



## 1. วิธีการทดลอง

### 1.1 เคมีภัณฑ์ที่ใช้

ตัวทำละลายที่ใช้ในการวิจัย ได้แก่ hexane (commercial grade bp. 64-66°), ether, chloroform, ethyl acetate, acetone, ethyl alcohol และ methyl alcohol เป็นต้น ตัวทำละลายดังกล่าวมานี้ต้องนำมากลั่น และทำให้บริสุทธิ์ก่อนนำไปใช้ในการทำวิจัยทุกครั้ง

adsorbent ที่ใช้ คือ silica gel 60G for column chromatography (Art. 7729), silica gel 60G for thin-layer chromatography (Art. 7731) และ aluminium oxide 90 standardised for column chromatography (Art. 1097) adsorbent ที่ใช้ทั้งหมด ผลิตโดยบริษัท E. Merck, Darmstadt.

### 1.2 เครื่องมือที่ใช้ในการแยกสาร

#### 1.2.1 column chromatography<sup>13</sup>

short column chromatography ใช้ silica gel 60G for column chromatography (Art. 7729) ของบริษัท E. Merck, Darmstadt เป็น adsorbent ส่วน column ใช้ column แก้วขนาดโตลุ่ม่าเลมอยาว 38 cm. เส้นผ่าศูนย์กลาง 7 cm. มีปลายข้างหนึ่งเป็น sinter glass ซึ่งมี stopcock ควบคุมอัตราการไหลของ eluent ด้วย เอา adsorbent 300 กรัม (น้ำหนัก adsorbent : น้ำหนักของ crude = 20:1) มากวนกับ chloroform จนมีลักษณะเป็น slurry จึงค่อยเทใส่ใน column เปิด stopcock ให้ตัวทำละลายไหลออกไปทำจนกระทั่ง adsorbent ไม่เคลื่อนตัวลงมาอีก ปล่อยให้ตัวทำละลายไหลออกไปจนระดับของตัวทำละลายอยู่ตรงผิวหน้าของ adsorbent จึงค่อย ๆ ไล่ crude ที่ต้องการแยก (crude A) ลงไป ปรึบผิวหน้าของ column ให้เรียบลุ่ม่าเลมอ แล้ว elute column ด้วยตัวทำละลายต่าง ๆ ตามต้องการ

quick column chromatography I ใช้ aluminium oxide 90 standardised for column chromatography (Art. 1097) ของบริษัท E. Merck, Darmstadt เป็น adsorbent ส่วน column ใช้ sinter glass No.2 และใช้ suction flask ขนาด 1,000 cm<sup>3</sup> ซึ่งมีสายยางต่ออยู่กับ water pump สำหรับเป็นภาชนะรองรับตัวทำละลายที่เป็น eluent จากนั้นเอา adsorbent 1,300 กรัม มากวนกับ chloroform ใน beaker จนเป็นเนื้อเดียวกัน แล้วจึงเทใส่ใน column จนหมด เปิด water pump ปรับผิวหน้า column ให้เสมอกัน ใส่ crude ที่ต้องการแยก (crude B) ลงไป ปรับผิวหน้าให้เรียบเสมอกัน จากนั้น elute column ด้วยตัวทำละลายต่าง ๆ ตามต้องการ

quick column chromatography II. ใช้ sinter glass No. 3 เป็น column และ adsorbent ใช้ silica gel 60G for thin-layer chromatography (Art. 7731) ของบริษัท E. Merck, Darmstadt ใช้ column นี้สำหรับแยกสารที่ได้จากการทำ quick column chromatography I. ซ้ำอีกครั้งหนึ่ง

### 1.2.2 Thin-layer chromatography<sup>14</sup> (TLC)

ใช้ silica gel 60G for thin-layer chromatography (Art. 7731) ของบริษัท E. Merck, Darmstadt เป็น adsorbent สำหรับการเตรียม chromatoplates ใช้ silica gel 20 กรัม ต่อน้ำกลั่น 40 cm<sup>3</sup> เขย่าให้เป็น slurry เทใส่ใน spreader แล้ว coat บนแผ่นกระจกขนาด microslide ปลอ่ยให้แห้งที่อุณหภูมิห้องประมาณ 30 นาที แล้วจึง activate โดยอบที่อุณหภูมิ 110<sup>o</sup> เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

