

## บทที่ 4

### ผลการทดลองและวิจารณ์ผล

#### 1. การสังเคราะห์เนคส์ไฮดรอกซีคาร์บอกซิลิกแอซิด

จากการทดลองที่ 1.1 เป็นการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันน้ำมันละหุ่งกับเมธานอลเกิดเป็นเมทิลเอสเทอร์ของกรดไขมันของน้ำมันละหุ่งที่มี ricinoleic acid เป็นองค์ประกอบหลัก

จากคาร์บอน 13 NMR สเปกตรัม (รูปที่ 3) ของน้ำมันละหุ่งแสดงค่า chemical shift ที่สำคัญคือ  $-CH_2-O-$  และ  $-CH-O-$  ของไตรกลีเซอไรด์ในน้ำมันละหุ่งที่ 62.1 ppm และ 69.1 ppm ค่า chemical shift ของ  $-C=O$  ของเอสเทอร์ที่ 172.3 ppm , 172.8 ppm ค่า chemical shift ของ  $C-OH$  ที่ 71.5 ppm และค่า chemical shift ของ  $-C=C-$  ที่ 125.3 ppm และ 133.1 ppm ของ ricinoleic acid ในสายไตรกลีเซอไรด์ของน้ำมันละหุ่ง

เมื่อดูจากคาร์บอน 13 NMR สเปกตรัม (รูปที่ 4) ของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของน้ำมันละหุ่งที่ได้จากการทดลองที่ 1.1 จะเห็นว่าไม่ปรากฏค่า chemical shift ของ  $-CH_2-O-$  และ  $-CH-O-$  ของไตรกลีเซอไรด์ในน้ำมันละหุ่งที่ 62.1 ppm , 69.1 ppm และค่า chemical shift ของ  $-C=O$  ของเอสเทอร์ที่ 172.3 ppm , 172.8 ppm แต่ปรากฏค่า chemical shift ของ  $CH_3-O-$  และ  $-C=O$  ของเมทิลเอสเทอร์ของ ricinoleic acid อันเป็นองค์ประกอบหลักของน้ำมันละหุ่งที่ 51.5 ppm และ 174.3 ppm ตามลำดับ ซึ่งจากข้อมูลของคาร์บอน 13 NMR สเปกตรัมดังกล่าวแสดงให้เห็นว่าเกิดปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของไตรกลีเซอไรด์ในน้ำมันละหุ่งกับเมธานอล ได้เมทิลเอสเทอร์ของกรดไขมันที่มี ricinoleic acid เป็นองค์ประกอบหลักโดยสมบูรณ์

จากการทดลองที่ 1.2 เป็นการทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสในเซชันสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลองที่ 1.1

จากคาร์บอน 13 NMR สเปกตรัม (รูปที่ 5) ของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลอง 1.2 จะเห็นว่าไม่ปรากฏค่า chemical shift ของ  $-C=C-$  ที่ 125.3 ppm และ 133.1 ppm ของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลอง 1.1 และปรากฏค่า chemical shift ของ  $-C-OH$  ที่ 179.6 ppm , 177.7 ppm , 175.6 ppm ,

160.7 ppm เพิ่มขึ้น ซึ่งแสดงให้เห็นว่าเกิดผลิตภัณฑ์ชนิดใหม่ที่เป็นพวกคาร์บอกซิลิกแอซิดขึ้นหลังจากทำปฏิกิริยาไอโซในเซชันของสารผลิตภัณฑ์จากการทดลองที่ 1.1 นั้นเป็นผลมาจากการทำลายพันธะคู่แล้วออกซิโคไซด์สารตั้งต้นดังกล่าวเป็นคาร์บอกซิลิกแอซิด แสดงว่าปฏิกิริยาไอโซในเซชันเกิดขึ้นโดยสมบูรณ์ เพื่อให้ทราบว่าเป็นสารผลิตภัณฑ์ที่ได้เป็นสารชนิดใดจึงนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี-แมสสเปกโทรเมตรี ซึ่งก่อนนำสาร ไปวิเคราะห์ต้องนำมาทำปฏิกิริยาตามการทดลองที่ 6 ก่อนเพื่อเปลี่ยนสารประกอบคาร์บอกซิลิกแอซิดเป็นเมทิลเอสเทอร์ จากคาร์บอน 13 NMR สเปกตรัม (รูปที่ 6) เมทิลเอสเทอร์ของสารผลิตภัณฑ์จากการทดลองที่ 1.2 จะเห็นว่าไม่ปรากฏค่า chemical shift ของ  $\text{-C-OH}$  ที่ 179.6 ppm , 177.7 ppm , 175.6 ppm แต่ ปรากฏค่า chemical shift ของ  $\text{-C=O}$  ของเมทิลเอสเทอร์เพิ่มขึ้นที่ 170.4 ppm , 173.2 ppm แต่ที่จำนวนค่า chemical shift ของ  $\text{-C-OH}$  ที่ลดลงน้อยกว่าจำนวนค่า chemical shift ของ  $\text{-C=O}$  ที่เพิ่มขึ้นเนื่องจากว่ามีค่า chemical shift ของ  $\text{-C=O}$  ของเมทิลเอสเทอร์บางชนิดที่อยู่ในสารผลิตภัณฑ์มีค่าเท่ากับส่วนค่า chemical shift ที่ 160.7 ppm นั้นเป็นของกรดฟอร์มิก และปรากฏค่า chemical shift ของ  $\text{-O-CH}_3$  ที่ 51.4 ppm , 51.5 ppm แสดงว่ามีเมทิลเอสเทอร์มากกว่าหนึ่งชนิดภายในสารผลิตภัณฑ์ที่ได้

