

วิธีทำ



๑. การสกัด (Extraction)

๑ - ๑. การสกัดเอาสารออกจากใบประยงค์ ใช้ใบประยงค์ที่ตากแห้งซึ่งบดละเอียดหนัก ๒ กิโลกรัม นำไปแช่ด้วยปิโตรเลียมอีเทอร์ ๑๑ ลิตรเป็นเวลา ๗ วัน แล้วกรอง นำเอาสิ่งที่กรองได้ไปกลั่นเอาตัวทำละลายออกจนเกือบแห้งได้สารที่มีลักษณะเป็นน้ำมันสีเขียวแก่ ส่วนกากที่เหลือหลังจากแช่ด้วยปิโตรเลียมอีเทอร์ครั้งแรก นำเอาไปสกัดด้วยปิโตรเลียมอีเทอร์ตามวิธีเดิมอีก ๒ ครั้งและทำการแยกเช่นเดียวกัน ผลที่สุดได้สารที่มีลักษณะเป็นน้ำมันหนัก ๗๗ กรัม

๑ - ๒. ส่วนใบประยงค์ที่สกัดด้วยปิโตรเลียมอีเทอร์ ดังหัวข้อ ๑ - ๑. แล้ว นำไปสกัดด้วยอีเทอร์ ๑๐ ลิตรเป็นเวลา ๗ วัน แล้วกรอง นำเอาสิ่งที่กรองได้ไปกลั่นเอาอีเธอร์ออกจนเกือบแห้ง ได้สารที่มีลักษณะเป็นน้ำมันสีเขียวเข้ม ส่วนกากที่เหลือนำไปสกัดด้วยอีเทอร์ตามวิธีเดิมอีก ๒ ครั้งและทำการแยกตามวิธีเดียวกัน ผลที่สุดได้สารที่มีลักษณะเป็นน้ำมันหนัก ๔๒ กรัม

๒. การแยกสาร (Separation)

๒ - ๑. นำเอาสารที่ได้จากการสกัดด้วยปิโตรเลียมอีเทอร์หนัก ๑๗ กรัม ไปละลายในปิโตรเลียมอีเทอร์ (b.p. ๔๐ - ๔๐') ๒๕๐ ml. แล้วผานลงใน Chromatography column ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง ๒ เซนติเมตร ยาว ๔๕ เซนติเมตร ใช้ Alumina (for chromatography ของ Merck's reagent) เป็น Adsorbent, pack column โดยวิธี Wet packing แล้ว elute และแยกเก็บ Fraction ต่าง ๆ ดังต่อไปนี้

ก. เมื่อใช้ปิโตรเลียมอีเทอร์เป็น solvent เก็บ eluate ได้ ประมาณ ๑๕๐๐ ml. เมื่อกลั่นเอาตัวทำละลายออกได้ wax หนัก ๔๒๓ มิลลิกรัม

ข. ๑๐ เปอร์เซ็นต์อีเทอร์ - ปิโตรเลียมอีเทอร์ เก็บ eluate ได้

ประมาณ ๑๐๐๐ ml. แล้วนำไปกลั่นเอาตัวทำละลายออกได้น้ำมันสีเหลืองเข้มหนัก ๑๒๓๕ มิลลิกรัม

ค. ๒๐ เปอร์เซนต์อีเทอร์ - ปีโตรเลียมอีเทอร์ เก็บ eluate ได้ ประมาณ ๑๕๐๐ ml. แล้วนำไปกลั่นเอาตัวทำละลายออกให้เหลือประมาณ ๒๕ ml. ตั้งทิ้งไว้ให้ตกผลึก

ง. ๕๐ เปอร์เซนต์อีเทอร์ - ปีโตรเลียมอีเทอร์ เก็บ eluate ได้ ประมาณ ๑๐๐๐ ml. นำไปกลั่นเอาตัวทำละลายออกให้เหลือประมาณ ๒๕ ml. ตั้งทิ้งไว้ให้ตกผลึก

จ. ๗๕ เปอร์เซนต์อีเทอร์ - ปีโตรเลียมอีเทอร์ เก็บ eluate ได้ ประมาณ ๑๐๐๐ ml. นำไปกลั่นเอาตัวทำละลายออกให้เหลือประมาณ ๒๕ ml. ตั้งทิ้งไว้ให้ตกผลึก

๒ - ๒ สารที่ได้จากการสกัดด้วยอีเทอร์ ตามหัวข้อ ๑ - ๒ หนัก ๒๐ กรัม นำไปละลายในอีเทอร์ ๑๐๐ ml. แล้วนำไปผ่าน Chromatography column ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง ๒ เซนติเมตร ยาว ๓๐ เซนติเมตร ใช้ Alumina (for chromatography ของ Merck's reagent) เป็น Adsorbent, pack column ตามวิธี Wet packing จะได้ band สีต่าง ๆ แล้ว elute ด้วยอีเทอร์จนกระทั่ง band สีเขียวเข้มออกมาหมดเก็บ Fraction นี้ไปกลั่นเอาอีเทอร์ออกให้เหลือประมาณ ๒๕ ml. ปล่อยให้ตั้งไว้ให้ตกผลึก จะได้สารสีขาวใสเป็นผลึกรูปเข็มหนัก ๔๒ มิลลิกรัม

๓. การทำใหม่บริสุทธิ์ (Purification)

๓ - ๑. จาก Fraction ที่ elute ด้วย ๒๐ เปอร์เซนต์อีเทอร์ - ปีโตรเลียมอีเทอร์ (๒ - ๑ ค.) เมื่อปล่อยให้ตั้งไว้ให้ตกผลึกได้สารสีขาวตกผลึกออก

มาปนกับน้ำมันสีเหลือง กรอง ล้างด้วยปิโตรเลียมอีเทอร์จำนวนน้อยเพื่อเอาน้ำมัน
สีเหลืองออก แล้วนำไปตกผลึกในปิโตรเลียมอีเทอร์หลาย ๆ ครั้ง ได้สารสีขาวหนัก
๒๘๓ มิลลิกรัม (๑.๗ เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักจาก Crude extract) m.p.
๘๘ - ๘๐°

ส่วน Mother liquor ที่เหลือจากแยกสาร m.p. ๘๘ - ๘๐° ไป
แล้ว ตั้งทิ้งไว้จนเกือบแห้งได้สารสีขาวตกลงมาปนกับน้ำมันสีเหลืองอีก กรอง ล้าง
น้ำมันสีเหลืองด้วยปิโตรเลียมอีเทอร์จำนวนน้อย แล้วนำไปตกผลึกด้วยปิโตรเลียมอีเทอร์
หลาย ๆ ครั้ง ได้สารหนัก ๓๓๔ มิลลิกรัม (๑.๕ เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักจาก
Crude extract) m.p. ๑๑๓ - ๑๑๔°

๓ - ๒. จาก eluate ๕๐ เปอร์เซ็นต์อีเทอร์ - ปิโตรเลียมอีเทอร์
(๒ - ๑ ง.) เมื่อตั้งทิ้งไว้จนเกือบแห้งจะได้สารสีขาวใสเป็นผลึกรูปเข็มตกลง
มา กรอง ล้างน้ำมันสีเหลืองออกด้วยปิโตรเลียมอีเทอร์ แล้วนำไปตกผลึกใน
Methanol ได้สารหนัก ๑๒ มิลลิกรัม (๐.๐๗ เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักจาก
Crude extract) m.p. ๑๓๓ - ๑๓๔°

๓ - ๓. จาก eluate ๗๕ เปอร์เซ็นต์อีเทอร์ - ปิโตรเลียมอีเทอร์
(๒ - ๑ จ.) เมื่อตั้งทิ้งไว้จนเกือบแห้งได้ผลึกสีขาวตกลงมาปนกับน้ำมัน กรอง
ล้างน้ำมันสีเหลืองออกด้วยปิโตรเลียมอีเทอร์แล้วนำไปตกผลึกใน Methanol ได้
สารหนัก ๓๗ มิลลิกรัม (๐.๒๒ เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักจาก Crude extract)
m.p. ๑๗๖ - ๑๗๘°

๓ - ๔. จาก Ether extract (๒ - ๒) เมื่อตั้งทิ้งไว้ได้
ผลึกรูปเข็มตกลงมา กรอง ล้างน้ำมันสีเหลืองออกโดยใช้อีเทอร์แล้วนำไปตกผลึกใน
Chloroform กับ Petroleum ether (๑ : ๑) ได้ผลึกรูปเข็มใส
หนัก ๓๔ มิลลิกรัม (๑.๗ เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักจาก Crude extract)
m.p. ๒๑๗ - ๒๑๘°

๔. เตรียมอนุพันธ์ (Derivatives)

สารที่แยกออกมาโดยวิธีสุทธ์แล้วนี้ ได้ทำการวิเคราะห์หา Functional groups และเตรียม Derivatives ต่าง ๆ เพื่อที่จะได้ทราบว่ามี Structure เป็นอย่างไร ตามลำดับต่อไปนี้

๔ - ๑. สารที่ได้จาก Fraction ๓ - ๑, m.p. ๘๘ - ๘๐.

ลักษณะของผลึกเป็นรูปดาวสีขาว ละลายได้ใน Organic solvent ทุกชนิด ไม่ละลายในน้ำ เมื่อทำการวิเคราะห์หาธาตุต่าง ๆ ไม่ปรากฏว่ามีธาตุอื่นอยู่เลย นอกจาก C, H จากการวิเคราะห์เปอร์เซนต์ของ C และ H พบว่ามี

C = ๘๒.๗๒ %	H = ๑๔.๑๓ %	O = ๓.๑๕ %	} จาก Australia
C = ๘๒.๕๔ %	H = ๑๓.๘๒ %	O = ๓.๕๔ %	
C = ๘๒.๒๔ %	H = ๑๓.๘๖ %	O = ๓.๙๐ %	

และจากการวิเคราะห์ Functional groups พบว่าเป็น saturated alcohol ได้เตรียม Derivatives ต่อไปนี้

Acetylation^{๑๘} ใส่สาร m.p. ๘๘-๘๐ หนัก ๕๐๐ มิลลิกรัมลงใน Flask ขนาด ๖๕๐ ml เติม Acetyl chloride ๕๐ ml. ต่อ Reflux condenser แล้ว Reflux ๑๐ ชั่วโมง กลั่นเอา Acetyl chloride ออกจนเกือบหมด แล้วนำไปเป่าควยลมร้อนให้แห้ง เอาสารที่ได้ไปทำให้บริสุทธิ์โดยการตกผลึกในปิโตรเลียมอีเทอร์ ได้สารสีขาวหนัก ๓๐๕ มิลลิกรัม m.p. ๗๔ - ๗๕

การเตรียม α - Naphthyl urethane derivative^{๑๑}

เอาสาร m.p. ๘๘ - ๘๐ หนัก ๑ กรัม ใส่ในหลอดทดลองเติม α - Naphthyl isocyanate ๕ ml. แล้วทำให้ร้อนในน้ำอุ่น ๕ นาที หลังจากนั้นเอา Reaction mixture นี้เข้าในน้ำแข็ง เติมปิโตรเลียมอีเทอร์ ๑๐ ml. เอาไปอุ่น

จนกระทั่งจะหายหมด แล้วกรองร้อน ๆ เอา Filtrate ไปแช่น้ำแข็งจะได้
ผลึกเกิดขึ้น กรอง เอาไปทำให้บริสุทธิ์โดยตกผลึกในปิโตรเลียมอีเทอร์ ได้สาร m.p.
๘๕ - ๘๖ °C หนัก ๘๓๑ มิลลิกรัม

๔ - ๒ สารที่ได้จาก Fraction ๓ - ๑. m.p. ๑๑๓ - ๑๑๔

ลักษณะเป็นผลึกรูปเข็มสีขาว ละลายได้ใน Organic solvent ทุกชนิด
แต่ไม่ละลายน้ำ เมื่อทำการวิเคราะห์หาธาตุต่าง ๆ ไม่ปรากฏว่ามีธาตุอื่นอยู่เลย นอก
จาก C และ H จากการวิเคราะห์เปอร์เซ็นต์ C และ H พบว่ามี

C = ๘๑.๒๔ % H = ๑๑.๓๖ % O = ๗.๔๐ % , Mol. wt. = ๕๐๓.๐

Theoretical :

