บทที่ 2

การทดลอง

2.1 วิธีการทดลอง

2.1.1 Thin layer chromatography (TLC)

ใช้ silica gel 60 GF_{254} ของบริษัท E.Merck, Darmstadt เป็น adsorbent สำหรับเตรียม chromatoplates โดยใช้ silica gel 40 กรัม ต่อน้ำกลั่น 80 ซม^3 เขย่าให้เป็น slurry เทใส่ใน spreader ซึ่งปรับให้มีความหนา 0.25 มม. coat บนแผ่นแก้วขนาด 20 x 20 ซม. จะได้ chromatoplates จำนวน 6 แผ่น ทิ้งไว้ให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง แล้วจึงนำไปอบที่อุณหภูมิ 110° เป็นเวลา 1 ชม. เก็บไว้ใน desiccator เพื่อสำหรับใช้ทำ TLC

ในการทำ TLC ละลายสารในตัวทำละลายที่ดีที่สุด spot บน chromatoplate ด้วยหลอด capillary ให้ห่างจากขอบล่างประมาณ 3 ซม. แต่ละ spot ห่างกันประมาณ 1.5 ซม. เมื่อ spot แห้งแล้วจุ่ม chromatoplate ลงไปใน tank ที่ถูกทำให้อิ่มตัวด้วยไอของตัวทำละลายประมาณ 150 ซม^3 system ของตัวทำละลายที่ใช้คือ ether : hexane 3 : 7 (อัตราส่วนโดยปริมาตร) และ BuOH : EtOH : H_2O 9 : 1 : 2 (อัตราส่วนโดยปริมาตร) ปล่อยให้ตัวทำละลายซึมขึ้นไปจนได้ระดับห่างจากขอบบน 1 ซม. จึงเอา plate ออกจาก tank ทำให้แห้ง แล้วนำ plates ไปตรวจล่อบด้วยแสง UV ที่ความยาวคลื่น 254 nm. บริเวณที่มีสารจะเห็นเป็น spot ต่าง ๆ และเมื่อนำ plate นี้ไปใส่ใน tank ที่มี iodine บรรจุอยู่ บริเวณที่มีสารจะดูด iodine ทำให้เห็นเป็น spot ต่าง ๆ สีเหลือง-น้ำตาล

2.1.2 Column chromatography

column ที่ใช้เป็นหลอดแก้วขนาดสม่ำเสมอ เส้นผ่าศูนย์กลาง 4 ซม. ยาว 60 ซม. ปลายข้างหนึ่งเรียวเล็กต่อกับสายยางที่มี clip สำหรับเปิดปิด เตรียม column โดยใช้ aluminium oxide 90 หรือ silica gel 60 ของบริษัท E. Merck, Darmstadt เป็น

adsorbent ปริมาณ adsorbent ที่ใช้ต่อสารที่ต้องการแยกเป็น 20 : 1 โดยน้ำหนัก ก่อนที่จะบรรจุตัวทำละลายใน column ใส่สำลีลงไปที่ปลาย column แล้วใส่ตัวทำละลายลงไป 2 ใน 3 ของความยาว column ค่อย ๆ ใส่ adsorbent ลงไปทีละน้อยจนหมด รอจนผิว adsorbent ไม่ลดตัวลงไปอีก เปิด clip ให้ตัวทำละลายค่อย ๆ ไหลออกจนเหลือตัวทำละลายพอดีกับผิว adsorbent จึงค่อย ๆ เทสารที่ต้องการแยกลงไป แล้ว elute ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ ตามต้องการ

หอสมุดกลาง สถาบันวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

2.1.3 Preparative thin layer chromatography (PTLC)

silica gel 60 GF_{254} ของบริษัท E. Merck, Darmstadt เป็น adsorbent เตรียม chromatoplates โดยใช้ silica gel 60 กรัม เติมน้ำกลั่นลงไป 110 ซม^3 เขย่าให้เข้ากัน เทใส่ใน Desaga spreader ซึ่งปรับให้มีความหนา 0.75 มม. coat บนแผ่นแก้วขนาด 20 x 20 ซม. ได้ chromatoplates 3 แผ่น ตั้งทิ้งให้แห้ง นำไปอบที่อุณหภูมิ 110° ประมาณ 1.5 - 2 ชม. แล้วเก็บใน desiccator เพื่อใช้สำหรับทำ PTLC

ในการทำ PTLC นั้น ละลายสารด้วยตัวทำละลายที่ดี ใช้หลอดหยดซึ่งดึงปลายหลอดให้เล็ก ใส่สำลีอุดปลายหลอดให้สำลีโผล่ออกมาเล็กน้อย สำหรับใส่สารลงบน chromatoplate ให้เป็นแถบที่เล็กที่สุด แต่ละ chromatoplate ให้มีสารจำนวน 30 มก. แล้วนำไปใส่ใน tank ซึ่งมี ether : hexane 3 : 7 (อัตราส่วนโดยปริมาตร) บรรจุอยู่ เมื่อตัวทำละลายขึ้นไปสูงถึงระดับที่ต้องการ เอา plate ออกไปทำให้แห้ง นำไปตรวจสอบด้วยแสง UV ที่ความยาวคลื่น 254 nm บริเวณที่มีสารจะเห็นเป็นแถบทึบแสง ขูด silica gel ตรงแถบทึบแสงที่ต้องการ นำไปสกัดด้วยตัวทำละลายที่ดีที่สุด

2.1.4 เครื่องมือและเคมีภัณฑ์

ตัวทำละลายที่ใช้ได้แก่ hexane (commercial grade bp. 64-66°), ether, chloroform, methyl alcohol ฯลฯ ถ้าหากไม่ใช่ชนิด reagent grade ต้องนำมากลั่นก่อนใช้

การหาจุดหลอมเหลวใช้ Fisher Johns melting point apparatus

UV spectra บันทึกด้วยเครื่องมือ Model 124 Double Beam Grating Spectrophotometer และ Recorder Model 56 ของบริษัท Perkin-Elmer

IR spectra บันทึกด้วยเครื่องมือ Unicam Spectrophotometer Model 3P200B ของบริษัท Unicam Instrument Ltd. Cambridge

^{1}H NMR spectra บันทึกที่ 60 MHz ด้วยเครื่องมือ Spectrometer Model S-60T ของบริษัท Varian Associate Palo Alto ตัวทำละลายที่ใช้คือ CCl_4, $CDCl_3$ (TMS เป็น internal standard) และ D_2O ส่งไปทำที่มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์และมหิดล

^{13}C proton noise decoupled spectrum และ ^{13}C off-resonance decoupled spectrum บันทึกที่ 22.5 MHz ด้วยเครื่องมือ Spectrometer Model CFT-20 ของบริษัท Varian Associate Palo Alto ละลายสารตัวอย่างใน D_2O ส่งไปทำที่ประเทศเดนมาร์ก

Mass spectra บันทึกด้วยเครื่องมือ Micromass Model E7070 ส่งไปทำที่ประเทศเดนมาร์ก

การวิเคราะห์เปอร์เซ็นต์ธาตุ ส่งไปทำที่ Australian Microanalytical Service ประเทศออสเตรเลีย

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

2.2 การสกัด (Extraction)

