



รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ การสังเคราะห์สารผลิตภัณฑ์ธรรมชาติจากพืชและอนุพันธ์

โดย อาจารย์ ดร. พัลลภ กันธิยงค์

ธันวาคม 2553

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ การสังเคราะห์สารผลิตภัณฑ์ธรรมชาติจากเชื้อราและอนุพันธ์

โดย อาจารย์ ดร. พัลลภ คันทิขังค์

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศิลปากร

สนับสนุนโดยสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย

(ความเห็นในรายงานนี้เป็นของผู้วิจัย สกว. ไม่จำเป็นต้องเห็นด้วยเสมอไป)

บทคัดย่อ

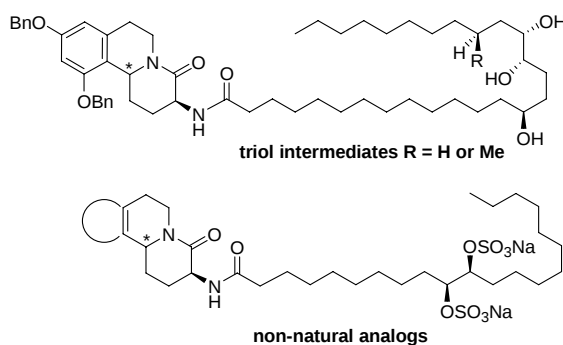
รหัสโครงการ : DBG4880012

ชื่อโครงการ : การสังเคราะห์สารผลิตภัณฑ์ธรรมชาติซูลเซอินและอนุพันธ์

ชื่อนักวิจัยและสถาบัน : อาจารย์ ดร. พัลลภ คันธิยังค์ ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศิลปากร

E-mail Address : punlop@su.ac.th

ระยะเวลาโครงการ : สิงหาคม 2548 – สิงหาคม 2550



คณะผู้วิจัยได้ทำการสังเคราะห์ advanced intermediate ที่จะนำไปสู่การสังเคราะห์สารผลิตภัณฑ์ธรรมชาติซูลเซอิน (schulzeine) ซึ่งมีฤทธิ์ในการยับยั้งการทำงานของเอนไซม์อัลฟาไกลูโคซิเดส (α -glucosidase) โดยมีปฏิกิริยาหลักในการสังเคราะห์ได้แก่ *N*-acyliminium ion cyclization เพื่อสังเคราะห์โครงหลักสามวง Sharpless Asymmetric Dihydroxylation Julia-Kocienski olefination asymmetric allylboration cross olefin metathesis เพื่อสังเคราะห์สายโซ่กรดไขมัน 28 คาร์บอน โมเลกุลที่สังเคราะห์ขึ้นเป็น advanced intermediate ที่ใช้ในการสังเคราะห์ schulzeine B และ C ดังที่มีรายงานไว้ จึงทำให้การสังเคราะห์ที่ได้เป็นการสังเคราะห์แบบ formal synthesis สำหรับการสังเคราะห์ schulzeine A นั้นหลังจากที่คณะผู้วิจัยได้ทำการสังเคราะห์ triol intermediate ที่มีโครงสร้างดังแสดงแล้ว ได้มีรายงานการสังเคราะห์ schulzeine A โดย Wardop ที่รายงานว่าโครงสร้างของโมเลกุลนี้ที่รายงานไว้เบื้องต้นโดย Fusetani นั้นไม่ถูกต้อง ที่ตำแหน่ง C-20 ของสายโซ่กรดไขมัน คณะผู้วิจัยยังได้ออกแบบโครงสร้างและทำการสังเคราะห์ non-natural analog ของ schulzeine ที่มีส่วนโครงสร้างหลัก heterocyclic core แบบต่างๆ ซึ่งสามารถสังเคราะห์ได้ด้วยปฏิกิริยา *N*-acyliminium ion cyclization เช่นเดียวกับโครงหลักสามวงของ schulzeine โดยมีโครงสร้างแบบต่างๆ ได้แก่ indoloquinolizidinone 3,4-dimethoxybenzoquinolizidinone และ quinolizidinone และสายโซ่กรดไขมันที่มีขนาดสั้นกว่า natural schulzeine ซึ่งจำนวนขั้นในการสังเคราะห์น้อยลงทำให้สังเคราะห์ได้ง่ายกว่า และได้ทำการทดสอบเบื้องต้นของผลการยับยั้งการทำงานของเอนไซม์ อัลฟาไกลูโคซิเดส (α -glucosidase) ซึ่งพบว่าสารที่สังเคราะห์ได้มีความสามารถในการยับยั้งการทำงานของเอนไซม์ดังกล่าว

คำสำคัญ: ซูลเซอิน การสังเคราะห์ อนุพันธ์ที่ไม่พบในธรรมชาติ เอนไซม์อัลฟาไกลูโคซิเดส

ABSTRACT

Project Code : DBG4880012

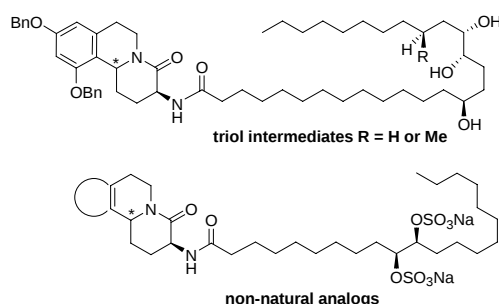
Project Title : Synthetic Studies of Schulzeines and Non-natural Analogs

Investigator : Punlop Kuntiyong, Ph.D.

Department of Chemistry, Faculty of Science, Silpakorn University

E-mail Address : punlop@su.ac.th

Project Period: August 2005 - August 2007



Advanced intermediates toward a total synthesis of schulzeines A, B, and C, a group of novel natural products isolated from Japanese marine sponge with potent activity against α -glucosidase, have been synthesized. The benzoquinolizidinone tricyclic core of these natural products was synthesized from 2-(3,5-dibenzyloxyphenyl)ethylamine with *N*-acyliminium ion cyclization as the key transformation whereas the syntheses of C28 fatty acid side chains featured Julia-Kocienski olefination, Sharpless asymmetric dihydroxylation, asymmetric allyboration, and olefin cross metathesis as key reactions. The absolute configuration of C20 stereogenic center of the fatty acid side chain of schulzeine A needs to be reversed according to reported total synthesis by Wardrop. We also synthesized non-natural analogs of schulzeines containing heterocyclic cores synthesized from commercially available tryptamine, homoveratrylamine, and 3-butenylamine and a shortened fatty acid side chain of 21 carbons. The heterocyclic core for the non-natural analogs are indoloquinolizidinone, 3,4-dimethoxybenzoquinolizidinone, and quinolizidinone, which were synthesized using *N*-acyliminium ion cyclization of the corresponding hydroxylactam. The synthetic compounds were subjected to preliminary testing of inhibitory activity against α -glucosidase. All compounds showed some activity against the action of the enzyme in hydrolysis of *p*-nitrophenyl- α -D-glucopyranoside.

KEYWORDS: Schulzeines, Formal Synthesis, Non-natural Analogs, α -Glucosidase

รายงานการวิจัยฉบับสมบูรณ์

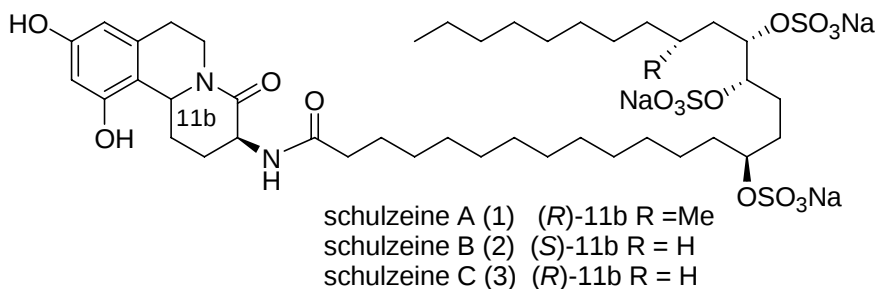
วัตถุประสงค์

1. สังเคราะห์สารผลิตภัณฑ์ธรรมชาติซูลเซอินและอนุพันธ์
2. ศึกษาปฏิกิริยาเคมีอินทรีย์ที่ใช้ในการสังเคราะห์
3. ทดสอบการยับยั้งการทำงานของเอนไซม์ α -glucosidase ของสารที่สังเคราะห์ได้

วิธีการทดลอง

งานวิจัยนี้เป็นการสังเคราะห์ทางเคมีอินทรีย์ที่ใช้ปฏิกิริยาหลายขั้นตอนในการสังเคราะห์สารผลิตภัณฑ์ธรรมชาติ เป้าหมาย ผู้วิจัยได้ทำการสังเคราะห์สารประกอบที่เป็น advanced intermediate และ non-natural analog ของผลิตภัณฑ์ธรรมชาติซูลเซอิน (schulzeine) และ ทดสอบการยับยั้งการทำงานของเอนไซม์ α -glucosidase ของสารที่สังเคราะห์ได้ การพิสูจน์โครงสร้างของสารประกอบที่สังเคราะห์ขึ้นทำได้โดยใช้เทคนิคทาง spectroscopy ได้แก่ Infrared (IR) Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy (NMR) และ High Resolution Mass Spectrometry (HRMS) และทำการวัด optical rotation สำหรับโมเลกุลที่เป็นไครัล

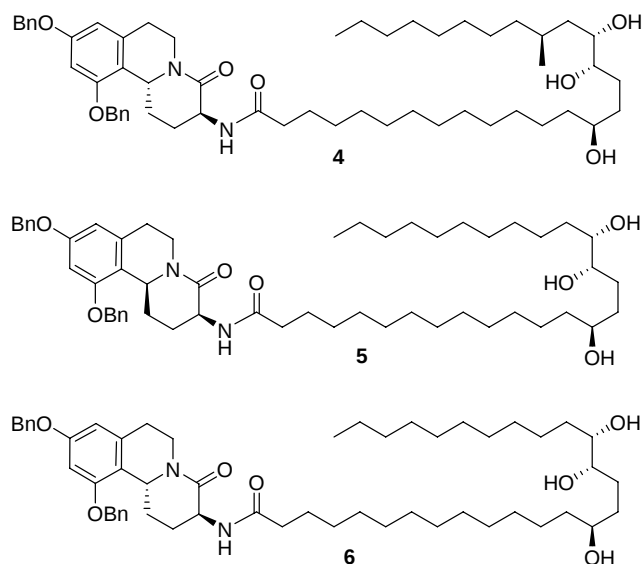
ผลการทดลอง



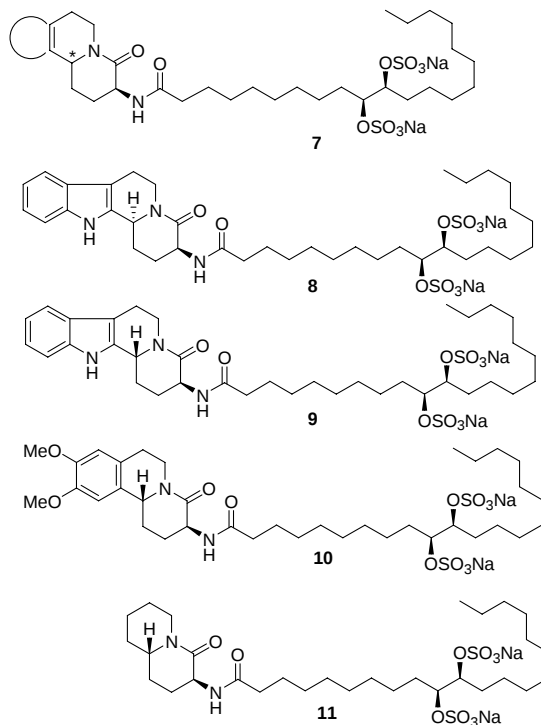
รูปที่ 1 Schulzeine

ซูลเซอิน (schulzeine) เป็นสารผลิตภัณฑ์ธรรมชาติกลุ่มอัลคาลอยด์ที่มีโครงสร้างที่ประกอบด้วยสององค์ประกอบหลักได้แก่โครงสร้างหลักสามวงที่เป็นระบบ tetrahydroisoquinoline ที่เชื่อมต่อกับวง δ -lactam และสายโซ่กรดไขมันที่มี 28 คาร์บอน โครงสร้างหลักสามวงมี stereogenic center 1 ตำแหน่งที่คาร์บอน 11b schulzeine A และ C มีคอนฟิเจอร์ชันเป็น R ในขณะที่ schulzeine B เป็น S สายโซ่กรดไขมันของ schulzeine B และ C มี 3 stereogenic center ที่ตำแหน่งคาร์บอนที่ 14 17 และ 18 ที่มีคอนฟิเจอร์ชันเป็น S S และ S ตามลำดับ ในขณะที่ schulzeine A มีสายโซ่กรดไขมันที่มี stereogenic center เพิ่มขึ้นอีกหนึ่งตำแหน่งที่คาร์บอนที่ 20 ซึ่ง Fusetani ¹ รายงานไว้ว่ามีคอนฟิ -

กูเรชันเป็น *S* แต่จากการสังเคราะห์สารประกอบ schulzeine A ที่รายงานโดย Wardrop⁵ พบว่าคอนฟิกูเรชันที่คาร์บอนอะตอมนี้ต้องเป็น *R* ผู้วิจัยได้ทำการสังเคราะห์สารประกอบที่เป็น advanced intermediate และ non-natural analog ของผลิตภัณฑ์ธรรมชาติ schulzeine และ ทดสอบการยับยั้งการทำงานของเอนไซม์ α -glucosidase ของสารที่สังเคราะห์ได้ ดังรายละเอียดที่จะนำเสนอต่อไปนี้

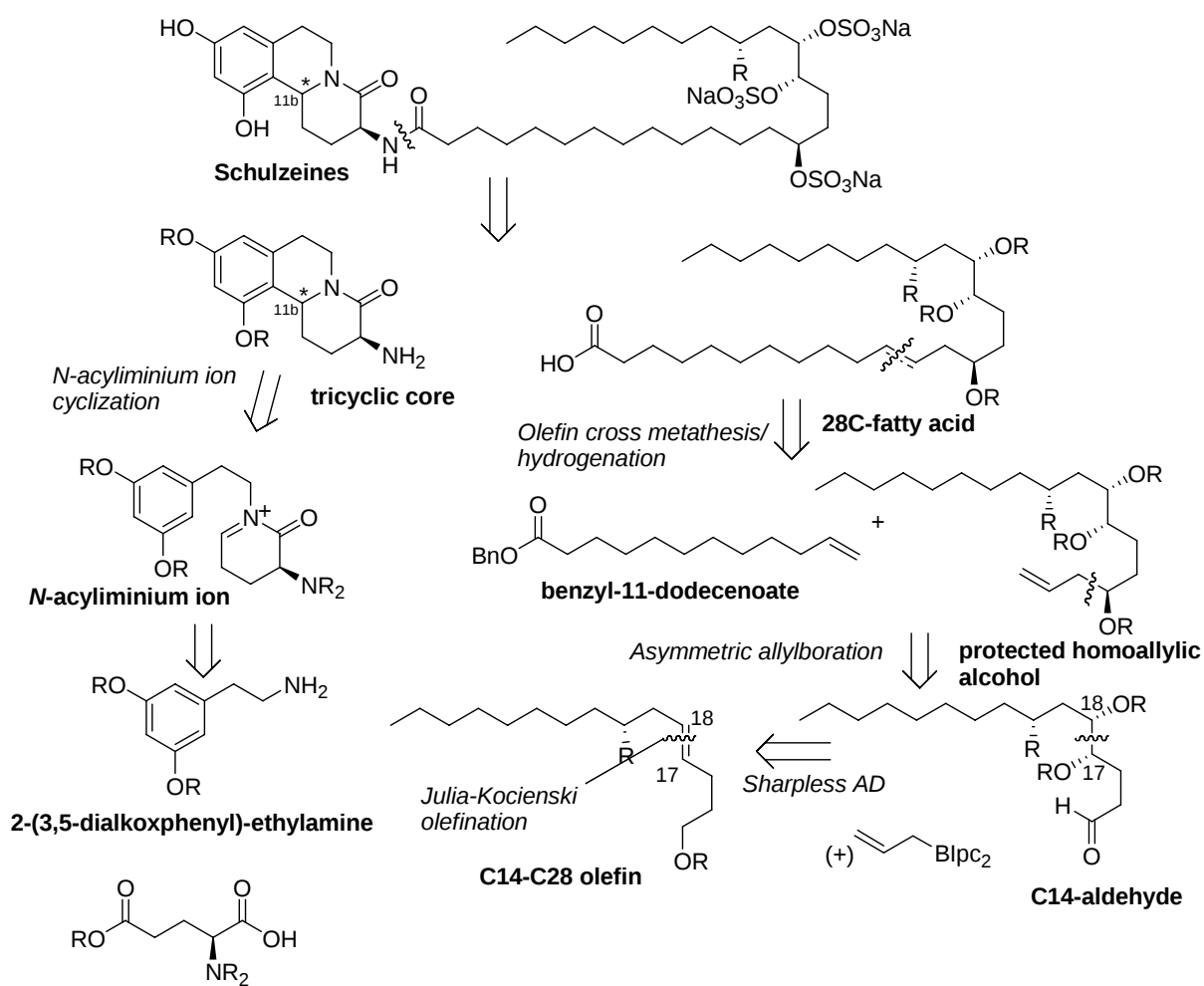


รูปที่ 2 advanced intermediate ของ schulzeine ที่สังเคราะห์ได้



รูปที่ 3 Non-natural schulzeine analog ที่สังเคราะห์ได้

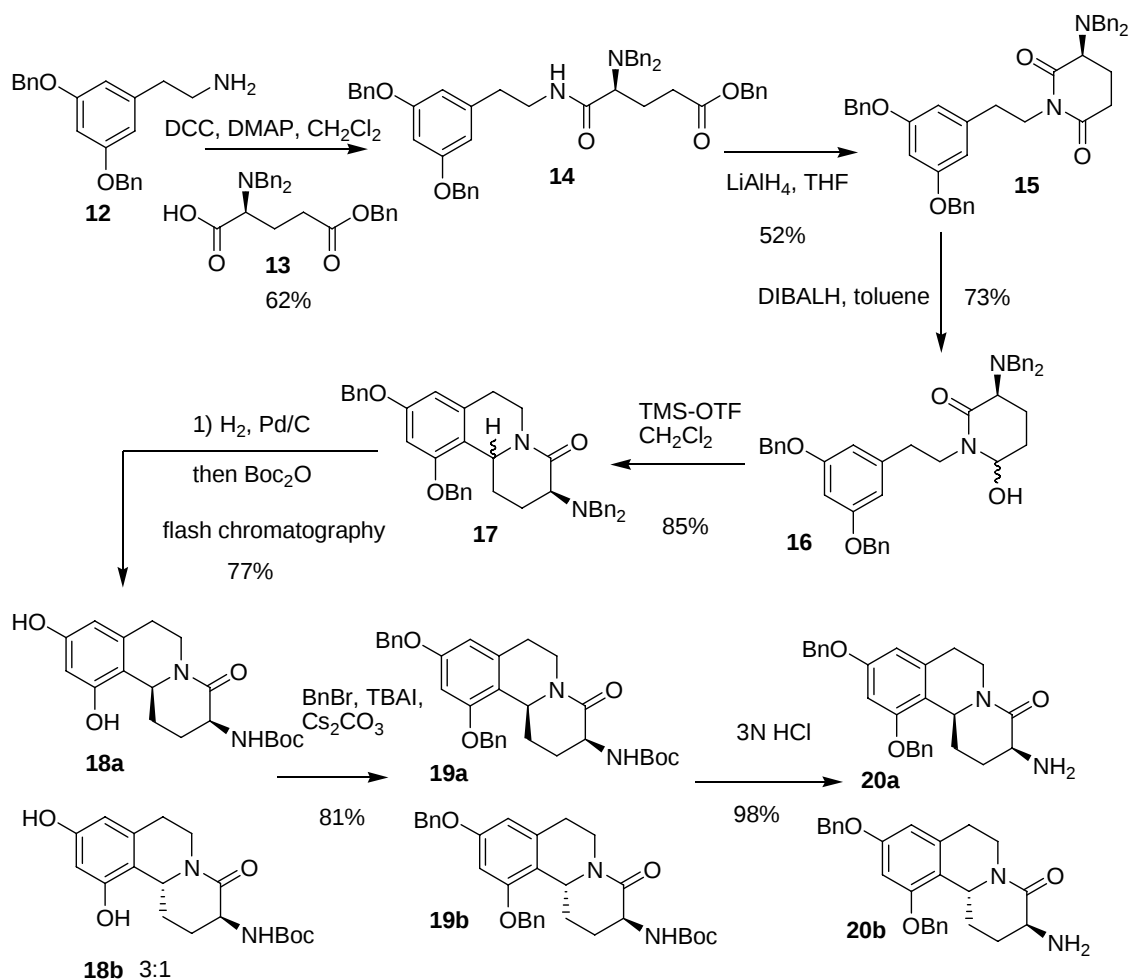
การวิเคราะห์แบบ retrosynthesis ของสารประกอบ schulzeine แสดงในแผนภาพที่ 1 โมเลกุลของ schulzeine แบ่งออกได้เป็นสองส่วนหลักคือโครงสร้างหลักสามวง (tricyclic core) และสายโซ่กรดไขมันที่มี 28 คาร์บอน (28C-fatty acid) ซึ่งจะเชื่อมต่อเข้าด้วยกันด้วยการสร้างพันธะเอไมด์ tricyclic core จะถูกสังเคราะห์ขึ้นด้วยปฏิกิริยาการปิดวงของ *N*-acyliminium ion ซึ่งสังเคราะห์มาจาก arylethylamine และอนุพันธ์ของกรดอะมิโนกลูตามิก สายโซ่กรดไขมัน 28 คาร์บอนสังเคราะห์ได้จากปฏิกิริยา olefin cross metathesis ของ benzyl-11-dodecenoate และ protected homoallylic alcohol ซึ่งสังเคราะห์จากปฏิกิริยา asymmetric allylboration ของ C14-aldehyde หมู่ฟังก์ชัน diol ที่ตำแหน่งที่ 17 และ 18 จะเกิดจากปฏิกิริยา Sharpless Asymmetric Dihydroxylation ของ C14-C28 olefin



แผนภาพที่ 1 Retrosynthetic Analysis ของ schulzeine

การสังเคราะห์โครงสร้างหลักสามวงของ schulzeine

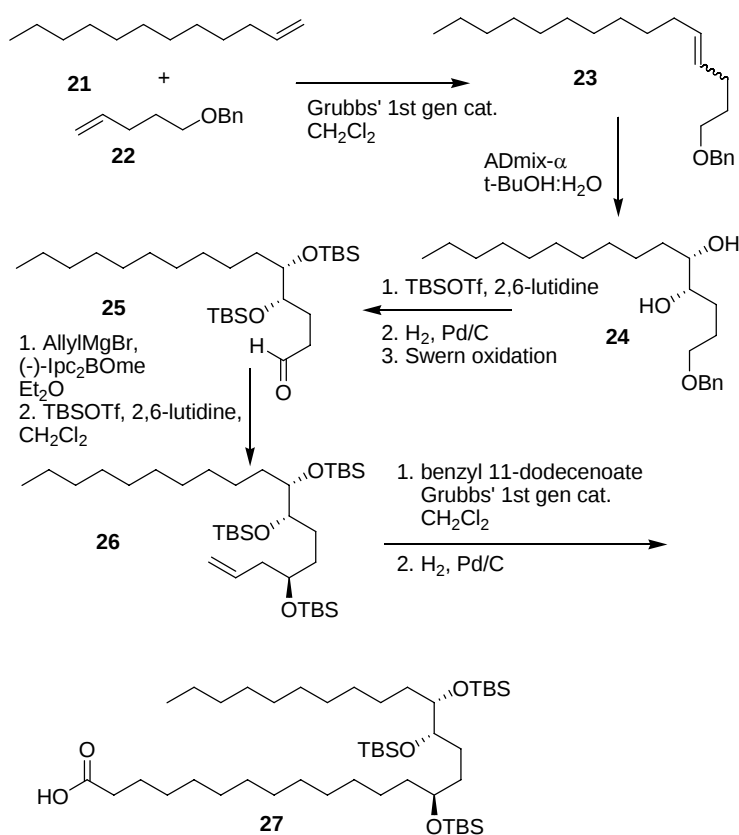
การสังเคราะห์โครงสร้างหลักสามวงของ schulzeine เริ่มต้นจาก known 2-arylethylamine **12** ซึ่งเตรียมได้จาก 3,5-dihydroxybenzoic acid ใน 5 ขั้นตอน ปฏิกิริยาการสร้างพันธะเอไมด์ของ amine **12** กับอนุพันธ์ของกรดกลูตามิก **13** ทำให้ได้ amide **14** ซึ่งทำปฏิกิริยากับ LiAlH_4 ได้เป็น imide **15** ปฏิกิริยา reduction ของหมู่ carbonyl ของ imide นี้สามารถเกิดได้แบบมี selectivity ที่ตำแหน่งที่มีความเกะกะน้อยกว่า เมื่อใช้ DIBALH เป็น reducing agent ทำให้ได้ hydroxylactam **16** ซึ่งทำปฏิกิริยากับ TMSOTf แล้วเกิดการปิดวงด้วยปฏิกิริยา *N*-acyliminium ion cyclization² ได้เป็น tricyclic core **17** ที่เป็นของผสมของสอง diastereomer ที่ไม่สามารถแยกออกจากกันได้ การกำจัดหมู่ป้องกัน benzyl group บน nitrogen atom ทำได้โดยการทำปฏิกิริยา hydrogenolysis ซึ่งจะกำจัดหมู่ benzyl บนวง benzene ออกด้วยพร้อมๆกัน และเมื่อเติม di-*tert*-butyl-dicarbonate (Boc_2O) ลงไปในปฏิกิริยาจะทำให้ได้ *N*-Boc-tricyclic core **18a** และ **18b** ที่สามารถแยกออกจากกันได้ด้วยคอลัมน์โครมาโตกราฟี หมู่ benzyl ที่ทำหน้าที่ป้องกันบนวง benzene ต้องถูกใส่เข้าไปใหม่ด้วยการทำปฏิกิริยากับ BnBr TBAI และ cesium carbonate ทำให้ได้ **19a** และ **19b** จากนั้นหมู่ Boc จึงถูกกำจัดออกในสภาวะที่เป็นกรดทำให้ได้ tricyclic core **20a** และ **20b**



แผนภาพที่ 2 การสังเคราะห์โครงสร้างหลักสามวงของ schulzeine

การสังเคราะห์ C28-fatty acid side chain ของ schulzeine B-C

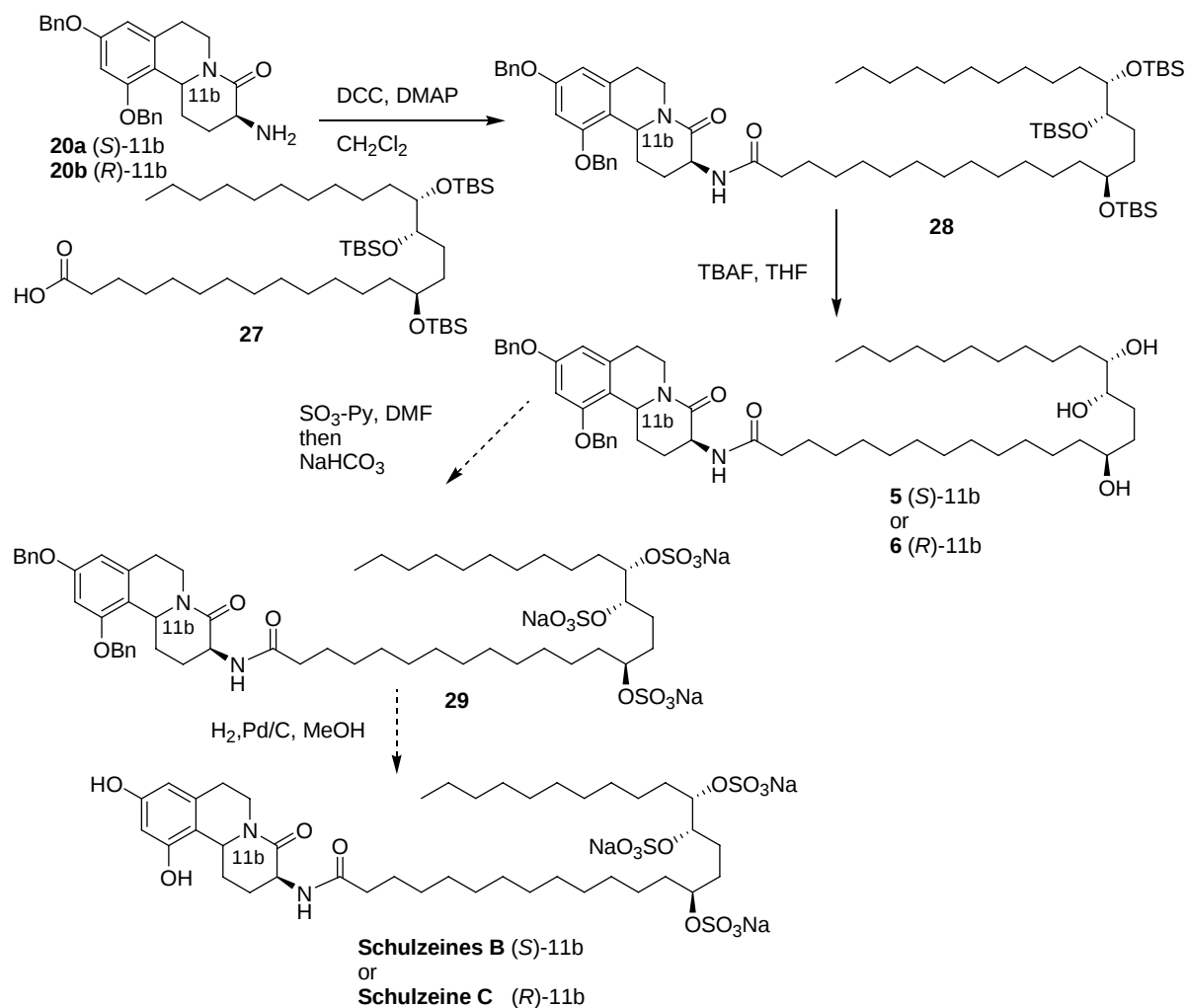
หลังจากสังเคราะห์ tricyclic core ของ schulzeine ได้แล้วเราจึงทำการสังเคราะห์สายโซ่กรดไขมัน 28 คาร์บอน โดยเริ่มจาก 1-dodecene **21** ทำปฏิกิริยา cross olefin metathesis กับ benzyl-4-pentenyl ether **22** ทำให้ได้ internal alkene **23** ที่เป็นของผสมของ *E/Z* olefin ในอัตราส่วน 3:1 ที่ไม่สามารถแยกออกจากกันได้ แต่สามารถนำไปใช้ในขั้นต่อไปได้โดยตรงเนื่องจากปฏิกิริยา Sharpless Asymmetric Dihydroxylation ของ *E*-olefin เกิดได้เร็วกว่าปฏิกิริยาของ *Z*-olefin เมื่อหยุดปฏิกิริยาจะได้ diol **24** ที่เป็นผลิตภัณฑ์ของ *E*-olefin รวมกับสารตั้งต้นที่ยังไม่เกิดปฏิกิริยาซึ่งจะมีอัตราส่วนของ *Z*-olefin เพิ่มมากขึ้น diol **24** ถูกเปลี่ยนให้เป็น C14-aldehyde **25** ในสามขั้นตอน ได้แก่การป้องกันหมู่ diol ด้วยการเปลี่ยนให้เป็น *tert*-butyldimethylsilyl ether การกำจัดหมู่ benzyl ที่ C14 ด้วยปฏิกิริยา hydrogenolysis ตามด้วยปฏิกิริยา Swern oxidation C14-aldehyde ปฏิกิริยา asymmetric allylboration ของ aldehyde นี้ทำให้ได้ homoallylic alcohol ซึ่งถูกป้องกันไว้ในรูปของ *tert*-butyldimethylsilyl ether **26** และสร้าง stereogenic center ที่ C14 ในขั้นตอนนี้ จากนั้นปฏิกิริยา cross olefin metathesis ของสารประกอบ **26** กับ benzyl 11-dodecenoate โดยใช้ Grubbs first generation catalyst ทำให้เกิดการสร้างพันธะคู่ที่ C17-C18 ในรูปของผสม *E/Z* olefin และเพิ่มจำนวนคาร์บอนจนครบทั้ง 28 คาร์บอนของสายโซ่กรดไขมัน จากนั้นปฏิกิริยา hydrogenation ทำให้เกิด reduction ของพันธะคู่และ hydrogenolysis ของ benzyl ester พร้อมๆกัน ทำให้ได้สายโซ่กรดไขมัน 28 คาร์บอนที่พร้อมสำหรับการนำไปเชื่อมต่อกับโครงหลักสามวงต่อไป



แผนภาพที่ 3 การสังเคราะห์ C28-fatty acid side chain ของ schulzeine B-C

การเชื่อมต่อโครงหลักสามวงและ C28-fatty acid side chain

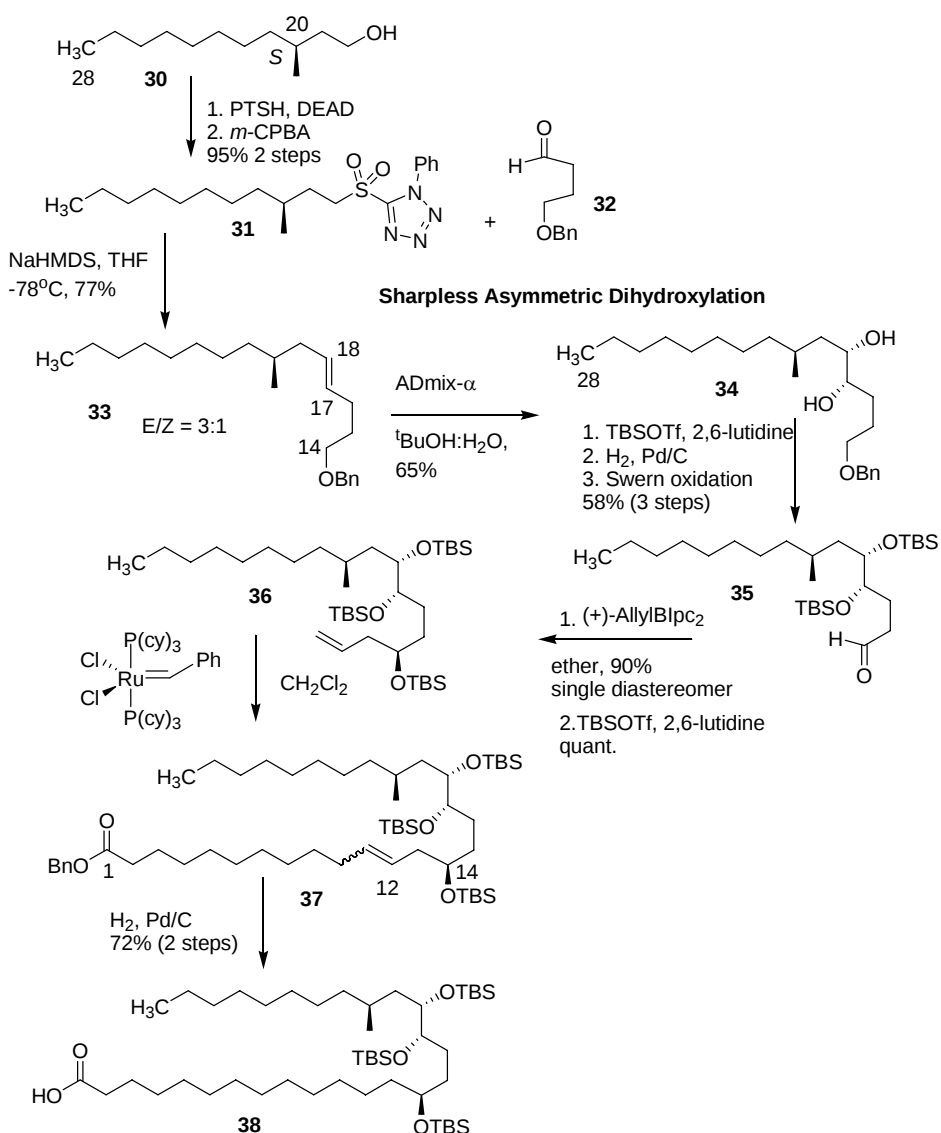
เมื่อเรามีทั้งโครงหลักสามวงและสายโซ่กรดไขมัน 28 คาร์บอนพร้อมแล้วขั้นตอนต่อไปในการสังเคราะห์ schulzeine คือการเชื่อมต่อส่วนประกอบหลักทั้งสองเข้าด้วยกัน ขั้นแรกคือปฏิกิริยาของ amine **20a** หรือ **20b** กับสายโซ่กรดไขมัน **27** เกิดการสร้างพันธะเอไมด์โดยใช้ DCC DMAP เป็นรีเอเจนต์ในตัวทำละลาย dichloromethane ทำให้ได้เป็น amide **28a** หรือ **28b** ตามลำดับ หลังจากนั้นหมูป้องกัน *tert*-butyldimethylsilyl ทั้งสามหมู่ที่ตำแหน่ง C14 C17 และ C18 ถูกกำจัดออกโดยใช้ tetra-*n*-butylammonium fluoride ทำให้ได้ triol **5** และ triol **6** ที่เป็น advanced intermediate ในการสังเคราะห์ schulzeine B และ schulzeine C ตามลำดับ intermediate ทั้งสองนี้เป็นชนิดเดียวกับ intermediate ที่ใช้ในการสังเคราะห์ schulzeine ของ Gurjar³ และ Romo⁴ ดังนั้นจึงทำให้การสังเคราะห์ของเราในครั้งนี้นับได้ว่าเป็น formal synthesis ของ schulzeine B และ C ขั้นตอนที่เหลือสองขั้นตอนได้แก่ การเปลี่ยน triol ให้กลายเป็น sodium sulfate salt **29** และการทำ hydrogenolysis เพื่อกำจัดหมู่ benzyl ที่อยู่บนวง benzene เพื่อให้ได้ schulzeine B และ C



แผนภาพที่ 4 การเชื่อมต่อโครงหลักสามวงและ C28-fatty acid side chain

การสังเคราะห์ C28-fatty acid side chain ของ schulzeine A

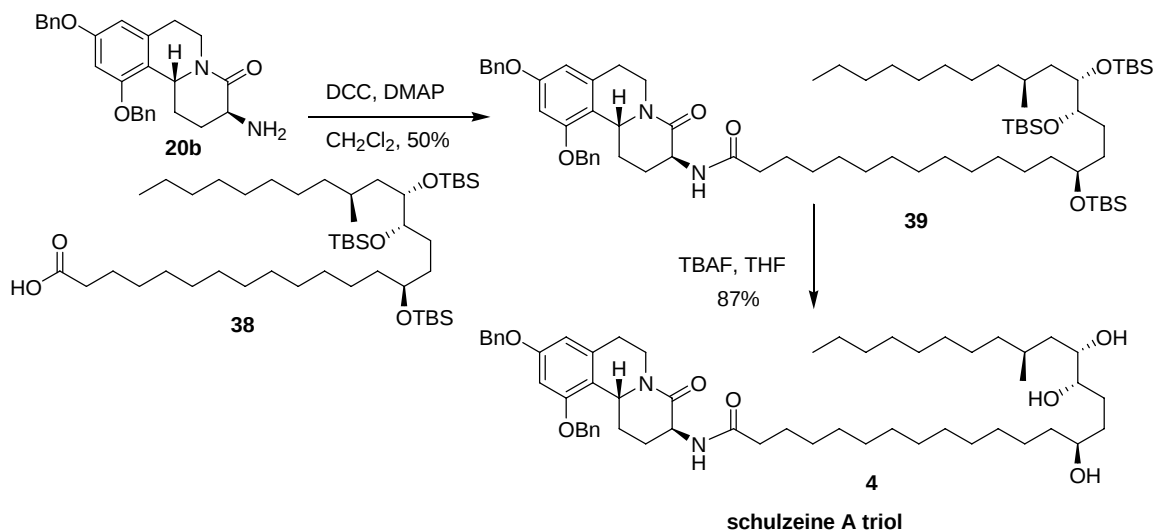
สายโซ่กรดไขมันของ schulzeine A แตกต่างจากสายโซ่กรดไขมันของ schulzeine B และ C ที่คาร์บอนตำแหน่งที่ 20 ซึ่งมีหมู่แทนที่เป็นหมู่ methyl ทำให้มี stereogenic center เพิ่มขึ้นที่ตำแหน่งนั้น คอนฟิเกอรั้นที่คาร์บอนที่ 20 ตามที่รายงานโดย Fusetani นั้นเป็น *S* คณะผู้วิจัยจึงได้ทำการสังเคราะห์สายโซ่กรดไขมัน 28 คาร์บอนของ schulzeine A ดังแสดงในแผนภาพที่ 5 primary alcohol **30** เตรียมได้จาก *S*-citronellol ด้วยปฏิกิริยาสามขั้นตอน ได้แก่ oxidative cleavage ของพันธะคู่ Wittig olefination กับ *n*-pentylPPh₃Br และปฏิกิริยา hydrogenation primary alcohol **30** ถูกเปลี่ยนให้เป็น 1-phenyltetrazolesulfone **31** ในสองขั้นตอน จากนั้นปฏิกิริยา Julia-Kocienski olefination กับ C14-C17 aldehyde **32** ทำให้ได้ C14-C28 olefin **33** ในรูป mixture ของ *E/Z* alkene ซึ่งไม่สามารถแยกออกจากกันได้ ขั้นตอนการสังเคราะห์ส่วนที่เหลือนั้นทำปฏิกิริยาแบบเดียวกับการสังเคราะห์สายโซ่กรดไขมันของ schulzeine B และ C



แผนภาพที่ 5 การสังเคราะห์ C28-fatty acid side chain ของ schulzeine A

ปฏิกิริยา Sharpless Asymmetric Dihydroxylation ของ *E*-olefin เกิดได้เร็วกว่าปฏิกิริยาของ *Z*-olefin เมื่อหยุดปฏิกิริยาจะได้ diol **34** ที่เป็นผลิตภัณฑ์ของ *E*-olefin รวมกับสารตั้งต้นที่ยังไม่เกิดปฏิกิริยาซึ่งจะมีอัตราส่วนของ *Z*-olefin เพิ่มมากขึ้น diol **34** ถูกเปลี่ยนให้เป็น C14-aldehyde **35** ในสามขั้นตอนได้แก่การป้องกันหมู่ diol ด้วยการเปลี่ยนให้เป็น *tert*-butyldimethylsilyl ether การกำจัดหมู่ benzyl ที่ C14 ด้วยปฏิกิริยา hydrogenolysis ตามด้วยปฏิกิริยา Swern oxidation ได้เป็น C14-aldehyde **35** ปฏิกิริยา asymmetric allylboration ของ aldehyde นี้ทำให้ได้ homoallylic alcohol ซึ่งถูกป้องกันไว้ในรูปของ *tert*-butyldimethylsilyl ether **36** และสร้าง stereogenic center ที่ C14 ในขั้นตอนนี้ จากนั้นปฏิกิริยา cross olefin metathesis ของสารประกอบ **36** กับ benzyl 11-dodecenoate โดยใช้ Grubbs first generation catalyst ทำให้เกิดการสร้างพันธะคู่ที่ C17-C18 ในรูปของผสม *E/Z* olefin **37** และเพิ่มจำนวนคาร์บอนจนครบทั้ง 28 คาร์บอนของสายโซ่กรดไขมัน จากนั้นปฏิกิริยา hydrogenation ทำให้เกิด reduction ของพันธะคู่และ hydrogenolysis ของ benzyl ester พร้อมๆกัน ทำให้ได้สายโซ่กรดไขมัน 28 คาร์บอน **38** ที่พร้อมสำหรับการนำไปเชื่อมต่อกับโครงหลักสามวงต่อไป

การเชื่อมต่อโครงหลักสามวงและ C28-fatty acid side chain ของ schulzeine A



แผนภาพที่ 6 การเชื่อมต่อโครงหลักสามวงและ C28-fatty acid side chain ของ schulzeine A

