

อุปถัมภ์ โปชนิกนิษฐ์: การศึกษาโครงสร้างสารในกลุ่มฟริเดิลเลนที่มีระบบวง
แหวนห้าวงโดยวิธีรังสีเอกซ์ผลึกเดี่ยวและสหสัมพันธ์ของโครงสร้าง (SINGLE
CRYSTAL X-RAY CHARACTERIZATION AND STRUCTURE
CORRELATION OF PENTACYCLIC FRIEDELANE RING SYSTEM)

อาจารย์ที่ปรึกษา : รศ. ดร. เต็มเนท เจ. แสลดอร์, 139 หน้า. ISBN 974-533-294-1

วิทยานิพนธ์นี้ เป็นการศึกษาโครงสร้างสารประกอบซึ่งมีวงแหวนหกเหลี่ยมห้าวงต่อกันในกลุ่มฟริเดิลเลน โดยวิธีสหสัมพันธ์ของโครงสร้างและ วิธีรังสีเอกซ์ผลึกเดี่ยว โดยวิธีสหสัมพันธ์ของโครงสร้างจากความสัมพันธ์ระหว่างความยาวพันธะของคาร์บอนกับออกซิเจน ($C\cdots O$) กับผลรวมของมุมพันธะที่อะตอมคาร์บอนตำแหน่งที่ 3 ได้แสดงให้เห็นถึงความผิดปกติในโครงสร้างของตำแหน่งออกซิเจนอะตอม ความผิดปกตินี้สามารถอธิบายได้โดยการศึกษาโครงสร้างของสารที่ผิดปกติ โดยเทคนิครังสีเอกซ์ผลึกเดี่ยว สารดังกล่าวคาร์บอนอะตอมตำแหน่งที่ 3 เกิดพันธะกับทั้งหมู่ไฮดรอกซีและหมู่คาร์บอนิล โดยหมู่ไฮดรอกซีมีค่าออกคิวแพนซี 0.680(3) ความยาวพันธะของคาร์บอน-ออกซิเจนสำหรับหมู่ไฮดรอกซีเท่ากับ 1.426 อังสตรอม และหมู่คาร์บอนิลเท่ากับ 1.251 อังสตรอม เมื่อหาค่าเฉลี่ยน้ำหนักออกคิวแพนซีของทั้งสองหมู่ จะได้ค่าความยาวพันธะของคาร์บอน-ออกซิเจน และมุมพันธะเป็น 1.361 อังสตรอมและ 341.18 องศา ตามลำดับ ตรงกับค่าที่แสดงความผิดปกติที่ได้จากกราฟการกระจาย คือ 1.33 อังสตรอม และ 343.1 องศา ของวิธีสหสัมพันธ์ของโครงสร้าง การพิสูจน์โครงสร้างที่ผิดปกตินี้ได้อาร์แฟคเตอร์ที่ 0.0563 ที่ความหนาแน่นของอิเล็กตรอน 0.22(3) ต่อลูกบาศก์อังสตรอม

ผลึกสารประกอบ 25-26-oxidofiedelan-1,3-dione ซึ่งสกัดได้จากต้นตะไคร้ (*Salacia Chinensis* Linn.) อยู่ในระบบผลึกโมโนคลินิก สเปซกรุ๊ป P_2 , สูตรโมเลกุล $C_{30}H_{46}O_3$, MW 454.67, $a = 7.6688(1) \text{ \AA}$, $b = 16.1829(2) \text{ \AA}$, $c = 10.7132(2) \text{ \AA}$, $\beta = 109.861(1)^\circ$, $V = 1250.46(3) \text{ \AA}^3$, $Z = 2$, และ $R_I = 0.042$ สำหรับ 2903 ของข้อมูลรังสีสะท้อน ที่อุณหภูมิ 150 เคลวิน โมเลกุลของสารในระบบของแข็งยึดเหนี่ยวกันโดยพันธะไฮโดรเจน ผ่านหมู่คาร์บอนิล ($C=O\cdots H$) และแรงระหว่างขั้วระหว่างหมู่คาร์บอนิลกับอีเทอร์ ($>C(\delta^+)\cdots O(\delta^-)$)

สาขาวิชาเคมี

ปีการศึกษา 2546

ลายมือชื่อนักศึกษา

ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา

ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม

ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม

AUPHATHAM PHOTHIKANITH: SINGLE CRYSTAL X-RAY CHARACTERIZATION
AND STRUCTURE CORRELATION OF PENTACYCLIC FRIEDELANE RING SYSTEM
THESIS ADVISOR: ASSOCIATE PROFESSOR KENNETH J. HALLER,
Ph.D., 139 PP. ISBN 974-533-294-1

Structural studies of the five fused six-membered ring friedelane skeleton with structure correlation and single crystal x-ray analysis methods are presented. The correlation between the sum of angles about C3 and C3–O bond distances identified an anomalous of structure in the database. Structure correlation to examine the hybridization of carbon C3 in friedelane and oleanane triterpene structures revealed one anomalous compound in the structure database. Redetermination of the structure of the anomalous compound clearly demonstrates that the oxygen at C3 is disordered. The major component of the structure is epifriedelin-3-ol with a refined occupancy of 0.680(3). The minor component is friedelin-3-one, the only difference being the ketone at C3. The bond lengths of the disordered components are $d[\text{C–O}] = 1.426(5)$ and $d[\text{C=O}] = 1.251(6)$ Å, giving occupancy weighted averages of 1.370 Å and 341.4° for $d[\text{C–O}]$, nearly the same as the 1.33 Å and 343.1° values previously reported for the anomalous structure. Refinement converged with a conventional R_I of 0.0563 and the highest peak on the electron density difference map of $0.22(3) \text{ e } \text{Å}^{-3}$.

The crystal and molecular structure of 25,26-oxidofriedel-1,3-dione, isolated from *Salacia Chinensis* Linn is reported. The compound crystallizes in the monoclinic space group $P2_1$, $MW = 454.67$, $a = 7.6688(1)$ Å, $b = 16.1829(2)$ Å, $c = 10.7132(2)$ Å, $\beta = 109.861(1)^\circ$, $V = 1250.46(3)$ Å³, $T = 150$ K, and $Z = 2$, and refines to $R_I = 0.0412$ for 2903 reflections. The crystal

packing of the structure contains C–H···O hydrogen bonds and a previously undescribed supramolecular building block involving dipolar intermolecular contacts between the positive polarity carbon atom of a carbonyl group and the negative polarity oxygen atom of the ether linkage, C(δ^+)···O(δ^-). The new linkage has been characterized from the structure and data in the Cambridge Crystal Structure Database.

School of Chemistry

Student's Signature

Academic Year 2003

Advisor's Signature

Co-advisor's Signature

Co-advisor's Signature