## 1.3 เครื่องมือที่ใช้ตรวจสอบลักษณะทางกายภาพของสาร

### 1.3.1 Infrared spectroscopy<sup>15, 16</sup>

IR spectra บันทึกโดยใช้เครื่องมือ Model 283 Spectrophotometer ของบริษัท Perkin-Elmer สารที่จะหา IR-absorption ต้องนำไปทำเป็น KBr pellets ส่วนการตรวจสอบลักษณะ absorption peaks ต่าง ๆ ของสารนั้นใช้วิธีเปรียบเทียบกับ standard characteristic peaks ที่มีอยู่ใน literatures

### 1.3.2 Nuclear magnetic resonance (NMR) spectrometry <sup>13</sup>

<sup>1</sup>H-NMR spectrum บันทึกข้อมูลจากเครื่อง model JNM-FX 90Q ของบริษัท JEOL โดยบันทึกที่ 89.55 MHz ตัวทำละลายที่ใช้คือ CCl<sub>4</sub> และ CDCl<sub>3</sub> มี TMS เป็น internal standard.

### 1.3.3 Carbon 13 NMR spectrometry <sup>17</sup>

<sup>13</sup>C-NMR spectrum ได้ข้อมูลจากเครื่อง Model JNM-FX 90Q ของบริษัท JEOL โดยบันทึกข้อมูลที่ 22.5 MHz ตัวทำละลายที่ใช้คือ CCl<sub>4</sub> และ CDCl<sub>3</sub> มี TMS เป็น internal standard การตรวจสอบสัญญาณของสาร ใช้เปรียบเทียบกับ standard literatures

### 1.3.4 Mass spectrometry <sup>15</sup>

Mass spectrum มี 2 ระบบคือ CI/MS ส่งไปที่ Midwest Center of Mass Spectrometry, U.S.A. และ EI/MS ส่งไปที่ Univ. of Malaya, Malaysia.

### 1.3.5 Ultraviolet spectrometry <sup>15</sup>

UV spectrum ได้มาจากการใช้เครื่องมือ Model 124 Double Beam Grating Spectrophotometer และ Recorder Model 56 ของบริษัท Perkin-Elmer.

### 1.3.6 การหาจุดหลอมเหลว (Melting point)

การหาจุดหลอมเหลวของสาร ได้ทำการหาโดยใช้เครื่องมือ Fisher-Johns melting point apparatus.

