

บทที่ 4

ไม้พะยุง

(Dolbergia Cochinchinensis Pierre)

4.1 การสกัดและการแยกสาร (Extraction and Separation)

นำไม้พะยุงที่บดแล้ว 500 กรัม มาสกัดด้วย n - hexane 2 ลิตร โดยใช้เครื่องมือ Soxhlet เป็นเวลา 12 ชั่วโมง แล้วนำมาตั้งทิ้งไว้จะได้ผลิตภัณฑ์เหลืองข้น กรองผลิตภัณฑ์ออก นำสารละลายมากลั่นแยก n - hexane ออก จนได้สารละลายประมาณ 200 มิลลิลิตร ตั้งทิ้งไว้จะได้ผลิตภัณฑ์เหลืองปนกับน้ำมัน กรองแยกออกไปทำให้บริสุทธิ์

4.2 การทำสารให้บริสุทธิ์ (Purification)

นำสารมา Recrystallize โดยใช้ n - hexane : Ethyl acetate (10: 1) ตกผลึกหลาย ๆ ครั้ง จะได้ผลิตภัณฑ์เหลือง มีจุดหลอมเหลว 125 °C กำหนดให้เป็นสาร D

4.3 การวิเคราะห์สูตรโครงสร้างของสาร D

4.3.1 การตรวจหาคุณสมบัติทางกายภาพของสาร D

- (a) เป็นผลิตภัณฑ์เหลือง มีจุดหลอมเหลว 125 °C
- (b) Solubility ของสาร D

Solvent	Solubility
Ethyl alcohol	Soluble
Ethyl ether	Soluble
Ethyl acetate	Soluble
Acetone	Soluble
Carbon tetrachloride	Insoluble
Chloroform	Slightly Soluble
Benzene (hot)	Soluble
Toluene (hot)	Soluble
Dioxan	Soluble
Water	Insoluble

(c) การทำ TLC ได้ $R_f = 0.66$ ใช้ Ethyl acetate เป็น Eluting solvent และ Silica เป็น Adsorbent

(d) ผลการวิเคราะห์เปอร์เซ็นต์ของธาตุมีดังนี้

ครั้งที่ 1 วิเคราะห์ได้ดังนี้

C = 71.95 % , H = 6.42 %

OCH₃ = 19.86 % , M.wt = 174

ครั้งที่ 2 วิเคราะห์ได้ดังนี้

C = 70.95 % , H = 6.14 %

OCH₃ = 19.86 %

(e) จากการคำนวณเปอร์เซ็นต์ของธาตุจากสูตร C₁₇H₁₈O₄

(Latifolin)

C = 71.33 % , H = 6.29 %

OCH₃ = 21.40 % , M.wt = 286

Infra - red spectrum ของสาร D (ภาพหน้า 34)

Frequency cm ⁻¹	Band type	Assignment
3460	Sharp	phenolic OH
3020	weak	= CH vibration
2820-2850	sharp	methoxy group
1640	sharp	benzene ring
1200-1090	sharp	phenolic OH
890	sharp	>CH = CH ₂

4.3.2 การตรวจหา Functional group ของสาร D

ตรวจหา Functional group ตาม Standard method ¹⁷

ปรากฏว่า

- Ferric chloride 1% ในน้ำ จะให้สีแดง
- ละลายได้ในสารละลาย Sodium hydroxide
ไม่ละลายในสารละลาย NaHCO₃ แสดงว่าเป็น weak acid
- Alcoholic KOH ได้สารละลายสีเหลือง
- Tollen's reagent ได้ Silver Mirror
- Fuchsin - Aldehyde reagent ได้สารละลายสีม่วง-ชมพู
- Fehling solution ได้ตะกอน Cu₂O สีแดง
- 2,4 - Dinitrophenylhydrazine
ได้สารสีน้ำตาลแสดงว่า decomposed

- (h) Potassium permanganate solution ฟอกสีได้
- (i) Bromine in Carbon tetrachloride solution
นำ Sample ละลายใน Ethyl alcohol ก่อน แล้วเติม
Bromine in CCl_4 จะถูกฟอกสีหมด
- (j) Concentrated HNO_3 ไ้สารละลายสีเหลืองมี NO_2 เกิดมาก
- (k) Concentrated ไ้สารละลายสีเขียว
- (l) Concentrated H_2SO_4 ไ้สารละลายสีแดงเข้ม
- (m) UV spectrum (ภาพหน้า 37)

