[Nippon Nôgeikagaku Kaishi Vol.54, No.5, pp.331~336, 1980]

キミガヨランの花の精油成分について†

王 旗 宝, 亀 岡 弘

(近畿大学理工学部応用化学教室)

昭和 54 年 11 月 29 日 受 理

Constituents of the Essential Oil of the Flower of *Yucca recurvifolia* Salisb.

Chi-Pao WANG and Hiromu KAMEOKA

Department of Applied Chemistry, Faculty of Science and Engineering,
Kinki University, Kowakae, Higashiosaka-shi, Osaka 577

The essential oil was obtained in 0.115% yield by steam distillation of fresh flowers of *Yucca recurvifolia* Salisb., collected at Higashiosaka-shi in May 1977. Chromatographic and spectral analysis indicated a new major component in the oil, that was 2,6,10-trimethyl-6,10-epoxy-2,7,11-dodecatrien-1-ol. This result was in direct contrast with the previously reported data on essential oils of *Y. gloriosa* L. and *Y. filamentosa* L., where the major components of the former were alkenes, *cis*-8-heptadecene and *cis*-9-nonadecene, and the latter, alkanes, heptadecane and nonadecane. There were 78 other components of *Y. recurvifolia* Salisb., including 8-methyl-4-hydroxymethyl-1,3,7-nonatriene and its acetate, and nonyl acetate, α -copaene, α -muurolene, nerolidol and cresol.

(Received November 29, 1979)

緒 言

ユッカ属植物の精油成分の研究として、すでにアツパキミガヨラン⁽¹⁾、イトラン⁽²⁾について報告した。本研究はその一環として、同属植物であるキミガヨラン (*Yucca recurvifolia* Salisb.) について研究を行った。

本植物は北アメリカ産のユッカの常緑木のひとつで、全体の様子は前報⁽¹⁾のアツパキミガヨランよりもひとまわり小さく感じられ、葉の下葉が著しく背曲するのが特徴的である。花は白色で直立し、外面には少し紫色の条線があり、5月、および10~11月ごろに開花する⁽³⁻⁵⁾。

キミガヨランの化学成分の研究については古くから行われ、断片的に葉、根の溶媒抽出物中にチゴゲニン、ギトゲニンなどのサボゲニンの存在することが報告⁽⁶⁻⁸⁾されているが、精油成分については報告がない。そこで著者らは、まず花の精油成分を明確にし、またユッカ属植物の花の精油構成成分について比較する目的で研究を行い知見を得たので報告する。

その結果、アツパキミガヨランではシス-8-ヘプタデセン、およびシス-9-ノナデセンの不飽和炭化水素が、またイトランではヘプタデカン、およびノナデカンの飽和炭化水素が主要成分であったのに対して、キミガヨランでは2,6,10-トリメチル-6,10-エポキシ-2,7,11-ドデカトリエン-1-オール、のセスキテルペンアルコールが主要成分であった。またテルペノイド骨核を有した炭素数11の8-メチル-4-ヒドロキシメチル-1,3,7-ノナトリエン、およびそのアセチル化体である8-メチル-4-アセトキシメチル-1,3,7-ノナトリエンの新規化合物を同定した。その他、セスキテルペン炭化水素、セスキテルペンアルコール、脂肪族アルコールとそのアセテート、および種々のアルカン類、カルボン酸類、ならびにフェノール類などの存在することを認めた。

実験材料および実験方法

1. 試料キミガヨランの花とその精油 1977年5月、東大阪市に咲いている花を採集し、生花0.53kgを水蒸気蒸留を行い、留出液をエーテル抽出して精油0.61g(収率0.115%)を得た。

† ユッカ属の精油に関する研究(第3報)。第1,2報: 文献(1), (2)。

2. 精油の各部の分別 精油 0.52 g を 5% 炭酸ナトリウム水溶液, つづいて 5% 水酸化ナトリウム水溶液で化学的な分別を行い, 中性部 0.51 g, 炭酸ナトリウム可溶部 0.03 g, および水酸化ナトリウム可溶部 0.05 g を得た.