### 1.3.7 การหา specific rotation [ $\alpha$ ]

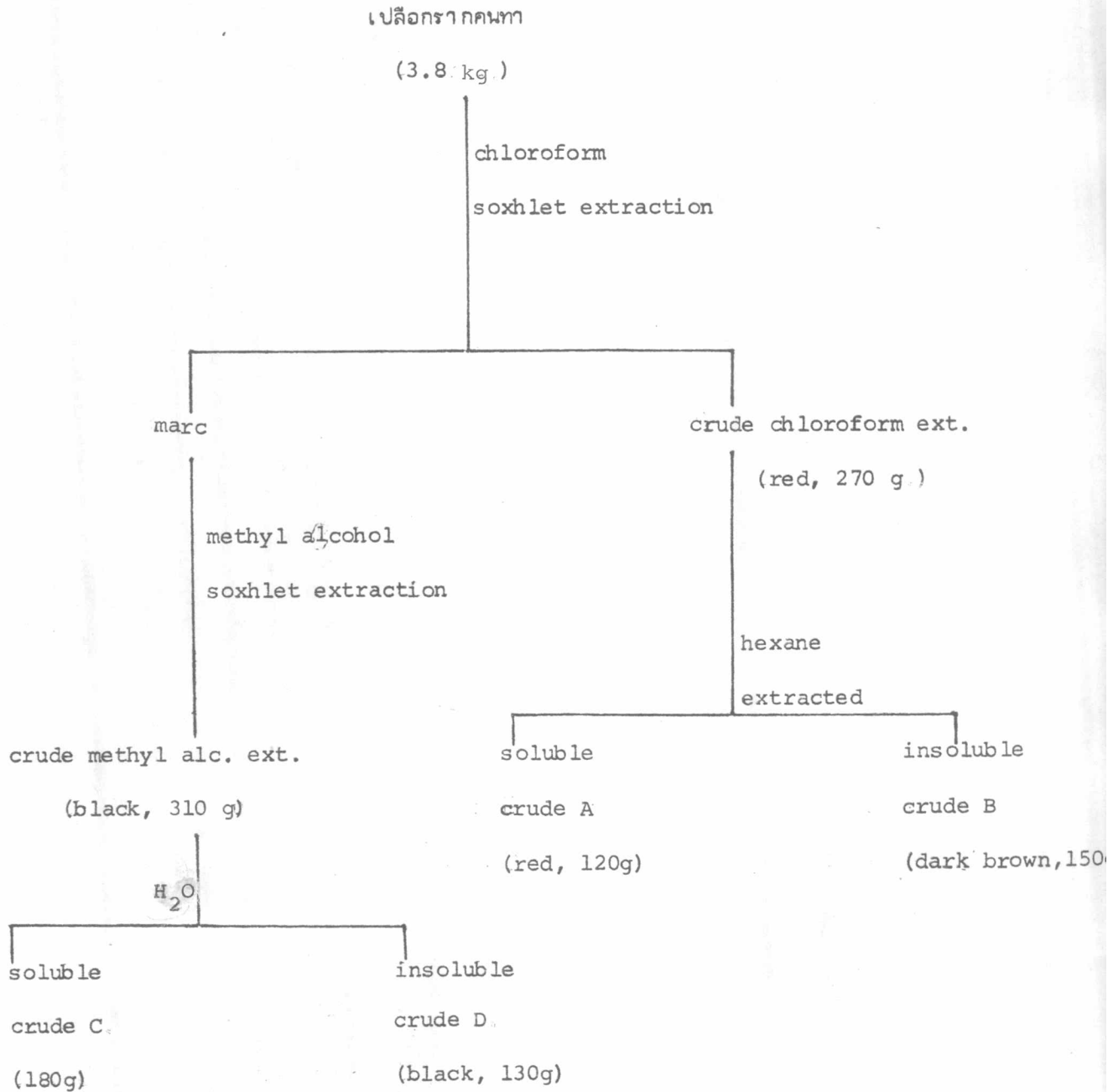
ใช้เครื่องมือ polarimeter ของบริษัท Bellingham Stanley Limited, London Model D<sub>4</sub> serial No. 632494 โดยนำสารที่ต้องการจะหา [ $\alpha$ ] ไปละลายใน chloroform แล้วนำไปบรรจุหลอดยาว 2dm. ก่อน

## 2. การสกัด (Extraction)

นำเปลือกกรากคนทาแห้งที่บดละเอียด (3.8 kg) มาสกัดด้วย chloroform โดยใช้เครื่องมือ soxhlet extraction รวบรวมสารละลายที่ได้จากการสกัดทั้งหมด ซึ่งมีสีแดงเข้ม เอมากรอง แล้วนำไปกลั่นโดยลดความดัน เพื่อแยกตัวทำละลายออกด้วยเครื่อง rotary evaporator จนเหลือสารละลายประมาณ 400 cm<sup>3</sup> จึงนำไประเหยให้แห้งบน water bath จะได้ crude ที่สกัดด้วย chloroform สีแดงเข้ม-ดำหนึก 270 กรัม นำ crude ทั้งหมดที่ได้นี้ ไปสกัดต่อด้วย hexane จะได้ crude ที่สกัดด้วย hexane สีแดงหนึก 120 กรัม กำหนดให้เป็น crude A. เหลือส่วนที่ไม่ละลายใน hexane อีก 150 กรัม สีน้ำตาลเข้ม กำหนดให้เป็น crude B.

สำหรับกากที่เหลือหลังจากสกัดด้วย chloroform เอาไปสกัดต่อด้วยเมธิลแอลกอฮอล์ โดยใช้เครื่องมือ soxhlet extraction ได้สารละลายในชั้นเมธิลแอลกอฮอล์สีสีดำ นำมากรอง กลั่น โดยลดความดันเพื่อแยกตัวทำละลายออกด้วยเครื่อง rotary evaporator จนเหลือสารละลายประมาณ 500 cm<sup>3</sup> จึงนำไประเหยต่อให้แห้ง โดยตั้งบน water bath หลาย ๆ วัน จะได้ crude สีดำ เป็นของแข็ง หนึก 310 กรัม นำ crude นี้ไปสกัดต่อด้วยน้ำ จะได้ส่วนที่ละลายน้ำ 180 กรัม กำหนดให้เป็น crude C. กับส่วนที่ไม่ละลายน้ำหนึก 130 กรัม เป็นของแข็งสีดำ กำหนดเป็น crude D. ผลการสกัดทั้งหมดสรุปได้ตาม scheme 1. หน้า 11

