER und W. HERZ, *Phytochem.* **11**, 1504 (1972).

⁴ H. WAGNER, M. A. IYENGAR, P. DÜLL und W. HERZ, *Phytochem.* **11**, 1506 (1972).