

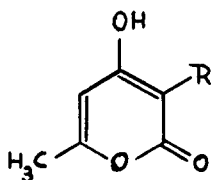
ISOLIERUNG, STRUKTUR UND SYNTHESE VON DHELWANGIN

E. Klein und W. Rojahn

Forschungslaboratorium der Dragoco, Holzminden

(Received in Germany 20 April 1969; received in UK for publication 8 May 1969)

Untersuchungen der alkalilöslichen Inhaltsstoffe des wasserdampf-flüchtigen Oeles aus den Blättern von *Pogostemon patchouli* Pell. (indonesisch: dehlum wangi) führten zur Isolierung einer bakteriziden Substanz, für die wir den Namen Dhelwangan (I) vorschlagen. Diese Substanz ist zu 0,25 % im Patchouliöl enthalten und scheint für dessen, seit langer Zeit bekannter bakterizider Wirkung (1) verantwortlich zu sein. Ausgehend von 8 kg Patchouliöl konnten wir 176 g alkalilösliche Bestandteile isolieren, aus denen die Carbonsäuren mit 10%iger Natriumcarbonatlösung entfernt wurden. Die säulenchromatographische Auftrennung der verbliebenen 40 g Phenole und Laktone an Kieselgel (Benzol, Chloroform 1:1) lieferte 20 g (0,25 % des Gesamtöles) Dhelwangan (Schmp. 41-41,6°). Das UV-Spektrum [EtOH, λ_{\max} 225 m μ ($\epsilon = 10300$) und 310 m μ ($\epsilon = 12630$)] und das IR-Spektrum (850, 990, 1555, 1610, 1639, 1715 cm $^{-1}$) zeigten Absorptionen, die auch charakteristisch für die Spektren der Dehydracetsäure (II) (2) sind.



I, R = COCH₂CH₂CH (CH₃)₂

II, R = COCH₃

III, R = H

Im Dhelwangan sollte daher der Pyronring des Triacetsäurelaktons (III) mit einem Acylsubstituenten in α -Stellung zur Laktonecarbonylgruppe vorliegen. Aus dem NMR-Spektrum [CDCl₃, TMS, δ = 0,96 d (6H), 1,60 m (3H), 2,30 d (3H) 3,14 t

(2H), 6,05 q (1H) und 17,0 s (1H)] ging hervor, daß es sich bei dem Substituent R im Dhelwagin um den Isocapronylrest handeln muß. Dies wurde durch Spaltung des Dhelwagin mit 90%iger Schwefelsäure (3) zu Triacetsäurelaktone und Isocapronsäure bewiesen.

Um nun noch den direkten Strukturbeweis zu erhalten, synthetisierten wir das Dhelwagin durch Kondensation von Triacetsäurelaktone mit Isocapronsäureanhydrid in Gegenwart von Pyridin (4) und erhielten dabei in 20%iger Ausbeute das 3-Isocapronyl-6-methyl-4-hydroxy-2-pyron mit Schmp. 41-41,5°, das mit Dhelwagin (Mischschmp. 41-41,5°) identisch war.

Das Dhelwagin ist das erste aus pflanzlichen Stoffen isolierte Homologe der Dehydracetsäure.

Literatur

- (1) G. Gatti und R. Cayola, Riv. ital. essenze profumi 4, 16 (1922)
[C.A. 16, 3731 (1922)]
S. Rideal, E. K. Rideal und A. Sciver, Perfumery Essent. Oil Record 19, 285 (1928) [C.A. 22, 3952 (1928)]
- (2) J. A. Berson, J. Amer. chem. Soc. 74, 5172 (1952)
- (3) J. L. Douglas und T. Money, Tetrahedron 23, 3545 (1967)
- (4) F. Kögl und C. A. Saleminck, Rec. trav. chim. 71, 779 (1952)