- 1,7-Bis(2-hydroxy-5-methoxyphenyl)heptane (XL)** m.p. 66°. $C_{21}H_{28}O_4$ Anal. Calcd.: C, 73.22; H, 8.19. Found: C, 73.09; H, 8.32.
- 1,8-Bis(2-hydroxy-5-methoxyphenyl)octane (XLI)** m.p. 63°. $C_{22}H_{30}O_4$ Anal. Calcd.: C, 73.71; H, 8.44. Found: C, 73.38; H, 8.42.
- 1,9-Bis(2-hydroxy-5-methoxyphenyl)nonane (XLII)** m.p. 70°. $C_{23}H_{32}O_4$ Anal. Calcd.: C, 74.19; H, 8.60. Found: C, 74.10; H, 8.77.
- 1,10-Bis(2-hydroxy-5-methoxyphenyl)decane (XLIII)** m.p. 91°. $C_{24}H_{34}O_4$ Anal. Calcd.: C, 74.57; H, 8.87. Found: C, 74.48; H, 8.83.

本研究にあたり元素分析を担当されました京都大学元素分析センターの方々に感謝致します。実験の一部に御協力をいただいた藤田繁学士に深く感謝します。

京都大学薬学部

〔薬学雑誌〕
YAKUGAKU ZASSHI
86 (9) 791 ~ 796 (1966)

UDC 542.976 : 547.56.04.07

129. 掛見喜一郎, 有田隆一, 堀了平, 武仲宏: 抗酸化剤の研究(第3報^{*1})
 ω, ω' -Bis(2(3 or 4)-hydroxyphenyl)alkane 類および ω, ω' -Bis-(2-hydroxy-3(4 or 5)-methylphenyl)alkane
類の合成ならびにその抗酸化性

Kiichiro Kakemi, Takaichi Arita, Ryohei Hori, and Hiroshi Takenaka :
Studies on Antioxidants. III. Syntheses of ω, ω' -Bis(2(3 or 4)-hydroxyphenyl)alkanes and ω, ω' -Bis(2-hydroxy-3(4 or 5)-methylphenyl)alkanes and Their Antioxidant Activities.

(Faculty of Pharmaceutical Sciences, Kyoto University^{*2})

In order to elucidate the correlation between chemical structure and antioxidant effect, syntheses were systematically carried out on the phenol derivatives of ω, ω' -bis(2-hydroxyphenyl)alkanes (Ia), ω, ω' -bis(3-hydroxyphenyl)alkanes (Ib), and ω, ω' -bis(4-hydroxyphenyl)alkanes (Ic), and cresol derivatives of ω, ω' -bis(2-hydroxy-3-methylphenyl)alkanes (IIa), ω, ω' -bis(2-hydroxy-4-methylphenyl)alkanes (IIb), and ω, ω' -bis(2-hydroxy-5-methylphenyl)alkanes (IIc), with 5, 7, and 10 carbons in the chain. Compounds of Ia, IIa, and IIb series were obtained by deriving the corresponding phenols to their esters, their Fries rearrangement to hydroxyketones, and their Clemmensen reduction to the objective compounds. Compounds of Ib series were obtained from *m*-nitro derivatives by hydroxylation by the conventional method. Compounds of Ic and IIc series were obtained from the methyl ethers of the corresponding phenols by the method previously described. Antioxidant ability of these derivatives was examined and the compounds of II series with methyl group had better antioxidant activity than those of I series without the methyl group.

(Received October 21, 1965)

ω, ω' -bis(2(3or4)-hydroxyphenyl)alkane 類および ω, ω' -bis(2-hydroxy-3(4or5)-methylphenyl)alkane 類の 6 系列について炭素鎖が 5, 7, 10 個の化合物をそれぞれ系統的に合成した。すなわち前報^{*3}においてピロガロールおよびハイドロキノン誘導体の系統的合成を行ない、かなり優れた抗酸化剤が得られたため今回は化学構造と抗酸化効果との相関関係を明らかにするため、特にアルキル基の位置に注目して Chart 1 に示すようなフェノール誘

*1 第2報: 本誌, 86, 785(1966).

*2 Yoshida Shimo-adachi-cho, Sakyo-ku, Kyoto.

*3 第1, 2報: 本誌, 86, 778(1966).

Chart 1.

