

# 香茶菜二萜成分MACERYATAL B 的晶体结构研究

王钟敏<sup>1</sup> 王 诚<sup>2</sup> 孙汉董<sup>3</sup> 郑启泰<sup>2</sup> 吕 扬<sup>2</sup>

1) 河北建筑工程学院; 2) 中国协和医科大学药物研究所; 3) 中国科学院昆明植物所

**摘 要** 从天然产物中寻找新的化学成分. 应用单晶X射线衍射分析方法对获得的香茶菜二萜成分进行结构分析, 获得了MACERYATAL B分子三维结构. 首次报导晶态下该类化合物的三聚体结构, 为香茶菜二萜分子的结构与活性研究提供了可靠的分子立体结构数据.

**关键词** 香茶菜二萜; X衍射; 立体结构

**中图分类号** O 655

香茶菜属植物中多含具有生理活性的二萜成分<sup>[1]</sup>. 通过分离、提取、纯化获得MACERYATAL B化合物, 分子式为 $C_{22}H_{28}O_6$ . 为确证其分子结构及立体结构数据, 采用单晶X射线衍射分析法.

## 1 材料与实验

**样品制备:** 在乙酸乙酯-石油醚(1:1)混合溶剂系统中获得无色透明片状结晶, 衍射实验用晶体大小为 $0.05 \times 0.20 \times 0.40$ mm.

**衍射实验:** 用MAC DIP-2030K面探测器收集衍射强度数据, MoK $\alpha$  辐射, 石墨单色器, 晶体与IP板距离 $d=100$ mm, 管压50kV, 管流90mA,  $\omega$ 扫描方式, 最大 $2\theta$ 角为 $50.0^\circ$ , 扫描范围为 $0 \sim 180^\circ$ , 回摆角度为 $5^\circ$ , 间隔为 $5^\circ$ , 扫描速度为 $1.5^\circ/\text{min}$ , 每个画面扫描2次, 总计摄取36幅图像, 独立衍射点为5081个, 可观察点( $|F|^2 > 8\sigma|F|^2$ )为5037个.

样品属正交晶系, 空间群为 $P2_12_12_1$ . 晶胞参数: $a=9.5950(2)$ ,  $b=21.2090(12)$ ,  $c=29.9910(16)$ Å. 晶胞体积 $V=6103.2(5)$ Å<sup>3</sup>, 晶胞内分子数 $Z=12$ .

## 2 结构计算

衍射试验获得的信息在微机上用直接法SHELXS解析晶体结构, 从E图上获得50个非氢原子位置, 交迭使用最小二乘法和差值Fourier法获得全部非氢原子位置, 使用最小二乘法修正结构参数和判别原子种类, 用几何计算法和差值Fourier法计算获得全部氢原子位置, 最终可靠因子 $R=0.080$ ,  $R_w=0.082$ ( $w=1/\sigma|F|^2$ ),  $S=2.801$ ,  $(\Delta/\sigma)_{\text{max}}=0.088$ ,  $(\Delta\rho)_{\text{min}}=-0.370\text{e}/\text{Å}^3$ ,  $(\Delta\rho)_{\text{max}}=0.610\text{e}/\text{Å}^3$ , 成键原子数据(略). 最终确定不对称单位化学计量式为 $(C_{22}H_{28}O_6)_3$ , 单个化合物的计算分子量为388.46, 计算晶体密度 $1.109\text{g}/\text{cm}^3$ . 化合物的分子结构见图1~图4.

## 3 分析结果

结构分析结果表明, 样品为香茶菜二萜类化合物(MACERYATAL B), 在一个不对称单位中含3个构型完全相同的化合物分子. MACERYATAL B分子骨架由六元环A(半椅式), B(船式), C(船式), D(船式)和五元环E(信封式)等5个环耦合而成, A/B环反式联结, B/C环顺式联结, C/D环

本文收稿日期: 2002-01-08

第一作者: 女, 1947年生, 教授, 张家口市, 075024

顺式联结, D/E环顺式联结. 分子间存在氢键联系:  $O_2 \cdots O_{6'}$ :  $3.072\text{\AA}(1+x, y, z)$ ,  $O_3 \cdots O_{6''}$ :  $2.812\text{\AA}$ , 分子以氢键作用力和范德华力形成维系分子在晶态下的稳定排列. 晶体分子排列属第一类空间群, 故该化合物应具有旋光活性. 由于衍射实验使用的晶体尺寸太小, 故其衍射能力较弱, 导致结果偏差较大.

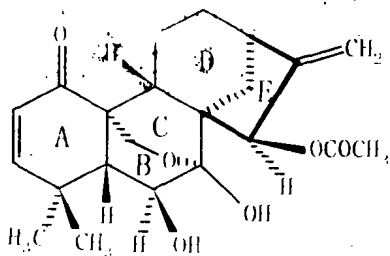


图 1 分子相对构型图

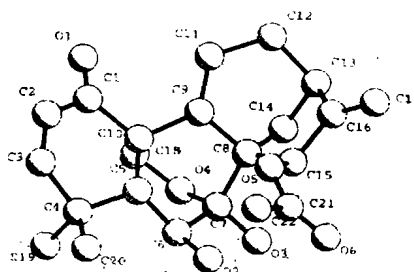


图 2 所示为单分子立体结构投影图

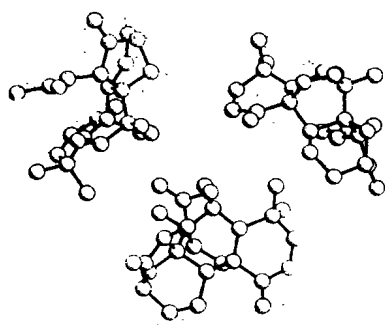


图 3 所示为独立区内分子立体结构投影图

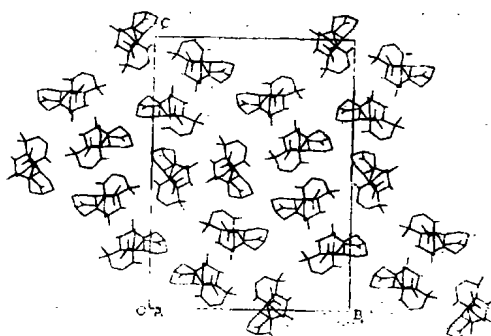


图 4 所示为晶胞内沿a轴方向投影图

### 参 考 文 献

1 卢多, 康文俊, 吕扬等. 叶穗香茶菜甲素与DMF包结物的晶体结构研究. 中国医学科学院学报, 1997, 2

## Study on the Crystal Structure of Maceryatal B

Wang Zhongmin<sup>1</sup> Wang Cheng<sup>2</sup> Sun Handong<sup>3</sup> Zheng Qitai<sup>2</sup> Lu Yang<sup>2</sup>

1) Hebei Institute of Architecture and Civil Engineering

2) Medical Institute, Chinese Academy of Medical Sciences and Peking Union Medical College

3) KunMing Institute of Plant, Chinese Academy of Sciences

**Abstract** To find out a new chemical ingredients from natural material, the structure of obtained Maceryatal B was analysed by single crystal X-ray diffraction analysis method. The three-dimensional molecular structure of Maceryatal B was obtained. The three-dimensional stereo structure of this kind of crystal compound is reported for the first time, which provides the reliable data of the molecular stereo-structure for the research of activation and structure of Maceryatal B's molecule.

**Key words** Maceryatal B; X-ray diffraction; stereo-structure