สกัดดอกประยงค์ที่ตากแห้งและบดละเอียดด้วย hexane และ methyl alcohol ตามลำดับด้วยเครื่อง soxhlet ใช้เวลาสกัดครั้งละประมาณ 1 สัปดาห์ กรองสารละลายที่สกัดได้ นำไประเหยด้วยเครื่อง rotary evaporator ที่อุณหภูมิ 70^{o} ซ. จนเหลือสารละลายประมาณ 150 ซม^{3} แล้วนำไประเหยให้แห้งบน water bath จะได้ crude จากส่วนที่สกัดด้วยตัวทำละลายดังกล่าวข้างบน crude จากการสกัดด้วย hexane มีลักษณะ semisolid สีเหลืองปนน้ำตาล ส่วน crude จากการสกัดด้วย methyl alcohol มีลักษณะเป็นของเหลวข้นเหนียวสีดำ กลิ่นหอมฉุน ผลการสกัดแสดงในตารางที่ 2

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 1 การสกัดสารจากดอกประยงค์

น้ำหนักดอกประยงค์		ปริมาตรตัวทำละลาย	hexane		methyl alcohol	
สด (กก.)	แห้ง (ก.)	(ลิตร)	นน.สารที่สกัด (ก.)	เปอร์เซ็นต์	นน.สารที่สกัด (ก.)	เปอร์เซ็นต์
1.0	571.8	4.0	11.5	2.0	40.6	8.7
1.2	700.0	4.0	14.63	2.0	70.64	10.1
1.5	834.4	4.0	16,3	2.0	78.83	9.5
2.1	1,392.5	4.0	44.0	3.2	107.8	7.7

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

2.3 การแยกสาร (Separation) และการทำสารให้บริสุทธิ์ (Purification)

การแยกสารจากดอกประยงค์ ได้ทำการทดลองเป็น 2 ส่วน คือ ส่วนที่สกัดด้วย hexane กับส่วนที่สกัดด้วย methyl alcohol

2.3.1 สารส่วนที่สกัดด้วย hexane

นำเอาสารนี้ไปแยกออกเป็น fraction ต่าง ๆ ด้วยวิธี column chromatography ใช้ silica gel 60 และ alumina ตามที่กล่าวมาแล้วเป็น adsorbent แล้ว elute ด้วยตัวทำละลายต่าง ๆ ดังนี้ hexane, ether : hexane ซึ่งมีอัตราส่วน 1 : 19, 1 : 9, 1 : 7, 1 : 4, 1 : 1 และ 3 : 1 (โดยปริมาตร) chloroform, acetone และ methyl alcohol เก็บ eluate ที่ออกมา fraction ละ 250 ซม^3 นำสารละลายที่ได้แต่ละ fraction ไปกลั่นเอาตัวทำละลายออก จนเหลือสารในขวดกลั่นประมาณ 20 ซม^3 เทใส่ใน conical flask ตั้งทิ้งไว้ให้ตกผลึก ใช้ TLC ตรวจสอบสารแต่ละ fraction แล้วรวมเข้าไว้เป็นพวก ๆ ผลตามตารางที่ 2.1 และ 2.2

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 2.1 การแยกสารโดยใช้ silica gel column เส้นผ่าศูนย์กลาง 4 ซม. silica จำนวน 600 กรัม pack ได้ยาว 70 ซม. น้ำหนัก crude hexane extracts ที่ใช้ = 30 กรัม

Eluent (อัตราส่วนโดยปริมาตร)	จำนวน fraction fraction ละ 250 ซม.^{3}	ลักษณะสาร	น้ำหนัก (กรัม)
hexane	1 - 7	semisolid ไม่มีสี	5.89
ether:hexane 1 : 19	8 - 18	น้ำมันสีเหลือง	6.77
ether:hexane 1 : 9	19 - 24	ผลึกรูปกลมสีขาวปนน้ำมันสีเหลือง	1.41
ether:hexane 1 : 7	25 - 31	ผลึกรูปเข็มสีขาวปนน้ำมันสีเหลือง	2.58
ether:hexane 1 : 4	32 - 37	น้ำมันสีเหลือง	0.77
ether:hexane 1 : 1	38 - 44	น้ำมันสีเหลือง	0.10
ether:hexane 3 : 1	45 - 51	น้ำมันสีเหลือง	0.04
chloroform	52 - 58	น้ำมันสีน้ำตาล	0.51
acetone	60 - 64	น้ำมันสีน้ำตาล	1.33
methyl alcohol	65 - 74	น้ำมันสีน้ำตาล	0.33
รวม	74		17.73

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 2.2 การแยกสารโดยใช้ Alumina column เส้นผ่าศูนย์กลาง 4 ซม. Alumina จำนวน 480 กรัม pack ได้ยาว 44 ซม. น้ำหนัก crude hexane extracts ที่ใช้ = 16 กรัม

Eluent (อัตราส่วนโดยปริมาตร)	จำนวน fraction fraction ละ 250 ซม^3	ลักษณะสาร	น้ำหนัก (กรัม)
hexane	1 - 7	semisolid	5.22
ether:hexane 1 : 19	8 - 18	ผลึกรูปกลมสีขาวปนน้ำมันสีเหลือง	0.50
ether:hexane 1 : 9	19 - 24	น้ำมันสีเหลือง	0.36
ether:hexane 1 : 7	25 - 31	ผลึกรูปเข็มสีขาวปนน้ำมันสีเหลือง	0.21
ether:hexane 1 : 4	32 - 37	น้ำมันสีเหลือง	0.30
ether:hexane 1 : 1	38 - 44	น้ำมันสีเหลือง	0.17
ether:hexane 3 : 1	45 - 51	น้ำมันสีเหลือง	0.16
chloroform	52 - 58	น้ำมันสีน้ำตาล	0.51
acetone	60 - 64	น้ำมันสีน้ำตาล	0.15
methyl alcohol	65 - 74	น้ำมันสีน้ำตาล	0.15
รวม	74		7.73

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

นำสารใน fraction ต่าง ๆ ที่ได้จากตารางที่ 2.1 ไปทำให้บริสุทธิ์ดังนี้

ก. hexane fraction

นำสารที่ได้จาก fraction นี้ไปทำ column chromatography อีกครั้งหนึ่งโดยใช้ alumina เป็น adsorbent แล้วelute ด้วย hexane แยกเป็น fraction ต่าง ๆ เก็บสารละลาย fraction ละ 50 ซม^3 จะได้ยองแย็งไม่มีสี mp.45° ออกมาใน fraction 2,3,4 รวม 50 มิลลิกรัม (% yield = 0.2 จากส่วนที่สกัดด้วย hexane 30 กรัม)

ข. ether:hexane 1:9 fraction

นำสารที่ได้จาก fraction นี้ไปตกผลึกหลาย ๆ ครั้ง ด้วย hexaneจะได้ผลึกสีขาว รูปกลม mp. 80-81° หนัก 23.2 มิลลิกรัม (%yield = 0.1 จากส่วนที่สกัดด้วย hexane 30 กรัม)

หอสมุดกลาง สถาบันวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ค. ether:hexane 1:7 fraction

นำสารที่ได้จาก fraction นี้ไปตกผลึกด้วย hexane จะได้ผลึกรูปเข็มสีขาว mp. 135-137° หนัก 26.9 มิลลิกรัม (% yield = 0.1 จากส่วนที่สกัดด้วย hexane 30 กรัม)

ง. ether:hexane 1:9, 1:7, 1:4, 1:1และ3:1 fraction

รวมน้ำมันที่ได้จาก fraction ของether:hexane ตามข้างบนนี้เข้าด้วยกัน ทำการแยกโดยวิธี PTLC ยูด silica gel band ที่มี RF 0.4 (ether:hexane 3 : 7) นำไปสกัดด้วย methyl alcohol : chloroform 1:9 จำนวน 3 ครั้ง ๆ ละ 50 ซม^3 กรองสารละลายที่ได้ นำไประเหยบน water bath จนแห้ง จะได้น้ำมันสีเหลืองหนัก 172.7 มิลลิกรัม (% yield = 0.6 จากส่วนที่สกัดด้วย hexane 30 กรัม)