中性部 0.50 g を活性アルミナ (300 mesh, 活性度 II) を充填したカラム (高さ 30 cm×内径 10 mm) を用い, クロマトグラフィーを行った. 展開剤として *n*-ヘキサン, ベンゼン, エチルエーテル, 酢酸エチル, エタノール, メタノールの順に, 各 80 ml を用いて溶出し, 各溶出区画は 10 ml, 8 本ずつに分けた. その結果, *n*-ヘキサン溶出区画 0.12 g, 酢酸エチル溶出区画 0.27 g, エタノール, メタノール溶出区画 0.10 g, ベンゼンおよびエチルエーテル溶出区画からは痕跡量の油状物質を得た.

3. ピーク No. 28, 39 のオゾン酸化分解とメチルエステル化 GLC 分取によって得たピーク No. 28, 39 を, それぞれ前報^(1,2)と同様の方法でオゾン酸化分解, およびメチルエステル化を行った.

4. ピーク No. 43 の水素添加 ピーク No. 43, 18 mg をエタノール 2 ml に溶解し, パラジウム-炭素 5 mg を加えて, 室温下水素を通じ, 接触水素化した.

5. 機器分析 分析用ガスクロマトグラフィーには柳本 G-8 型, 使用したカラムは PEG-20 M (20%, 5%) (3 mm×2.25 m), および SE-30 (25%) (3 mm×2.25 m), キャリヤーガスとしてヘリウムを用いた. また, 島津 GC-4C 型 PTF, 使用したカラムは OV-1 キャピラリー (0.3 mm×20 m), キャリヤーガスとして窒素を用いた. 分取用ガスクロマトグラフィーには柳本 G-800 型, 使用したカラムは PEG-20 M (25%, 20%) (3 mm×

3 m, 3 mm×2 m), キャリヤーガスとして水素を用いた. 測定温度は GC-4C 型 PTF は 50~150°C, それ以外は 60~210°C である.

赤外吸収スペクトルの測定には, 日本分光 IRA-2 型, 食塩セルを使用した.

紫外線吸収スペクトルは日立紫外スペクトル UV-323 型を用い, エタノール中で測定した.

核磁気共鳴スペクトルの測定には, 日立 R-24 型 (60 MHz) を使用し, 溶媒は四塩化炭素, 重クロロホルム, 内部標準物質として TMS を使用した.

質量スペクトルは, 島津 LKB-9000 B 型, GC-MS を使用し, MS-PAC 300 によってデータ処理を行った. 測定条件はイオン化電圧 70 eV, イオン源温度 210°C である.

6. 標準同定物質 標準同定物質は前報^(1,2)と同じものを用いた.

結果と考察

1. 精油の性状

キミガヨランの精油の性状を Table I に示す.

2. 精油の GLC

キミガヨランの GLC 測定結果を Fig. 1 に示す.

3. 中性部

n-ヘキサン溶出区画, ベンゼン溶出区画, エチルエーテル溶出区画, 酢酸エチル溶出区画, エタノール溶出区

Table I. Properties of the Essential Oil from the Flower of *Yucca recurvifolia* Salisb.

d_4^{25}	n_D^{25}	$[\alpha]_D^{25}$	A. V.	S. V.
0.9284	1.4882	+2.64°	12.38	14.56

Fig. 1. Gas Chromatogram of the Essential Oil from the Flower of *Yucca recurvifolia* Salisb. PEG-20 M 5% 3 mm×2.25 m, C. T. 60→210°C (6°C/min).

Fig. 2. Gas Chromatogram of Each Elution Part Which Were Obtained from Column Chromatography of the Neutral Part (A). (A₁), (A₂), (A₃), (A₄), (A₅), (A₆): PEG-20 M 20%, C. T. 180°C.

画, メタノール溶出区画の GLC を Fig. 2 (A₁), (A₂), (A₃), (A₄), (A₅), (A₆) に示した。

カラムクロマトグラフィーにより溶出分離した各成分は必要に応じて, GLC 分取を併用して単離を行い, IR, NMR, MS スペクトルなどの機器分析によって検討し, 標準試料, およびアツバキミガヨラン⁽¹⁾, イトラン⁽²⁾と比較して化合物を確認, または推定した。