導体6系列について系統的合成を行なった。

なおこれら誘導体について被酸化物質としてビタミンAアセテートを用い効力試験を行なった結果、NDGA ほどの強い抗酸化能は示さなかったが、いずれの化合物もかなりの抗酸化効果が認められた。

[Ia] ω,ω' -bis(2-hydroxyphenyl)alkane, [IIa] ω,ω' -bis(2-hydroxy-3-methylphenyl)alkane, [IIb] ω,ω' -bis(2-hydroxy-4-methylphenyl)alkane 類は Chart 2 に示すごとく、フェノール、*o*-クレゾール、および *m*-クレゾール

Chart 2.

Chart 3.

とジカルボン酸クロリドからそれぞれエステルを合成し, 次いで Fries 転位を行ない ケトン類 (I~III, XXXI~XXXVI) となし, これを Clemmensen 還元法により還元して目的物を得た.

次に [Ib] ω, ω' -bis(3-hydroxyphenyl)alkane 類は Chart 3 に示すごとくベンゼンとジカルボン酸クロリドを Friedel-Crafts 反応により縮合して VII~K を得る. これを発煙硝酸でニトロ化し, 次いで塩化第一スズで還元して XIII~XV となし, ジアゾ化, および加水分解を経て XVI~XVIII とした後, Clemmensen 還元して目的物 (XIX~XXI) を得た.

ω, ω' -bis(4-hydroxyphenyl)alkane [Ic] 類は Chart 4 に示すようにアニソールとジカルボン酸クロリドを

TABLE I. Antioxidant Activity

	Residual vitamin A acetate (3 hr.)			Residual vitamin A acetate (3 hr.)		
	<i>o</i>	<i>m</i>	<i>p</i>	<i>o</i>	<i>m</i>	<i>p</i>
$n = 5$	69%	65%	66%	70%	69%	69%
$n = 7$	63	63	62	65	67	66
$n = 10$	68	70	70	70	69	68
control.....	50%					
(NDGA.....)	76%					
(BHT.....)	72%					

Friedel-Crafts 反応によって縮合して XXII~XXIV となし, これを接触還元した後脱メチル化して目的物 (XXVIII~XXX) を得た. なお ω, ω' -bis(2-hydroxy-5-methylphenyl)alkane [IIc] 類は *p*-位にメチルが存在するため Friedel-Crafts 反応の時メトキシ基に対して *o*-位に縮合するが以下全く [Ic] 類と同じ方法により [IIc] 類が得られる.

効力試験 前報³と同様にグラスセル法により行なった. 抗酸化剤を添加しない場合, ならびに比較として用いた NDGA, および今回合成した化合物のうち [IIc] の $n=10$ をそれぞれ添加した時の vitamin A acetate の経時変化を Fig. 1 に示す. また Fig. 1 に示すように抗酸化剤を添加しない場合 vitamin A acetate は3時間後に 50% 分解される. よって合成した各化合物を添加した場合について3時間後の vitamin A

Fig. 1. Antioxidant Activity on Vitamin A acetate

acetate 残存率を測定し比較したのが Table I であり、これら〔I〕類および〔II〕類はいずれも抗酸化能を有していることが認められた。

実 験 の 部^{*4}

〔Ia〕 ω, ω' -Bis(2-hydroxyphenyl)alkane 類 (IV~VI) の合成 ω, ω' -Bis(2-hydroxybenzoyl)alkanes (I~III) フェノール (2 mole) にグルタル酸、ピメリン酸、およびセバチン酸の酸クロリド (1 mole) を室温で攪拌しながら徐々に滴下する。塩酸ガスの発生がやや弱まってから、次第に温度を上げ 100° で約 2 hr. 加熱攪拌しエステル化を完結させる。ここに得られたエステル類 (1 mole) を四塩化エタンに溶解し、あらたに粉末にした AlCl_3 (2.2 mole) を加え約 1 hr. 室温で攪拌反応した後、徐々に温度を上げ油浴中で 150~180° に加熱して Fries 転位を行なう。冷後水と濃塩酸で分解した後水蒸気蒸留により溶媒を留去する。残渣の褐色固形物を水洗後、少量の EtOH で洗浄し、ついで *p*-位に転位した異性体を分離するため結晶を一度ベンゼンに溶解し、これを Varma 等の方法³⁾により 1~2% NaOH 水溶液で数回洗浄する。ベンゼンを留去し残渣を EtOH から再結晶すれば目的物 I~III が得られる。収率 15~20%。

1,3-Bis(2-hydroxybenzoyl)propane (I) m.p. 102° 文献記載値²⁾と一致。

1,5-Bis(2-hydroxybenzoyl)pentane (II) m.p. 90° $\text{C}_{19}\text{H}_{20}\text{O}_4$ Anal. Calcd.: C, 73.06; H, 6.45. Found: C, 72.81; H, 6.36.

