

บทที่ 3

วิจารณ์ผลการทดลอง

3.1 การหาสูตรโครงสร้างของสารที่แยกได้จากว่านพระนิม

3.1.1 การหาสูตรโครงสร้างของสาร 1

สาร 1 ลักษณะเป็นเม็ดสีขาว มีจุดหลอมเหลว $76-77^{\circ}\text{C}$ จากอินฟราเรดสเปกตรัม (รูปที่ 3) แสดงลักษณะการดูดกลืนที่สำคัญดังตารางที่ 9 ซึ่งพบแถบการดูดกลืนซึ่งแสดงลักษณะของเอสเทอร์ที่ $1737, 1173\text{ cm}^{-1}$ และแสดงลักษณะของแอลิฟาติกไซโซตรงยาวที่ $730, 720\text{ cm}^{-1}$

ตารางที่ 9 อินฟราเรดสเปกตรัมของสาร 1

แถบการดูดกลืน (cm^{-1})	ความเข้ม	แสดงลักษณะ
2920 , 2849	สูง	C-H สั่นแบบยืดของ CH_3 , CH_2
1737	ปานกลาง	C=O สั่นแบบยืดของเอสเทอร์
1474 , 1460	ปานกลาง	C-H สั่นแบบงอของ CH_3 , CH_2
1173	ปานกลาง	C-O สั่นแบบยืดของเอสเทอร์
730 , 720	ปานกลาง	C-H สั่นแบบงอแบบโคลงของ $(\text{CH}_2)_n$, $n > 4$

จากข้อมูลดังกล่าวแสดงว่าสาร 1 เป็นเอสเทอร์ไซโซตรงยาว จึงนำมาแยกสลายด้วยน้ำโดยใช้ 5 % NaOH ได้แอลกอฮอล์ (สาร 1ก) และ กรด (สาร 1ข)

สำหรับสาร 1ก มีลักษณะเป็นผงละเอียดสีขาว จุดหลอมเหลว $78-80^{\circ}\text{C}$ จากอินฟราเรดสเปกตรัม (รูปที่ 4) แสดงลักษณะการดูดกลืนที่สำคัญดังตารางที่ 10 ซึ่งพบแถบการ

ดูดกลืนของแอลกอฮอล์ปฐมภูมิที่ 3500-3200 , 1060 cm^{-1} และ แสดงลักษณะของแอลิพีติก ไซตรงยาว 730 , 720 cm^{-1}

ตารางที่ 10 อินฟราเรดสเปกตรัมของสาร 1ก

แถบการดูดกลืน (cm^{-1})	ความเข้ม	แสดงลักษณะ
3500-3200	ปานกลาง	O-H สั่นแบบยืดของ 1° แอลกอฮอล์
2920 , 2850	สูง	C-H สั่นแบบยืดของ CH_3 , CH_2
1470 , 1465	ปานกลาง	C-H สั่นแบบงอของ CH_3 , CH_2
1060	ปานกลาง	C-O สั่นแบบยืดและ O-H สั่นแบบงอ(คู่ควบ) ของ 1° แอลกอฮอล์
730 , 720	ปานกลาง	C-H สั่นแบบโคลงของ $(\text{CH}_2)_n$, $n > 4$

จากโปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมของสาร 1ก (รูปที่ 5) พบสัญญาณที่ 0.93 ppm แสดง CH_3 ที่ 1.25 ppm แสดง $-(\text{CH}_2)_n-$ ที่ 1.57 ppm แสดง $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{OH}$ และ ที่ 3.67 ppm แสดง $-\text{CH}_2-\text{OH}$ เมื่อเทียบกับสเปกตรัมของแอลกอฮอล์อิมิตัวไซตรงยาว (33) พบว่าเหมือนกัน

นำสาร 1ก ที่ได้มีมาวิเคราะห์ด้วยจีแอลซี เปรียบเทียบกับแอลกอฮอล์อิมิตัวไซตรงยาวมาตรฐาน 6 ชนิด ซึ่งมีจำนวนคาร์บอน 14 , 16 , 18 , 20 , 22 และ 30 อะตอม ดังตารางที่ 11 โดยอาศัยกราฟการเทียบมาตรฐาน (รูปที่ 7) พบว่าแก๊สโครมาโทแกรมของสาร 1ก (รูปที่ 6) มีค่า retention time เท่ากับ 21.22 และ 34.83 นาที ซึ่งตรงกับจำนวนคาร์บอน 28 และ 30 ตามลำดับ ดังตารางที่ 12



ตารางที่ 11 Retention time ของแอลกอฮอล์อิ่มตัวไซตรงยาวมาตรฐาน

Retention time (นาที)	Log retention time	จำนวนคาร์บอน
0.83	-0.08	14
1.15	0.06	16
1.70	0.23	18
2.66	0.425	20
4.35	0.638	22
34.24	1.534	30

ตารางที่ 12 Retention time ของสาร 1ก

Retention time (นาที)	Log retention time	จำนวนคาร์บอน
21.22	1.327	28
34.83	1.542	30

จากข้อมูลทางสเปกโทรสโกปีและจีแอลซี สรุปได้ว่าสาร 1ก คือแอลกอฮอล์อิ่มตัวไซตรงยาว 2 ชนิด ดังตารางที่ 13

ตารางที่ 13 แอลกอฮอล์ต่างๆของสาร 1ก

สูตรโมเลกุล	สูตรโครงสร้าง	ชื่อสารประกอบ
$C_{28}H_{58}O$	$CH_3-(CH_2)_{26}-CH_2-OH$	octacosanol
$C_{30}H_{62}O$	$CH_3-(CH_2)_{28}-CH_2-OH$	triacontanol

สาร 1ข เป็นผงละเอียดสีขาว มีจุดหลอมเหลว $80-82^{\circ}C$ จากอินฟราเรดสเปกตรัม (รูปที่ 8) แสดงการดูดกลืนที่สำคัญดังตารางที่ 14 ซึ่งพบแถบการดูดกลืนที่สำคัญของกรดคาร์บอกซิลิกที่ $3300-2500$, 1734 , 1435 , 1305 , 930 cm^{-1} พบแอสีเมตริกไซตรงยาวที่ 730 , 720 cm^{-1} เมื่อนาสเปกตรัมของสาร 1ข ไปเทียบกับกรดคาร์บอกซิลิกไซตรงยาว (34) พบว่าเหมือนกัน

ตารางที่ 14 อินฟราเรดสเปกตรัมของสาร 1ข

แถบการดูดกลืน (cm^{-1})	ความเข้ม	แสดงลักษณะ
$3300-2500$	ปานกลาง	O-H สั่นแบบยืดของ R-C-OH
$2920, 2860$	สูง	C-H สั่นแบบยืดของ CH_3, CH_2
1734	สูง	C=O สั่นแบบยืดของ R-C-OH
$1473, 1466$	สูง	C-H สั่นแบบงอของ CH_3, CH_2
$1435, 1305$	ปานกลาง	C-O สั่นแบบยืดและ O-H สั่นแบบงอ (คู่ควบ) ของ R-C-OH

ตารางที่ 14 อินฟราเรดสเปกตรัมของสาร 1x (ต่อ)

แถบการดูดกลืน (cm^{-1})	ความเข้ม	แสดงลักษณะ
930	ต่ำ	O-H สัมพันธะออกนอกวง
730, 720	ปานกลาง	C-H สัมพันธะอเนกวงของ $(\text{CH}_2)_n$ $n > 4$

เพื่อที่จะหาว่ากรดที่ได้จากการแยกสลายด้วยน้ำ (สาร 1x) เป็นกรดอะโรบิก จึงนำกรดไปเตรียมอนุพันธ์เมทิลเอสเทอร์ก่อนด้วย diazomethane (35) แล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยจีแอลซีเปรียบเทียบกับอนุพันธ์เมทิลเอสเทอร์ของกรดคาร์บอกซิลิกอิ่มตัวไซตรงยาวมาตรฐาน โดยอาศัยกราฟการเทียบมาตรฐาน (รูปที่ 10) พบว่าแก๊สโครมาโทแกรมของเมทิลเอสเทอร์ของสาร 1x (รูปที่ 9) มีค่า retention time เท่ากับ 1.40, 1.71, 2.09, 3.30, 4.23, 5.36, 6.96, 8.94, 11.69, 15.13, 25.49 นาที ซึ่งตรงกับจำนวนคาร์บอนเท่ากับ 15, 17, 18, 19, 21, 22, 24, 25, 27, 28, 30, 33 อะตอม ตามลำดับ ดังแสดงในตารางที่ 15

ตารางที่ 15 Retention time ของสาร 1x

Retention time (นาที)	Log retention time	จำนวนคาร์บอน
1.40	0.146	15
1.71	0.230	17
2.09	0.320	18

ตารางที่ 15 Retention time ของสาร 1x (ต่อ)