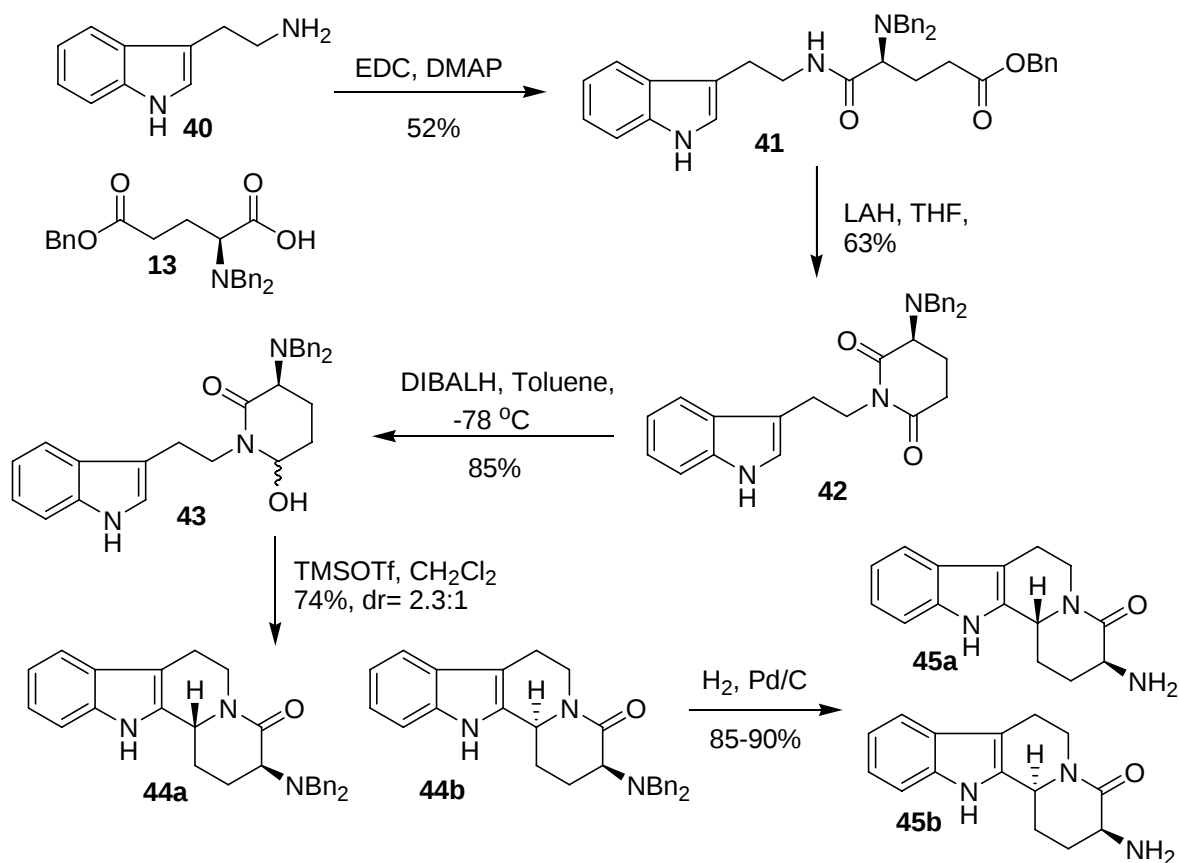
การเชื่อมต่อโครงหลักสามวงและ C28-fatty acid side chain ของ schulzeine A เกิดขึ้นในลักษณะเดียวกับปฏิกิริยาการสังเคราะห์ schulzeine B และ C ปฏิกิริยาของ amine **20b** กับสายโซ่กรดไขมัน **38** เกิดการสร้างพันธะเอไมด์โดยใช้ DCC DMAP เป็นรีเอเจนต์ในตัวทำละลาย dichloromethane ทำให้ได้เป็น amide **39** หลังจากนั้นหมู่ป้องกัน *tert*-butyldimethylsilyl ทั้งสามหมู่ที่ตำแหน่ง C14 C17 และ C18 ถูกกำจัดออกโดยใช้ tetra-*n*-

butylammonium fluoride ทำให้ได้ triol **4** ที่เป็น advanced intermediate ในการสังเคราะห์ schulzeine A ดังที่มีรายงานไว้โดย Wardrop⁵ ดังนั้นจึงทำให้การสังเคราะห์ของเราในครั้งนี้นับได้ว่าเป็น formal synthesis ของ schulzeine A ตามโครงสร้างที่รายงานไว้โดย Fusetani¹ แต่จากการสังเคราะห์ที่รายงานโดย Wardrop พบว่าโครงสร้างของโมเลกุลนี้ที่รายงานไว้เบื้องต้นโดย Fusetani นั้นไม่ถูกต้อง โดยที่ตำแหน่ง C-20 ของสายโซ่กรดไขมันจะต้องมีคอนฟิกูเรชันเป็น *R* จึงจำเป็นที่จะต้องทำการสังเคราะห์ขึ้นใหม่

การสังเคราะห์ non-natural analog ของ schulzeine

คณะผู้วิจัยออกแบบ non-natural analog ของ schulzeine โดยเลือกสังเคราะห์ heterocyclic core ที่สามารถสังเคราะห์ได้จาก aryl หรือ alkenyl ethylamine ที่สามารถซื้อได้ ต่างจาก 2-(3,5-dihydroxyphenyl)ethylamine ที่ต้องสังเคราะห์ขึ้นจาก 3,5-dihydroxybenzoic acid แต่จะใช้ปฏิกิริยาหลักแบบเดียวกันคือปฏิกิริยา *N*-acyliminium ion cyclization และสังเคราะห์สายโซ่กรดไขมันที่มีความยาว 21 คาร์บอนอะตอมที่สังเคราะห์ขึ้นได้ใน 5 ขั้นตอน

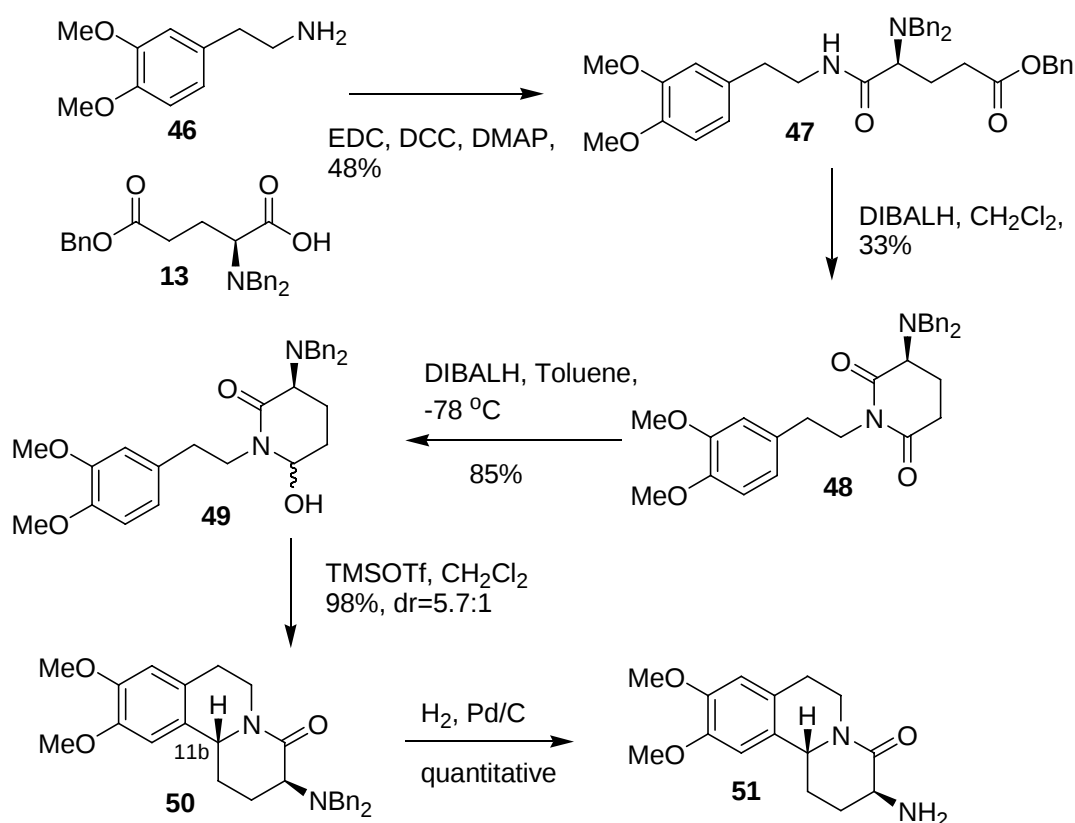
การสังเคราะห์ indoloquinolizidinone



แผนภาพที่ 7 การสังเคราะห์ indoloquinolizidinone

Non-natural analog แบบแรกที่ถูกวิจัยได้ทำการสังเคราะห์คือ indoloquinolizidinone โดยเริ่มต้นจาก tryptamine **40** ซึ่งทำปฏิกิริยากับอนุพันธ์ **13** ของกรดกลูตามิก ได้เป็น amide **41** ซึ่งจะเกิดปฏิกิริยาในลักษณะเดียวกันกับการสังเคราะห์ tricyclic core ของ schulzeine คือ ทำปฏิกิริยากับ LiAlH_4 ได้เป็น imide **42** ปฏิกิริยา reduction ของหมู่ carbonyl ของ imide นี้สามารถเกิดได้แบบมี selectivity ที่ตำแหน่งที่มีความเกะกะน้อยกว่าเมื่อใช้ DIBALH เป็น reducing agent ทำให้ได้ hydroxylactam **43** ซึ่งทำปฏิกิริยากับ TMSOTf แล้วเกิดการปิดวงด้วยปฏิกิริยา *N*-acyliminium ion cyclization ได้เป็น heterocyclic core **44a** และ **44b** ที่เป็นของผสมของสอง diastereomer ที่สามารถแยกออกจากกันได้ด้วยคอลัมน์โครมาโตกราฟี การกำจัดหมู่ป้องกัน benzyl group บน nitrogen atom ทำได้โดยการทำปฏิกิริยา hydrogenolysis ทำให้ได้ tetracyclic core **45a** และ **45b**

การสังเคราะห์ 3,4-dimethoxybenzoquinolizidinone

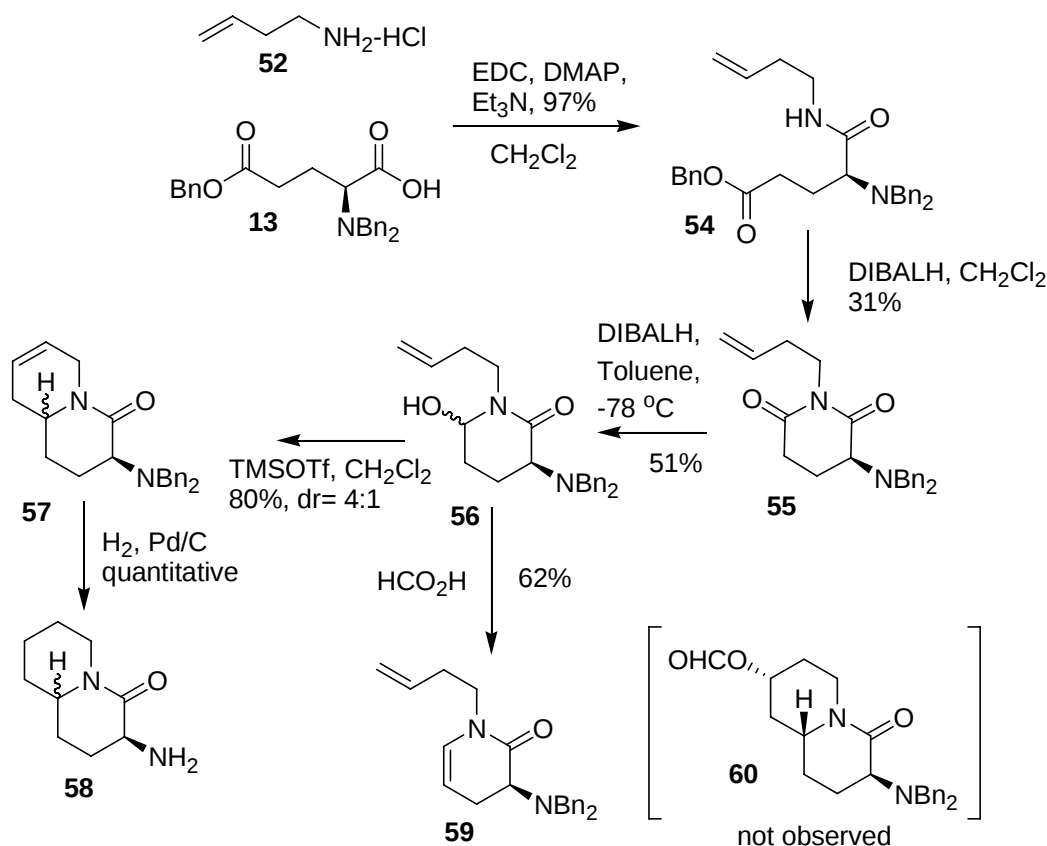


แผนภาพที่ 8 การสังเคราะห์ 3,4-dimethoxybenzoquinolizidinone

Non-natural analog ที่มี heterocyclic core เป็น 3,4-dimethoxybenzoquinolizidinone ถูกสังเคราะห์ขึ้นด้วยปฏิกิริยาแบบเดียวกัน เริ่มต้นจาก homoveratrylamine **46** ซึ่งทำปฏิกิริยากับอนุพันธ์ **13** ของกรดกลูตามิก ได้เป็น amide **47** จากนั้นทำปฏิกิริยากับ DIBALH ใน dichloromethane ได้เป็น imide **48** ปฏิกิริยา reduction ของหมู่ carbonyl ของ imide ด้วย DIBALH ใน toluene ทำให้ได้ hydroxylactam **49** ซึ่งทำปฏิกิริยากับ TMSOTf แล้วเกิดการปิดวงด้วยปฏิกิริยา *N*-acyliminium ion cyclization ได้เป็น tricyclic core **50** ที่เป็นของผสมของสอง diastereomer ที่ไม่สามารถแยกออกจากกันได้ด้วยคอลัมน์โครมาโตกราฟี แต่มีอัตราส่วนของ major/minor

diastereomer สูงกว่าระบบอื่นๆที่ศึกษาคือ 5.7:1 การกำจัดหมู่ป้องกัน benzyl group บน nitrogen atom ทำได้โดยการทำปฏิกิริยา hydrogenolysis ทำให้ได้ tricyclic core **51**

การสังเคราะห์ quinolizidinone

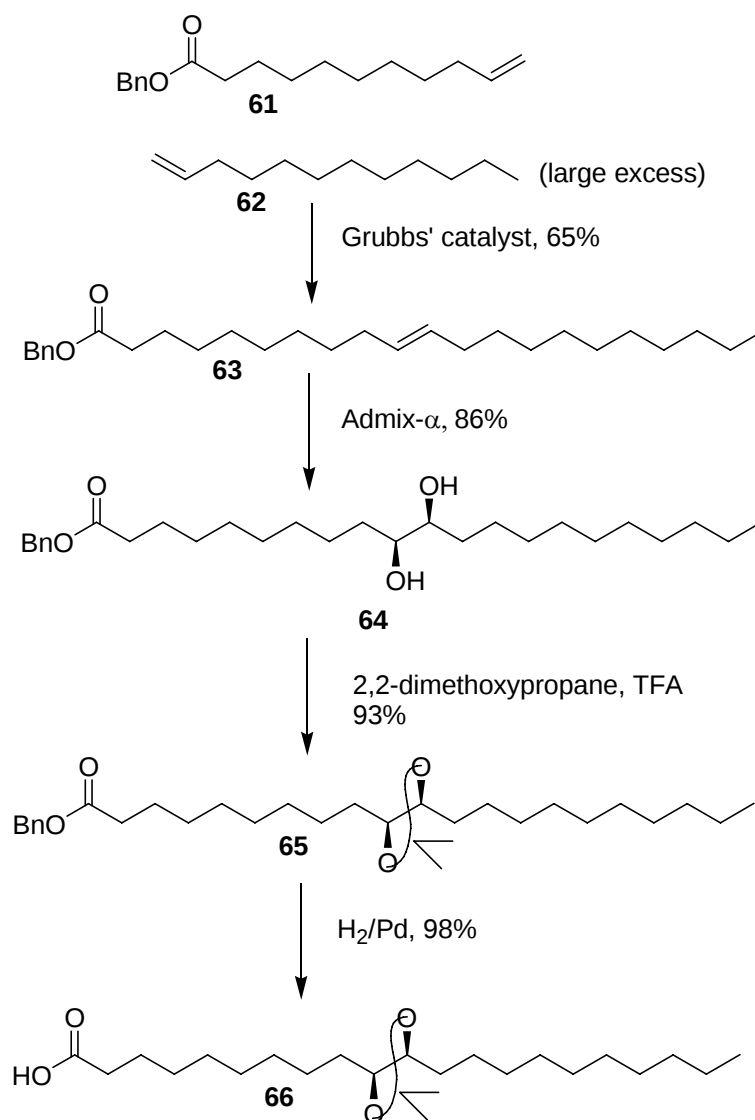


แผนภาพที่ 9 การสังเคราะห์ quinolizidinone

Non-natural analog ที่มี heterocyclic core เป็น quinolizidinone สังเคราะห์ขึ้นโดยเริ่มจาก 3-butenylamine **52** ซึ่งทำปฏิกิริยากับอนุพันธ์ **13** ของกรดกลูตามิก ได้เป็น amide **54** จากนั้นการทำปฏิกิริยากับ DIBALH ใน dichloromethane ทำให้ได้ imide **55** ปฏิกิริยา reduction ของหมู่ carbonyl ของ imide ด้วย DIBALH ใน toluene ทำให้ได้ hydroxylactam **56** ซึ่งทำปฏิกิริยากับ TMSOTf แล้วเกิดการปิดวงด้วยปฏิกิริยา *N*-acyliminium ion cyclization ได้เป็น quinolizidinone **57** ที่เป็นของผสมของสอง diastereomer ที่ไม่สามารถแยกออกจากกันได้ด้วยคอลัมน์โครมาโตกราฟีในอัตราส่วน major/minor diastereomer 4:1 การกำจัดหมู่ป้องกัน benzyl group บน nitrogen atom ทำได้โดยการทำปฏิกิริยา hydrogenolysis ทำให้ได้ quinolizidinone **58** ในการศึกษาปฏิกิริยา *N*-acyliminium ion cyclization พบว่าหากใช้กรด formic แทน TMSOTf จะเกิด dehydration ได้เป็น cyclic enamide **59** โดยไม่เกิด quinolizidinone formate **60** แบบที่ต้องการ

การสังเคราะห์สายโซ่กรดไขมัน 21 คาร์บอน

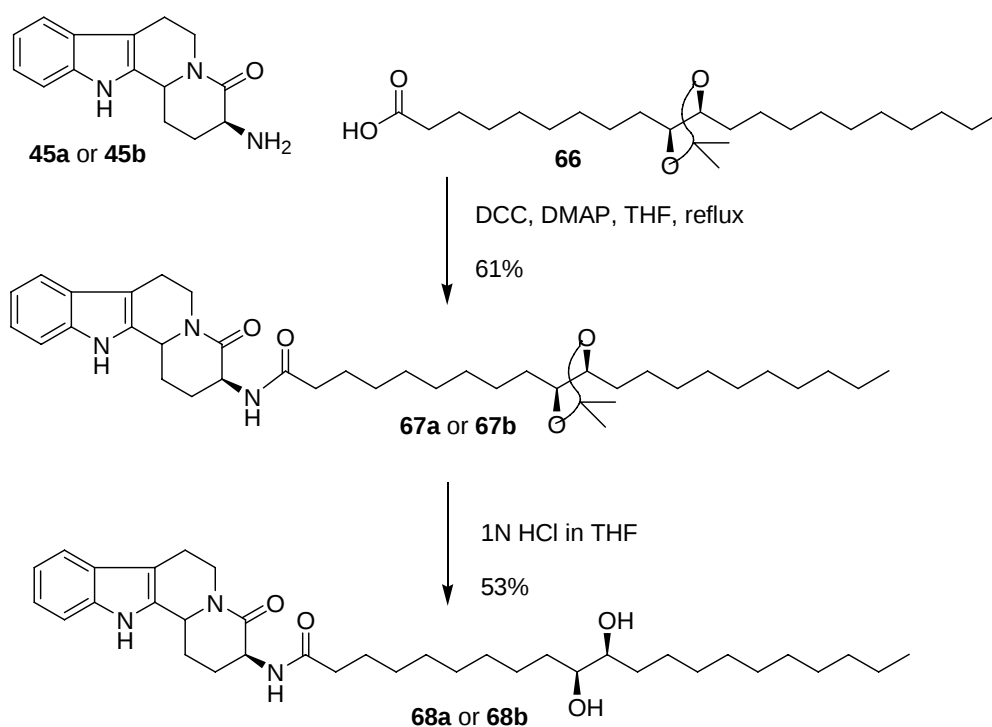
ผู้วิจัยได้ออกแบบสายโซ่กรดไขมันของ non-natural analog ให้มีจำนวนคาร์บอนน้อยลงเหลือ 21 คาร์บอนโดยเลือกใช้สารตั้งต้นที่หาได้ง่ายและราคาถูกได้แก่ 10-undecenoic acid และ 1-dodecene แต่ยังคงมีหมู่แทนที่ที่มีขั้วสูงคือหมู่ diol หรือ sodium sulfate การสังเคราะห์เริ่มจากการทำปฏิกิริยา cross olefin metathesis ของ benzyl 10-undecenoate **61** กับ 1-dodecene โดยใช้ Grubbs' first generation catalyst ในตัวทำละลาย dichloromethane ทำให้ได้ benzyl 10-henicosenoate **63** ในรูป mixture ของ *E/Z* alkene ซึ่งไม่สามารถแยกออกจากกันได้ ปฏิกิริยา Sharpless Asymmetric Dihydroxylation ของ *E*-olefin ทำให้ได้ diol **64** รวมกับสารตั้งต้นที่ยังไม่เกิดปฏิกิริยาซึ่งจะมีอัตราส่วนของ *Z*-olefin เพิ่มมากขึ้น diol **64** นี้จะถูกป้องกันไว้ในรูปของ isopropylidene ketal **65** และหลังจากนั้นปฏิกิริยา hydrogenolysis ทำให้ได้กรดไขมัน 21 คาร์บอน **66**



แผนภาพที่ 10 การสังเคราะห์สายโซ่กรดไขมัน 21 คาร์บอน

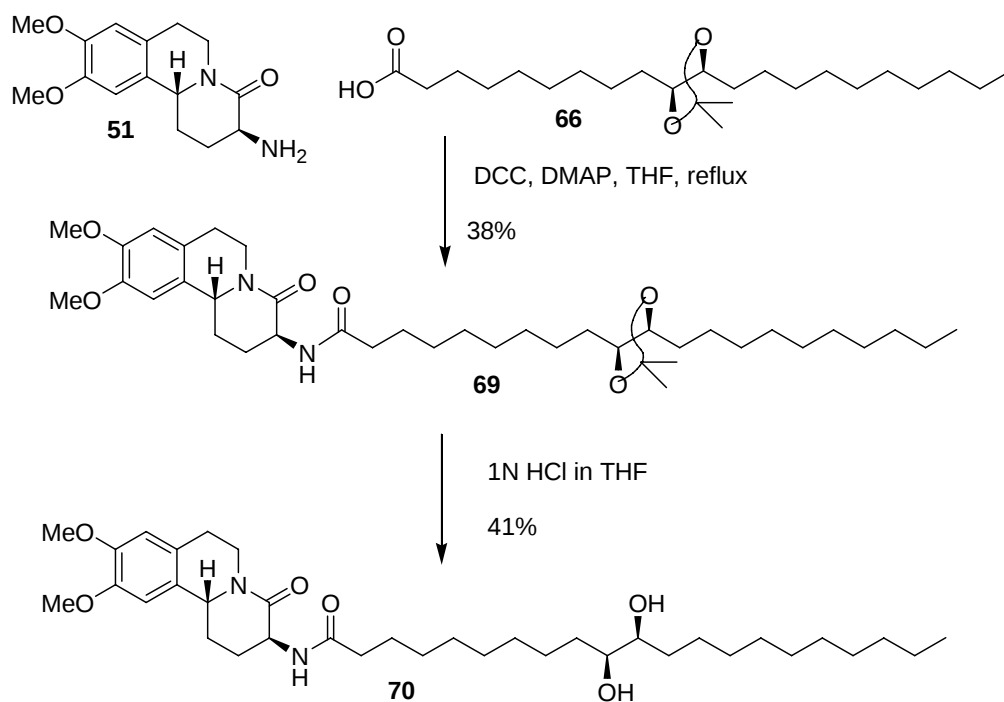
การนำหน่วยโครงสร้าง heterocyclic core มาเชื่อมต่อเข้ากับ C21-fatty acid side chain ทำได้ในลักษณะเดียวกับการสังเคราะห์ intermediate ของ schulzeine ปฏิกิริยาของ heterocyclic amine กับสายโซ่กรดไขมัน **66** เกิดการสร้างพันธะเอไมด์โดยใช้ DCC DMAP เป็นรีเอเจนต์ในตัวทำละลาย tetrahydrofuran ทำให้ได้เป็น amide ที่ประกอบด้วย heterocyclic core และ C21-fatty acid side chain หลังจากนั้นหมู่ป้องกัน isopropylidene ถูกกำจัดออกในสถานะที่เป็นกรด ทำให้ได้สารประกอบ non-natural analog ที่อยู่ในรูป diol สี่โมเลกุลได้แก่ **68a** และ **68b** (indoloquinolizidinone เป็น diastereomer กัน) **70** (3,4-dimethoxybenzoquinolizidinone) และ **72** (quinolizidinone)

การเชื่อมต่อ indoloquinolizidinone core และ C21-fatty acid side chain



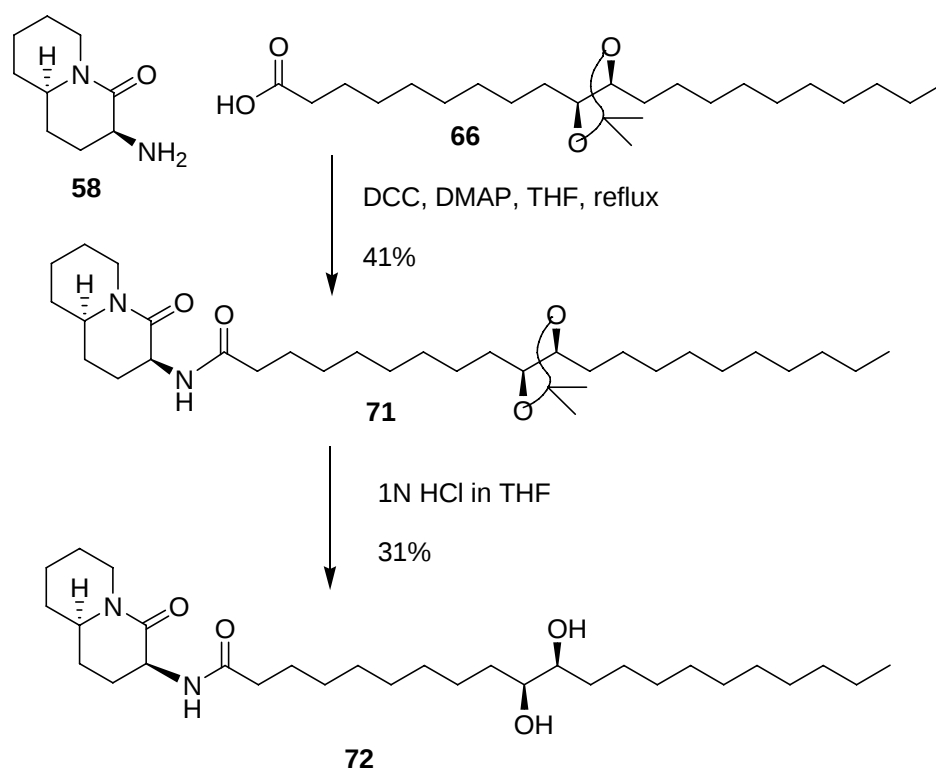
แผนภาพที่ 11 การเชื่อมต่อ indoloquinolizidinone core และ C21-fatty acid side chain

การเชื่อมต่อ **3,4-dimethoxybenzoquinolizidinone core** และ **C21-fatty acid side chain**



แผนภาพที่ 12 การเชื่อมต่อ 3,4-dimethoxybenzoquinolizidinone core และ C21-fatty acid side chain

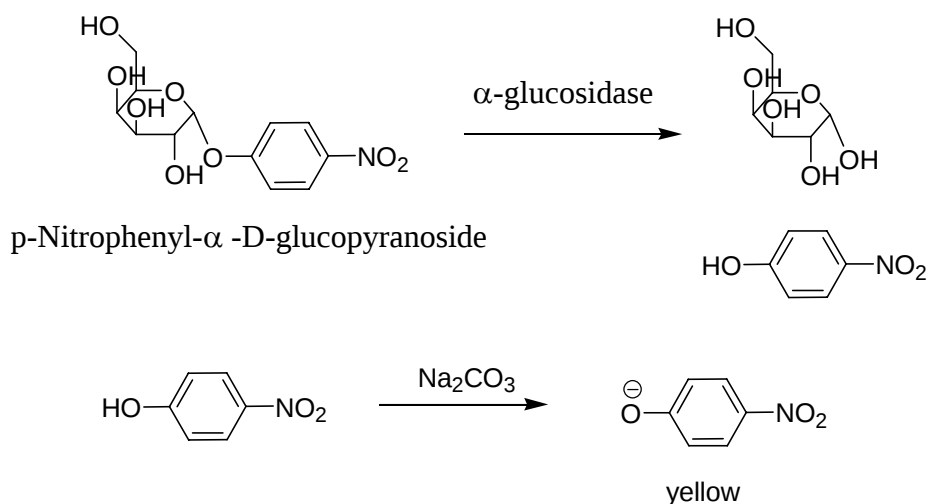
การเชื่อมต่อ **quinolizidinone core** และ **C21-fatty acid side chain**



แผนภาพที่ 13 การเชื่อมต่อ quinolizidinone core และ C21-fatty acid side chain

การทดสอบเบื้องต้นของความสามารถในการยับยั้งเอนไซม์ α -glucosidase

การทดสอบเบื้องต้นของความสามารถในการยับยั้งเอนไซม์ α -glucosidase ของสารที่สังเคราะห์ขึ้น ทำได้โดยการวัดการเปลี่ยนแปลงค่าการดูดกลืนแสง ultraviolet ของ *p*-nitrophenoxide ที่เกิดจากปฏิกิริยา hydrolysis ของ *p*-nitrophenyl- α -D-glucopyranoside ที่มีเอนไซม์ α -glucosidase เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยเปรียบเทียบค่าการดูดกลืนแสงเมื่อไม่เติม (ชุดควบคุม) และเติมสารที่ต้องการทดสอบลงในปฏิกิริยา สารประกอบที่มีฤทธิ์ยับยั้งการทำงานของเอนไซม์จะทำให้เกิด *p*-nitrophenoxide ซึ่งมีสีเหลืองเข้มน้อยกว่าชุดควบคุมทำให้ค่าการดูดกลืนแสงเปลี่ยนไป



แผนภาพที่ 14 ปฏิกิริยา hydrolysis ของ *p*-nitrophenyl- α -D-glucopyranoside ที่มี α -glucosidase เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

วิธีการทดลองโดยสังเขปมีดังนี้ ผสมสารละลาย α -glucosidase ใน buffer A (0.1 M potassium phosphate 3.2 mM MgCl_2 pH 6.8) สารละลายของสารประกอบที่ต้องการวิเคราะห์ใน methanol และสารละลายของ *p*-nitrophenyl- α -D-glucopyranoside จากนั้นนำไป incubate ในอ่างน้ำร้อนที่อุณหภูมิ 37°C เป็นเวลา 30 นาที วัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 410 nm

เนื่องจากสารประกอบ non-natural analog ที่อยู่ในรูป diol ทั้งหมดไม่ละลายในสารละลายน้ำที่ใช้ในการทดสอบจึงจำเป็นต้องเปลี่ยนให้อยู่ในรูปของเกลือ sodium sulfate ด้วยการทำปฏิกิริยากับ sulfur trioxide-pyridine complex และ sodium hydrogen carbonate ผลการทดลองเบื้องต้นของความสามารถในการยับยั้งเอนไซม์ α -glucosidase ของสารที่สังเคราะห์ขึ้นแสดงอยู่ในตารางที่ 1 ซึ่งแสดงให้เห็นว่าสารประกอบ non-natural analog ที่อยู่ในรูปเกลือ sodium sulfate สามารถยับยั้งการทำงานของเอนไซม์ α -glucosidase สังเกตได้จากการลดลงของการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 410 nm เมื่อนำมาทดสอบในความเข้มข้นตั้งแต่ 25-63 μM

No	Sample	Conc. μM	Abs (410 nm) (AU)
1	Control (α -glucosidase, <i>p</i> -Nitrophenyl- α -D-glucopyranoside)	-	1.6289
2	 48	25.00	1.2366
3	 49	31.82	1.0938
4	 50	63.76	1.2155
5	 51	37.64	1.2644

ตารางที่ 1 การทดสอบเบื้องต้นของความสามารถในการยับยั้งเอนไซม์ α -glucosidase ของสารที่สังเคราะห์ขึ้น

สรุปและวิจารณ์ผลการทดลอง

1. สังเคราะห์ triol ของ *schulzeine A-C*

คณะผู้วิจัยได้ทำการสังเคราะห์ advanced intermediate ที่ใช้ในการสังเคราะห์สารผลิตภัณฑ์ธรรมชาติ *schulzeine B* และ *C* โดยมีปฏิกิริยาหลักในการสังเคราะห์ได้แก่ *N*-acyliminium ion cyclization เพื่อสังเคราะห์โครงหลักสามวง Sharpless Asymmetric Dihydroxylation Julia-Kocienski olefination asymmetric allylboration cross olefin metathesis เพื่อสังเคราะห์สายโซ่กรดไขมัน 28 คาร์บอน advanced intermediate

ดังกล่าวนี้เป็นชนิดเดียวกับการสังเคราะห์ที่ schulzeine ที่มีการรายงานไว้ จึงทำให้การสังเคราะห์ของคณะผู้วิจัยเป็นการสังเคราะห์แบบ formal synthesis การสังเคราะห์ให้เป็น schulzeine นั้นจะต้องทำอีก 2 ขั้นตอน สำหรับการสังเคราะห์ schulzeine A นั้นหลังจากที่คณะผู้วิจัยได้ทำการสังเคราะห์ triol intermediate ที่มีโครงสร้างดังแสดงแล้ว ได้มีรายงานการสังเคราะห์ schulzeine A โดย Wardrop ที่รายงานว่าโครงสร้างของโมเลกุลนี้ที่รายงานไว้เบื้องต้นโดย Fusetani นั้นไม่ถูกต้อง ที่ตำแหน่ง C-20 ของสายโซ่กรดไขมันด้านข้าง จึงจำเป็นที่จะต้องทำการสังเคราะห์ขึ้นใหม่

2. การสังเคราะห์ non-natural analog ของ schulzeine และ การทดสอบความสามารถในการยับยั้งเอนไซม์ α -glucosidase

คณะผู้วิจัยได้ออกแบบโครงสร้างและทำการสังเคราะห์ non-natural analog ของ schulzeine ที่มีส่วนโครงสร้างหลัก heterocyclic core แบบต่างๆ ซึ่งสามารถสังเคราะห์ได้ด้วยปฏิกิริยา *N*-acyliminium ion cyclization เช่นเดียวกับโครงหลักสามวงของ schulzeine โดยมีโครงสร้างแบบต่างๆ ได้แก่ indoloquinolizidinone (**8**, **9**) 3,4-dimethoxybenzoquinolizidinone (**10**) และ quinolizidinone (**11**) และสายโซ่กรดไขมันที่มีขนาดสั้นกว่า natural schulzeine ซึ่งจำนวนขึ้นในการสังเคราะห์น้อยลงทำให้สังเคราะห์ได้ง่ายกว่า และได้ทำการศึกษาเบื้องต้นของผลการยับยั้งการทำงานของเอนไซม์ อัลฟาไกลูโคซิเดส (α -glucosidase) ซึ่งพบว่าสารที่สังเคราะห์ได้มีความสามารถในการยับยั้งการทำงานของเอนไซม์ดังกล่าว

คณะผู้วิจัยได้แสดงให้เห็นถึงความสามารถในการสังเคราะห์โมเลกุลที่มีโครงสร้างซับซ้อนและมี stereogenic center หลายตำแหน่ง โดยใช้ทั้ง substrate-control และ reagent-control ในการสังเคราะห์นี้ได้ใช้ปฏิกิริยาที่เป็น advanced organic reaction หลายชนิด ได้แก่ *N*-acyliminium ion cyclization เพื่อสังเคราะห์โครงหลักสามวง Sharpless Asymmetric Dihydroxylation Julia-Kocienski olefination asymmetric allylboration cross olefin metathesis เพื่อสังเคราะห์สายโซ่กรดไขมัน 28 คาร์บอน

งานวิจัยในส่วนที่จะทำในอนาคตและข้อเสนอแนะ

ผู้วิจัยจะดำเนินการสังเคราะห์ schulzeine B และ C ให้เสร็จในส่วนของ 2 ขั้นตอนที่เหลือ และ schulzeine A ที่มีคอนฟิगरชันที่ C20 ที่ถูกต้องตามที่รายงานโดย Wardrop เนื่องจากงานวิจัยด้านเคมีอินทรีย์สังเคราะห์ที่เป็น Total synthesis นั้นมีขั้นตอนของปฏิกิริยาในการสังเคราะห์หลายขั้นทำให้มีความยากลำบากและใช้เวลานาน และหลายครั้งต้องย้อนกลับไปทำการสังเคราะห์ตั้งแต่ต้นเมื่อสาร intermediate ที่สังเคราะห์ขึ้นเหลือปริมาณน้อยเกินไปที่จำทำการทดลองในขั้นต่อไป แต่งานวิจัยลักษณะนี้มีได้มุ่งหมายให้ได้ final target เพียงอย่างเดียวเท่านั้น แต่ยังทำให้ได้ศึกษาปฏิกิริยาและพัฒนาองค์ความรู้ทางด้านปฏิกิริยาเคมีอินทรีย์และโดยเฉพาะอย่างยิ่ง synthetic strategy ผู้วิจัยหวังอย่างยิ่งว่าจะมีงานวิจัยทางด้าน total organic synthesis เพิ่มมากขึ้นในประเทศ

Isolation and characterization of schulzeines

1. Takeda, K.; Uehara, T.; Nakao, Y.; Matsunaga, S.; van Soest, R. W.; Fusetani, N. *J. Am. Chem. Soc.* **2004**, *126*, 187.

Synthesis of the tricyclic core

2. Kuntiyong, P.; Akkarasamiyo, S.; Eksinitkun, G. *Chem. Lett.* **2006**, *35*, 1008.

Total synthesis of schulzeines B and C

3. Gurjar, M. K.; Pramanik, C.; Bhattasali, D.; Ramana, C. V.; Mohapatra, D. K. *J. Org. Chem* **2007**, *72*, 6591.
4. Liu, G.; Romo, D. *Org Lett.* **2009**, *11*, 1143.

Total synthesis of schulzeine A

5. Bowen, E. G.; Wardrop, D. J. *J. Am. Chem. Soc.* **2009**, *131*, 6062.

Output จากโครงการวิจัยที่ได้รับทุนจาก สกว.

Publication

Kuntiyong, P.; Akkarasamiyo, S.; Eksinitkun, G. **"Short Synthetic Route toward the Tricyclic Core of Schulzeines"** *Chem Lett*, **2006**, 35, 1008-1009

Proceeding

Piboonsrinakara, N.; Akkarasamiyo, S. Eksinitkun, G.; Taweepao, W.; Atimanon, K.; Nimpao, O.; Kuntiyong, P. **"Total Synthesis of Non-natural Analogues of Schulzeines"** *Proceeding of Pure and Applied Chemistry International Conference (PACCON)*, **2008**, 2, 643-648.

International Poster presentation

1. Piboonsrinakara, N.; Akkarasamiyo, S.; Kuntiyong, P. **Total Synthesis of Non-natural Analogs of Schulzeines**, Pure and Applied Chemistry Conference (PACCON) 2008.
2. Kuntiyong, P.; Akkarasamiyo, S. **Formal Synthesis of Schulzeine A with the Initially Proposed Structure**, The 11th International Kyoto Conference on New Aspects of Organic Chemistry (IKCOC 11) 2009.

Submitted Manuscript

1. Fun, H-K.; Kuntiyong, P.; Tuntiwachwuttikul, P.; Chanttrapromma, S. **"N-(9,11-Dimethoxy-4-oxo-2,3,4,6,7,11b-hexahydro-1H-pyrido[2,1-a]isoquinolin-3-yl)benzamide"** *Acta Crystallographica*. submitted December 2010.
2. Kuntiyong, P.; Akkarasamiyo, S.; Piboonsrinakara, N.; Hemmara, C.; SongThamwat, P." **Formal Synthesis of Schulzeines B and C"** *Bull. Chem. Soc. Jpn.* submitted Januray 2011.

