

## บทที่ 4

### ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง

จากการทดลองแยกสารสกัดหยาบ ไคคโลโรมีเทน โดยเทคนิคทางโครมาโทกราฟีและตกผลึกได้สารบริสุทธิ์ 3 สารคือสาร 1, 2 และ 3 เมื่อพิสูจน์โครงสร้างของสารด้วยเทคนิคทางสเปกโทรสโคปี มีรายละเอียดดังนี้

#### สาร 1

มีลักษณะผลึกสีเหลืองอ่อน จุดหลอมเหลว 100-113 องศาเซลเซียส น้ำหนัก 0.64 กรัม มีค่า  $R_f = 0.46$  (60% EtOAc/Hexane)  $\times 3$

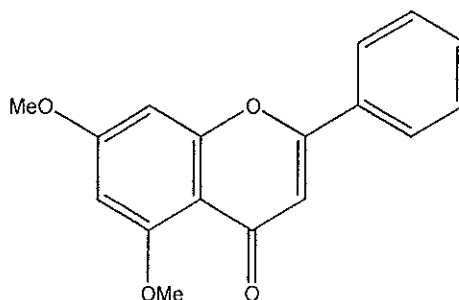
จาก IR สเปกตรัม IR สเปกตรัมแสดงค่าการดูดกลืนพลังงานที่  $3100\text{ cm}^{-1}$  แสดงสัญญาณ C-H stretching ที่  $1667\text{ cm}^{-1}$  แสดงสัญญาณ C=O stretching และที่  $1607\text{ cm}^{-1}$  แสดงสัญญาณ C=C stretching ของวงอะโรมาติก

จาก  $^1\text{H-NMR}$  สเปกตรัมพบพีค singlet ที่  $\delta$  3.95 และ 3.91 ppm เป็นสัญญาณโปรตอนของ O-CH<sub>3</sub> ที่ตำแหน่งที่ 5 และ 7, พีค doublet ที่  $\delta$  6.27 ppm มีค่า  $J = 2.2\text{ Hz}$  เป็นสัญญาณโปรตอนตำแหน่งที่ 6, พีค doublet ที่  $\delta$  6.58 ppm มีค่า  $J = 2.2\text{ Hz}$  เป็นสัญญาณโปรตอนตำแหน่งที่ 8, พีค singlet ที่  $\delta$  6.68 ppm เป็นสัญญาณโปรตอนตำแหน่งที่ 3, พีค multiplet ที่  $\delta$  7.49 ppm เป็นสัญญาณโปรตอนตำแหน่งที่ 3', 4' และ 5', พีค multiplet ที่  $\delta$  7.86-7.88 ppm เป็นสัญญาณโปรตอนตำแหน่งที่ 2' และ 6'

จาก  $^{13}\text{C-NMR}$  สเปกตรัมแสดงค่า  $\delta$  ที่ 56.3 และ 55.7 ppm เป็นสัญญาณคาร์บอนของ O-CH<sub>3</sub> ที่ตำแหน่งที่ 5 และ 7, ค่า  $\delta$  ที่ 92.8 ppm เป็นสัญญาณคาร์บอน C=CH-C ที่ตำแหน่งที่ 8, ค่า  $\delta$  ที่ 96.1 ppm เป็นสัญญาณคาร์บอน C=CH-C ที่ตำแหน่งที่ 6, ค่า  $\delta$  ที่ 109.0 ppm เป็นสัญญาณคาร์บอนตำแหน่งที่ 3, ค่า  $\delta$  ที่ 109.2 ppm เป็นสัญญาณคาร์บอนตำแหน่งที่ 4a, ค่า  $\delta$  ที่ 125.9 ppm เป็นสัญญาณคาร์บอนของวงอะโรมาติก ring B ที่ตำแหน่งที่ 2' และ 6', ค่า  $\delta$  ที่ 128.9 ppm เป็นสัญญาณคาร์บอนของวงอะโรมาติก ring B ที่ตำแหน่งที่ 3' และ 5', ค่า  $\delta$  ที่ 131.1 ppm เป็นสัญญาณคาร์บอนของวงอะโรมาติก ring B ที่ตำแหน่งที่ 4', ค่า  $\delta$  ที่ 131.5 ppm เป็นสัญญาณคาร์บอนของวงอะโรมาติก ring B ที่ตำแหน่งที่ 1', ค่า  $\delta$  ที่ 159.8 ppm เป็นสัญญาณคาร์บอนตำแหน่งที่ 8a, ค่า  $\delta$  ที่ 160.6 ppm เป็นสัญญาณคาร์บอนตำแหน่งที่ 2, ค่า  $\delta$  ที่ 160.8 ppm เป็นสัญญาณคาร์บอนตำแหน่งที่ 5, ค่า  $\delta$  ที่ 164.0 ppm เป็นสัญญาณคาร์บอนตำแหน่งที่ 7, ค่า  $\delta$  ที่ 177.5 ppm เป็นสัญญาณคาร์บอนตำแหน่งที่ 4