C = ๘๑.๓๔ % H = ๑๑.๓๔ % O = ๗.๒๓ % , Mol. wt. = ๕๐๒.๗

สารนี้มี $(\alpha)_D^{25}$ + ๕๓.๓ (Chloroform) ได้ทำการทดสอบการให้
สี หา Functional groups และเตรียม Derivatives ต่อไป

ก. การทดสอบการให้สี (Colour test)

๑. Liebermann หรือ Liebermann - Burchard reaction.

ใช้สาร m.p. ๑๑๓ - ๑๑๔ เล็กน้อยละลายใน Acetic
anhydride ที่เย็น หยด Conc. H_2SO_4 ๒ - ๓ หยด (Liebermann
reaction) ได้สีแดง ตั้งทิ้งไว้จะเปลี่ยนเป็นสีน้ำตาล

ใช้สาร m.p. ๑๑๓ - ๑๑๔ เล็กน้อยละลายใน Chloroform
เติม Acetic anhydride ๒ - ๓ หยด แล้วหยด Conc. H_2SO_4 ๒ - ๓
หยด ได้สีม่วง ตั้งทิ้งไว้ได้สีเขียวเหลืองน้ำตาล

๒. Salkowski reaction

ใช้สาร m.p. ๑๑๓ - ๑๑๔ เล็กน้อยละลายใน Chloroform

แล้วเขย่ากับ Conc. H_2SO_4 จะโคสีส้มทั้ง ๒ ชั้น

๓. Tschugaeff reaction.

ใช้สาร m.p. ๑๑๓ - ๑๑๔° เล็กน้อยละลายใน Glacial acetic acid เติม Zinc chloride และ Acetyl chloride เล็กน้อยตามโคสีชมพูแล้วค่อย ๆ เข้มข้นจนเป็นสีแดง เมื่อ ตั้งทิ้งไว้จะเปลี่ยนเป็นสีน้ำตาลแดง

๔. Rosenheim reaction

ใช้สาร m.p. ๑๑๓ - ๑๑๔° เล็กน้อยละลายใน Chloroform แล้วหยดสารละลาย Trichloroacetic acid ลงไป ๒ - ๓ หยด ครั้งแรกไม่มีสี เมื่อตั้งทิ้งไว้ข้างคืนโคสีชมพู

๕. การหา Functional groups.

ใช้วิธีการหา Functional groups ตามวิธีที่อธิบายไว้ในหนังสือ Shriner ^{๑๒} ปรากฏว่าสารประกอบนี้ฟอกสีของ Bromine ไม่ให้สีกับ Ferric Chloride ไม่ละลายใน NaOH และ $NaHCO_3$ ให้ Derivatives กับ Acetic anhydride ได้

๖. การเตรียม Derivatives ของสาร m.p. ๑๑๓ - ๑๑๔°

Acetylation. โดยใช้ Pyridine และ Acetic anhydride.

ละลายสาร m.p. ๑๑๓ - ๑๑๔° หนัก ๓๐๐ มิลลิกรัมใน Pyridine ๕ ml ใน Flask ขนาด ๕๐ ml. เติม Acetic anhydride ๒ ml. ปิดจุกเขย่าให้ Reaction mixture ปนกันจนทั่ว ตั้งทิ้งไว้ ๒๔ ชั่วโมง แล้วเทลงในน้ำ ๒๕ ml. กรอง ล้างด้วยน้ำหลาย ๆ ครั้ง ตกผลึกใน Methanol ใช้สาร m.p. ๑๖๑ - ๑๖๒° หนัก ๒๗.๒ มิลลิกรัม $[\alpha]_D^{20} + ๒๗.๗$ (Chloroform) เมื่อวิเคราะห์เปอร์เซ็นต์ C และ H พบว่ามี

C = ๗๘.๕๘ % H = ๑๐.๗๕ % O = ๙.๖๖ %

Theoretical

C = ๗๘.๓๔ % H = ๑๐.๗๔ % O = ๙.๙๒ %

Acetylation^m โดย Reflux กับ Acetic anhydride.

การทดลองนี้ได้เปลี่ยนปริมาณของ Acetic anhydride ที่ใช้และเวลาที่ Reflux ดังต่อไปนี้

๑. สาร m.p. ๑๑๓ - ๑๑๔ ° หนัก ๓๐๐ มิลลิกรัม ใส่ในหลอดทดลองเติม Acetic anhydride ๗ ml. แล้ว Reflux ครึ่งชั่วโมง ทำให้เย็นแล้ว เทลงในน้ำ ๒๕ ml. กรอง ล้างด้วยน้ำหลาย ๆ ครั้ง แล้วตกผลึกใน Methanol ได้สารหนัก ๒๕๔ มิลลิกรัม m.p. ๑๖๑ - ๑๖๒ °

ส่วน Mother liquor ที่แยกสาร m.p. ๑๖๑ - ๑๖๒ ° ออกไปแล้ว เมื่อตั้งทิ้งไว้จะได้อีกสารสีขาวตกผลึกออกมาอีก กรอง แล้วนำไปตกผลึกใน Methanol ได้สาร m.p. ๑๔๐ - ๑๔๑ ° หนัก ๓๒ มิลลิกรัม

๒. สาร m.p. ๑๑๓ - ๑๑๔ ° หนัก ๓๐๐ มิลลิกรัม ใส่ในหลอดทดลองเติม Acetic anhydride ๑๕ ml. แล้ว Reflux ๑ ชั่วโมง ทำให้เย็นแล้ว เทลงในน้ำ ๒๕ ml. กรอง ล้างด้วยน้ำหลาย ๆ ครั้ง แล้วตกผลึกใน Methanol ได้สาร m.p. ๑๒๓ - ๑๒๔ ° หนัก ๒๖๔ มิลลิกรัม มี $[\alpha]_D^{20} + ๗๗$ (Chloroform)

๓. สาร m.p. ๑๖๑ - ๑๖๒ ° ที่ได้จากการทดลองข้อ ๑ หนัก ๓๐๐ มิลลิกรัม เติม Acetic anhydride ๕ ml. แล้ว Reflux ๑ ชั่วโมง ทำให้เย็นแล้ว เทลงในน้ำ ๒๕ ml. กรอง ล้างด้วยน้ำหลาย ๆ ครั้ง ตกผลึกใน Methanol ได้สาร m.p. ๑๒๓ - ๑๒๔ ° หนัก ๒๔๒ มิลลิกรัม

Hydrogenation^๓

ใช้ Palladium black ๑๐ มิลลิกรัม และ Absolute ethanol ๕ ml. ใส่ใน Flask ขนาด ๒๕ ml. คือ Reaction flask นี้เข้ากับเครื่องมือ Hydrogenation ผ่าน Hydrogen ประมาณ ๒ ชั่วโมงจนกระทั่งระดับของ Hydrogen คงที่ แล้วเติมสาร m.p. ๑๑๓ - ๑๑๔ หนัก ๒๐๐ มิลลิกรัม ใน Reaction flask ดังกล่าว ทำการ Hydrogenate ที่อุณหภูมิ ๓๐ ภายใต้อุณหภูมิสูงกว่าบรรยากาศเล็กน้อย เป็นเวลา ๒ ชั่วโมง จนกระทั่งระดับของ H₂ คงที่ กรองเอา catalyst ออก นำเอา Filtrate ไประเหยแห้ง เอาสารที่ได้ไปละลายในปิโตรเลียมอีเทอร์ ๕ ml. นำไปผ่าน chromatography column ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง ๑ เซนติเมตร ยาว ๑๕ เซนติเมตร ใช้ Alumina เป็น Adsorbent, elute ด้วย ๒๐% อีเทอร์ - ปิโตรเลียมอีเทอร์ เก็บ Fraction ที่ elute ใต้นี้ไประเหยเอา Solvent ออก จะได้สารสีขาว นำไปตกผลึกในปิโตรเลียมอีเทอร์ได้สารหนัก ๑๒๖ มิลลิกรัม m.p. ๑๑๕ - ๑๑๖, $[\alpha]_D^{20} = ๕๗.๘$ (Chloroform) จากการวิเคราะห์เปอร์เซ็นต์ C และ H ได้

C = ๘๑.๐๒% H = ๑๑.๕๘% O = ๗.๓๙%

Theoretical :

C = ๘๑.๐๘% H = ๑๑.๗๑% O = ๗.๒๑%

ปฏิกิริยากับ Lithium Aluminium Hydride.

ทำตามวิธีของ Nystrom & Brown^๓ ใช้ LiAlH₄ ๕ กรัมใส่ใน Flask ขนาด ๒๕๐ ml. คือ Reflux condenser และตอนบนของ Condenser นี้ต่อกับ Anhydrous Calcium chloride tube เติม Anhydrous ether ๑๐๐ ml. คนด้วย Magnetic stirrer ละลายสาร m.p. ๑๑๓ - ๑๑๔ หนัก ๒๘๒ มิลลิกรัมใน Dry ether ๑๐ ml. ใส่ใน Separatory funnel แล้วหยดลงใน Flask ที่ทำปฏิกิริยาช้า ๆ และขณะเดียวกันรักษารูปร่าง

ของ Reaction flask ให้อยู่ระหว่าง ๐ - ๑๐° เมื่อหยดสารหมดแล้วคน
 Reaction mixture ทลไปอีก ๒ ชั่วโมง หลังจากนั้นจึง Decompose
 reaction product ด้วย dil. H_2SO_4 ประมาณ ๓๐๐ ml. จนกระทั่งสาร
 ละลายแยกออกเป็น ๒ ชั้น แยกเอาชั้นของอีเธอร์ออก ส่วนชั้นของน้ำ (Aqueous
 layer) เอาไป Extract ด้วยอีเธอร์ เอาอีเธอร์ที่ Extract ร่วมกับ
 Ether layer ที่แยกไว้ได้ตอนแรก แล้วนำไปล้างด้วยสารละลาย $NaHCO_3$ และ
 นำตามลำดับ Ethereal solution ที่ล้างแล้วนี้ไปทำให้แห้งด้วย Anhydrous
 Sodium sulphate กรองเอา Ethereal solution ที่แห้งแล้วไประเหยเอา
 Ether ออก จะเหลือสารสีขาว นำเอาไปตกผลึกใน Methanol ได้ผลึก
 นึก ๒๓๑ มิลลิกรัม m.p. ๑๔๓ - ๑๔๔°, $[\alpha]_D^{20} + ๕๑.๗$ (Chloroform)
 จากการวิเคราะห์เปอร์เซ็นต์ C และ H ได้

C = ๘๑.๖๓% H = ๑๒.๐๒% O = ๖.๓๑% , Activated Hydrogen = ๐.๕๒%

Theoretical :

C = ๘๑.๐๘% H = ๑๑.๓๕% O = ๗.๕๗% Activated Hydrogen = ๐.๘๕%

Acetylation สารที่ได้จากการทำปฏิกิริยา Lithium Aluminium Hydride.

นำเอาสารที่ได้จากปฏิกิริยา $LiAlH_4$, m.p. ๑๔๓ - ๑๔๔° นึก ๒๐๐
 มิลลิกรัม ละลายใน Pyridine ๕ ml. เติม Acetic anhydride ๒ ml.
 เขย่า แล้วตั้งทิ้งไว้ ๒๔ ชั่วโมง เทลงในน้ำ ๒๕ ml. กรอง ล้างด้วยน้ำหลาย ๆ
 ครั้ง ตกผลึกใน Methanol ได้สาร m.p. ๑๓๘ - ๑๓๙° นึก ๑๕๑ มิลลิกรัม,
 $[\alpha]_D^{20} + ๖๘$ (Chloroform) จากการวิเคราะห์เปอร์เซ็นต์ C และ H
 พบว่า

C = ๗๘.๘๘% H = ๑๐.๘๕% O = ๑๐.๖๗%

Theoretical :

C = ๗๘.๐๑% , H = ๑๑.๑๑% O = ๘.๘๘%

Monoepoxidation of Dammaradienyl Acetate.