ภาคผนวก

APPENDIX

N,N-dibenzyl-5-benzyl glutamic



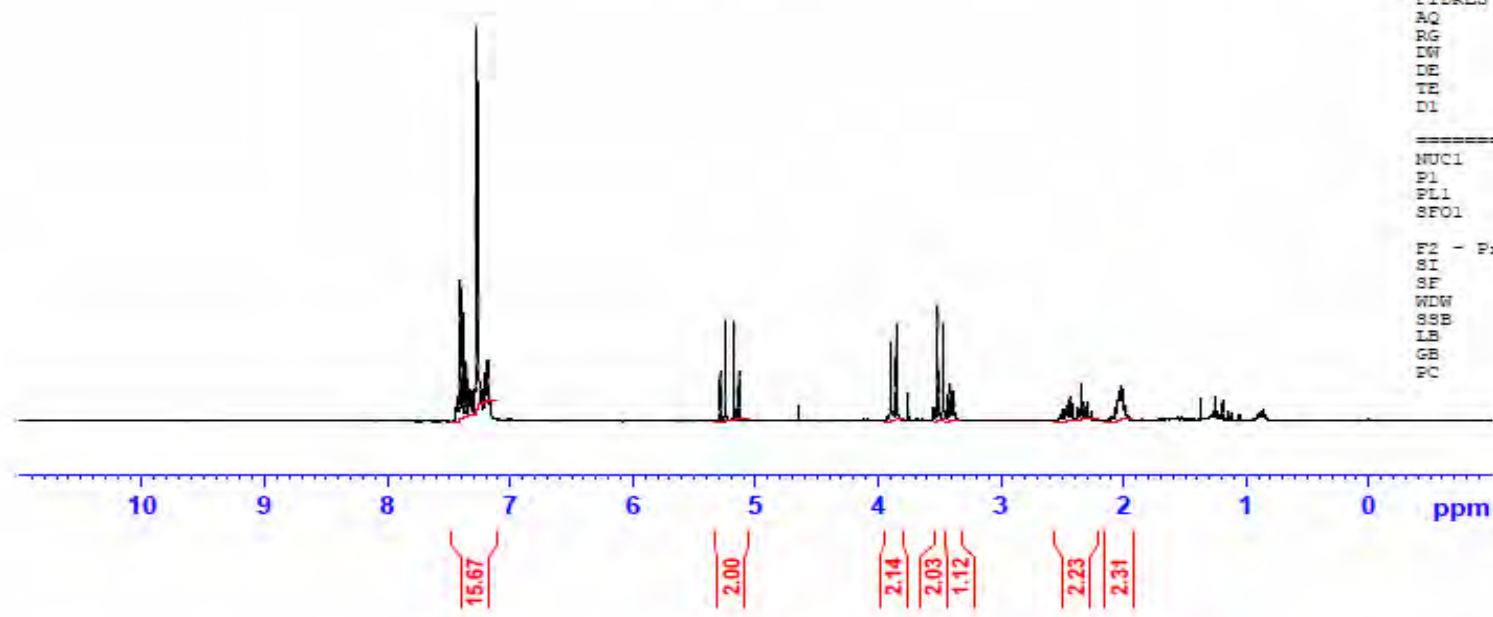
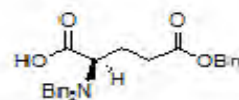
Department of Chemistry

Current Data Parameters
NAME SunisaSch2820
EXPNO 1
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20080107
Time 14.03
INSTRUM av300
PROBHD 5 mm BBO BB-1H
PULPROG zg30
TD 16384
SOLVENT CDCl3
NS 16
DS 2
SWH 6172.829 Hz
FIDRES 0.376760 Hz
AQ 1.3271540 sec
RG 90.5
DW 81.000 usec
DE 20.00 usec
TE 300.0 K
D1 1.00000000 sec

===== CHANNEL f1 =====
NUC1 1H
P1 11.40 usec
PL1 0.00 dB
SFO1 300.1318534 MHz

F2 - Processing parameters
SI 32768
SF 300.1300277 MHz
WDW no
SSB 0
LB 0.00 Hz
GB 0
FC 1.00



L-glutamic derivative



Department of Chemistry

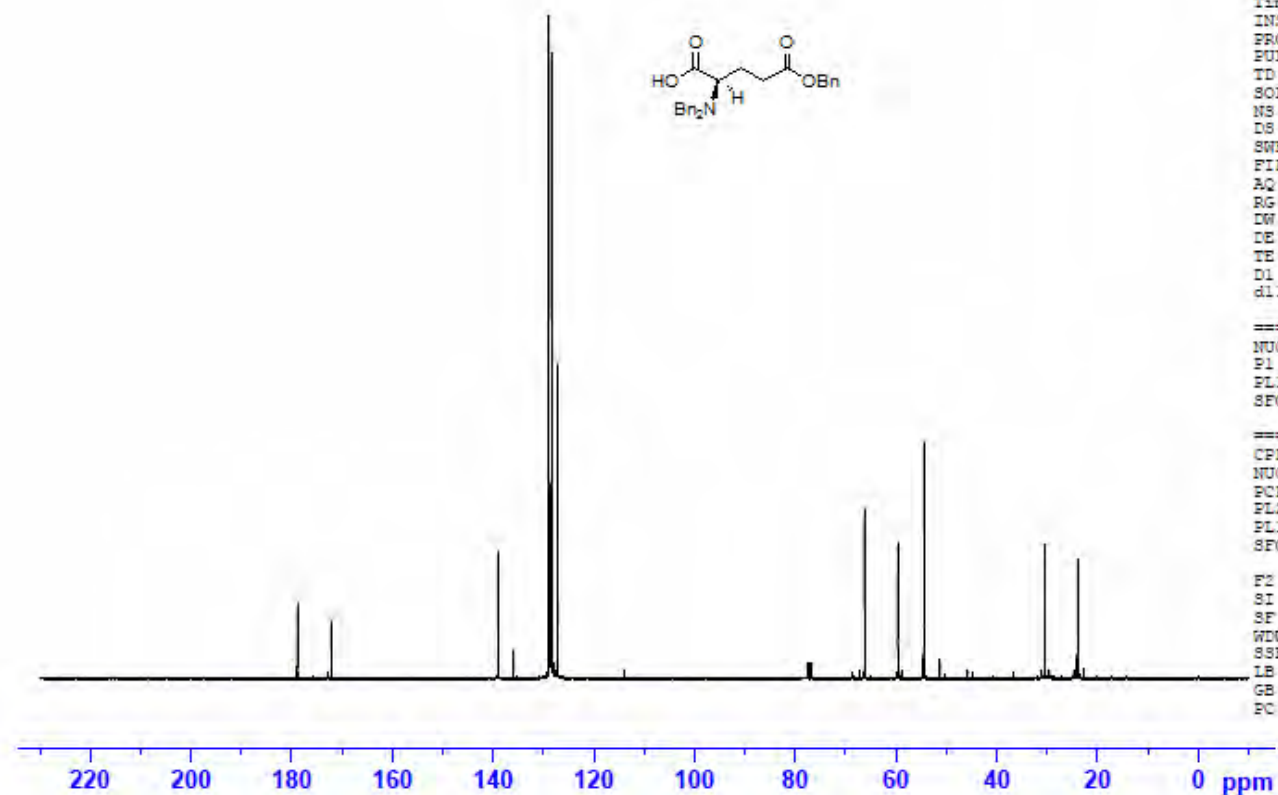
Current Data Parameters
NAME Sunisa3sch3067
EXPNO 2
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20081010
Time 13.55
INSTRUM av300
PROBHD 5 mm BBO BB-1H
PULPROG zgpg30
TD 32768
SOLVENT CDCl3
NS 512
DS 4
SWH 18115.941 Hz
FIDRES 0.582855 Hz
AQ 0.9044465 sec
RG 11585.2
DW 27.600 usec
DE 20.00 usec
TE 300.0 K
D1 1.00000000 sec
d11 0.03000000 sec

===== CHANNEL f1 =====
NUC1 13C
P1 5.40 usec
PL1 -2.00 dB
SFO1 75.4760505 MHz

===== CHANNEL f2 =====
CPDPRG2 waltz16
NUC2 1H
PCPD2 100.00 usec
PL2 -1.00 dB
PL12 17.00 dB
SFO2 200.1312005 MHz

F2 - Processing parameters
SI 32768
SF 75.4677490 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 1.00 Hz
GB 0
PC 1.00



amide



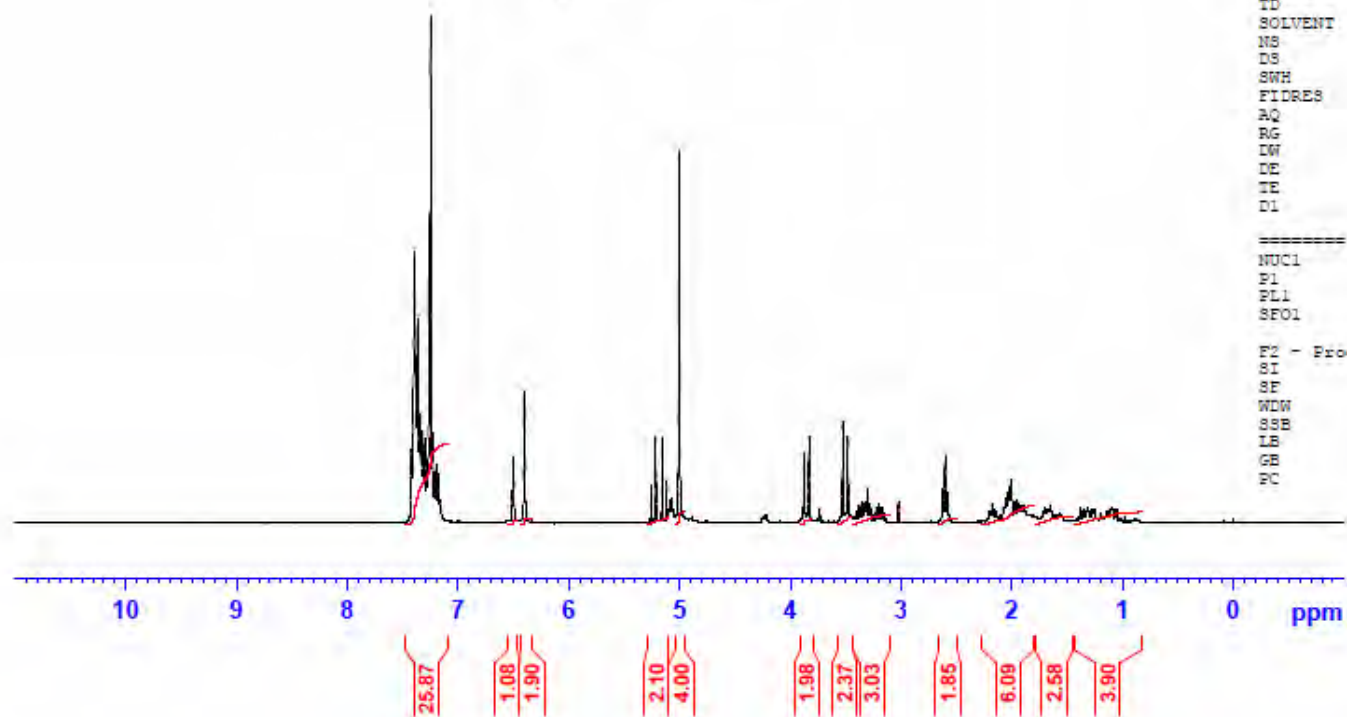
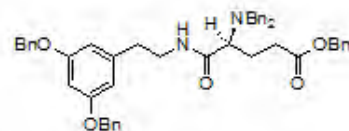
Department of Chemistry

Current Data Parameters
NAME SunisaSch2650
EXPNO 1
PROCNO 1

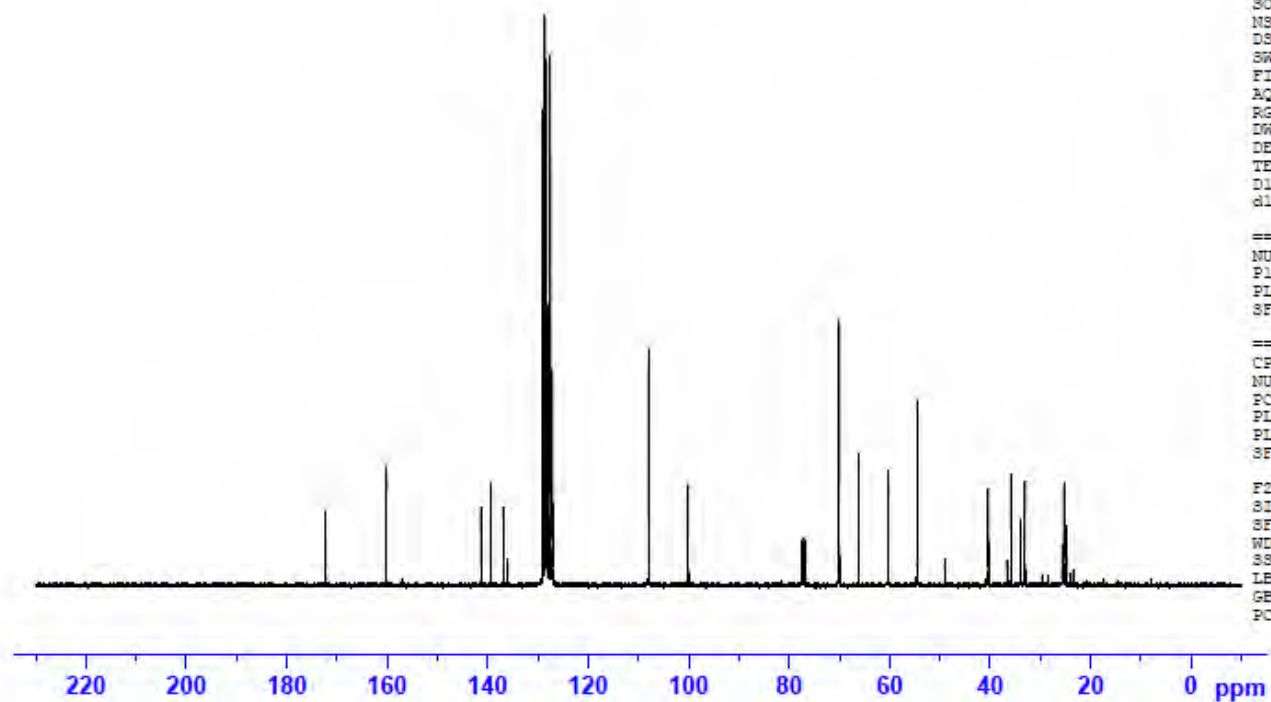
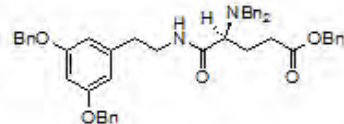
F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20080117
Time_ 11:30
INSTRUM av300
PROBHD 5 mm BBO BB-1H
PULPROG zg30
TD 16384
SOLVENT CDCl3
NS 16
DS 2
SWH 6172.829 Hz
FIDRES 0.376760 Hz
AQ 1.3271540 sec
RG 181
DW 81.000 usec
DE 20.00 usec
TE 300.0 K
D1 1.00000000 sec

===== CHANNEL f1 =====
NUC1 1H
P1 11.40 usec
PL1 0.00 dB
SFO1 300.1318934 MHz

F2 - Processing parameters
SI 32768
SF 300.1300127 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 0.30 Hz
GB 0
PC 1.00



¹³C of amide



Department of Chemistry

Current Data Parameters
NAME SunisaSch2920
EXPNO 4
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
Date 20080218
Time 17.18
INSTRUM av300
PROBHD 5 mm BBO BB-1H
PULPROG zgpg
TD 32768
SOLVENT CDCl3
NS 400
DS 4
SWH 18115.941 Hz
FIDRES 0.552858 Hz
AQ 0.9044468 sec
RG 5782.6
DW 27.600 usec
DE 20.00 usec
TE 300.0 K
D1 2.00000000 sec
d11 0.02000000 sec

===== CHANNEL f1 =====
NUC1 13C
P1 5.20 usec
PL1 -3.00 dB
SFO1 75.4760505 MHz

===== CHANNEL f2 =====
CPDPRG2 waltz16
NUC2 1H
PCPD2 100.00 usec
PL2 0.00 dB
PL12 17.20 dB
SFO2 300.1312005 MHz

F2 - Processing parameters
SI 32768
SF 75.4677490 MHz
WDW EM
SSE 0
LB 1.00 Hz
GB 0
PC 1.00

imide



Department of Chemistry

Current Data Parameters

NAME SunisaSch2800

EXPNO 3

PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters

Date_ 20071220

Time_ 14.08

INSTRUM av300

PROBHD 5 mm BBO BB-1H

PULPROG zg30

TD 16384

SOLVENT CDCl3

NS 16

DS 2

SWH 6172.839 Hz

FIDRES 0.376760 Hz

AQ 1.3271840 sec

RG 2298.8

DW 81.000 usec

DE 20.00 usec

TE 300.0 K

D1 1.00000000 sec

===== CHANNEL f1 =====

NUC1 1H

P1 10.60 usec

PL1 -2.00 dB

SFO1 300.1315534 MHz

F2 - Processing parameters

SI 32768

SF 300.1300312 MHz

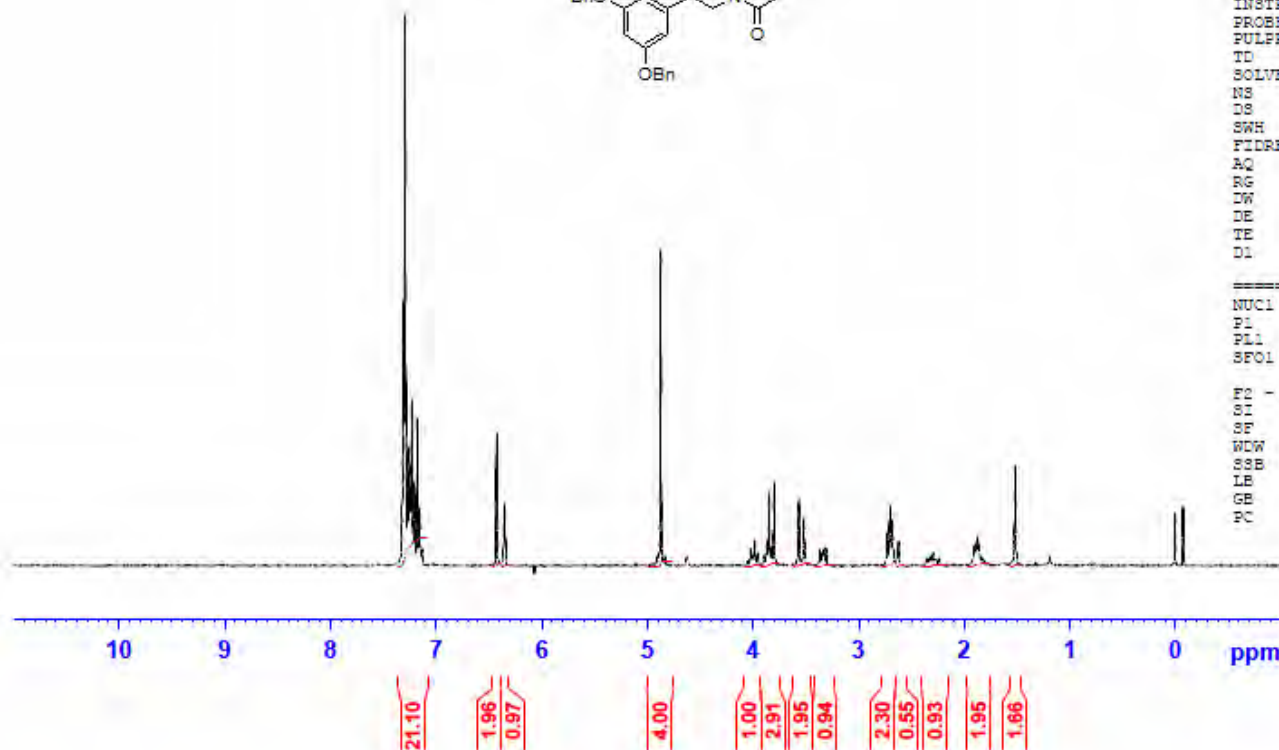
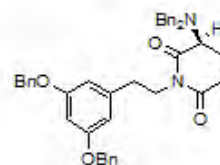
WDW EM

SSB 0

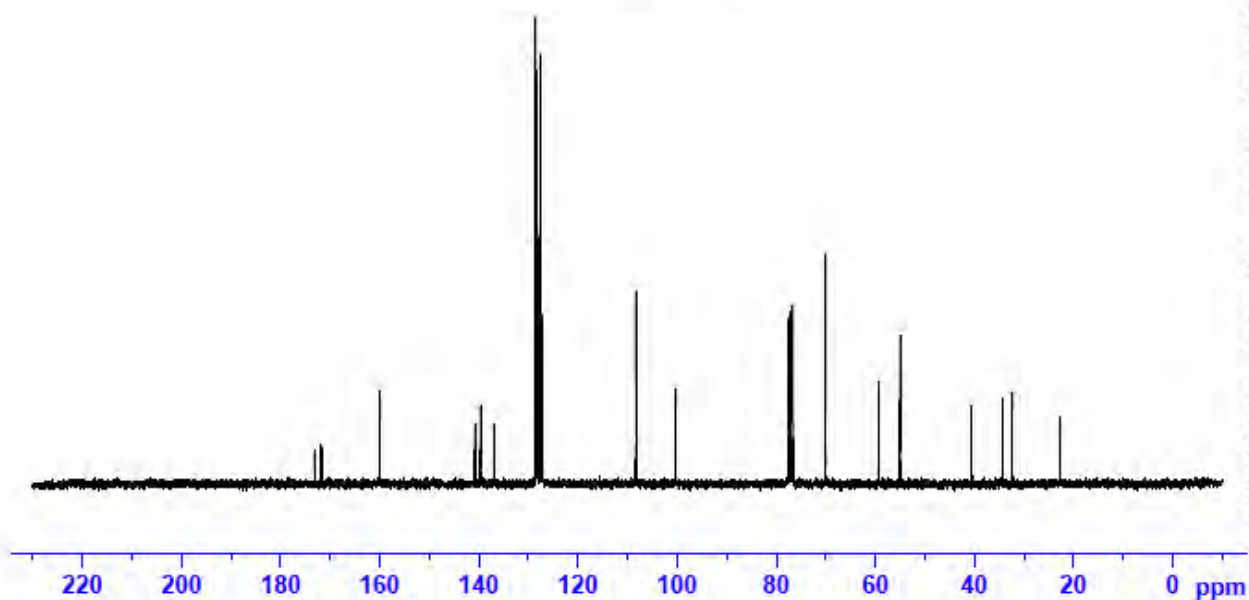
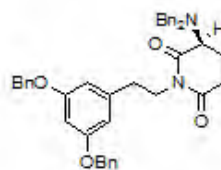
LB 0.30 Hz

GB 0

PC 1.00



¹³C of imide



Department of Chemistry

Current Data Parameters
NAME SunisaSch2800
EXPNO 6
PROCNO 1

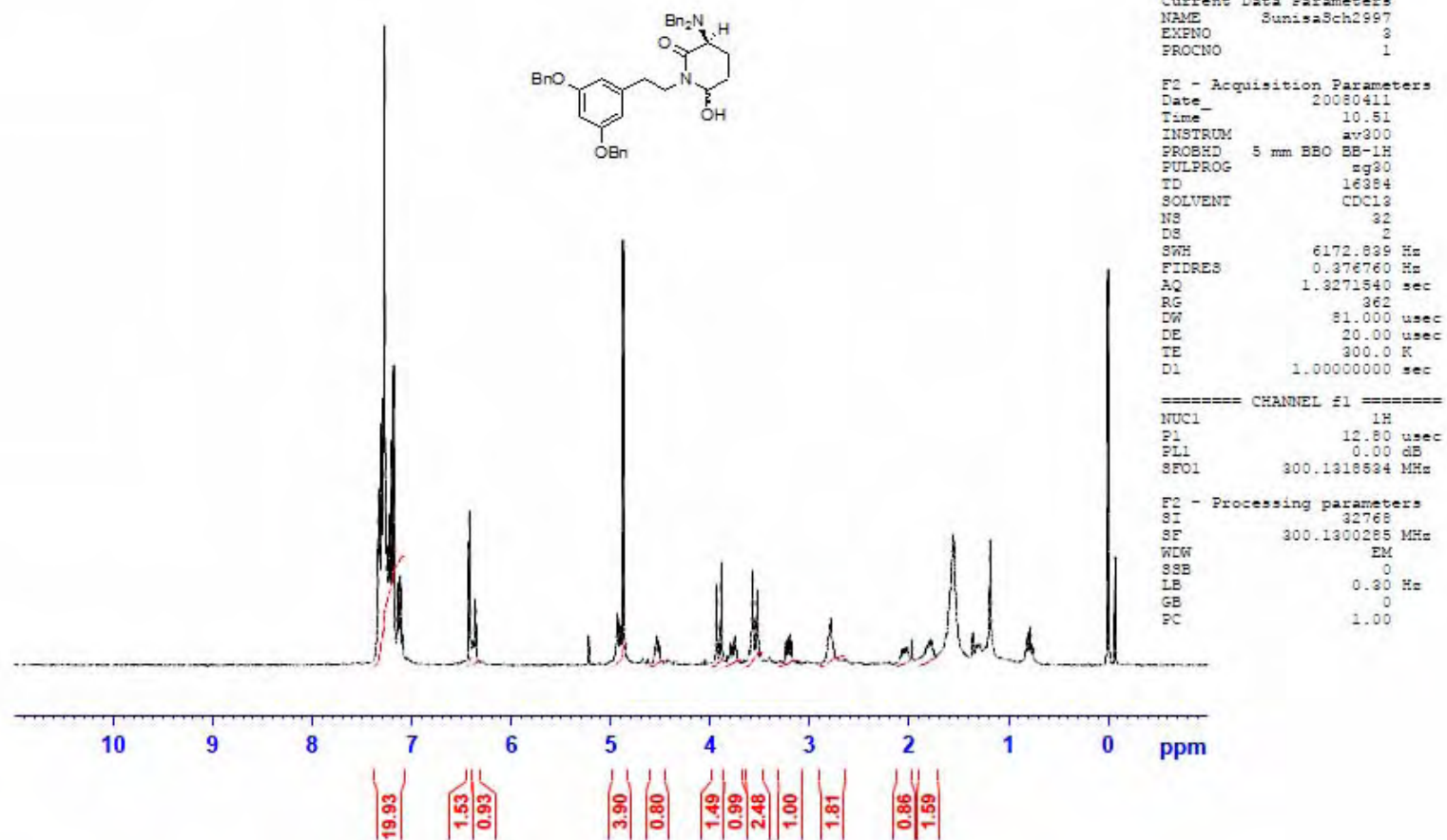
F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20071220
Time 15.40
INSTRUM av300
PROBHD 5 mm BBO BB-1H
PULPROG zgpg30
TD 32768
SOLVENT CDCl3
NS 600
DS 4
SWH 18115.941 Hz
FIDRES 0.582655 Hz
AQ 0.9044468 sec
RG 13004
DW 27.600 usec
DE 20.00 usec
TE 300.0 K
D1 2.00000000 sec
d11 0.03000000 sec

===== CHANNEL f1 =====
NUC1 ¹³C
P1 5.20 usec
PL1 -3.00 dB
SFO1 75.4760505 MHz

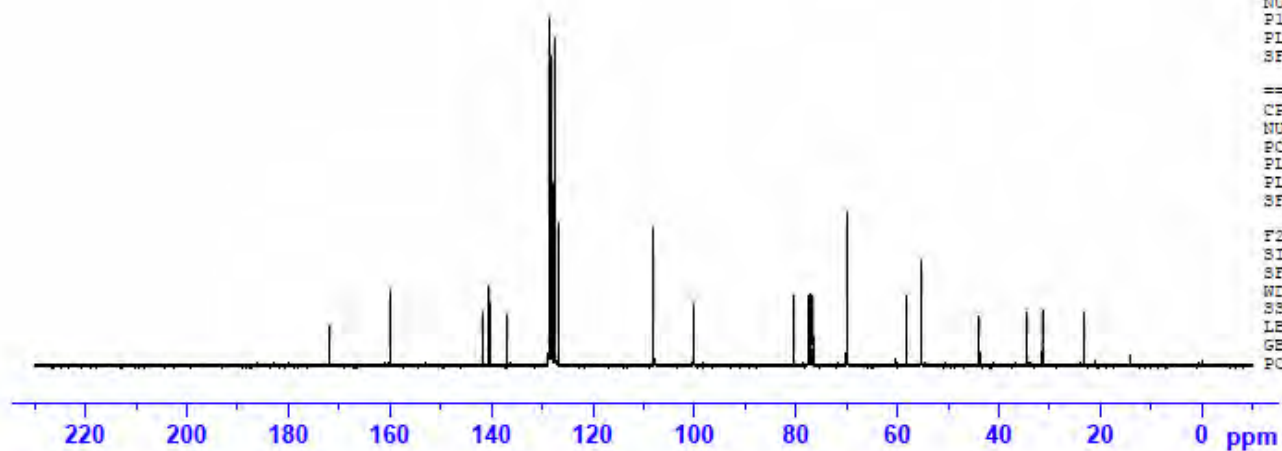
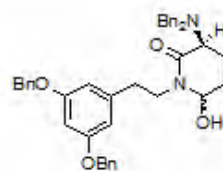
===== CHANNEL f2 =====
CPDPRG2 waltz16
NUC2 ¹H
PCPD2 100.00 usec
PL2 -2.00 dB
PL12 -2.00 dB
SFO2 300.1312005 MHz

F2 - Processing parameters
SI 32768
SF 75.4677490 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 1.00 Hz
GB 0
PC 1.40

hydroxylactam



¹³C of hydroxylactam



Department of Chemistry

Current Data Parameters

NAME SunisaSch3004

EXPNO 6

PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters

Date_ 20080514

Time 11.04

INSTRUM av300

PROBHD 5 mm BBO BB-1H

PULPROG zgpg

TD 32768

SOLVENT CDCl3

NS 614

DS 4

SWH 18115.941 Hz

FIDRES 0.852858 Hz

AQ 0.9044468 sec

RG 13004

DW 27.600 usec

DE 20.00 usec

TE 300.0 K

D1 2.00000000 sec

d11 0.03000000 sec

===== CHANNEL f1 =====

NUC1 ¹³C

P1 5.20 usec

PL1 -3.00 dB

SFO1 75.4760505 MHz

===== CHANNEL f2 =====

CPDPRG2 waltz16

NUC2 ¹H

PCPD2 100.00 usec

PL2 -1.00 dB

PL12 17.00 dB

SFO2 300.1312005 MHz

F2 - Processing parameters

SI 32768

SF 75.4677509 MHz

WDW EM

SSB 0

LB 1.00 Hz

GB 0

PC 1.40

tricyclic core NBn2



Department of Chemistry

Current Data Parameters

NAME SunisaSch3002
EXPNO 4
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters

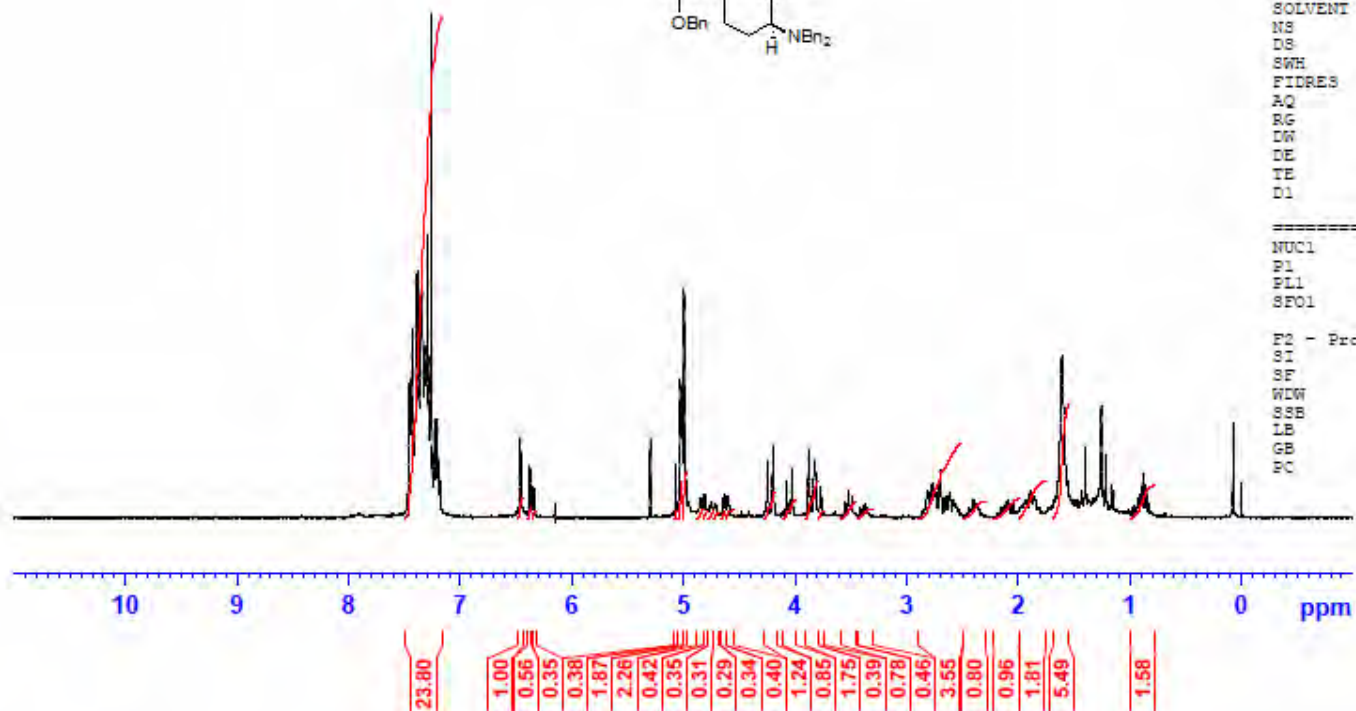
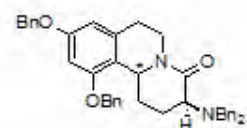
Date 20080508
Time 10.02
INSTRUM av300
PROBHD 5 mm BBO BB-1H
PULPROG zg30
TD 16384
SOLVENT CDCl3
NS 16
DS 2
SWH 6172.839 Hz
FIDRES 0.376760 Hz
AQ 1.3271840 sec
RG 362
DW 81.000 usec
DE 20.00 usec
TE 300.0 K
D1 1.00000000 sec

===== CHANNEL f1 =====

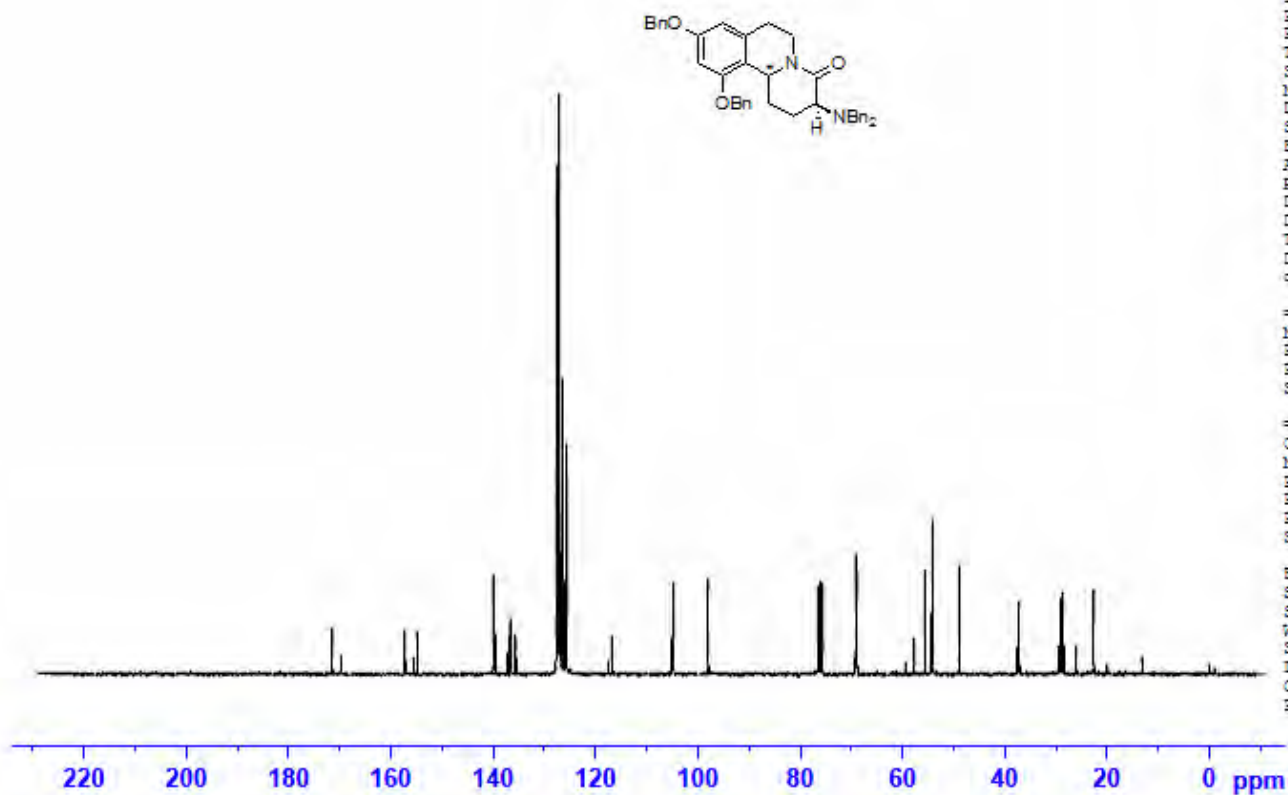
NUC1 1H
P1 12.80 usec
PL1 0.00 dB
SFO1 300.1318534 MHz

F2 - Processing parameters

SI 32768
SF 300.1300068 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 0.30 Hz
GB 0
PC 1.00



¹³C of tricyclic core NBn2



Department of Chemistry

Current Data Parameters
NAME SunisaSch3004
EXPNO 9
PROCNO 1

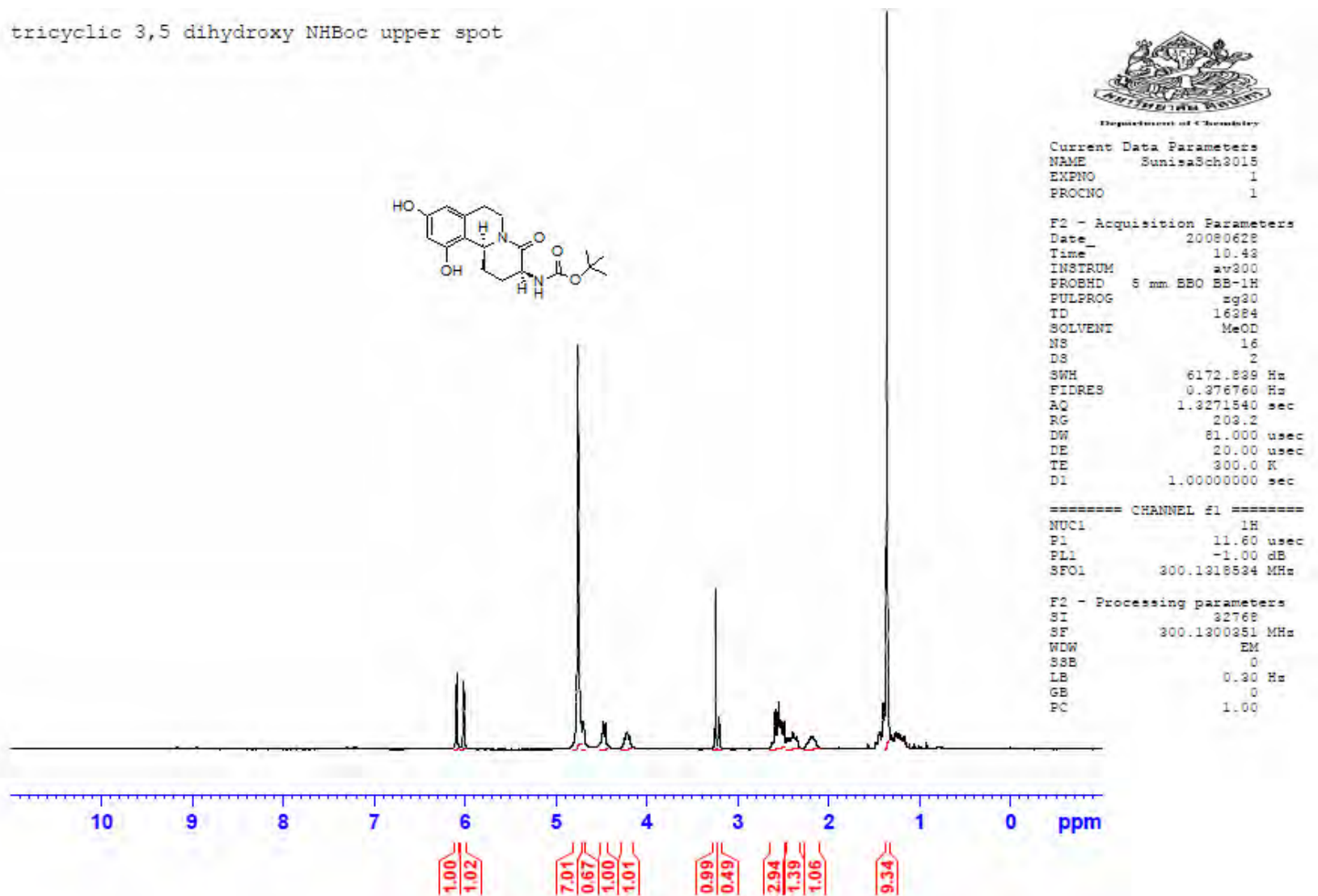
F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20080815
Time 11.10
INSTRUM av300
PROBHD 5 mm BBO BB-1H
PULPROG zgpg30
TD 32768
SOLVENT CDCl3
NS 614
DS 4
SWH 16116.941 Hz
FIDRES 0.582855 Hz
AQ 0.9044468 sec
RG 11885.2
DW 27.600 usec
DE 20.00 usec
TE 300.0 K
D1 2.00000000 sec
d11 0.03000000 sec

===== CHANNEL f1 =====
NUC1 ¹³C
P1 5.20 usec
PL1 -2.00 dB
SFO1 75.4760805 MHz

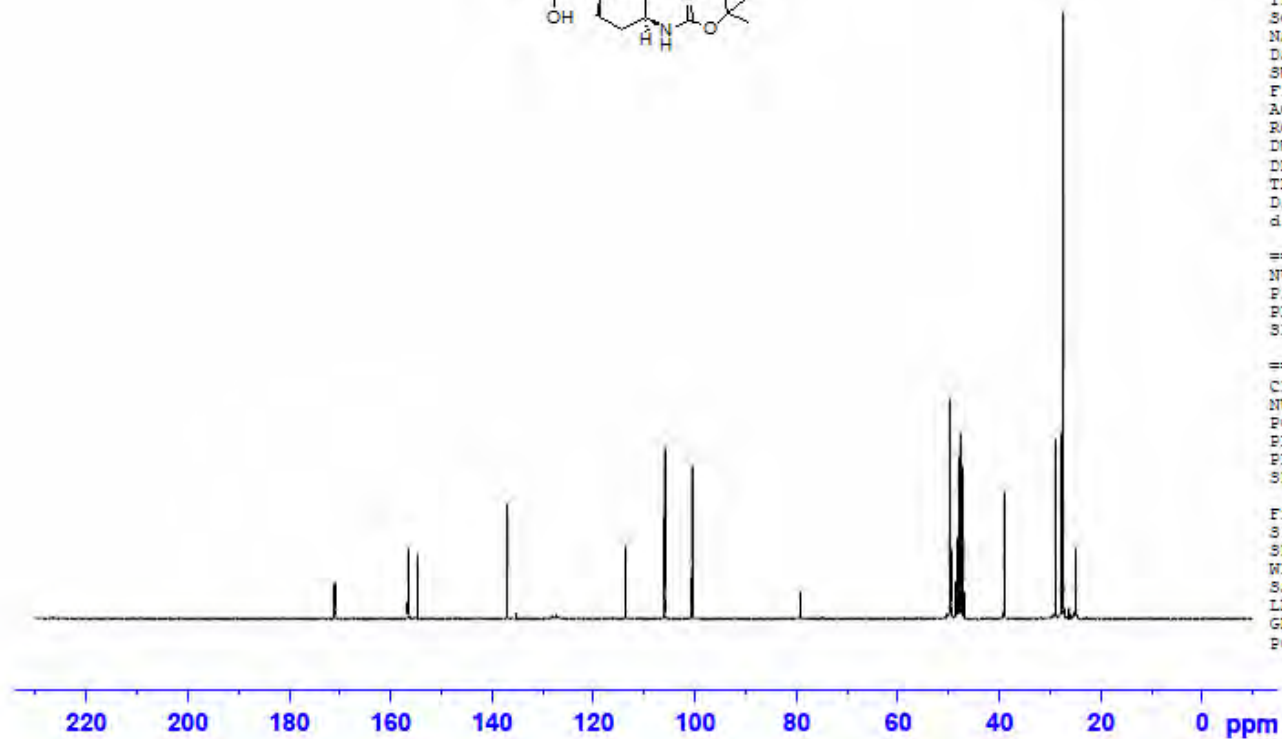
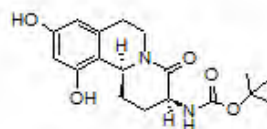
===== CHANNEL f2 =====
CPDPRG2 waltz16
NUC2 ¹H
PCPD2 100.00 usec
PL2 -1.00 dB
PL12 17.00 dB
SFO2 300.1312005 MHz

F2 - Processing parameters
SI 32768
SF 75.4678287 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 1.00 Hz
GB 0
PC 1.00

tricyclic 3,5 dihydroxy NHBoc upper spot



¹³C of tricyclic 3,5 dihydroxy upper spot



Department of Chemistry

Current Data Parameters

NAME SunisaSch3015
EXFNO 2
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters

Date_ 20080628
Time_ 11.14
INSTRUM av300
PROBHD 5 mm BBO BB-1H
PULPROG zgpg30
TD 32768
SOLVENT CDCl3
NS 1228
DS 4
SWH 18118.941 Hz
FIDRES 0.882855 Hz
AQ 0.9044468 sec
RG 8198.2
DW 27.600 usec
DE 20.00 usec
TE 300.0 K
D1 2.00000000 sec
d11 0.03000000 sec