1,8-Bis(2-hydroxybenzoyl)octane (III) m.p. 103° 文献記載値³⁾と一致。

ω, ω' -Bis(2-hydroxyphenyl)alkanes (IV~VI) 前報^{*1}と同様に Clemmensen-Martin 法により還元した。すなわち I~III 5 g. に Zn-Hg 20 g., 水 20 ml., 濃 HCl 25 ml. およびトルエン 25 ml. を加え FeCl_3 反応が陰性になるまで加熱、還流、攪拌する。なお再結晶 (ベンゼン-リグロイン) による精製は著しく困難なため蒸留により精製した。収率 60~70%。

1,5-Bis(2-hydroxyphenyl)pentane (IV) m.p. 85° $\text{C}_{17}\text{H}_{20}\text{O}_2$ Anal. Calcd.: C, 79.65; H, 7.86. Found: C, 79.52; H, 8.02.

1,7-Bis(2-hydroxyphenyl)heptane (V) m.p. 72° $\text{C}_{19}\text{H}_{24}\text{O}_2$ Anal. Calcd.: C, 80.24; H, 8.51. Found: C, 79.98; H, 8.67.

1,10-Bis(2-hydroxyphenyl)decane (VI) m.p. 82° $\text{C}_{22}\text{H}_{30}\text{O}_2$ Anal. Calcd.: C, 80.93; H, 9.26. Found: C, 80.83; H, 9.12.

〔Ib〕 ω, ω' -Bis(3-hydroxyphenyl)alkane (XIX~XXI) 類の合成 Dibenzoyl alkanes (VII~IX) Fuson⁵⁾の方法によって合成した。EtOH より再結晶する。1,3-dibenzoylpropane (VII) m.p. 68° (文献記載値⁴⁾と一致), 1,5-dibenzoylpentane (VIII) m.p. 69° (文献記載値⁴⁾と一致), 1,8-dibenzoyloctane (IX) m.p. 95°。

ω, ω' -Bis(3-nitrobenzoyl)alkanes (X~XII) 発煙硝酸 ($d=1.52$) 84 ml. に -5° で少量ずつジケトン (VII~IX) 20 g. を 30~45 min. で加え、なお 30 min. 0° で攪拌反応させた後、氷水中に注ぎ、析出した結晶を濾取し、水洗、乾燥後、ベンゼンから再結晶する。淡黄色針状結晶。収率 25~30%。

1,3-Bis(3-nitrobenzoyl)propane (X) m.p. 162° $\text{C}_{17}\text{H}_{14}\text{O}_6\text{N}_2$ Anal. Calcd.: C, 59.65; H, 4.12; N, 8.18. Found: C, 59.91; H, 4.39; N, 8.23.

1,5-Bis(3-nitrobenzoyl)pentane (XI) m.p. 147° $\text{C}_{19}\text{H}_{18}\text{O}_6\text{N}_2$ Anal. Calcd.: C, 61.61; H, 4.90; N, 7.56. Found: C, 61.85; H, 5.07; N, 7.81.

1,8-Bis(3-nitrobenzoyl)octane (XII) m.p. 156° $\text{C}_{22}\text{H}_{24}\text{O}_6\text{N}_2$ Anal. Calcd.: C, 64.06; H, 5.87; N, 6.79.

ω, ω' -Bis(3-aminobenzoyl)alkanes (XIII~XV) ニトロケトン類 (X~XII) 0.1 mole を AcOH 60 ml. に懸濁し、これに $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 0.78 mole を濃塩酸 200 ml. に溶解して 1 度に加えてよく振とうする。急激に温度が上昇するため 90° 以上にならないように水冷する。白色結晶が次第に析出する。冷後これを濾取し濃塩酸で洗浄後 NaOH 水溶液でスズの複塩を分解すれば遊離のアミノケトン類 (XIII~XV) が得られる。EtOH より再結晶する。収率 80~90%。

1,3-Bis(3-aminobenzoyl)propane (XIII) m.p. 125° $\text{C}_{17}\text{H}_{18}\text{O}_2\text{N}_2$ Anal. Calcd.: C, 72.32; H, 6.43, N, 9.92. Found: C, 72.24; H, 6.69; N, 9.83.