Dammaradienyl acetate (I) ๒๗๕ มิลลิกรัม (๐.๕๘๘ mole)
 ละลายใน Ether (Reagent grade) ๖ ml. เติม Ethereal solution
 ของ Monoperphthalic acid (๐.๕๗ mole ของ peracid) ๑.๘
 ml. ปักจุก แล้วเก็บ Reaction mixture ในตู้เย็น ๒๒ ชั่วโมง ปรากฏว่า
 ยังมี peracid เหลืออยู่บางทราบได้จากการทดสอบด้วย Starch - iodide
 paper เอา Reaction mixture ออกจากตู้เย็นแล้วตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง ๒๐
 ชั่วโมง (ค้างคืน) แล้วเท Reaction mixture ลงในน้ำ พร้อมกับคนไป
 ค่อย สกัก Reaction mixture นี้ด้วย Ether ๓ ครั้ง เอา Ethereal
 solution ทั้งหมดรวมกันล้างด้วยน้ำ ๒ ครั้ง ล้างด้วยสารละลายเจือจางของ
 Sodium bicarbonate ๒ ครั้ง ล้างน้ำอีกครั้งหนึ่ง แล้วล้างด้วย Saturated
 Sodium chloride และทำให้แห้งด้วย Anhydrous Magnesium sulphate
 กรอง แล้วระเหยเอา Ether ออกเหลือสารที่เป็นของแข็งสีขาวหนัก ๒๘๒ มิลลิ-
 กรัม (๑๐๓ เปอร์เซ็นต์) นำไปตกผลึกใน Ethyl acetate หรือ ๘๕ %
 Ethanol โดยวิธีการเติมไม่มีสี m.p. ๑๖๔ - ๑๗๑

นำสารที่ได้ไปทำ Spot test บน Thin layer chromatography
 (Silica gel developed ด้วย Methanol : Chloroform ๑.๕ : ๘๘.๕)
 ปรากฏว่าผลึกที่ได้นี้มี ๔ compounds (ดู Scheme ของปฏิกิริยาหน้า ๑๖ ซึ่ง
 ควรจะเป็น C - ๒๔ epimer ของ II ๒ ตัว , สารเดิม I เหลืออยู่และ
 อาจจะเป็น bis epoxide IV)

Lithium Aluminium Hydride Reduction of Monoperphthalic Acid Product.

เอาผลึก m.p. ๑๖๔ - ๑๗๑ จากการทดลองข้างบนรวมกับ Residue
 ที่ได้จาก Mother liquors หนัก ๒๘๐ มิลลิกรัมละลายใน Dry tetrahydro-

furan ๒๕ ml. เติม Lithium aluminium hydride ๐.๕๐ กรัม
 Reflux reaction mixture ๑๗ ชั่วโมง แล้วทำลาย Lithium aluminium
 hydride ที่เหลือโดยแช่ Reaction mixture ในน้ำแข็ง ค่อย ๆ เติม
 Acetone และ Ethanol เล็กน้อยลงไปก่อน แล้วในที่สุดเติมน้ำและ Dilute
 sulphuric acid จนกระทั่ง Aluminium salt ละลายหมด สกัด Organic
 product ด้วย Ether ๓ ครั้ง นำเอา Ethereal solution ทั้งหมด
 รวมกันเข้าแล้วล้างด้วยน้ำ ๑ ครั้ง ล้างด้วยสารละลายเจือจางของ Sodium
 bicarbonate ๒ ครั้ง และล้างด้วยสารละลายอิ่มตัวของ Sodium chloride
 อีก ๑ ครั้ง ทำให้ Ethereal solution นี้แห้งด้วย Anhydrous magne-
 sium sulphate กรอง แล้วระเหยเอา Ether ออกได้สารเป็นน้ำมันหนัก
 ๓๐๗ มิลลิกรัม (๑๐๕ เปอร์เซ็นต์)

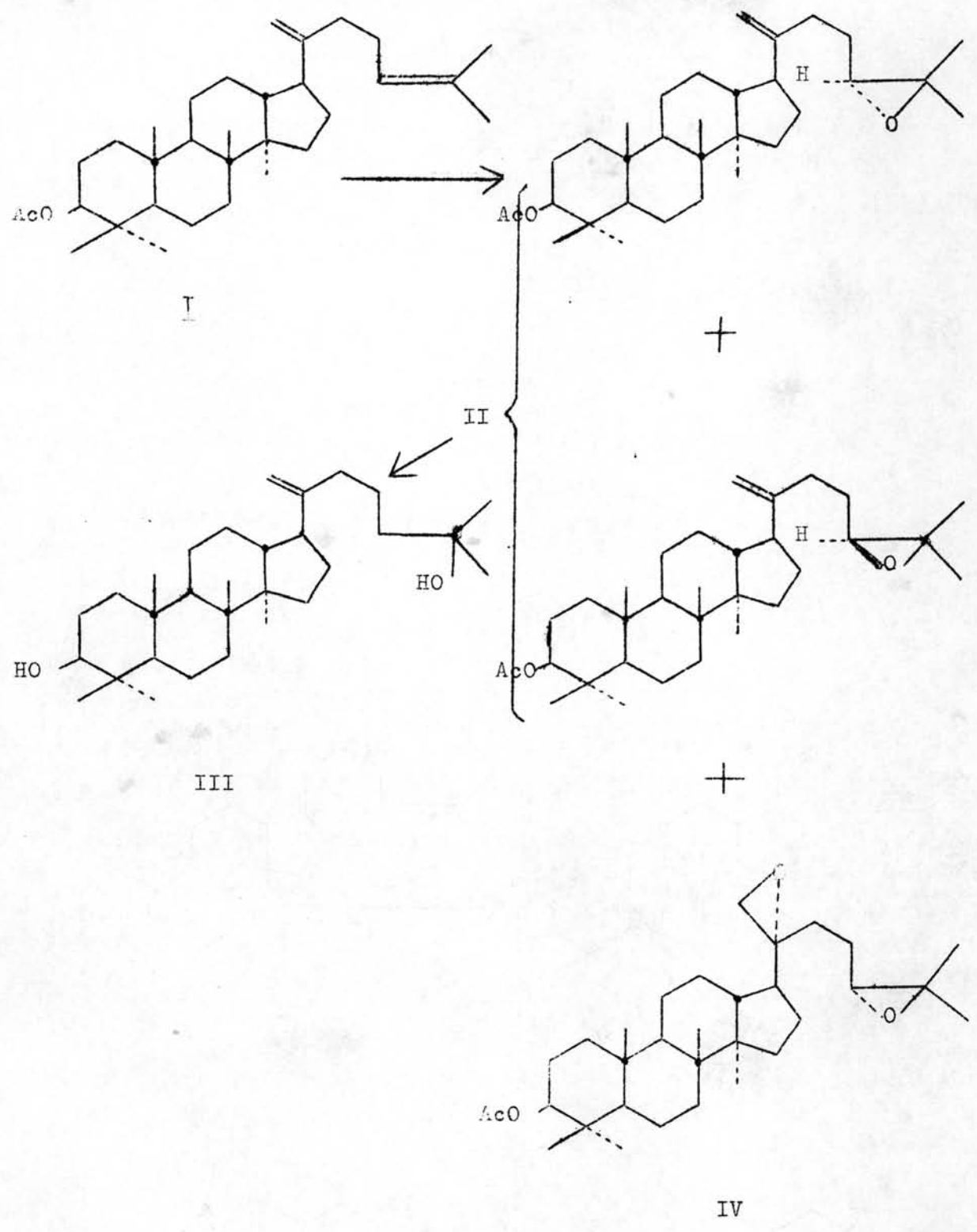
จาก Thin layer chromatography (Silica gel developed
 ด้วย Methanol : Chloroform - ๑.๕ : ๘๘.๕) แสดงว่าสารที่ได้จาก
 Reduction ส่วนมากเป็น Diol III (ดูปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นหน้า ๑๖) Diol
 นี้ไม่สามารถทำให้ตกผลึกได้ถึงแม้ว่าจะ seed ด้วยผลึกของสารที่ได้จาก Reduction
 of Aglaiol ด้วย Lithium aluminium hydride โดยตรงก็ตาม ดังนั้น
 จึงแยก Mixture นี้ด้วย Thin layer chromatography ที่หนากว่าเดิม
 ("Thick layer chromatography") ใช้ Plate ขนาด ๒๐ x ๒๐ เซนติ-
 เมตร ๓ Plates แต่ละ Plate มี Silica gel ๒๐ กรัม แบ่ง
 Silica gel layer เป็น Zone แล้วสกัดด้วย Chloroform - Methanol
 ได้ Fraction ต่าง ๆ ซึ่งส่วนมากเป็น Pure diol III (จาก Thin
 layer chromatography) รวมกันได้ ๘๒ มิลลิกรัม (๓๕ เปอร์เซ็นต์ yield
 จาก Dammaradienyl acetate) นำไปตกผลึกใน Ethyl acetate -
 petroleum ether ล้างถึงที่ตกผลึกครั้งที่สองได้ Diol III ที่บริสุทธิ์ ๑๗
 มิลลิกรัม

เปรียบเทียบคุณสมบัติ

	<u>Hot stage m.p.</u>	$[\alpha]_D^{25}$ in CHCl_3
LiAlH_4 - Dihydro aglaiol	๑๔๕ - ๑๔๗ °	+๕๕° (C ๑.๓๐)
Compound from Dammaradienyl acetate.	sinter at ๑๔๔°, m. ๑๔๕ - ๑๔๗°	+๕๑ (C ๑.๕๖)

