

แนวทางการสังเคราะห์อนุพันธ์ของสารประกอบไบฟีนิลบางตัว

และ

การศึกษาสารเคมีในดอกเข็ม



Synthetic Approaches to some Biphenyl Derivatives

and

Chemical Investigation of the Flowers of *Ixora lobbii*

สริน ภมรศิลป์ธรรม

Sarin Phamonsinlapathum

เลขหมู่ 05495 I9/A6 2503
เลขทะเบียน 028750
- 9/ ส.ค. 2533

วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมีอินทรีย์

มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

2533

Master of Science Thesis in Organic Chemistry

Prince of Songkla University

2533

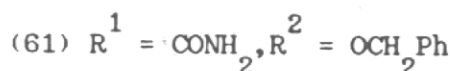
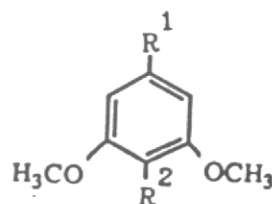
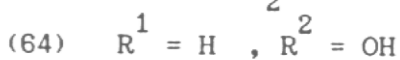
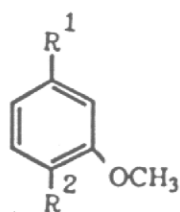
หัวข้อวิทยานิพนธ์	แนวทางการสังเคราะห์อนุพันธ์ของสารประกอบไบฟีนิลบางตัว และการศึกษาสารเคมีในดอกเข็ม
ผู้เขียน	นางสาวสริน ภมรศิลป์ธรรม
สาขาวิชา	เคมีอินทรีย์
ปีการศึกษา	2532

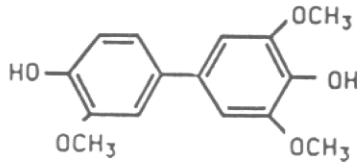
บทคัดย่อ

ตอนที่ 1

3,5,3'-Trimethoxy-4,4'-dihydroxybiphenyl (51) ที่แยกได้จากรากมะดัน ได้รับการศึกษาเพื่อยืนยันโครงสร้าง โดยการสังเคราะห์ผ่านปฏิกิริยา Ullmann ของ 4-Bromo-2-methoxyphenol (65) และ 4-Bromo-2,6-dimethoxyphenol (67) การสังเคราะห์ 4-Benzyloxy-3-methoxybenzamide (56) ได้กระทำผ่านลำดับขั้นตอนต่างๆ จาก Vaniline ในปริมาณร้อยละปานกลาง 4-Benzyloxy-3,5-dimethoxybenzamide (61) เตรียมได้ในลักษณะเดียวกันจาก 3,5-Dimethoxy-4-hydroxy-benzoic acid (59) อย่างไรก็ตามได้ พยายามนำอนุพันธ์ของกรดดังกล่าวมาทำปฏิกิริยา Hunsdiecker หรือ นำอนุพันธ์ของ Benzamide มาทำ Hoffmann degradation พบว่าไม่ประสบผลสำเร็จ และการสังเคราะห์ดังกล่าวยังคงดำเนินต่อไป

ในอีกทางหนึ่ง ได้นำ 2-Methoxyphenol (64) และ 2,6-Dimethoxyphenol (66) มาเติมโบรมีนโดยใช้ $\text{Br}_2 / \text{AcOH}$ ซึ่งได้ผลผลิตร้อยละในปริมาณพอสมควร การพยายามทำการเชื่อมต่อแบบ Ullmann ยังคงดำเนินต่อไป





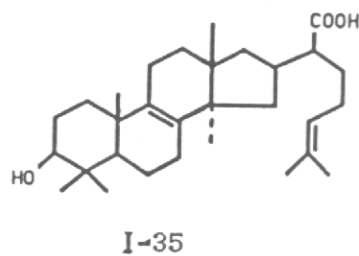
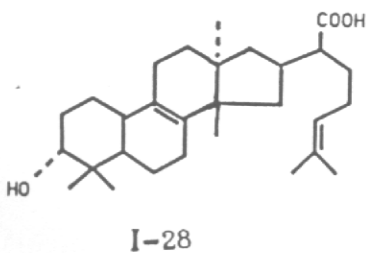
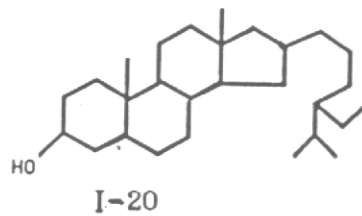
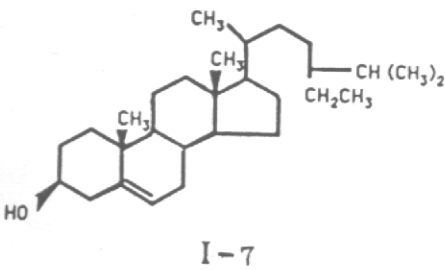
(51)

ตอนที่ 2

จากการรวบรวมเอกสารของพันธุ์ไม้วงศ์ Rubiaceae มี 51 สกุล 242 ชนิด ในประเทศไทย แต่มีการศึกษาเพียง 22 สกุล ทั่วโลก