===== CHANNEL F1 =====

NUC1 ¹³C
P1 5.20 usec
PL1 -3.00 dB
SFO1 75.4760505 MHz

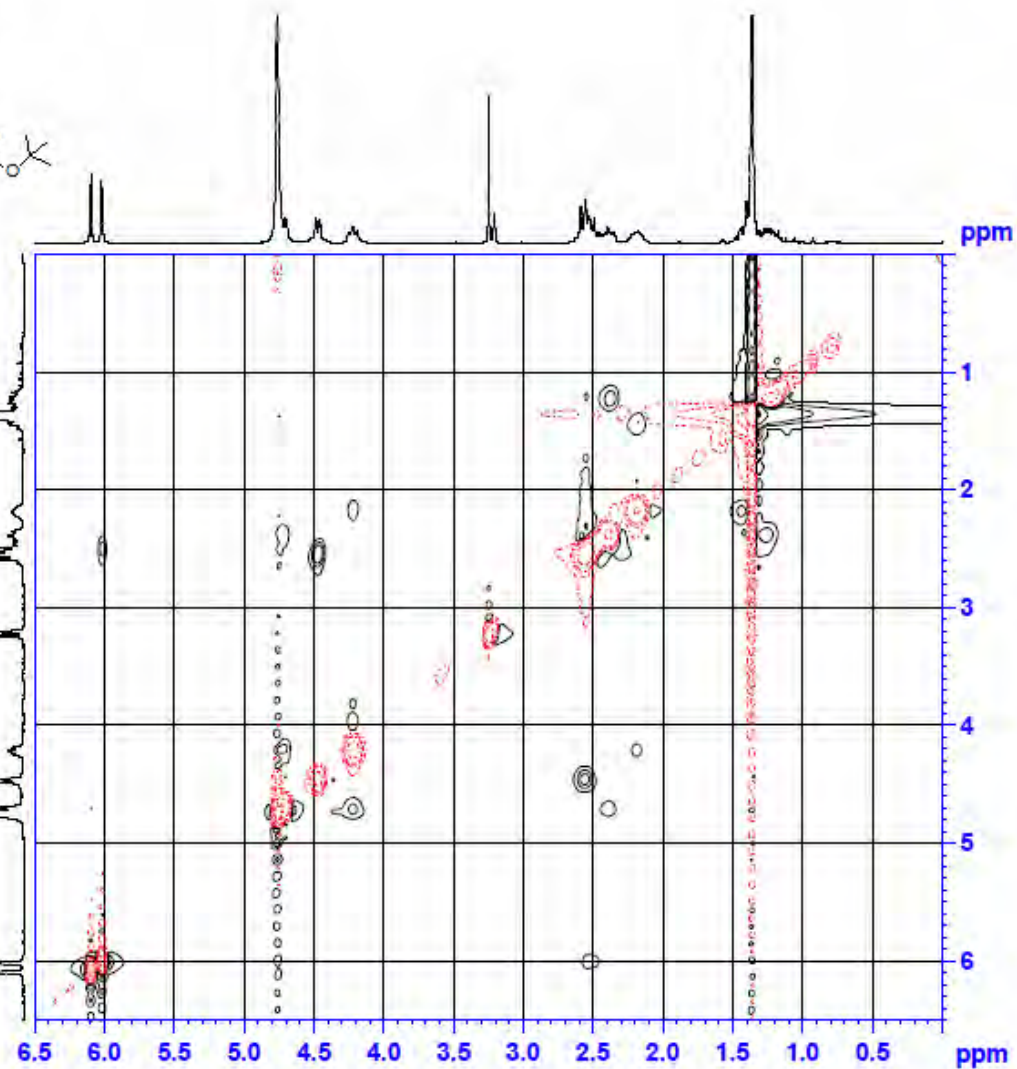
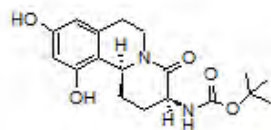
===== CHANNEL F2 =====

CPDPRG2 waltz16
NUC2 ¹H
PCPD2 100.00 usec
PL2 -1.00 dB
PL12 17.00 dB
SFO2 300.1312005 MHz

F2 - Processing parameters

SI 32768
SF 75.4677490 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 1.00 Hz
GB 0
PC 1.40

NOESY- upper



Department of Chemistry

```

Current Data Parameters
NAME      Smitasch3015
EXPNO     7
PROCNO    7

F1 - Acquisition Parameters
Date_     20080620
Time      15.43
INSTRUM   av300
PROBHD    5 mm BBO BB-1H
PULPROG   noesytopp
TD         1024
SOLVENT   CDCl3
NS         24
DS         16
SWH        3705.628 Hz
FIDRES     3.642115 Hz
AQ         0.1892851 sec
RG          181
TW         184.800 usec
DE         10.00 usec
TE         300.2 K
DQ         0.50000105 sec
RL         2.50000005 sec
LQ         0.40000001 sec
SLL        0.37000000 sec
D18        0.00020000 sec
DELTA      0.60120100 sec
DELTA1     0.06150800 sec
TAC        0.00017021 sec
MCKRES     0.50000000 sec
MCKRES2    0.00750000 sec
SFOCNT     128
TAT        0.39880002 sec

===== CHANNEL F1 =====
NUC1       1H
P1         11.00 usec
PD         23.20 usec
PL1        -1.00 dB
SFO1       300.1313506 MHz

===== GRADIENT CHANNEL =====
GPRAM1     SINE.100
GPRAM2     SINE.100
GPRAM3     SINE.100
GPR1       0.00 %
GPR2       0.00 %
GPR3       0.00 %
GPR4       0.00 %
GPR5       0.00 %
GPR6       0.00 %
GPR7       0.00 %
GPR8       0.00 %
GPR9       0.00 %
GPR10      0.00 %
GPR11      0.00 %
GPR12      0.00 %
GPR13      0.00 %
GPR14      0.00 %
GPR15      0.00 %
P18        1000.00 usec

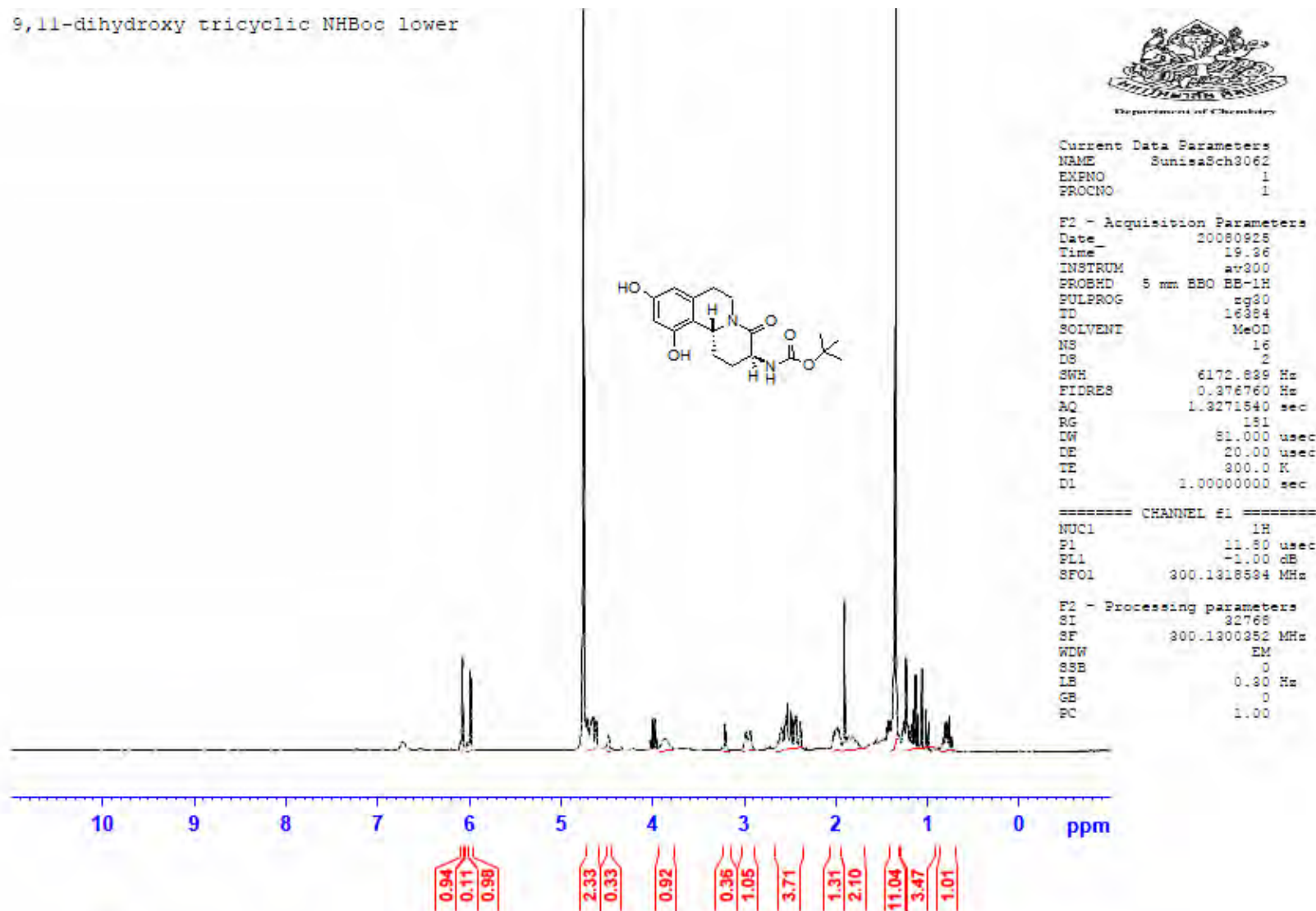
F1 - Acquisition parameters
RG          1
TD         128
SFO1       300.1314 MHz
FIDRES     21.162742 Hz
SW          9.700 ppm
PULPROG    echo-anti-echo

F1 - Processing parameters
SI          1024
SF          300.1305900 MHz
WDW         EM
SSB          0
GB          -5.02 Hz
CB          0.385
PC           1.00

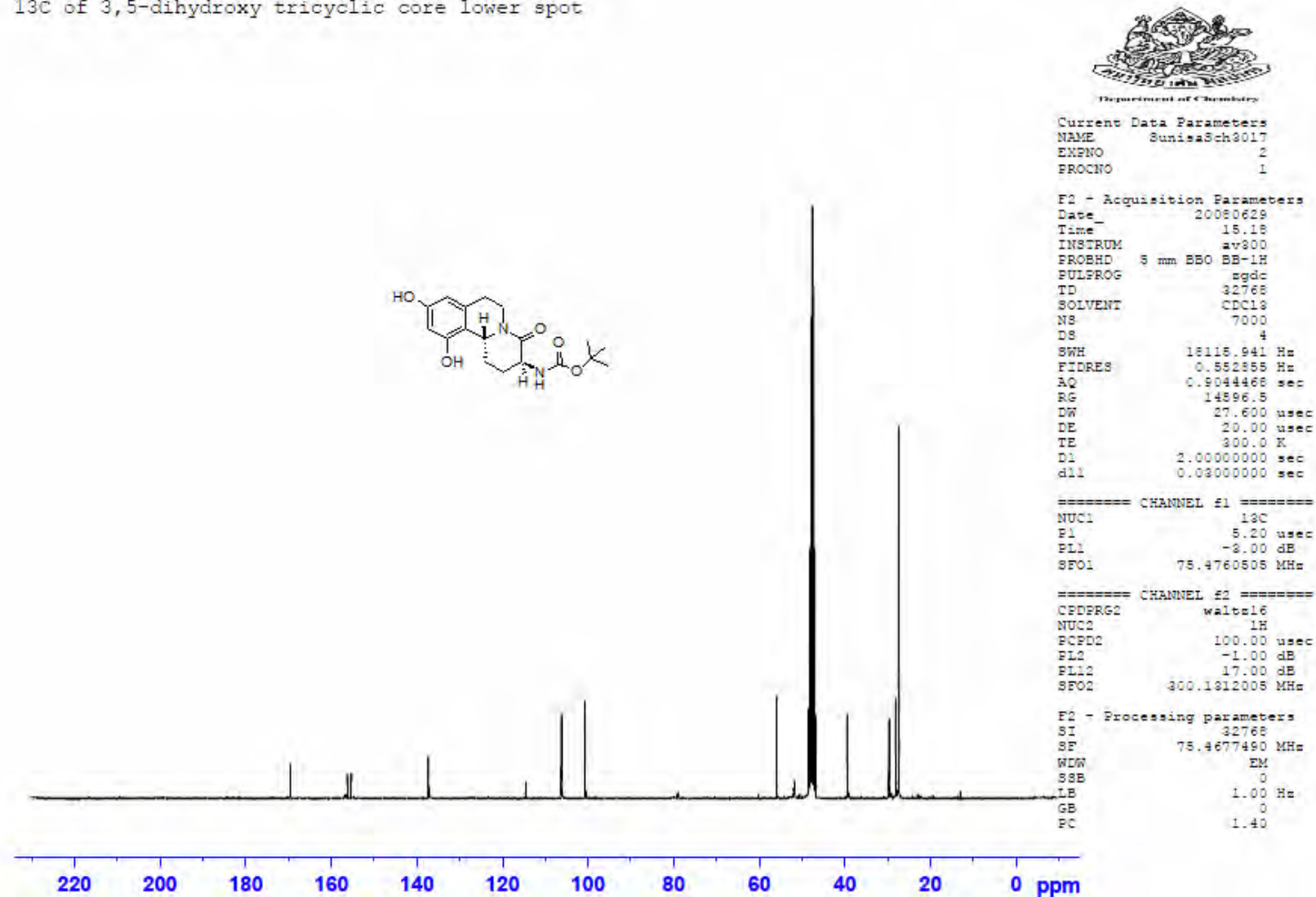
F1 - Processing parameters
SI          512
WDW         echo-anti-echo
SF          300.1305900 MHz
WDW         EM
SSB          0
GB          -5.02 Hz
CB          0.385

```

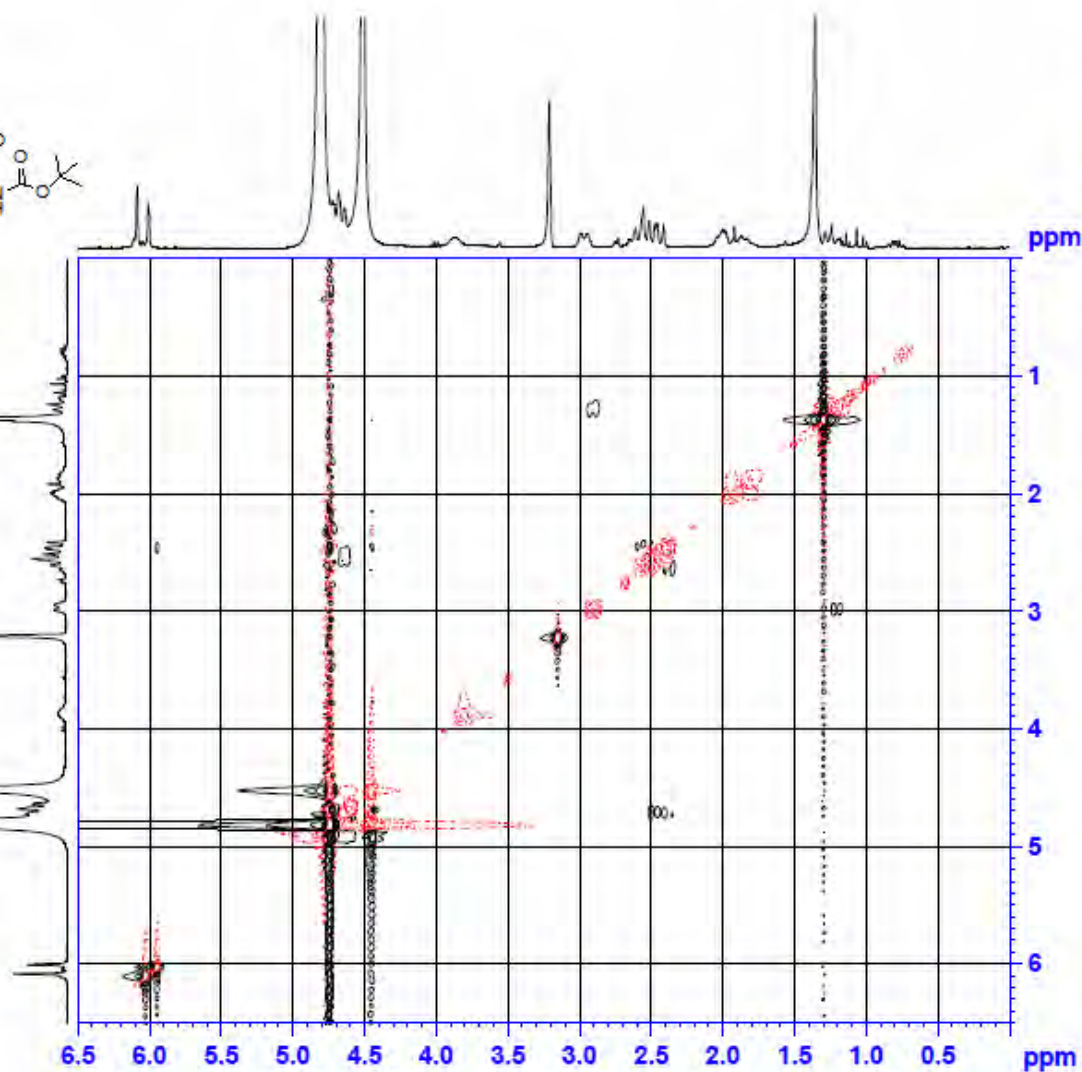
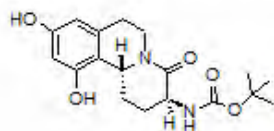
9,11-dihydroxy tricyclic NHBoc lower



¹³C of 3,5-dihydroxy tricyclic core lower spot



NOESY-lower



Department of Chemistry

Current Data Parameters
NAME Sumitach3617
EXPNO 3
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20080708
Time 16.28
INSTRUM av100
PROBHD 5 mm BBO BB-1H
PULPROG nonezgpg
TD 1024
SOLVENT DMSO
NS 80
DS 16
SWH 2705.428 Hz
FIDRES 0.042215 Hz
AQ 0.1892852 sec
RG 203.2
IN 184.800 usec
DE 20.00 usec
TE 300.2 K
SFO 500.1360500 MHz
D1 3.00000000 sec
D2 0.40000001 sec
S11 0.03000000 sec
D18 0.00000000 sec
DELTA 0.00120300 sec
DELTA1 0.00120800 sec
JNO 0.00017001 sec
WDEPRG 0.00000000 sec
WDEPRG 0.00750000 sec
PCPRG 0.00000000 sec
TAC 0.00000002 sec

===== CHANNEL F1 =====
NUC1 1H
P1 11.00 usec
P2 23.20 usec
PL1 -1.00 dB
SFO1 500.1311506 MHz

===== GRADIENT CHANNEL =====
GPRG1 STNR.100
GPRG2 STNR.100
GPRG3 STNR.100
GPRG4 STNR.100
GP11 0.00 #
GP12 0.00 #
GP13 0.00 #
GP14 0.00 #
GP15 0.00 #
GP16 0.00 #
GP17 0.00 #
GP18 0.00 #
GP19 0.00 #
GP20 0.00 #
GP21 0.00 #
GP22 0.00 #
GP23 0.00 #
GP24 0.00 #
GP25 0.00 #
GP26 0.00 #
GP27 0.00 #
GP28 0.00 #
GP29 0.00 #
GP30 0.00 #
GP31 0.00 #
GP32 0.00 #
GP33 0.00 #
GP34 0.00 #
GP35 0.00 #
GP36 0.00 #
GP37 0.00 #
GP38 0.00 #
GP39 0.00 #
GP40 0.00 #
GP41 0.00 #
GP42 0.00 #
GP43 0.00 #
GP44 0.00 #
GP45 0.00 #
GP46 0.00 #
GP47 0.00 #
GP48 0.00 #
GP49 0.00 #
GP50 0.00 #
GP51 0.00 #
GP52 0.00 #
GP53 0.00 #
GP54 0.00 #
GP55 0.00 #
GP56 0.00 #
GP57 0.00 #
GP58 0.00 #
GP59 0.00 #
GP60 0.00 #
GP61 0.00 #
GP62 0.00 #
GP63 0.00 #
GP64 0.00 #
GP65 0.00 #
GP66 0.00 #
GP67 0.00 #
GP68 0.00 #
GP69 0.00 #
GP70 0.00 #
GP71 0.00 #
GP72 0.00 #
GP73 0.00 #
GP74 0.00 #
GP75 0.00 #
GP76 0.00 #
GP77 0.00 #
GP78 0.00 #
GP79 0.00 #
GP80 0.00 #
GP81 0.00 #
GP82 0.00 #
GP83 0.00 #
GP84 0.00 #
GP85 0.00 #
GP86 0.00 #
GP87 0.00 #
GP88 0.00 #
GP89 0.00 #
GP90 0.00 #
GP91 0.00 #
GP92 0.00 #
GP93 0.00 #
GP94 0.00 #
GP95 0.00 #
GP96 0.00 #
GP97 0.00 #
GP98 0.00 #
GP99 0.00 #
GP100 0.00 #
GP101 0.00 #
GP102 0.00 #
GP103 0.00 #
GP104 0.00 #
GP105 0.00 #
GP106 0.00 #
GP107 0.00 #
GP108 0.00 #
GP109 0.00 #
GP110 0.00 #
GP111 0.00 #
GP112 0.00 #
GP113 0.00 #
GP114 0.00 #
GP115 0.00 #
GP116 0.00 #
GP117 0.00 #
GP118 0.00 #
GP119 0.00 #
GP120 0.00 #
GP121 0.00 #
GP122 0.00 #
GP123 0.00 #
GP124 0.00 #
GP125 0.00 #
GP126 0.00 #
GP127 0.00 #
GP128 0.00 #
GP129 0.00 #
GP130 0.00 #
GP131 0.00 #
GP132 0.00 #
GP133 0.00 #
GP134 0.00 #
GP135 0.00 #
GP136 0.00 #
GP137 0.00 #
GP138 0.00 #
GP139 0.00 #
GP140 0.00 #
GP141 0.00 #
GP142 0.00 #
GP143 0.00 #
GP144 0.00 #
GP145 0.00 #
GP146 0.00 #
GP147 0.00 #
GP148 0.00 #
GP149 0.00 #
GP150 0.00 #
GP151 0.00 #
GP152 0.00 #
GP153 0.00 #
GP154 0.00 #
GP155 0.00 #
GP156 0.00 #
GP157 0.00 #
GP158 0.00 #
GP159 0.00 #
GP160 0.00 #
GP161 0.00 #
GP162 0.00 #
GP163 0.00 #
GP164 0.00 #
GP165 0.00 #
GP166 0.00 #
GP167 0.00 #
GP168 0.00 #
GP169 0.00 #
GP170 0.00 #
GP171 0.00 #
GP172 0.00 #
GP173 0.00 #
GP174 0.00 #
GP175 0.00 #
GP176 0.00 #
GP177 0.00 #
GP178 0.00 #
GP179 0.00 #
GP180 0.00 #
GP181 0.00 #
GP182 0.00 #
GP183 0.00 #
GP184 0.00 #
GP185 0.00 #
GP186 0.00 #
GP187 0.00 #
GP188 0.00 #
GP189 0.00 #
GP190 0.00 #
GP191 0.00 #
GP192 0.00 #
GP193 0.00 #
GP194 0.00 #
GP195 0.00 #
GP196 0.00 #
GP197 0.00 #
GP198 0.00 #
GP199 0.00 #
GP200 0.00 #
GP201 0.00 #
GP202 0.00 #
GP203 0.00 #
GP204 0.00 #
GP205 0.00 #
GP206 0.00 #
GP207 0.00 #
GP208 0.00 #
GP209 0.00 #
GP210 0.00 #
GP211 0.00 #
GP212 0.00 #
GP213 0.00 #
GP214 0.00 #
GP215 0.00 #
GP216 0.00 #
GP217 0.00 #
GP218 0.00 #
GP219 0.00 #
GP220 0.00 #
GP221 0.00 #
GP222 0.00 #
GP223 0.00 #
GP224 0.00 #
GP225 0.00 #
GP226 0.00 #
GP227 0.00 #
GP228 0.00 #
GP229 0.00 #
GP230 0.00 #
GP231 0.00 #
GP232 0.00 #
GP233 0.00 #
GP234 0.00 #
GP235 0.00 #
GP236 0.00 #
GP237 0.00 #
GP238 0.00 #
GP239 0.00 #
GP240 0.00 #
GP241 0.00 #
GP242 0.00 #
GP243 0.00 #
GP244 0.00 #
GP245 0.00 #
GP246 0.00 #
GP247 0.00 #
GP248 0.00 #
GP249 0.00 #
GP250 0.00 #
GP251 0.00 #
GP252 0.00 #
GP253 0.00 #
GP254 0.00 #
GP255 0.00 #
GP256 0.00 #
GP257 0.00 #
GP258 0.00 #
GP259 0.00 #
GP260 0.00 #
GP261 0.00 #
GP262 0.00 #
GP263 0.00 #
GP264 0.00 #
GP265 0.00 #
GP266 0.00 #
GP267 0.00 #
GP268 0.00 #
GP269 0.00 #
GP270 0.00 #
GP271 0.00 #
GP272 0.00 #
GP273 0.00 #
GP274 0.00 #
GP275 0.00 #
GP276 0.00 #
GP277 0.00 #
GP278 0.00 #
GP279 0.00 #
GP280 0.00 #
GP281 0.00 #
GP282 0.00 #
GP283 0.00 #
GP284 0.00 #
GP285 0.00 #
GP286 0.00 #
GP287 0.00 #
GP288 0.00 #
GP289 0.00 #
GP290 0.00 #
GP291 0.00 #
GP292 0.00 #
GP293 0.00 #
GP294 0.00 #
GP295 0.00 #
GP296 0.00 #
GP297 0.00 #
GP298 0.00 #
GP299 0.00 #
GP300 0.00 #
GP301 0.00 #
GP302 0.00 #
GP303 0.00 #
GP304 0.00 #
GP305 0.00 #
GP306 0.00 #
GP307 0.00 #
GP308 0.00 #
GP309 0.00 #
GP310 0.00 #
GP311 0.00 #
GP312 0.00 #
GP313 0.00 #
GP314 0.00 #
GP315 0.00 #
GP316 0.00 #
GP317 0.00 #
GP318 0.00 #
GP319 0.00 #
GP320 0.00 #
GP321 0.00 #
GP322 0.00 #
GP323 0.00 #
GP324 0.00 #
GP325 0.00 #
GP326 0.00 #
GP327 0.00 #
GP328 0.00 #
GP329 0.00 #
GP330 0.00 #
GP331 0.00 #
GP332 0.00 #
GP333 0.00 #
GP334 0.00 #
GP335 0.00 #
GP336 0.00 #
GP337 0.00 #
GP338 0.00 #
GP339 0.00 #
GP340 0.00 #
GP341 0.00 #
GP342 0.00 #
GP343 0.00 #
GP344 0.00 #
GP345 0.00 #
GP346 0.00 #
GP347 0.00 #
GP348 0.00 #
GP349 0.00 #
GP350 0.00 #
GP351 0.00 #
GP352 0.00 #
GP353 0.00 #
GP354 0.00 #
GP355 0.00 #
GP356 0.00 #
GP357 0.00 #
GP358 0.00 #
GP359 0.00 #
GP360 0.00 #
GP361 0.00 #
GP362 0.00 #
GP363 0.00 #
GP364 0.00 #
GP365 0.00 #
GP366 0.00 #
GP367 0.00 #
GP368 0.00 #
GP369 0.00 #
GP370 0.00 #
GP371 0.00 #
GP372 0.00 #
GP373 0.00 #
GP374 0.00 #
GP375 0.00 #
GP376 0.00 #
GP377 0.00 #
GP378 0.00 #
GP379 0.00 #
GP380 0.00 #
GP381 0.00 #
GP382 0.00 #
GP383 0.00 #
GP384 0.00 #
GP385 0.00 #
GP386 0.00 #
GP387 0.00 #
GP388 0.00 #
GP389 0.00 #
GP390 0.00 #
GP391 0.00 #
GP392 0.00 #
GP393 0.00 #
GP394 0.00 #
GP395 0.00 #
GP396 0.00 #
GP397 0.00 #
GP398 0.00 #
GP399 0.00 #
GP400 0.00 #
GP401 0.00 #
GP402 0.00 #
GP403 0.00 #
GP404 0.00 #
GP405 0.00 #
GP406 0.00 #
GP407 0.00 #
GP408 0.00 #
GP409 0.00 #
GP410 0.00 #
GP411 0.00 #
GP412 0.00 #
GP413 0.00 #
GP414 0.00 #
GP415 0.00 #
GP416 0.00 #
GP417 0.00 #
GP418 0.00 #
GP419 0.00 #
GP420 0.00 #
GP421 0.00 #
GP422 0.00 #
GP423 0.00 #
GP424 0.00 #
GP425 0.00 #
GP426 0.00 #
GP427 0.00 #
GP428 0.00 #
GP429 0.00 #
GP430 0.00 #
GP431 0.00 #
GP432 0.00 #
GP433 0.00 #
GP434 0.00 #
GP435 0.00 #
GP436 0.00 #
GP437 0.00 #
GP438 0.00 #
GP439 0.00 #
GP440 0.00 #
GP441 0.00 #
GP442 0.00 #
GP443 0.00 #
GP444 0.00 #
GP445 0.00 #
GP446 0.00 #
GP447 0.00 #
GP448 0.00 #
GP449 0.00 #
GP450 0.00 #
GP451 0.00 #
GP452 0.00 #
GP453 0.00 #
GP454 0.00 #
GP455 0.00 #
GP456 0.00 #
GP457 0.00 #
GP458 0.00 #
GP459 0.00 #
GP460 0.00 #
GP461 0.00 #
GP462 0.00 #
GP463 0.00 #
GP464 0.00 #
GP465 0.00 #
GP466 0.00 #
GP467 0.00 #
GP468 0.00 #
GP469 0.00 #
GP470 0.00 #
GP471 0.00 #
GP472 0.00 #
GP473 0.00 #
GP474 0.00 #
GP475 0.00 #
GP476 0.00 #
GP477 0.00 #
GP478 0.00 #
GP479 0.00 #
GP480 0.00 #
GP481 0.00 #
GP482 0.00 #
GP483 0.00 #
GP484 0.00 #
GP485 0.00 #
GP486 0.00 #
GP487 0.00 #
GP488 0.00 #
GP489 0.00 #
GP490 0.00 #
GP491 0.00 #
GP492 0.00 #
GP493 0.00 #
GP494 0.00 #
GP495 0.00 #
GP496 0.00 #
GP497 0.00 #
GP498 0.00 #
GP499 0.00 #
GP500 0.00 #
GP501 0.00 #
GP502 0.00 #
GP503 0.00 #
GP504 0.00 #
GP505 0.00 #
GP506 0.00 #
GP507 0.00 #
GP508 0.00 #
GP509 0.00 #
GP510 0.00 #
GP511 0.00 #
GP512 0.00 #
GP513 0.00 #
GP514 0.00 #
GP515 0.00 #
GP516 0.00 #
GP517 0.00 #
GP518 0.00 #
GP519 0.00 #
GP520 0.00 #
GP521 0.00 #
GP522 0.00 #
GP523 0.00 #
GP524 0.00 #
GP525 0.00 #
GP526 0.00 #
GP527 0.00 #
GP528 0.00 #
GP529 0.00 #
GP530 0.00 #
GP531 0.00 #
GP532 0.00 #
GP533 0.00 #
GP534 0.00 #
GP535 0.00 #
GP536 0.00 #
GP537 0.00 #
GP538 0.00 #
GP539 0.00 #
GP540 0.00 #
GP541 0.00 #
GP542 0.00 #
GP543 0.00 #
GP544 0.00 #
GP545 0.00 #
GP546 0.00 #
GP547 0.00 #
GP548 0.00 #
GP549 0.00 #
GP550 0.00 #
GP551 0.00 #
GP552 0.00 #
GP553 0.00 #
GP554 0.00 #
GP555 0.00 #
GP556 0.00 #
GP557 0.00 #
GP558 0.00 #
GP559 0.00 #
GP560 0.00 #
GP561 0.00 #
GP562 0.00 #
GP563 0.00 #
GP564 0.00 #
GP565 0.00 #
GP566 0.00 #
GP567 0.00 #
GP568 0.00 #
GP569 0.00 #
GP570 0.00 #
GP571 0.00 #
GP572 0.00 #
GP573 0.00 #
GP574 0.00 #
GP575 0.00 #
GP576 0.00 #
GP577 0.00 #
GP578 0.00 #
GP579 0.00 #
GP580 0.00 #
GP581 0.00 #
GP582 0.00 #
GP583 0.00 #
GP584 0.00 #
GP585 0.00 #
GP586 0.00 #
GP587 0.00 #
GP588 0.00 #
GP589 0.00 #
GP590 0.00 #
GP591 0.00 #
GP592 0.00 #
GP593 0.00 #
GP594 0.00 #
GP595 0.00 #
GP596 0.00 #
GP597 0.00 #
GP598 0.00 #
GP599 0.00 #
GP600 0.00 #
GP601 0.00 #
GP602 0.00 #
GP603 0.00 #
GP604 0.00 #
GP605 0.00 #
GP606 0.00 #
GP607 0.00 #
GP608 0.00 #
GP609 0.00 #
GP610 0.00 #
GP611 0.00 #
GP612 0.00 #
GP613 0.00 #
GP614 0.00 #
GP615 0.00 #
GP616 0.00 #
GP617 0.00 #
GP618 0.00 #
GP619 0.00 #
GP620 0.00 #
GP621 0.00 #
GP622 0.00 #
GP623 0.00 #
GP624 0.00 #
GP625 0.00 #
GP626 0.00 #
GP627 0.00 #
GP628 0.00 #
GP629 0.00 #
GP630 0.00 #
GP631 0.00 #
GP632 0.00 #
GP633 0.00 #
GP634 0.00 #
GP635 0.00 #
GP636 0.00 #
GP637 0.00 #
GP638 0.00 #
GP639 0.00 #
GP640 0.00 #
GP641 0.00 #
GP642 0.00 #
GP643 0.00 #
GP644 0.00 #
GP645 0.00 #
GP646 0.00 #
GP647 0.00 #
GP648 0.00 #
GP649 0.00 #
GP650 0.00 #
GP651 0.00 #
GP652 0.00 #
GP653 0.00 #
GP654 0.00 #
GP655 0.00 #
GP656 0.00 #
GP657 0.00 #
GP658 0.00 #
GP659 0.00 #
GP660 0.00 #
GP661 0.00 #
GP662 0.00 #
GP663 0.00 #
GP664 0.00 #
GP665 0.00 #
GP666 0.00 #
GP667 0.00 #
GP668 0.00 #
GP669 0.00 #
GP670 0.00 #
GP671 0.00 #
GP672 0.00 #
GP673 0.00 #
GP674 0.00 #
GP675 0.00 #
GP676 0.00 #
GP677 0.00 #
GP678 0.00 #
GP679 0.00 #
GP680 0.00 #
GP681 0.00 #
GP682 0.00 #
GP683 0.00 #
GP684 0.00 #
GP685 0.00 #
GP686 0.00 #
GP687 0.00 #
GP688 0.00 #
GP689 0.00 #
GP690 0.00 #
GP691 0.00 #
GP692 0.00 #
GP693 0.00 #
GP694 0.00 #
GP695 0.00 #
GP696 0.00 #
GP697 0.00 #
GP698 0.00 #
GP699 0.00 #
GP700 0.00 #
GP701 0.00 #
GP702 0.00 #
GP703 0.00 #
GP704 0.00 #
GP705 0.00 #
GP706 0.00 #
GP707 0.00 #
GP708 0.00 #
GP709 0.00 #
GP710 0.00 #
GP711 0.00 #
GP712 0.00 #
GP713 0.00 #
GP714 0.00 #
GP715 0.00 #
GP716 0.00 #
GP717 0.00 #
GP718 0.00 #
GP719 0.00 #
GP720 0.00 #
GP721 0.00 #
GP722 0.00 #
GP723 0.00 #
GP724 0.00 #
GP725 0.00 #
GP726 0.00 #
GP727 0.00 #
GP728 0.00 #
GP729 0.00 #
GP730 0.00 #
GP731 0.00 #
GP732 0.00 #
GP733 0.00 #
GP734 0.00 #
GP735 0.00 #
GP736 0.00 #
GP737 0.00 #
GP738 0.00 #
GP739 0.00 #
GP740 0.00 #
GP741 0.00 #
GP742 0.00 #
GP743 0.00 #
GP744 0.00 #
GP745 0.00 #
GP746 0.00 #
GP747 0.00 #
GP748 0.00 #
GP749 0.00 #
GP750 0.00 #
GP751 0.00 #
GP752 0.00 #
GP753 0.00 #
GP754 0.00 #
GP755 0.00 #
GP756 0.00 #
GP757 0.00 #
GP758 0.00 #
GP759 0.00 #
GP760 0.00 #
GP761 0.00 #
GP762 0.00 #
GP763 0.00 #
GP764 0.00 #
GP765 0.00 #
GP766 0.00 #
GP767 0.00 #
GP768 0.00 #
GP769 0.00 #
GP770 0.00 #
GP771 0.00 #
GP772 0.00 #
GP773 0.00 #
GP774 0.00 #
GP775 0.00 #
GP776 0.00 #
GP777 0.00 #
GP778 0.00 #
GP779 0.00 #
GP780 0.00 #
GP781 0.00 #
GP782 0.00 #
GP783 0.00 #
GP784 0.00 #
GP785 0.00 #
GP786 0.00 #
GP787 0.00 #
GP788 0.00 #
GP789 0.00 #
GP790 0.00 #
GP791 0.00 #
GP792 0.00 #
GP793 0.00 #
GP794 0.00 #
GP795 0.00 #
GP796 0.00 #
GP797 0.00 #
GP798 0.00 #
GP799 0.00 #
GP800 0.00 #
GP801 0.00 #
GP802 0.00 #
GP803 0.00 #
GP804 0.00 #
GP805 0.00 #
GP806 0.00 #
GP807 0.00 #
GP808 0.00 #
GP809 0.00 #
GP810 0.00 #
GP811 0.00 #
GP812 0.00 #
GP813 0.00 #
GP814 0.00 #
GP815 0.00 #
GP816 0.00 #
GP817 0.00 #
GP818 0.00 #
GP819 0.00 #
GP820 0.00 #
GP821 0.00 #
GP822 0.00 #
GP823 0.00 #
GP824 0.00 #
GP825 0.00 #
GP826 0.00 #
GP827 0.00 #
GP828 0.00 #
GP829 0.00 #
GP830 0.00 #
GP831 0.00 #
GP832 0.00 #
GP833 0.00 #
GP834 0.00 #
GP835 0.00 #
GP836 0.00 #
GP837 0.00 #
GP838 0.00 #
GP839 0.00 #
GP840 0.00 #
GP841 0.00 #
GP842 0.00 #
GP843 0.00 #
GP844 0.00 #
GP845 0.00 #
GP846 0.00 #
GP847 0.00 #
GP848 0.00 #
GP849 0.00 #
GP850 0.00 #
GP851 0.00 #
GP852 0.00 #
GP853 0.00 #
GP854 0.00 #
GP855 0.00 #
GP856 0.00 #
GP857 0.00 #
GP858 0.00 #
GP859 0.00 #
GP860 0.00 #
GP861 0.00 #
GP862 0.00 #
GP863 0.00 #
GP864 0.00 #
GP865 0.00 #
GP866 0.00 #
GP867 0.00 #
GP868 0.00 #
GP869 0.00 #
GP870 0.00 #
GP871 0.00 #
GP872 0.00 #
GP873 0.00 #
GP874 0.00 #
GP875 0.00 #
GP876 0.00 #
GP877 0.00 #
GP878 0.00 #
GP879 0.00 #
GP880 0.00 #
GP881 0.00 #
GP882 0.00 #
GP883 0.00 #
GP884 0.00 #
GP885 0.00 #
GP886 0.00 #
GP887 0.00 #
GP888 0.00 #
GP889 0.00 #

3,5-dibenzyloxy tricyclic core upper



Department of Chemistry

Current Data Parameters

NAME SunisaSch3022

EXPNO 1

PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters

Date 20080708

Time 10.07

INSTRUM av300

PROBHD 5 mm BBO BB-1H

PULPROG zg30

TD 16384

SOLVENT CDCl3

NS 16

DS 2

SWH 6172.839 Hz

FIDRES 0.376760 Hz

AQ 1.3271540 sec

RG 128

DW 81.000 usec

DE 20.00 usec

TE 300.0 K

D1 1.00000000 sec

===== CHANNEL f1 =====

NUC1 1H

P1 11.60 usec

PL1 -1.00 dB

SFO1 300.1318534 MHz

F2 - Processing parameters

SI 32768

SF 300.1300338 MHz

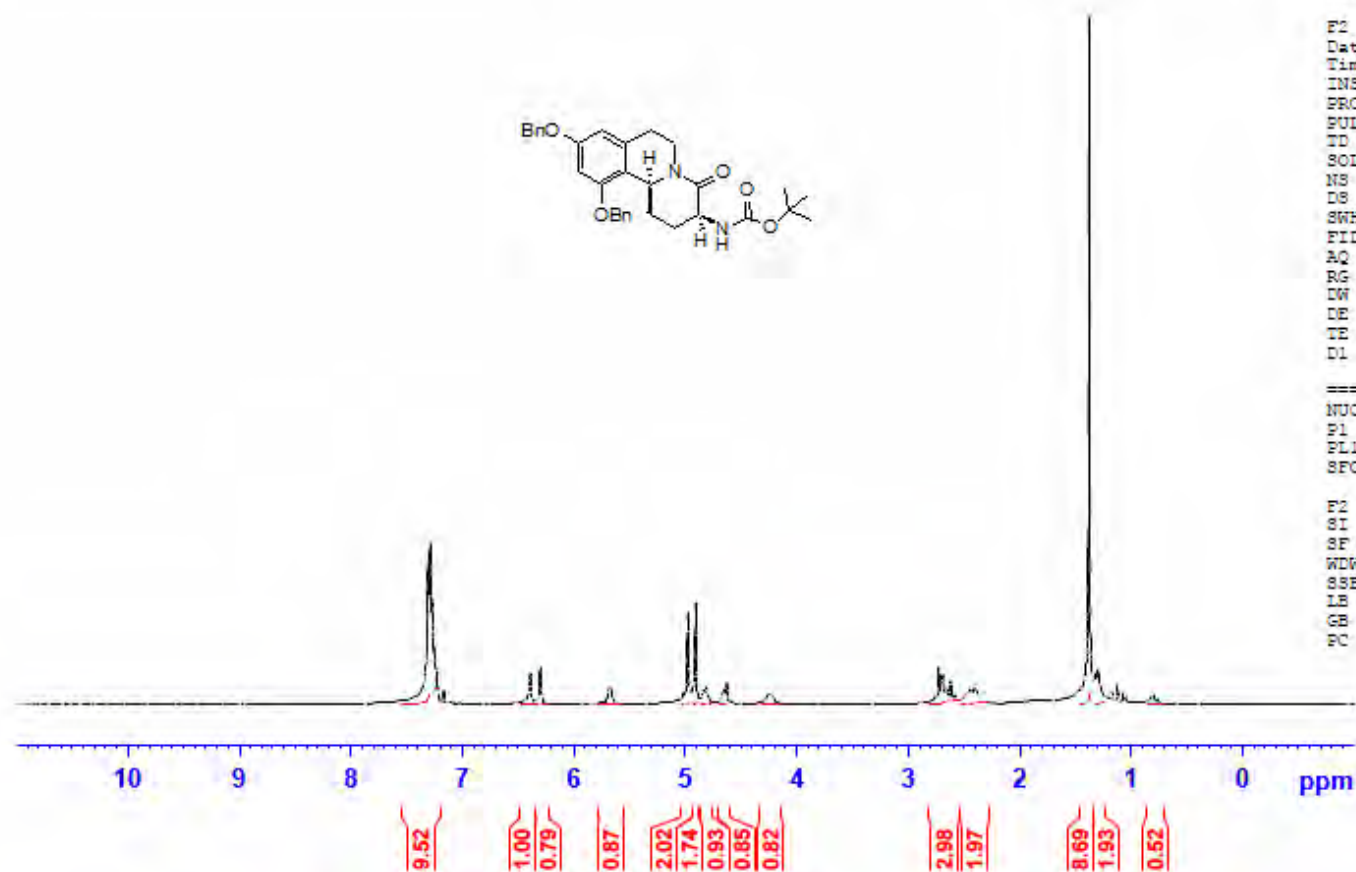
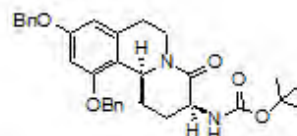
WDW EM