2.3.2 สารส่วนที่สกัดด้วย methyl alcohol

ละลายสารส่วนนี้จำนวน 71 กรัม ต่อน้ำกลั่น 150 ซม^3 นำสารละลายที่ได้ไปสกัดด้วย n-butyl alcohol จำนวน 75 ซม^3 หลาย ๆ ครั้ง จนกระทั่งสารละลายในชั้น n-butyl alcohol ไม่มีสี รวมสารละลายสีแดงเข้มเกือบดำที่สกัดได้เข้าด้วยกันทำให้ปราศจากน้ำด้วย anhydrous sodium sulfate กรอง แล้วนำไประเหยให้แห้งจะได้ crude หนัก 12 กรัม ส่วนสารละลายในชั้นน้ำมีสีดำ กรอง นำไประเหยให้แห้งได้ crude หนัก 49 กรัม

ใช้ methyl alcohol ร้อนครั้งละ 50 ซม^3 ละลาย crude ที่ได้จากขั้นน้ำหลาย ๆ ครั้ง จนกระทั่งสารละลาย methyl alcohol ไม่มีสี รวมสารละลายที่กรองได้ทั้งหมด นำไประเหยบน water bathจนเหลือสารละลาย 100 ซม^3 ตั้งทิ้งไว้ให้ตกผลึกใน desiccator ซึ่งต่อกับ vacuum pump เป็นเวลาหลายวัน สารจะตกผลึกลงมาเป็นรูปสี่เหลี่ยมปนรูปเข็ม ไม่มีสี กรองผลึกที่ได้ ล้างผลึกหลาย ๆ ครั้งด้วย methyl alcohol

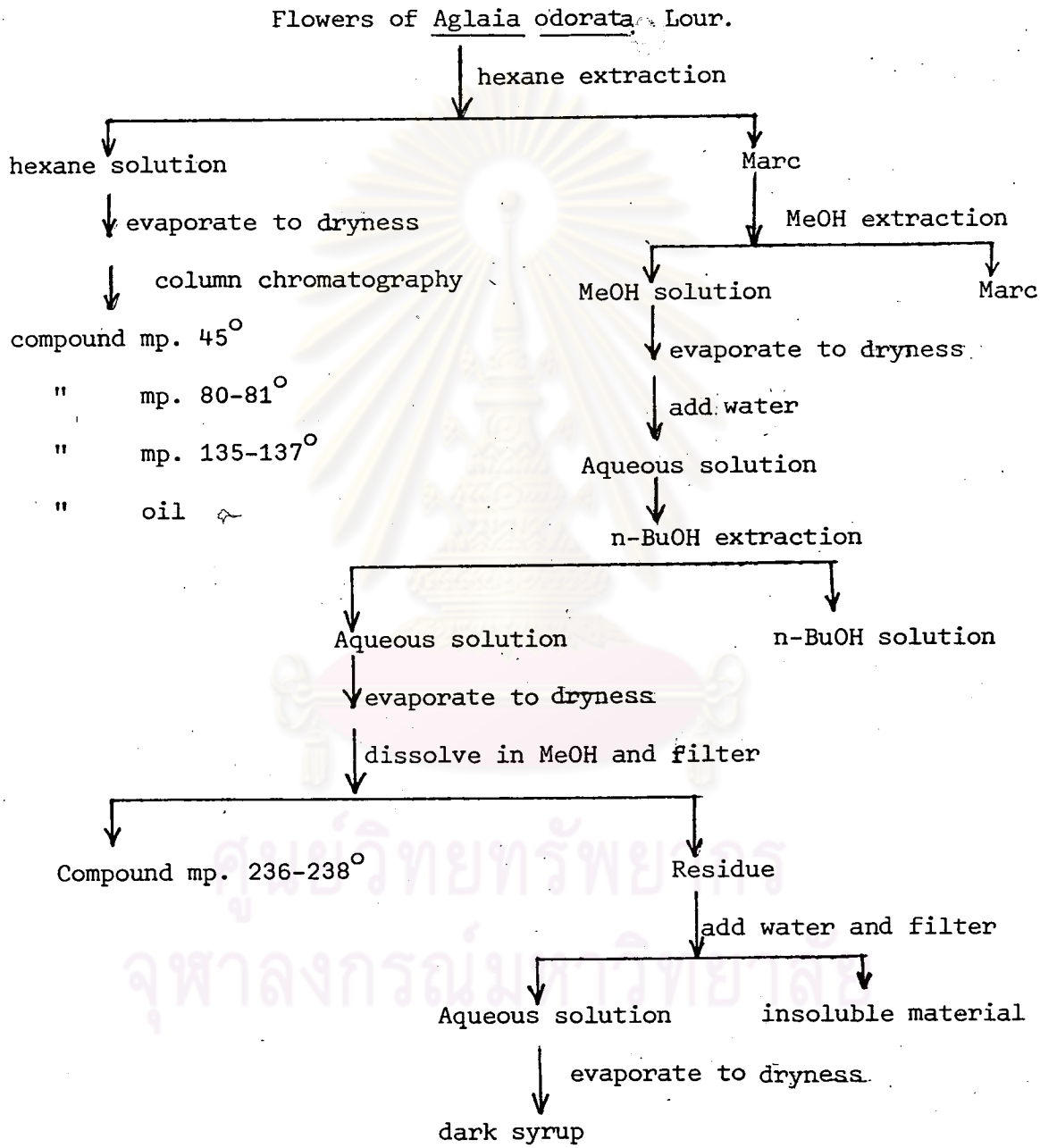
ส่วน crude ที่ไม่ละลายใน methyl alcohol นำไปละลายในน้ำกลั่น กรองและระเหยให้แห้ง ได้ crude ที่ละลายน้ำ 29.7 กรัม และมีส่วนที่เหลือที่ไม่ละลายในตัวทำละลายใด ๆ เลย 1.5 กรัม

สำหรับผลึกที่ได้จากสารละลาย methyl alcohol ยังไม่บริสุทธิ์ นำไปตกผลึกหลาย ๆ ครั้งดังนี้ ละลายผลึกด้วย methyl alcohol อุ่นบน water bath ค่อย ๆ เติม methyl alcohol จนผลึกละลายหมดพอดี ยกออกจาก water bath ตั้งทิ้งให้เย็น กรอง นำสารละลายใสที่กรองได้ไปเติม ether ทีละน้อย พอสารละลายเริ่มขุ่น เกิดตะกอนวุ้น กรอง เอาตะกอนออกเติม ether ลงในสารละลายใสที่กรองได้นี้อีก ทำซ้ำเช่นนี้จนกระทั่งไม่เกิดตะกอนวุ้น เมื่อเติม ether ต่อไปอีกเรื่อย ๆ จนเกิดผลึกรูปเข็มสีขาว ตั้งทิ้งไว้สักครู่ กรองผลึกที่ได้นำไปอบให้แห้ง ได้ผลึกประมาณ 1 กรัม mp. 236-238° (% yield = 1.4 จากส่วนที่สกัดด้วย methyl alcohol 71 กรัม)