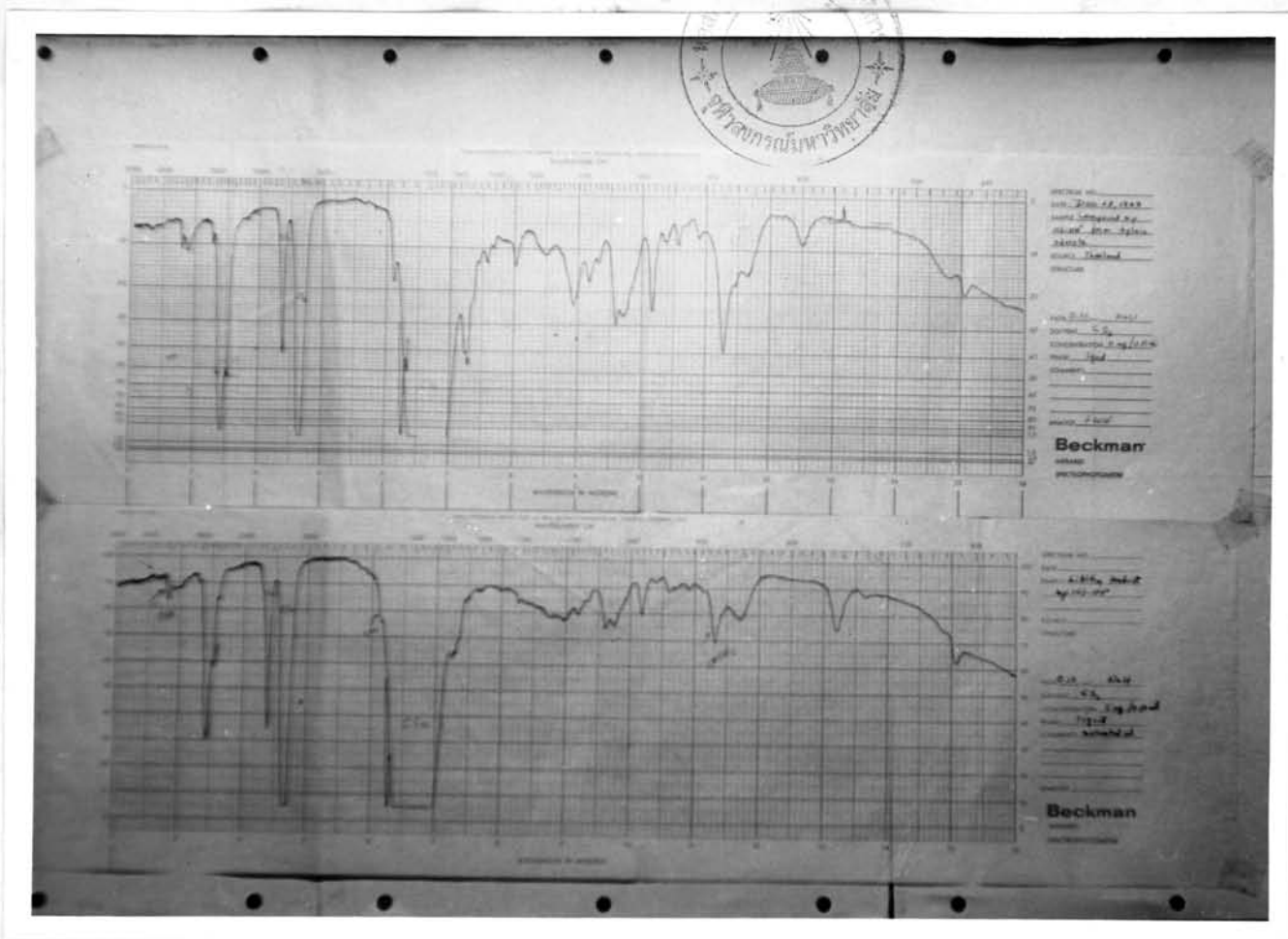
006557

ปฏิกิริยาเป็นดังนี้



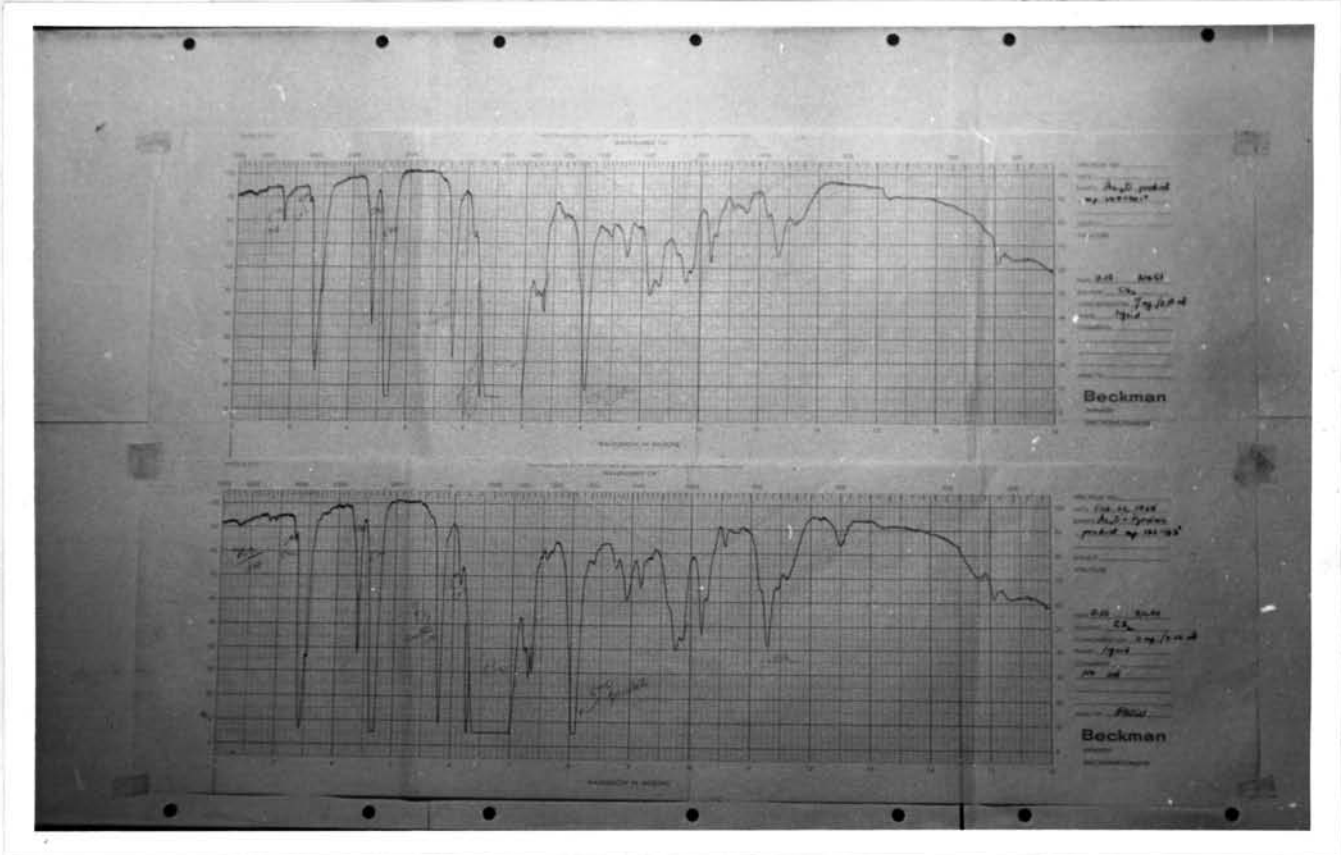
Spectra of compound, m.p. ๑๑๓ - ๑๑๔°

ในการหาสูตรโครงสร้างของสารประกอบที่มี m.p. ๑๑๓ - ๑๑๔° นี้ ได้ใช้ Nuclear Magnetic Resonance (NMR), Infrared (IR.) และ Ultraviolet (UV.) สำหรับช่วยในการวิเคราะห์สูตรโครงสร้างควบคู่ไปกับการเตรียม Derivatives ต่าง ๆ ตามหัวข้อที่กล่าวมาแล้ว ทั้งนี้เพราะว่า Spectra ต่าง ๆ ที่ได้จากเครื่องมือสมัยใหม่นี้ แสดงถึงรูปถ่ายโดยตรงของโครงสร้างของสารประกอบที่ต้องการหา นั้น Spectra ต่าง ๆ มีดังนี้

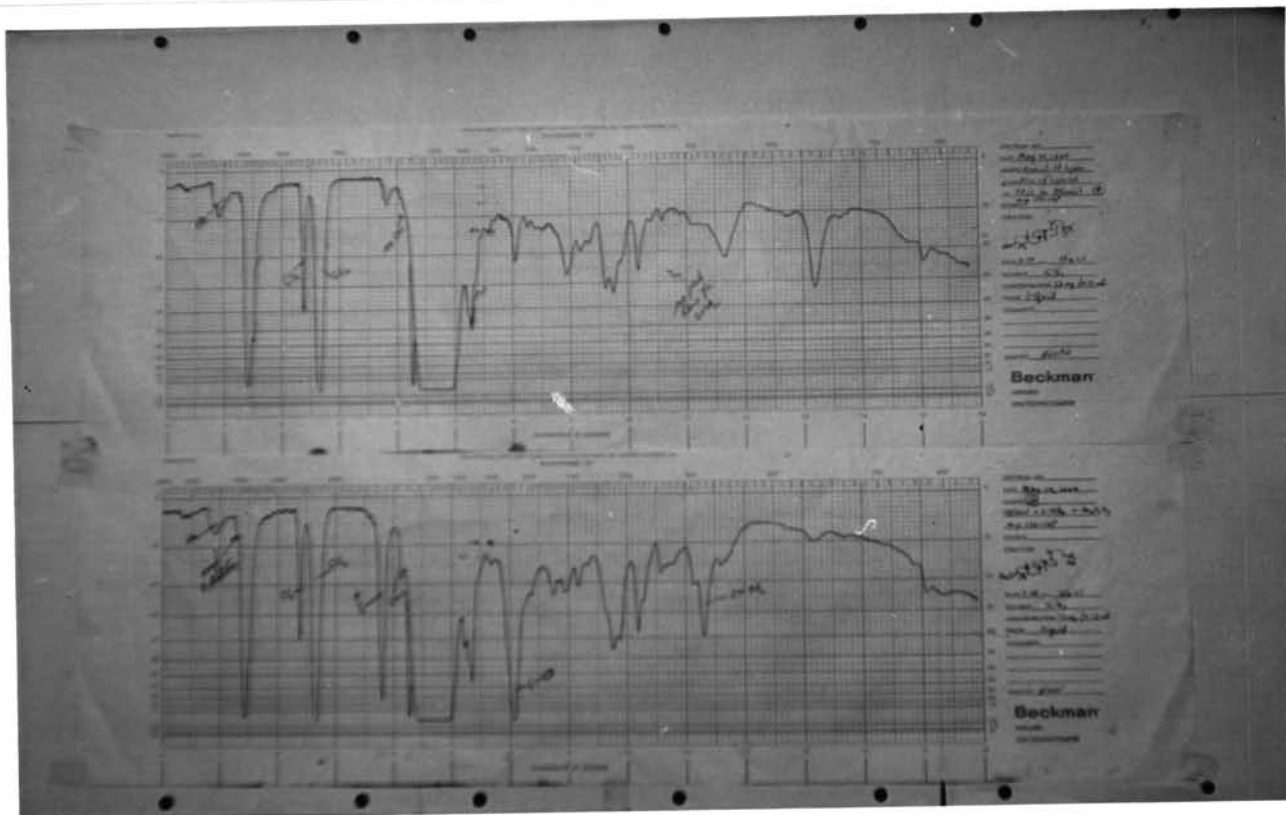


รูปที่ ๑ น. IR. Spectrum of Aglaiol.

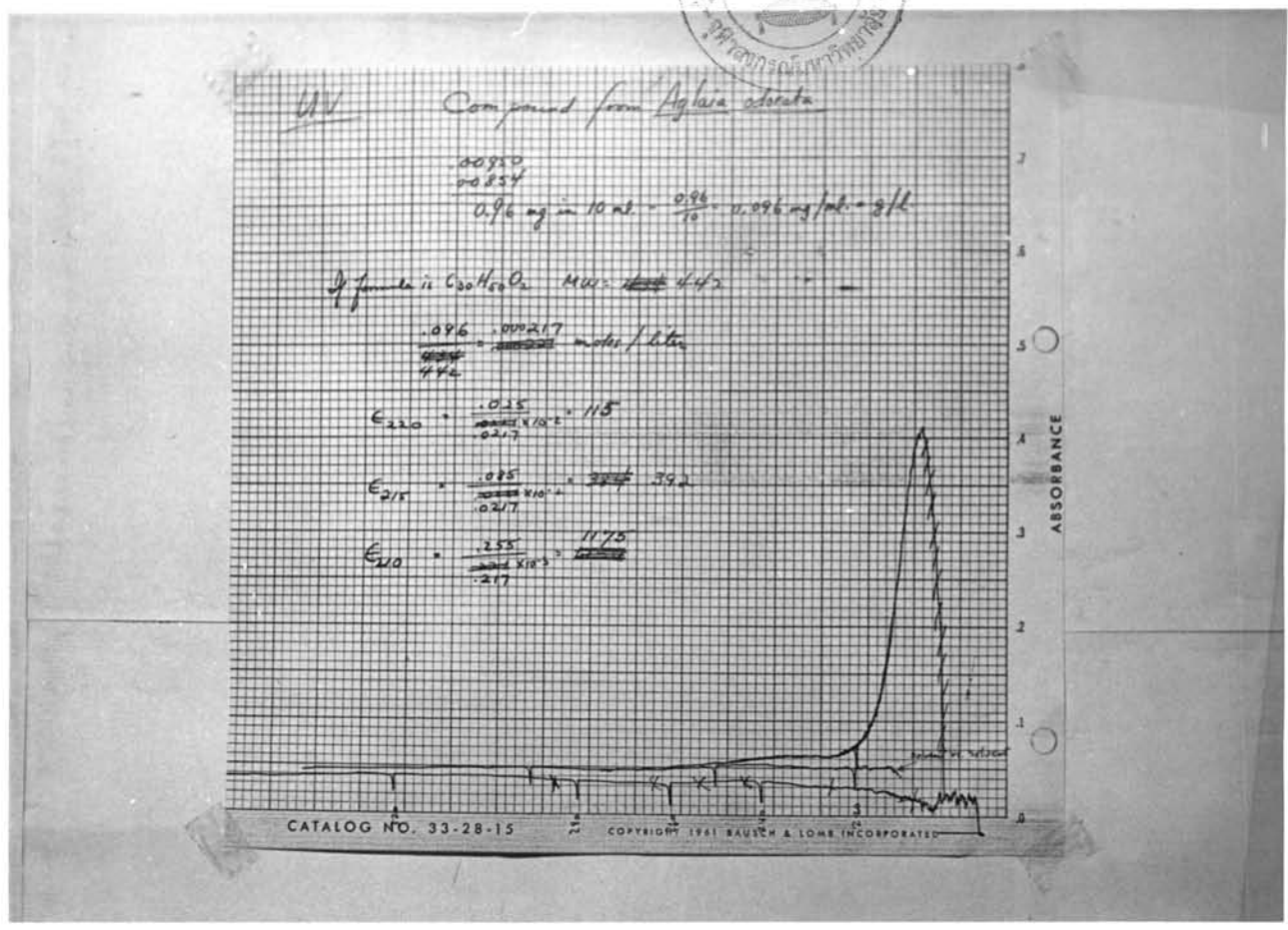
รูปที่ ๑ ข. IR. Spectrum of LAH - dihydroaglaiol.