SSB 0

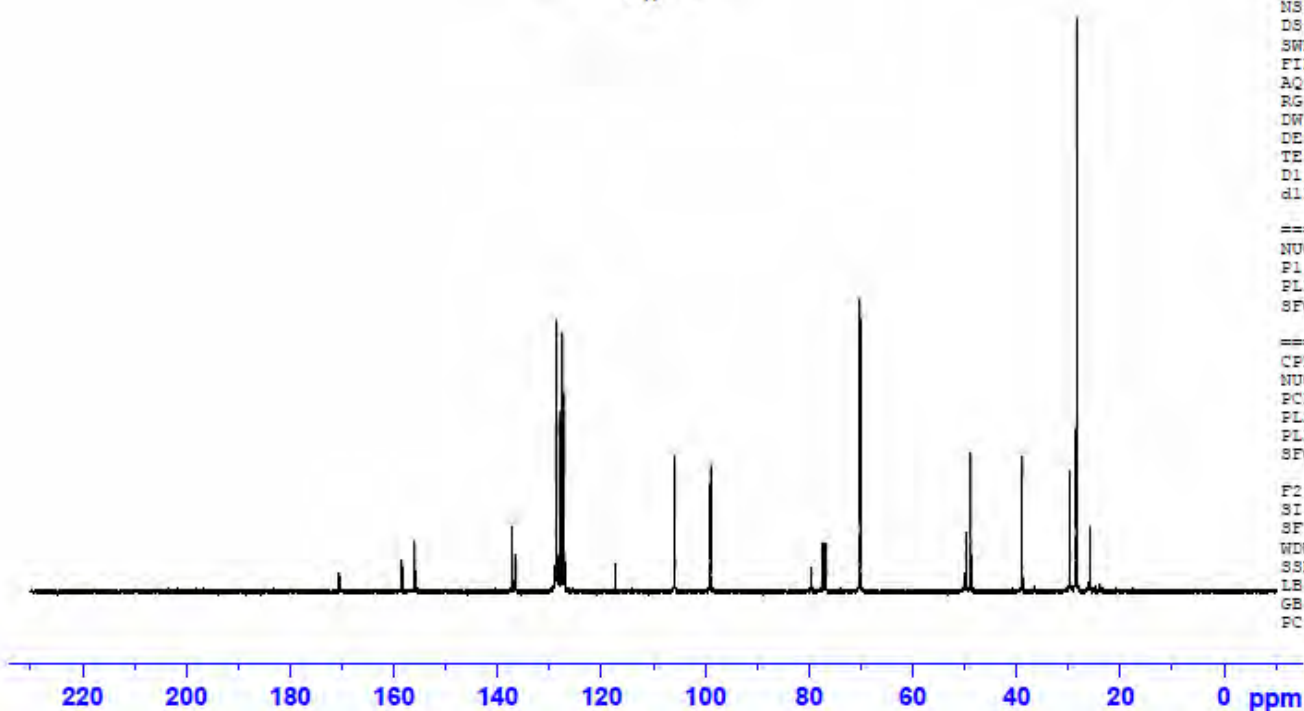
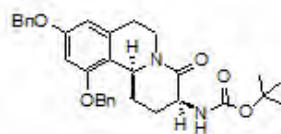
LB 0.30 Hz

GB 0

PC 1.00



¹³C of 3,5-dibenzyloxy tricyclic core upper



Department of Chemistry

Current Data Parameters
NAME SunisaSch3022
EXPNO 3
PROCNO 1

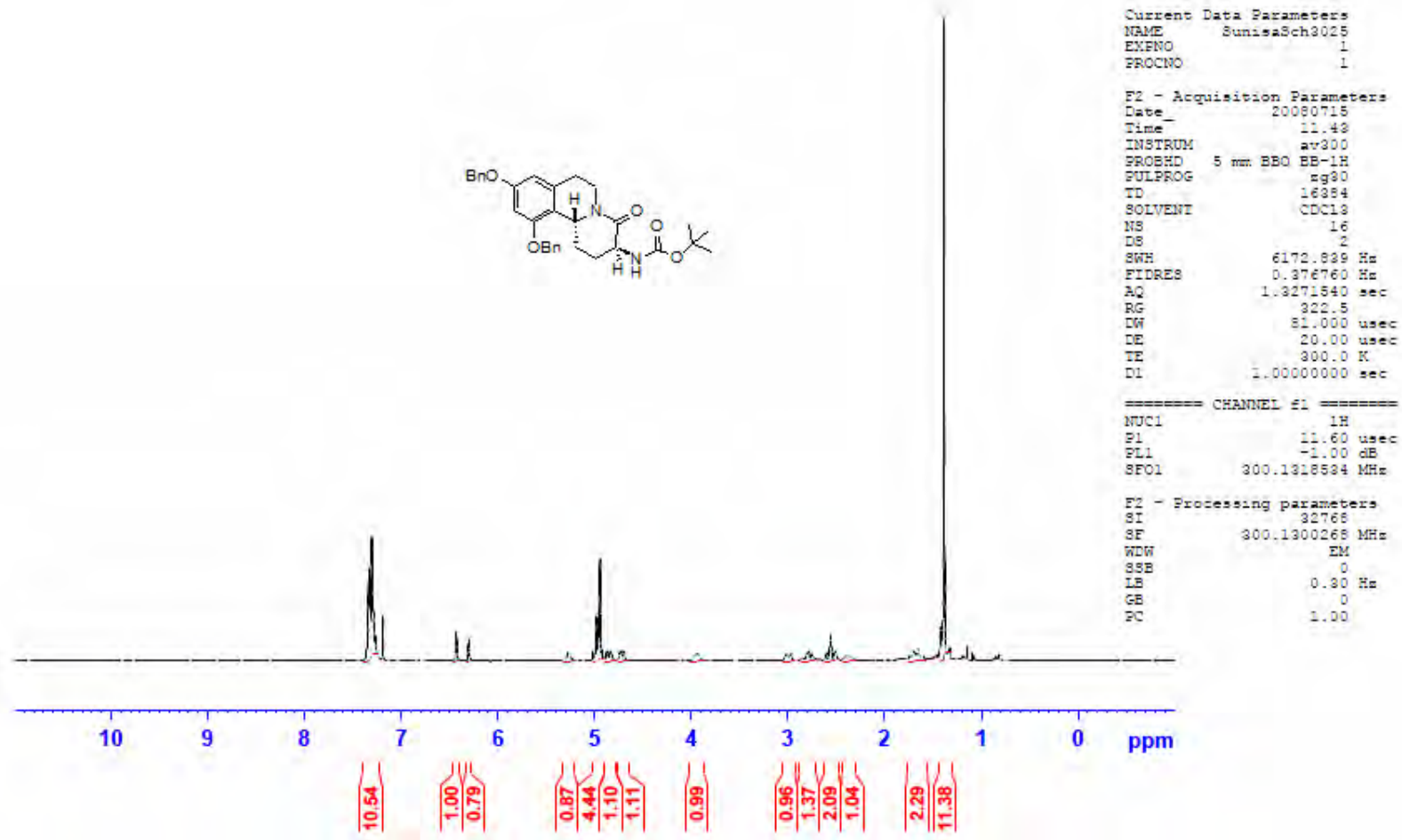
F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20080708
Time_ 10.31
INSTRUM av300
PROBHD 5 mm BBO BB-1H
PULPROG zgpg30
TD 32768
SOLVENT CDCl3
NS 1024
DS 4
SWH 18115.941 Hz
FIDRES 0.562655 Hz
AQ 0.9044468 sec
RG 16384
DW 27.600 usec
DE 20.00 usec
TE 300.0 K
D1 1.00000000 sec
d11 0.03000000 sec

===== CHANNEL f1 =====
NUC1 13C
P1 8.20 usec
PL1 -3.00 dB
SFO1 75.4760505 MHz

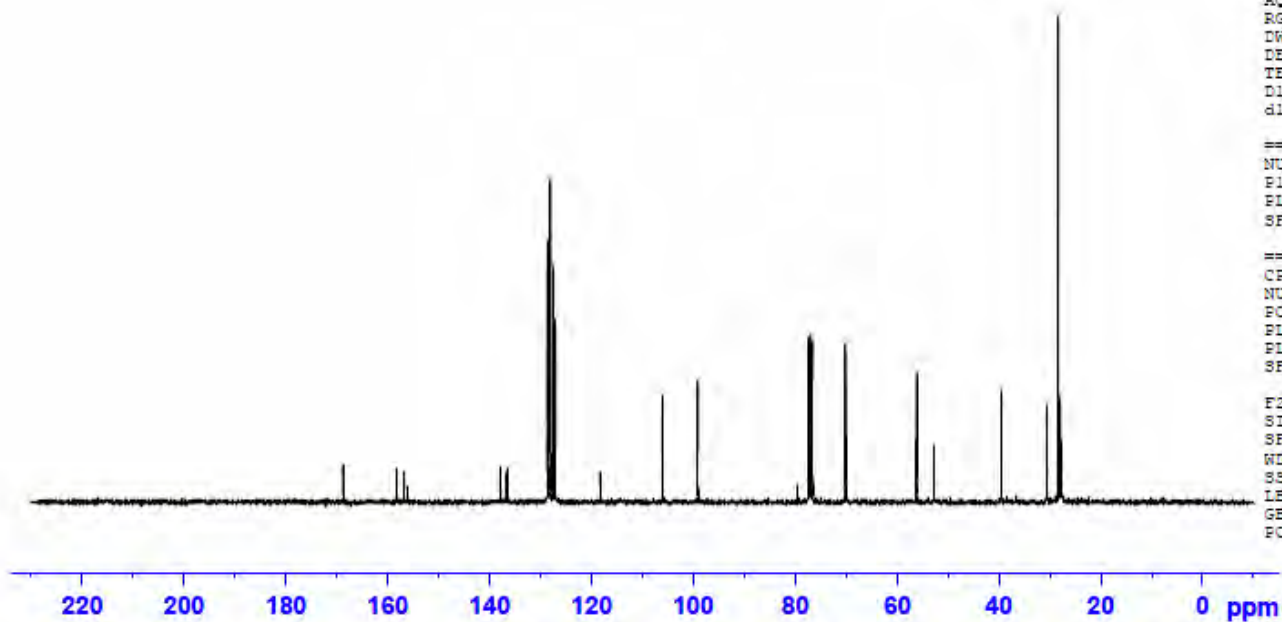
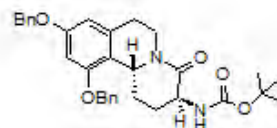
===== CHANNEL f2 =====
CPDPRG2 waltz16
NUC2 1H
PCPD2 100.00 usec
PL2 -1.00 dB
PL12 17.00 dB
SFO2 300.1312005 MHz

F2 - Processing parameters
SI 32768
SF 75.4677490 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 1.00 Hz
GB 0
PC 1.40

3,5-dibenzoyloxy tricyclic core lower spot



¹³C of 3,5-dibenzyloxy tricyclic core lower spot



Department of Chemistry
Current Data Parameters
NAME SunisaSch3026
EXFNO 2
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20080715
Time_ 11.48
INSTRUM av300
PROBHD 5 mm BBO BB-1H
PULPROG zgpg30
TD 32768
SOLVENT CDCl3
NS 2048
DS 4
SWH 18118.941 Hz
FIDRES 0.582355 Hz
AQ 0.9044468 sec
RG 18390.4
DW 27.600 usec
DE 20.00 usec
TE 300.0 K
D1 1.00000000 sec
d11 0.02000000 sec

===== CHANNEL f1 =====
NUC1 ¹³C
P1 8.20 usec
PL1 -3.00 dB
SFO1 75.4760305 MHz

===== CHANNEL f2 =====
CPDPRG2 waltz16
NUC2 ¹H
PCPD2 100.00 usec
PL2 -1.00 dB
PL12 17.00 dB
SFO2 300.1312008 MHz

F2 - Processing parameters
SI 32768
SF 75.4677490 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 1.00 Hz
GB 0
PC 1.40

tricyclic amine upper



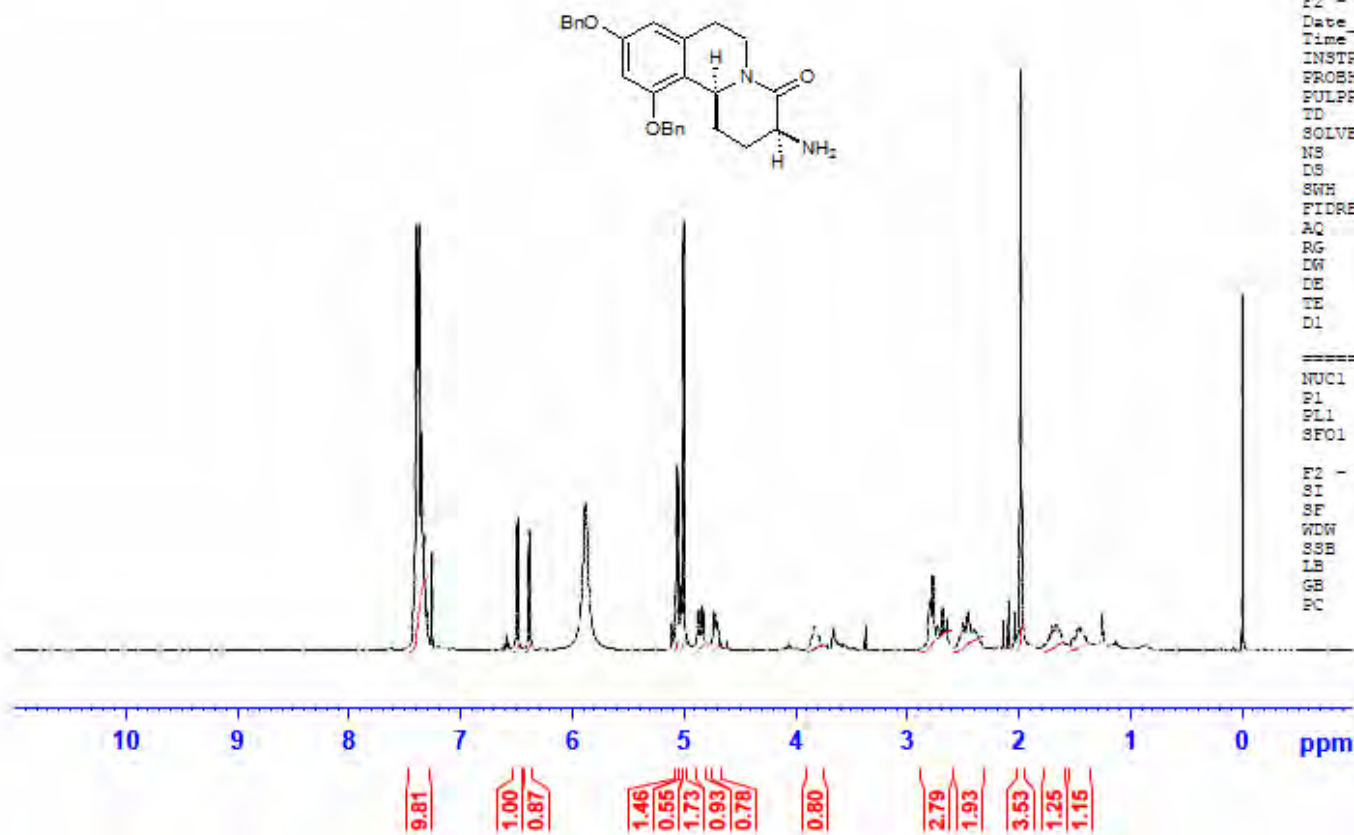
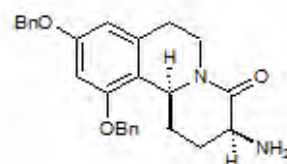
Department of Chemistry

Current Data Parameters
NAME SunisaSch3064
EXNO 1
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20080930
Time_ 14.58
INSTRUM av300
PROBHD 5 mm BBO BB-1H
PULPROG zg30
TD 16384
SOLVENT CDCl3
NS 16
DS 2
SWH 6172.839 Hz
FIDRES 0.376760 Hz
AQ 1.3271540 sec
RG 203.2
RW 81.000 usec
DE 20.00 usec
TE 300.0 K
D1 1.00000000 sec

===== CHANNEL f1 =====
NUC1 1H
P1 11.80 usec
PL1 -1.00 dB
SFO1 300.1318534 MHz

F2 - Processing parameters
SI 32768
SF 300.1300071 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 0.30 Hz
GB 0
PC 1.00



¹³C of tricyclic amine upper



Department of Chemistry

Current Data Parameters

NAME SunisaSch3064
EXPNO 2
PROCNO 1

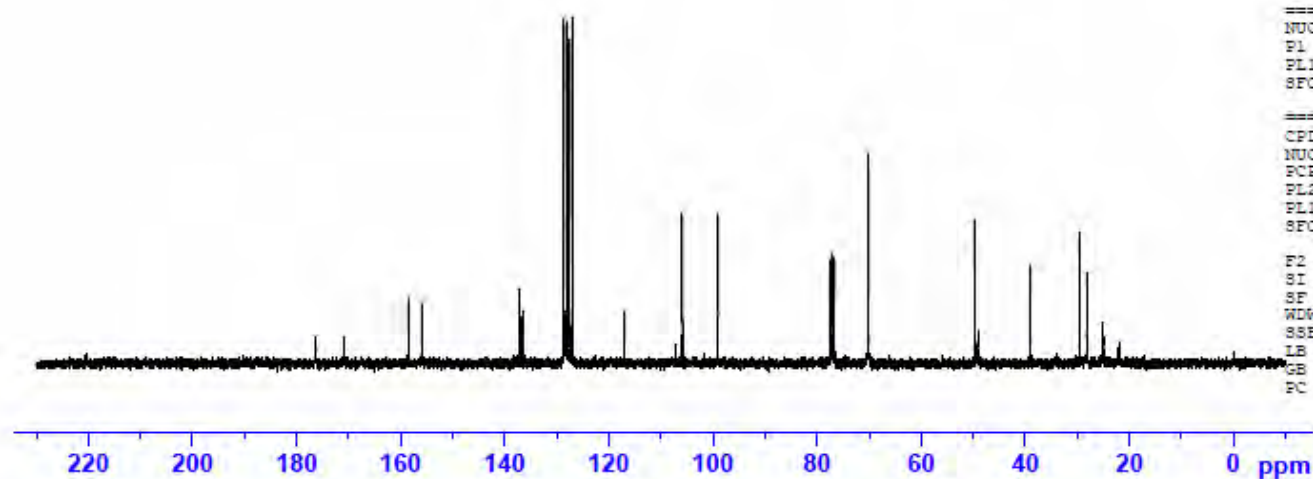
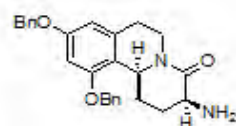
F2 - Acquisition Parameters

Date 20080930
Time 15.05
INSTRUM av300
PROBHD 5 mm BBO BB-1H
PULPROG zgpg30
TD 32768
SOLVENT CDCl3
NS 512
DS 4
SWH 18115.941 Hz
FIDRES 0.882855 Hz
AQ 0.9044468 sec
RG 10321.3
DW 27.600 usec
DE 20.00 usec
TE 300.0 K
D1 1.00000000 sec
d11 0.03000000 sec

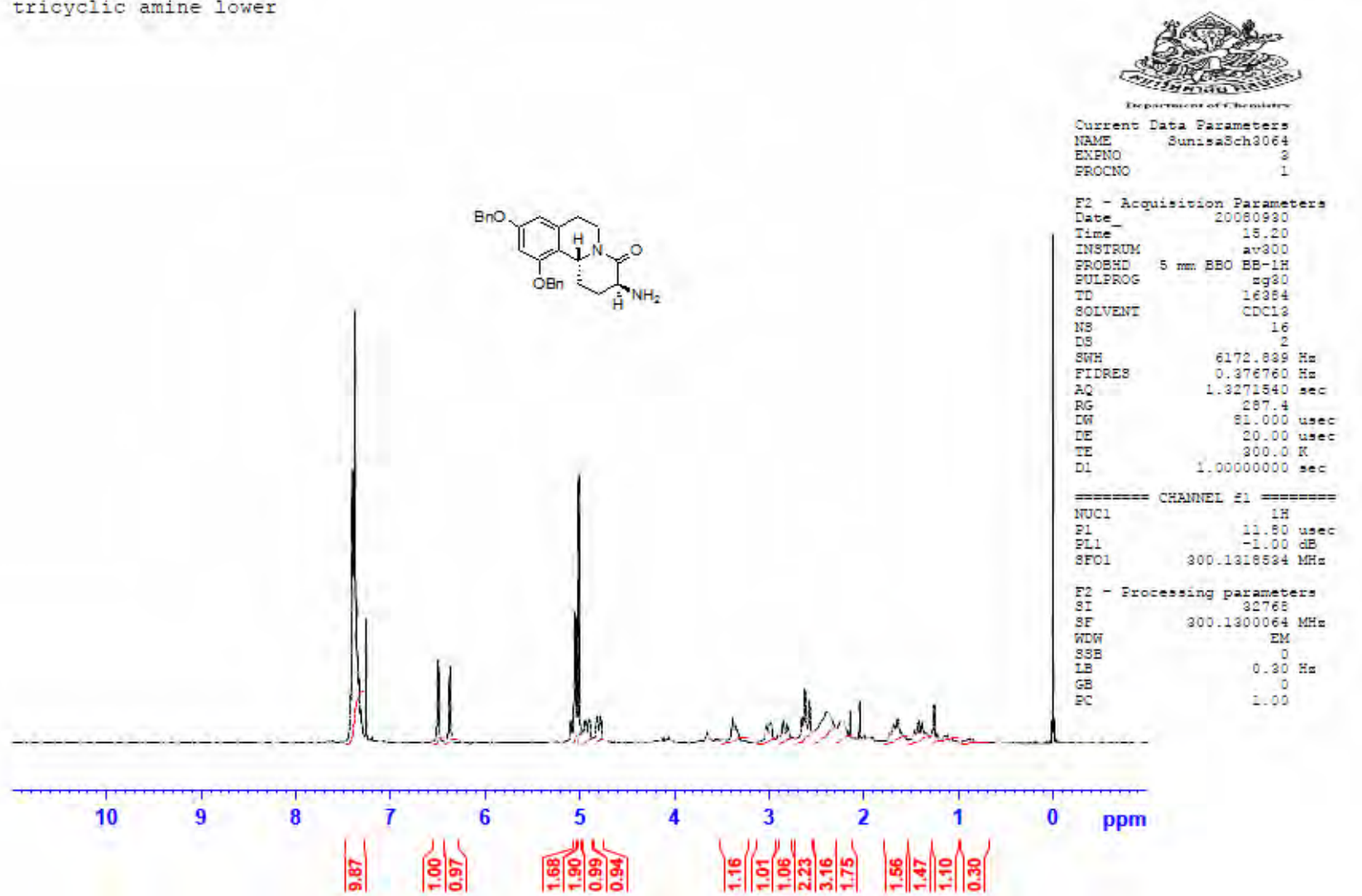
===== CHANNEL f1 =====
NUC1 ¹³C
P1 8.40 usec
PL1 -3.00 dB
SFO1 75.4760505 MHz

===== CHANNEL f2 =====
CPDPRG2 waltz16
NUC2 ¹H
PCPD2 100.00 usec
PL2 -1.00 dB
PL12 17.00 dB
SFO2 300.1312005 MHz

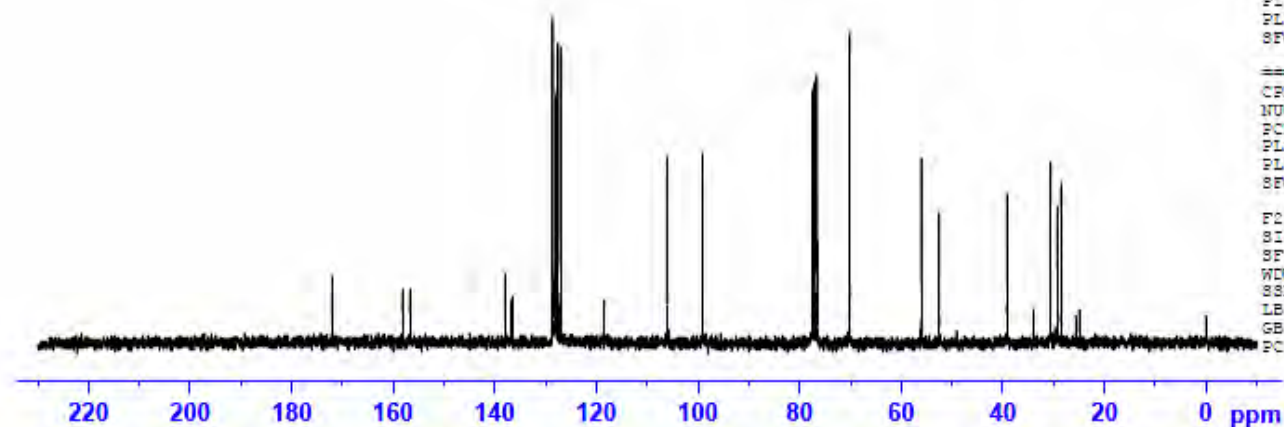
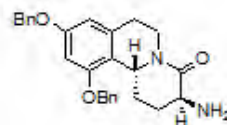
F2 - Processing parameters
SI 32768
SF 75.4677486 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 1.00 Hz
GB 0
PC 1.00



tricyclic amine lower



¹³C of tricyclic amine lower



Current Data Parameters
NAME SunisaSch3064
EXPNO 4
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20080920
Time_ 18.28
INSTRUM av300
PROBHD 5 mm BBO BB-1H
PULPROG zgpg30
TD 32768
SOLVENT CDCl3
NS 700
DS 4
SWH 18115.941 Hz
FIDRES 0.552855 Hz
AQ 0.9044468 sec
RG 16384
DW 27.600 usec
DE 20.00 usec
TE 300.0 K
D1 1.00000000 sec
d11 0.09000000 sec

===== CHANNEL f1 =====
NUC1 ¹³C
P1 8.40 usec
PL1 -3.00 dB
SFO1 75.4760505 MHz

===== CHANNEL f2 =====
CPDPRG2 waltz16
NUC2 ¹H
PCPD2 100.00 usec
PL2 -1.00 dB
PL12 17.00 dB
SFO2 300.1312005 MHz

F2 - Processing parameters
SI 32768
SF 75.4677490 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 1.00 Hz
GB 0
PC 1.40

benzyloxy-4-penten

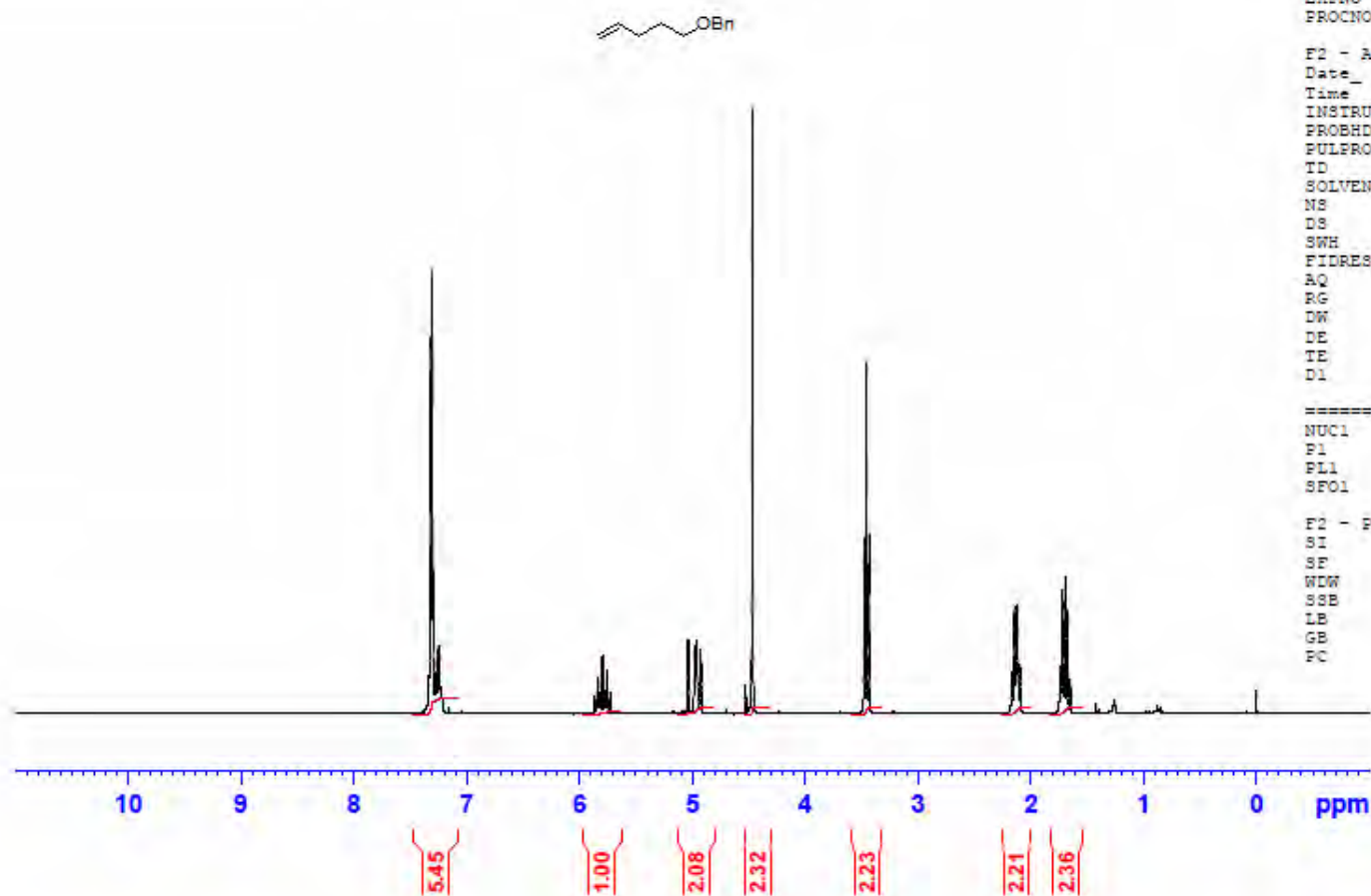


Department of Chemistry
Current data parameters
NAME SunisaSch3044
EXPNO 4
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20080822
Time 10.59
INSTRUM av300
PROBHD 5 mm BBO BB-1H
PULPROG zg30
TD 16384
SOLVENT CDCl3
NS 16
DS 2
SWH 6172.829 Hz
FIDRES 0.376760 Hz
AQ 1.3271840 sec
RG 50.8
DW 51.000 usec
DE 20.00 usec
TE 300.0 K
D1 1.00000000 sec

===== CHANNEL f1 =====
NUC1 1H
P1 11.60 usec
PL1 -1.00 dB
SFO1 300.1318834 MHz

F2 - Processing parameters
SI 32768
SF 300.1300875 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 0.30 Hz
GB 0
PC 1.00



¹³C of benzyloxy-4-penten



Department of Chemistry

Current Data Parameters

NAME SunisaSch3044
EXPNO 5
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters

Date 20080822
Time 11.08
INSTRUM av300
PROBHD 5 mm BBO BB-1H
PULPROG zgpg30
TD 32768
SOLVENT CDCl3
NS 128
DS 4
SWH 18118.941 Kz
FIDRES 0.582865 Kz
AQ 0.9044468 sec
RG 14596.8
DW 27.600 usec
DE 20.00 usec
TE 300.0 K
D1 1.00000000 sec
d11 0.03000000 sec

===== CHANNEL f1 =====

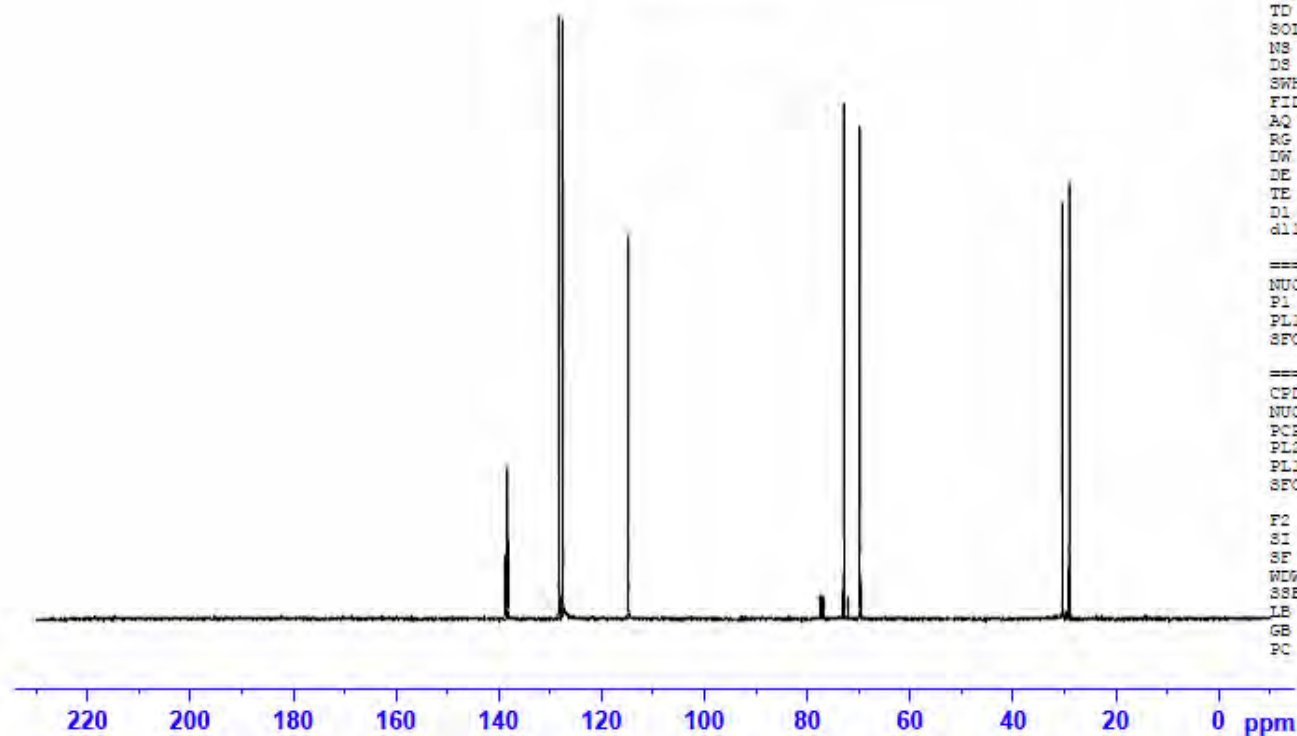
NUC1 ¹³C
P1 8.20 usec
PL1 -3.00 dB
SFO1 75.4760505 MHz

===== CHANNEL f2 =====

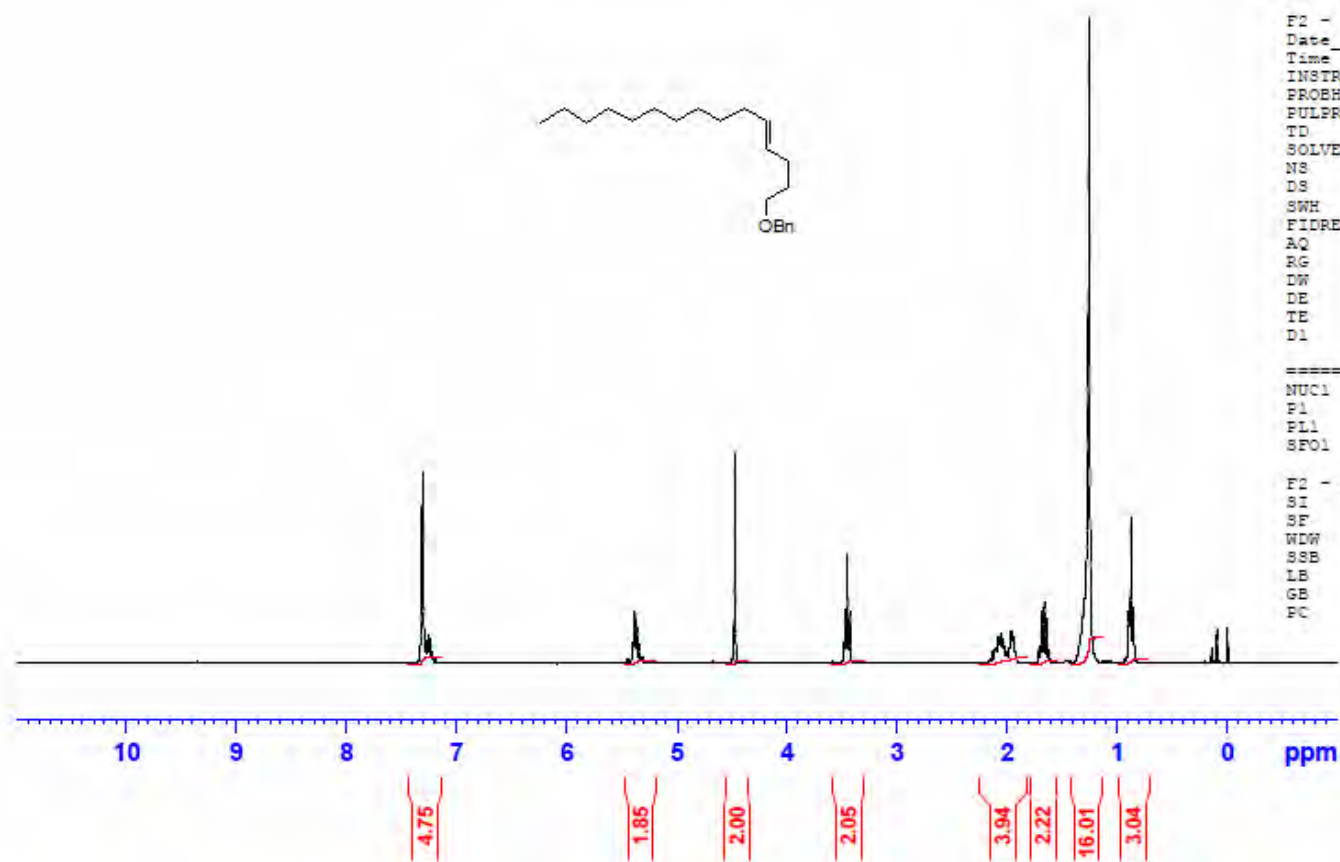
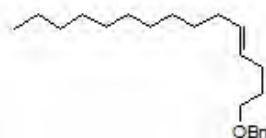
CPDPRG2 waltz16
NUC2 ¹H
PCPD2 100.00 usec
PL2 -1.00 dB
PL12 17.00 dB
SFO2 300.1312005 MHz

F2 - Processing parameters

SI 32768
SF 75.4677490 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 1.00 Kz
GB 0
PC 1.00



alkene (BnO-)



Department of Chemistry

Current Data Parameters

NAME SunisaSch3034

EXPNO 1

PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters

Date_ 20080804

Time 16.24

INSTRUM av300

PROBHD 5 mm BBO BB-1H

PULPROG zg30

TD 16384

SOLVENT CDCl₃

NS 16

DS 2

SWH 6172.839 Hz

FIDRES 0.876760 Hz

AQ 1.3271540 sec

RG 40.2

DW 81.000 usec

DE 20.00 usec

TE 300.0 K

D1 1.00000000 sec

===== CHANNEL #1 =====

NUC1 1H

P1 11.60 usec

PL1 -1.00 dB

SFO1 300.1318534 MHz

F2 - Processing parameters

SI 32768

SF 300.1300259 MHz

WDW EM

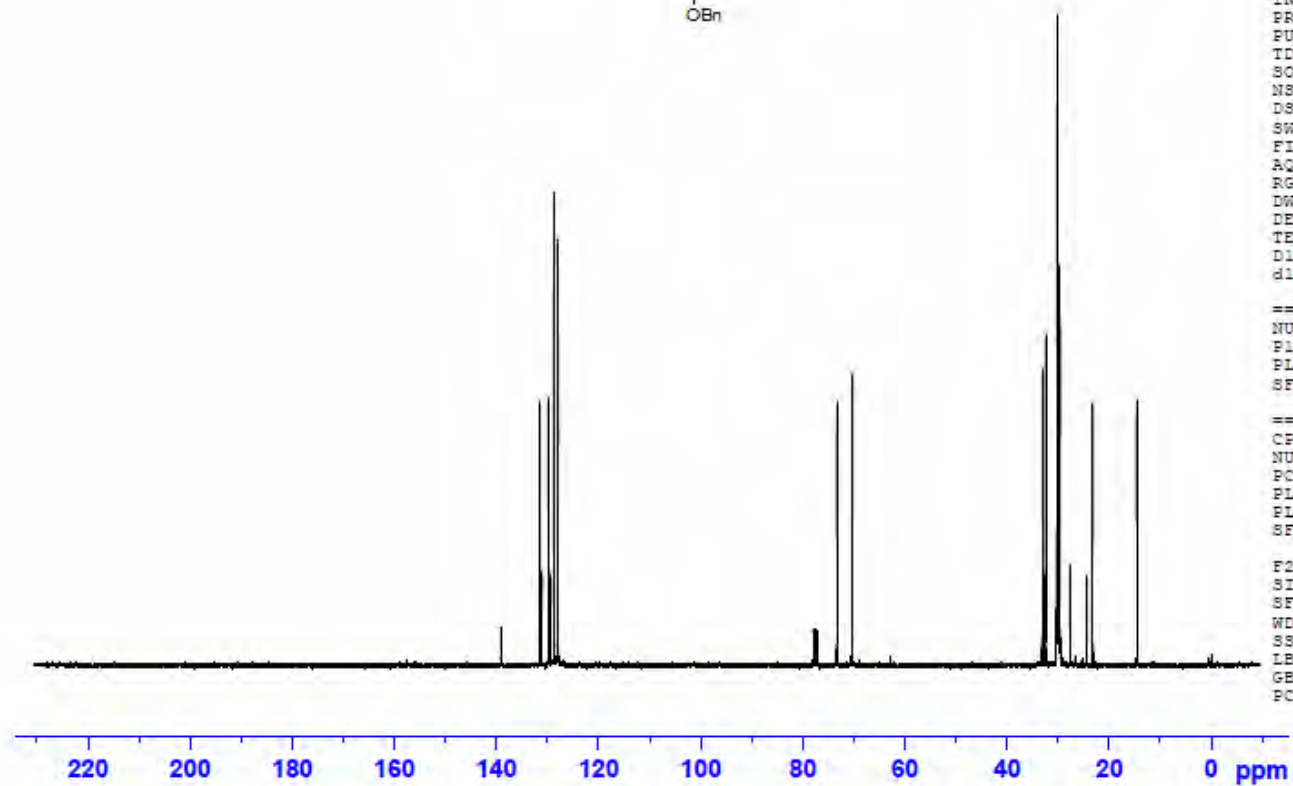
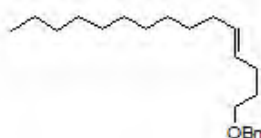
SSB 0

LB 0.30 Hz

GB 0

PC 1.00

alkene (BnO-)



Department of Chemistry

Current Data Parameters

NAME SunisaSch3034
EXPNO 2
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters

Date_ 20080804
Time 16.28
INSTRUM av300
PROBHD 5 mm BBO BB-1H
PULPROG zgpg30
TD 32768
SOLVENT CDCl3
NS 128
DS 4
SWH 18118.941 Hz
FIDRES 0.552855 Hz
AQ 0.9044468 sec
RG 13004
DW 27.600 usec
DE 20.00 usec
TE 300.0 K
D1 2.00000000 sec
d11 0.03000000 sec

===== CHANNEL f1 =====
NUC1 13C
P1 5.20 usec
PL1 -2.00 dB
SFO1 75.4760505 MHz

===== CHANNEL f2 =====
CPDPRG2 waltz16
NUC2 1H
PCPD2 100.00 usec
PL2 -1.00 dB
PL12 17.00 dB
SFO2 300.1312005 MHz

F2 - Processing parameters
SI 32768
SF 75.4677146 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 1.00 Hz
GB 0
PC 1.00

Diol (benzyl protect alcohol)