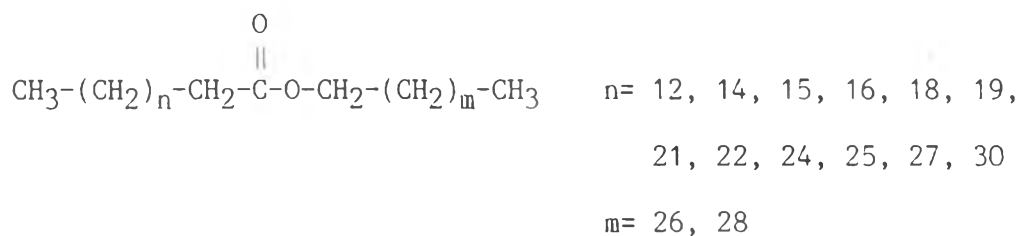
Retention time (นาที)	Log retention time	จำนวนคาร์บอน
2.63	0.414	19
3.30	0.518	21
4.23	0.626	22
5.36	0.729	24
6.96	0.842	25
8.94	0.951	27
11.69	1.070	28
15.13	1.180	30
25.49	1.400	33

จากอินฟราเรดสเปกตรัมและจีแอลซี แสดงว่าสาร 1x เป็นของผสมกรดคาร์บอกซี-
ลิคไซ์ตรงยาวที่ประกอบด้วยกรดต่างๆดังตารางที่ 16

ตารางที่ 16 กรดต่างๆ ของสาร 1x

สูตรโมเลกุล	สูตรโครงสร้าง	ชื่อสารประกอบ
C ₁₄ H ₂₉ COOH	CH ₃ -(CH ₂) ₁₂ -CH ₂ -COOH	pentadecanoic acid
C ₁₆ H ₃₁ COOH	CH ₃ -(CH ₂) ₁₄ -CH ₂ -COOH	heptadecanoic acid
C ₁₇ H ₃₅ COOH	CH ₃ -(CH ₂) ₁₅ -CH ₂ -COOH	octadecanoic acid
C ₁₈ H ₃₇ COOH	CH ₃ -(CH ₂) ₁₆ -CH ₂ -COOH	nonadecanoic acid
C ₂₀ H ₄₁ COOH	CH ₃ -(CH ₂) ₁₈ -CH ₂ -COOH	hencosanoic acid
C ₂₁ H ₄₃ COOH	CH ₃ -(CH ₂) ₁₉ -CH ₂ -COOH	doicosanoic acid
C ₂₃ H ₄₇ COOH	CH ₃ -(CH ₂) ₂₁ -CH ₂ -COOH	tetracosanoic acid
C ₂₄ H ₄₉ COOH	CH ₃ -(CH ₂) ₂₂ -CH ₂ -COOH	pentacosanoic acid
C ₂₆ H ₅₃ COOH	CH ₃ -(CH ₂) ₂₄ -CH ₂ -COOH	heptacosanoic acid
C ₂₇ H ₅₅ COOH	CH ₃ -(CH ₂) ₂₅ -CH ₂ -COOH	octacosanoic acid
C ₂₉ H ₅₉ COOH	CH ₃ -(CH ₂) ₂₇ -CH ₂ -COOH	triacontanoic acid
C ₃₂ H ₆₅ COOH	CH ₃ -(CH ₂) ₃₀ -CH ₂ -COOH	tritriacontanoic acid

จากข้อมูลทั้งหมดที่กล่าวมา สรุปได้ว่าสาร 1 เป็นสารผสมของเอสเทอร์ระหว่าง แอลกอฮอล์ไฮดรอกซิลยาว 2 ชนิด กับ กรดคาร์บอกซิลิกไฮดรอกซิลยาว 12 ชนิด ซึ่งมีสูตรโครงสร้าง ดังนี้



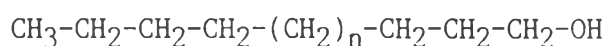
3.1.2 การหาสูตรโครงสร้างของสาร 2

สาร 2 มีลักษณะเป็นผงละเอียดสีขาววาว มีจุดหลอมเหลว 81-83°C จากอินฟราเรดสเปกตรัม (รูปที่ 11) แสดงการดูดกลืนที่สำคัญเหมือนกับตารางที่ 10 พบแถบการดูดกลืนของแอลกอฮอล์ปฐมภูมิที่ 3600-3200 และ 1060 cm^{-1} พบแถบการดูดกลืนของ CH_3 , CH_2 ที่ 1475 และ 1460 cm^{-1} พบแถบการดูดกลืนของ CH_2 ที่ต่อกันเป็นโซ่ตรงยาวที่ 730 , 720 cm^{-1} แสดงว่าสาร 2 ควรเป็นแอลกอฮอล์อิมิตัวโซ่ตรงยาว

จากโปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมของสาร 2 (รูปที่ 12) พบสัญญาณที่ 0.93 ppm แสดง CH_3 สัญญาณที่ 1.25 ppm แสดง $-(\text{CH}_2)_n-$ สัญญาณที่ 1.56 ppm แสดง $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{OH}$ และสัญญาณที่ 3.67 ppm แสดง $-\text{CH}_2-\text{OH}$ เมื่อเปรียบเทียบกับสเปกตรัมของแอลกอฮอล์อิมิตัวโซ่ตรงยาว (33) พบว่าเหมือนกัน

จากคาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมของสาร 2 (รูปที่ 13) แสดงสัญญาณช่วง 14.06-32.80 ppm เป็นสัญญาณของ CH_3 , CH_2 และ ที่ 63.10 ppm เป็นสัญญาณของ $-\text{CH}_2-\text{OH}$ ซึ่งเหมือนกับสเปกตรัมของแอลกอฮอล์โซ่ตรงทั่วไป (36) ดังแสดงในตารางที่ 17

ตารางที่ 17 คาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมของสาร 2



h g f e d c b a

ตำแหน่งคาร์บอน	เคมีคัลชิฟท์ของสาร 2 δ (ppm)
C _a	63.08
C _b	32.80
C _c	25.70
C _d	29.66

ตำแหน่งคาร์บอน	เคมีดิลลิปธ์ของสาร 2 δ (ppm)
C _e	29.40
C _f	31.89
C _g	22.62
C _h	14.06

เมื่อนำสาร 2 มาวิเคราะห์ด้วยจีแอลซี แล้วทำการเปรียบเทียบกับกราฟมาตรฐานของ แอลกอฮอล์ไซตรงมาตรฐาน 6 สาร พบว่า สาร 2 ให้แก๊สโครมาโทแกรมดังรูปที่ 14 ซึ่งมีค่า retention time เท่ากับ 20.65 , 34.23 นาที ซึ่งตรงกับแอลกอฮอล์อิมิตัวไซตรงที่มี จำนวนคาร์บอนเท่ากับ 28 และ 30 คาร์บอน ตามลำดับ ดังแสดงในตารางที่ 18

ตารางที่ 18 Retention time ของสาร 2

Retention time (นาที)	Log retention time	จำนวนคาร์บอน
20.65	1.315	28
34.23	1.534	30

จากข้อมูลทางสเปกโทรสโกปีทั้งหมด และ จีแอลซี สรุปได้ว่าสาร 2 เป็นของผสมของ แอลกอฮอล์ไซตรง 2 ชนิด ดังแสดงในตารางที่ 19

ตารางที่ 19 แอลกอฮอล์ไฮโดรเจนชนิดต่างๆในสาร 2

สูตรโมเลกุล	สูตรโครงสร้าง	ชื่อสารประกอบ
$C_{28}H_{58}O$	$CH_3-(CH_2)_{27}-CH_2-OH$	octacosanol
$C_{30}H_{62}O$	$CH_3-(CH_2)_{29}-CH_2-OH$	triacontanol

3.1.3 การหาสูตรโครงสร้างของสาร 3

สาร 3 เป็นผงละเอียดสีขาว มีจุดหลอมเหลว $70-71^{\circ}C$ อินฟราเรดสเปกตรัม (รูปที่ 15) แสดงการดูดกลืนที่สำคัญดังตารางที่ 20 ซึ่งพบแถบการดูดกลืนของหมู่ฟีนอลที่ $3455, 1184\text{ cm}^{-1}$ หมู่คาร์บอนิลของเอสเทอร์ประเภทพันธะคู่สลับเดี่ยวที่ 1720 cm^{-1} หมู่แอโรแมติกที่ $1600, 1520, 1440\text{ cm}^{-1}$ หมู่อีเทอร์ที่ $1210, 1029\text{ cm}^{-1}$ หมู่แอลคีนที่มีหมู่แทนที่ 2 หมู่อยู่ในทิศทางทรานส์ที่ $1640, 980\text{ cm}^{-1}$ หมู่แอโรแมติกที่มีหมู่แทนที่ 3 หมู่ ที่ตำแหน่ง 1, 2, 4 ที่ $845, 826\text{ cm}^{-1}$ และหมู่แอลิแพติกที่ต่อกันเป็นโซ่ตรงยาวที่ $730, 720\text{ cm}^{-1}$

ตารางที่ 20 อินฟราเรดสเปกตรัมของสาร 3

แถบการดูดกลืน (cm^{-1})	ความเข้ม	แสดงลักษณะ
3450	ปานกลาง	O-H สั่นแบบยืดของ R-OH
2919, 2850	สูง	C-H สั่นแบบยืดของ CH_3, CH_2
1720	สูง	C=O สั่นแบบยืดของหมู่เอสเทอร์ประเภทพันธะคู่สลับเดี่ยว (conjugated ester)

