

NOTIZEN

**Kämpferol-3-(O-sinapoylsophorosid)-7-glucosid,
ein neues Flavonoid aus *Brassica napus* L.
(Cruciferae)**

Kaempferole-3-(O-sinapoylsophoroside)-7-glucoside,
a New Flavonoid from *Brassica napus* L.
(Cruciferae)

Brigitte Stengel* und Hans Geiger

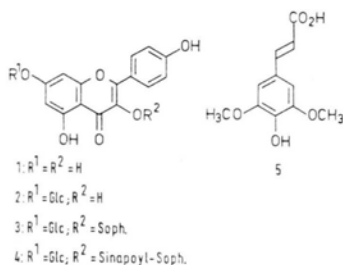
Institut für Chemie der Universität Hohenheim, Stuttgart

(Z. Naturforsch. **31 c**, 622–623 [1976]; eingegangen
am 13. Juli 1976)

Brassica napus L., Cruciferae, Kaempferole-3-(O-sinapoylsophoroside)-7-glucoside, Flavonoids, Acylated Glycosides

Along with kaempferole-3-sophoroside-7-glucoside and some minor flavonoids the hitherto unknown kaempferole-3-(O-sinapoylsophoroside)-7-glucoside has been isolated from the seed of *Brassica napus* L. c. v. Petranova; its structure is proved.

Bei der Identifizierung von Samen der ökonomisch wichtigen *Brassica*-Arten stellt die Dünnschichtchromatographie eine wertvolle Ergänzung der anatomisch-mikroskopischen Untersuchung dar¹. In einer Arbeit über die Flavonoidausstattung verschiedener *Brassica*- und *Sinapis*-Arten wird für verschiedene *B. napus* L. Cultivars Kämpferol-3-sophorosid-7-glucosid (**3**) als Hauptflavonoid angegeben². Untersucht man aber *B. napus* L. nach der l. c.¹ angegebenen Methode, so beobachtet man stets ein weiteres Flavonoid, das einen höheren R_F -Wert besitzt als **3**³. Im Folgenden soll über die Isolierung und Identifizierung dieser bislang unbekannten Flavonoids – Kämpferol-3-(O-sinapoylsophorosid)-7-glucosid (**4**) – berichtet werden.



* Aus der Zulassungsarbeit von cand. rer. nat. B. Stengel, Hohenheim, 1975.

Sonderdruckanforderungen an Prof. Dr. H. Geiger, Chemisches Institut der Universität Hohenheim, Postfach 50, D-7000 Stuttgart-Hohenheim.

Die Isolierung von **3** und **4** erfolgte in Anlehnung an früher beschriebene Methoden^{4–6}, 1 kg gemahlene Samen von *Brassica napus* L. c. v. Petranova wurden mit Petroläther entfettet und bei Raumtemperatur mit 90-prozentigem Methanol erschöpfend extrahiert. Nach dem Entfernen des Lösungsmittels wurde wie l. c.⁴ beschrieben auf eine Säule von Polyamid 6 gegeben und mit Wasser, dem steigende Mengen Methanol zugefügt wurden, erst **3** und dann **4** eluiert. Die **3** bzw. **4** enthaltenden Fraktionen wurden auf ein kleines Volumen eingengt und zum Ausfällen der Sinapiniumionen mit festem NH_4SCN versetzt. Hernach wurde überschüssiges NH_4SCN durch nochmalige Chromatographie über Polyamid 6 abgetrennt. Die weitere Reinigung erfolgte über Säulen von Sephadex LH 20 (Eluens Wasser/Äthanol 1:5 bzw. 1:1) und dPolyvinylpyrrolidon (Eluens Wasser/Methanol 1:9 bzw. 1:1). Schließlich wurden erhalten:

81 mg Kämpferol-3-sophorosid-7-glucosid (**3**).