สำนักวิทยบริการฯ มหาวิทยาลัยราชภัฏมหาสารคาม

จากข้อมูลสรุปได้ว่าสาร 1 คือ 5,7-dimethoxyflavone ซึ่งมีโครงสร้างดังรูปที่ 4.1



รูปที่ 4.1 5,7-Dimethoxyflavone

สาร 2

มีลักษณะผลึกสีขาวใส จุดหลอมเหลว 119-124 องศาเซลเซียส น้ำหนัก 1.82 กรัม มีค่า  $R_f = 0.34$  (60% EtOAc/Hexane)  $\times 3$

จาก IR สเปกตรัม IR สเปกตรัมแสดงค่าการดูดกลืนพลังงานที่  $3117 \text{ cm}^{-1}$  แสดงสัญญาณ C-H stretching ที่  $1667 \text{ cm}^{-1}$  แสดงสัญญาณ C=O stretching และที่  $1613 \text{ cm}^{-1}$  แสดงสัญญาณ C=C stretching ของวงอะโรมาติก

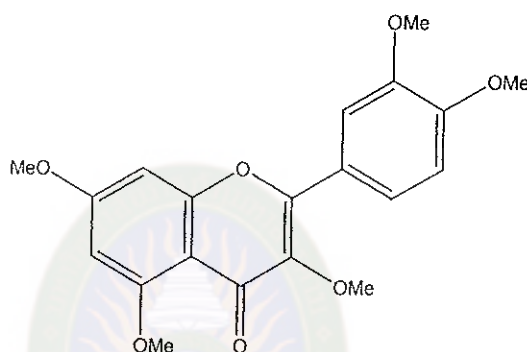
จาก  $^1\text{H-NMR}$  สเปกตรัมพบพีค singlet ที่  $\delta$  3.95, 3.89 และ 3.86 ppm เป็นสัญญาณโปรตอนของ O-CH<sub>3</sub> ที่ตำแหน่งที่ 3, 5, 7, 3' และ 4', พีค doublet ที่  $\delta$  6.38 ppm มีค่า  $J = 2.2 \text{ Hz}$  เป็นสัญญาณโปรตอนตำแหน่งที่ 6, พีค doublet ที่  $\delta$  6.45 ppm มีค่า  $J = 2.2 \text{ Hz}$  เป็นสัญญาณโปรตอนตำแหน่งที่ 8, พีค doublet ที่  $\delta$  6.98 ppm มีค่า  $J = 2.2 \text{ Hz}$  เป็นสัญญาณโปรตอนตำแหน่งที่ 3', พีค singlet ที่  $\delta$  7.65 ppm เป็นสัญญาณโปรตอนตำแหน่งที่ 2', พีค doublet ที่  $\delta$  7.61 ppm มีค่า  $J = 1.8 \text{ Hz}$  เป็นสัญญาณโปรตอนตำแหน่งที่ 5'