จากคุณสมบัติทางเคมี พบว่าสาร D ประกอบด้วย phenolic OH
Methoxy group และมี double bond

4.4 การวิเคราะห์อนุพันธ์ของสาร D

4.4.1 Acetylation¹⁷

ใช้สาร D 0.300 กรัม ละลายใน anhydrous
pyridine จนละลายหมด เติม Acetic anhydride 3 มิลลิลิตร เขย่าให้
เข้ากัน ต้มให้เดือด under reflux condenser เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ทำให้
เป็น เกล็ดในน้ำแข็งป่นน้ำจะไ้สารสีขาว กรอง ล้างด้วยน้ำจนหมด pyridine
แล้วนำไป recrystallize ใน Ethyl alcohol 95 % จะไ้สารเป็น
ผลึกรูปเหลี่ยม จุดหลอมเหลว $128 - 129^\circ C$ จำนวน 0.210 กรัม

Acetyl derivative ละลายได้ดีใน Organic solvent
เช่น Ethyl acetate, Ethyl ether Chloroform ละลายได้น้อยใน
Ethyl alcohol.

ไม่ละลายในสารละลาย NaOH 5%

ไม่ให้สีกับสารละลาย FeCl_3 1%

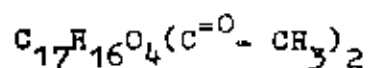
ให้ตะกอนแดงกับ Fehling solution

ให้ Ag - mirror กับ Tollen's reagent

การตรวจหาเปอร์เซ็นต์ของธาตุมีดังนี้

C = 67.7 % ; H = 6.19 %

จากการคำนวณหาเปอร์เซ็นต์ของธาตุจากสูตร



C = 68.1 % ; H = 5.95 %

Infra - red Spectrum ของ Diacetate ของสาร D (ภาพหน้า 36)

Frequency cm^{-1}	Band type	Assignment
2820-2850	Sharp	$-\text{OCH}_3$ group Vibration
1750	very	C = O vibration
1620	Sharp	benzene ring
890	Sharp	$-\text{CH} = \text{CH}_2$

4.4.2 Methylation¹⁷

นำสาร D 300 มิลลิกรัม ละลายใน Dry acetone 75 มิลลิลิตร แล้วเติม Dimethyl sulphate หนักขึ้นปริมาตร 4.5 กรัม และ Anhydrous K_2CO_3 45 กรัม นำไป Reflux 10 ชั่วโมง กรองแยกสารละลายออกจาก K_2CO_3 เติม Acetone 25 มิลลิลิตร ลงในขวด เขย่า แล้วกรอง ทำเช่นนี้ 3 ครั้ง รวม filtrate เข้าด้วยกัน นำไปตั้งทิ้งไว้ให้ Acetone ระเหยไปเหลือประมาณ 25 มิลลิลิตร แล้วเทลงในน้ำเย็น จะได้สารสีขาวขุ่นอยู่ในน้ำ กรองสารนั้นมา Recrystallize ใน Ethyl alcohol ตะกอนบางส่วนกรองไม่คิด Extracted ด้วย Ether แล้วนำมอดึงทิ้งไว้ให้ Ether ระเหยไป นำของแข็งสีขาวมา recrystallize ด้วย Ethyl alcohol จะได้สารเป็นขี้ผึ้ง (cigar) มีจุดหลอมเหลว $90^\circ C$

นำมาทำ TLC ได้ $R_f = 0.66$ โดยใช้ Ethyl acetate เป็น Eluting solvent, Silica gel เป็น Adsorbent Methyl ether derivative ของสาร ไม่ให้สีกับ $FeCl_3$ 1% ไม่ละลายใน NaOH 5%

$$OCH_3 = 37.54 \%$$

จากสูตรคำนวณจากสูตร $C_{17}H_{16}O_2 (OCH_3)_2$

$$OCH_3 = 35.84 \%$$

Infra - red spectrum ของ Dimethyl ether ของสาร D (ภาพหน้า 56)

Frequency cm ⁻¹	Band type	Assignment
2820-2850	very sharp	-OCH ₃ vibration
3020	weak	= CH vibration
1640-1620	sharp	benzene ring
890	sharp	-CH = CH ₂

4.5 การสรุปผลของสารประกอบ D

จากผลการทดลองทางเคมี และ Spectra data ของสาร D.