Aus Methanol/Wasser (1:6) gelbe kugelige Kristallaggregate, die nach Schmelzpunkt und Mischschmelzpunkt (206–210 °C), IR-Spektrum und chromatographischem Verhalten identisch sind mit einem Präparat aus *Equisetum hyemale* L.⁷;

188 mg Kämpferol-3-(O-Sinapoyl-sophorosid)-7-glucosid (**4**).

Aus Methanol/Wasser (1:1) gelbe, glänzende Nadelchen vom Schmelzpunkt 220–225 °C, die 3 mol chlatratartig gebundenen Sauerstoff⁶ enthalten.

$C_{44}H_{50}O_{25} \cdot 3 O_2$ (1074,9)

Ber.: C 49,17 H 4,69;

Gef.: C 48,93 H 4,90.

Im Felddesorptions-Massenspektrum von **4** findet man folgende Ionen: 978 m/e (Molekülionen), 530 m/e (Sinapoylsophorose – H_2O) und 448 m/e (Kämpferol-7-glucosid). Entsprechende Spaltungen glykosidischer Bindungen sind auch schon bei der Massenspektrometrie permethylierter Flavonolglykoside beobachtet worden⁸.

Die vorsichtige alkalische Hydrolyse (0,4-prozentige NaOH einige min bei 70 °C) von **4** liefert **3** und Sinapinsäure (**5**). Bei der sauren Partialhydrolyse (1-prozentige HCl 2 h bei 70 °C) von **4** entstehen hauptsächlich Kämpferol-7-glucosid (**2**) und



Dieses Werk wurde im Jahr 2013 vom Verlag Zeitschrift für Naturforschung in Zusammenarbeit mit der Max-Planck-Gesellschaft zur Förderung der Wissenschaften e.V. digitalisiert und unter folgender Lizenz veröffentlicht: Creative Commons Namensnennung-Keine Bearbeitung 3.0 Deutschland Lizenz.

Zum 01.01.2015 ist eine Anpassung der Lizenzbedingungen (Entfall der Creative Commons Lizenzbedingung „Keine Bearbeitung“) beabsichtigt, um eine Nachnutzung auch im Rahmen zukünftiger wissenschaftlicher Nutzungsformen zu ermöglichen.

This work has been digitalized and published in 2013 by Verlag Zeitschrift für Naturforschung in cooperation with the Max Planck Society for the Advancement of Science under a Creative Commons Attribution-NoDerivs 3.0 Germany License.

On 01.01.2015 it is planned to change the License Conditions (the removal of the Creative Commons License condition “no derivative works”). This is to allow reuse in the area of future scientific usage.

ein Zuckerester von **5**; Kämpferol (**1**), **5** und Glucose entstehen daneben nur spurenweise. Mit diesen Befunden ist nur die angegebene Konstitution von **4** verträglich, jedoch gestatten sie keine Aussage über den Ort der Bindung zwischen Sophorose und Sina-

pinsäure. Die Klärung dieser Frage ist Gegenstand weiterer Untersuchungen.

Herrn G. Schwinger danken wir für die Aufnahme der F.D.-Massenspektren. Dem Fonds der Chemischen Industrie danken wir für die Gewährung von Sachmitteln.

¹ K. W. Perino, Z. für landwirtschaftl. Forschung **25**, 272 [1972].

² A. B. Durkee u. J. B. Harborne, Phytochemistry **12**, 1085 [1973].

³ K. W. Perino, Privat-Mitteilung.

⁴ S. Beckmann u. H. Geiger, Phytochemistry **7**, 1667 [1968].

⁵ H. Geiger u. B. Krumbein, Z. Naturforsch. **28 c**, 773 [1973].

⁶ H. F. Aly, H. Geiger, U. Schücker, H. Waldrum, G. Van der Velde u. T. J. Mabry, Phytochemistry **14**, 1613 [1975].

⁷ S. Reichert u. H. Geiger, unveröffentlicht.

⁸ T. J. Mabry u. K. R. Markham, Mass Spectrometry of Flavonoids, in: The Flavonoids (Hrsg. J. B. Harborne, T. J. Mabry u. H. Mabry), London 1975.