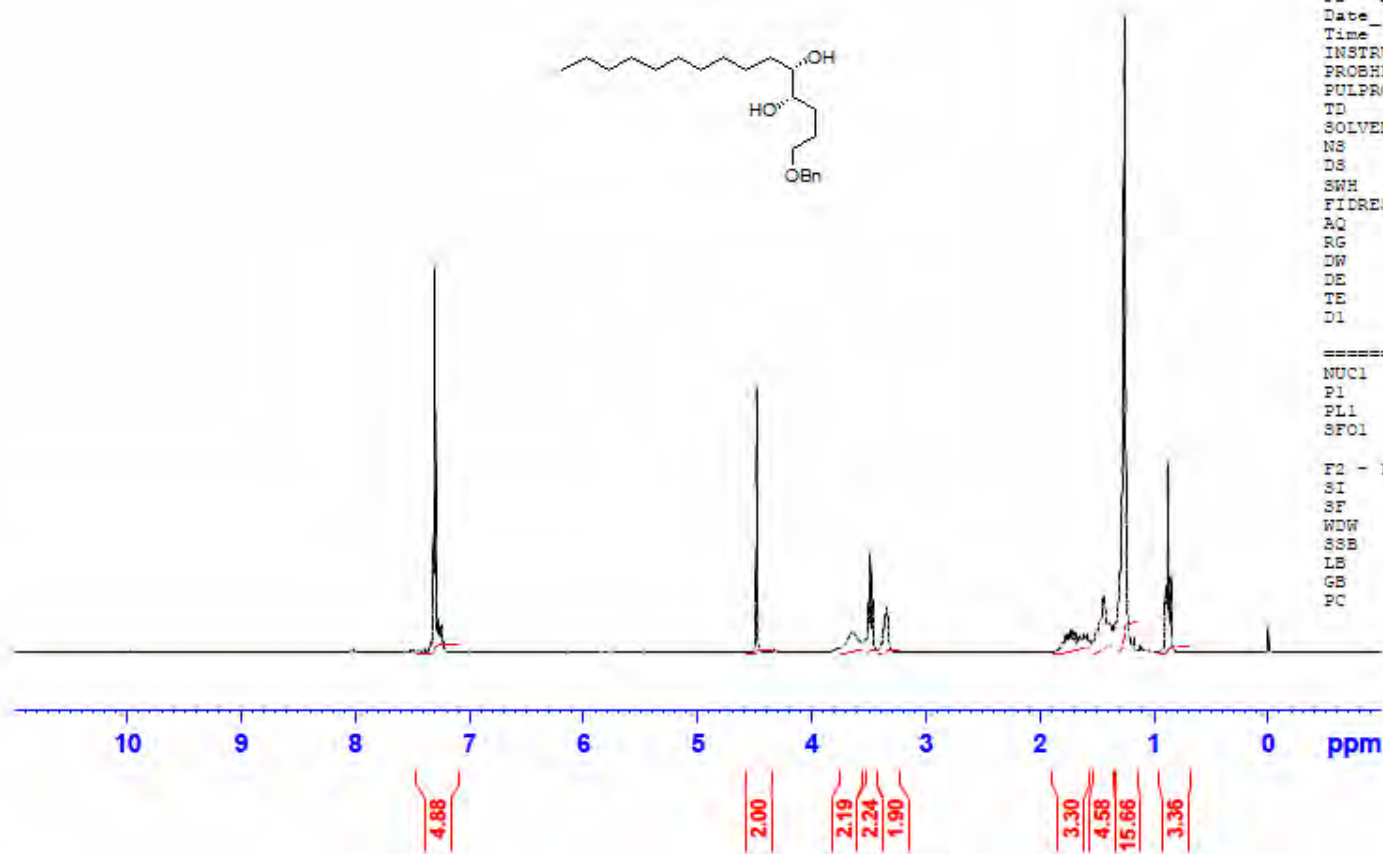
Department of Chemistry

Current Data Parameters
NAME SunisaSch3040
EXFNO 5
PROCNO 1

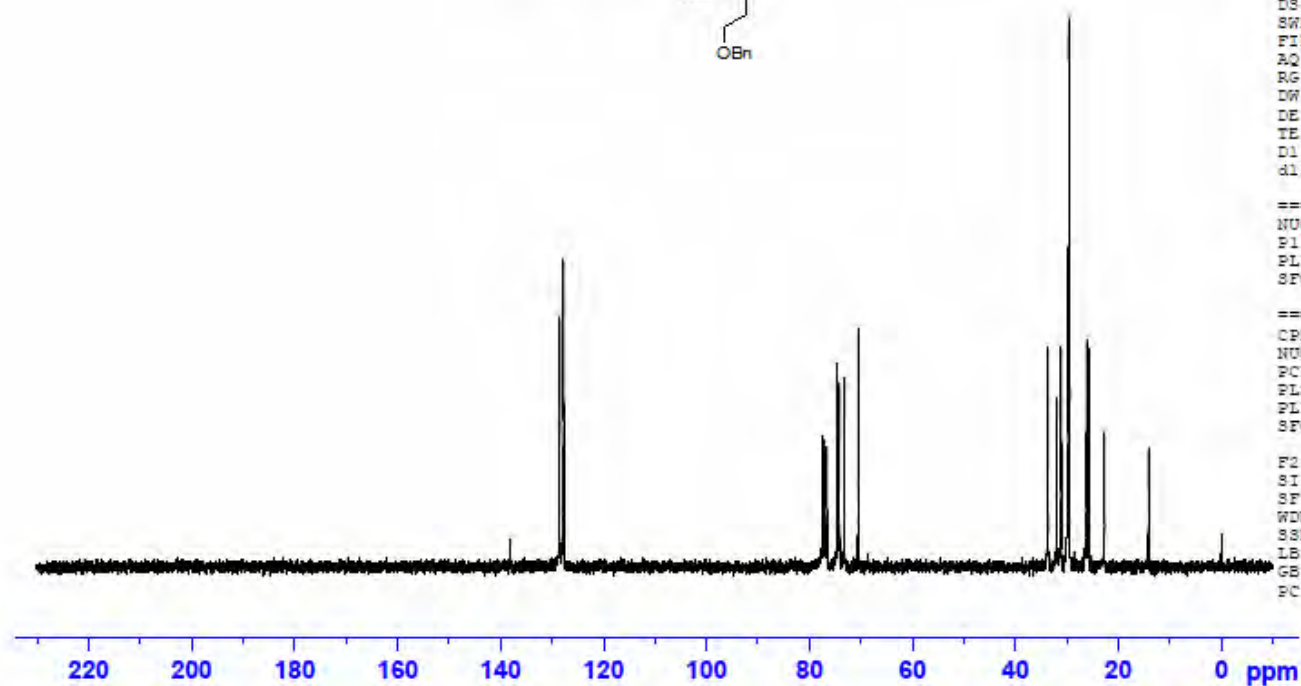
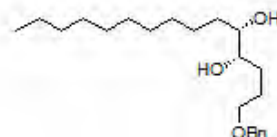
F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20080818
Time_ 11.37
INSTRUM av300
PROBHD 5 mm BBO BB-1H
PULPROG zgpg30
TD 16384
SOLVENT CDCl3
NS 16
DS 2
SWH 6172.839 KHz
FIDRES 0.376760 KHz
AQ 1.3271840 sec
RG 32
DW 81.000 usec
DE 20.00 usec
TE 300.0 K
D1 1.00000000 sec

===== CHANNEL f1 =====
NUC1 1H
P1 11.60 usec
PL1 -1.00 dB
SFO1 300.1318534 MHz

F2 - Processing parameters
SI 32768
SF 300.1300093 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 0.30 KHz
GB 0
PC 1.00



¹³C of Diol (benzyl protect alcohol)



Department of Chemistry
 NAME SunisaSch2050
 EXPNO 6
 PROCNO 1

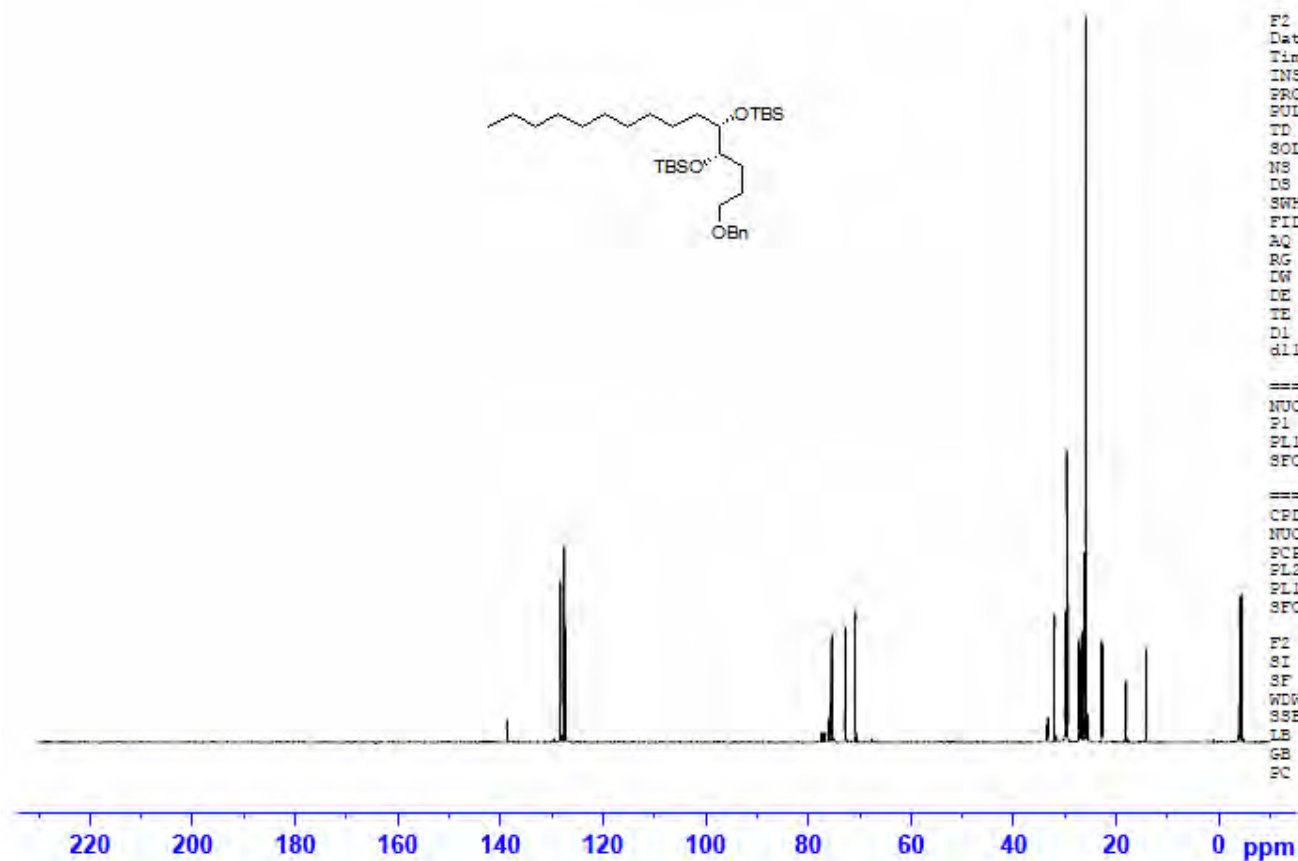
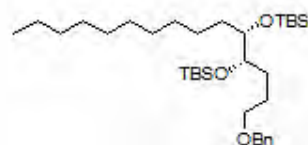
F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 20080901
 Time_ 11.52
 INSTRUM av300
 PROBHD 5 mm BBO BB-1H
 PULPROG zgpg30
 TD 32768
 SOLVENT CDCl3
 NS 1624
 DS 4
 SWH 18115.941 Hz
 FIDRES 0.582885 Hz
 AQ 0.9044468 sec
 RG 10821.3
 DW 27.600 usec
 DE 20.00 usec
 TE 300.0 K
 D1 1.00000000 sec
 d11 0.03000000 sec

===== CHANNEL f1 =====
 NUC1 13C
 P1 6.40 usec
 PL1 -2.00 dB
 SFO1 75.4760505 MHz

===== CHANNEL f2 =====
 CPDPRG2 waltz16
 NUC2 1H
 PCPD2 100.00 usec
 PL2 -1.00 dB
 PL12 17.00 dB
 SFO2 300.1312005 MHz

F2 - Processing parameters
 SI 32768
 SF 75.4677475 MHz
 WDW EM
 SSB 0
 LB 1.00 Hz
 GB 0
 PC 1.40

TBS protect diol



Department of Chemistry

Current Data Parameters

NAME SunisaSch3041

EXPNO 2

PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters

Date 20080818

Time 17.56

INSTRUM av300

PROBHD 5 mm BBO BB-1H

PULPROG zgpg

TD 32768

SOLVENT CDCl3

NS 256

DS 4

SWH 18115.941 Hz

FIDRES 0.882858 Hz

AQ 0.8044468 sec

RG 14596.5

DW 27.600 usec

DE 20.00 usec

TE 300.0 K

D1 1.00000000 sec

d11 0.03000000 sec

===== CHANNEL #1 =====

NUC1 13C

P1 5.20 usec

PL1 -3.00 dB

SFO1 75.4760505 MHz

===== CHANNEL #2 =====

CPDPRG2 waltz16

NUC2 1H

PCPD2 100.00 usec

PL2 -1.00 dB

PL12 17.00 dB

SFO2 300.1312005 MHz

F2 - Processing parameters

SI 32768

SF 75.4677474 MHz

WDW EM

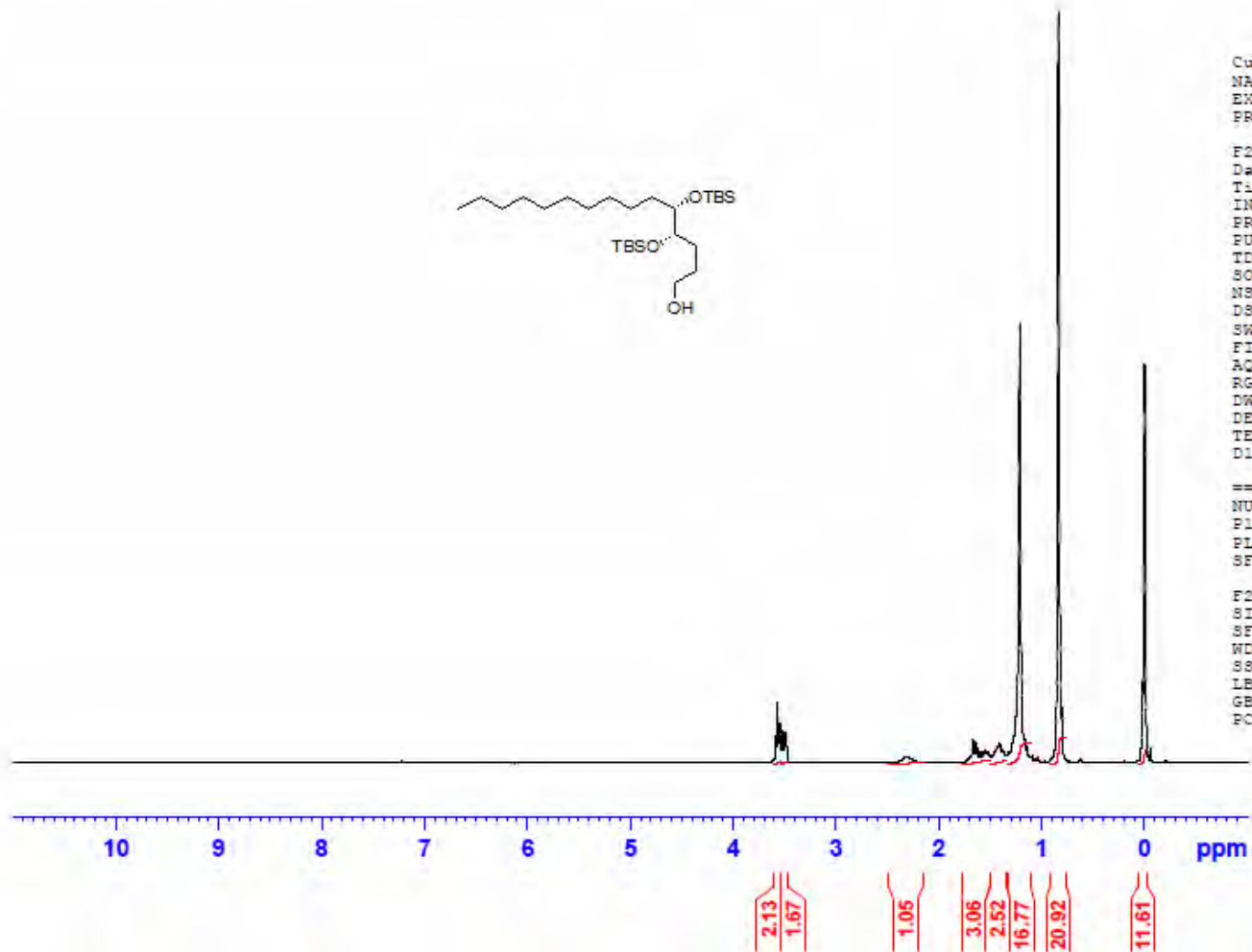
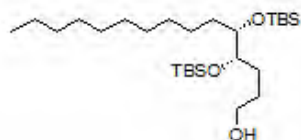
SSB 0

LB 1.00 Hz

GB 0

PC 1.40

15c alcohol bis TBS ether



Department of Chemistry

Current Data Parameters

NAME SunisaSch3042

EXPNO 2

PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters

Date_ 20080820

Time 10.52

INSTRUM av300

PROBHD 5 mm BBO BB-1H

PULPROG zg30

TD 16384

SOLVENT CDCl3

NS 16

DS 2

SWH 6172.839 Hz

FIDRES 0.376760 Hz

AQ 1.3271540 sec

RG 25.4

DW 81.000 usec

DE 20.00 usec

TE 300.0 K

D1 1.00000000 sec

===== CHANNEL f1 =====

NUC1 1H

P1 11.60 usec

PL1 -1.00 dB

SFO1 300.1318524 MHz

F2 - Processing parameters

SI 32768

SF 300.1300163 MHz

WDW EM

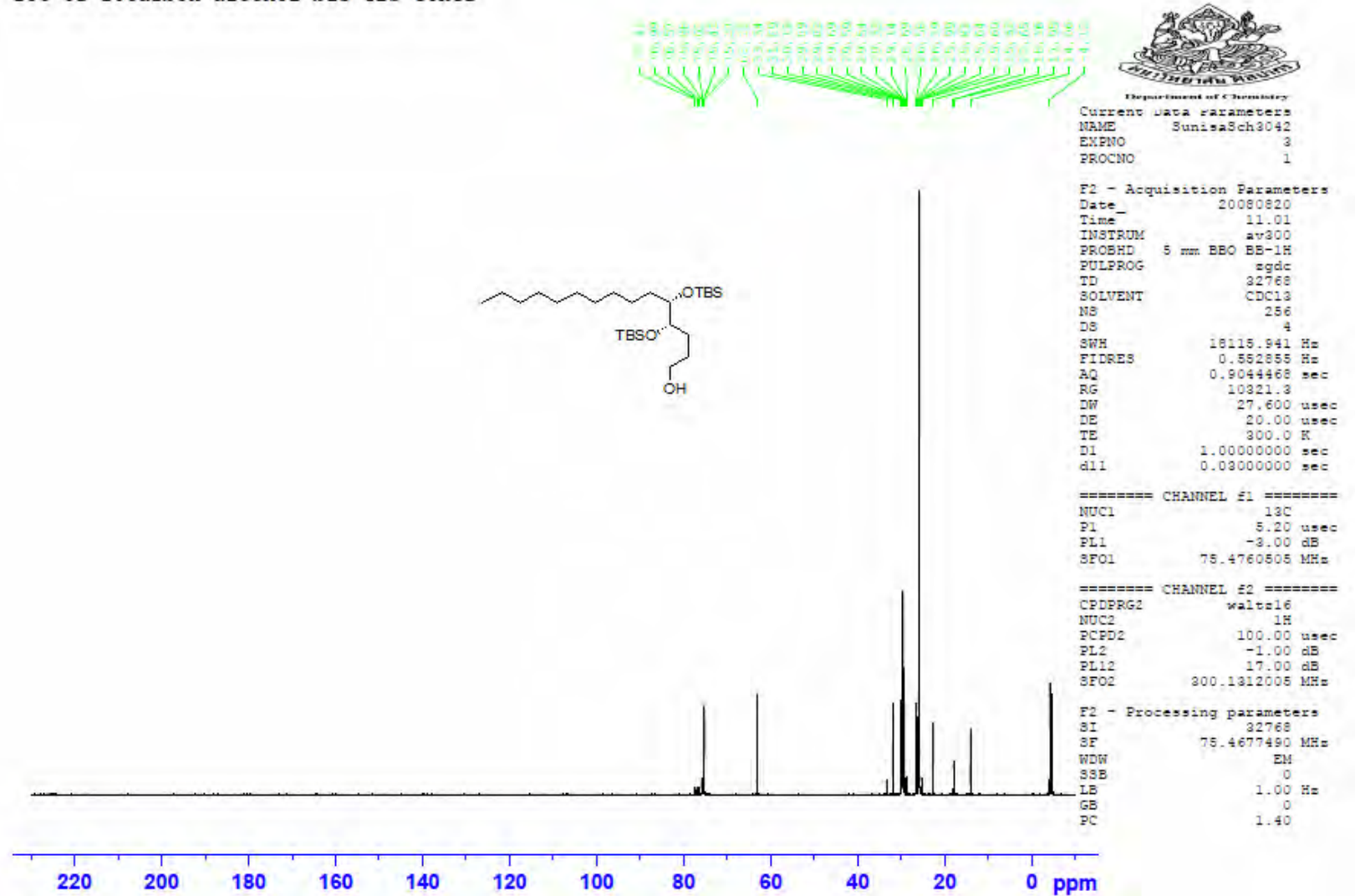
SSB 0

LB 0.30 Hz

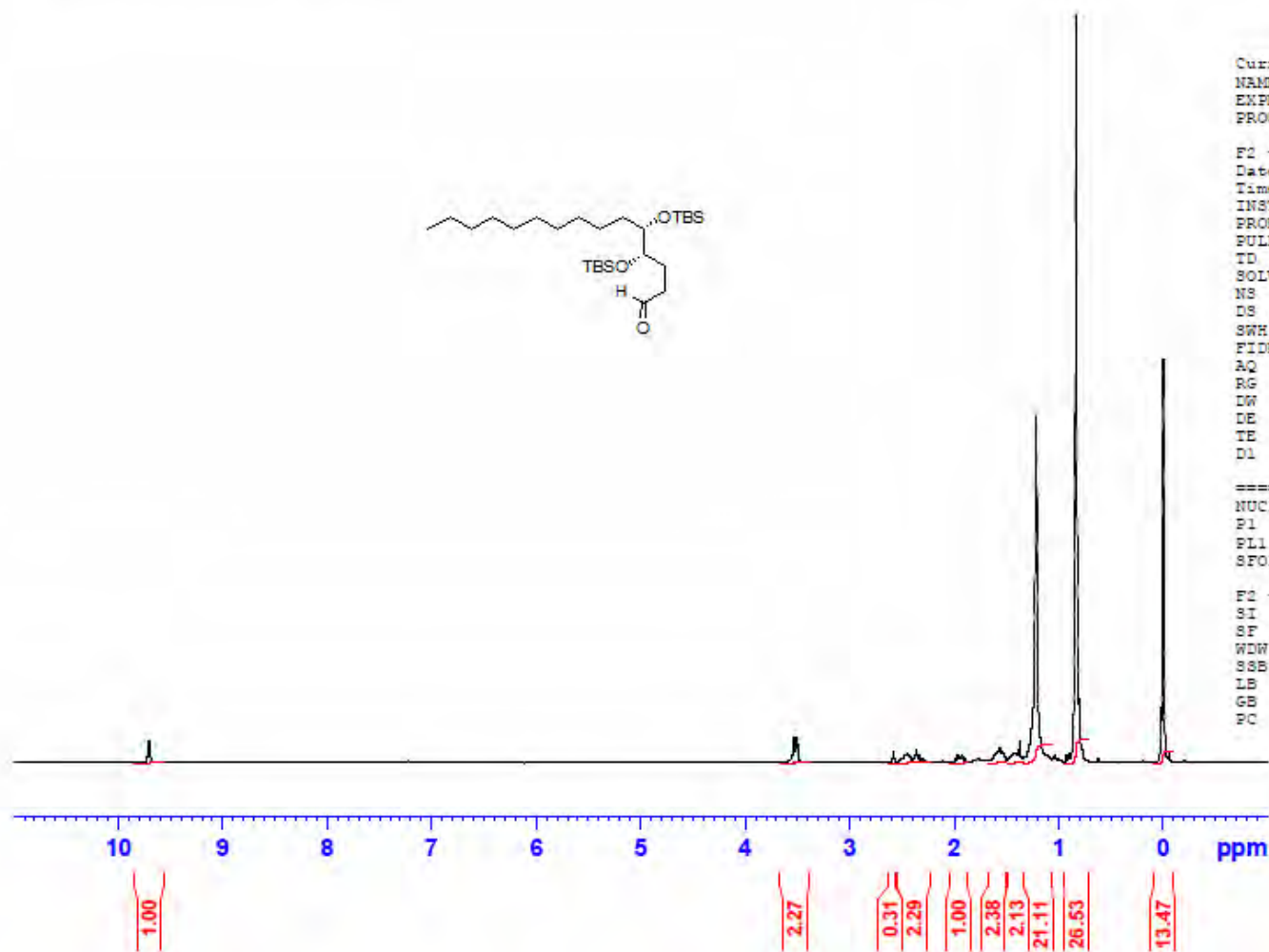
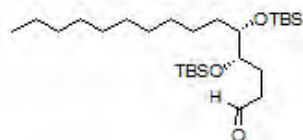
GB 0

PC 1.00

¹³C of 15carbon alcohol bis TBS ether



15C aldehyde bis TBS ether



Department of Chemistry

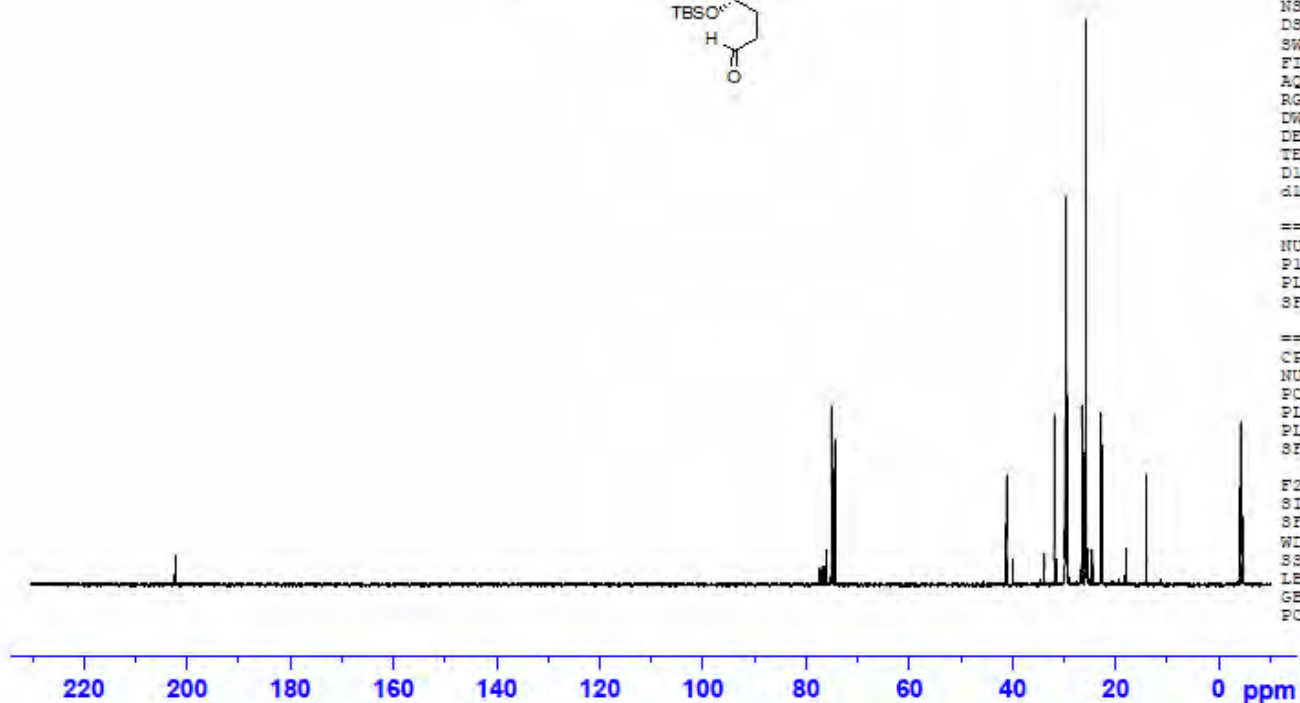
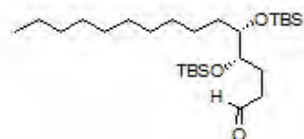
Current Data Parameters
NAME SunisaSch3043
EXPNO 1
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20080821
Time_ 9.54
INSTRUM av300
PROBHD 5 mm BBO BB-1H
PULPROG zg30
TD 16384
SOLVENT CDCl3
NS 16
DS 2
SWH 6172.839 Hz
FIDRES 0.376760 Hz
AQ 1.3271640 sec
RG 25.4
DW 81.000 usec
DE 20.00 usec
TE 300.0 K
D1 1.00000000 sec

===== CHANNEL f1 =====
NUC1 1H
P1 11.60 usec
PL1 -1.00 dB
SFO1 300.1318634 MHz

F2 - Processing parameters
SI 32768
SF 300.1300163 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 0.30 Hz
GB 0
PC 1.00

¹³C of 15carbon aldehyde bis TBS ether



Department of Chemistry

Current Data Parameters

NAME SunisaSch3043

EXPNO 2

PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters

Date_ 20080821

Time_ 10.04

INSTRUM av300

PROBHD 5 mm BBO BB-1H

PULPROG zgdc

TD 32768

SOLVENT CDCl3

NS 256

DS 4

SWH 18115.941 Hz

FIDRES 0.552835 Hz

AQ 0.9044468 sec

RG 9195.2

DW 27.600 usec

DE 20.00 usec

TE 300.0 K

D1 1.00000000 sec

d11 0.03000000 sec

===== CHANNEL f1 =====

NUC1 13C

P1 5.20 usec

PL1 -3.00 dB

SFO1 75.4760505 MHz

===== CHANNEL f2 =====

CPDPRG2 waltz16

NUC2 1H

PCPD2 100.00 usec

PL2 -1.00 dB

PL12 17.00 dB

SFO2 300.1312005 MHz

F2 - Processing parameters

SI 32768

SF 75.4677490 MHz

WDW EM

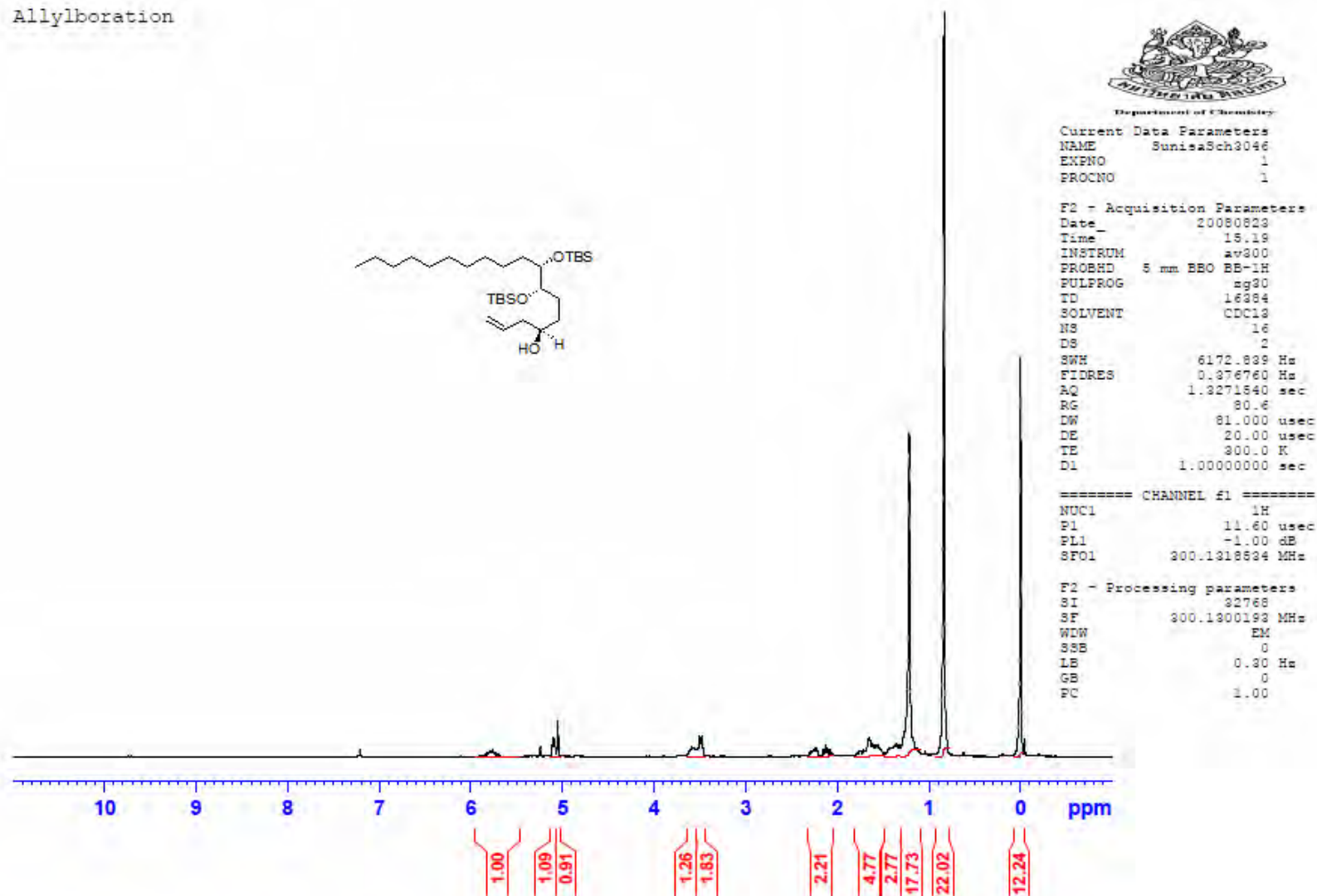
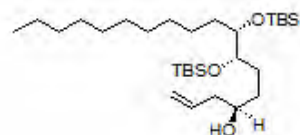
SSB 0

LB 1.00 Hz

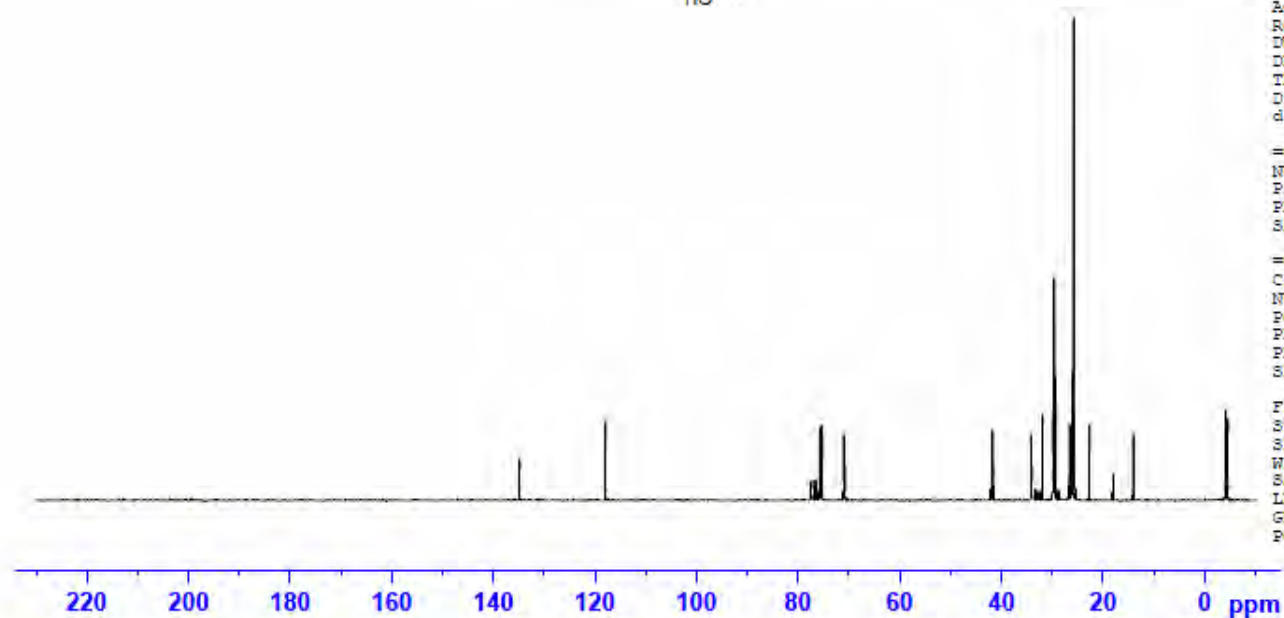
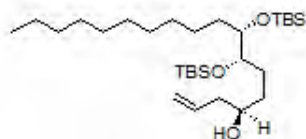
GB 0

PC 1.40

Allylboration



¹³C of Allylboration



Department of Chemistry

Current Data Parameters
NAME SunisaSch3046
EXPNO 2
PROCNO 1

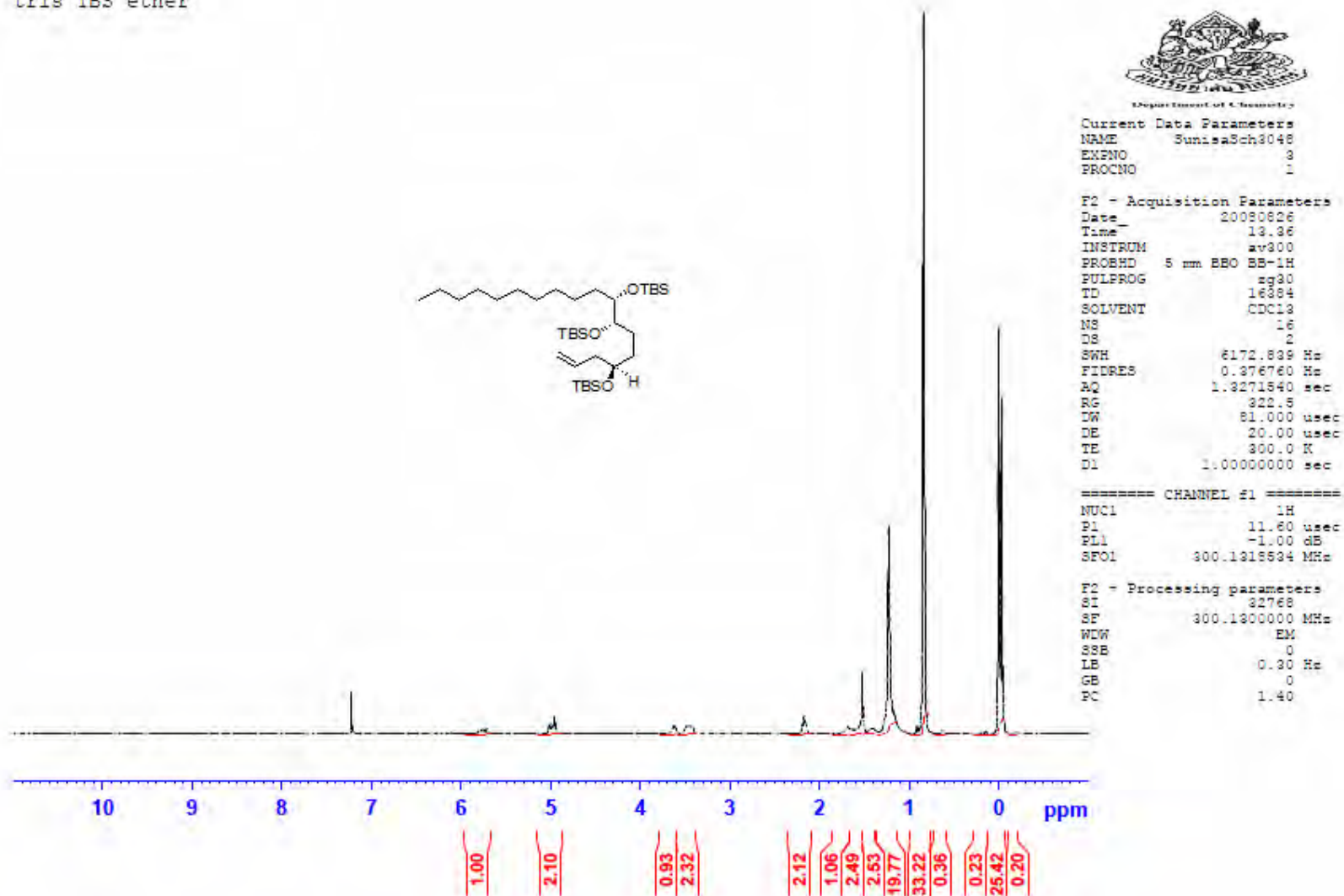
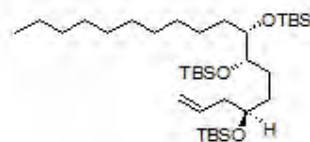
F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20080823
Time_ 15.24
INSTRUM av300
PROBHD 5 mm BBO BB-1H
PULPROG zgpg30
TD 32768
SOLVENT CDCl3
NS 512
DS 4
SWH 18115.941 Hz
FIDRES 0.552855 Hz
AQ 0.9044468 sec
RG 11555.2
DW 27.600 usec
DE 20.00 usec
TE 300.0 K
D1 1.00000000 sec
d11 0.03000000 sec

===== CHANNEL f1 =====
NUC1 13C
P1 8.20 usec
PL1 -2.00 dB
SFO1 75.4760505 MHz

===== CHANNEL f2 =====
CPDPRG2 waltz16
NUC2 1H
PCPD2 100.00 usec
PL2 -1.00 dB
PL12 17.00 dB
SFO2 300.1312005 MHz

F2 - Processing parameters
SI 32768
SF 75.4677490 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 1.00 Hz
GB 0
PC 1.00

tris TBS ether



Department of Chemistry

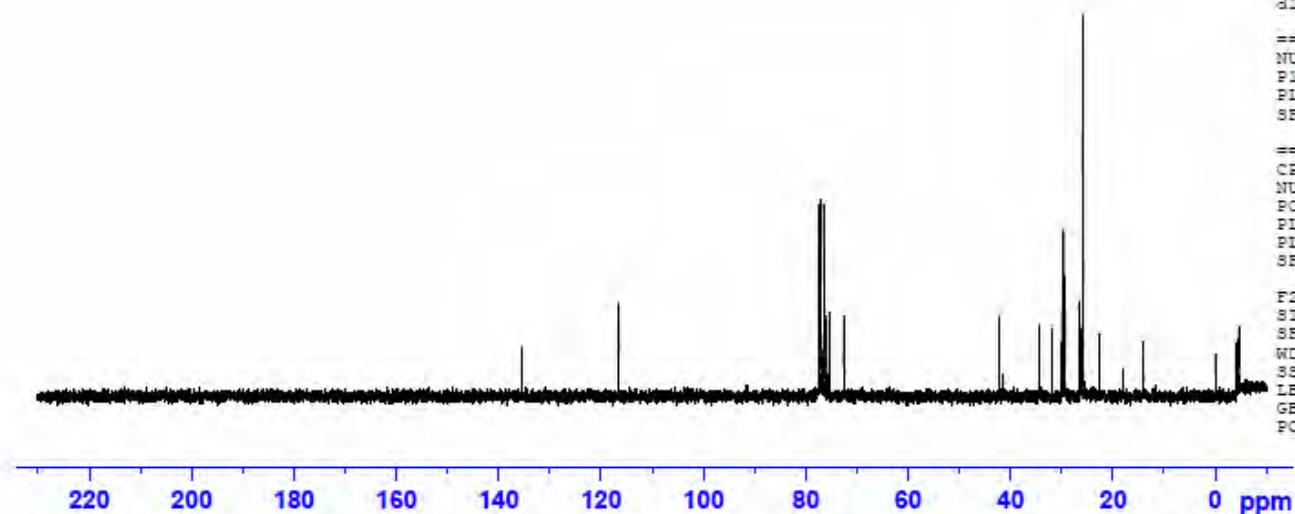
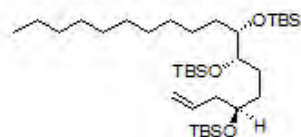
Current Data Parameters
NAME SunisaSch3048
EXPNO 3
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20080626
Time_ 13.36
INSTRUM av300
PROBHD 5 mm BBO BB-1H
PULPROG zg30
TD 16384
SOLVENT CDCl3
NS 16
DS 2
SWH 6172.839 Hz
FIDRES 0.376760 Hz
AQ 1.3271840 sec
RG 322.5
DW 81.000 usec
DE 20.00 usec
TE 300.0 K
D1 1.00000000 sec