ตารางที่ 20 อินฟราเรดสเปกตรัมของสาร 3

แถบการดูดกลืน (cm^{-1})	ความเข้ม	แสดงลักษณะ
1640	ปานกลาง	C=C สั่นแบบยืดของ $\text{R}_1\text{CH}=\text{CHR}_2$
1600, 1520, 1440	ปานกลาง	C=C สั่นแบบยืดของแอโรแมติก
1473	ปานกลาง	C-H สั่นแบบงอของ CH_3, CH_2
1385, 1365	ปานกลาง	C-H สั่นแบบงออย่างมีสมมาตรของ CH_3
1260, 1126	ปานกลาง	C-C-O สั่นแบบยืดและ C-O-C สั่นแบบยืดของ หมู่เอสเทอร์ประเภทพันธะคู่สลีบเดี่ยว
1210, 1029	ปานกลาง, ต่ำ	C-O-C สั่นแบบยืดของ $\text{CH}_3\text{-O-Ar}$
1184	ต่ำ	C-H สั่นแบบยืด และ O-H สั่นแบบงอ (คู่ควบ) ของฟีนอล
985	ปานกลาง	C-H สั่นแบบงอแบบนอกกระนาบของ $\text{R}_1\text{CH}=\text{CHR}_2$ (แทรนส์)
845, 826	ปานกลาง	C-H สั่นแบบงอแบบนอกกระนาบของวงแอโรแมติกที่มีหมู่แทนที่ 3 หมู่ ที่ตำแหน่ง 1,2,4
720	ปานกลาง	C-H สั่นแบบงอแบบโคลงของ $(\text{CH}_2)_n, n > 4$

จากการวิเคราะห์หาธาตุด้วยเครื่องวิเคราะห์ธาตุพบ C 78.20 % , H 11.36 % และ จากแมสสเปกตรัม (รูปที่ 16) พบไอออนเชิงโมเลกุลที่ 614 ดังนั้นสูตรโมเลกุลน่าจะเป็น $\text{C}_{40}\text{H}_{70}\text{O}_4$ (การคำนวณได้ C 78.18 % , H 11.40 %) นำมาคำนวณหาจำนวนวงและพันธะคู่ (37) ได้เท่ากับ 6

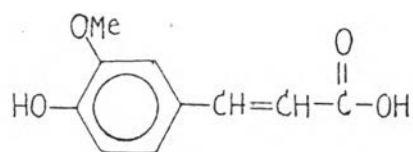
แมสสเปกตรัมของสาร 3 (รูปที่ 16) ปรากฏไอออนเชิงโมเลกุลที่มี m/e 614 (จากการคำนวณ $\text{C}_{40}\text{H}_{70}\text{O}_4$ ได้ 614.53) และ ไอออนชิ้นส่วนที่ m/e 194

ซึ่งคาดว่าจะเป็นส่วนของกรดที่เกิดจากการแตกเป็นชิ้นส่วนแบบแมคลาฟเฟอร์ตีของเอสเทอร์ และพบไอออนชิ้นส่วนที่ m/e 85 , 71 , 57 , 43 ซึ่งแสดงถึงส่วนของแอลิแพติกโซ่ตรงยาว

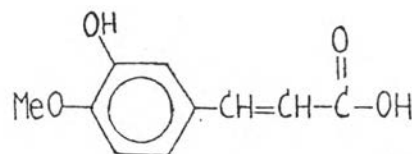
โปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมของสาร 3 (รูปที่ 17) ปรากฏสัญญาณของหมู่ CH_3 ที่ 0.88 ppm (t, 3H) หมู่ $(\text{CH}_2)_n$ ที่ 1.26 ppm (s, H) หมู่ $\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-O-C(=O)-R}$ ที่ 1.6 ppm (br, t, 2H) หมู่ $\text{CH}_3\text{-O-Ar}$ ที่ 3.93 ppm (s, 3H) หมู่ $\text{-CH}_2\text{-O-C(=O)-R}$ ที่ 4.19 ppm (t, 2H) หมู่ Ar-OH ที่ 5.84 ppm (s, 1H) (เมื่อทำ D_2O exchange สัญญาณที่ตำแหน่งนี้จะหายไป) แอโรแมติกโปรตอน ที่ 6.90, 7.04, 7.08 ppm (d, d, s, 3H) หมู่ไวโนลโปรตอน ที่ 6.29, 7.60 ppm (d, d, $J=15.9$ Hz, 2H) สำหรับไวโนลโปรตอนมีค่าคงตัวการคู่ควบ (coupling constant) เท่ากับ 15.9 Hz แสดงว่าโปรตอนทั้งสองอยู่ในทิศทางแทรนส์กัน และสำหรับวงแอโรแมติกชี้ให้เห็นว่ามีหมู่แทนที่ตำแหน่ง 1, 2, 4

คาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมของสาร 3 (รูปที่ 18) , DEPT-135 คาร์บอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม (รูปที่ 19) และ DEPT-90 (รูปที่ 20) ปรากฏสัญญาณของหมู่ CH_3 , CH_2 ของแอลิแพติกโซ่ตรงยาวที่ 14.12-31.95 ppm หมู่ $\text{CH}_3\text{-O-Ar}$ ที่ 55.93 ppm หมู่ $\text{-CH}_2\text{-O-C(=O)-R}$ ที่ 64.63 ppm คาร์บอนของพันธะคู่ และ แอโรแมติกที่ 109.33-147.94 ppm และ R-C(=O)-OR_1 ที่ 167.40 ppm

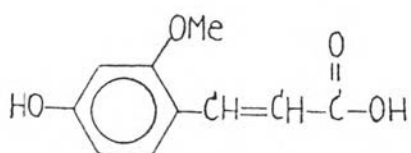
จากข้อมูลทางสเปกโทรสโคปีทีกล่าวมาข้างต้น พอจะคาดได้ว่าสาร 3 น่าจะมีโครงสร้างเป็นเอสเทอร์ประเภทพันธะคู่สลับเดี่ยว จากข้อมูลของโปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมและอินฟราเรดสเปกตรัมทำให้ทราบว่าวงแอโรแมติกมีหมู่แทนที่ 3 หมู่ คือ ที่ตำแหน่ง 1, 2, 4 จากโปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม พบสัญญาณของหมู่เอโรมาติก หมู่ -OCH_3 , -OH , -CH=CH- และจากข้อมูลของแมสสเปกตรัม ปรากฏพีคที่ m/e 194 ($\text{C}_{10}\text{H}_{10}\text{O}_4$) เมื่อนำมาประกอบกันเข้า โอกาสที่จะเป็นไปได้ของส่วนย่อยบางส่วนของโมเลกุลมีดังนี้



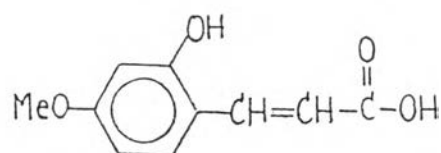
(1)



(2)



(3)



(4)

เนื่องจากจากข้อมูลดังกล่าวข้างต้น ทำให้ทราบว่าสาร 3 เป็นเอสเตอร์ เพื่อที่จะวิเคราะห์หาสูตรโครงสร้างที่แน่นอนของสาร 3 จึงทำการแยกสลายด้วยน้ำด่างใช้ 5% NaOH ได้แอลกอฮอล์ (สาร 3ก) และ กรด (สาร 3ข)

สาร 3ก ที่ได้มีลักษณะเป็นผงละเอียดสีขาว มีจุดหลอมเหลว $84-85^{\circ}\text{C}$ ดังแสดงในอินฟราเรดสเปกตรัม (รูปที่ 21)

นำสาร 3ก มาวิเคราะห์ด้วยจีแอลซี และ เปรียบเทียบรอยการสร้างกราฟมาตรฐานของแอลกอฮอล์อิมัลชันตัวระเหยมาตรฐาน 6 ชนิด ปรากฏว่าสาร 3ก ที่ได้นี้ให้แก๊สโครมาโทแกรม (รูปที่ 22) ซึ่งมีค่า retention time เท่ากับ 34.24 นาที ตรงกับแอลกอฮอล์อิมัลชันตัวระเหยที่มีจำนวนคาร์บอน 30 อะตอม

สำหรับสาร 3ข มีลักษณะเป็นผลึกรูปเข็มสีเหลืองอ่อนมีจุดหลอมเหลว $169-171^{\circ}\text{C}$ อินฟราเรดสเปกตรัม (รูปที่ 23) แสดงการดูดกลืนที่สำคัญดังตารางที่ 21

ตารางที่ 21 อินฟราเรดสเปกตรัมของสาร 3ข

แถบการดูดกลืน (cm^{-1})	ความเข้ม	แสดงลักษณะ
3450	สูง	O-H สันแบบยืดของ $\text{R}-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\text{OH}$
3020	ต่ำ	C-H สันแบบยืดของ $\text{C}=\text{C}-\text{H}$
2950	สูง	C-H สันแบบยืดของ CH_3, CH_2
1690, 1667	สูง	C=O สันแบบยืดของกรดประเภทพันธะคู่ สลัปเดี่ยว
1620	สูง	C=C สันแบบยืด
1600, 1518, 1474	สูง	C=C สันแบบยืดของแอโรแมติก
1467	ปานกลาง	C-H สันแบบงออย่างมีสมมาตรของ CH_3

ตารางที่ 21 อินฟราเรดสเปกตรัมของสาร 3x (ต่อ)