จาก  $^{13}\text{C-NMR}$  สเปกตรัมแสดงค่า  $\delta$  ที่ 56.4, 56.0, 55.9 และ 55.7 ppm เป็นสัญญาณคาร์บอนของ O-CH<sub>3</sub> ที่ตำแหน่งที่ 3, 5, 7, 3' และ 4', ค่า  $\delta$  ที่ 92.4 ppm เป็นสัญญาณคาร์บอนของ C=CH-C ที่ตำแหน่งที่ 8, ค่า  $\delta$  ที่ 95.4 ppm เป็นสัญญาณคาร์บอนของ C=CH-C ที่ตำแหน่งที่ 6, ค่า  $\delta$  ที่ 109.5 ppm เป็นสัญญาณคาร์บอนตำแหน่งที่ 4a, ค่า  $\delta$  ที่ 110.7 ppm เป็นสัญญาณคาร์บอนของวงอะโรมาติก ring B ตำแหน่งที่ 5', ค่า  $\delta$  ที่ 111.2 ppm เป็นสัญญาณคาร์บอนของวงอะโรมาติก ring B ตำแหน่งที่ 2', ค่า  $\delta$  ที่ 121.6 ppm เป็นสัญญาณคาร์บอนตำแหน่งที่ 6', ค่า  $\delta$  ที่ 123.4 ppm เป็นสัญญาณคาร์บอนของวงอะโรมาติก ring B ตำแหน่งที่ 1', ค่า  $\delta$  ที่ 136.1 ppm เป็นสัญญาณ

คาร์บอนของ  $C=CH-C$  ที่ตำแหน่งที่ 2, ค่า  $\delta$  ที่ 141.2 ppm เป็นสัญญาณคาร์บอนตำแหน่งที่ 3, ค่า  $\delta$  ที่ 148.7 ppm เป็นสัญญาณคาร์บอนของวงอะโรมาติก ring B ตำแหน่งที่ 4', ค่า  $\delta$  ที่ 150.8 ppm เป็นสัญญาณคาร์บอนของวงอะโรมาติก ring B ตำแหน่งที่ 3', ค่า  $\delta$  ที่ 158.8 ppm เป็นสัญญาณคาร์บอนตำแหน่งที่ 8a, ค่า  $\delta$  ที่ 160.9 ppm เป็นสัญญาณคาร์บอนตำแหน่งที่ 5, ค่า  $\delta$  ที่ 163.9 ppm เป็นสัญญาณคาร์บอนตำแหน่งที่ 7, ค่า  $\delta$  ที่ 174.0 ppm เป็นสัญญาณคาร์บอนตำแหน่งที่ 4

จากข้อมูลสรุปได้ว่าสาร 2 คือ 3,5,7,3',4'-pentamethoxyflavone ซึ่งมีโครงสร้าง ดังรูปที่

4.2



รูปที่ 4.2 3,5,7,3',4'-Pentamethoxyflavone

สาร 3

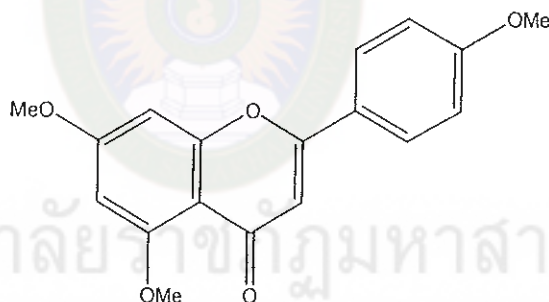
มีลักษณะผลึกสีขาวใส จุดหลอมเหลว 146-155 องศาเซลเซียส น้ำหนัก 1.18 กรัม มีค่า  $R_f = 0.25$  (60% EtOAc/Hexane)  $\times 3$

จาก IR สเปกตรัม IR สเปกตรัมแสดงค่าการดูดกลืนพลังงานที่  $3024\text{ cm}^{-1}$  แสดงสัญญาณ C-H stretching ที่  $1567\text{ cm}^{-1}$  แสดงสัญญาณ C=O stretching และที่  $1548\text{ cm}^{-1}$  แสดงสัญญาณ C=C stretching ของวงอะโรมาติก