พืชสกุล *Ixora* Linn. เป็นพืชสกุลหนึ่งในวงศ์ Rubiaceae พืชสกุล *Ixora* นี้เท่าที่มีผู้สำรวจพบว่ามีประมาณ 200 กว่าชนิดทั่วโลก สำหรับในประเทศไทยมี 23 ชนิด และมีการศึกษาแล้ว 5 ชนิด คือ *Ixora arborea*, *Ixora chinensis*, *Ixora coccinea*, *Ixora nigricans* และ *Ixora parviflora* ทั้งนี้เป็นชนิดที่มีในประเทศไทย 3 ชนิด (ยกเว้น *Ixora arborea*, *Ixora parviflora*)

ในการศึกษาวิจัยครั้งนี้ ทำการสกัดดอกเข็ม (*Ixora lobbii*) ด้วยตัวทำละลายเอทานอล ได้สารประกอบที่มีการศึกษาโครงสร้างแล้ว 4 สาร คือ β -Sitosterol(I-7), Stigmastanol(I-20), α -Elemolic acid (I-28) และ Trametenolic acid (I-35) นอกจากนี้ยังพบสารที่ไม่ทราบโครงสร้างแน่นอนอีก คือ I-2 , I-5 , I-8 และ I-9



Thesis title Synthetic Approaches to some Biphenyl Derivatives
and Chemical Investigation of the Flowers of
Ixora lobbii

Author Miss Sarin Phamonsinlapathum

Major program Organic Chemistry

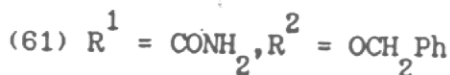
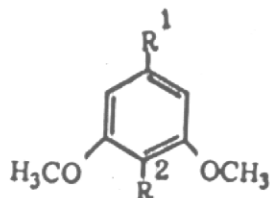
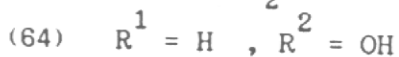
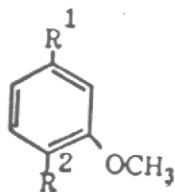
Academic year 2532

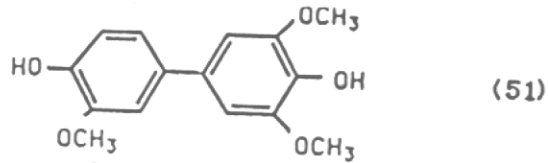
Abstract

Part I

The structure of 3,5,3'-Trimethoxy-4,4'-dihydroxybiphenyl (51) isolated from the roots of *Garcinia* is being confirmed by synthesis via Ullmann reaction of 4-Bromo-2-methoxyphenol (65) and 4-Bromo-2,6-dimethoxyphenol (67). Synthesis of 4-Benzyloxy-3-methoxybenzamide (56) has been achieved via a sequence of steps from Vanillin in moderate yield. 4-Benzyloxy-3,5-dimethoxybenzamide (61) has also been prepared in the same way from 3,5-dimethoxy-4-hydroxybenzoic acid (59). However, attempts on Hunsdiecker reaction of the acid derivatives or Hoffmann degradation of the benzamide derivative have not been successful and the synthesis is still in progress.

On the other hand, bromination of 2-methoxyphenol (64) and 2,6-dimethoxyphenol (66) in Br_2/AcOH has been successful in fair yields. Attempts of Ullmann coupling are in progress.





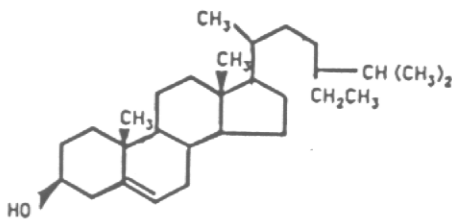
Part II

A general literature survey (*Chemical Abstracts* up to 1988) on the previous work of 242 species representing 22 genera belonging to the Family Rubiaceae which occurs in Thailand has been carried out

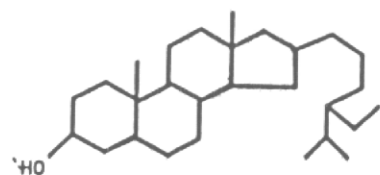
It revealed that only 5 species in genera *Ixora* were chemically investigated; *Ixora nigricans*, *Ixora chinensis*, *Ixora coccinea*, *Ixora arborea* and *Ixora parviflora*.

Ixora lobbii was chosen for this chemical studies.

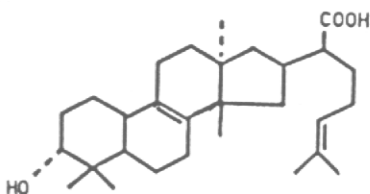
The ethanol extracts of the flowers of *Ixora lobbii* were fractionated with methylenechloride. After chromatography, the methylenechloride soluble fractions yielded two known steroids, which at present believed to be β -Sitosterol (I-7), Stigmastanol (I-20) and two known triterpenes; α -Elemolic acid (I-28), Teametenolic acid (I-35). In addition, four unidentified compound (I-2, I-5, I-8 and I-9) were also isolated.



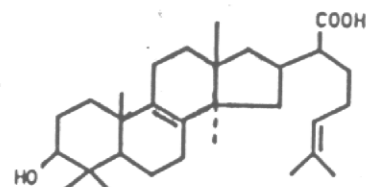
I-7



I-20



I-28



I-35