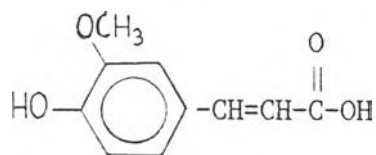
แถบการดูดกลืน (cm^{-1})	ความเข้ม	แสดงลักษณะ
1435, 1285	สูง	C-O สั่นแบบยืดและ O-H สั่นแบบงอ (คู่ควบ) ของ R-C-OH
1200, 1030	สูง,ปานกลาง	C-O-C สั่นแบบยืดของ Ar-O-CH ₃
1165	สูง	C-O สั่นแบบยืดและ O-H สั่นแบบงอ(คู่ควบ) ของฟีนอล
940	ปานกลาง	C-H สั่นแบบงอแบบนอกระนาบของ R-CH=CH-R (แทรนส์)
850, 820	ปานกลาง	C-H สั่นแบบงอแบบนอกระนาบของวงแอรอแมติก ที่มีหมู่แทนที่ที่ตำแหน่ง 1,2,4

จากอินฟราเรดสเปกตรัม ปรากฏแถบการดูดกลืนของหมู่ฟีนอลที่ $3450, 1165 \text{ cm}^{-1}$ ของหมู่แอรอแมติกที่ $1600, 1518, 1474 \text{ cm}^{-1}$ หมู่อีเทอร์ที่ $1200, 1030 \text{ cm}^{-1}$ ของกรดประเภทพันธะคู่สลับเดี่ยวที่ $3500-3000, 1690, 1667, 1435, 1285 \text{ cm}^{-1}$ วงแอรอแมติกที่มีหมู่แทนที่ 3 หมู่ ที่ตำแหน่ง 1, 2, 4 เมื่อเทียบกับสเปกตรัมของ 4-hydroxy-3-methoxy-cinnamic acid (38) พบว่าเหมือนกัน

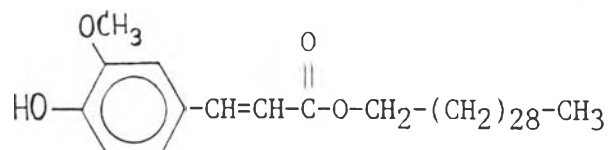
จากโปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม (รูปที่ 24) ปรากฏสัญญาณของ $\text{CH}_3\text{-O-Ar}$ ที่ 3.94 ppm (s,3H) สัญญาณของ $-\text{OH}$ ที่ 5.35 ppm (s,br.) สัญญาณของโปรตอนในวงที่ 6.93, 7.06, 7.11 ppm (d,d,s,3H)

จากข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัม และโปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม และเมื่อเปรียบเทียบกับจุดหลอมเหลวของสาร 3n กับ 4-hydroxy-3-methoxy cinnamic acid พบว่ามีค่าเท่ากันคือ $169.0-171.0 \text{ }^\circ\text{C}$ (38) จึงสรุปได้ว่าสาร 3n คือ 4-hydroxy-3-methoxy-

cinnamic acid ซึ่งมีสูตรโครงสร้างดังนี้

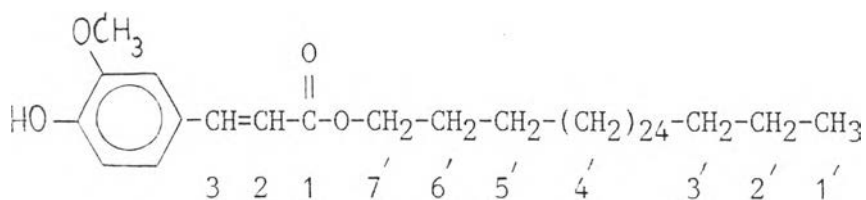


จากการนำส่วนของกรดคือ 4-hydroxy-3-methoxy cinnamic acid มาต่อกับ ส่วนของแอลกอฮอล์ คือ triacontanol จึงสรุปได้ว่า สาร 3 มีสูตรโครงสร้างดังนี้



เมื่อนำคาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมส่วนที่เป็นกรดของสาร 3 มาเทียบกับ 4-hydroxy-3-methoxy cinnamic acid (ferulic acid) (39-41) และนำส่วนที่เป็น แอลกอฮอล์มาเทียบกับ decyl acetate (36) ดังตารางที่ 22 พบว่าใกล้เคียงกัน

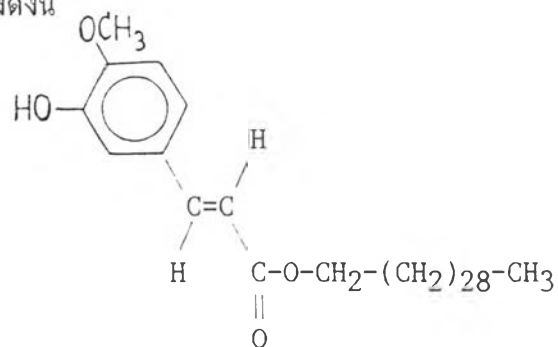
ตารางที่ 22 คาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมของสาร 3



ตำแหน่งคาร์บอน	สาร 3	decyl acetate	ferulic acid
1'	14.12	14.1	
2'	22.70	22.8	
3'	31.95	32.1	

ตำแหน่งคาร์บอน	สาร 3	decyl acetate	ferulic acid
4'	29.72	29.7	
5'	26.02	26.2	
6'	28.80	28.9	
7'	64.72	64.6	
1	167.40	170.1	170.56
2	115.68		116.22
3	144.65		146.92
4	127.07		127.39
5	109.33		112.28
6	147.94		149.11
7	146.79		149.78
8	114.74		116.89
9	123.04		124.23
10	55.93		57.01

จากข้อมูลทางสเปกโทสโคปีทั้งหมดที่กล่าวมา และผลที่ได้จากการแยกสลายด้วยน้ำ จึงสรุปได้ว่า สาร 3 คือ *trans*-triacontyl 4-hydroxy-3-methoxy cinnamate ซึ่งมีสูตรโครงสร้างดังนี้



3.1.4 การหาสูตรโครงสร้างของสาร 4

สาร 4 มีลักษณะเป็นผลึกรูปเหลี่ยมแบนใสไม่มีสี จากอินฟราเรดสเปกตรัม (รูปที่ 25) แสดงแถบการดูดกลืนที่สำคัญดังตารางที่ 20 ซึ่งพบแถบการดูดกลืนซึ่งแสดงลักษณะของคาร์บอนิลที่ 1762 cm^{-1} หมู่แอลคีนที่ $1677, 1654\text{ cm}^{-1}$ และหมู่เอพอกไซด์ที่ $1222, 879\text{ cm}^{-1}$

ตารางที่ 23 อินฟราเรดสเปกตรัมของสาร 4

แถบการดูดกลืน (cm^{-1})	ความเข้ม	แสดงลักษณะ
2921 , 2848	ปานกลาง	C-H สั่นแบบยืดของ CH_3 , CH_2
1762	สูง	C=O สั่นแบบยืดของหมู่แลคโตน
1677 , 1654	ต่ำ,ปานกลาง	C=C สั่นแบบยืดของแอลคีน
1443	ปานกลาง	C-H สั่นแบบงอของ CH_3
1222	ปานกลาง	C-O-C สั่นแบบยืดอย่างมีสมมาตร
847	ปานกลาง	C-O-C สั่นแบบยืดอย่างไม่มีสมมาตร

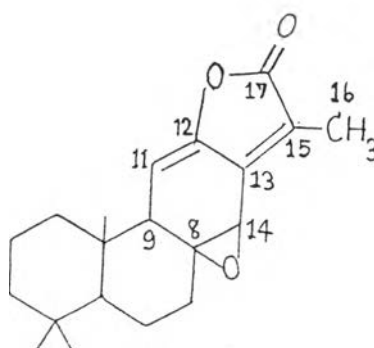
จากโปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมของสาร 4 (รูปที่ 26) พบสัญญาณที่ 0.72, 0.86 , 0.95 ppm (9H,s) แสดง CH_3 3 หมู่ , สัญญาณ ที่ 2.06 (3H,s) แสดง $\text{C}(\text{O})\text{CH}_3$, ที่ 2.63 (1H,d,J = 5.2 Hz) แสดง $-\text{CH}-\text{CH}=\text{}$, สัญญาณ ที่ 3.73 ppm (1H,br,s) แสดง $-\text{CH}-\text{O}-$ และสัญญาณที่ 5.46 (1H,d, J=5.2 Hz) แสดง $-\text{CH}=\text{C}-\text{O}-$

จากคาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม (รูปที่ 27) ปรากฏสัญญาณของคาร์บอน 20 สัญญาณ และ จาก DEPT-135 (รูปที่ 28) และ DEPT-90 (รูปที่ 29) ทำให้ทราบว่า มีหมู่ CH_3 4 หมู่ คือ ที่ 8.65 , 14.99 , 21.91 และ 33.49 ppm มีหมู่ CH_2 5 หมู่ คือ ที่ 18.45 , 20.87 , 34.13 , 39.89 , 41.52 ppm , มีหมู่ CH 4 หมู่ คือ ที่ 51.84 , 53.50 , 54.46 , 104.07 ppm ส่วนที่เหลือเป็นควอเตอร์แนรีคาร์บอน 6 อะตอม คือ

ที่ 34.13 ppm (C-10) , 41.41 ppm (C-4) , 125.16 ppm (C-15) , 145.07 ppm (C-13) , 147.48 ppm (C-12) และ คาร์บอนิลคาร์บอนที่ 170.59 ppm