===== CHANNEL f1 =====
NUC1 1H
P1 11.60 usec
PL1 -1.00 dB
SFO1 300.1318534 MHz

F2 - Processing parameters
SI 32768
SF 300.1300000 MHz
WDW EM
SSE 0
LB 0.30 Hz
GB 0
PC 1.40

tris TBS ether



Department of Chemistry

Current Data Parameters

NAME SunisaSch3048

EXPNO 4

PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters

Date_ 20080826

Time_ 14.11

INSTRUM av800

PROBHD 5 mm BBO BB-1H

PULPROG zgpg30

TD 32768

SOLVENT CDCl3

NS 1056

DS 4

SWH 18115.941 Hz

FIDRES 0.552855 Hz

AQ 0.9044468 sec

RG 13004

DW 27.600 usec

DE 20.00 usec

TE 300.0 K

D1 1.00000000 sec

d11 0.03000000 sec

===== CHANNEL f1 =====

NUC1 13C

P1 5.20 usec

PL1 -3.00 dB

SFO1 75.4760505 MHz

===== CHANNEL f2 =====

CPDPRG2 waltz16

NUC2 1H

PCPD2 100.00 usec

PL2 -1.00 dB

PL12 17.00 dB

SFO2 300.1312005 MHz

F2 - Processing parameters

SI 32768

SF 75.4677490 MHz

WDW EM

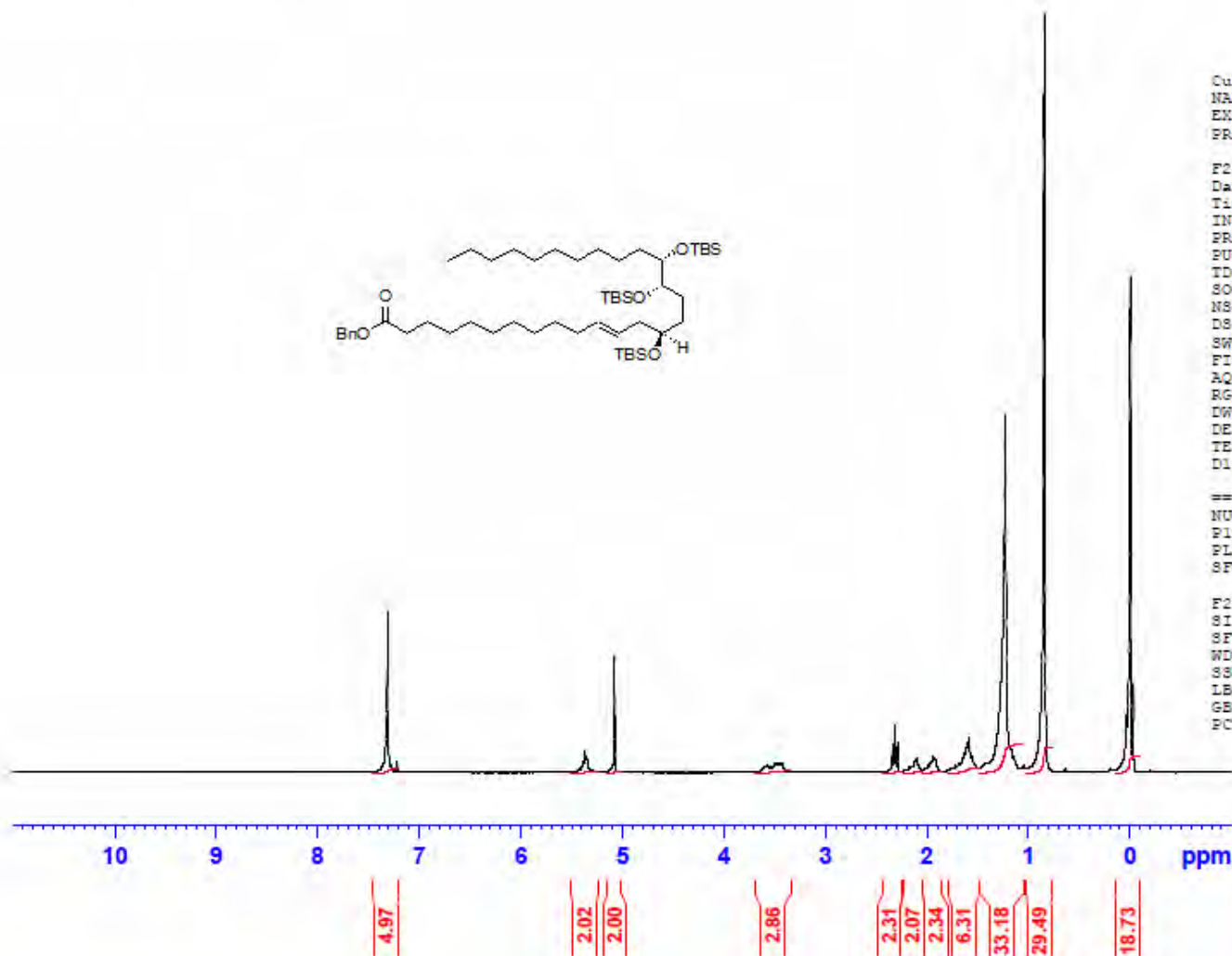
SSB 0

LB 1.00 Hz

GB 0

PC 1.40

28C from metathesis



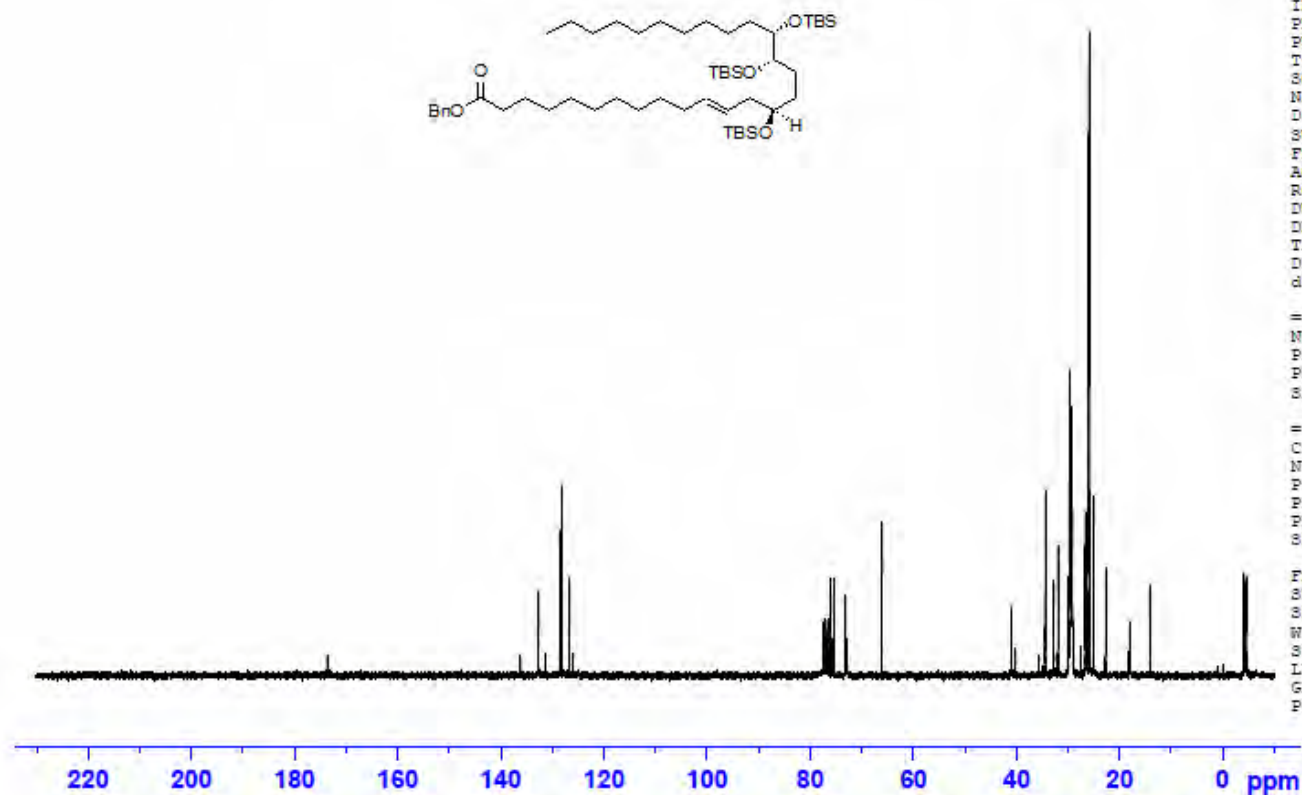
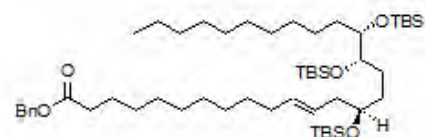
Department of Chemistry
Current Data Parameters
NAME SunisaSch3052
EXPNO 4
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20080903
Time_ 9.59
INSTRUM av300
PROBHD 5 mm BBO BB-1H
PULPROG zg30
TD 16384
SOLVENT CDCl3
NS 16
DS 2
SWH 6172.839 Hz
FIDRES 0.376760 Hz
AQ 1.3271540 sec
RG 64
DW 81.000 usec
DE 20.00 usec
TE 300.0 K
D1 1.00000000 sec

===== CHANNEL f1 =====
NUC1 1H
P1 11.80 usec
PL1 -1.00 dB
SFO1 300.1318534 MHz

F2 - Processing parameters
SI 32768
SF 300.1300190 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 0.30 Hz
GB 0
PC 1.00

¹³C of 28C from metathesis



Department of Chemistry

Current Data Parameters
NAME SunisaSch3052
EXPNO 5
PROCNO 1

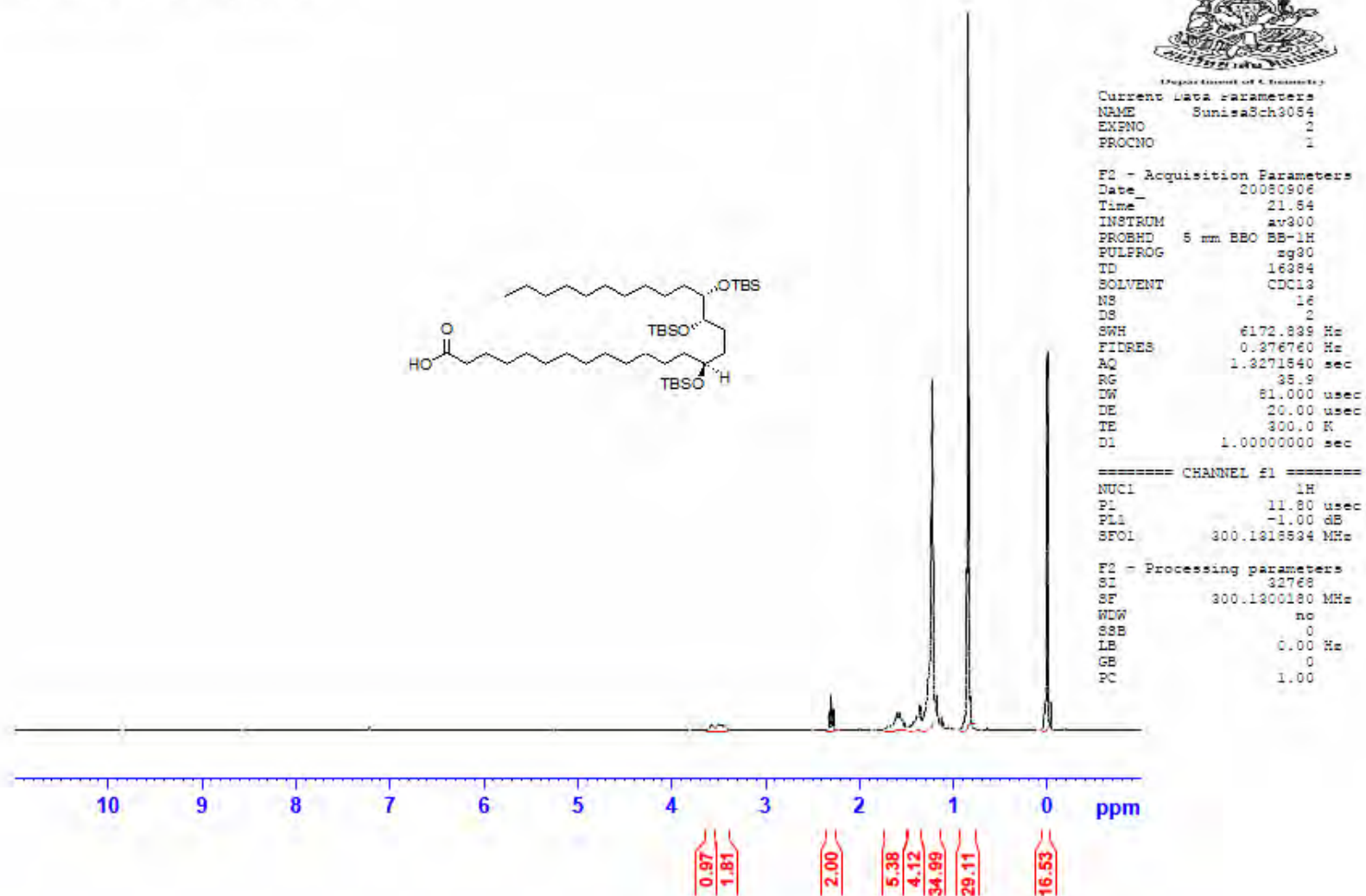
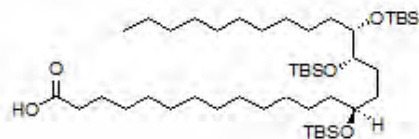
F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20080903
Time 10.18
INSTRUM av300
PROBHD 5 mm BBO BB-1H
PULPROG zgpg30
TD 32768
SOLVENT CDCl3
NS 512
DS 4
SWH 18115.941 Hz
FIDRES 0.352855 Hz
AQ 0.9044468 sec
RG 10321.3
RW 27.600 usec
DE 20.00 usec
TE 300.0 K
D1 1.00000000 sec
d11 0.03000000 sec

===== CHANNEL f1 =====
NUC1 13C
P1 5.40 usec
PL1 -3.00 dB
SFO1 75.4760505 MHz

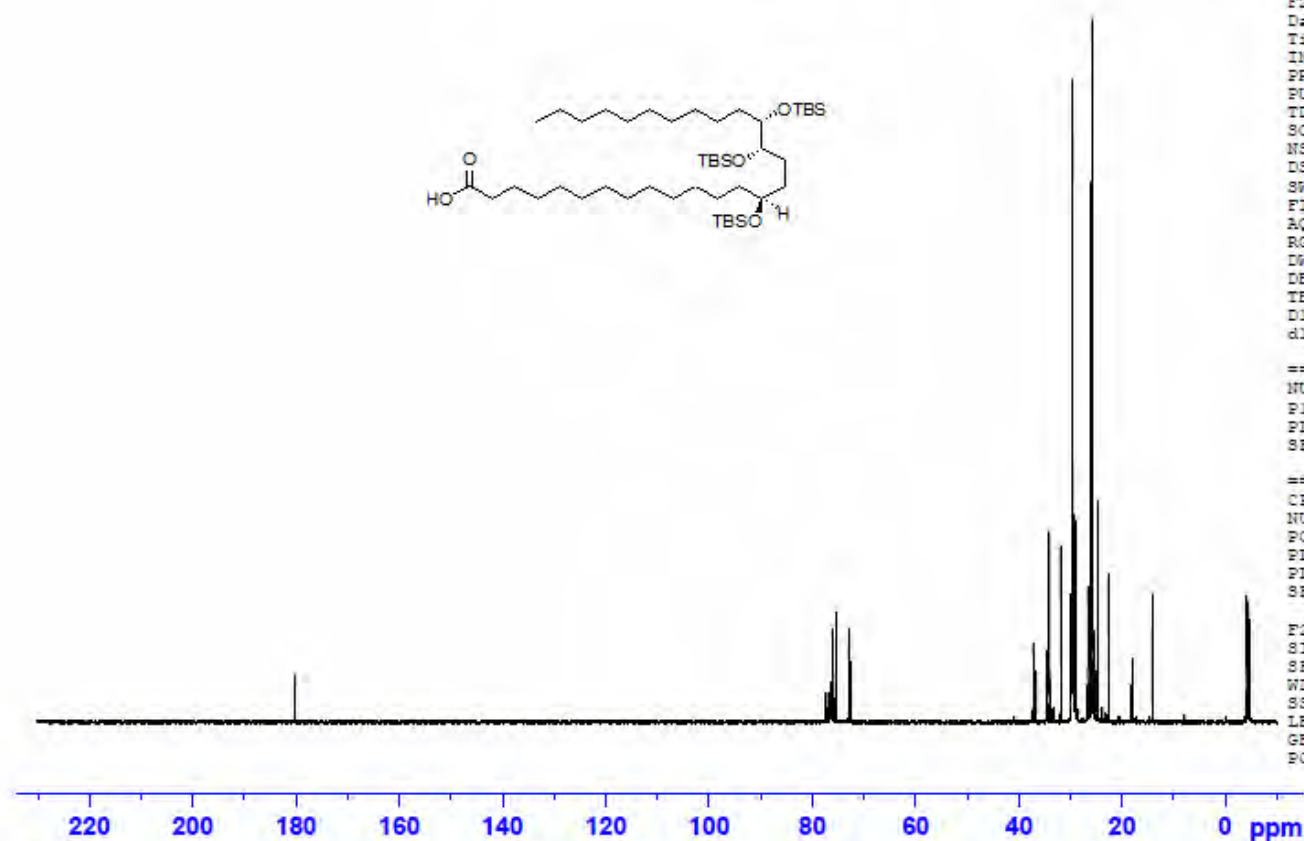
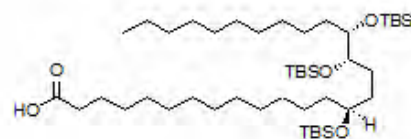
===== CHANNEL f2 =====
CPDPRG2 waltz16
NUC2 1H
PCPD2 100.00 usec
PL2 -1.00 dB
PL12 17.00 dB
SFO2 300.1312005 MHz

F2 - Processing parameters
SI 32768
SF 75.4677490 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 1.00 Hz
GB 0
PC 1.40

Schulzeines B,C sidechain



Schulzeine B,C sidechain



Department of Chemistry

Current Data Parameters

NAME SunisaSch3054
EXPNO 3
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters

Date 20080906
Time 22.00
INSTRUM av300
PROBHD 5 mm BBO BB-1H
PULPROG zgpg30
TD 32768
SOLVENT CDCl3
NS 512
DS 4
SWH 18115.841 Hz
FIDRES 0.852855 Hz
AQ 0.9044468 sec
RG 9185.2
DW 27.600 usec
DE 20.00 usec
TE 300.0 K
D1 1.00000000 sec
d11 0.02000000 sec

===== CHANNEL f1 =====

NUC1 13C
P1 5.40 usec
PL1 -3.00 dB
SFO1 75.4760505 MHz

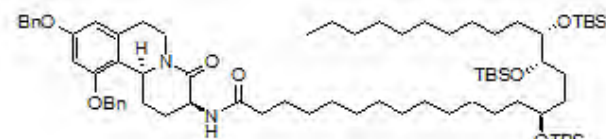
===== CHANNEL f2 =====

CPDPRG2 waltz16
NUC2 1H
PCPD2 100.00 usec
PL2 -1.00 dB
PL12 17.00 dB
SFO2 300.1312005 MHz

F2 - Processing parameters

SF 32768
SF 75.4677490 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 1.00 Hz
GB 0
PC 1.40

amide schulzeine B



Department of Chemistry

Current Data Parameters

NAME SunisaSch3068

EXPNO 2

PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters

Date_ 20081004

Time_ 18.01

INSTRUM av300

PROBHD 5 mm BBO BB-1H

PULPROG zgpg30

TD 16384

SOLVENT CDCl3

NS 16

DS 2

SWH 6172.839 Hz

FIDRES 0.376760 Hz

AQ 1.3271540 sec

RG 114

DW 81.000 usec

DE 20.00 usec

TE 300.0 K

D1 1.00000000 sec

===== CHANNEL f1 =====

NUC1 1H

P1 11.90 usec

PL1 -1.00 dB

SFO1 300.1318594 MHz

F2 - Processing parameters

SI 32768

SF 300.1300161 MHz

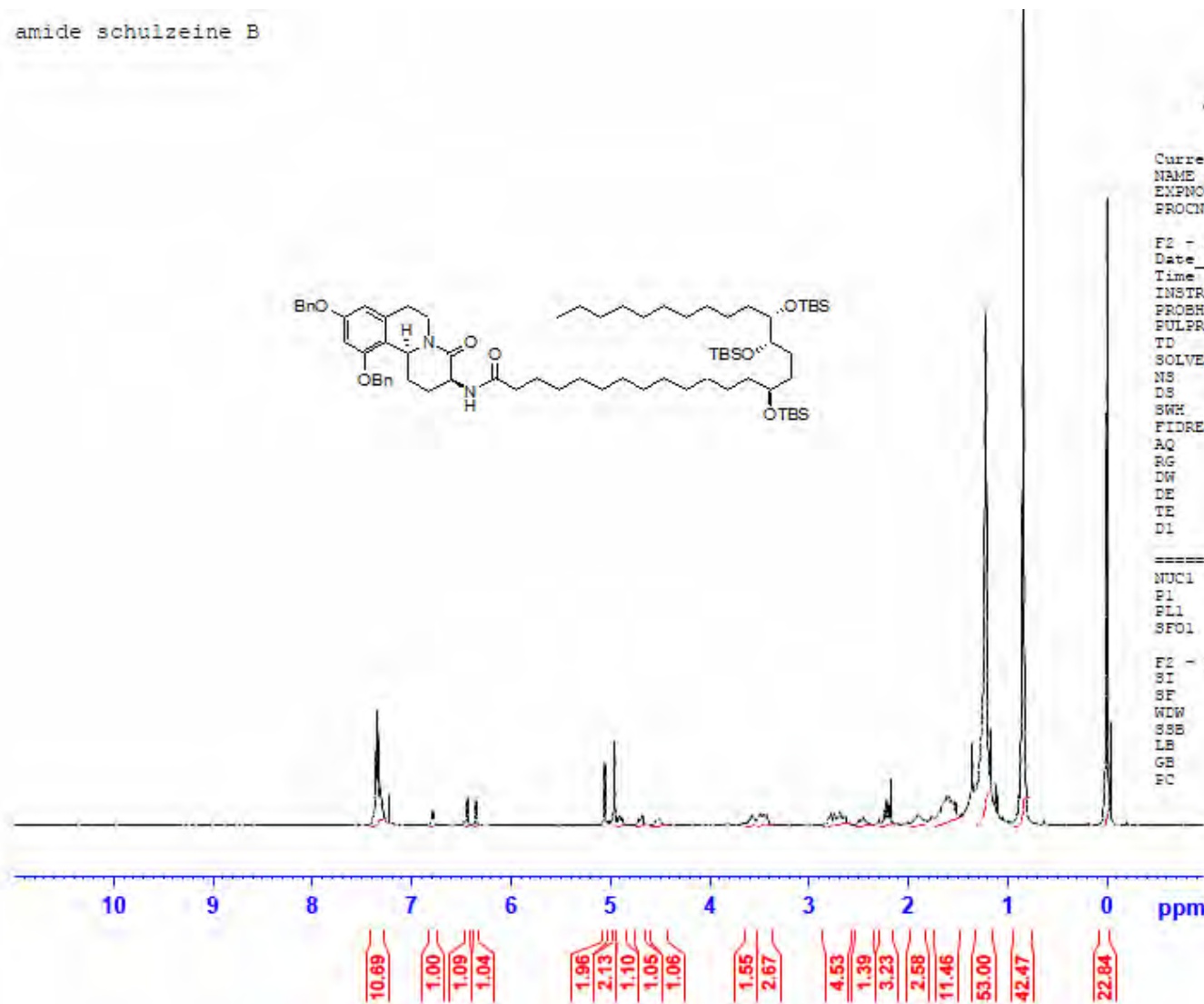
WDW EM

SSB 0

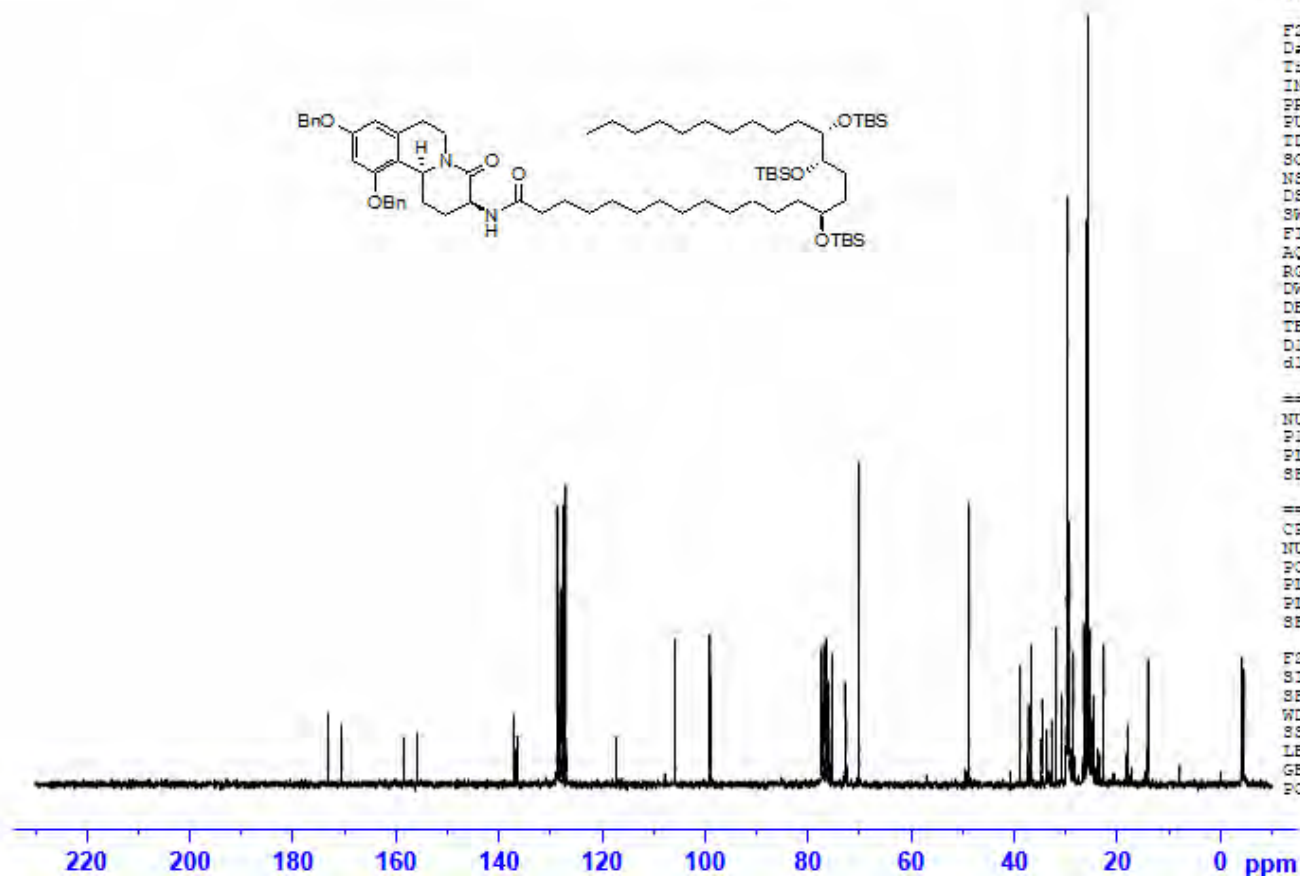
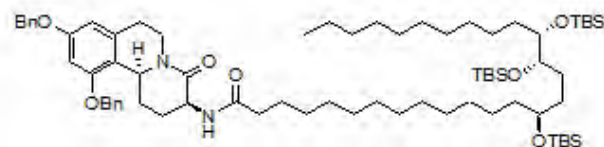
LB 0.30 Hz

GB 0

PC 1.00



amide schulzeine B



Department of Chemistry

Current Data Parameters
NAME SunisaSch3065
EXPNO 2
PROCNO 1

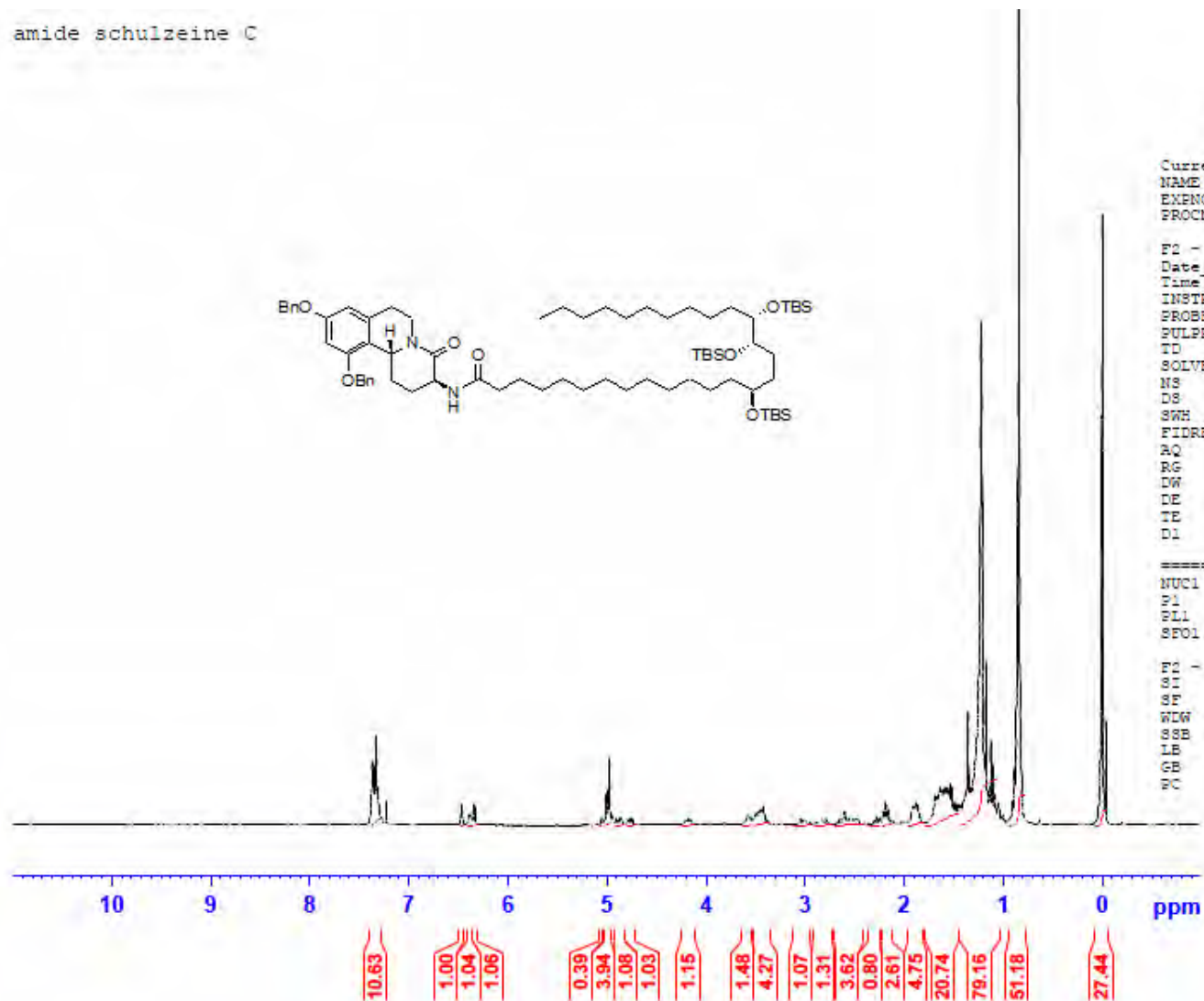
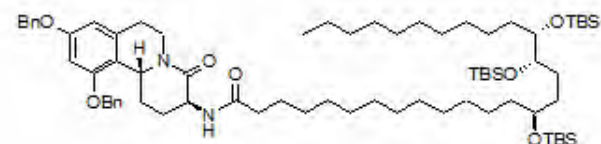
F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20081004
Time_ 19.08
INSTRUM av300
PROBHD 5 mm BBO BB-1H
PULPROG zgpg30
TD 32768
SOLVENT CDCl3
NS 2048
DS 4
SWH 18118.941 Hz
FIDRES 0.582855 Hz
AQ 0.9044468 sec
RG 9188.2
DW 27.600 usec
DE 20.00 usec
TE 300.0 K
D1 1.00000000 sec
d11 0.03000000 sec

===== CHANNEL f1 =====
NUC1 13C
P1 8.40 usec
PL1 -3.00 dB
SFO1 75.4760505 MHz

===== CHANNEL f2 =====
CPDPRG2 waltz16
NUC2 1H
PCPD2 100.00 usec
PL2 -1.00 dB
PL12 17.00 dB
SFO2 300.1312005 MHz

F2 - Processing parameters
SI 32768
SF 75.4677490 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 1.00 Hz
GB 0
PC 1.40

amide schulzeine C



Department of Chemistry

Current Data Parameters
NAME SunisaSch3066
EXPNO 2
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20081004
Time_ 19.29
INSTRUM av300
PROBHD 5 mm BBO BB-1H
PULPROG zg30
TD 16384
SOLVENT CDCl3
NS 16
DS 2
SWH 6172.839 Hz
FIDRES 0.476760 Hz
AQ 1.3271540 sec
RG 128
DW 81.000 usec
DE 20.00 usec
TE 300.0 K
D1 1.00000000 sec

===== CHANNEL f1 =====
NUC1 1H
P1 11.80 usec
PL1 -1.00 dB
SFO1 300.1318894 MHz

F2 - Processing parameters
SI 32768
SF 300.1300156 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 0.80 Hz
GB 0
PC 1.00

amide schulzeine C



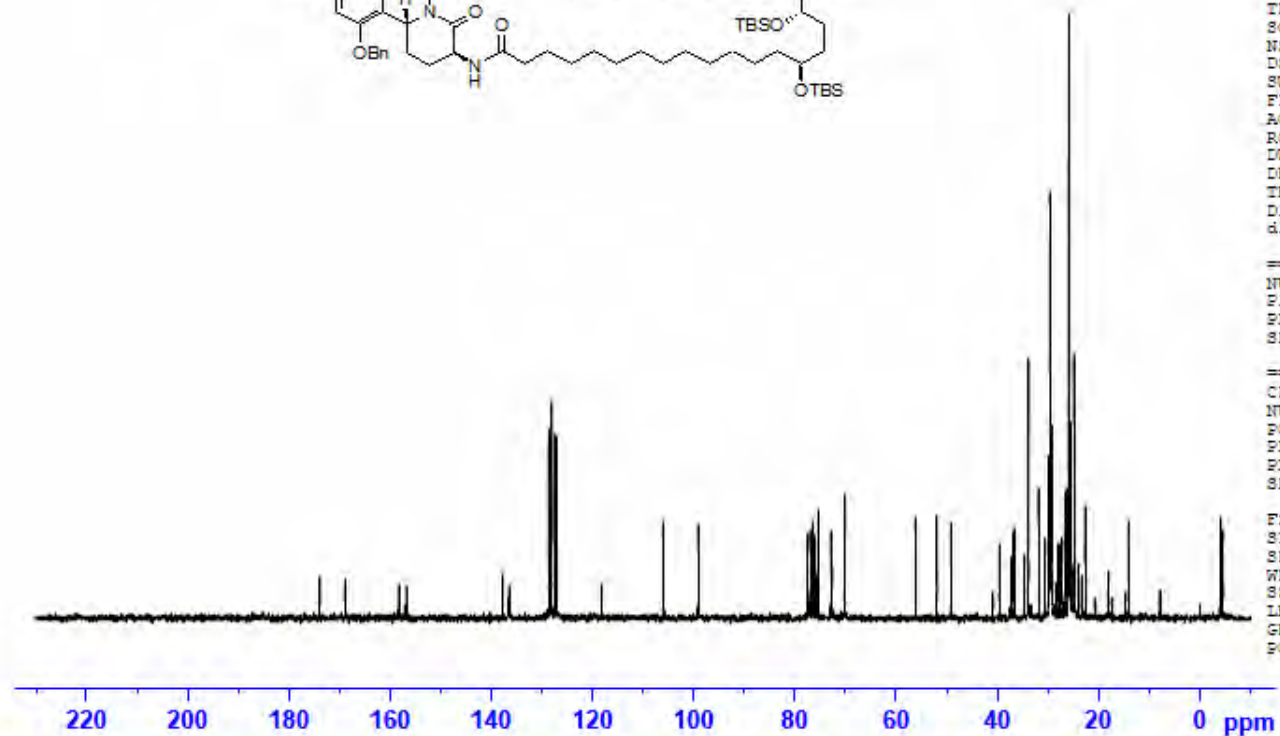
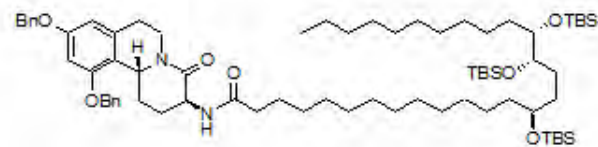
Current Data Parameters
NAME SunisaSch3066
EXFNO 2
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
Date 20081004
Time 19.41
INSTRUM av300
PROBHD 5 mm BBO BB-1H
PULPROG zgpg30
TD 32768
SOLVENT CDCl3
NS 1749
DS 4
SWH 18115.941 Hz
FIDRES 0.852855 Hz
AQ 0.9044465 sec
RG 5195.2
DW 27.600 usec
DE 20.00 usec
TE 300.0 K
D1 1.00000000 sec
d11 0.03000000 sec

===== CHANNEL #1 =====
NUC1 13C
P1 5.40 usec
PL1 -3.00 dB
SFO1 75.4760505 MHz

===== CHANNEL #2 =====
CPDPRG2 waltz16
NUC2 1H
PCPD2 100.00 usec
PL2 -1.00 dB
PL12 17.00 dB
SFO2 300.1312005 MHz

F2 - Processing parameters
SI 32768
SF 75.4677490 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 1.00 Hz
GB 0
PC 1.40



triol schulzeine C



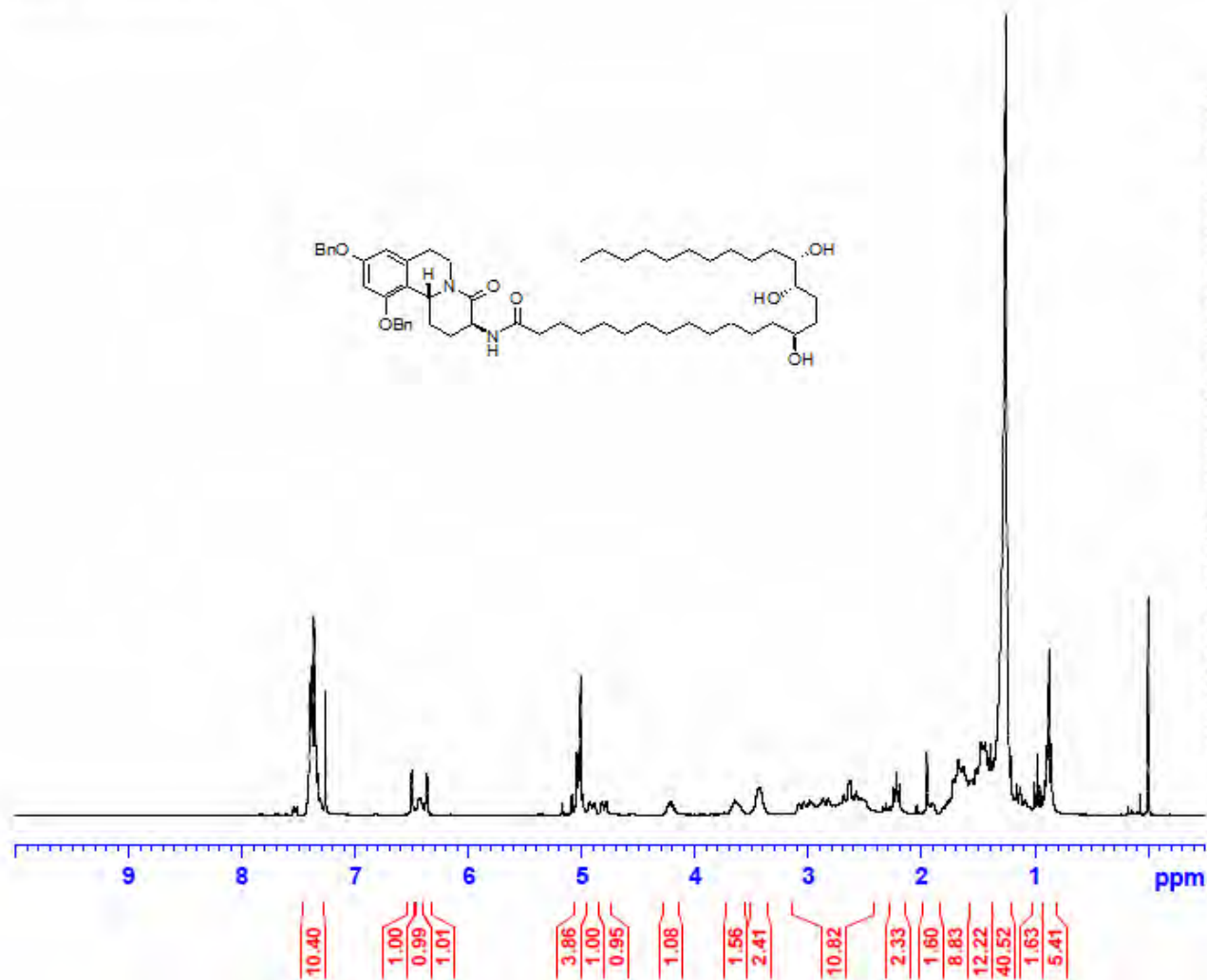
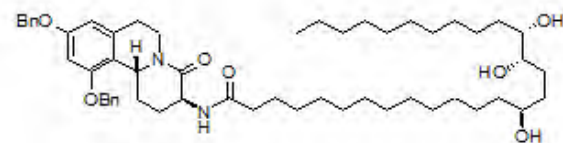
Department of Chemistry

Current Data Parameters
NAME Sunia3sch3070
EXFNO 2
PROCNO 1

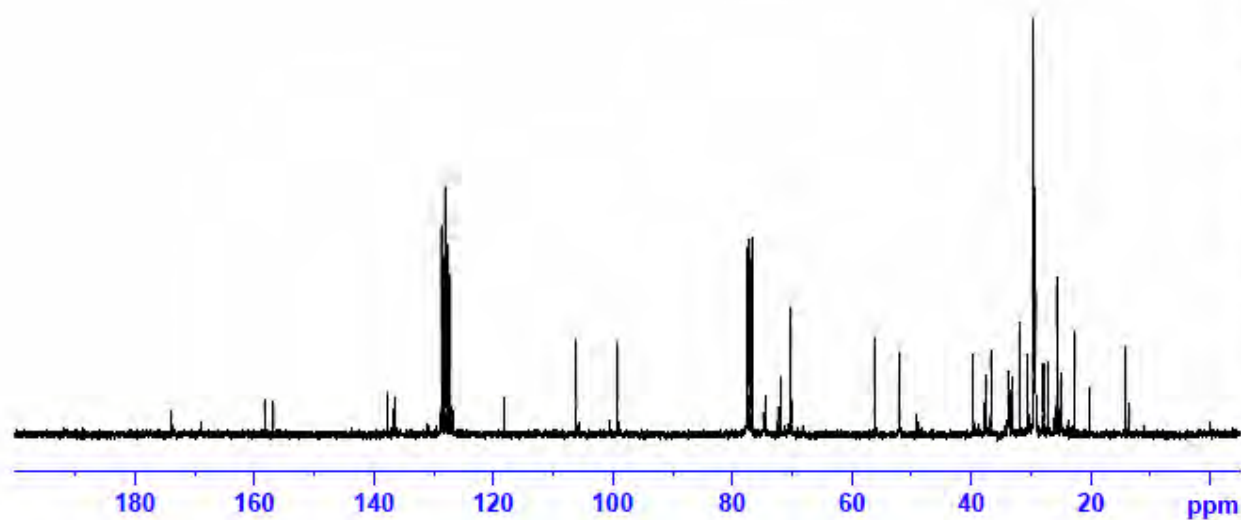
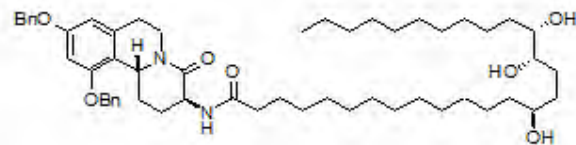
F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20081018
Time_ 9.43
INSTRUM av300
PROBHD 5 mm BBO BB-1H
PULPROG zg30
TD 16384
SOLVENT CDCl3
NS 16
DS 2
SWH 6172.839 Hz
FIDRES 0.376760 Hz
AQ 1.3271540 sec
RG 181
DW 81.000 usec
DE 20.00 usec
TE 300.0 K
D1 1.00000000 sec