Scheme 1. แสดงการสกัดเปลือกกรากคนทาแห้งที่บดละเอียด





### 3. การแยกสาร (Separation)

#### 3.1 การแยกสารใน crude A

นำ crude A มาแยกสารด้วยวิธี short column chromatography โดย elute column ด้วยตัวทำละลายต่าง ๆ ดังนี้ hexane, 10%, 50%, 70%, และ 80% (อัตราส่วนโดยปริมาตร) ของ chloroform ใน hexane, 10%, 15%, 30% และ 50% (อัตราส่วนโดยปริมาตร) ของ methyl alcohol ใน chloroform และ methyl alcohol โดยแยกเป็น fraction แต่ละ fraction เก็บ eluate ที่ออกมาครั้งละ 500  $\text{cm}^3$  นำสารละลายที่ได้แต่ละ fraction ไปกลั่นแยกตัวทำละลายออก จนเหลือสารละลายในขวดกลั่นประมาณ 25  $\text{cm}^3$  ถ่ายใส่ใน conical flask (ขนาด 50  $\text{cm}^3$ ) แล้วเอาทุก fraction ไประเหยเอาตัวทำละลายออกจนเกือบแห้ง โดยตั้งไว้บน water bath แล้วตั้งไว้ให้ตกผลึก ผลที่ได้แสดงไว้ในตารางที่ 2 หน้า 13

จากการแยกสารใน crude A ด้วยวิธี quick column chromatography ได้ผลไม่ดี เนื่องจาก crude A เป็นน้ำมันเป็นส่วนใหญ่ เมื่อ elute column อย่างเร็วจะทำให้เกิดการ overlap ของ bands ต่าง ๆ ซึ่งไม่เหมาะที่จะแยกสารโดยวิธีนี้ จากการเปลี่ยนวิธีการแยกสารหลาย ๆ วิธีพบว่า วิธี short column chromatography เป็นวิธีการที่เหมาะสมที่สุด ดังนั้นในการแยกสารใน crude A จึงใช้วิธี short column chromatography โดย elute column ด้วยตัวทำละลายต่าง ๆ ตามที่กล่าวมาข้างต้นนี้

ตารางที่ 2 ผลการแยกสารใน crude A โดยวิธี short column chromatography

Eluent	อัตราส่วน โดยปริมาตร	จำนวน fraction	ลักษณะของสาร	หมายเหตุ
hexane	100%	2	น้ำมันสีเหลือง	
chloroform-hexane	10%	1	น้ำมันสีเหลือง	
chloroform-hexane	50%	13	น้ำมันสีเหลืองปน กับผลึกรูปเข็ม	fraction ที่ 11 ถึง 13 มี ผลึกรูปเข็ม สีขาว mp. 130-137° หนัก 30 mg
chloroform-hexane	70%	11	น้ำมันสีเหลือง	
chloroform-hexane	80%	1	น้ำมันสีเหลือง	
chloroform	100%	4	น้ำมันสีเหลือง เข้ม	
methyl alcohol-chloroform	10%	9	น้ำมันสีน้ำตาล เข้ม	
methyl alcohol-chloroform	15%	3	น้ำมันสีน้ำตาล	
methyl alcohol-chloroform	30%	5	น้ำมันสีเหลืองปนกับ amorphous	
methyl alcohol-chloroform	50%	3	น้ำมันสีน้ำตาล	
methyl alcohol	100%	2	น้ำมันสีเหลือง	

### 3.2 การแยกสารใน crude B

นำ crude B มาแยกสาร โดยแยกออกเป็น fraction ต่าง ๆ ด้วยวิธี quick column chromatography I แล้ว elute column ด้วย ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ ดังนี้ 50%, 70% (อัตราส่วนโดยปริมาตร) ของ methyl alcohol ใน chloroform โดยเก็บ eluate ที่ออกมา fraction ละ  $250 \text{ cm}^3$  นำเอาสารละลายที่ได้แต่ละ fraction ไปกลั่น เอาตัวทำละลายออกจนเหลือสารละลายในขวดกลั่นประมาณ  $25 \text{ cm}^3$  ถ่ายใส่ใน conical flask (ขนาด  $50 \text{ cm}^3$ ) ตรวจสอบทุก fraction ด้วย TLC เพื่อรวม fraction ที่เหมือนกัน ตั้งไว้ให้ตกผลึก ซึ่งปรากฏผลดังแสดงไว้ในตารางที่ 3 หน้า 15