จากการวิเคราะห์ธาตุด้วยเครื่องวิเคราะห์ธาตุพบ C 72.1 % , H 7.9 %) และจากแมสสเปกตรัม (รูปที่ 30) พบไอออนเชิงมวลเลขคู่ที่ 314 ดังนั้นสูตรโมเลกุลคือ $C_{20}H_{26}O_3$ (จากการคำนวณได้ C 72.0 % , H 7.8 %) นามาคำนวณหาจำนวนวงและพันธะคู่ได้เท่ากับ 8

จากข้อมูลทางสเปกโตรสโคปีทั้งหมดที่กล่าวมา ทำให้พิสูจน์ได้ว่า สาร 4 เป็นไดเทอร์พีนอยด์ ซึ่งมีสูตรโครงสร้างดังนี้



สารนี้ชื่อว่า Jolkinolide A ซึ่งพบครั้งแรกในพืช Euphorbia Jolkini Boiss โดย Yoshimasa Hirata (42-43) และมีรายงานเพียงข้อมูลทางอินฟราเรดสเปกตรัมและโปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมเท่านั้น ดังนั้นงานวิจัยครั้งนี้จึงขอเสนอ ข้อมูลทางคาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์ , DEPT-135 (รูปที่ 28) , DEPT-90 (รูปที่ 29) และ โดยเฉพาะอย่างยิ่ง 2D-NMR $^1H-^1H$ COSY (รูปที่ 31) และ $^1H-^{13}C$ -COSY (รูปที่ 32) ซึ่งจะช่วยให้ยืนยันสูตรโครงสร้างได้ชัดเจนยิ่งขึ้น

3.1.5 การหาสูตรโครงสร้างของสาร 5

สาร 5 เป็นผลึกรูปเข็มสีขาว มีจุดหลอมเหลว $140-144^{\circ}C$ จากข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัม (รูปที่ 33) แสดงการดูดกลืนที่สำคัญดังตารางที่ 24 ซึ่งพบแถบการดูดกลืนที่สำคัญของแอลกอฮอล์ที่ $3600-3200$ และ 1060 cm^{-1} แถบการดูดกลืนของพันธะคู่ที่ 1640 cm^{-1} แถบการดูดกลืนของ disubstituted vinyl ($R_1CH=CHR_2$) ที่ $970, 960\text{ cm}^{-1}$,

แถบการดูดกลืนของ trisubstituted vinyl ($R_1R_2C=CHR_3$) ที่ 800 cm^{-1}

ตารางที่ 24 อินฟราเรดสเปกตรัมของสาร 5

แถบการดูดกลืน (cm^{-1})	ความเข้ม	แสดงลักษณะ
3600-3200	ปานกลาง	O-H สั้นแบบยืดของ R-OH
2940-2864	สูง	C-H สั้นแบบยืดของ CH_2 , CH_3
1640	ต่ำ	C=C สั้นแบบยืดของแอลคีน
1465	ปานกลาง	C-H สั้นแบบงอของ CH_2 , CH_3
1380, 1365	ปานกลาง	C-H สั้นแบบงออย่างมีสมมาตรของ CH_3
1060	ปานกลาง	C-O สั้นแบบยืด และ O-H สั้นแบบงอ
970, 960	ต่ำ	C-H สั้นแบบงอแบบนอกระนาบของ $R_1\text{CH}=\text{CHR}_2$
800	ต่ำ	C-H สั้นแบบงอแบบนอกระนาบของ $R_1R_2\text{C}=\text{CHR}_3$

จากโปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมของสาร 5 (รูปที่ 34) พบสัญญาณในช่วง 0.67-2.32 ppm แสดง CH_3 , CH_2 , CH ของสเตอรอยด์ สัญญาณที่ 3.53 ppm แสดงโปรตอนบนคาร์บอนที่ติดอยู่กับหมู่ไฮดรอกซี สัญญาณที่ 5.09 ppm แสดง $-\text{CH}=\text{CH}-$ สัญญาณที่ 5.35 ppm แสดง $\text{C}=\text{CH}-$ ซึ่งเป็นสเปกตรัมที่มีลักษณะเหมือนกับของ stigmasterol ซึ่ง β -sitosterol ก็ให้สเปกตรัมที่คล้ายกัน ต่างกันตรงที่ β -sitosterol ไม่มีสัญญาณที่ 5.09 ppm เท่านั้น

จากคาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมของสาร 5 (รูปที่ 35) พบสัญญาณช่วง 11.88-56.84 ppm ซึ่งแสดง CH_3 , CH_2 , CH และ C ของสเตอรอยด์ สัญญาณที่ 71.74 ppm แสดงคาร์บอนที่ติดกับหมู่ไฮดรอกซี สัญญาณที่ 140.77 ppm แสดง $-\text{CH}=\text{C}$ สัญญาณที่

121.69 ppm แสดง -CH=C สัญญาณที่ 129.30 , 138.33 ppm แสดง -CH=CH- ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบกับสเปกตรัมของ stigmasterol และ β -sitosterol (44-46) ดังแสดงในตารางที่ 25

ตารางที่ 25 คาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมของสาร 5

ตำแหน่ง คาร์บอน	สาร 5		stigmasterol (44-46)	β -sitosterol (44-46)
	stigmasterol	β -sitosterol		
1	37.25	37.25	37.4	37.4
2	31.64	31.64	31.7	31.8
3	71.80	71.80	71.8	71.9
4	42.28	42.28	42.4	42.4
5	140.75	140.75	140.9	140.9
6	121.72	121.72	121.7	121.8
7	31.90	31.90	31.9	32.0
8	31.90	31.90	31.9	32.0
9	50.13	50.13	50.3	50.3
10	36.51	36.51	36.6	36.6
11	21.10	21.16	21.1	21.1
12	39.68	39.77	39.8	39.9
13	42.28	42.28	42.4	42.4
14	56.86	56.76	57.0	56.8

ตารางที่ 25 คาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมของสาร 5 (ต่อ)

ตำแหน่ง คาร์บอน	สาร 5		stigmasterol (44-46)	β -sitosterol (44-46)
	stigmasterol	β -sitosterol		
15	24.37	24.31	24.4	24.3
16	28.93	28.26	28.9	28.2
17	55.95	56.06	56.0	56.2
18	12.26	11.98	12.2	11.9
19	19.40	19.40	19.4	19.4
20	40.51	33.94	40.5	36.2
21	21.10	29.14	21.1	19.1
22	138.33	33.94	138.4	34.0
23	129.26	29.14	129.4	29.3
24	51.24	50.15	51.19	50.3
25	31.90	26.06	31.9	26.2
26	18.99	18.79	19.0	18.8
27	21.23	19.83	21.1	19.8
28	25.42	23.06	25.4	23.1
29	12.05	11.85	12.0	11.9

จากข้อมูลที่ได้พบว่า สาร 5 มีลักษณะใกล้เคียงกับ stigmasterol และ β -sitosterol และจากจุดหลอมเหลวซึ่งมีช่วงกว้าง แสดงให้เห็นว่าสาร 5 น่าจะเป็นสารผสมของสเตอรอยด์จึงนำสาร 5 มาวิเคราะห์ด้วย GLC เปรียบเทียบกับสเตอรอยด์มาตรฐาน 4 ชนิด คือ cholesterol, campesterol, stigmasterol และ β -sitosterol (รูปที่ 36)

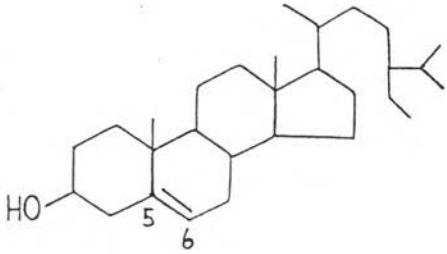
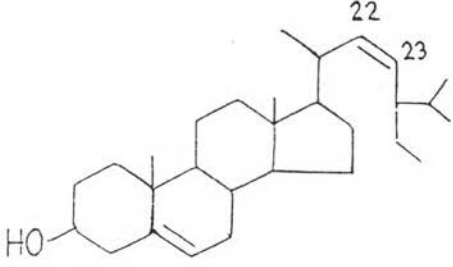
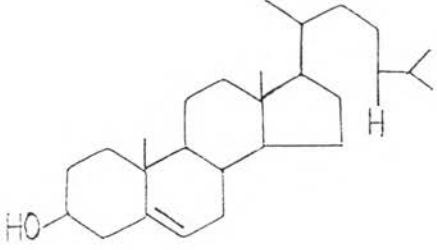
พบว่าสาร 5 ให้แก๊สโครมาโทแกรมที่มีค่า retention time เท่ากับ 14.48, 18.78, และ 21.24 นาที ซึ่งตรงกับ cholesterol, stigmasterol และ β -sitosterol ตามลำดับ ดังตารางที่ 26

ตารางที่ 26 Retention time ของสาร 5 เมื่อเทียบกับสเตอรอยด์มาตรฐาน

retention time (นาที)		สเตอรอยด์
สเตอรอยด์มาตรฐาน	สาร 5	
14.01	14.48	cholesterol
17.74	-	campesterol
18.81	18.78	stigmasterol
21.48	21.24	β -sitosterol

จากข้อมูลทางสเปกโทรสโกปีทั้งหมด และจาก GLC สรุปได้ว่าสาร 5 เป็นของผสมของ สเตอรอยด์ต่างๆดังนี้

ตารางที่ 27 สเตอรอยด์ที่พบในสาร 5

สูตรโมเลกุล	โครงสร้างของสาร	ชื่อสาร
C ₂₉ H ₅₀ O		β-sitosterol
C ₂₉ H ₄₈ O		stigmasterol
C ₂₇ H ₄₈ O		cholesterol

