

## • 基础研究 •

## 小分子化合物 Salen Mn 的合成及其结构测定

郭金兰 张澄波

[摘要] 目的 合成一种化合物,并对其结构及活性进行测定。方法 采用回流方法,在实验室合成化合物,并通过质谱、红外光谱、核磁共振氢谱分析法对其结构进行检测,并用黄嘌呤氧化酶法测定此化合物的超氧化物歧化酶(SOD)酶活性。结果 质谱分析确定此化合物分子量为 356,红外光谱分析此化合物含有的官能团有-OH、C=N 和苯环的存在,核磁共振氢谱分析证明有金属顺磁性物质锰(Mn)的存在,并具有一定的 SOD 酶活性。结论 可合成一种低分子量的具有 SOD 酶活性的物质。

[关键词] 超氧化物歧化酶;自由基;合成

**Synthesis and structure of the Salen Mn compound** GUO Jin-lan, ZHANG Cheng-bo. *Institution of Rehabilitation Medicine, Chinese Rehabilitation Research Centre, Beijing 100068, China*

[Abstract] **Objective** To synthesize metal complex that exhibits superoxide dismutase (SOD)-like activity and determine its structure. **Methods** This chemical compound was synthesized by means of reflux in laboratory. Its structure was examined by infrared spectra (IR), nuclear magnetic resonance hydrogen spectra (H-NMR) and mass spectra (MS). The activity of the SOD was determined by xanthine oxidase (XOD). **Results** The IR indicated that this complex showed a typical absorption band of -OH, C=N and benzene. The H-NMR reveals the existence of metal ion manganese ( $Mn^{3+}$ , paramagnetic). The molecular weight was 365, which was obtained by EI-MS analysis. And this complex showed SOD-like activity. **Conclusion** A metal complex with low molecular weight and SOD-like activity has been synthesized.

[Key words] superoxide dismutase (SOD); free radical; complex synthesis

中图分类号:R972 文献标识码:A 文章编号:1006-9771(2004)05-0281-02

[本文著录格式] 郭金兰,张澄波.小分子化合物 Salen Mn 的合成及其结构测定[J].中国康复理论与实践,2004,10(5):281-282.

自由基是一类存在于生物系统内种类多、数量大、活性极高的过渡性中间代谢产物<sup>[1]</sup>。在病理状态下,自由基的生成速率大于体内的清除速率,会导致机体过氧化损伤,如心脑血管疾病、癌症、呼吸系统疾病、衰老等。超氧化物歧化酶(superoxide dismutase, SOD)是机体内清除自由基而起保护细胞作用的重要抗氧化酶,但它的作用效果受到半衰期短、分子量大、抗原性等因素的影响。由于它是一种大分子酶,不易迅速透过细胞膜及血脑屏障而发挥抗自由基作用。因而在临床上治疗由于机体内自由基的积累而导致的疾病时,超氧化物歧化酶则存在着很大的局限性。由此,本实验参考国外文献合成了一种低分子量的、能清除自由基的化合物 Salen Mn,并对此化合物的物理性质、结构、SOD 酶活性及稳定性进行研究。为进一步应用于大鼠脑缺血<sup>[2-4]</sup>、缺氧损伤模型评价此化合物的抗自由基功能建立必要的条件。

## 1 材料和方法

### 1.1 Salen Mn 的合成

1.1.1 材料 乙二胺、水杨醛购自 Aldrich 公司,丙酮、乙醇、乙酸锰、氯化钾购自北京化学试剂公司,SOD 酶活性测试试剂盒(100 人份)购自南京生物工程研究所。

作者单位:1.100068 北京市,中国康复医学研究所(郭金兰);2.100054 北京市,首都医科大学生物化学教研室(张澄波)。作者简介:郭金兰(1964),女,甘肃兰州市人,硕士,主管技师,主要研究方向:脑损伤。

1.1.2 配体的形成<sup>[5,6]</sup> 称取乙二胺溶于无水乙醇中,与水杨醛在回流瓶中加热 1 h,用滤纸过滤,无水乙醇洗涤 3 次,吹风机吹干,产率为 48.2%。

1.1.3 化合物的合成 将配体溶于 95%乙醇溶液中,与  $Mn(C_2H_3O_2)_2 \cdot 4H_2O$  加热回流 3 h,混合物在空气中蒸干,沉淀溶于 500 ml 热蒸流水(60℃)中,过滤。称固体 KCl 加入上述溶液中混合,出现棕红色沉淀;将沉淀过滤,烘干,用丙酮洗涤 1 次,风干,即生成所需化合物 Salen Mn,产率为 55.8%。将丙酮洗涤过的沉淀放入 4℃冰箱保存,备用。

1.2 Salen Mn SOD 活性及稳定性测定<sup>[7]</sup> 将合成的 Salen Mn 用高纯水配成 0.5 mg/ml,分装在两支试管中,将两支试管分别编号为 A、B,当天测定 A、B 的 SOD 酶活性,每份样品重复 3 次,然后将 A 管放入 4℃冰箱保存,B 管室温保存。1 天、1 周、1 个月、3 个月时进行活性检测。

### 1.3 Salen Mn 的结构测定

1.3.1 纯度测定 薄层分析:支持剂选用硅胶 G,称薄层硅胶 G 3 g,加 5%羧甲基纤维素钠(CMC)溶液 9 ml,铺板,105℃烘干 2 h 待用。

点样:称 5 mg 样品加丙酮溶解,点 5  $\mu$ l,用展开剂(石油醚:丙酮=3:2)展开、显色。喷 5%磷钼酸乙醇溶液显色,呈兰褐色。

1.3.2 红外光谱分析(IR) 参数为:3450(宽水峰  $\nu_{OH}$ ),1622( $\nu_{C=N}$ ),1600 和 1440(苯环  $C=C$ ),1300( $\nu_{C-O}$ ),908( $\nu_{Mn-O}$ ),778(1,2 取代苯环  $\nu_{C-H}$ )。