3.1 n-ヘキサン溶出区画 Fig. 2 (A₁) に示した GLC のピーク No. 26, 28, 31, 38, 39 が主として溶出された。

これらのピークについては前報^(1,2) のアツバキミガヨラン, およびイトランの n-ヘキサン溶出されたヘプタデカン, シス-8-ヘプタデセン, C₁₇H₃₂, ノナデカン, シス-9-ノナデセンの IR, MS, およびオゾン酸化分解の同様の結果が得られたので, ピーク No. 26, ヘプタデカン, No. 28, シス-8-ヘプタデセン, No. 31, C₁₇H₃₂, No. 38, ノナデカン, No. 39, シス-9-ノナデセンであることを認めた。

さらに, 本溶出区画のフラクション No. 1, 2 に主として溶出される粘度の高い液体については, GLC で異なるカラム (PEG-20 M, OV-1) で測定すると, 飽和鎖状炭化水素特有のフラグメンテーションを示し, 前報^(1,2) のアツバキミガヨラン, イトランより得られた炭化水素と比較すると n-C₁₀H₂₂ から n-C₃₂H₆₆ の炭化水素類の存在が認められた。

3.2 ベンゼン溶出区画 Fig. 2 (A₂) に示した GLC のピーク No. 17, 19, 22, 27, 30, 33, 34 などが溶出された。それぞれ MS^(1,2) および標準試料と比較することによって, ピーク No. 17, α-コパエン, No. 19, γ-グルジュネン, No. 22, アロマデンドレン, No. 27, γ-ムロレン, No. 30, α-ムロレン, No. 33, δ-カジネン, No. 34, γ-カジネンであることを認めた。

エチルエーテル溶出区画に溶出されたものは痕跡量であったため検討しなかった。

3.3 酢酸エチル溶出区画 Fig. 2 (A₄) に示した GLC のピーク No. 9, 11, 13, 15, 18, 23, 24, 36, 37, 46, 57 などが溶出された。

ピーク No. 36 については, IR $\nu_{\text{max}}^{\text{Nujol}}$ cm⁻¹: 1740, 1230 (-OCOCH₃) の吸収が見られ, NMR $\delta_{\text{TMS}}^{\text{CDCl}_3}$: 1.60, 1.68 (each 3 H, s, CH_3), 2.00 (3 H, s, -OCOCH₃), 2.10 ~ 2.15 (4 H, m, =CH-CH₂-CH₂-), 4.62 (2 H, s, >CH₂-OCO-) のシグナルが示され, MS m/e: 208 (M⁺), 165 (3%), 148(37%), 133(40%), 105(39%), 91(22%), 79(40%), 69(90%), 43(CH₃C≡O, 100%) などのフラグメントが見られ, これはエタノール溶出区画に溶出されたピーク No. 43 のアセチル化体と考え, 8-メチル-4-アセトキシメチル-1, 3, 7-ノナトリエン [Ib] と推定し, ピーク No. 43 を無水酢酸, ビリジンによって得られたアセチル化体の IR, GLC の t_R と比較したところまったく一致した。

ピーク No. 57 については, IR $\nu_{\text{max}}^{\text{Nujol}}$ cm⁻¹: 1090 (-CH₂OH), 1070 (-O-), 1670 (H >C=C< H), 1660 (H >C=C< H), 1640, 990, 910 (>CH=CH₂) などの吸収が見られ, NMR $\delta_{\text{TMS}}^{\text{CDCl}_3}$: 1.22 (6 H, s, -CH₃, 2個),

1.57 (3 H, s, $=\text{CH}_2\text{OH}$), 1.71 (2 H, t, $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}=\text{CH}-$), 1.75 (1 H, bs, $-\text{CH}_2\text{OH}$), 1.91 (2 H, m, $=\text{C}-\text{CH}_2-$), 2.21 (2 H, d, $=\text{CH}-\text{CH}_2-\text{C}-$), 3.90 (2 H, bs, $-\text{CH}_2\text{OH}$), 4.97, 5.13 (each 1 H, m, $-\text{CH}=\text{CH}_2$), 5.38 (1 H, b, $\text{H}>\text{C}=\text{C}<$), 5.51 (2 H, m, $-\text{CH}=\text{CH}-$), 5.90 (1 H, m, $-\text{CH}=\text{CH}_2$)などのシグナルが示され, MS m/e : 236 (M^+), 71 (C_3H_7^+ , 100%), 67 (C_3H_7^+ , 83%) などのフラグメントが見られ, これらのことより, [II] に示した構造式が考えられた. NMR において, 9 位のメチレンシグナルについては, 5,6-ジヒドロ-2H-ピラン⁽⁹⁾の 5 位のメチレンシグナルが $\delta_{\text{TMS}}^{\text{CCl}_4}$: 2.08 に観測されることにより, 9 位のメチレンシグナルは, ビニル基の β 位の影響により δ 2.21 と帰属した. また, 7, 8 位の二重結合が 8, 9 位と考えた場合, 10 位のメチルは末端二重結合, および 8, 9 位の二重結合の影響により, δ 1.22 よりも低磁場シフトするものと考えられるので, [II] に示した 2,6,10-トリメチル-6,10-エポキシ-2,7,11-ドデカトリエン-1-オールと推定した.