3.1.6 การหาสูตรโครงสร้างของสาร 6

สาร 6 เป็นผลึกรูปเหลี่ยมสามมีสี จากอินฟราเรดสเปกตรัม (รูปที่ 37) แสดงแถบการดูดกลืนที่สำคัญดังตารางที่ 28 ซึ่งพบแถบดูดกลืนซึ่งแสดงลักษณะของหมู่คาร์บอนิลของแอลคโคนที่ 1778 cm⁻¹ , หมู่แอลคีนที่ 1684 cm⁻¹ และหมู่เอพอกไซด์ที่ 1259, 880 cm⁻¹

ตารางที่ 28 อินฟราเรดสเปกตรัมของสาร 6

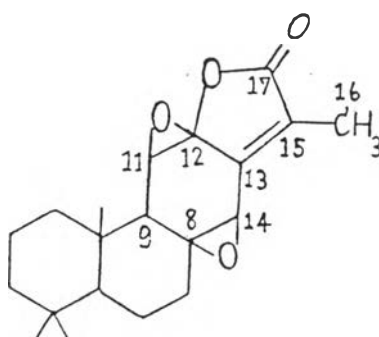
แถบการดูดกลืน (cm^{-1})	ความเข้ม	แสดงลักษณะ
3015	ปานกลาง	C-H สั้นแบบยืดของหมู่เอพอกไซด์
2953, 2866	สูง	C-H สั้นแบบยืดของ CH_3 , CH_2
1778	สูง	C=O สั้นแบบยืดของหมู่แลคโตน
1684	ปานกลาง	C=C สั้นแบบยืดของแอลคีน
1459	ปานกลาง	C-H สั้นแบบงอของ CH_3 , CH_2
1259	ปานกลาง	C-O สั้นแบบงออย่างมีสมมาตร
880	ปานกลาง	C-O สั้นแบบงออย่างไม่มีสมมาตรของหมู่เอพอกไซด์

จากโปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมของสาร 6 (รูปที่ 38) พบสัญญาณที่ 0.82, 0.85, 0.94 ppm (9H, s) แสดง CH_3 3 หมู่, สัญญาณที่ 1.14–2.00 ppm แสดง CH_3 , CH_2 , CH สัญญาณที่ 2.08 ppm (3H, s) แสดง $\text{C}=\text{O}-\text{CH}_3$, สัญญาณที่ 2.29 ppm (1H, br., s, H-9) แสดง CH , สัญญาณที่ 3.68 ppm (1H, s, H-14) แสดง CH และสัญญาณที่ 4.04 ppm (1H, s, H-11) แสดง CH

จากคาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม (รูปที่ 39) ปรากฏสัญญาณของคาร์บอน 20 สัญญาณ และ จาก DEPT-135 (รูปที่ 40) และ DEPT-90 (รูปที่ 41) ทำให้ทราบว่า มีหมู่ CH_3 4 หมู่ คือ ที่ 8.66, 15.34, 21.84, 33.47 ppm มีหมู่ CH_2 5 หมู่ คือ ที่ 18.36, 20.80, 35.52, 39.03, 41.23 ppm มีหมู่ CH 4 หมู่ คือ ที่ 47.90, 53.38, 55.23, 60.92 ส่วนที่เหลือเป็นควอเตอร์นารีคาร์บอน 6 หมู่ คือ ที่ 33.40 (C-10), 39.14 (C-4), 66.02 (C-8), 85.15 (C-12), 130.17 (C-15), 148.65 (C-13) ppm และ คาร์บอนิล 1 หมู่ คือ ที่ 169.56 ppm

จากการวิเคราะห์ธาตุด้วยเครื่องวิเคราะห์ธาตุพบ C 72.2 % , H 7.78 % และ จากแมสสเปกตรัม (รูปที่ 42) พบไอออนเชิงบวกเลขที่ 330 ดังนั้นสูตรโมเลกุลน่าจะเป็น $C_{20}H_{26}O_4$ (จากการคำนวณได้ C 72.0 % , H 7.8 % นามาคำนวณหาจำนวนวงและพันธะคู่ ได้เท่ากับ 8

จากข้อมูลทางสเปกโทรสโกปีทั้งหมดที่กล่าวมา ทำให้พิสูจน์ได้ว่า สาร 6 เป็นไดเทอร์พินอยด์ซึ่งมีสูตรโครงสร้างดังนี้



สารนี้มีชื่อว่า Jolkinolide B ซึ่งพบครั้งแรกในพืช Euphorbia Jolkini Boiss โดย Yoshimasa Hirata (42-43) และมีรายงานเพียงข้อมูลทางอินฟราเรดสเปกตรัม และ ปรอทอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมเท่านั้น ดังนั้นในการวิจัยครั้งนี้จึงขอเสนอ ข้อมูลทางคาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์ , DEPT-135 (รูปที่ 40), DEPT-90 (รูปที่ 41) และ โดยเฉพาะอย่างยิ่ง 2D-NMR $^1H-^1H$ COSY (รูปที่ 43) และ $^1H-^{13}C$ -COSY (รูปที่ 44) ซึ่งจะช่วยให้ยืนยันสูตรโครงสร้างได้ชัดเจนยิ่งขึ้น

3.1.7 การหาสูตรโครงสร้างของสาร 7

สาร 7 เป็นผงละเอียดสีขาว จุดสลายตัว $250-254^{\circ}C$ จากข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัม (รูปที่ 45) แสดงการดูดกลืนที่สำคัญ ดังตารางที่ 26 ซึ่งปรากฏแถบการดูดกลืนของ หมู่ OH ที่ $3500-3200\text{ cm}^{-1}$ และ หมู่ C-O สันแบบยึดของหมู่ไฮดรอกซี และ ของน้ำตาล ที่ $1250, 1160, 1060, 1024\text{ cm}^{-1}$ ซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของไกลโคไซด์ และแถบการดูดกลืน ที่ 800 cm^{-1} แสดงแอนเมอริกโปรตอนที่มีทิศทางตามแนวแกนของน้ำตาลที่เป็นปีตาไอโซเมอร์ (anomeric axial proton of β -sugar)

ตารางที่ 29 อินฟราเรดสเปกตรัมของสาร 7

แถบการดูดกลืน (cm^{-1})	ความเข้ม	แสดงลักษณะ
3600-3200	สูง , กว้าง	O-H สั่นแบบยืดของ R-OH
2940 , 2850	สูง	C-H สั่นแบบยืดของ CH_2 , CH_3
1620	ต่ำ	C=C สั่นแบบยืดของแอลคีน
1462	ปานกลาง	C-H สั่นแบบงอของ CH_2 , CH_3
1370	ปานกลาง	C-H สั่นแบบงออย่างมีสมมาตรของ CH_3
1250	ต่ำ	C-O สั่นแบบยืด
1160 , 1065-1024	สูง	C-O สั่นแบบยืด
800	ต่ำ	C-H สั่นแบบงอของแอนโนเมอริกโปรตอนที่มีทิศทางตามแนวแกนของน้ำตาลที่เป็นปีตาโอไซเมอร์ (anomeric axial proton of β -sugar)

โปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม (รูปที่ 46) ปรากฏสัญญาณที่ 2.43-0.66 ppm ซึ่งเป็นลักษณะของสเตอรอยด์ที่พบในสาร 5 (รูปที่ 34) สัญญาณที่ 5.33 ppm แสดง $-\text{CH}=\text{C}$ และที่ 5.10 ppm แสดง $-\text{CH}=\text{CH}-$ สัญญาณที่ 4.44 ppm (1H, d, J=7.2 Hz) แสดงแอนโนเมอริกโปรตอน และสัญญาณที่ 3.23-3.88 ppm แสดงโปรตอนของน้ำตาล

คาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม (รูปที่ 47) ปรากฏสัญญาณของคาร์บอนที่ 101.40 ppm ซึ่งแสดงคาร์บอนที่ต่อกับออกซิเจน 2 อะตอม ($\text{HC} < \overset{\text{O}}{\parallel}$) และพบสัญญาณที่ 76.89, 70.62, 73.92, 62.16 ppm ซึ่งแสดงลักษณะคาร์บอนที่ต่อกับออกซิเจนหนึ่งอะตอม (C-O, $\text{CH}-\text{O}$) อันเป็นลักษณะของน้ำตาล (47) นอกจากนี้ยังพบสัญญาณที่ 140.76 ppm ซึ่งแสดง $-\text{C}=\text{CH}$ สัญญาณที่ 122.35 ppm แสดง $-\text{C}=\text{CH}$ และสัญญาณที่ 138.71, 129.66 ppm แสดง $-\text{CH}=\text{CH}-$ และสัญญาณที่ 12.05-57.4 ppm แสดง CH_3 , CH_2 , CH ซึ่งมีลักษณะ

เหมือนกับของสเตอรอยด์ที่พบในสาร 5

เนื่องจากปริมาณของสาร 7 ที่ได้มีน้อย ไม่พอที่จะนำมาแยกสลายด้วยน้ำ แต่ข้อมูลจากคาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม สามารถเปรียบเทียบได้ดังตารางที่ 30