- 2117-2-2-1 0. IR. Spectrum of Aglaiol diacetate.
- 2117-2-2-1 1. IR. Spectrum of Aglaiol monoacetate.



1. IR. Spectrum of H_2 - dihydroaglaiol
 2. IR. Spectrum of LAH - dihydroaglaiol acetate



รูปที่ ๘. UV. Spectrum of Aglaiol.

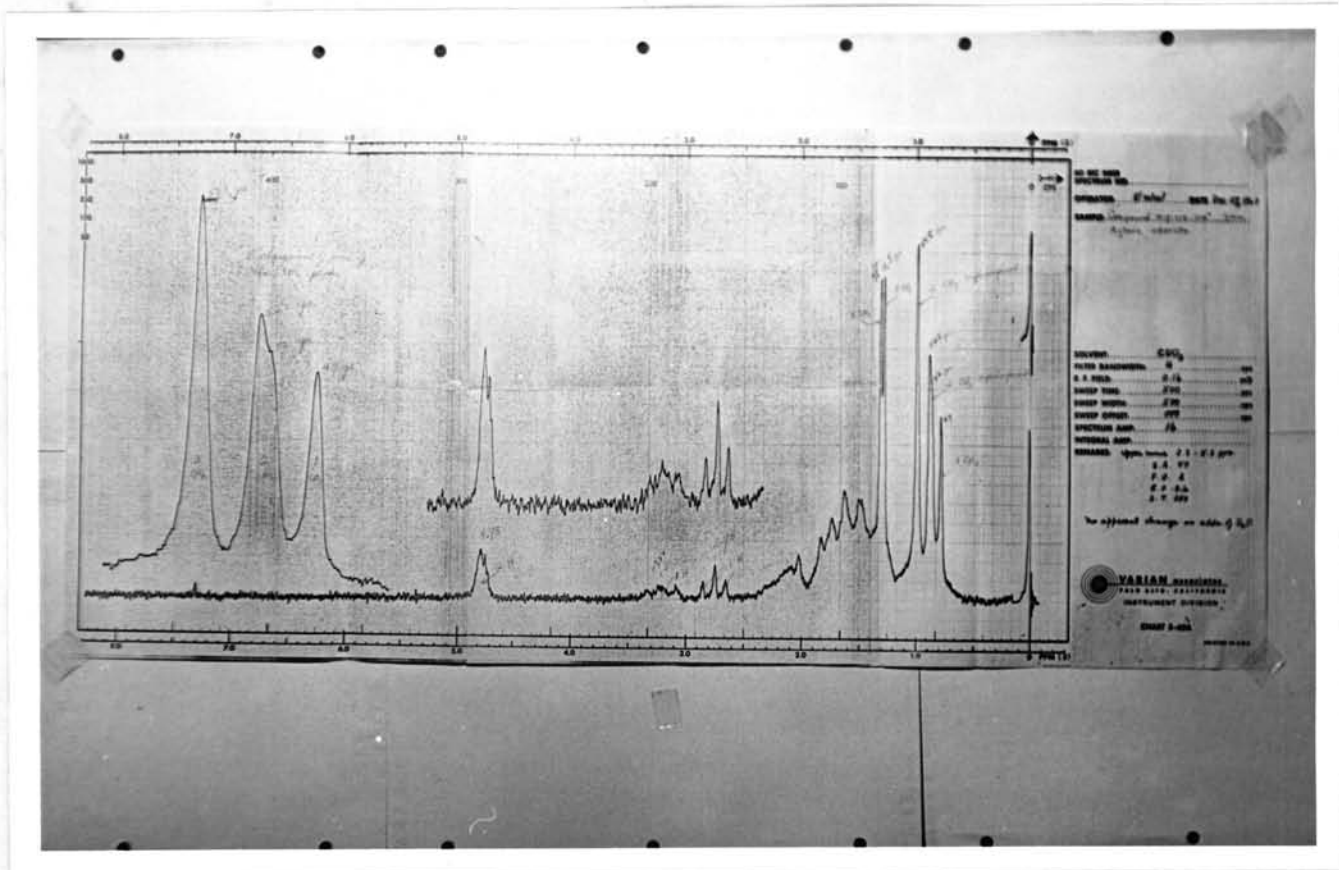


Fig. 2. NMR. Spectrum of Aglaiol.

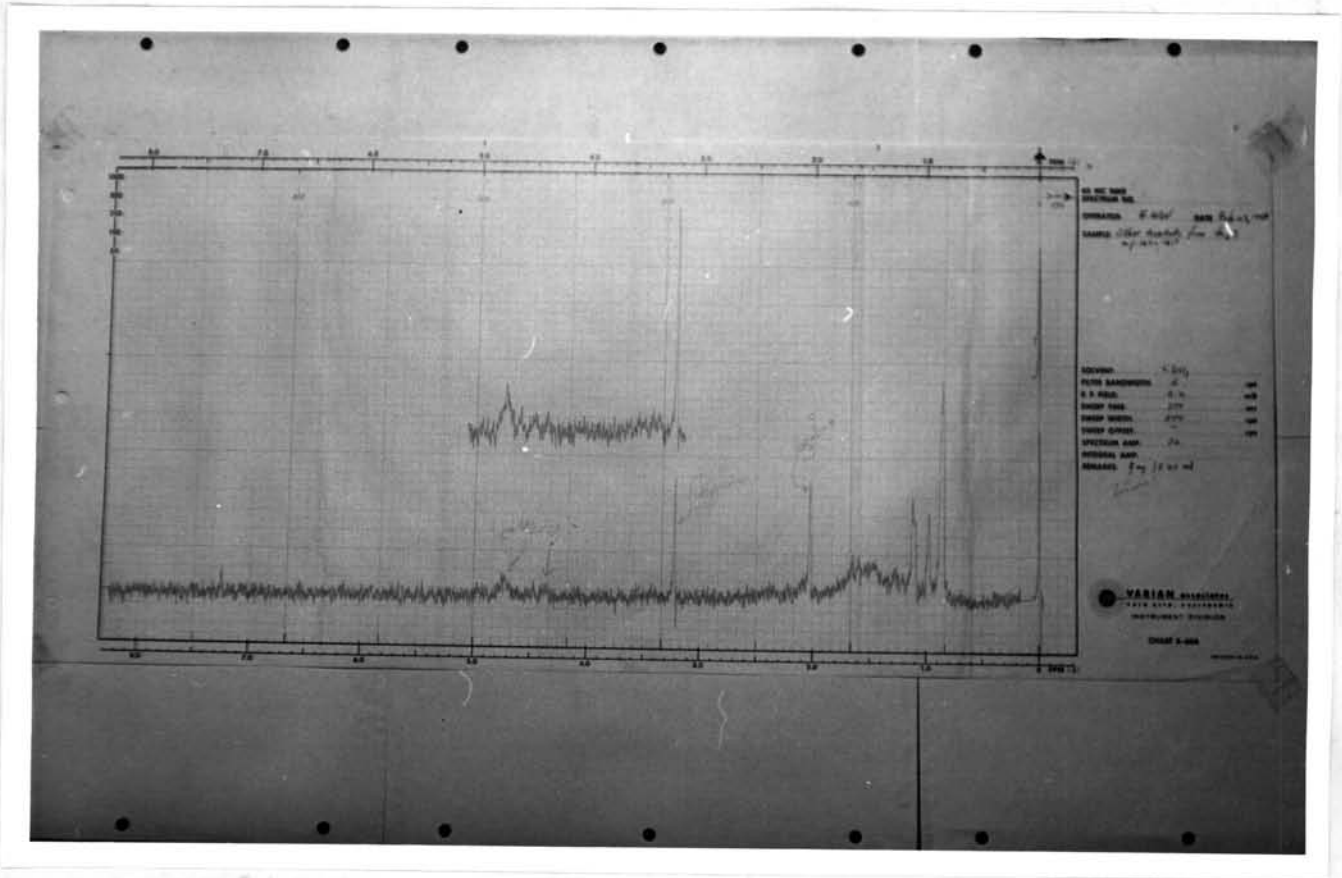


Fig. 1. NMR. Spectrum of Aglaiol diacetate.

bb

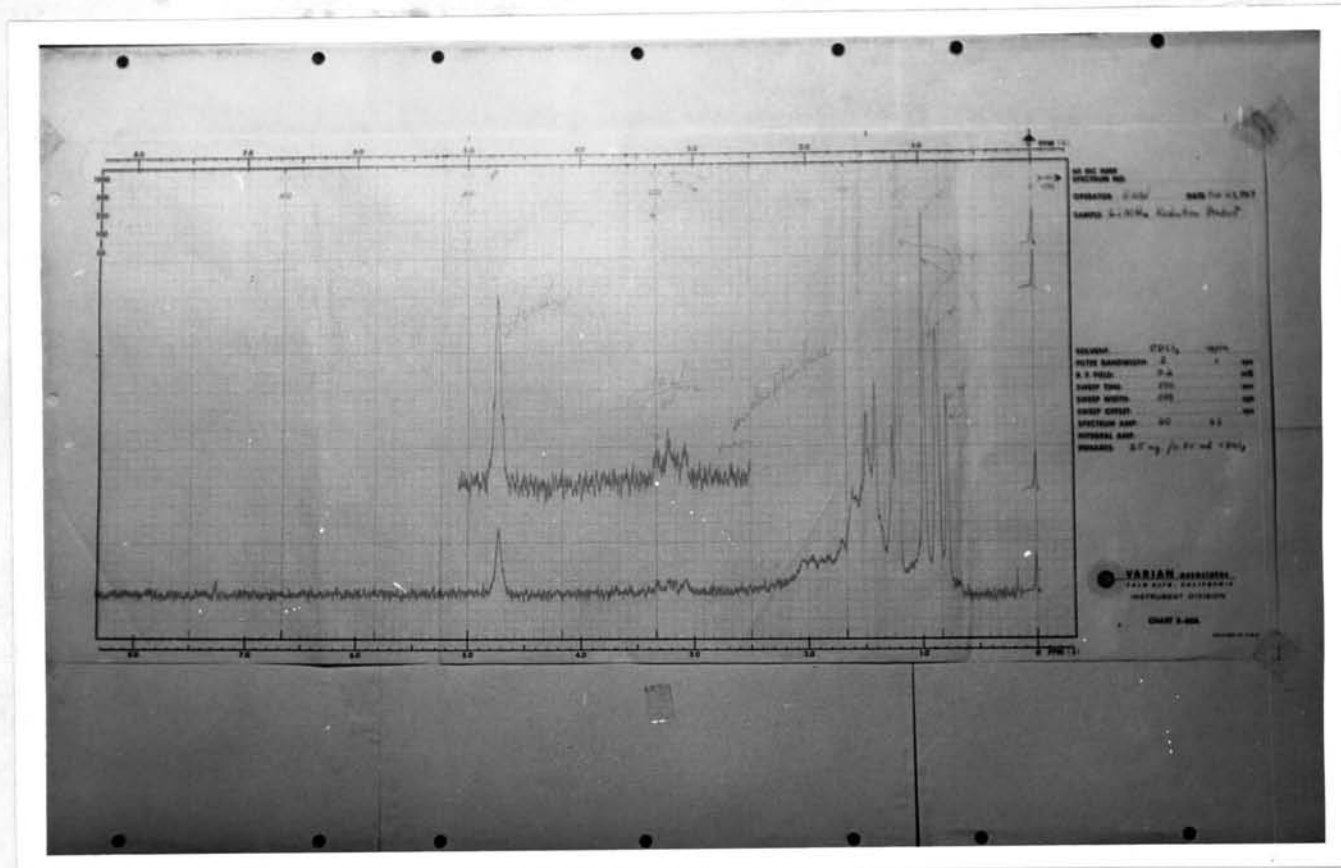
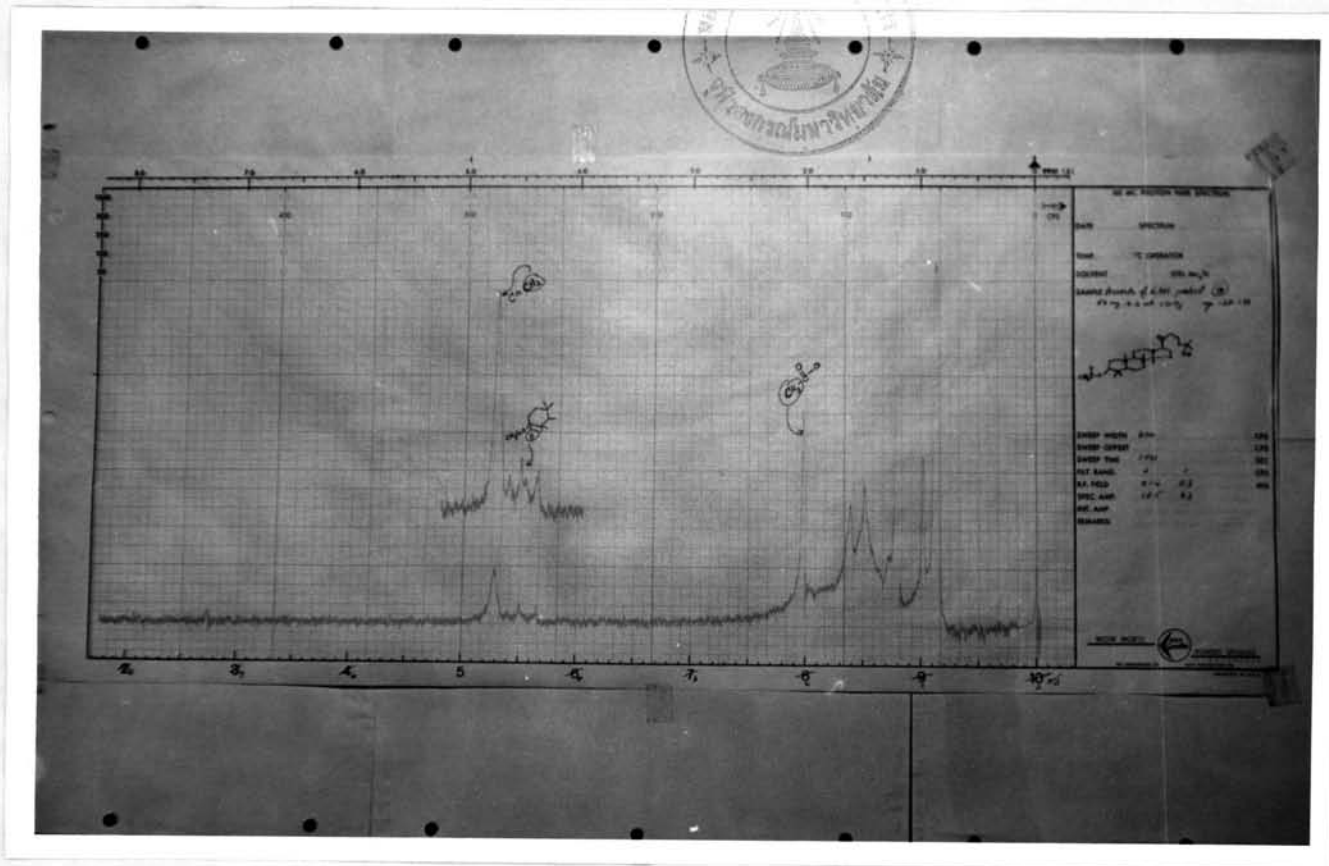


