

Young shoots of *S. racemosa* L. and *S. canadensis* L. (collected on 19 April and 1 May) were treated in the same way to give 0.1% and ca 0.05% morroniside, respectively. No cyanogenic glucosides were found in these species. Morroniside could not be detected either in fully developed foliage of the three species nor in green fruits of *S. nigra* (PMR and TLC of the glucoside fractions).

Sources. *S. nigra* (voucher numbers IOK 30/72; IOK 3/73; IOK 5/73; IOK 8/73–12/73); various localities on Sjælland, Denmark; *S. racemosa* (IOK 1/72; IOK 4/73); Geels Bakke near Copenhagen, Denmark. *S. canadensis* (IOK 158/72; IOK 7/73) Hørsholm Arboretum, Denmark. Vouchers have been deposited at the Botanical Museum of the University of Copenhagen, Denmark.

Acknowledgements.—The authors are grateful to Dr. E. Hartmann, the Arboretum, Hørsholm for providing material of *Sambucus canadensis*, and to Dr. K. Rahn, the Botanical Museum, Copenhagen for botanical identifications of the plants.

Phytochemistry, 1974, Vol. 13, pp. 518 to 519. Pergamon Press. Printed in England.

3,4'-DIHYDROXYPROPIOPHENON-3- β -D-GLUCOPYRANOSID AUS *BETULA ALBA*

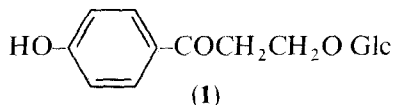
RUDOLF TSCHESCHE, ARTUR HARZ und GÜNTER WULFF

Institut für Organische Chemie und Biochemie der Universität Bonn

(Eingegangen 4. September 1973. Angenommen 1. Oktober 1973)

Key Word Index.—*Betula alba*; Betulaceae; glycosides; 3,4'-Dihydroxypropiophenon-3- β -D-glucopyranosid

Aus den Blättern von *Betula alba* wurde das erstmals beobachtete 3,4'-Dihydroxypropiophenon-3- β -D-glucopyranosid (**1**) isoliert. Durch enzymatische Hydrolyse ging **1** in 3,4'-Dihydroxypropiophenon (**2**) über. **2** war erstmals bei der Synthese von Chromanon¹ als Nebenprodukt aufgetreten. Die früheren Autoren konnten jedoch nicht klären, ob es sich um 3,4'-Dihydroxypropiophenon oder 3,2'-Dihydroxypropiophenon handelte.



Die Strukturermittlung des Aglykons erfolgte durch IR-, NMR-, UV- und Massenspektroskopie von **2** und des **2**-diacetats. Die Verknüpfungsstelle der D-Glucose mit dem Aglykon wurde durch NMR-Spektroskopie des **1**-pentaacetats, durch UV-Spektroskopie von **1** und durch die Farbreaktion von **1** mit FeCl₃ ermittelt. Die D-Glucose wurde papierchromatographisch nachgewiesen und die Anzahl der Glucoseeinheiten durch

¹ MAYER, F. und VAN ZUTHIPHEN, L. (1924) *Chem. Ber.* **57**, 200.

NMR- und massenspektroskopische Messung des peracetylierten **1** bestimmt. Die β -glykosidische Verknüpfung ergab sich aus der Spaltbarkeit mit β -Glucosidase.²

Nach dem für Saponine üblichen Aufarbeitungswege gelang es nicht, aus *Folia Betula* Saponine zu isolieren, deren Vorkommen in der Literatur angegeben worden ist.^{3,4}

EXPERIMENTELLES

900 g Rohextrakt, bezogen von der Fa. H. Finzelberg's Nachfolger, Andernach, suspendierte man in H_2O , schüttelte zur Entfernung unpolarerer Substanzen mit $CHCl_3$ und anschließend mehrmals mit *n*-BuOH aus. Die BuOH-phasen wurden zur Trockne gebracht und der erhaltene Rückstand (165 g) zur Abtrennung der Farbstoffe über Al_2O_3 mit $CHCl_3$ -MeOH- H_2O (13:7:2)⁵ filtriert. Es fielen 77 g Substanzgemisch an, das an Kieselgel mit einem $CHCl_3$ -MeOH- H_2O -Gemisch steigender Polarität (13:4:2, 13:5:2, 13:7:2) chromatographiert wurde; Ausbeute: 2 g **1**.