1,5-Bis(3-aminobenzoyl)pentane (XIV) m.p. 91° $\text{C}_{19}\text{H}_{22}\text{O}_2\text{N}_2$ Anal. Calcd.: C, 73.52; H, 7.14; N, 9.03. Found: C, 73.62; H, 7.17; N, 9.01.

1,8-Bis(3-aminobenzoyl)octane (XV) m.p. 108° $\text{C}_{22}\text{H}_{28}\text{O}_2\text{N}_2$ Anal. Calcd.: C, 74.96; H, 8.01; N,

*4 融点は未補正。

1) M. A. Stahmann: J. Biol. Chem., **138**, 529 (1941).

2) H. Dorn, W. Treibs: Chem. Ber., **88**, 834 (1955).

3) J. P. Varma, J. S. Aggarwal: J. Indian Chem. Soc., **36**, 44 (1959).

4) 小竹無二雄監修, “大有機化学”, **9**, 361 (1958).

5) R. C. Fuson, Joseph J. Walker: “Org. Syntheses,” Coll. II 169 (1948).

7.95. Found: C, 75.26; H, 8.21; N, 7.70.

ω,ω' -Bis(3-hydroxybenzoyl)alkanes (XVI~XVIII) アミノケトン体 (XIV) 7.5 g. を 6*N* H₂SO₄ 75 ml. に 1 度加温して溶解し, 5° に冷却後, 攪拌しながら NaNO₂ 3.8 g. の水溶液を滴下する. 1 hr. そのまま反応させた後, 沸とう 10% H₂SO₄ 水溶液中に注いで加水分解する. 冷後褐色析出物をベンゼンで数回抽出し, ベンゼン留去後, 残渣を活性炭処理して EtOH-H₂O より再結晶する. 収率 40~50%.

1,3-Bis(3-hydroxybenzoyl)propane (XVI) m.p. 152°. C₁₇H₁₆O₄ Anal. Calcd.: C, 71.82; H, 5.67. Found: C, 71.52; H, 5.55.

1,5-Bis(3-hydroxybenzoyl)pentane (XVII) m.p. 136°. C₁₉H₂₀O₄ Anal. Calcd.: C, 73.06; H, 6.45. Found: C, 73.35; H, 6.51.

1,8-Bis(3-hydroxybenzoyl)octane (XVIII) m.p. 164°. C₂₂H₂₆O₄ Anal. Calcd.: C, 74.55; H, 7.39. Found: C, 74.75; H, 7.35.

ω,ω' -Bis(3-hydroxyphenyl)alkanes (XIX~XXI) [Ia] の場合と同様に Clemmensen-Martin 法により XVI~XVIII を還元し, 生成物は蒸留法によって精製した.

1,5-Bis(3-hydroxyphenyl)pentane [XIX] b.p._{0.1} 200~210°. C₁₇H₂₀O₂ Anal. Calcd.: C, 79.65; H, 7.86. Found: C, 79.74; H, 7.62.

1,7-Bis(3-hydroxyphenyl)heptane [XX] b.p._{0.1} 190~200°. C₁₉H₂₄O₂ Anal. Calcd.: C, 80.24; H, 8.51. Found: C, 80.33; H, 8.42.

1,10-Bis(3-hydroxyphenyl)decane [XXI] m.p. 62°. C₂₂H₃₀O₂ Anal. Calcd.: C, 80.93; H, 9.26. Found: C, 80.89; H, 9.04.

[Ic] ω,ω' -Bis(4-hydroxyphenyl)alkane 類 (XXVIII~XXX) の合成 **ω,ω' -Bis(4-methoxybenzoyl)alkanes (XXII~XXIV)** 前報^{*1} と同様にアニゾールと酸クロリドを Friedel-Crafts 反応により縮合し合成した. 収率 80~90%.