สรุปขั้นตอนการสกัดและการแยกสารได้แสดงไว้ใน scheme ที่ 1

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

scheme ที่ 1 การสกัดและการแยกสารจากดอกประยงค์



2.4 การตรวจลักษณะของสารที่แยกออกได้

2.4.1 สมบัติทางกายภาพ

ก. สาร mp.45° ละลายได้ดีใน hexane, ether และ chloroform แต่ไม่ละลายใน acetone และ methyl alcohol Rf = 0.48 (ether : hexane 3 : 7 โดยปริมาตร) Mol.wt. = 464 (MS ให้ M^+ ที่ m/e 464); IR ให้ ν_{max}^{Nujol} (cm^{-1}) 2900, 2800(CH_3, CH_2), 1480, 1380 (CH_2) ซึ่งคล้ายของ Nujol ตามรูปที่ 1 หน้า 16 ^{1}H NMR spectrum $\delta(CDCl_3)$ 0.9 (b.t., CH_3), 1.4 (s, CH_2) ตามรูปที่ 2 หน้า 16

ข. สาร mp 80-81° ละลายได้ดีใน hexane, ether, chloroform ไม่ละลายใน acetone และ methyl alcohol ไม่มีธาตุอื่นเป็นองค์ประกอบนอกจาก C, H และ O Mol. wt. = 382 (MS ให้ M^+ ที่ m/e 382); IR ให้ ν_{max}^{KBr} (cm^{-1}) 3280(OH), 2900 2800 (CH_3, CH_2), 1460(CH_2), 1050(C-O), 710(CH_2) ตามรูปที่ 3 หน้า 17; ^{1}H NMR spectrum $\delta(CDCl_3)$ 0.9(b, CH_3), 1.3(s, $-CH_2-$), 3.6(b, CH_2-O) ตามรูปที่ 4 หน้า 17

ค. สาร mp. 135-137° ละลายได้ดีใน hexane, ether, chloroform, acetone, methyl alcohol ไม่ละลายน้ำ ให้สีม่วงแดงกับ Liebermann Burchard reagent Rf = 0.3 (ether:hexane 3 : 7 โดยปริมาตร) Mol.wt. = 414 (MS ให้ M^+ ที่ m/e 414); IR ให้ ν_{max}^{KBr}(cm^{-1}) 3440(OH), 2990(CH_3), 2240(CH_2), 1660-1560 (C=C), 1450(CH_2), 1370(C-C), 1050, 1020(C-O), 950(R CH=CH R), 790(R_2C= CHR) ตามรูปที่ 5 หน้า 18, ^{1}H NMR spectrum δ ($CDCl_3$) 0.7-2.3 (c, CH, CH_2, CH_3), 3.5(b, OH), 5.3(b, -HC=CH) ตามรูปที่ 6 หน้า 18

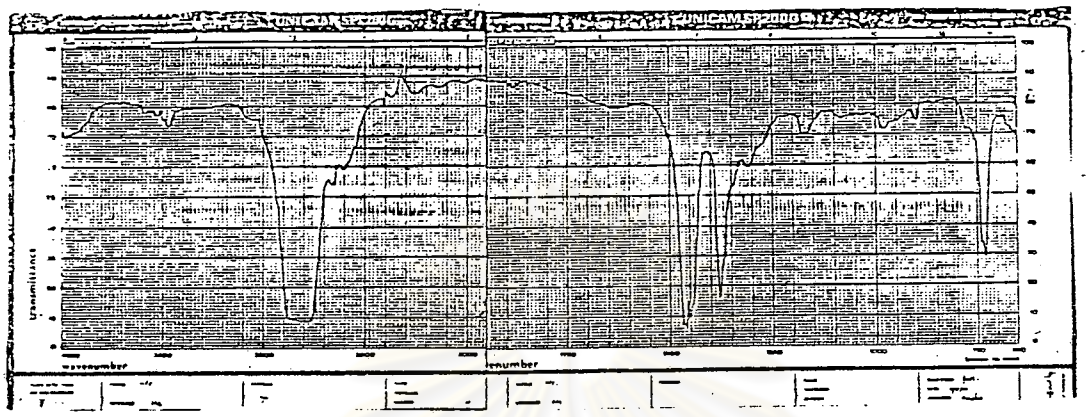
ง. น้ำมัน ละลายได้ดีใน ether, chloroform และ methyl alcohol ไม่ละลายใน hexane, acetone Rf = 0.4 (ether:hexane 3 : 7 โดยปริมาตร) Mol.wt = 392 (MS ให้ M^+ ที่ m/e 382); IR ให้ ν_{max}(cm^{-1}) 3000(=CH aromatic), 2960,2900 (CH_3, CH_2), 1750(C=O), 1600, 1580, 1460(C=C aromatic), 1280(b, C-C),

1110(C-O), 1060(C-O) ตามรูปที่ 7 หน้า 19; ^{1}H NMR spectrum δ ($CDCl_3$) 1.0(c, CH_3, CH_2), 1.5(c, CH_3, CH_2), 4.3(s, CH_2), 4.4(s, CH_2), 7.7(m, CH ของ aromatic) ตามรูปที่ 8 หน้า 19

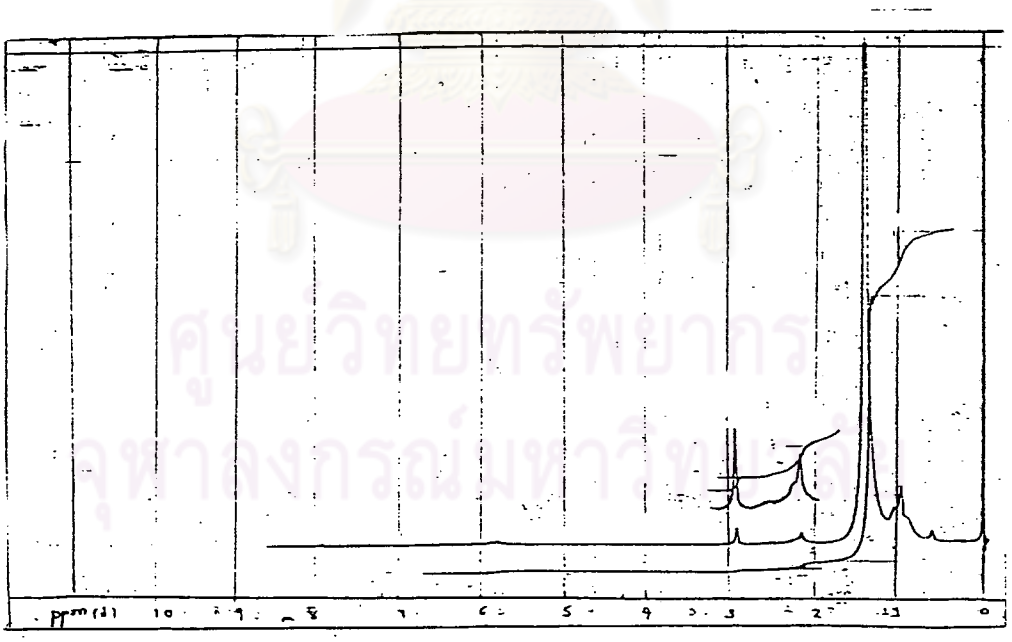
จ. สาร mp. 236-238° ละลายได้ดีใน methyl alcohol ร้อน ไม่ละลายใน non-polar solvent ฟอกสีสารละลาย $KMnO_4$ แต่ให้ negative test กับ reagent ต่อไปนี้ bromine water, Benedict's solution, alkaloid reagents, ceric nitrate Rf = 0.2 (BuOH:EtOH:H_2O 9:1:2 โดยปริมาตร) $[\alpha]_D$ = -68.5 (0.007 g/cm^3 water), Mol.wt. 145 MS ให้ M^+ ที่ m/e 145 และมี peak อื่นที่สำคัญที่ m/e 146(6), 101(16), 100(100), 82(68), 57(6), 44(10), 42(28), 41(4), 32(6), 28(44) ตามรูปที่ 9 หน้า 20; IR ให้ ν_{max}^{KBr} (cm^{-1}) 3250(OH), 3040(CH_3), 2980, 2970(CH_2), 1640 (C=O), 1460, 1440(CH_3-N), 1400, 1370(CH_2), 1080(C-O) ตามรูปที่ 10 หน้า 20; ^{1}H NMR spectrum δ(D_2O) 1.8-2.5(m, CH_2), 3.0(s, CH_3), 3.1(t, -$\overset{|}{C}$H-), 3.7(m, -$\overset{|}{C}$H-O), 4.2(m, -$\overset{|}{C}$H-O) ตามรูปที่ 11 หน้า 21 ^{13}C proton noise decoupled spectrum และ off-resonance decoupled spectrum δ(D_2O) 40.8(t, CH_2-$\overset{O}{\overset{\|}{C}}$), 45.7(q, CH_3-N), 65.2(t, -CH_2-N), 72.0(d, -$\overset{|}{C}$H-O), 72.6(d, -$\overset{|}{C}$H-O, 175.3 (s, -$\overset{O}{\overset{\|}{C}}$-N) ตามรูปที่ 12 และ 13 หน้า 22 การวิเคราะห์ธาตุพบว่ามี C = 49.4 % H = 7.72 % N = 9.42 %