Figure 2. NMR. Spectrum of LAH - dihydroaglaiol



รูปที่ ๑๐. NMR. Spectrum of LAH - dihydroaglaiol acetate

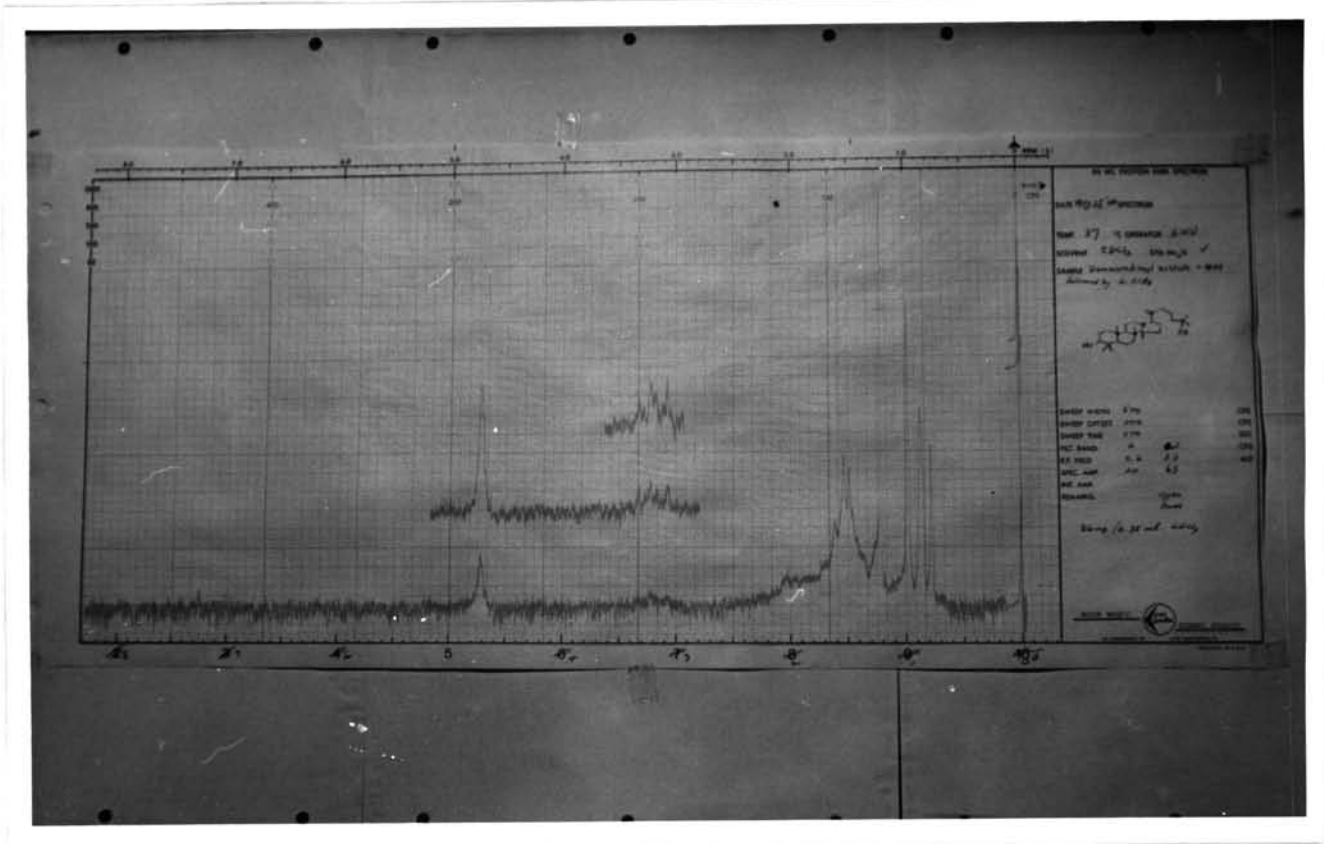
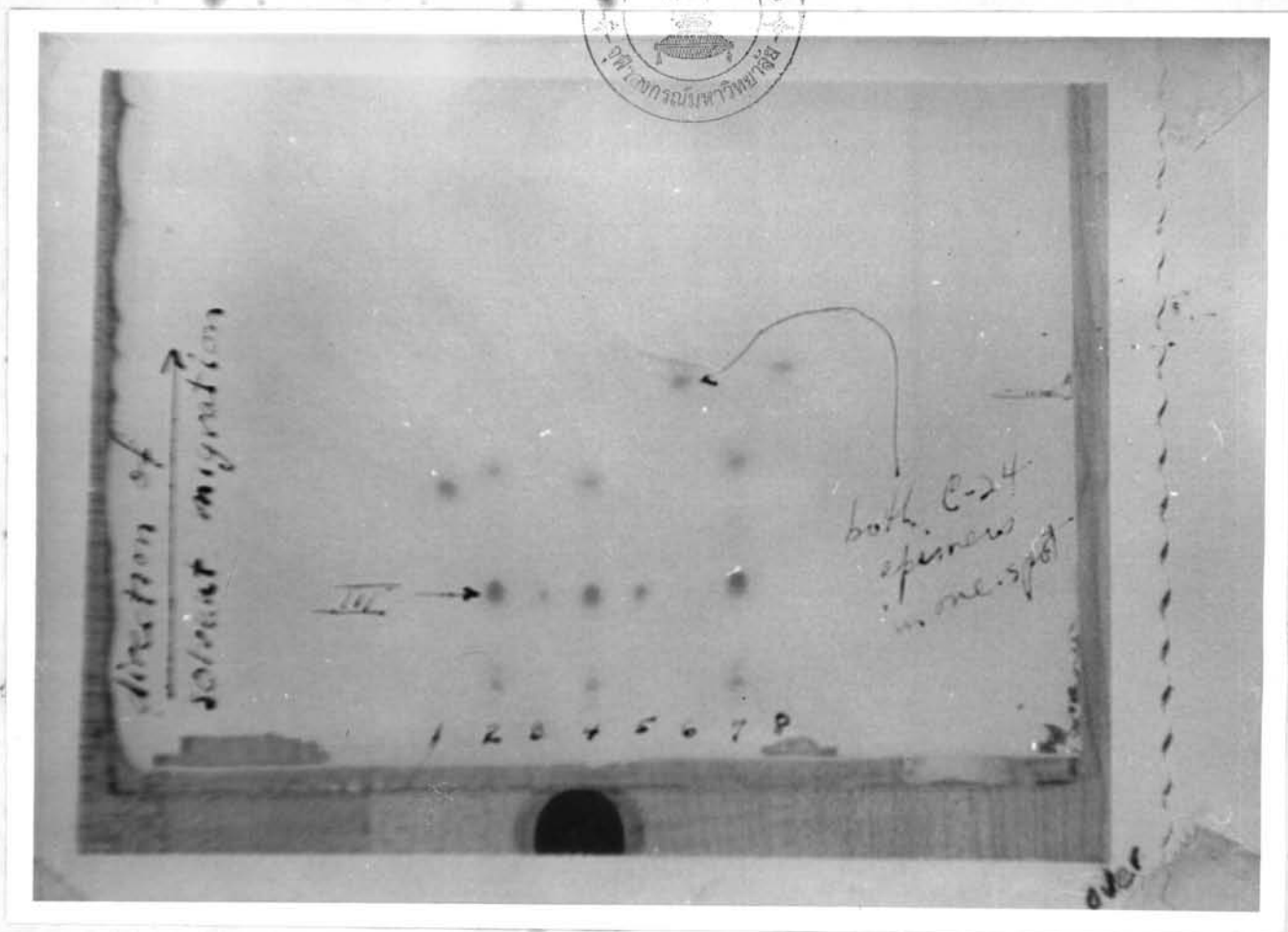


Fig. 1. NMR. Spectrum of LAH - dihydroaglaiol from Dammaradienyl acetate.



รูปที่ ๑๒. Thin layer chromatography

Solvent system $CHCl_3$: MeOH - ๘๘.๕ : ๑.๕

- ๑. Aglaiol
- ๒, ๔, ๗ Dammaradienyl acetate / monoperphthalic acid followed by $LiAlH_4$ treatment. Crude
- ๓, ๕. LAH - dihydroaglaiol.
- ๖. Dammaradienyl acetate / monoperphthalic acid
- ๘. Aglaiol monoacetate.