ตารางที่ 30 คาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมของสาร 7

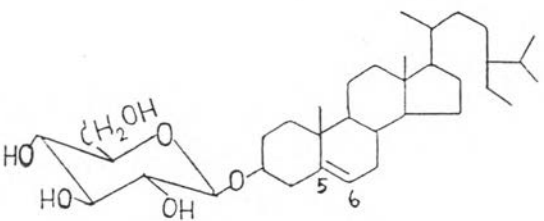
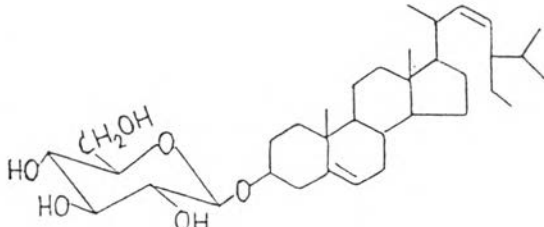
ตำแหน่ง คาร์บอน	สาร 7		
	β -sitosteryl-3-O- β - -D glucopyranoside	stigmasteryl-3-O- β - -D glucopyranoside	β -sitosteryl-3-O- β -D glucopyranoside (48)
1	37.26	37.26	37.6
2	29.74	29.74	30.3
3	76.60	76.60	78.5
4	39.67	39.67	39.3
5	140.51	140.51	140.9
6	121.79	121.79	121.9
7	31.87	31.87	32.1
8	31.87	31.87	32.1
9	50.64	50.64	50.4
10	39.69	36.69	37.0
11	21.25	21.25	21.4
12	40.50	40.50	40.0
13	42.31	42.31	42.5
14	56.81	56.81	56.9
15	24.35	24.35	24.6

ตารางที่ 30 คาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมของสาร 7 (ต่อ)

ตำแหน่ง คาร์บอน	สาร 7		
	-sitosteryl-3-O- β - -D glucopyranoside	stigmasteryl-3-O- β - -D glucopyranoside	β -sitosteryl-3-O- β -D glucopyranoside (48)
16	28.95	28.95	28.5
17	56.70	56.70	56.3
18	12.00	12.00	12.0
19	19.50	19.50	19.4
20	36.69	40.50	36.4
21	18.81	21.25	19.2
22	34.27	138.39	34.3
23	26.09	129.26	26.5
24	45.84	51.24	46.1
25	29.71	29.74	29.5
26	19.07	19.31	19.4
27	19.98	21.34	20.0
28	23.10	25.43	23.5
29	12.04	12.29	12.2
1	101.80	101.80	102.6
2	74.02	74.02	75.3
3	76.60	76.60	78.5
4	71.28	71.28	71.7
5	71.28	71.28	71.7
6	62.64	62.64	62.8

จากการเปรียบเทียบดังตารางที่ 30 สรุปได้ว่า สาร 7 เป็นสารผสมของไกลโคไซด์ต่าง ๆ ดังตารางที่ 31 แต่สำหรับ campesteryl-3-O- β -D-glucopyranoside ซึ่งมีลักษณะสเปกตรัม เกือบเหมือน β -sitosteryl-3-O- β -D-glucopyranoside นั้น ถ้าจะยืนยันให้แน่ใจจะต้องทำการแยกสลายด้วยน้ำและทำการวิเคราะห์ด้วยจีแอลซี

ตารางที่ 31 ไกลโคไซด์ที่พบในสาร 7

โครงสร้างของสาร	ชื่อสาร
	β -sitosteryl-3-O- β -D-glucopyranoside
	stigmasteryl-3-O- β -D-glucopyranoside

3.3.8 การหาสูตรโครงสร้างของสาร 8

สาร 8 เป็นผลึกรูปเข็มสีขาว จุดหลอมเหลว $137-139^{\circ}\text{C}$ จากอินฟราเรดสเปกตรัม แสดงลักษณะการดูดกลืนที่สำคัญดังตารางที่ 32 พบแถบการดูดกลืนซึ่งแสดงลักษณะของแอลกอฮอล์ที่ $3378, 1029\text{ cm}^{-1}$ พบแถบการดูดกลืนซึ่งแสดงลักษณะของแอลคีนที่ $1710, 1662\text{ cm}^{-1}$ พบแถบการดูดกลืนซึ่งแสดงลักษณะของ CH_3, CH_2 ที่ $2963, 1455$ และ 1376 cm^{-1}

ตารางที่ 32 อินฟราเรดสเปกตรัมของสาร 8

แถบการดูดกลืน (cm^{-1})	ความเข้ม	แสดงลักษณะ
3378	ปานกลาง	O-H สัมเบบยืดของ R-OH
2963	สูง	C-H สัมเบบยืดของ CH_3, CH_2
1710	ต่ำ	C=C สัมเบบยืด
1662	ต่ำ	C=C สัมเบบยืด
1455	ปานกลาง	C-H สัมเบบงอของ CH_3, CH_2
1376	ปานกลาง	C-H สัมเบบงออย่างมีสมมาตรของ CH_3
1029	ปานกลาง	C-O สัมเบบยืด และ O-H สัมเบบงอ

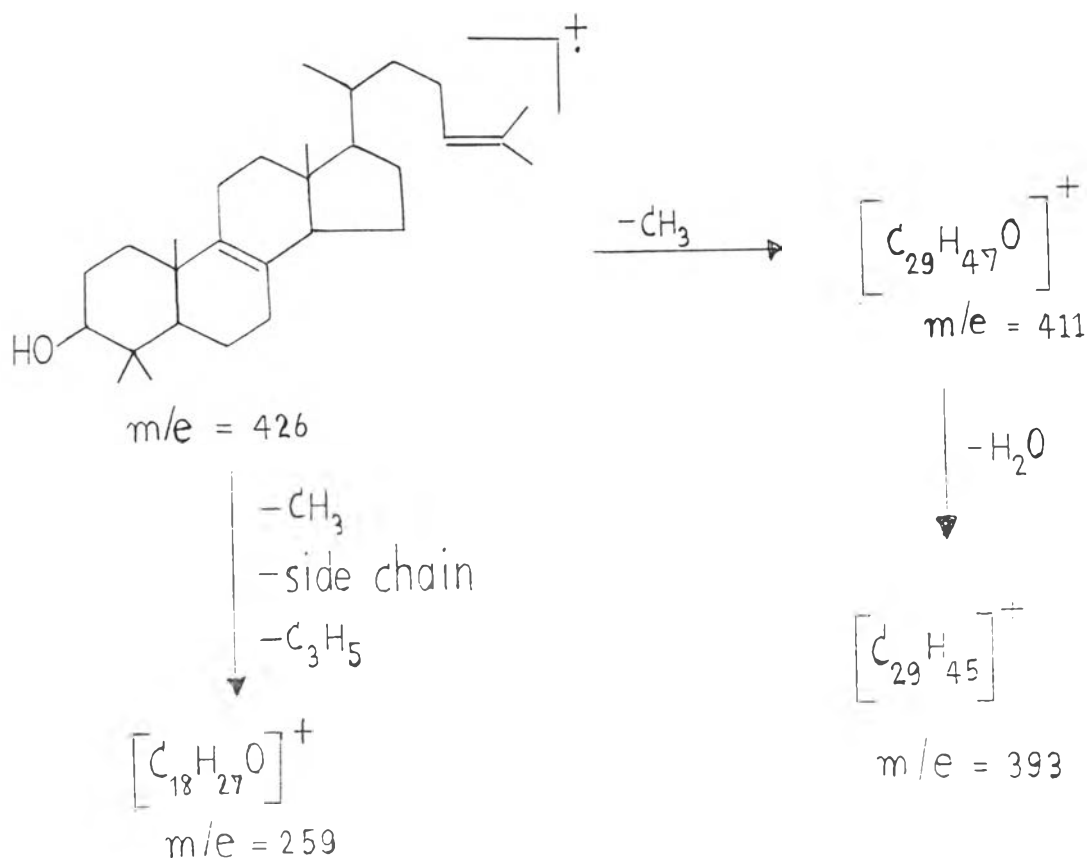
จากโปรตอนเอ็นเอ็มอาร์ สเปกตรัมของสาร 8 (รูปที่ 49) พบสัญญาณของหมู่ CH_3 8 หมู่ คือที่ 0.75 (s), 0.80 (s), 0.854 (d), 0.87 (s), 0.94 (s), 1.00 (s), 1.60 (s, H-27), 1.68 (s, H-26) ppm ซึ่งสัญญาณที่ 1.60 และ 1.68 ppm แสดงเมทิลของหมู่ $>\text{C}=\text{CH}$ สัญญาณของ $-\text{CH}-\text{OH}$ ที่ 3.236 ppm (dd, $J = 4, 10 \text{ Hz}$) ซึ่งชี้ให้เห็นว่าหมู่ OH อยู่ในตำแหน่ง ϵ สัญญาณของ $-\text{CH}=\text{C}$ ที่ 5.09 ppm

จากคาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมของสาร 8 (รูปที่ 50) ปรากฏสัญญาณของคาร์บอน 29 สัญญาณ และ จาก DEPT-135 สเปกตรัม (รูปที่ 51) และ DEPT-90 สเปกตรัม (รูปที่ 52) ทำให้ทราบว่าหมู่ CH_3 8 หมู่ คือที่ 15.53, 15.62, 17.68, 18.92, 20.14, 24.47, 25.75, 28.15 ppm มีหมู่ CH_2 10 หมู่ คือที่ 18.94, 21.53, 24.76, 27.67, 27.94, 28.05, 29.76, 30.90, 35.25, 35.42 ppm มีหมู่ CH 5 หมู่ คือที่ 35.87, 49.63, 50.96, 78.98, 125.21 และที่ เหลือ คือ ควอเทอร์นารีคาร์บอน 6 หมู่ คือที่ 37.26, 38.93, 44.1, 130.85, 134.02 ppm ซึ่งสัญญาณที่ 15.53-50.96 ppm แสดง $\text{CH}_3, \text{CH}_2, \text{CH}$ ของไตรเทอร์พีนอยด์