003759

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

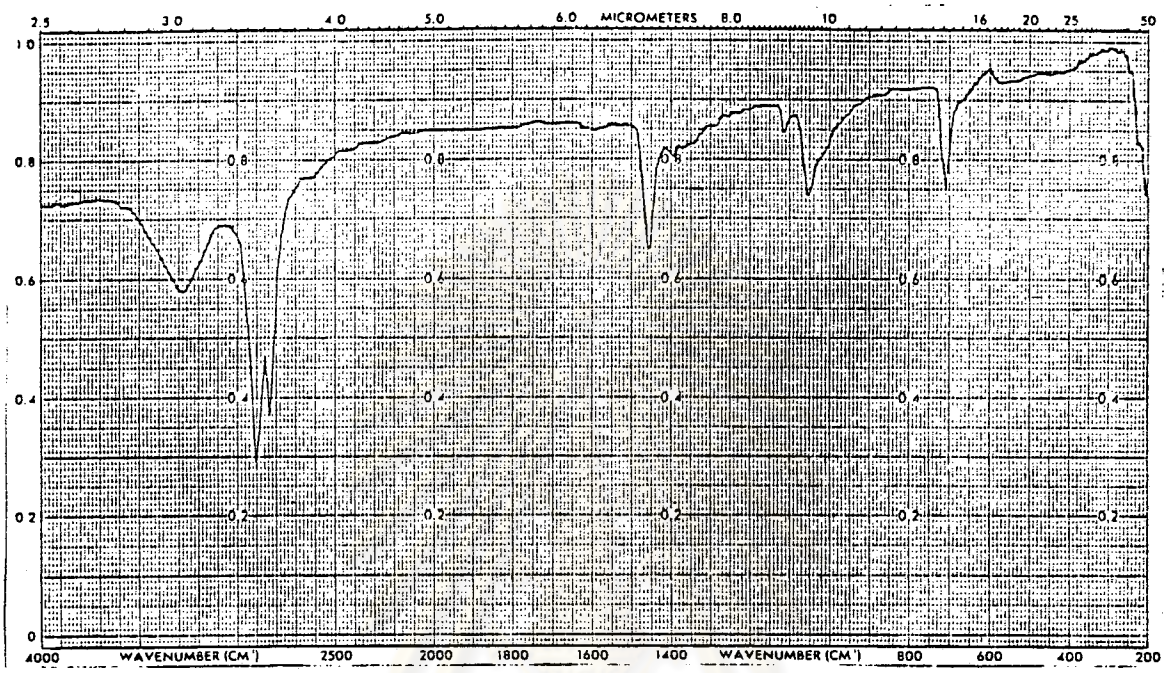


รูปที่ 1 IR spectrum ของสาร mp. 45°

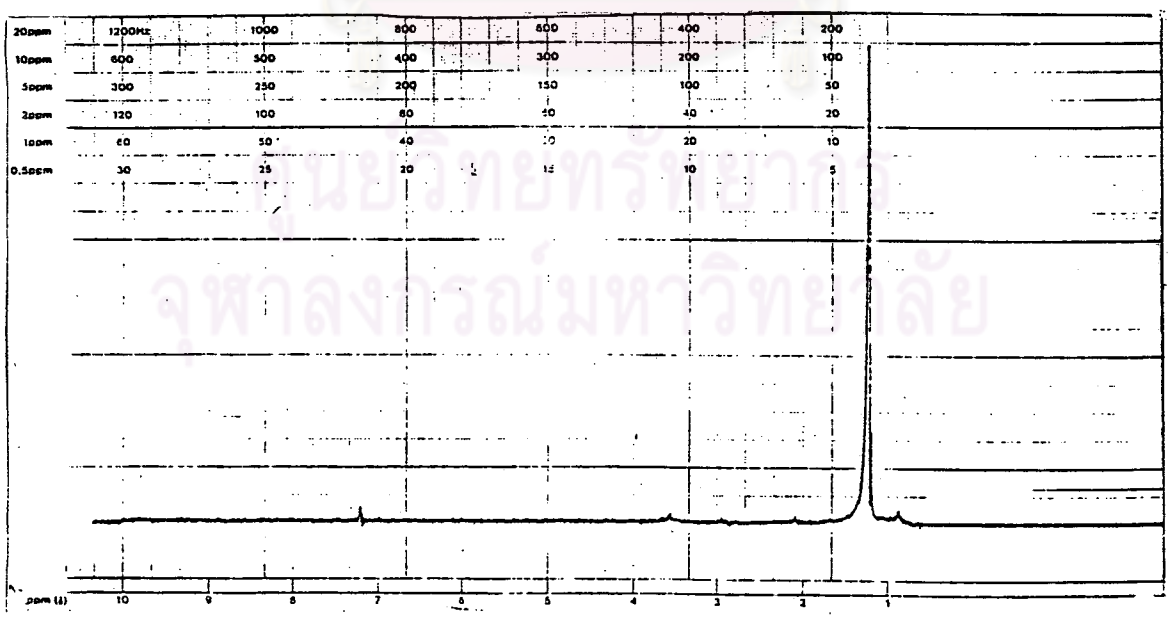


รูปที่ 2 ^{1}H NMR(CCl_4) spectrum ของสาร mp. 45°

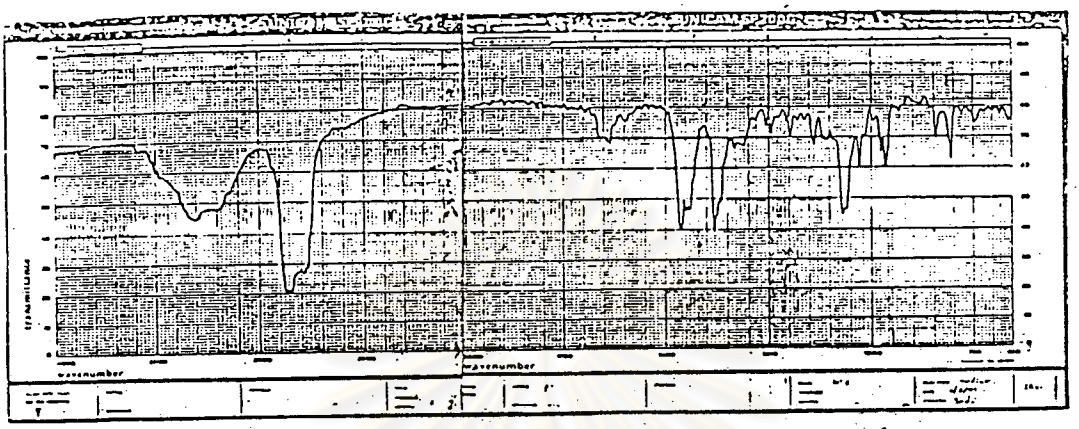
ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