その他のピークについては, IR および MS を測定し, GLC の t_R を標準試料と比較することにより, ピーク No. 9, 3-オクタノール, No. 11, 1-オクテン-3-オール, No. 13, 酢酸オクチル, No. 15, リナロール, No. 18, 酢酸ノニル, No. 23, 酢酸デシル, No. 24, α -ターピネオール, No. 37, 酢酸ドデシル, No. 46, ネロリドールであることを認めた.

3.4 エタノール, メタノール溶出区画 Fig. 2(A₅), (A₆) に示した GLC のピーク No. 4, 5, 7, 8, 12, 16, 21, 29, 40, 43 などが溶出された.

ピーク No. 43 については, IR $\nu_{\text{max}}^{\text{NaJol}} \text{cm}^{-1}$: 1650, 1600 (diene), 1670 ($>\text{C}=\text{C}<$), 1020 ($-\text{CH}_2\text{OH}$) の吸収が見られ, NMR $\delta_{\text{TMS}}^{\text{CCl}_4}$: 1.57 (1 H, bs, OH), 1.60, 1.68 (each 3 H, s, $-\text{CH}_3$), 2.10~2.15 (4 H, m, $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$), 4.15 (2 H, s, $-\text{CH}_2\text{OH}$), 4.93, 5.08 (each 1 H, m, $\text{CH}_2=$), 5.89 (1 H, m, $\text{CH}_2=\text{CH}-$, $J=16$ cps), 6.59 (1 H, m, $\text{CH}_2=\text{CH}-\text{CH}=\text{C}<$, $J=16$ cps), 5.16 (1 H, m, $>\text{C}=\text{C}<$) のシグナルを示し, MS m/e : 166 (M^+ , 2%), 148 (6%), 133 (11%), 105 (18%), 91 (14%), 79 (21%), 69 (CH_2^+ , 100%) などのフラグメントが見られ, このように IR より共役ジエン, NMR よりオレフィン性プロトンがかなり低磁場までシフトしており, また,

UV: λ_{EtOH} 237 nm の吸収が認められたことより, 8-メチル-4-ヒドロキシメチル-1,3,7-ノナトリエンであることを推定した. また, ピーク No. 43 を常法により, Pd/C で接触水素化を行うと, 3 モルの水素を吸収し, IR, NMR より二重結合の吸収, およびシグナルが消失し, MS m/e : 172 (M^+) が認められた. NMR $\delta_{\text{TMS}}^{\text{CDCl}_3}$: 0.84 (3 H, t, $-\text{CH}_3$), 0.90 (6 H, d, $-\text{CH}(\text{CH}_3)_2$), 1.61 (1 H, m, $>\text{CH}-\text{CH}_2\text{OH}$), 1.59 (1 H, bs, OH), 3.54 (2 H, d, $-\text{CH}_2\text{OH}$) のシグナルを示し, 2-メチル-6-ヒドロキシメチルノナンの生成を認め, このことより, ピーク No. 43 は 8-メチル-4-ヒドロキシメチル-1,3,7-ノナトリエン [Ia] であることを認めた.

ピーク No. 44 については, MS m/e : 166 (M^+ , 4%), 148 (7%), 133 (12%), 105 (16%), 91 (11%), 79 (20%), 69 (100%) などのフラグメントが見られ, これはピーク No. 43 とよく類似しており, その異性体ではないかと考えられるが, 構造を確認するには至っていない.

その他のピークについては, IR, MS および標準試料と比較することにより, ピーク No. 4, 3-メチル-1-ブタノール, No. 5, ペンタノール, No. 7, ヘキサノール, No. 8, シス-3-ヘキセン-1-オール, No. 12, ヘプタノール, No. 16, オクタノール, No. 21, ノナノール, No. 29, デカノール, No. 40, ドデカノールであることを認めた.

