

สารประกอบโรตินอยด์จากต้นหนอนตายอยาก



นายโสภณ เริงสำราญ

006272

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาคามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

แผนกวิชาเคมี

บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

พ.ศ. 2516

NATURAL ROTENOIDS FROM THE *STEMONA COLLINSAE* CRAIB.



Mr. Sophon Roengsumran

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements

for the Degree of Master of Science

Department of Chemistry

Graduate School

Chulalongkorn University

1973



หัวข้อวิทยานิพนธ์ สารประกอบโรตินอยด์จากต้นหนอนตายอยาก

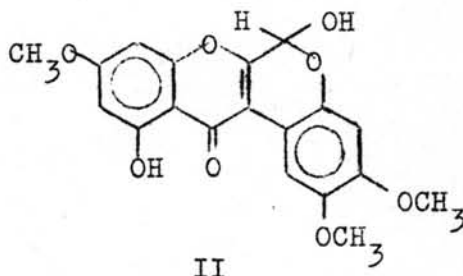
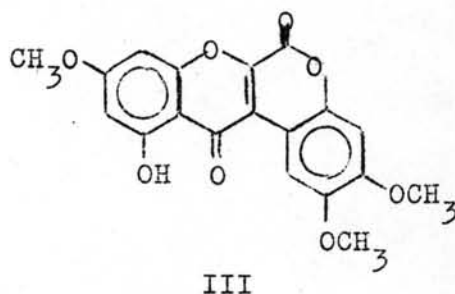
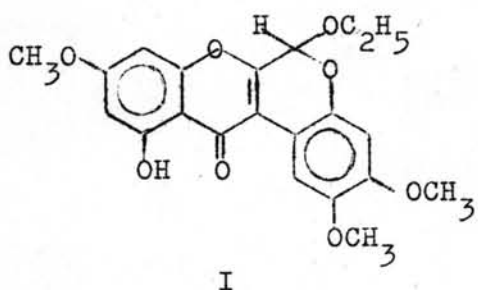
ชื่อ นายโสภณ เริงสำราญ แผนกวิชา เคมี

ปีการศึกษา 2516



บทคัดย่อ

ได้ทำการศึกษาหาสูตรโครงสร้างของสารประกอบโรตินอยด์ 2 ชนิดที่แยกได้จากรากหนอนตายอยาก เรียกชื่อว่า stemonal(II) และ stemonone(III) ตามลำดับ การเสนอสูตรโครงสร้างของ II และ III นี้ได้อาศัยความสัมพันธ์ที่เกี่ยวข้องกับสูตรโครงสร้างของ stemonacetal(I) เป็นหลัก จากปฏิกิริยาทางเคมีและ spectral data สนับสนุนสูตรโครงสร้าง II และ III เป็นจริงเช่นนั้น



เมื่อนำ II มาทำปฏิกิริยากับ absolute ethanol ที่มีกรกอยู่ด้วยจะได้ acetal(I) แต่ถ้าวินิจฉัย I ในน้ำจะได้ hemiacetal (II) สารที่ได้จากการทำปฏิกิริยา I และ II มีคุณสมบัติเหมือนกับสารที่ได้จากธรรมชาติทุกประการ ทั้งนี้โดย

การเปรียบเทียบ m.p., IR., NMR และ mass spectra เมื่อ oxidise II  
ด้วย  $\text{CrO}_3$  จะได้ stemonone(III)

นอกจากนี้ยังได้พยายามสังเคราะห์ stemonone โดยวิธีที่ใช้สังเคราะห์  
สารประกอบโรติโนน จากการสังเคราะห์ได้พบสารใหม่ 4 ชนิดคือ azlactone ของ  
2,4,5-trimethoxybenzaldehyde ; 2,4,5-trimethoxyphenylpyruvic  
acid ; 2,4,5-trimethoxyphenylacetonitrile , and 2,4,5-trimethoxy-  
phenylphloroacetophenone

ในที่สุดได้ศึกษาสารประกอบที่ถูกสกัดออกมาด้วย petroleum ether จากต้น  
กระท้อน ซึ่งพบว่าเป็น Katonic acid และ unsaturated oil ชนิดหนึ่งมี  
จุดเดือด  $265^\circ$

Thesis Title Natural Rotenoids from the *Stemona Collinsae*  
Craib.

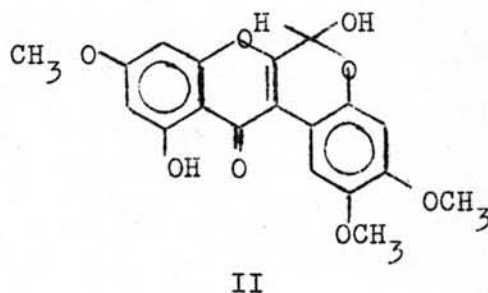
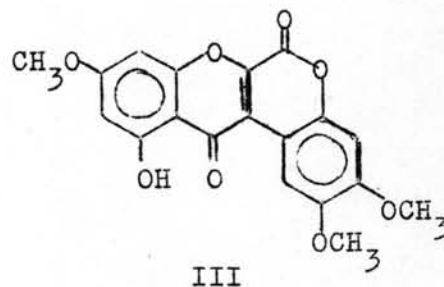
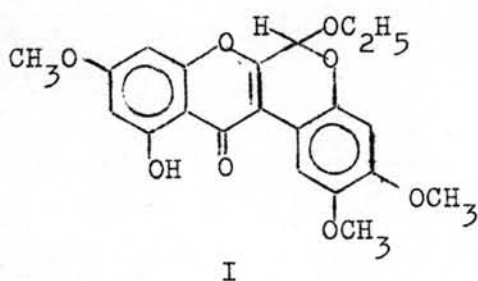
Name Mr. Sophon Roengsumran Department Chemistry

Academic Year 1973



### ABSTRACT

The study dealt with the structure of two new rotenoids isolated from the roots of *Stemona collinsae* Craib. The compounds had been named stemonal(II) and stemonone(III), respectively. The formulae were proposed by correlation with a stemonacetal(I).