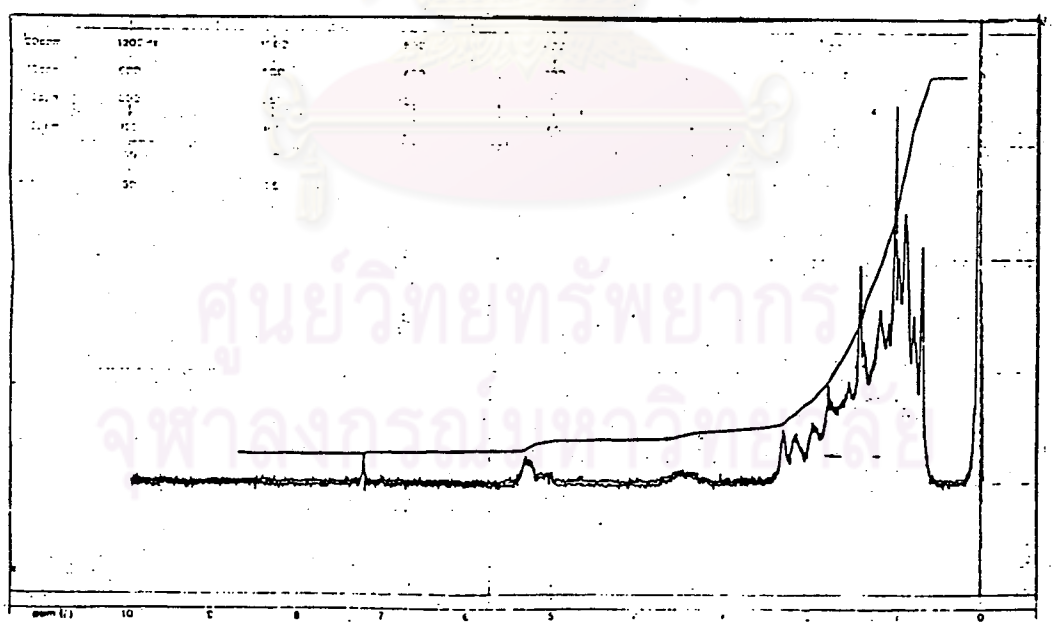
รูปที่ 3 IR spectrum ของสาร mp 80-81°



รูปที่ 4 ^{1}H NMR($CDCl_3$) spectrum ของสาร mp. 80-81°

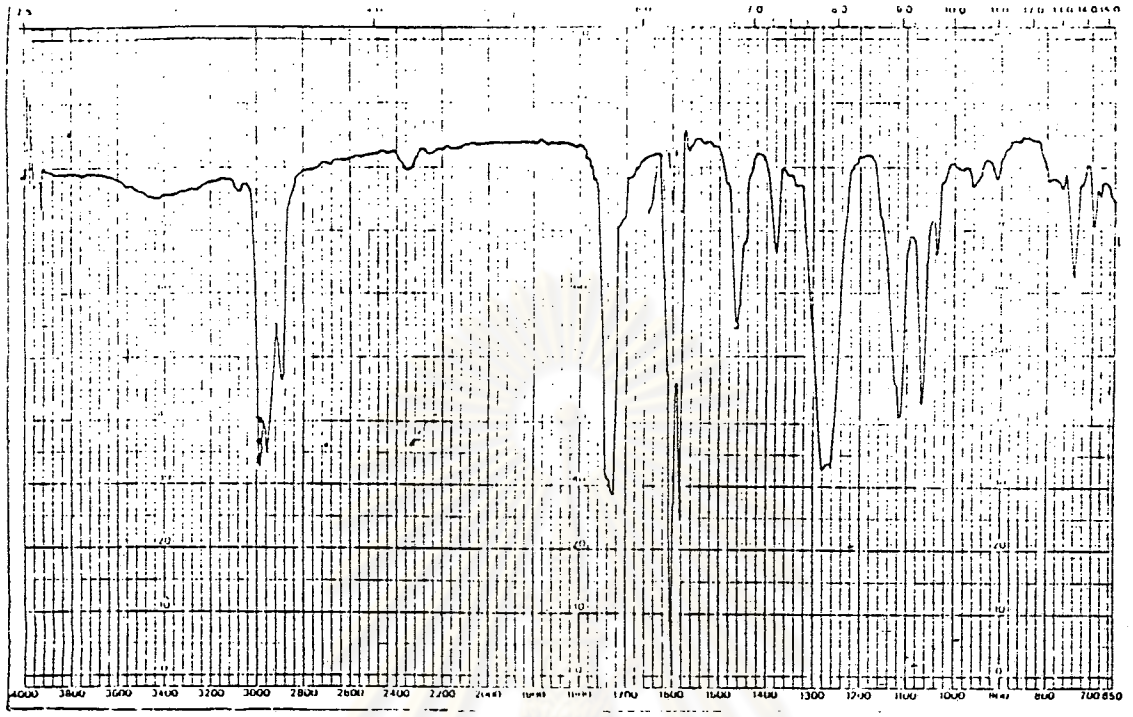


รูปที่ 5 IR spectrum ของสาร mp. 135-137°

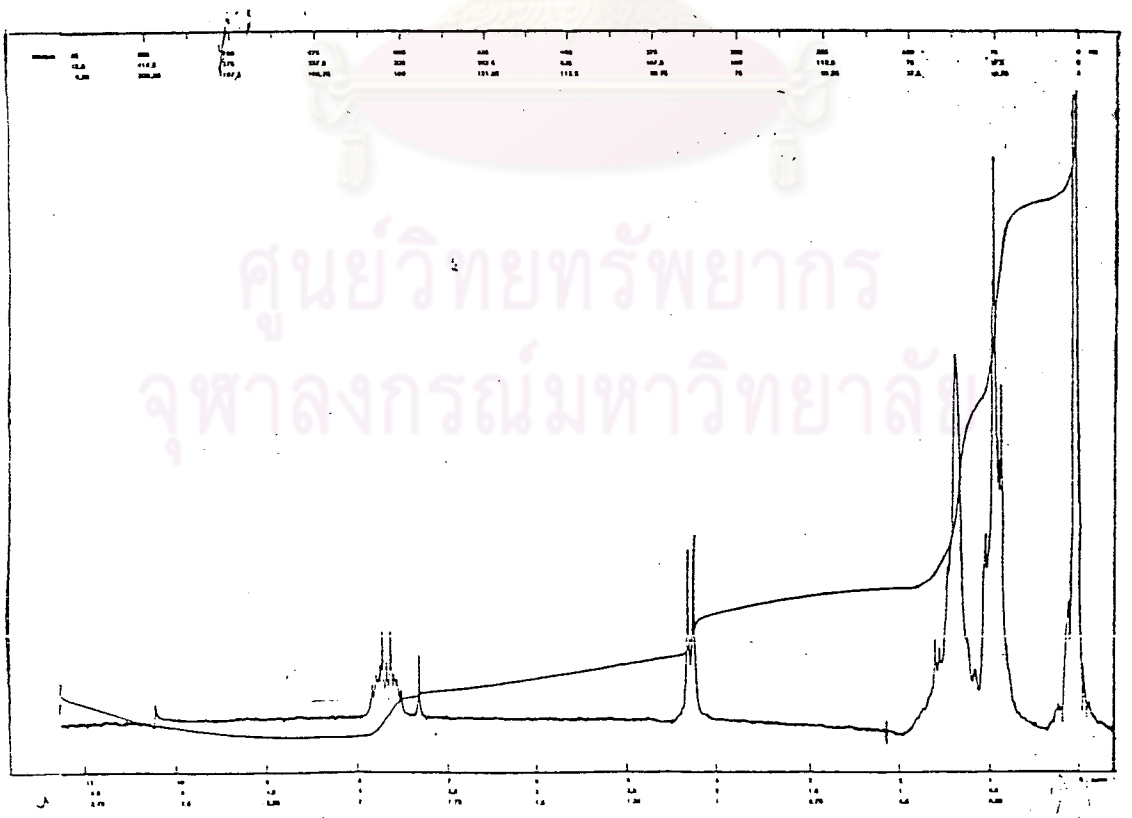


รูปที่ 6 ^{1}H NMR ($CDCl_3$) spectrum ของสาร mp. 135-137°