4. 炭酸ナトリウム可溶部

精油を常法により 5% 炭酸ナトリウム水溶液で処理して得られる炭酸ナトリウム可溶部を IR 測定すると, 1710 cm^{-1} にカルボン酸の特性吸収を認めたので, 常法によりジアゾメタンでメチルエステルとし, 標準試料の脂肪酸メチルエステルと GLC の t_R , および MS スペクトルを比較した結果, プロパン酸, ブタン酸 (n -, iso -), ペンタン酸 (n -, iso -), ヘキサン酸, オクタン酸, デカン酸, ドデカン酸, テトラデカン酸, ペンタデカン酸, ヘキサデカン酸, オクタデカン酸, シス-9-オクタデセン酸, シス-9-シス-12-オクタデカジエン酸, 9,12,15-オクタデカトリエン酸のメチルエステルを確認できたことから, 相当するおのおのの酸の存在を認めた.

5. 水酸化ナトリウム可溶部

PEG-20 M, SE-30 の 2 種の極性の異なった充填剤のカラムを用い, それぞれ GLC の t_R を標準試料と比較することにより, ピーク No. 35, グアヤコール, No. 41, フェノール, No. 42, o -クレゾール, No. 47, p -クレゾール, No. 48, m -クレゾール, No. 52, オイゲノール,

Table II. The Comparison of the Major Component of *Yucca gloriosa* L. (A), *Y. filamentosa* L. (B) and *Y. recurvifolia* Salisb. (C)

Components	(A)	(B)	(C)
Heptadecane	9.0	31.0	3.1
<i>cis</i> -8-Heptadecene	19.6	9.6	9.2
C ₁₇ H ₃₂	4.8	4.0	0.6
Nonadecane	6.1	19.5	1.7
<i>cis</i> -9-Nonadecene	29.7	13.2	12.0
8-Methyl-4-acetoxymethyl-1,3,7-nonatriene	tr.	tr.	tr.
8-Methyl-4-hydroxymethyl-1,3,7-nonatriene	0.6	0.5	9.5
2,6,10-Trimethyl-6,10-epoxy-2,7,11-dodecatrien-1-ol	5.4	1.0	39.5

No. 53, カルバクロール, および No. 58, チャビコールであることを認めた。

アツバキミガヨラン (A), イトラン (B), およびキミガヨラン (C) の主要成分の比較を Table II に示した。

(A) ではシス-9-ノナデセン, シス-8-ヘプタデセンのアルケン, (B) ではヘプタデカン, ノナデカンのアルカンが主要成分であったが, (C) では 2,6,10-トリメチル-6,10-エポキシ-2,7,11-ドデカトリエン-1-オールのスセキテルペンアルコール体が主成分であった。ま

Table III. Composition of the Essential Oil from the Flower of *Yucca recurvifolia* Salisb.