วิจารณ์ผลการทดลอง

สารที่ได้จากการสกัดใบประยงค์ (Aglaia odorata Lour.) พบว่ามีสารประกอบหลายชนิด ซึ่งแยกออกได้จาก Fractions ต่าง ๆ โดยการทำให้ Column chromatography (หน้า ๓) เมื่อทำการวิเคราะห์เบื้องต้น พบว่าสารที่มี m.p. ๑๑๓ - ๑๑๔° นั้นมี Chemical aspect เป็นที่น่าสนใจและมีลักษณะแตกต่างออกไปจากสารประกอบตัวอื่น ๆ ที่แยกออกมาได้นั้น เพื่อความสะดวกในการกล่าวถึงสารประกอบที่มี m.p. ๑๑๓ - ๑๑๔° นี้จึงให้ชื่อว่า "Aglaiol" ซึ่งให้ตาม Botanical name ของพืชที่แยกสารประกอบนี้ออกมาได้ ส่วน "ol" หมายถึง Alcohol ชนิดหนึ่ง โดยที่พบว่ามี Alcoholic group อยู่ในโมเลกุลด้วย

NMR. Spectrum of Aglaiol (รูปที่ ๕) จากการตรวจตำแหน่งของ peaks ต่าง ๆ ใน Spectrum และคำนวณหาชนิดของ protons ที่อยู่ในโมเลกุลเปรียบเทียบกับ protons ของ known spectrum พบว่ามี protons ที่อยู่ในตำแหน่งต่าง ๆ ของสูตรดังนี้

๑. ที่ตำแหน่ง ๔.๗๔ ppm. เป็น peak ใหญ่ซึ่งตอนปลายแยกออกเป็น ๒ แฉกแสดงถึง proton splitting ของ Hydrogen ๒ อะตอมใน Vinyl group

๒. ที่ตำแหน่ง ๓.๖๒ ppm. เป็น peak ที่แสดงถึง Hydrogen ที่ติดอยู่กับ C - atom ใน $\begin{array}{c} \text{HO} \\ | \\ \text{C} \\ / \quad \backslash \\ \text{H} \quad \quad \text{C} \\ \quad \quad \quad \backslash \\ \quad \quad \quad \text{C} \end{array}$ system ที่ตำแหน่งนี้เหมือนกับ Hydrogen ที่อยู่ในตำแหน่งที่ ๓ ของพวก Triterpene

๓. ถัดจากตำแหน่ง ๓.๒๒ ppm. เป็น Triplet peak ที่ตำแหน่ง ๒.๗ ppm. ซึ่งเนื่องมาจาก Hydrogen ที่ใน $\begin{array}{c} \text{CH}_2 \\ | \\ \text{H} - \text{C} - \text{C} \\ | \\ \text{O} - \end{array}$ system การที่เกิดเป็น Triplet ขึ้นเพราะ H - atoms ใน -CH₂- เข้ามา influence ด้วย

๔. ใน Region ๐.๗ - ๑.๓ ppm. มี unsplitting peaks หลายอัน

ซึ่งเป็น peaks ของ Hydrogen ใน CH_3 group จากการคำนวณ peaks ต่าง ๆ ใน Region นี้แสดงว่ามี $-\text{CH}_3$ ทั้งหมด ๘ groups

๕. จำนวน Hydrogens ที่มีอยู่ในโมเลกุลของสารประกอบนี้พบว่ามี ประมาณ ๔๖ - ๔๘ Hydrogen atoms

IR. Spectrum of Aglaiol (รูปที่ ๑ ก) มี Characteristic peaks ที่สำคัญ แสดงถึง groups ต่าง ๆ ดังนี้

๑. Characteristic peaks ที่แสดงถึง $-\text{OH}$ group., peak ที่ตำแหน่ง $3400 - 3550 \text{ cm}^{-1}$ แสดงถึง Free OH group และ peak ที่ตำแหน่ง 3350 cm^{-1} แสดงถึง OH ที่เป็น Secondary alcohol.

๒. Characteristic peak ที่ตำแหน่ง 1250 cm^{-1} แสดงถึงลักษณะโดยตรงของ Epoxide

๓. Characteristic peaks ที่ตำแหน่ง 1650 cm^{-1} แสดงถึง Absorption ของ $\begin{matrix} \text{R}_1 \\ \diagdown \\ \text{C}=\text{CH}_2 \\ \diagup \\ \text{R}_2 \end{matrix}$ system ซึ่งเป็น Vinyl group

๔. Aromatic conjugation ถ้าในโมเลกุลของสารประกอบมี C - atom ที่ติดต่อกันเป็นชนิด Aromatic system ควรจะมี Characteristic peak แสดงให้เห็นระหว่าง $1500 - 1600 \text{ cm}^{-1}$ แต่ Spectra ของสารประกอบนี้หรือ Derivatives ก็ตาม ไม่มี peaks ในตำแหน่งดังกล่าว จึงแสดงว่าไม่มี Aromatic system อยู่ด้วย

๕. C - H Stretching ที่มีอยู่ในโมเลกุลแสดงให้เห็นด้วย Strong peak ที่ตำแหน่ง $2850 - 2900 \text{ cm}^{-1}$ และของ CH_3 group ที่ตำแหน่ง 1380 cm^{-1} และ 950 cm^{-1} .

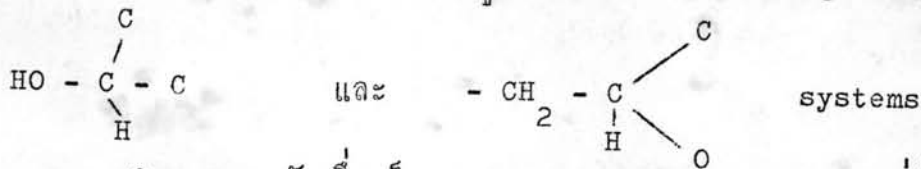
UV. Spectrum of Aglaiol (รูปที่ ๔) แสดงการ Absorption ทางปลายสุดของ Spectrum ซึ่งแสดงว่ามี Double bond อันเดียวและเป็นชนิด Disub-

stituted double bond. $\lambda_{max} = 295 \text{ m}\mu$ ($\epsilon = 13.2$), $\lambda = 290 \text{ m}\mu$

($\epsilon = 11.5$), $\lambda = 280 \text{ m}\mu$ ($\epsilon = 11.5$)

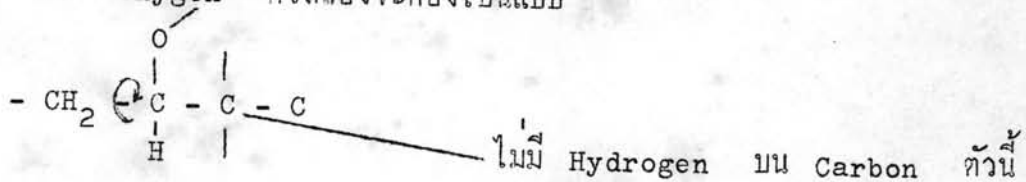
ผลของ Spectra ที่ได้จาก NMR., IR. และ UV. แสดงให้เห็นว่า โมเลกุลของ Aglaiol ควรจะมี Functional groups ดังนี้

๑. มี Oxygen ๒ atoms แทนในโมเลกุล ซึ่งทราบได้จากความจริงที่ว่า มี Hydrogen ๒ atoms ติดอยู่กับ Carbon - bearing - oxygen



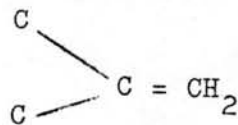
๒. Oxygen ๑ ตัวหนึ่งเป็น Secondary hydroxyl อาจอยู่ที่ตำแหน่ง ๓ ของ Triterpene

๓. Oxygen ๑ ตัวที่สองจะคงเป็นแบบ



อนุมูลตรงลูกศร ซึ่งทราบจาก Triplet ที่ ๒.๗๕ ppm.

๔. Double bond อาจเป็นแบบ



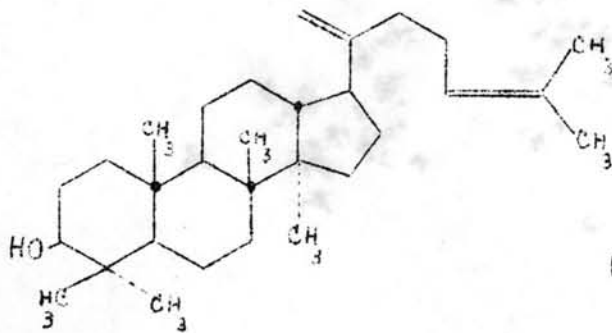
๕. Peak ของ Methyl group ๒ groups ซึ่งควรจะอยู่ที่ ๑.๓๐ ppm และ ๑.๓๓ ppm ยัง shift ไปที่ Lower magnetic field ซึ่งใกล้เคียงกับ peak ของ Methyl group อีก ๕ groups

จากลักษณะต่าง ๆ ที่กล่าวข้างบนแสดงให้เห็นว่า Aglaiol จะต้องมีโครงสร้างของโมเลกุลเป็นชนิด Triterpene skeleton จึงจะอธิบายถึง rotation ของ side chain ในข้อ ๓ และมี -CH₃ ทั้งหมด ๗ groups ในข้อ ๕

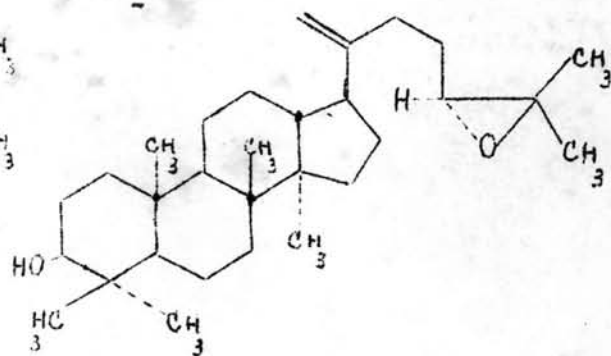
พบว่าเฉพาะ Lanosterol , Euphol , Tirucallol หรือ Dammaradienol types เท่านั้นที่มี side chain แต่ Lanosterol , Euphol และ Tirucallol types มี Double bond ใน ring B หรือ C นอกจาก Dammaradienol มี Double bond ที่ side chain

แต่ Aglaiol มี double bond เพียงอันเดียว ซึ่งควรจะเป็น double bond ที่ side chain เพราะว่า $C = CH_2$ จะอยู่ใน skeleton ไม่ได้ ฉะนั้น skeleton ของสารนี้จึงคล้ายกับ Dammaradienol มาก

Dammaradienol ซึ่งสูตรโครงสร้างทราบแน่นอนแล้วเป็นแบบสูตรทางซ้ายมือ แต่ Aglaiol ต่างกับ Dammaradienol ที่มี Epoxide อยู่ด้วย ฉะนั้น Aglaiol จึงมีสูตรที่อาจเป็นไปได้ดังแสดงไว้ทางขวามือ



Dammaradienol



Aglaiol

ตาม Structure นี้สูตรโมเลกุลเป็น $C_{30}H_{50}O_2$ Molecular weight = ๔๔๒.๗๐ และมี