และ derivatives ทาง ๗ ยืนยันว่าสารนี้เป็น Latifolin

สาร D	$C_{17}H_{18}O_4$	$m/e = 286$	Latifolin ¹³	$C_{17}H_{18}O_4$	$m/e = 286$
M.P.	125°C			M.P.	123-123.5°C
Found :	C = 71.95 %	H = 6.42 %		C = 71.5 %	H = 6.6 %
Cal from $C_{17}H_{18}O_4$:	C = 71.31%	H = 6.34 %		C = 71.31%	H = 6.34 %
$[\alpha]_D$ Ethanol	= -25.9°			$[\alpha]_D$ ethanol	= -26.2°

Diacetate

$C_{21}H_{22}O_6$	$m/e = 370$	$C_{21}H_{22}O_6$	$m/e = 370$	
M.P.	= 128-30°	M.P.	= 126°	
Found :	C = 67.7 %	H = 6.19 %	C = 68.6 %	H = 6.0 %
Cal from $C_{21}H_{22}O_6$:	C = 68.09 %	H = 5.99%	C = 68.09%	H = 5.99 %
$[\alpha]_D$ acetone	= -10.5°		$[\alpha]_D$ acetone	= -11°

Dimethyl ether

$C_{19}H_{22}O_4$; $M/e = 314$

M.P. = 90

Found C = 71.20 % , H = 6.9 %

Calculate from $C_{19}H_{22}O_4$

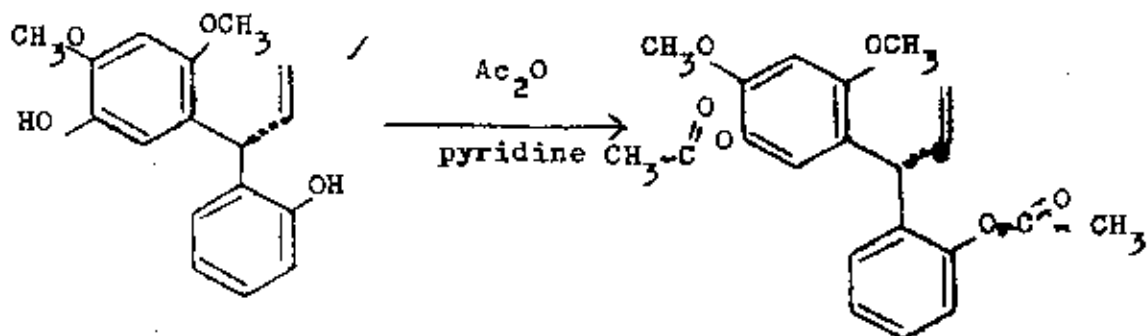
C = 72.6 % H = 7.1 %

M.P. = 89°

C = 72.1 % , H = 7.2 %

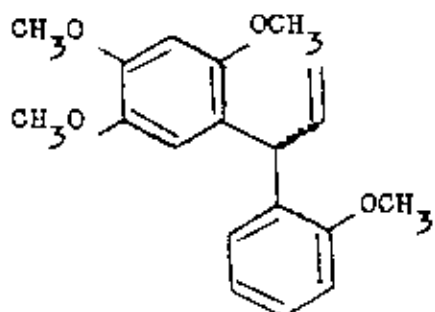