Support for structures of II and III was provided by chemical reactions and spectral data. Treatment of II with

absolute ethanol and acid gave an acetal(I) as the only product, whereas hydrolysis of I in aqueous acid yielded a hemiacetal(II). The reaction products and natural I or II were identical in all respects by comparison of their m.p., IR., NMR., and mass spectra. Oxidation of II with  $\text{CrO}_3$  led to a compound which was found to be stemonone(III).

Attempts to prepare the stemonone were carried out by the method that was described for the synthesis of rotenone. This led to four new compounds, azlactone of 2,4,5-trimethoxybenzaldehyde, 2,4,5-trimethoxyphenylpyruvic acid, 2,4,5-trimethoxyphenylacetonitrile, and 2,4,5-trimethoxyphenylphloroacetophenone.

Finally, the petroleum ether extraction of *Sandoricum indicum* had been investigated in this study. Katonic acid and an unknown unsaturated oil, b.p.  $265^\circ$ , were isolated.



คำขอบคุณ

วิทยานิพนธ์เรื่องนี้ ได้รับความช่วยเหลือและแนะนำเป็นอย่างดียิ่งจาก  
ศาสตราจารย์ ดร.เทพ เชียงทอง ซึ่งเป็นอาจารย์ที่ปรึกษาโดยตลอด และได้รับคำ  
แนะนำเป็นอย่างดีจากศาสตราจารย์ ดร.เผด็จ สิทธิสุนทร และในการเตรียมสาร  
บางชนิดได้รับความร่วมมือจากอาจารย์ อนงค์รัตน์ บุญรักษ์วนิช

ผู้เขียนขอรำลึกในความกรุณาของอาจารย์และขอขอบพระคุณเป็นอย่าง  
สูง มา ณ ที่นี้ด้วย





สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย ... ..	๗
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ ... ..	๘
คำขอบคุณ ... ..	๙
รายการภาพประกอบ ... ..	๑๑



บทที่

1. บทนำ ... ..	1
2. การทดลอง ... ..	4
2.1 การสกัดและการแยกสาร (Extraction and Separation) ... ..	4
2.2 การเปลี่ยน Stemonacetal(I) เป็น Stemonal(II) .	6
2.3 การเปลี่ยน Stemonal(II) เป็น Stemonacetal(I) .	7
2.4 การเปลี่ยน Stemonal(II) เป็น Stemonone(III) ..	7
2.5 การสังเคราะห์ acetate ของ III ... ..	8
2.6 การสังเคราะห์ p-Benzoquinone(IV) ... ..	8
2.7 การสังเคราะห์ Hydroxyquinol triacetate(V) .	9
2.8 การสังเคราะห์ Hydroxyquinol(VI) ... ..	9

2.9 การสังเคราะห์ 2,4,5-Trihydroxybenzaldehyde(VII)	10
2.10 การสังเคราะห์ 2,4,5-Trimethoxybenzaldehyde(VIII)	10
2.11 การสังเคราะห์ Azlactone of 2,4,5-Trimethoxybenzaldehyde (IX)	11
2.12 การสังเคราะห์ 2,4,5-Trimethoxyphenylpyruvic acid (X)	12
2.13 การสังเคราะห์ 2,4,5-Trimethoxyphenyl acetonitrile (XI)	12
2.14 การสังเคราะห์ 2,4,5-Trimethoxyphenylphloroacetophenone(XII)	13
2.15 ปฏิกิริยาของ XII กับ diethyl oxalate (การทดลองสังเคราะห์ XIII )	14
2.16 ปฏิกิริยาระหว่าง XII กับ ethyl ethoxyglycolate	16
2.17 ปฏิกิริยาของ XII กับ ethyl diethoxyacetate	17
2.18 Methylation Stemonone(III) ในสารละลาย NaOH (การทดลองสังเคราะห์ IIIa)	18
2.19 Hydrolysis of Stemonacetal(I) จากธรรมชาติด้วย 10% NaOH	19
2.20 การเตรียม Reagents	19

2.21 ความพยายามสังเคราะห์ 2,4,5-Treimethoxyphenyl- acetonitrile โดยวิธีอื่น ... ..	22
2.22 สารบางอย่างจากต้นกระท้อน ... ..	26
2.22.1 การสกัดสาร (Extraction) ... ..	26
2.22.2 การแยกสาร (Separation) , ... ..	26
2.22.3 การทำสารให้บริสุทธิ์ (Purification) ... ..	26
2.22.4 การวิเคราะห์หาสูตรโครงสร้างของสาร ก. ... ..	27
2.22.5 การวิเคราะห์หาสูตรโครงสร้างของสาร ข. ... ..	29
3. วิจัยและพัฒนาผลิตภัณฑ์ ... ..	30
บรรณานุกรม ... ..	40
ประวัติการศึกษา ... ..	43

## รายการภาพประกอบ

รูปที่

หน้า

1. IR. Spectrum ของสาร ก. ... ..	27
2. Diagram I ... ..	33
3. Diagram II ... ..	35
4. Diagram III ... ..	35