สาเหตุที่เลือกวิธี quick column chromatography เป็นวิธีแยกสารใน crude B เนื่องจากความเหมาะสมหลายประการ เช่น แยกได้ดีเพราะ bands ต่าง ๆ ของสารจะไม่ overlap กัน มีความรวดเร็ว column จะไม่มีการร้าว และที่สำคัญคือปริมาณของ crude ที่ใช้ในการทำแต่ละครั้งใช้จำนวนมาก ๆ ได้ ซึ่งขึ้นกับขนาดของ column จากข้อดีดังกล่าวมานี้ และเปรียบเทียบกับวิธีอื่น ๆ แล้วเห็นว่าวิธี quick column chromatography เป็นวิธีที่ดีที่สุด



ตารางที่ 3 ผลการแยกสารใน crude B โดยวิธี quick column chromatography I.

Eluent	อัตราส่วน โดยปริมาตร	จำนวน fraction	ลักษณะของสาร	หมายเหตุ
chloroform-hexane	50%	8	น้ำมันสีน้ำตาล	
chloroform-hexane	70%	12	น้ำมันสีน้ำตาลดำ	
chloroform	100%	8	น้ำมันสีน้ำตาลดำ	
methyl alcohol-chloroform	5%	32	น้ำมันสีแดง-ดำ	นำ fraction ที่ 29 ถึง 50 มารวมกันเพื่อ แยกสารซ้ำอีก ครึ่งหนึ่ง
methyl alcohol-chloroform	10%	9	น้ำมันสีส้มปนกับ amorphous สีขาว	
methyl alcohol-chloroform	30%	6	น้ำมันสีเหลือง	
methyl alcohol-chloroform	50%	5	น้ำมันสีเหลืองปนกับ amorphous สีขาว	
methyl alcohol-chloroform	70%	15	น้ำมันสีเหลืองส้ม ปนกับ solid สีขาว	ได้ผลึกรูปเข็ม สีขาว mp. 210- 219 <sup>o</sup> หนัก 150 mg
methyl alcohol	100%	10	น้ำมันสีเหลือง	

ข้อสังเกต fraction ที่ 1 ถึง 50 เก็บ eluate ที่ออกมา fraction ละ 250 cm<sup>3</sup>

fraction ที่ 51 ถึง 150 เก็บ eluate ที่ออกมา fraction ละ 500 cm<sup>3</sup>

007513

จากการแยกสาร ซึ่งปรากฏผลตามตารางที่ 3 นั้น ใน fraction ที่ 29-50 ซึ่ง elute column ด้วย 5% (อัตราส่วนโดยปริมาตร) ของ methyl alcohol ใน chloroform ยังแยกได้ไม่ดี จึงนำทุก fraction ดังกล่าวมารวมกัน ชั่งน้ำหนักได้ 30 กรัม จากนั้นนำมาแยกสารซ้ำอีกครั้งหนึ่งด้วยวิธี quick column chromatography II โดย elute column ด้วย ตัวทำละลายต่าง ๆ ดังนี้ 50%, 60%, 70%, 80% (อัตราส่วนโดยปริมาตร) ของ chloroform ใน hexane, chloroform, 10% (อัตราส่วนโดยปริมาตร) ของ methyl alcohol ใน chloroform และ methyl alcohol โดยแต่ละ fraction จะเก็บ eluate ที่ออกมาครั้งละ  $250 \text{ cm}^3$  นำสารละลายที่ได้แต่ละ fraction ไปกลั่นแยกตัวทำละลายออก จนเหลือสารละลายในขวดกลั่นประมาณ  $25 \text{ cm}^3$  ถ่ายใส่ใน conical flask (ขนาด  $50 \text{ cm}^3$ ) แล้วเอาทุก fraction ไประเหยเอาตัวทำละลายออกจนเกือบแห้ง โดยตั้งไว้บน water bath จากนั้นนำมาตั้งไว้ให้ตกผลึก ผลที่ได้ตั้งแสดงไว้ในตารางที่ 4 หน้า 17