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

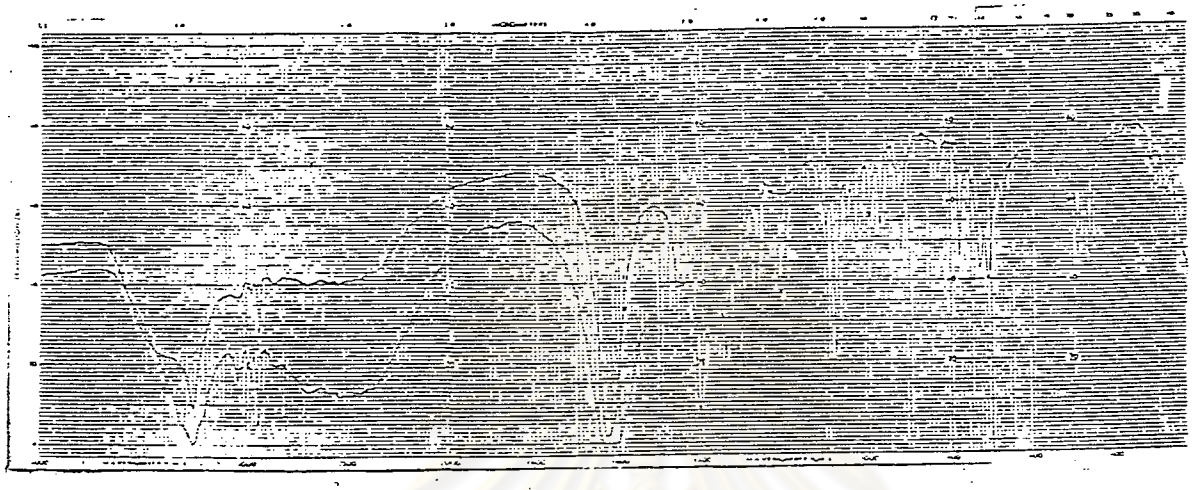


รูปที่ 7 IR spectrum ของสารน้ำมัน

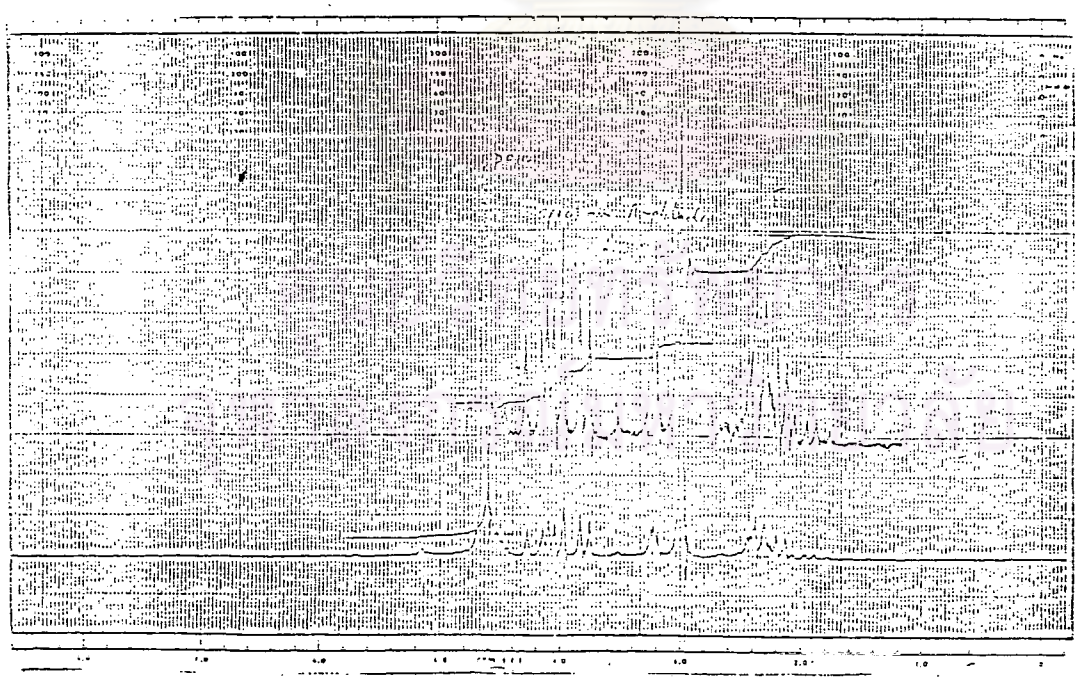


รูปที่ 8 ^{1}H NMR($CDCl_3$) spectrum ของสารน้ำมัน

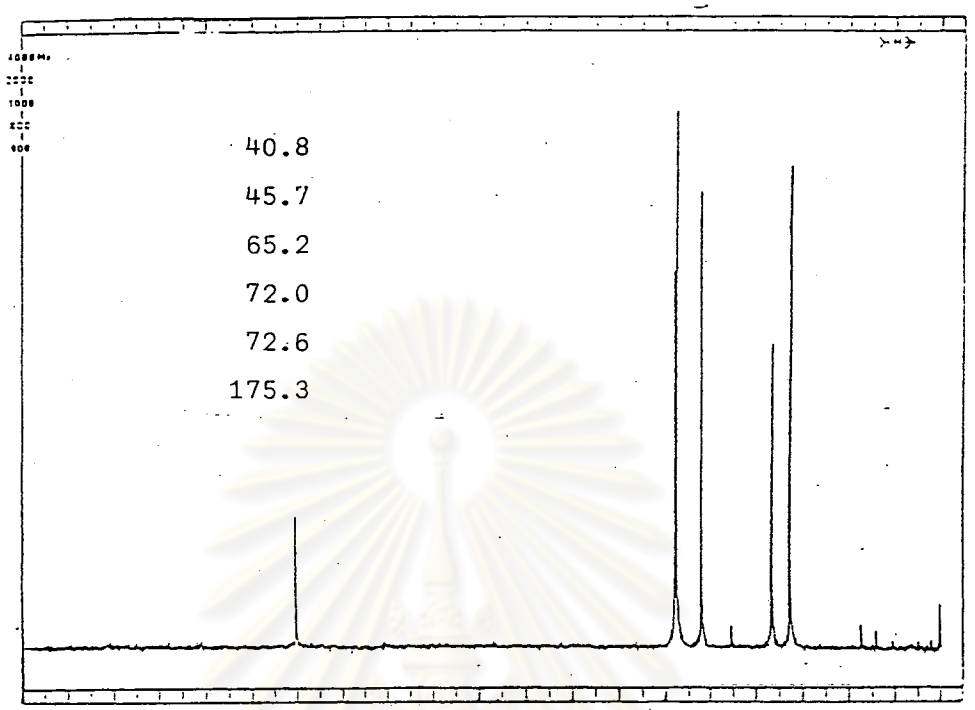
ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