Calculate from $C_{19}H_{22}O_4$

C = 72.6 , H = 7.1 %



Di acetate १११११ D

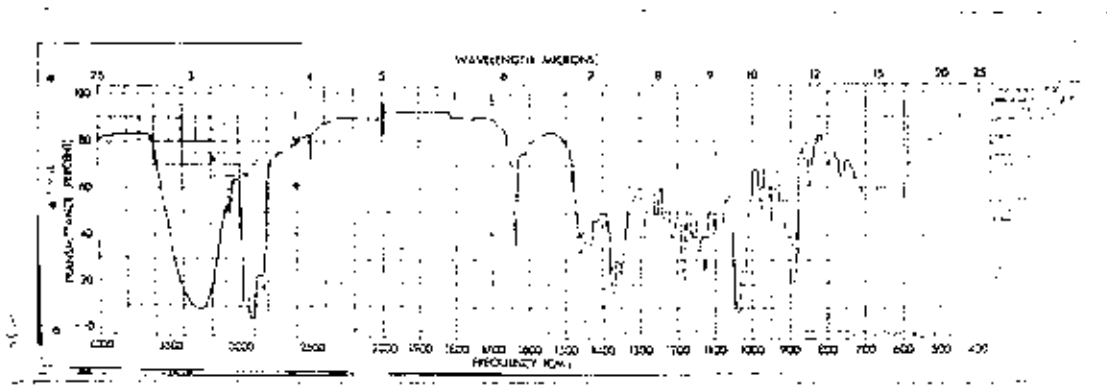
Me_2SO_4
 $(K_2CO_3 + \text{Acetone})$



Dimethyl ether १११११ D

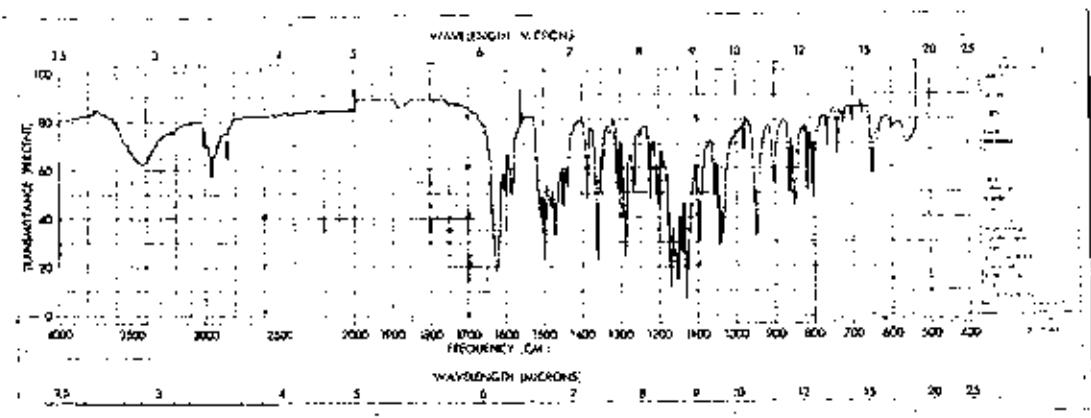
รูปที่ 1

IR. Spectrum ๒๐๓๒๗๓ A



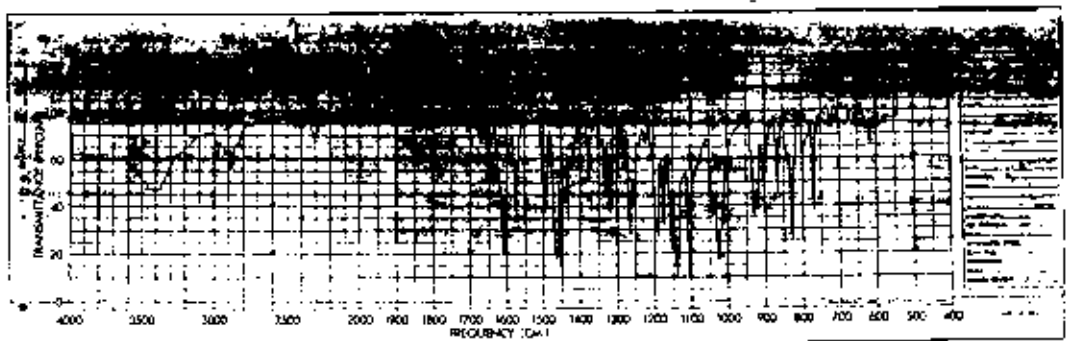
รูปที่ 2

IR. Spectrum ๒๐๓๒๗๓ B



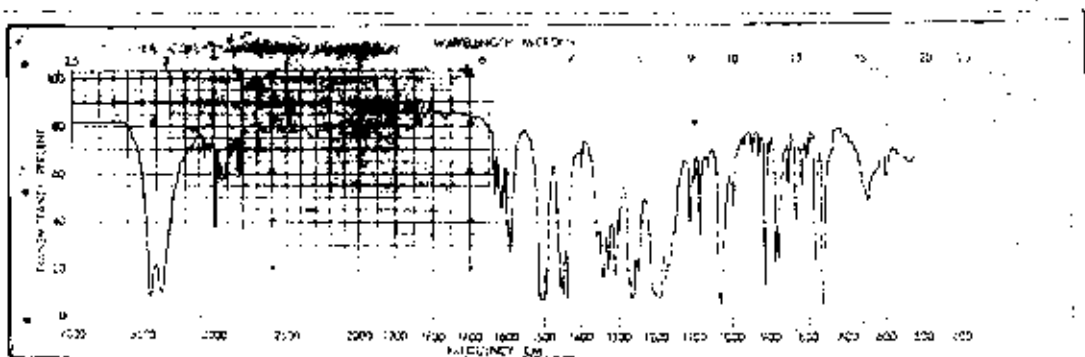
รูปที่ 3

IR. Spectrum ของสาร C



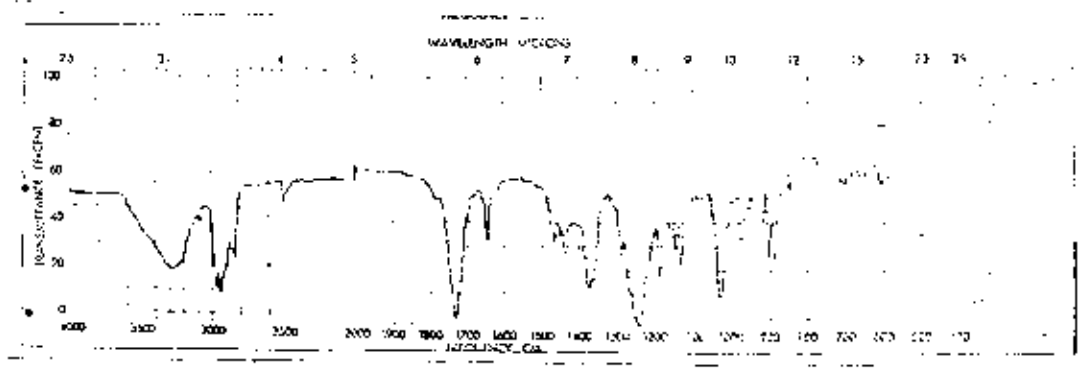