ตารางที่ 4 ผลการแยกสารซ้ำ ที่ได้จากการแยกในข้อ 3.2 โดยวิธี  
quick column chromatography II

Eluent	อัตราส่วน โดยปริมาตร	จำนวน fraction	ลักษณะของ สาร	หมายเหตุ
chloroform-hexane	50%	5	น้ำมันสีเหลือง	
chloroform-hexane	60%	11	น้ำมันสีส้ม	
chloroform-hexane	70%	9	น้ำมันสีเหลืองปน กับผลึกรูปเข็ม	fraction ที่ 21 ถึง 26 มี ผลึกรูปเข็มสี- เหลืองอ่อน mp. 177- 182° หนัก 55 mg
chloroform-hexane	80%	10	น้ำมันสีเหลืองแก่	
chloroform	100%	17	น้ำมันสีเหลืองแก่	
methyl alcohol-chloroform	10%	3	น้ำมันสีน้ำตาลเข้ม	
methyl alcohol	100%	5	น้ำมันสีเหลืองปน กับ amorphous	

การแยกสารใน crude A โดยใช้ short column chromatography ซึ่งปรากฏผลตามตารางที่ 2 หน้า 13 เมื่อ elute column ด้วย 50% (อัตราส่วนโดยปริมาตร) ของ chloroform ใน hexane ใน fraction ที่ 11, 12, และ 13 หลังจากตั้งไว้ค้างคืน มีผลึกรูปเข็มสีขาว ปนกับน้ำมันสีเหลือง กำหนดให้เป็น สาร A.

การแยกสารใน crude B. โดยวิธี quick column chromatography I ดังผลที่ได้ตามตารางที่ 3 หน้า 15 นั้น เมื่อ elute column ด้วย 70% (อัตราส่วนโดยปริมาตร) ของ methyl alcohol ใน chloroform ใน fraction ทั้งหมด 15 fraction ปรากฏน้ำมันสีเหลืองล้นปนกับ solid สีขาว ให้เป็นสาร B ส่วนใน fraction ที่ 29 - 50 ซึ่ง elute column ด้วย 5% (อัตราส่วนโดยปริมาตร) ของ methyl alcohol ใน chloroform นั้น นำมารวมกัน ซึ่งน้ำหนักได้ 30 กรัม เอามาแยกซ้ำอีกครั้งหนึ่ง โดยใช้ quick column chromatography II ซึ่งสรุปผลการแยกไว้ในตารางที่ 4 หน้า 17 พบว่า เมื่อ elute column ด้วย 70% (อัตราส่วนโดยปริมาตร) ของ chloroform ใน hexane ใน fraction ที่ 21 - 26 มีน้ำมันปนกับผลึกรูปเข็มสีเหลือง กำหนดเป็นสาร C

สาร A, B และ C เป็นสารที่ยังไม่บริสุทธิ์ เพราะมีน้ำมันปนอยู่ จึงต้องนำไปทำให้บริสุทธิ์ในขั้นตอนต่อไป

#### 4. การทำให้สารบริสุทธิ์ (Purification)

##### 4.1 การทำสาร A ให้บริสุทธิ์

สารซึ่งเป็นผลึกรูปเข็มสีขาว mp.  $130 - 137^{\circ}$  หนัก 30 mg. รวบรวมได้จากการ elute column ด้วย 50% (อัตราส่วนโดยปริมาตร) ของ chloroform ใน hexane ใน fraction ที่ 11 - 13 ทั้งสาม fraction นี้ มีผลึกรูปเข็มปนกับน้ำมันสีเหลือง เอาทุก fraction มารวมกัน แล้วตั้งบน water bath เพื่อไล่ตัวทำละลายออกจนหมด หลังจากตั้งทิ้งไว้ ค้างคืนให้เย็น จะปรากฏผลึกรูปเข็มปนกับน้ำมันสีเหลือง นำมาตกผลึกด้วย methyl alcohol ร้อน หลาย ๆ ครั้ง จะได้ผลึกรูปเข็มสีขาวบริสุทธิ์ มีจุดหลอมเหลว  $137 - 139^{\circ}$  หนัก 20 mg. (0.02% โดยน้ำหนักของ crude product)

