

ZUR KENNTNIS DER BITTERSTOFFE AUS CNEORACEEN, IV¹⁾

G. Henkel und H. Diercks

Fakultät für Chemie der Universität Bielefeld

D-4800 Bielefeld 1, Universitätsstr.

B. Epe und A. Mondon[†]

Institut für Organische Chemie der Universität Kiel

D-2300 Kiel, Olshausenstr. 40-60

(Received in Germany 27 July 1975; received in Uk for publication 14 August 1975)

Aus *Cneorum pulverulentum* (Vent.) wurden neuartige Sesterterpene isoliert und als Cneorine A-D beschrieben²⁾. Für Cneorin C ergab sich aus spektroskopischen Befunden und chemischen Abbaureaktionen ein Strukturvorschlag, vgl.²⁾. Zur Sicherung der angegebenen Konstitution und Ermittlung der Konfiguration wurde eine Röntgenstrukturanalyse durchgeführt. Als geeignetes Derivat erwies sich ein Diol (C₂₅H₂₈O₉), das durch Umsetzung von Cneorin C mit Osmiumtetroxid in Dioxan erhalten wird; die Verbindung bildet aus Methanol derbe Kristalle vom Schmp. 260°C.

Das Diol kristallisiert orthorhombisch in der Raumgruppe P2₁2₁2₁ mit a = 9.297(3), b = 15.561(3), c = 16.006(3) Å, Z = 4. Zur Intensitätsermittlung wurden auf einem Syntex-P2₁-Vierkreisdiffraktometer 2097 unabhängige Reflexe mit monochromatisierter Mo-Kα-Strahlung im Bereich 2θ:48° vermessen.

Nach Lorentz- und Polarisationsfaktor-Korrekturen wurden die Nettointensitäten zu 1571 beobachteten Struktur Faktoren (F_o ≥ 3.92σ (F_o)) reduziert. Die Lösung der Struktur erfolgte mit Hilfe direkter Methoden³⁾ auf der Basis von 165 normalisierten Struktur Faktoren mit |E| ≥ 1.5. Die Verfeinerung der Ortsparameter aller O- und C-Atome und ihrer anisotropen Temperaturfaktoren erfolgte nach der Methode der kleinsten Fehlerquadrate (R = 0.108). Der anschließend berechneten Differenz-Fourier-Synthese konnten die Lageparameter aller H-Atome ent-

nommen werden. Abschließende Verfeinerungszyklen mit isotropen Temperaturfaktoren der H-Atome konvergierten zu $R = 0.051$ mit $R = \Sigma(|F_o| - |F_c|) / \Sigma|F_o|$. Die absolute Konfiguration wurde nicht bestimmt.

Abb. 1 zeigt eine Projektion eines Diol-Moleküls. Die dazugehörige Stereoformel ist in Formulierung 1 wiedergegeben. Für Cneorin C wird die früher angenommene Struktur bestätigt und darüber hinaus die relative Konfiguration an den chiralen Zentren entsprechend Formulierung 2 festgelegt. Das stereoisomere Cneorin B unterscheidet sich von C in der räumlichen Anordnung des Cyclopropanringes - oder des benachbarten Furylprotons⁴⁾.

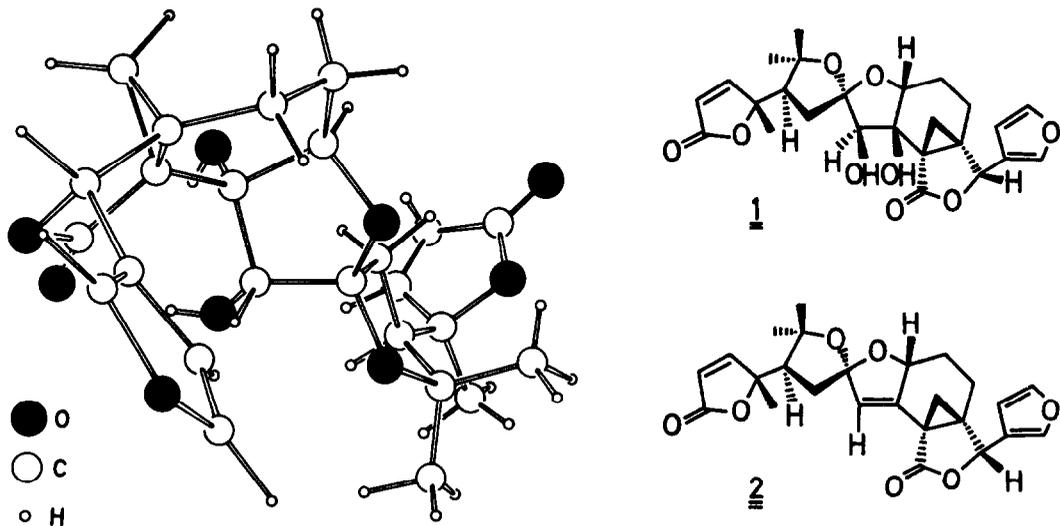


Abb. 1

Literatur

- 1) Inhaltsstoffe der Cneoraceen, VIII. Mitteilung.
- 2) A.Mondon, H.Callsen und B.Epe, *Tetrahedron Letters* **1975**, 703.
- 3) G.Germain, P.Main and M.M.Woolfson, *Acta Cryst.* **A27**, 368 (1971).
- 4) A.Mondon und B.Epe, unveröffentlicht.