1,3-Bis(4-methoxybenzoyl)propane (XXII) m.p. 99° (文献記載値⁹⁾と一致).

1,5-Bis(4-methoxybenzoyl)pentane (XXIII) m.p. 100°. C₂₁H₂₄O₄ Anal. Calcd.: C, 74.09; H, 7.11. Found: C, 74.24; H, 7.11.

1,8-Bis(4-methoxybenzoyl)octane (XXIV) m.p. 120° (文献記載値⁶⁾と一致).

ω,ω' -Bis(4-methoxyphenyl)alkanes (XXV~XXVII) 前報^{*1} と同様に XXII~XXIV を接触還元法により還元し, 精製することなくそのままつぎの脱メチル化反応に用いた. 収率はほとんど定量的. XXV, XXVI は oil. XXVII m.p. 70° (文献記載値⁶⁾と一致).

ω,ω' -Bis(4-hydroxyphenyl)alkanes (XXVIII~XXX) 前報^{*3} と同様に AcOH 溶媒中臭化水素酸で XXV~XXVII を脱メチル化して得られる.

1,5-Bis(4-hydroxyphenyl)pentane (XXVIII) m.p. 105° (文献記載値^{6,7)}と一致).

1,7-Bis(4-hydroxyphenyl)heptane (XXIX) m.p. 98° (文献記載値⁷⁾と一致).

1,10-Bis(4-hydroxyphenyl)decane (XXX) m.p. 138° (文献記載値^{6,7)}と一致).

[IIa] ω,ω' -Bis(2-hydroxy-3-methylphenyl)alkane 類 (XXXVII~XXXIX) および [IIb] ω,ω' -Bis(2-hydroxy-4-methylphenyl)alkane 類 (XL~XLII) の合成

ω,ω' -Bis(2-hydroxy-3-methylbenzoyl)alkanes (XXXI~XXXIII), ω,ω' -Bis(2-hydroxy-4-methylbenzoyl)alkanes (XXXIV~XXXVI) [Ia] と同様に *o*-クレゾール, *m*-クレゾールと酸クロリドからエステルを合成し, Fries 転位により合成した. ただし収率が XXXI~XXXIII は 15~20% であるのに対し XXXIV~XXXVI の収率が 70~80% と高いのはメチル基の位置の影響により *p*-位に縮合する異性体の生成が少ないためである.

1,3-Bis(2-hydroxy-3-methylbenzoyl)propane (XXXI) m.p. 105°. C₁₉H₂₀O₄ Anal. Calcd.: C, 73.06; H, 6.45. Found: C, 73.13; H, 6.44.

1,5-Bis(2-hydroxy-3-methylbenzoyl)pentane (XXXII) m.p. 76°. C₂₁H₂₄O₄ Anal. Calcd.: C, 74.09; H, 7.11. Found: C, 73.89; H, 7.14.

1,8-Bis(2-hydroxy-3-methylbenzoyl)octane (XXXIII) m.p. 107° (文献記載値³⁾と一致)

1,3-Bis(2-hydroxy-4-methylbenzoyl)propane (XXXIV) m.p. 180°. C₁₉H₂₀O₄ Anal. Calcd.: C, 73.06; H, 6.45. Found: C, 73.18; H, 6.39.

1,5-Bis(2-hydroxy-4-methylbenzoyl)pentane (XXXV) m.p. 127°. C₂₁H₂₄O₄ Anal. Calcd.: C, 74.09; H, 7.11. Found: C, 74.10; H, 7.07.

1,8-Bis(2-hydroxy-4-methylbenzoyl)octane (XXXVI) m.p. 121° (文献記載値³⁾と一致)

ω,ω' -Bis(2-hydroxy-3-methylphenyl)alkanes (XXXVII~XXXIX), ω,ω' -Bis(2-hydroxy-4-methylphenyl)-

8) F. D. Thomas II, M. Shamma, W. C. Fernelius: J. Am. Chem. Soc., 80, 5864 (1958).

9) M. Lipp, F. Dallacker, S. Munnes: Ann., 618, 112 (1958).

6) E. M. Richardson, E. E. Reid: J. Am. Chem. Soc., 62, 413 (1940).