##### 4.2 การทำสาร B ให้บริสุทธิ์

สารซึ่งเป็นของแข็งสีขาวเป็นแผ่น ๆ  $210 - 219^{\circ}$  หนัก 150 mg. ซึ่งรวบรวมได้จากการ elute column ด้วย 70% (อัตราส่วนโดยปริมาตร) ของ methyl alcohol ใน chloroform ทั้งหมด 15 fraction นำเอาสารละลายที่ได้จาก fraction เหล่านี้มารวมกัน แล้วระเหยเอา ตัวทำละลายออกจนหมด โดยตั้งบน water bath ล้างน้ำมันออกด้วย ethyl alcohol เป็น หลาย ๆ ครั้ง เอาส่วนที่ไม่ละลายไปตกผลึกด้วย ethyl alcohol ร้อน ระเหยเอาตัวทำละลายออก จนเหลือสารละลายใน flask ( $50 \text{ cm}^3$ ) ประมาณ  $10 \text{ cm}^3$  สีนํ้า flask นี้ไปตั้งไว้ให้ตกผลึก โดยตั้งไว้ค้างคืน จะปรากฏผลึกรูปเข็มสีขาวเกาะกันเป็นกลุ่ม ๆ ล้างน้ำมันออกด้วย ethyl alcohol เย็น เอาผลึกที่ได้ไปตกผลึกใหม่ด้วย ethyl alcohol ร้อน ๆ หลาย ๆ ครั้ง จะได้ผลึกรูปเข็มสีขาว บริสุทธิ์ มีจุดหลอมเหลว  $219 - 220^{\circ}$  หนัก 130 mg. (0.087% โดยน้ำหนักจาก crude product)

##### 4.3 การทำสาร C ให้บริสุทธิ์

จากสาร mp.  $177 - 182^{\circ}$  หนัก 55 mg. ซึ่งรวบรวมได้จากการ elute column ด้วย 70% (อัตราส่วนโดยปริมาตร) ของ chloroform ใน hexane ใน fraction ที่ 21 ถึง 26 สารนี้ปนอยู่กับน้ำมันสีเหลืองอ่อน นำสารละลายทั้งหมดมารวมกัน แล้วจึงเอาไประเหย ไล่ตัวทำละลายออกจนหมด โดยการตั้งไว้บน water bath หลังจากตั้งทิ้งไว้ให้เย็น จะมีผลึก ปรากฏเกาะกันเป็นกลุ่ม ๆ ล้างน้ำมันออกด้วย 30% (อัตราส่วนโดยปริมาตร) ของ chloroform

ใน hexane แล้วตกผลึกใหม่ด้วย 40% (อัตราส่วนโดยปริมาตร) ของ chloroform ใน hexane  
ร้อนหลาย ๆ ครั้ง จะได้ผลึกรูปเข็ม สีเหลืองบริสุทธิ์ มีจุดหลอมเหลว  $182-183.5^{\circ}$  หนัก 45 mg  
(0.03% โดยน้ำหนักของ crude product)

### 5. การวิเคราะห์ข้อมูลทางกายภาพของสารที่แยกได้

สาร A เป็นผลึกรูปเข็มสีขาว มีจุดหลอมเหลว  $137 - 139^{\circ}$  มี  $R_f$  value = 0.61 ใน 3% (อัตราส่วนโดยปริมาตร) ของ methyl alcohol ใน chloroform สาร A ไม่ละลายในตัวทำละลายที่มี polarity สูง ๆ เช่น methyl alcohol, ethyl alcohol และน้ำ และไม่ละลายในตัวทำละลายที่มี polarity ต่ำ ๆ เช่น hexane สาร A สามารถละลายได้ดีใน ether, chloroform, acetone, ethyl acetate และ methyl alcohol ร้อน จากการวิเคราะห์หาน้ำหนักโมเลกุล โดยใช้ mass spectrum (EI/MS) ได้  $M^+ = 414$  ซึ่งตรงกับสูตรโมเลกุล  $C_{29}H_{50}O$  คำนวณหาเปอร์เซ็นต์ของธาตุจากสูตร  $C_{29}H_{50}O$  ได้ C = 84.06 %, H = 12.17 % สำหรับ spectrum ของสาร A เป็นดังนี้