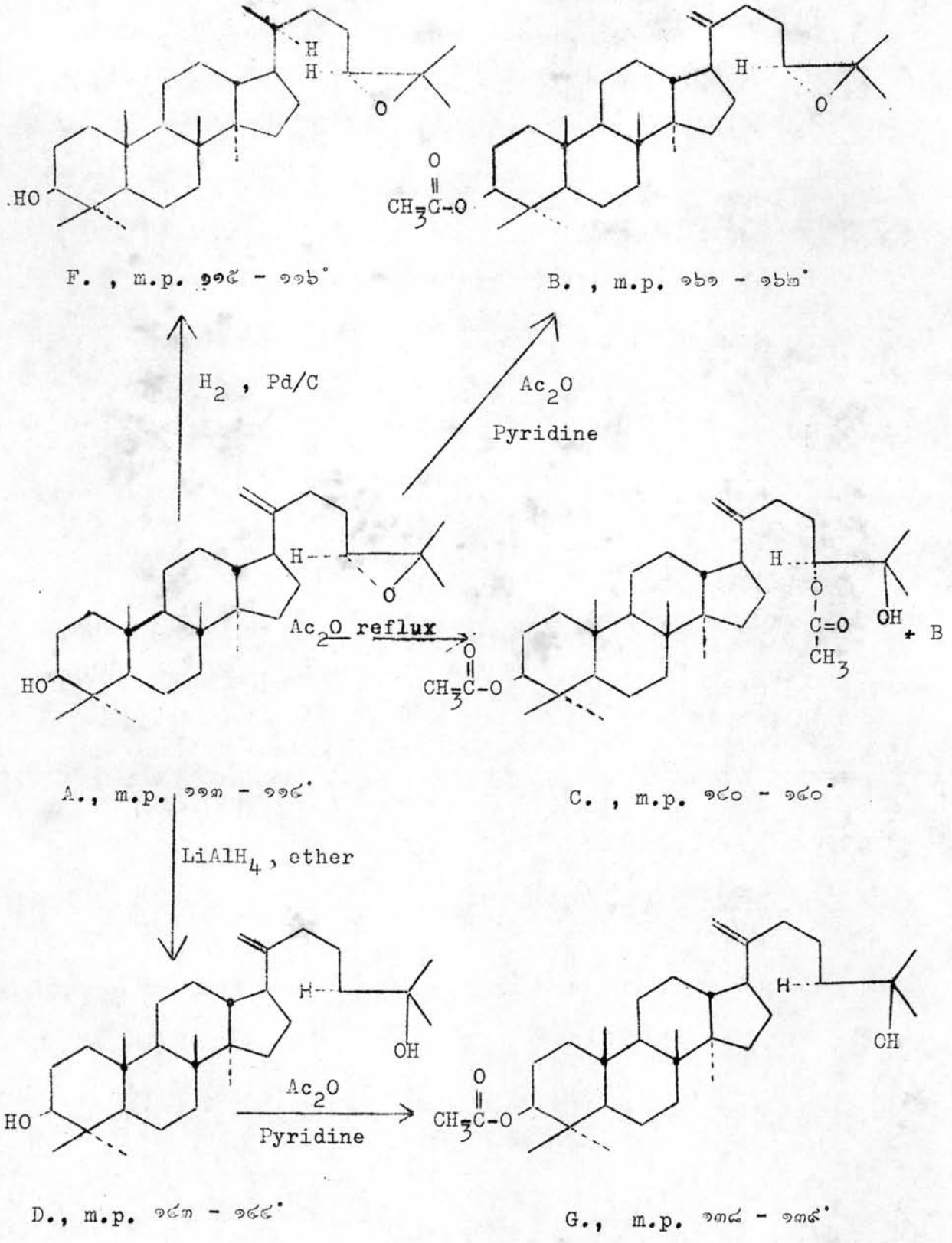
C = ๘๑.๓๘% , H = ๑๑.๓๘% , O = ๗.๒๓%

แต่เปอร์เซ็นต์ C, H ที่ได้จากการวิเคราะห์เป็น

C = ๘๑.๒๔% , H = ๑๑.๓๖% , O = ๗.๔๐% , Mol.wt.

= ๕๐๓ เมื่อสูตรที่อาจจะเป็นไปได้ของ Aglaiol มีลักษณะดังกล่าวจึงได้เตรียม Derivatives ต่าง ๆ พร้อมกับตรวจดู Spectra ของ Derivatives นั้น

ต่อไปถึง Scheme ต่อไปนี้



ก. Aglaiol monoacetate (การทดลองหน้า ๘) m.p. ๑๖๑ - ๑๖๒°

จาก IR. Spectrum (รูปที่ ๒ ข) แสดง ester C = O ที่ 1715 cm^{-1} และ C - O stretching peak ที่ 1240 cm^{-1} ไม่มี OH absorption ระหว่าง $3600 - 3400\text{ cm}^{-1}$

NMR. Spectrum (รูปที่ ๖) พบว่ามี Acetate เพียง group เดียว ที่ ๒.๐๓ ppm. ฉะนั้นสารนี้จึงเป็น monoacetate. ๒ - H absorption จาก C = CH₂ ยังคงอยู่ที่ ๔.๗๕ ppm. และ H บน Epoxide ring carbon ยังคงเป็น Triplet ที่ ๒.๗๔ ppm. ส่วน Triplet ของ H บน Carbon ที่มี OH ของ Acetate นี้ shift จาก ๓.๒๒ ppm. ของ Aglaiol ไปเป็น ๔.๕๑ ppm. ทั้งนี้เนื่องจาก Acetylation ของ OH

ฉะนั้นจาก IR. และ NMR. spectra ได้ผลตรงกันว่า Structure ของสารนี้เป็นสูตร B หน้า ๓๔

ข. Aglaiol diacetate. (การทดลองหน้า ๑๐) m.p. ๑๔๐ - ๑๔๑°

จาก IR. Spectrum (รูปที่ ๒ ก) พบว่ามี ester C = O ที่ 1715 cm^{-1} และ C - O Stretching ที่ 1240 cm^{-1} และยังคงมี OH absorption peak ที่ 3400 cm^{-1}

จาก NMR. Spectrum. (รูปที่ ๗) พบว่ามี Acetate methyl peak ๒ peaks ที่ ๒.๐๓ และ ๓.๒๒ ppm. ซึ่ง Acetate methyl peak ที่ ๒.๐๓ ppm. เหมือนกับ monoacetate ส่วน Acetate methyl peak ที่ ๓.๒๒ ppm. จะคงเป็น Acetate ซึ่งได้จากการเปิด Epoxide group ใน side chain.

ฉะนั้น Structure ของสารนี้อาจเป็นตามสูตร C หน้า ๓๔

ค. LH-dihydroaglaiol (การทดลองหน้า ๑๑) m.p. ๑๔๓ - ๑๔๔°

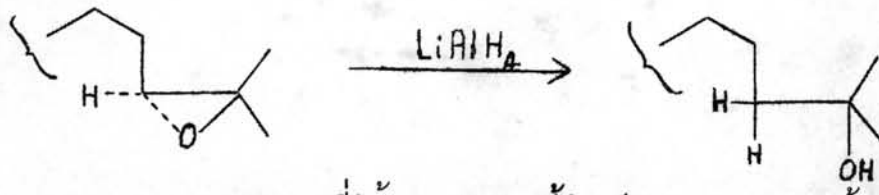
สารนี้จะละลายใน Carbon disulphide ได้ยากกว่า Aglaiol ทั้งนี้เนื่องจากสารนี้มี OH group เพิ่มขึ้นซึ่งเป็นไปตามคุณสมบัติของสารที่มี -OH group

มาก ๆ การละลายใน CS_2 จะน้อย

จาก IR. Spectrum (รูปที่ ๑ ข) แสดง OH และ $C = CH_2$ absorption และ peak ที่แสดง Epoxide หายไป

จาก NMR. Spectrum (รูปที่ ๙) แสดง Vinyl hydrogen ๒ ตัว ของ $C = CH_2$ ที่ ๔.๗๒ ppm. ส่วน Methyl peak ยังคงเหมือนกับของสาร Aglaiol นอกจาก ๒ groups ที่ shift ไปที่ ๑.๒๑ ppm., H บน Carbon ที่มี OH ยังคงมีอยู่เป็น Triplet ที่ ๓.๒๒ ppm. ส่วน Triplet ที่ ๒.๙๔ ppm. ของ Aglaiol หายไป

ฉะนั้นปฏิกิริยาเป็นไปตามสมการ



Structure ของสารที่ได้จากปฏิกิริยานี้จึงเป็นตามสูตร D หน้า ๓๔

ง. Hydrogenation product (H_2 - dihydroaglaiol), m.p. ๑๑๕-๑๑๖°

(จากการทดลองหน้า ๑๑) Structure ของสารนี้เป็นไปตามสูตร F. หน้า ๓๔

NMR. Spectrum (รูปที่ ๘) Peak ของ ๒ - hydrogen จาก $C = CH_2$ group ใน Aglaiol ที่ ๔.๗๕ ppm. หายไป ส่วน Peak ของ ๑ - hydrogen " triplet " ที่ ๓.๒๐ ppm. จาก H-C-O group ของ C - ๓ และ ๑ - hydrogen absorption ที่ ๒.๙๐ ppm จาก H-C-O group ของ C - ๒๔ ยังคงอยู่ตามเดิม

Methyl group ใหม่ (CH_3-CH) ที่ได้จาก Hydrogenation เป็น Doublet อยู่ใน Region ๐.๙๕ - ๑.๓๐ ppm. ซึ่งอยู่กับ Methyl peak ที่อื่น absorption ที่ ๕.๐๐ - ๕.๓๐ ppm. น้อยกว่า ๑ - hydrogen เนื่องจากอาจ

มี Solvent ที่ตกอยู่เล็กน้อยหรือมี impurity อยู่ด้วย

IR. Spectrum (รูปที่ ๓ ก) Peak ของ $C = CH_2$ ที่ 1645 cm^{-1} ยังมีอยู่ใน Aglaiol, Aglaiol monoacetate, LAH-dihydro compound และ Monoacetate ของ LAH-dihydro compound หายไป

จ. $LiAlH_4$ Product monoacetate (LAH-dihydroaglaiol acetate)
m.p. $132 - 133^\circ$ (จากการทดลองหนา ๑๒)

จาก Spectra แสดงว่าสารนี้เป็น Monoacetate มากกว่า Di-acetate

IR. Spectrum. (รูปที่ ๓ ข) มี Hydroxyl absorption ที่ $3300 - 3600\text{ cm}^{-1}$ และ Acetate carbonyl group ที่ 1730 cm^{-1}

NMR. Spectrum. (รูปที่ ๑๐) พบว่ามี β -Vinyl hydrogen ของ $C=CH_2$ group ที่ 6.82 ppm . และที่ 6.50 ppm . เป็น "triplet"

จาก $H-C-O-\overset{O}{\parallel}C-CH_3$ ของ C-๓ แสดง CH_3 group ของ Acetate เพียง group เดียวที่ 2.02 ppm . และ Tertiary OH ที่ C-๒ ไม่ถูก Acetylate เมื่อใช้ Mild acetylation conditions. Structure ของสารนี้จึงเป็นตามสูตร G หน้า ๓๘

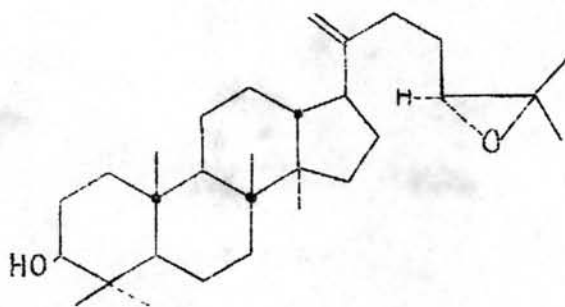
ฉ. Refluxing Acetic Anhydride Product, m.p. $133 - 134^\circ$ (การทดลองหนา ๑๐ ของ ๒ และ ๓)

จาก NMR. spectrum พบว่าสารนี้เป็น Mixture ที่มีฉีกคล้ายกับเป็น Single compound และฉีกก็ไม่ได้แยกออกจากกัน

ซ. สูตรโครงสร้างของ Aglaiol.

ผลของการวิเคราะห์หาสูตรโครงสร้างของ Aglaiol ที่ได้จาก Derivatives และ Spectra ยืนยันให้เห็นว่า LAH-dihydroaglaiol ซึ่งเตรียมได้จาก Dammaradienyl acetate (หน้า ๑๓) เมื่อนำเอาไปเปรียบ

เทียบกับ LiAlH_4 - Dihydroaglaiol ที่ได้จาก Aglaiol โดยตรงมี m.p. เท่ากัน mixed melting point ไม่ต่ำลง สารทั้งสองมี Rf บน Thin layer chromatography เท่ากัน (รูปที่ ๑๒) NMR. spectra เหมือนกันทุกอย่าง (รูปที่ ๘ และรูปที่ ๑๑) ยกเว้นที่ประมาณ ๑.๖ ppm. ต่างกันเล็กน้อย เนื่องจากความแตกต่างของ Hydroxyl group ในสารละลายที่ต่างกัน และความเข้มข้นที่ต่างกัน ส่วน Infrared spectra ของสารทั้งสองเหมือนกัน Optical rotation ใกล้เคียงกัน ฉะนั้นสารทั้งสองนี้จึงมี Structure เหมือนกัน ซึ่งเป็นการยืนยัน Structure ของ Aglaiol ว่าเป็น



บทแทรก

Ultraviolet spectrum, Infrared spectra และ NMR.spectra
ได้รับความช่วยเหลือเป็นส่วนตัวจาก Dr. Edgar W. Warnhoff แผนกเคมี มหาวิทยาลัย
Western Ontario ประเทศ Canada
ตำแหน่งของ Peak ใน NMR.spectra ใช้หน่วย ppm. (tetramethylsilane
=0)
การหา Melting point ใช้ Fisher-Johns melting-point apparatus.
Optical rotation ใช้เครื่องมือ Schmidt&Haensch Polarimeter ใช้
tube ขนาด ๒ เดซิเมตร
การวิเคราะห์เปอร์เซนต์ Carbon, Hydrogen ทำที่ Australian Micro-
analytical Service.
Molecular weight ทำโดยวิธี Rast method.