Peak No.	Components	(%)	Peak No.	Components	(%)
1	C ₁₀ H ₂₂	tr.	37	Dodecyl acetate	tr.
2	C ₁₁ H ₂₄	tr.	38	Nonadecane	1.7
3	C ₁₂ H ₂₆	tr.	39	<i>cis</i> -9-Nonadecene	12.0
4	3-Methyl-1-butanol	tr.	40	Dodecanol	0.3
5	Pentanol	tr.	41	Phenol	1.4
6	C ₁₃ H ₂₈	tr.	42	<i>o</i> -Cresol	
7	Hexanol	0.8	43	8-Methyl-4-hydroxymethyl-1,3,7-nonatriene	9.5
8	<i>cis</i> -3-Hexen-1-ol	tr.	44	Unknown	0.6
9	3-Octanol	tr.	45	C ₂₀ H ₄₂	tr.
10	C ₁₄ H ₃₀	tr.	46	Nerolidol	2.5
11	1-Octen-3-ol	tr.	47	<i>p</i> -Cresol	1.4
12	Heptanol	tr.	48	<i>m</i> -Cresol	
13	Octyl acetate	tr.	49	Unknown	1.0
14	C ₁₅ H ₃₂	0.1	50	C ₂₁ H ₄₄	0.5
15	Linalool	tr.	51	Unknown	tr.
16	Octanol	tr.	52	Eugenol	0.2
17	α -Copaene	0.1	53	Carvacrol	tr.
18	Nonyl acetate	tr.	54	C ₂₂ H ₄₆	0.1
19	γ -Gurjunene	0.6	55	Unknown	0.1
20	C ₁₆ H ₃₄	0.5	56	Unknown	tr.
21	Nonanol	tr.	57	2,6,10-Trimethyl-6,10-epoxy-2,7,11-dodecatrien-1-ol	39.5
22	Aromadendrene	tr.	58	Chavicol	6.8
23	Decyl acetate	tr.	59	Unknown	3.2
24	α -Terpineol	0.1	60	C ₂₃ H ₄₈	tr.
25	Unknown	0.6	61	C ₂₄ H ₅₀	tr.
26	Heptadecane	3.1	62	C ₂₅ H ₅₂	0.1
27	γ -Murolene	tr.	63	Unknown	2.3
28	<i>cis</i> -8-Heptadecene	9.2	64	C ₂₆ H ₅₄	tr.
29	Decanol	tr.	65	C ₂₇ H ₅₆	tr.
30	α -Murolene	0.1	66	C ₂₈ H ₅₈	tr.
31	C ₁₇ H ₃₂	0.6	67	C ₂₉ H ₆₀	tr.
32	C ₁₈ H ₃₈	0.5	68	C ₃₀ H ₆₂	tr.
33	δ -Cadinene	0.2	69	C ₃₁ H ₆₄	tr.
34	γ -Cadinene	0.1	70	C ₃₂ H ₆₆	tr.
35	Guaiaicol	tr.			
36	8-Methyl-4-acetoxymethyl-1,3,7-nonatriene	tr.			

Carboxylic acids C₃~C₁₈.

た, C_{17} , C_{19} のアルカンの存在量は 4.8%, アルケンでは 21.2% と, (A), (B) に比べてかなり減少しているように思える. とくに C_{17} のアルカンが, (A), (B) に比べて著しく少ない. (C) において, 2,6,10-トリメチル-6,10-エポキシ-2,7,11-ドデカトリエン-1-オール, および 8-メチル-4-ヒドロキシメチル-1,3,7-ノナトリエンのアルコール体が約 50% も占めており, これらの化合物が精油中から単離されたものはきわめて興味あるものと思われる.

要 約

キミガヨランの精油成分を明確にするために, 東大阪市に咲いている花部を採集し, 水蒸気蒸留を行い, その精油を化学的方法, カラムクロマトグラフィー, GLC 分取などによって単離し, GLC および機器分析などを用いて各成分の検索を行った. その結果を Table III に示した.

キミガヨランの主成分は, 2,6,10-トリメチル-6,10-エポキシ-2,7,11-ドデカトリエン-1-オール (39.5%) であり, その他脂肪族アルコールとアセテート体, セスキ

テルペン炭化水素, セスキテルペンアルコール, および種々のアルカン類, カルボン酸類, ならびにフェノール類などの存在することを認めた.

- (1) 王 旗宝, 亀岡 弘: 農化, **51**, 649 (1977).
- (2) 王 旗宝, 亀岡 弘: 農化, **52**, 607 (1978).
- (3) 上原敬二: 樹木大図説 III, 有明書房, 東京, 1959, p.1211.
- (4) 浅山英一, 太田洋愛, 二口善雄: 原色図譜園芸植物, 平凡社, 東京, 1971, p.482.
- (5) 最新園芸大辞典編集委員会: 最新園芸大辞典, 第6巻, 誠文堂新光社, 東京, 1970, p.3203.
- (6) M. E. Wall and C. S. Fewske: *Econ. Bot.*, **15**, 131 (1961).
- (7) M. B. E. Fayez and L. A. R. Sallam: *J. Chem. U. A. R.*, **8**, 103 (1965), [*C. A.*, **64**, 11283 f (1962)].
- (8) T. A. Pkheidze, E. V. Kereselidze, T. N. Kachukhashuili and E. P. Kemertelidze: *Tr. I-go Vess. Sezda Farm*, 215 (1967), [*C. A.*, **75**, 115868 e (1971)].
- (9) W. W. Simons: "The Sadtler Handbook of Proton NMR Spectra," Sadtler Research Laboratories, Inc., 1978, p.643.