IR spectrum	$\nu_{\text{max}}^{\text{KBr}}$ ( $\text{cm}^{-1}$ )	ตามรูปที่ 1 หน้า 39 ตามตารางที่ 5 หน้า 29
$^1\text{H-NMR}$ spectrum	( $\text{CCl}_4 - \text{CDCl}_3$ )	ตามรูปที่ 2 หน้า 39
UV spectrum	$\lambda_{\text{max}}^{\text{chloroform}}$ 276 nm	ตามรูปที่ 3 หน้า 40
Mass spectrum (EI/MS)		ตามตารางที่ 6 หน้า 30

สาร B เป็นผลึกรูปเข็มสีขาว มีจุดหลอมเหลว  $219 - 220^{\circ}$  มี  $R_f$  value = 0.27 (ใน chloroform)  $[\alpha]_D^{26} - 50.2^{\circ}$  (c, 2.14, chloroform) สาร B ไม่ละลายใน hexane, น้ำ ละลายได้เล็กน้อยใน ether, ethyl alcohol, methyl alcohol สามารถละลายได้ดีใน ethyl acetate, chloroform และ ethyl alcohol ร้อน จากการวิเคราะห์หาน้ำหนักโมเลกุลโดยใช้ mass spectrum (CI/MS) ได้  $M^+ = 454$

มีสูตรโมเลกุลเป็น  $C_{26}H_{30}O_7$  คำนวณหาเปอร์เซ็นต์ของธาตุจากสูตร  $C_{26}H_{30}O_7$  ได้ C = 68.73 %, H = 6.67 % สำหรับ spectrum ของสาร B เป็นดังนี้

IR spectrum	$\nu_{\text{max}}^{\text{KBr}}$ ( $\text{cm}^{-1}$ )	ตามรูปที่ 4 หน้า 41 ตามตารางที่ 7 หน้า 32
$^1\text{H}$ - NMR spectrum	( $\text{CCl}_4 - \text{CDCl}_3$ )	ตามรูปที่ 5 หน้า 41 ตามตารางที่ 8 หน้า 33
$^{13}\text{C}$ proton noise decoupled spectrum	( $\text{CCl}_4 - \text{CDCl}_3$ )	ตามรูปที่ 6 หน้า 42 ตามตารางที่ 9 หน้า 34
$^{13}\text{C}$ off- resonance decoupled spectrum	( $\text{CCl}_4 - \text{CDCl}_3$ )	ตามรูปที่ 7 หน้า 42

สาร C เป็นผลึกรูปเข็มสีเหลือง มีจุดหลอมเหลว  $182 - 183.5^\circ$  มี  $R_f$  value = 0.61 {ใน 10% (อัตราส่วนโดยปริมาตร) ของ methyl alcohol ใน chloroform} สาร C ไม่ละลายใน hexane ละลายได้บ้างใน chloroform และสามารถละลายได้ดีใน chloroform ร้อน และ methyl alcohol จากการวิเคราะห์หาน้ำหนักโมเลกุล โดยใช้ mass spectrum (EI/MS) ได้  $M^+ = 320$  ซึ่งตรงกับสูตรโมเลกุล  $C_{17}H_{20}O_6$  คำนวณหาเปอร์เซ็นต์ของธาตุจากสูตร  $C_{17}H_{20}O_6$  ได้ C = 63.75%, H = 6.29%

สำหรับ spectrum ของสาร C เป็นดังนี้

IR spectrum ให้	$\nu_{\text{max}}^{\text{KBr}}$ ( $\text{cm}^{-1}$ )	ตามรูปที่ 8 หน้า 43 ตามตารางที่ 10 หน้า 35
$^1\text{H}$ -NMR spectrum	( $\text{CDCl}_3$ )	ตามรูปที่ 9 หน้า 43 ตามตารางที่ 11 หน้า 36



$^{13}\text{C}$ proton noise decoupled spectrum ( $\text{CDCl}_3$ )	ตามรูปที่ 10 หน้า 44
	ตามตารางที่ 12 หน้า 37
$^{13}\text{C}$ off-resonance decouple spectrum ( $\text{CDCl}_3$ )	ตามรูปที่ 11 หน้า 44
UV spectrum $\lambda_{\text{max}}$ methyl alcohol	288 nm. $\Sigma = 26,560.$
	225 nm. $\Sigma = 20,800.$
	ตามรูปที่ 12 หน้า 45
Mass spectrum (EI/MS)	ตามตารางที่ 13 หน้า 38