3,4'-Dihydroxypropioiphenon. Schmp. 142° (Aceton); $(C_9H_{10}O_3)$ (166,2), ber.: C, 65,06; H, 6,02, gef.: C, 65,19; H, 6,04%. UV (MeOH) λ_{max} : 276 nm, $\log \epsilon = 4,18$, 219 nm, $\log \epsilon = 4,04$. IR (KBr): 3430 und 3110 cm^{-1} (Hydroxyl), 1640 cm^{-1} (Carbonyl). Molmassenpeak bei $m/e = 166$.

3,4'-Dihydroxypropioiphenon diacetat. Schmp. 81° (Benzol/Petrol-äther); IR ($CHCl_3$): 1750, 1730 und 1670 cm^{-1} (CO). Molmassenpeak bei $m/e = 250$. NMR: (in $CDCl_3$, alle Angaben in ppm der δ -Skala): (a) 2,05 (s, 3H), (b) 2,35 (s, 3H), (c) 3,3 (t, J 6, 2H), (d) 4,5 (t, J 6, 2H), (e) 7,1–8,0 (2d, J 9, 4H); Zuordnung der Signale: (a) und (b): Acetylprotonen an C-3 und C-4', (c) und (d): Methylenprotonen an C-2 und C-3, (e): aromatische Protonen an den C-Atomen 2', 3', 5', 6'.

3,4'-Dihydroxypropioiphenon-3- β -D-glucopyranosid. Schmp. 158 – 164° (MeOH); $[\alpha]_D^{21} -20,1^\circ$ (c 1,0 MeOH); $(C_{15}H_{20}O_8)$ (328,3), ber.: C, 54,88 H, 6,10, gef.: C, 55,17; H, 6,18%. UV (MeOH), λ_{max} : 278 nm, $\log \epsilon = 4,16$, 219 nm, $\log \epsilon = 4,0$, nach Zugabe von NaOMe: 326 nm, $\log \epsilon = 4,29$, 235 nm, $\log \epsilon = 3,73$; IR (KBr): 3320 cm^{-1} (OH), 1640 cm^{-1} (CO).

3,4'-Dihydroxypropioiphenon-3- β -D-glucopyranosid pentaacetat. IR ($CHCl_3$): 1750 und 1670 cm^{-1} (Carbonyl); Molmassenpeak bei $m/e = 538$; NMR ($CDCl_3$): (a) 1,9–2,1 (4s, 12H), (b) 2,3 (s, 3H), (c) 3,1–5,25 (m, 11H), (d) 7,2–8,1 (2d, 4H); Zuordnung der Signale: (a): Acetylprotonen der peracetylierten D-Glucose (b): Acetylprotonen an C-4', (d): aromatische Protonen an den C-Atomen 2', 3', 5', 6'. **1** und **2** gaben in wäßriger Lösung mit $FeCl_3$ eine violette Färbung.

² LEGLER, G. (1967) *Z. Physiol. Chem.* **348**, 1359.

³ KROEBER, L. (1924) *Pharm. Zentral.* 200.

⁴ KOFLER, L. und STEIDL, G. (1934) *Arch. Pharm.* 302.

⁵ KAWASAKI, T. und MIYAHARA, K. (1963) *Chem. Pharm. Bull., Tokyo* **11**, 1546.

CUSCOHYGRINE: A CONSTITUENT OF THE ROOTS OF SOME BRITISH CONVULVULACEAE

WILLIAM C. EVANS and AIM-ON SOMANABANDHU

Department of Pharmacy, University of Nottingham, NG7 2RD

(Received 20 August 1973. Accepted 20 September 1973)

Key Word Index—*Calystegia sepium*; *Calystegia soldanella*; *Calystegia sylvestris*; *Convolvulus arvensis*; Convolvulaceae; bindweeds; cuscohygrine.

Plants. *Calystegia sepium* (L.) Roem. and Schult., "Larger bindweed". Roots collected as weed of cultivated land, early summer, white flowered variety; voucher specimen UNPH 101. *Calystegia sylvestris* (Willd.) Roem. and Schult., "Larger bindweed". Collected