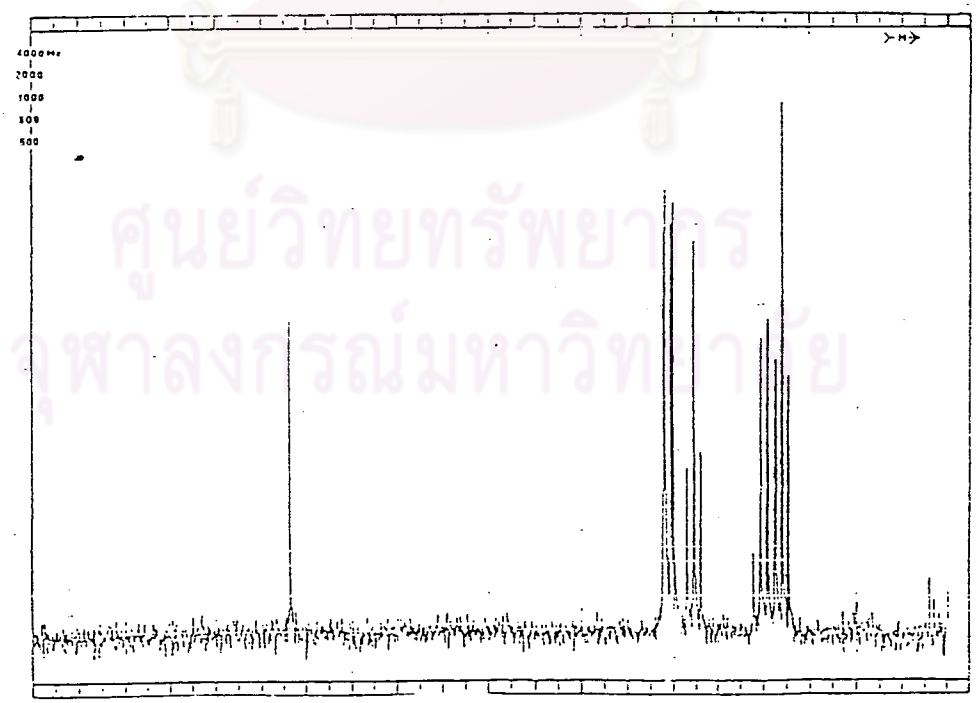
รูปที่ 9 IR spectrum ของสาร mp. 236-238°



รูปที่ 10 ^{1}H NMR (D_2O) spectrum ของสาร mp. 236-238°

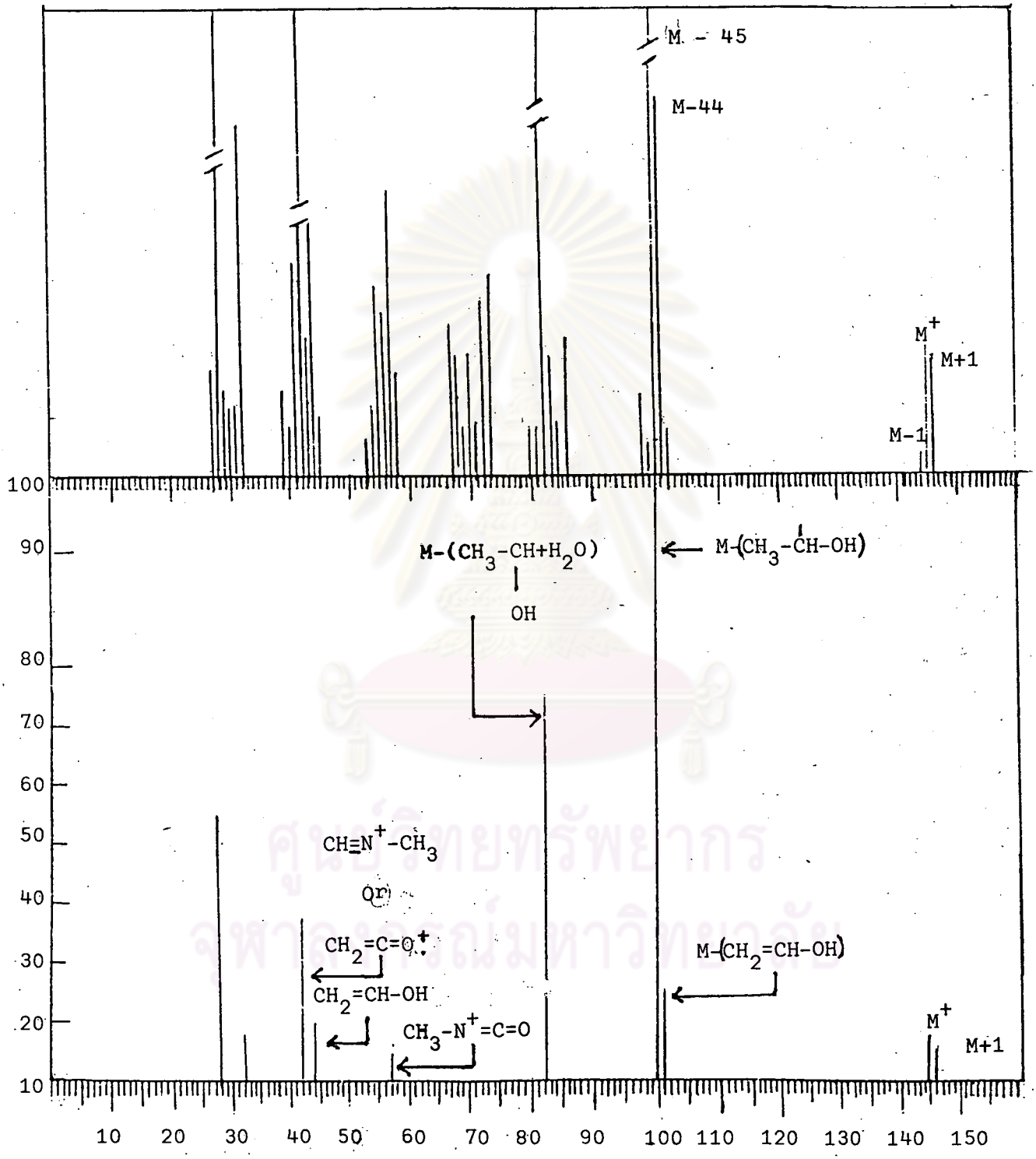


รูปที่ 11 ^{13}C proton-noise decoupled (D_2O) spectrum ของสาร mp.236-238°



รูปที่ 12 ^{13}C off-resonance decoupled (D_2O) spectrum ของสาร mp. 236-238°

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 13 MS spectrum ของสาร mp. 236-238°