===== CHANNEL f1 =====
NUC1 1H
P1 11.80 usec
PL1 -1.00 dB
SFO1 300.1318534 MHz

F2 - Processing parameters
S1 32768
SF 300.1300049 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 0.30 Hz
GB 0
PC 1.00



¹³C of triol schulzeine C



Department of Chemistry

Current Data Parameters

NAME SunisaSch3070
EXPNO 3
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters

Date_ 20061018
Time_ 9.49
INSTRUM av300
PROBHD 5 mm BBO BB-1H
PULPROG zgpg30
TD 32768
SOLVENT CDCl3
NS 4096
DS 4
SWH 18115.941 Hz
FIDRES 0.552855 Hz
AQ 0.9044468 sec
RG 13004
DW 27.600 usec
DE 20.00 usec
TE 300.0 K
D1 1.00000000 sec
d11 0.03000000 sec

===== CHANNEL f1 =====

NUC1 ¹³C
P1 5.40 usec
PL1 -2.00 dB
SFO1 75.4760505 MHz

===== CHANNEL f2 =====

CPDPRG2 waltz16
NUC2 ¹H
PCPD2 100.00 usec
PL2 -1.00 dB
PL12 17.00 dB
SFO2 300.1312005 MHz

F2 - Processing parameters

SI 32768
SF 75.4677476 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 1.00 Hz
GB 0
PC 1.00

triol schulzeine B



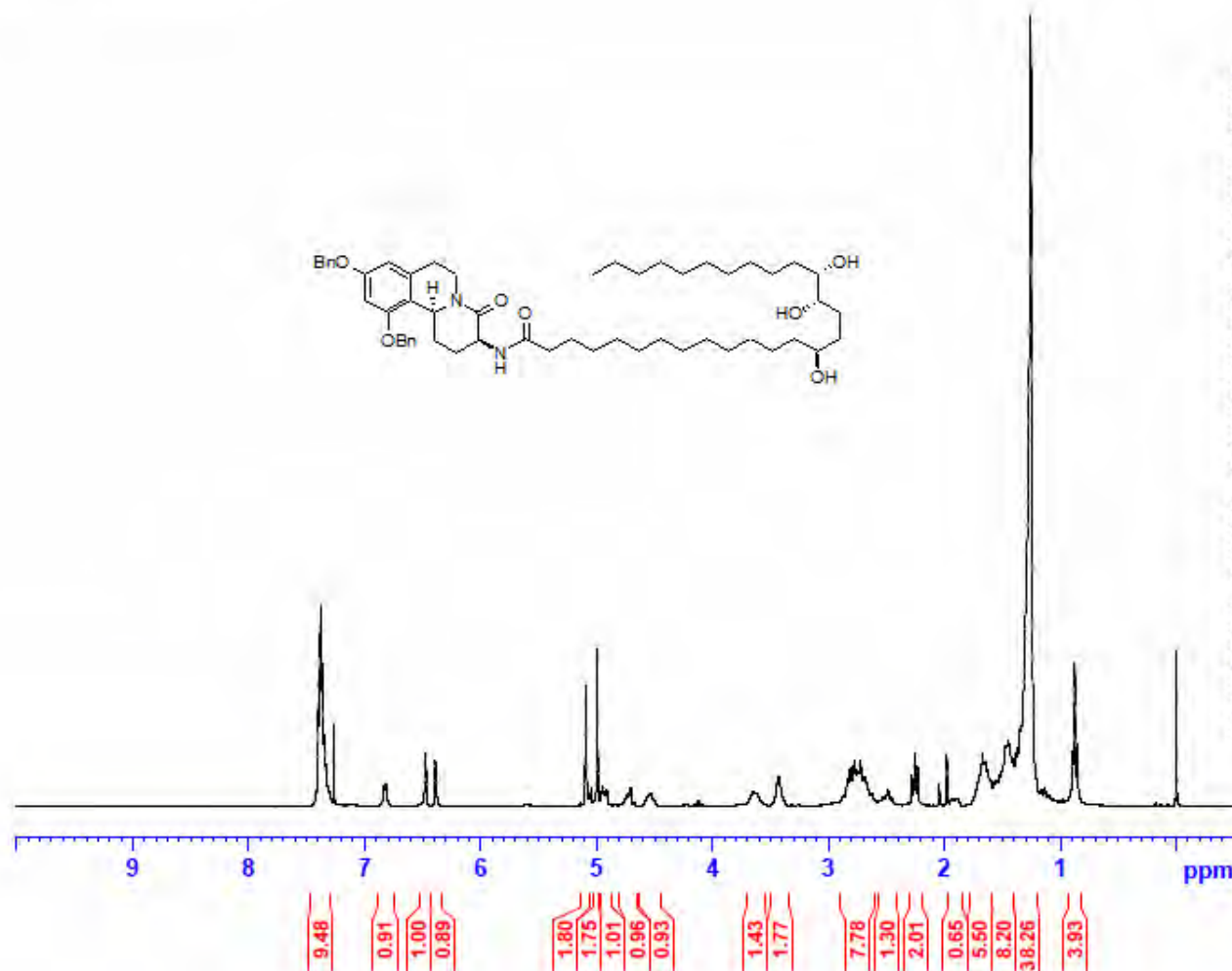
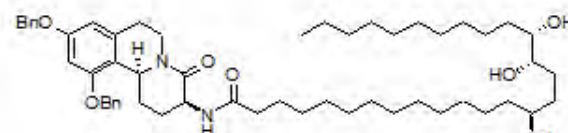
Department of Chemistry

Current Data Parameters
NAME SunisaSch3070
EXPNO 1
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20081018
Time_ 9.32
INSTRUM av300
PROBHD 5 mm BBO BB-1H
PULPROG zg30
TD 16384
SOLVENT CDCl3
NS 16
DS 2
SWH 6172.839 Hz
FIDRES 0.376760 Hz
AQ 1.3271540 sec
RG 181
DW 81.000 usec
DE 20.00 usec
TE 300.0 K
D1 1.00000000 sec

===== CHANNEL f1 =====
NUC1 1H
P1 11.80 usec
PL1 -1.00 dB
SFO1 300.1318534 MHz

F2 - Processing parameters
SI 32768
SF 300.1300052 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 0.30 Hz
GB 0
PC 1.00



13c of triol schulzeine B



Department of Chemistry

Current Data Parameters
NAME SunisaSch3070
EXPNO 4
PROCNO 1

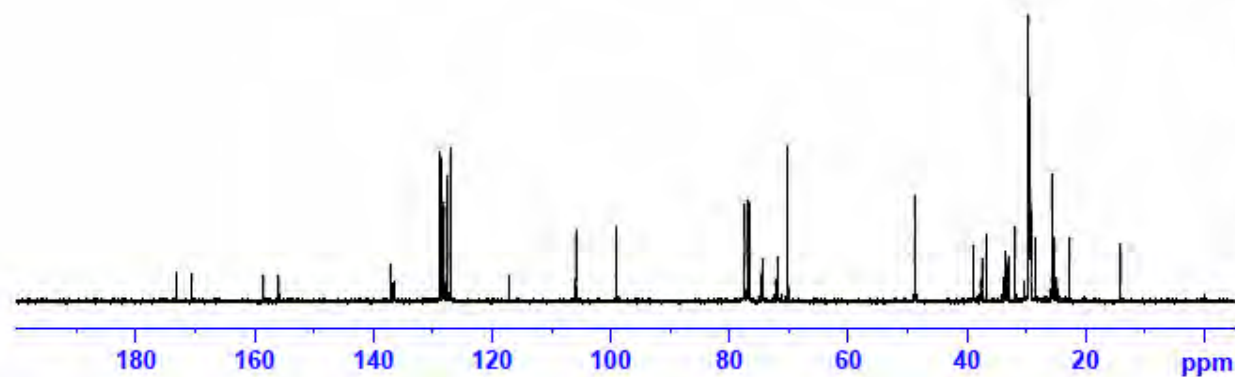
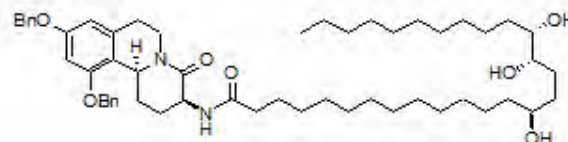
F2 - Acquisition Parameters

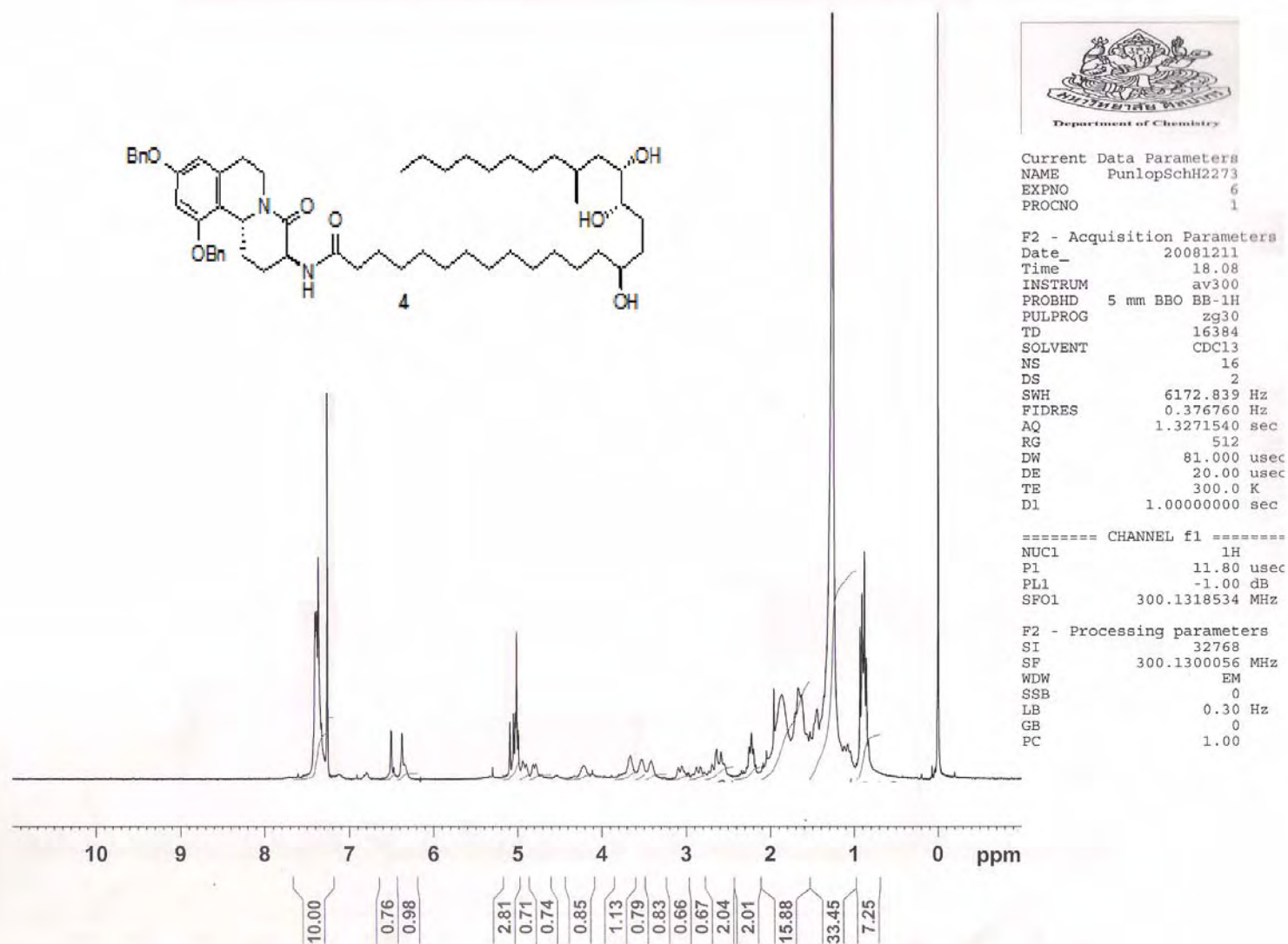
Date_ 20081018
Time_ 12.08
INSTRUM av300
PROBHD 5 mm BBO BB-1H
PULPROG zgpg
TD 32768
SOLVENT CDC13
NS 4096
DS 4
SWH 18115.941 Hz
FIDRES 0.552855 Hz
AQ 0.9044468 sec
RG 13004
DW 27.600 usec
DE 20.00 usec
TE 300.0 K
D1 1.00000000 sec
d11 0.03000000 sec

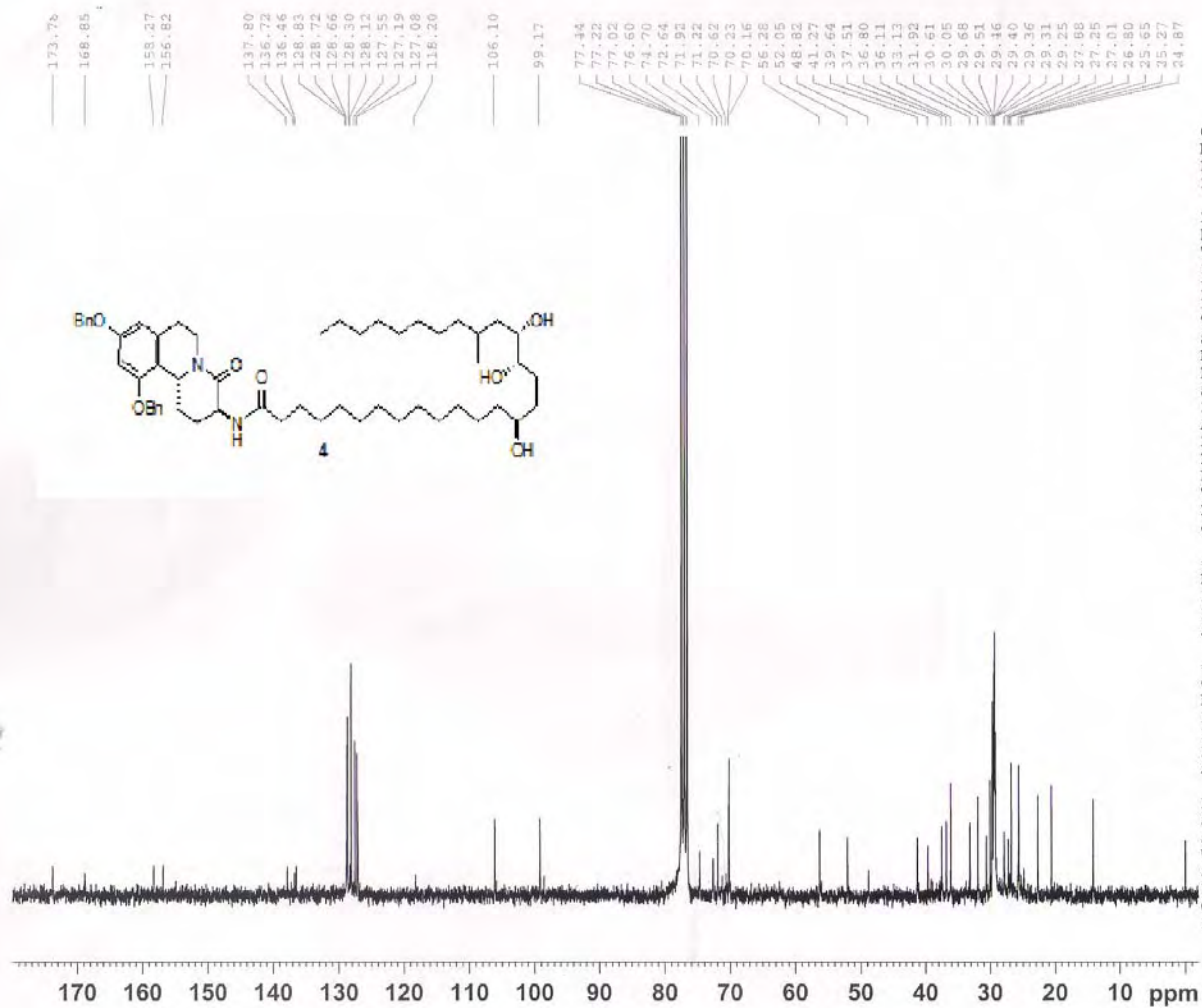
===== CHANNEL #1 =====
NUC1 13C
P1 5.40 usec
PL1 -3.00 dB
SFO1 75.4760505 MHz

===== CHANNEL #2 =====
CPDPRG2 waltz16
NUC2 1H
PCPD2 100.00 usec
PL2 -1.00 dB
PL12 17.00 dB
SFO2 300.1312005 MHz

F2 - Processing parameters
SI 32768
SF 75.4677477 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 1.00 Hz
GB 0
PC 1.40







Department of Chemistry

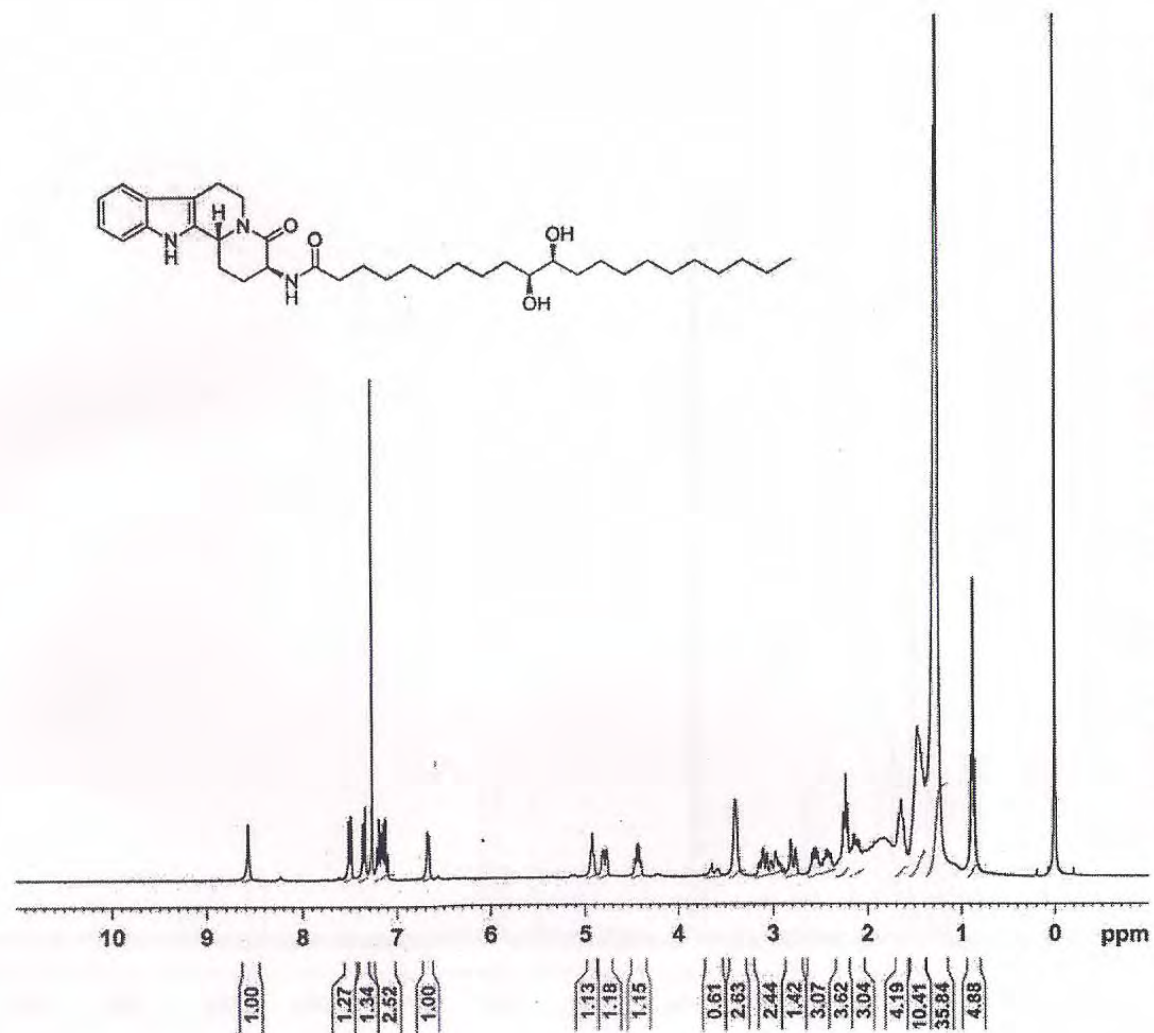
Current Data Parameters
NAME PunlopSchH2273
EXPNO 7
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20081211
Time 18.22
INSTRUM av300
PROBHD 5 mm BBO BB-1H
PULPROG zgdc
TD 32768
SOLVENT CDCl3
NS 26624
DS 4
SWH 18115.941 Hz
FIDRES 0.552855 Hz
AQ 0.9044468 sec
RG 14596.5
DW 27.600 usec
DE 20.00 usec
TE 300.0 K
D1 1.00000000 sec
d11 0.03000000 sec

===== CHANNEL f1 =====
NUC1 13C
P1 5.40 usec
PL1 -3.00 dB
SFO1 75.4760505 MHz

===== CHANNEL f2 =====
CPDPRG2 waltz16
NUC2 1H
PCPD2 100.00 usec
PL2 -1.00 dB
PL12 17.00 dB
SFO2 300.1312005 MHz

F2 - Processing parameters
SI 32768
SF 75.4677479 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 1.00 Hz
GB 0
PC 1.00

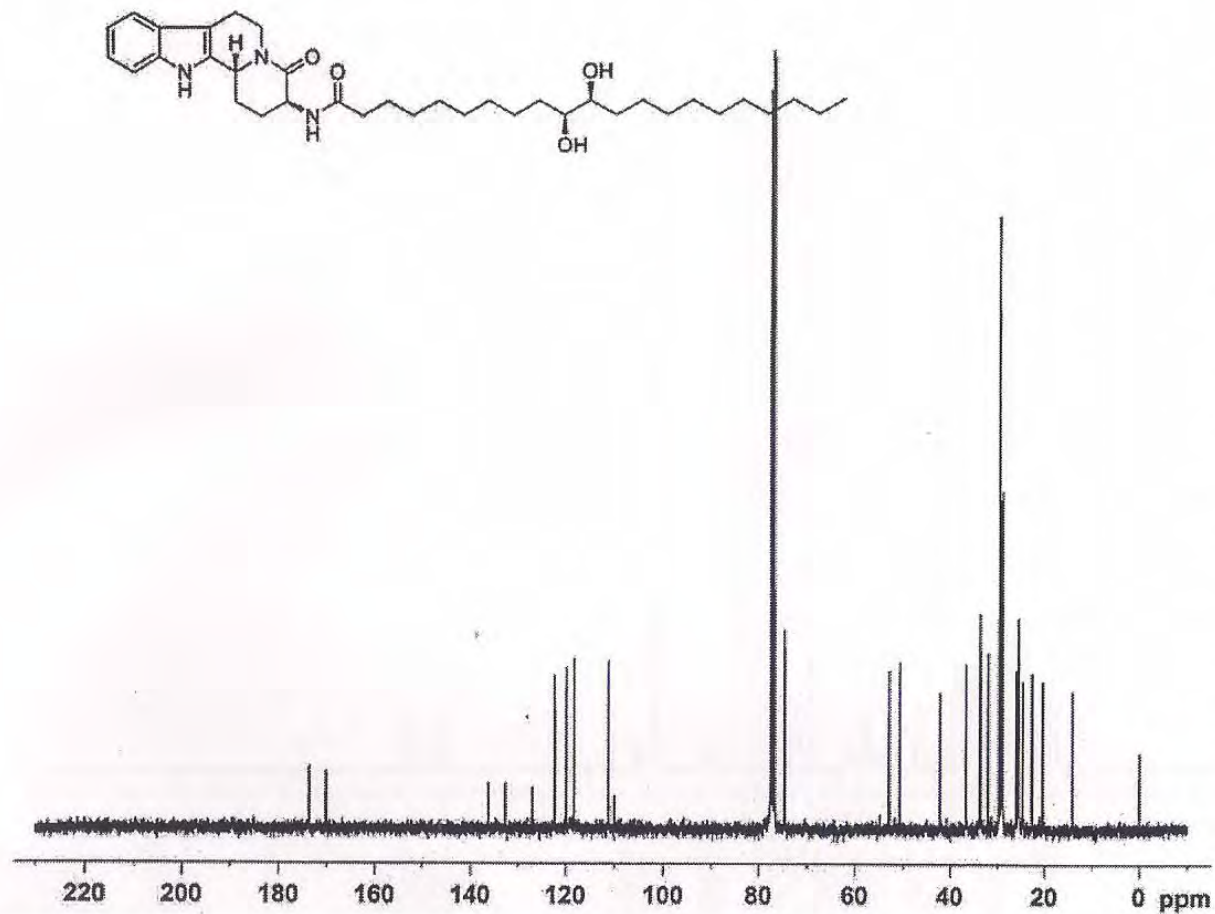


Current Data Parameters
 NAME NopSch473
 EXPNO 1
 PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 20080819
 Time 13.59
 INSTRUM av300
 PROBHD 5 mm BBO BB-1H
 PULPROG zg30
 TD 32768
 SOLVENT CDCl3
 NS 32
 DS 2
 SWH 6172.839 Hz
 FIDRES 0.188380 Hz
 AQ 2.6542580 sec
 RG 512
 DW 81.000 usec
 DE 20.00 usec
 TE 300.0 K
 D1 1.00000000 sec

***** CHANNEL f1 *****
 NUC1 1H
 P1 11.60 usec
 PL1 -1.00 dB
 SFO1 300.1318534 MHz

F2 - Processing parameters
 SI 32768
 SF 300.1300054 MHz
 WDW EM
 SSB 0
 LB 0.30 Hz
 GB 0
 PC 1.00



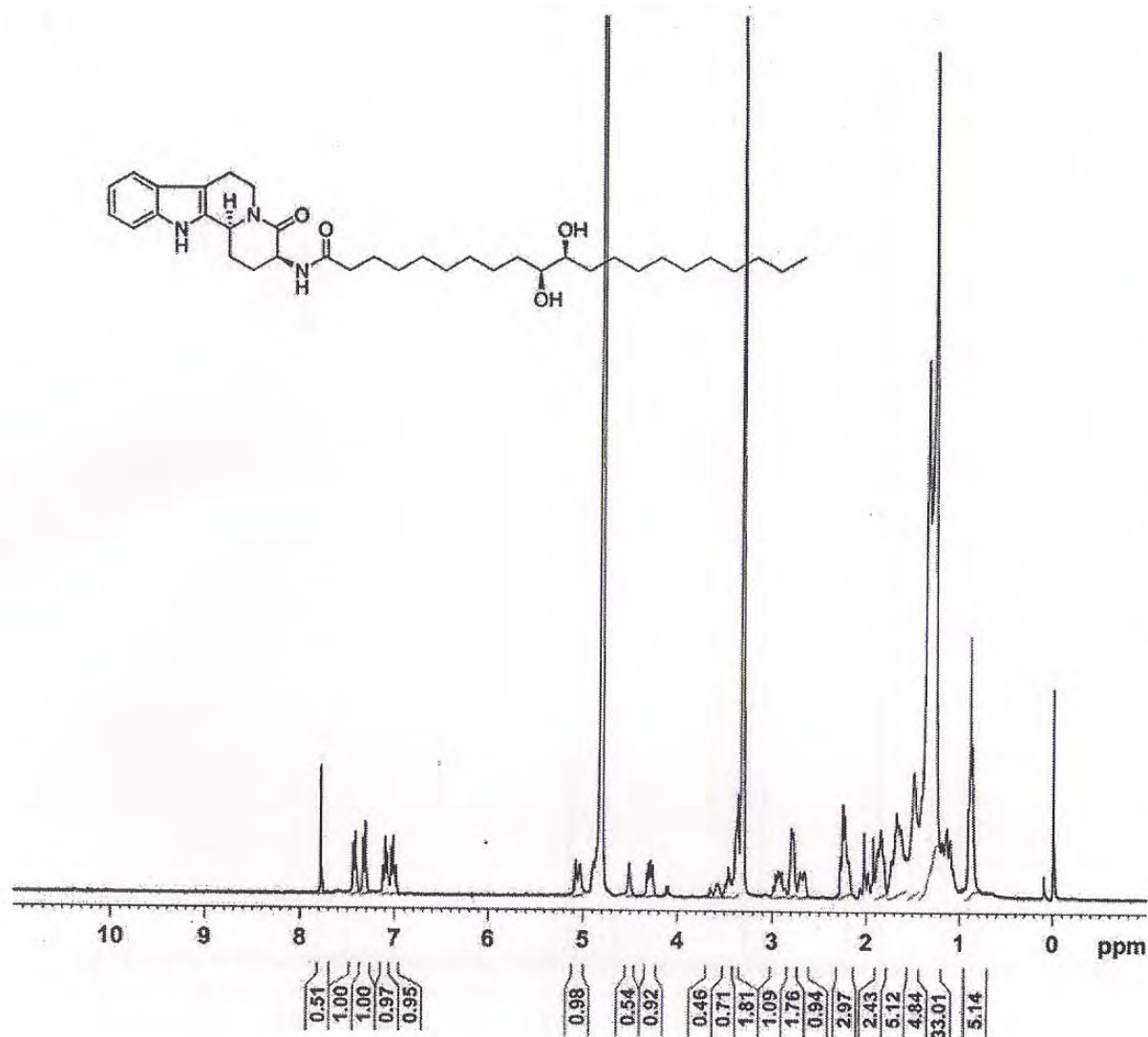
Current Data Parameters
 NAME NopSch473
 EXPNO 2
 PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 20080824
 Time 14.59
 INSTRUM av300
 PROBHD 5 mm BBO BB-1H
 PULPROG zgdc
 TD 32768
 SOLVENT CDCl3
 NS 9216
 DS 4
 SWH 18115.941 Hz
 FIDRES 0.552855 Hz
 AQ 0.9044468 sec
 RG 13004
 DW 27.600 usec
 DE 20.00 usec
 TE 300.0 K
 D1 1.00000000 sec
 d11 0.03000000 sec

***** CHANNEL f1 *****
 NUC1 13C
 P1 5.20 usec
 PL1 -3.00 dB
 SFO1 75.4760505 MHz

***** CHANNEL f2 *****
 CPDPRG2 waltz16
 NUC2 1H
 PCPD2 100.00 usec
 PL2 -1.00 dB
 PL12 17.00 dB
 SFO2 300.1312005 MHz

F2 - Processing parameters
 SI 32768
 SF 75.4677474 MHz
 WDW EM
 SSB 0
 LB 1.00 Hz
 GB 0
 PC 1.00

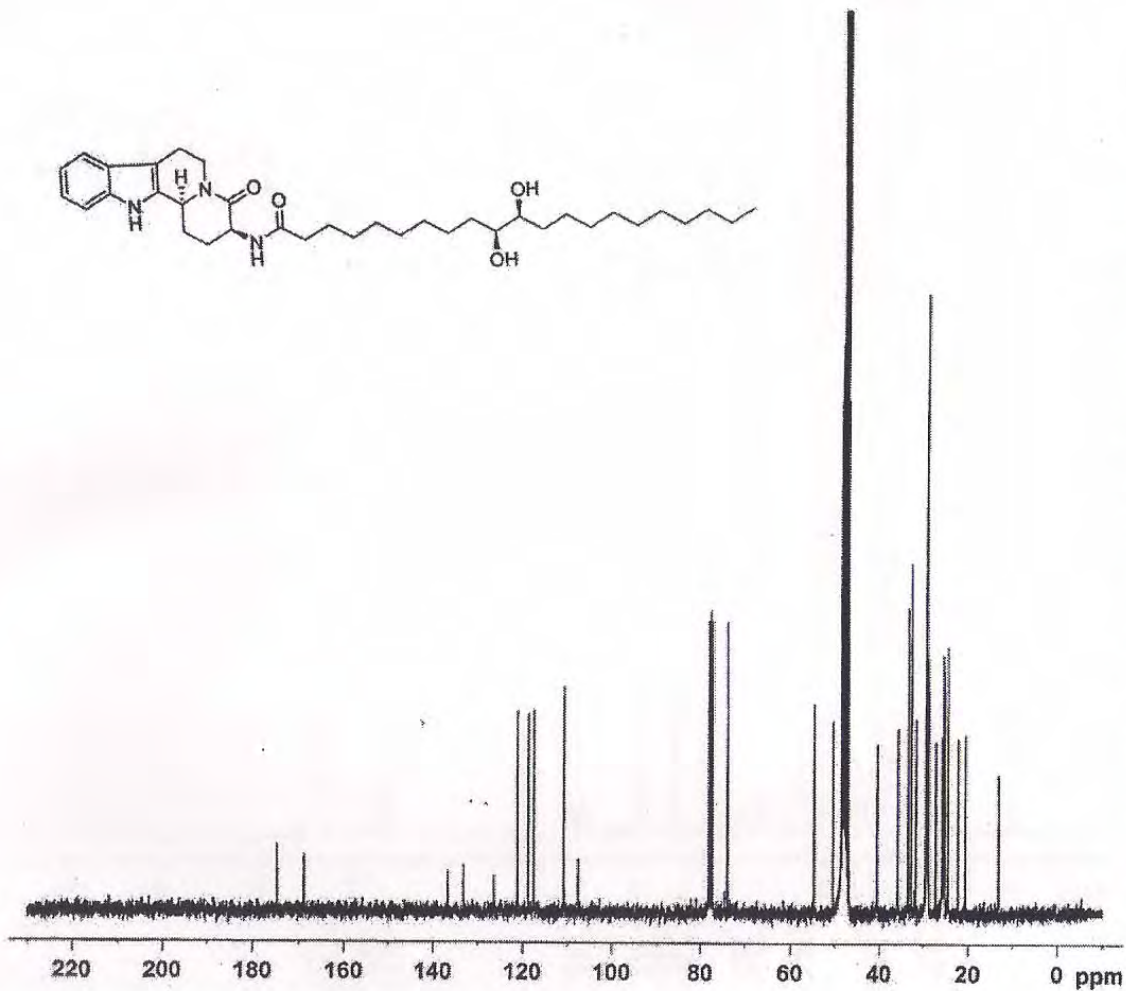


Current Data Parameters
 NAME NopSch472
 EXPNO 1
 PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
 Date 20080819
 Time 13.51
 INSTRUM av300
 PROBHD 5 mm BBO BB-1H
 PULPROG zg30
 TD 32768
 SOLVENT MeOD
 NS 32
 DS 2
 SWH 6172.839 Hz
 FIDRES 0.188380 Hz
 AQ 2.6542580 sec
 RG 724.1
 DW 81.000 usec
 DE 20.00 usec
 TE 300.0 K
 D1 1.00000000 sec

***** CHANNEL f1 *****
 NUC1 1H
 P1 11.60 usec
 PL1 -1.00 dB
 SFO1 300.1318534 MHz

F2 - Processing parameters
 SI 32768
 SF 300.1300014 MHz
 WDW EM
 SSB 0
 LB 0.30 Hz
 GB 0
 PC 1.00



Department of Chemistry

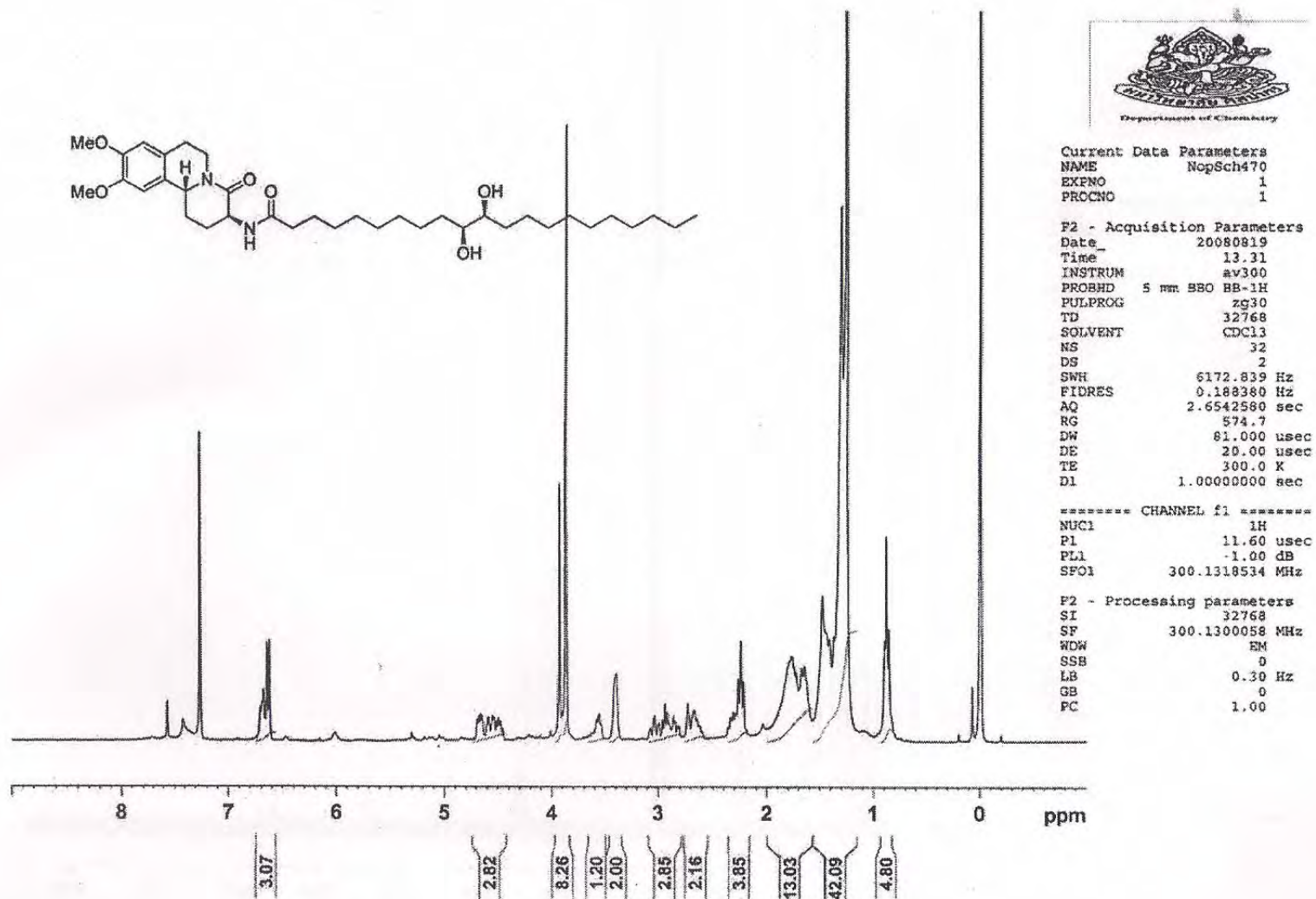
Current Data Parameters
 NAME NopSch472
 EXPNO 2
 PROCNO 1

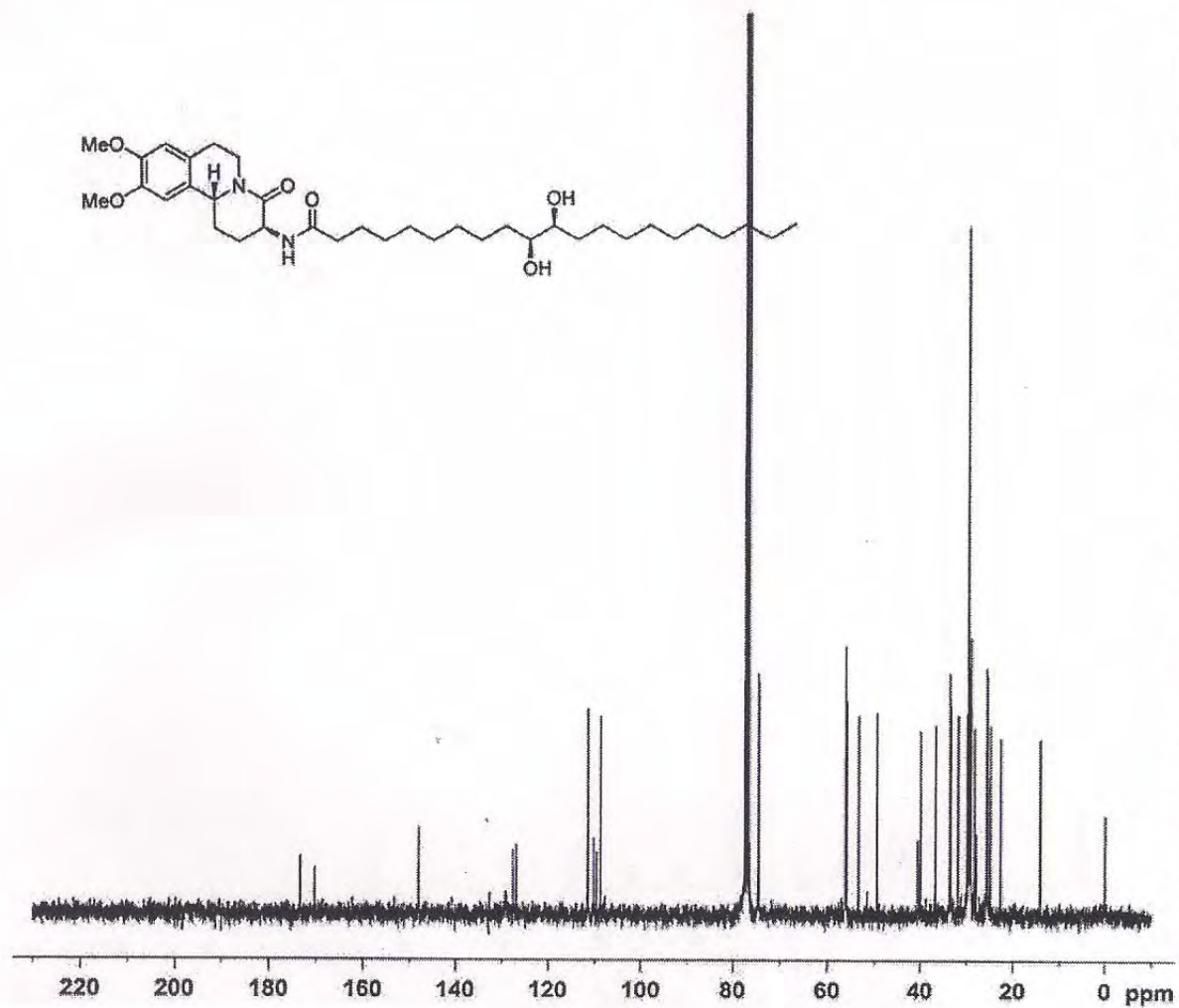
F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 20080824
 Time_ 21.42
 INSTRUM av300
 PROBHD 5 mm BBO BB-1H
 PULPROG zgdc
 TD 32768
 SOLVENT CDCl3
 NS 18432
 DS 4
 SWH 18115.941 Hz
 FIDRES 0.552855 Hz
 AQ 0.9044468 sec
 RG 13004
 DW 27.600 usec
 DE 20.00 usec
 TE 300.0 K
 D1 1.00000000 sec
 d11 0.03000000 sec

***** CHANNEL f1 *****
 NUC1 13C
 P1 5.20 usec
 PL1 -3.00 dB
 SFO1 75.4760505 MHz

***** CHANNEL f2 *****
 CPDPRG2 waltz16
 NUC2 1H
 PCPD2 100.00 usec
 PL2 -1.00 dB
 PL12 17.00 dB
 SFO2 300.1312005 MHz

F2 - Processing parameters
 SI 32768
 SF 75.4677490 MHz
 WDH EM
 SSB 0
 LB 1.00 Hz
 GB 0
 PC 1.00





Current Data Parameters
 NAME NopSch470
 EXPNO 2
 PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 20080823
 Time 16.05
 INSTRUM av300
 PROBHD 5 mm BBO BB-1H
 PULPROG zgdc
 TD 32768
 FIDRES 0.9044468 sec
 AQ 18390.4
 RG 27.600 usec
 DW 20.00 usec
 DE 300.0 K
 TE 1.00000000 sec
 D1 0.03000000 sec
 d11

***** CHANNEL f1 *****
 NUC1 13C
 P1 5.20 usec
 PL1 -3.00 dB
 SFO1 75.4760505 MHz

***** CHANNEL f2 *****
 CPDPRG2 waltz16
 NUC2 1H
 PCPD2 100.00 usec
 PL2 -1.00 dB
 PL12 17.00 dB
 SFO2 300.1312005 MHz

F2 - Processing parameters
 SI 32768
 SF 75.4677473 MHz
 WDW EM
 SSB 0
 LB 1.00 Hz
 GB 0
 PC 1.00