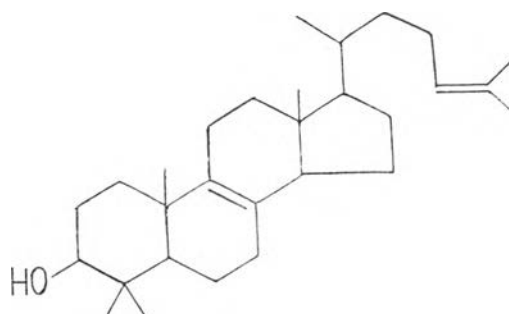
สัญญาณที่ 78.98 ppm แสดง >CH-OH สัญญาณที่ 125.21 และ 130.85 ppm แสดง -CH=C- สัญญาณที่ 133.54 และ 134.02 ppm แสดง >C=C<

จากแมสสเปกตรัม (รูปที่ 53) พบไอออนเชิงโมเลกุล (M^+) ที่ 426 และพบไอออนชิ้นส่วนที่ m/e 411, 393, 259

โอกาสที่จะเป็นไปได้ของการแตกของโมเลกุลมีดังนี้



จากข้อมูลทางสเปกโทรสโกปีทั้งหมดที่กล่าวมา สรุปได้ว่า สาร 8 คือ Lanosterol ซึ่งมีสูตรโครงสร้างดังนี้



3.1.9 การหาสูตรโครงสร้างของสาร 9

สาร 9 เป็นของแข็งรูปผลึกสีขาว จากอินฟราเรดสเปกตรัม (รูปที่ 53) แสดงแถบการดูดกลืนที่สำคัญดังตารางที่ 33 ซึ่งพบแถบการดูดกลืนซึ่งแสดงลักษณะของแอลกอฮอล์ที่ 3350 cm^{-1} , 1051 cm^{-1} และแถบการดูดกลืนซึ่งแสดงลักษณะของแอลคีนที่ 3010 cm^{-1}

ตารางที่ 33 อินฟราเรดสเปกตรัมของสาร 9

แถบการดูดกลืน (cm^{-1})	ความเข้ม	แสดงลักษณะ
3332	สูง	O-H สั่นแบบยืดของ R-OH
3010	ต่ำ	C-H สั่นแบบยืดของ $>\text{C}=\text{C}-\text{H}$
2968 , 2866	สูง	C-H สั่นแบบยืดของ CH_2 , CH_3
1472	ปานกลาง	C-H สั่นแบบงอของ CH_2 , CH_3
1377	ปานกลาง	C-H สั่นแบบงออย่างมีสมมาตรของ CH_3
1051	ปานกลาง	C-O สั่นแบบยืดและ O-H สั่นแบบงอ(คู่ควบ)
971	ปานกลาง	C-H สั่นแบบงอแบบนอกระนาบของ $\text{R}_1\text{CH}=\text{CHR}_2$ (แทนส์)

จากโปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม (รูปที่ 54) ปรากฏสัญญาณที่ 0.32 ppm (d , 4.13 Hz) และ 0.54 ppm (d , 4.13 Hz) ซึ่งเป็นสัญญาณของ geminal proton บน cyclopropane ring สัญญาณที่ 0.80 ppm (s), 0.86 ppm (d), 0.88 ppm (s), 0.96 ppm (s) , 1.31 ppm แสดงสัญญาณของหมู่ CH_3 สัญญาณที่ 3.28 ppm แสดงสัญญาณของ $>\text{CH}-\text{OH}$ และสัญญาณที่ 5.59 ppm แสดงสัญญาณของ $-\text{CH}=\text{CH}-$

จากคาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม (รูปที่ 56) ปรากฏสัญญาณของคาร์บอน 30 สัญญาณ และ จาก DEPT-135 สเปกตรัม (รูปที่ 56) และ DEPT-90 สเปกตรัม (รูปที่ 57)

ทำให้ทราบว่าหมู่ CH_3 7 หมู่ คือที่ 14.0, 18.09, 18.28, 19.30, 25.44, 29.87, 29.89 ppm มีหมู่ CH_2 10 หมู่ คือที่ 21.11, 26.01, 26.43, 28.07, 29.96, 30.36, 31.96, 32.78, 35.57, 39.04 ppm มีหมู่ CH 7 หมู่ คือ ที่ 36.39, 47.09, 47.98, 52.00, 78.84, 125.61, 139.33 ppm และ ที่เหลือคือควอเตอร์นารีคาร์บอน 6 อะตอม คือ ที่ 19.97, 26.07, 40.48, 45.29, 48.81, 70.76 ppm ซึ่งที่ 14.0–52.00 ppm เป็นหมู่ CH_3 , CH_2 , CH ของไตรเทอร์พีนอยด์ สัญญาที่ 78.84 ppm แสดง $>\text{CH}-\text{OH}$ และสัญญาที่ 125.61 และ 139.33 ppm แสดง $-\text{CH}=\text{CH}-$

จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องวิเคราะห์ธาตุพบ C 83.8 % , H 12.39 % และจากแมสสเปกตรัม (รูปที่ 58) พบไอออนเชิงโมเลกุลที่ 424 ดังนั้นสูตรโมเลกุลน่าจะเป็น $\text{C}_{30}\text{H}_{48}\text{O}$ (จากการคำนวณได้ C 86.4 % , H 11.52 %) นามาคำนวณหาจำนวนวงและพันธะคู่ได้เท่ากับ 7

จากข้อมูลทางสเปกโทรสโกปีทีกล่าวมาพอสรุปได้ว่า สาร 9 เป็นไตรเทอร์พีนอยด์ ซึ่งมีหมู่ OH และ มีหมู่ $-\text{CH}=\text{CH}-$ สำหรับสูตรโครงสร้างที่แน่นอนยังไม่สามารถบอกได้

3.1.10 การหาสูตรโครงสร้างของสาร 10

สาร 10 เป็นของแข็งสีฐานสีขาว จากอินฟราเรดสเปกตรัมรูปที่ 62 แสดงการดูดกลืนที่สำคัญดังตารางที่ 34 ซึ่งพบแถบการดูดกลืนของหมู่ OH ที่ $3600-3200 \text{ cm}^{-1}$ และ หมู่ $\text{C}-\text{O}$ สันแบบยืดของหมู่ไฮดรอกซี และ ของน้ำตาล ที่ 1250, 1080, 1030 cm^{-1} ซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของไกลโคไซด์

ตารางที่ 34 อินฟราเรดสเปกตรัมของสาร 10

แถบการดูดกลืน (cm^{-1})	ความเข้ม	แสดงลักษณะ
3600-3200	สูง , กว้าง	O-H สั่นแบบยืดของ R-OH
1750 , 1610	ปานกลาง	C=C สั่นแบบยืด
1475	ปานกลาง	C-H สั่นแบบงออย่างมีสมมาตรของ CH_2, CH_3
1375	ปานกลาง	C-H สั่นแบบงออย่างมีสมมาตรของ CH_3
1250	ต่ำ	C-O สั่นแบบยืด
1080 , 1030	ปานกลาง	C-O สั่นแบบยืด

โปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม (รูปที่ 63) ปรากฏสัญญาณของ CH ที่ 2.58 ppm ปรากฏสัญญาณของน้ำตาลที่ 3.40-5.64 ppm ปรากฏสัญญาณของ OCH_3 3 หมู่ ที่ 3.92, 4.02 และ 4.75 ppm ปรากฏสัญญาณของโปรตอนของวงแอโรแมติกที่ 7.36 และ 7.74 ppm

จากคาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม (รูปที่ 64) และ DEPT-135 สเปกตรัม (รูปที่ 65) และ DEPT-90 สเปกตรัม (รูปที่ 66) ทำให้ทราบว่าหมู่ CH_3 1 หมู่ คือ ที่ 39.63 ppm หมู่ OCH_3 3 หมู่ คือที่ 56.69 , 61.35 และ 61.80 ppm หมู่ OCH_2 3 หมู่ คือ ที่ 60.51 , 60.76 และ 72.3 ppm หมู่ CH 7 หมู่ คือ ที่ 69.55 , 73.3 , 76.59 , 77.19 , 101.62 , 107.62 และ 112.44 ppm และ ที่เหลือเป็นควอเตอร์-แนรีคาร์บอน 8 หมู่ คือ ที่ 112.13 , 113.62 , 141.09 , 142.08 , 152.01 , 154.39 , 158.16 , 158.34 ppm

จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องวิเคราะห์ธาตุ พบว่ามี C 52.08 % , H 4.58 %

จากข้อมูลทางสเปกโทรสโคปีทั้งหมดที่กล่าวมา สรุปได้ว่าสาร 10 เป็นสารประเภทพลาเวโนอยด์ไกลโคไซด์ แต่สูตรโครงสร้างที่แน่นอนยังไม่สามารถบอกได้