7) J. F. Miquel, E. H. Barany, W. Muller: Arch. Intern. Pharmacodynamie, 117, 262 (1958).

alkanes (XL~XLII) [Ia] の場合と同様に Clemmensen-Martin 法により XXXI~XXXVI を還元し、生成物は蒸留法によって精製した。

1,5-Bis(2-hydroxy-3-methylphenyl)pentane (XXXVII) m.p. 93°. $C_{19}H_{24}O_2$ Anal. Calcd.: C, 80.24; H, 8.51. Found: C, 80.51; H, 8.74.

1,7-Bis(2-hydroxy-3-methylphenyl)heptane (XXXVIII) m.p. 93°. $C_{21}H_{28}O_2$ Anal. Calcd.: C, 80.73; H, 9.03. Found: C, 80.87; H, 9.23.

1,10-Bis(2-hydroxy-3-methylphenyl)decane (XXXIX) m.p. 79°. $C_{24}H_{34}O_2$ Anal. Calcd.: C, 81.31; H, 9.67. Found: C, 81.06; H, 9.55.

1,5-Bis(2-hydroxy-4-methylphenyl)pentane (XL) m.p. 122°. $C_{19}H_{24}O_2$ Anal. Calcd.: C, 80.24; H, 8.51. Found: C, 80.09; H, 8.43.

1,7-Bis(2-hydroxy-4-methylphenyl)heptane (XLI) m.p. 131°. $C_{21}H_{28}O_2$ Anal. Calcd.: C, 80.73; H, 9.03. Found: C, 80.77; H, 9.09.

1,10-Bis(2-hydroxy-4-methylphenyl)decane (XLII) m.p. 101.*⁵ $C_{24}H_{34}O_2$ Anal. Calcd.: C, 81.31; H, 9.67. Found: C, 81.55; H, 9.47.

[IIc] ω, ω' -Bis(2-hydroxy-5-methylphenyl)alkane 類 (XLVI~XLVIII) の合成 ω, ω' -Bis(2-methoxy-5-methylbenzoyl)alkanes (XLIII~XLV) 前報*³ と同様に *p*-クレゾールメチルエーテルと酸クロリドをFriedel-Crafts 反応により縮合し合成した。収率 50~70%。

1,3-Bis(2-methoxy-5-methylbenzoyl)propane (XLIII) m.p. 69°. $C_{21}H_{24}O_4$ Anal. Calcd.: C, 74.09; H, 7.11. Found: C, 73.88; H, 7.00.

1,5-Bis(2-methoxy-5-methylbenzoyl)pentane (XLIV) m.p. 82°. $C_{21}H_{24}O_4$ Anal. Calcd.: C, 74.97; H, 7.66. Found: C, 75.22; H, 7.51.

1,8-Bis(2-methoxy-5-methylbenzoyl)octane (XLV) m.p. 88°. $C_{26}H_{34}O_4$ Anal. Calcd.: C, 76.06; H, 8.34. Found: C, 75.90; H, 8.44.

ω, ω' -Bis(2-hydroxy-5-methylphenyl)alkane (XLVI~XLVIII) [Ic] 類と同様に XLIII~XLV を接触還元法により還元し、これを AcOH 溶媒中臭化水素酸で脱メチル化して目的物 XLVI~XLVIII を得た。

1,5-Bis(2-hydroxy-5-methylphenyl)pentane (XLVI) m.p. 105°. $C_{19}H_{24}O_2$ Anal. Calcd.: C, 80.24; H, 8.51. Found: C, 79.95; H, 8.51.

1,7-Bis(2-hydroxy-5-methylphenyl)heptane (XLVII) m.p. 104°. $C_{21}H_{28}O_2$ Anal. Calcd.: C, 80.73; H, 9.03. Found: C, 81.02; H, 8.88.

1,10-Bis(2-hydroxy-5-methylphenyl)decane (XLVIII) m.p. 46.*⁶ $C_{24}H_{34}O_2$ Anal. Calcd.: C, 81.31; H, 9.67. Found: C, 81.23; H, 9.83.

本研究にあたり元素分析を担当されました京都大学元素分析センターの方々に感謝致します。実験の一部に御協力をいただいた奥田正三学士に深く感謝します。

京都大学薬学部

*⁵ 文献 3) で 79° と報告。

*⁶ 文献 3) は 88° と報告しているが XLV を脱メチル化して得た オキシケトン は m.p. 127° で文献 8) と一致したが文献 3) の m.p. 110.5° の物質は得られなかった。