จาก  $^1\text{H-NMR}$  สเปกตรัมพบพีก singlet ที่  $\delta$  3.95, 3.90 และ 3.87 ppm เป็นสัญญาณโปรตอนของ  $O-CH_3$  ที่ตำแหน่งที่ 5, 7 และ 4', พีก doublet ที่  $\delta$  6.36 ppm มีค่า  $J = 1.8\text{ Hz}$  เป็นสัญญาณโปรตอนตำแหน่งที่ 6, พีก doublet ที่  $\delta$  6.55 ppm มีค่า  $J = 2.0\text{ Hz}$  เป็นสัญญาณโปรตอนตำแหน่งที่ 8, พีก singlet ที่  $\delta$  6.58 ppm เป็นสัญญาณโปรตอนตำแหน่งที่ 3, พีก doublet ที่  $\delta$  6.99 ppm มีค่า  $J = 8.9\text{ Hz}$  เป็นสัญญาณโปรตอนตำแหน่งที่ 3' และ 5', พีก doublet ที่  $\delta$  7.81 ppm มีค่า  $J = 8.9\text{ Hz}$  เป็นสัญญาณโปรตอนตำแหน่งที่ 2' และ 6'

จาก  $^{13}\text{C}$ -NMR สเปกตรัมแสดงค่า  $\delta$  ที่ 56.4, 55.7 และ 55.4 ppm เป็นสัญญาณคาร์บอนของ  $\text{O}-\text{CH}_3$  ที่ตำแหน่งที่ 5, 7 และ 4', ค่า  $\delta$  ที่ 92.8 ppm เป็นสัญญาณคาร์บอนของ  $\text{C}=\text{CH}-\text{C}$  ที่ตำแหน่งที่ 8, ค่า  $\delta$  ที่ 96.1 ppm เป็นสัญญาณคาร์บอนของ  $\text{C}=\text{CH}-\text{C}$  ที่ตำแหน่งที่ 6, ค่า  $\delta$  ที่ 107.2 ppm เป็นสัญญาณคาร์บอนของ  $\text{C}=\text{CH}-\text{C}$  ที่ตำแหน่งที่ 3, ค่า  $\delta$  ที่ 108.79 ppm เป็นสัญญาณคาร์บอนตำแหน่งที่ 4a, ค่า  $\delta$  ที่ 114.23 ppm เป็นสัญญาณคาร์บอนของวงอะโรมาติก ring B ตำแหน่งที่ 3' และ 5', ค่า  $\delta$  ที่ 123.6 ppm เป็นสัญญาณคาร์บอนของวงอะโรมาติก ring B ตำแหน่งที่ 1', ค่า  $\delta$  ที่ 127.6 ppm เป็นสัญญาณคาร์บอนของวงอะโรมาติก ring B ตำแหน่งที่ 2' และ 6', ค่า  $\delta$  ที่ 159.8 ppm เป็นสัญญาณคาร์บอนตำแหน่งที่ 8a, ค่า  $\delta$  ที่ 160.8 ppm เป็นสัญญาณคาร์บอนของ  $\text{C}=\text{CH}-\text{C}$  ที่ตำแหน่งที่ 2, ค่า  $\delta$  ที่ 161.0 ppm เป็นสัญญาณคาร์บอนของวงอะโรมาติก ring B ตำแหน่งที่ 4', ค่า  $\delta$  ที่ 162.1 ppm เป็นสัญญาณคาร์บอนของ  $\text{C}=\text{CH}-\text{C}$  ที่ตำแหน่งที่ 5, ค่า  $\delta$  ที่ 164.1 ppm เป็นสัญญาณคาร์บอนของ  $\text{C}=\text{CH}-\text{C}$  ที่ตำแหน่งที่ 7, ค่า  $\delta$  ที่ 177.6 ppm เป็นสัญญาณคาร์บอนตำแหน่งที่ 4

จากข้อมูลสรุปได้ว่าสาร 3 คือ 5, 7, 4'-trimethoxyflavone ซึ่งมีโครงสร้างดังรูปข้างล่างนี้



รูปที่ 4.3 5,7,4'-Trimethoxyflavone