PRELIMINARY X-RAY CRYSTALLOGRAPHIC STUDY OF CERTAIN CHEMICAL

CONSTITUENTS OF STEMONA ROOTS.

Mr. White Chaipayungpun

8.

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements

for the Degree of Master of Science

Department of Physics

Graduate School

Chulalongkorn University

1970

การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของสารสกัดจากรากหนอนตายอยาก โดยรังสีเอกซ์

นาย ไวท์ ชัยพยุงพันธ์



วิทยานิพนษ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต

แผนกวิชาพิสิกส์

บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณมหาวิทยาลัย

W.M. 60590

007048

บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณมหาวิทยาลัย อนุมัติให้นับวิทยานิพนษ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของ การศึกษาตามหลักสูตรปริญญามหาบัณฑิต



อาจารย์ผู้ควบคุมการวิจัย สุพนิจ พราหมทัศ

Thesis Titte Preliminary X-Ray Crystallographic Study of Certain Chemical Constituents of Stemona Roots

Name

Mr. White Chaipayungpun, Department of Physics.

Academic Year 1970

ABSTRACT

Crystallagraphic data of Stemonone ($C_{19} H_{14} O_8$) crystals were determined from rotation and Weissenberg photographs. It is found that the crystal is triclinic with lattice constants a = 12.73 Å, b = 9.90 Å, C = 8.25 Å, $\chi = 105^{\circ} 14^{\circ}$, $\beta = 90^{\circ}$, $\Upsilon = 124^{\circ} 42^{\circ}$. The space group is either Pl or Pl and the unit cell contains two molecules. The calculated and observed density are 1.519 gm/cm³ and 1.514 gm/cm³ respectively, at 27.5°C.



ห้วข้อวิทยานีพนซ์ การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของสารสกัดจากรากหนอนตายอยาก โดยรังสีเอกซ์

ชื่อ นาย ไวท์ ชัยพยุงพันธุ์ แผนกวิชาฟิสิกส์

ปีการศึกษา. 2513

บหคัดยอ

ข้อมูลทางคริสตอลโรกราฟฟี่ (Crystallography) ของผลึกสเตมโมโนน (Stemonone) พบว่า มีค่าคงที่ ของแลตทิส (Lattice constant)เป็น

> a = 12.73 อังสตรอม √ =, 105°14' b = 9.90 อังสตรอม ß = 90° c = 8.25 อังสตรอม 𝒴 = 124°42'

หมู่สมนัย 3 มิติ (Space group) ของผลึก เป็น P1 หรือ P7 ผลึกมี 2 โมเลกุล ในหนึ่งหน่วยเซลล์ ความหนาแน่นของผลึกที่วัดได้มีค่า 1.514 กรัม ต่อ ลูกบาศก์ เซนติเมตร ที่ 27.5°C และความหนาแน่นที่คำนวณได้ คือ 1.519 กรัม ต่อ ลูกบาศก์ เซนติเมตร.

Acknowledgements

I wish to express my deep gratitude to Miss Supanich-Pramatas, of the Physics Department, Chulalongkorn University, the originator of the problem, under whose supervision and guidance this work was carried out.

Appreciation is extended to Dr. Dep Shiengthong and Mrs. Vichitra Uaprasert for their communications concerning molecular structure and for supplying us with the crystals.

I am also grateful to Dr. Kopr Kritayakirana for his valuable suggestions in the preparation of the manuscript.

v

CONTENTS

.

	Page
ABSTRACT	iv
ACKNOWLEDGEMENTS	v
LIST OF TABLES	vii
LIST OF ILLUSTRATIONS	viii
Chapter	
I. INTRODUCTION	1
II. ELEMENTS OF DIFFRACTION THEORY AND INTERPRETATION	
OF X-RAY DIFFRACTION PHOTOGRAPHS	3
2.1 Diffraction from a 3-dimensional lattice	
2.2 Laue photograph	
2.3 Rotation photograph	
2.4 Weissenberg photograph	
III. EXPERIMENTAL	24
IV. RESULTS AND DISCUSSIONS	40
REFERENCES	42
BIBLIOGRAPHY	43

vi

LIST OF TABLES

- 32

Table	24	Page
1.	Determination of $\overline{\mathbf{c}}$ axis length	27
2.	Determination of \overline{b}' axis length	28
3.	Necessary parameters for taking	
	equi-inclination Weissen-berg photograph	30
4.	Indices of spots of reflection of (001)	
	Weissenberg photographs	36

4

LIST OF ILLUSTRATIONS

Figur	e Page
1.	Geometry of x-ray scattering from two points A.B 4
2.	Intersecting cones defining possible scattering 4
3.	Incident and scattered rays denoted by the unit
	vectorsi and s relative to lattice plane 4
4.	Diagram illustrating the formation of layer line 10
5.	Reciprocal lattice coordinates (Cy-lindrical
	coordinates) 10
6.	Intersection of cylinder having constant ${\mathscr G}$ with Ewald
	sphere 10
7.	Bernal chart 11
8.	Diagram showing the relation between the z axes of the
	Bravais lattice and of the reciprocal lattice 14
9.	Component parts of Weissenberg goniometer 16
10.	Diagrams showing relation between Reciprocal point
	rows and corresponding lines of spots on Weissenberg
	photographs 17
11.	Geometric arrangement for the Weissenberg method16
12.	Weissenberg chart
13.	Relation of film position and polar coordinate 22
14.	Apparatus for measuring \Im coordinate and angle ϕ :. 22
15.	Photograph of stemonone crystals 25
16.	Rotation photographs of c and b'axes 26
17.	Weissenberg photographs of c and b'rotation axes 31
18.	Diagram of projections of 1 st , 2 nd , and 3 rd layer on
	0 th layer
19.	Lattice and habit of Stemonone crystal 41