รูปที่ 4

IR. Spectrum ของสาร D



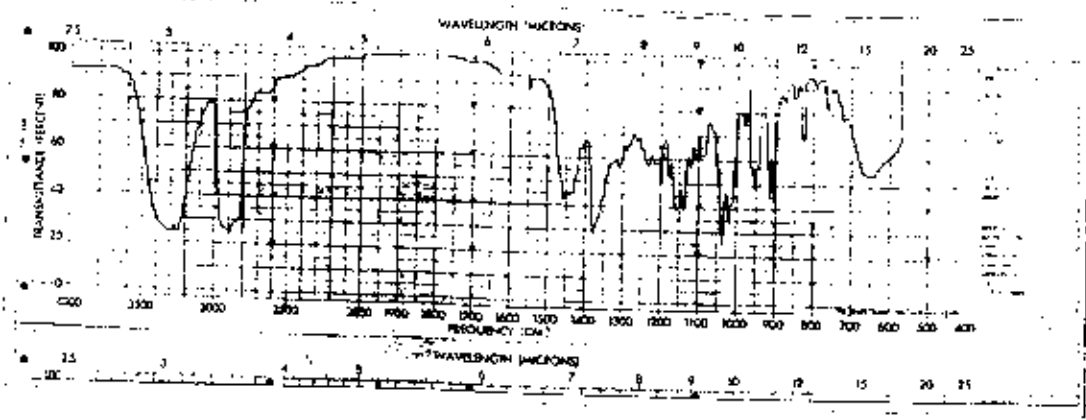
รูป 5

IR. Spectrum ของ Mono acetate ของสาร A



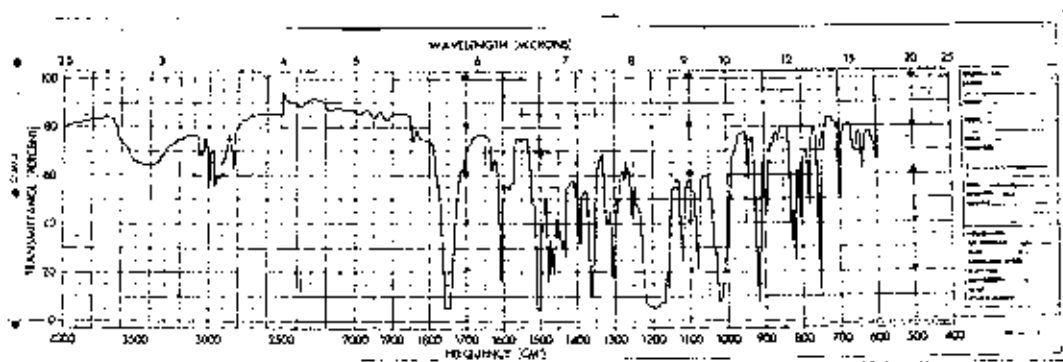
รูป 6

IR. Spectrum ของ Hydrogenation ของสาร A



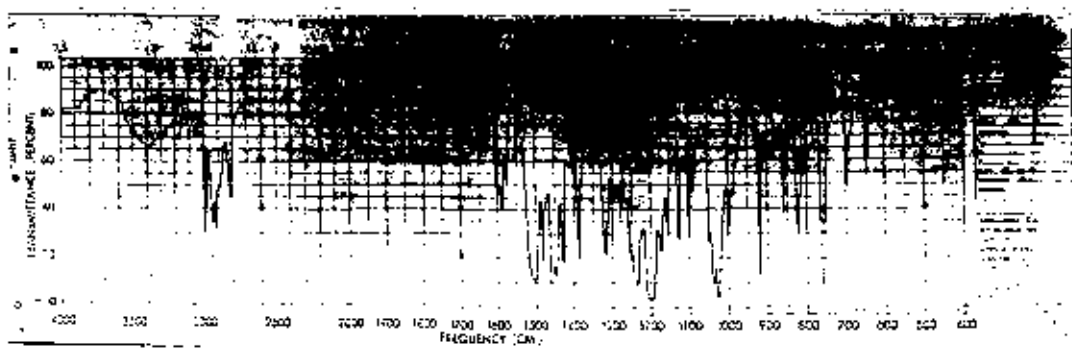
7

IR. Spectrum 303 Diacetate 903077D



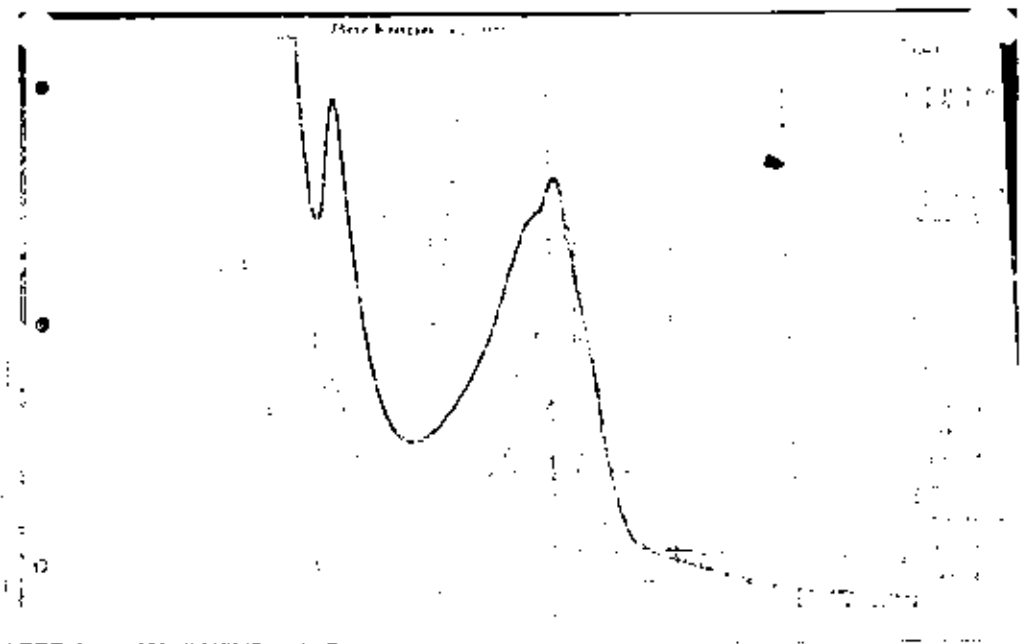
8

IR. Spectrum 703 Dimethyl ether 903077D



รูปที่ 9

U.V. Spectrum ของสาร B



รูปที่ 10

U.V. Spectrum ของสาร C