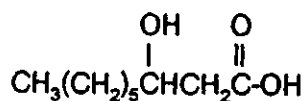
การวิเคราะห์ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี-แมสสเปกโทรเมตรี ปรากฏว่าจากแก๊สโครมาโทแกรม (รูปที่ 7) ของสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลองที่ 1.2 แสดงพีคหลัก 3 พีคคือที่รีเทนชันไทม์ 5.7 , 6.3 และ 7.0 แสดงให้เห็นว่าสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลองที่ 1.2 ประกอบด้วยสารหลัก 3 ชนิด และเมื่อนำแมสสเปกตรัมของสารทั้ง 3 ชนิด ไปเปรียบเทียบกับแมสสเปกตรัมในฐานข้อมูล ปรากฏว่าสามารถระบุได้แน่นอนเพียงชนิดเดียวคือ nonanedioic acid dimethyl ester อันเป็นสารที่ปรากฏเป็นพีคที่ 3 ใน แก๊สโครมาโทแกรม (รูปที่ 7) ส่วนสารอีกสองชนิดไม่สามารถระบุได้ จึงนำสารผลิตภัณฑ์ที่ได้มาแยกสารองค์ประกอบด้วยวิธีคอลัมน์โครมาโทกราฟี

การแยกสารองค์ประกอบด้วยวิธีคอลัมน์โครมาโทกราฟีโดยใช้ซิลิกาเจล จี 60 เป็นตัวดูดซับและใช้ไอเทอร์ผสมกับเฮกเซนในอัตราส่วน 1:1 เป็นตัวชะตามการทดลองที่ 3 จะได้สารดังต่อไปนี้

เมทิลเอสเทอร์ของกรดไขมันขนาดยาวถูกชะออกมาเป็นกลุ่มแรกโดยทราบได้จากการนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง NMR แล้วนำ คาร์บอน 13 NMR สเปกตรัมที่ได้(รูปที่ 8)ไปเปรียบเทียบกับคาร์บอน 13 NMR สเปกตรัมมาตรฐาน และเมื่อนำผลวิเคราะห์ด้วยแก๊สโครมาโทกราฟีของเมทิลเอสเทอร์ของกรดไขมันขนาดยาว (รูปที่ 9) เปรียบเทียบกับแก๊สโครมาโทแกรมของสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลองที่ 1.2 (รูปที่ 7)ปรากฏว่าไม่ใช่สารองค์ประกอบหลักหนึ่งในสามของสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลองที่ 1.2

nonanedioic acid monomethyl ester เป็นสารชนิดที่สองที่ได้จากการแยกสารองค์ประกอบด้วยวิธีคอลัมน์โครมาโทกราฟี ซึ่งทราบได้จากผลการวิเคราะห์ด้วย NMR แก๊สโครมาโทกราฟีและแก๊สโครมาโทกราฟี-แมสสเปกโทรเมตรี จากแก๊สโครมาโทแกรม (รูปที่ 10) ของสารชนิดนี้เปรียบเทียบกับแก๊สโครมาโทแกรม (รูปที่ 7) ของสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลอง 1.2 แสดงให้เห็นว่าสารชนิดนี้เป็นองค์ประกอบหลักหนึ่งในสามของสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลอง 1.2 คือเป็นพีคที่ 3 ของแก๊สโครมาโทแกรมของสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลอง 1.2 และเมื่อทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี-แมสสเปกโทรเมตรี ของสารชนิดนี้เมื่อดูจากแมสสเปกตรัมของสารชนิดนี้เปรียบเทียบกับแมสสเปกตรัมในฐานข้อมูล (รูปที่ 11) ปรากฏว่าสามารถระบุได้คือ nonanedioic acid dimethyl ester และจากคาร์บอน 13 NMR สเปกตรัมของสารชนิดนี้ (รูปที่ 12) มีค่า chemical shift ที่สำคัญคือของ  $-C=O$  ที่ 174.5 ppm,  $-C-OH$  ที่ 179.8 ppm และ  $-O-CH_3$  ที่ 51.3 ppm แสดงให้เห็นว่าสารชนิดนี้มีส่วนที่เป็นคาร์บอกซิลิกแอซิดและมีส่วนที่เป็นเมทิลเอสเทอร์อยู่ภายในโมเลกุลเดียวกัน

3-hydroxy nonanoic acid เป็นสารชนิดสุดท้ายที่ได้จากการแยกสารองค์ประกอบด้วยวิธีคอลัมน์โครมาโทกราฟี ซึ่งทราบได้จากผลการวิเคราะห์ด้วย NMR แก๊สโครมาโทกราฟีและแก๊สโครมาโทกราฟี-แมสสเปกโทรเมตรี จากแก๊สโครมาโทแกรม (รูปที่ 13) ของสารชนิดนี้เปรียบเทียบกับแก๊สโครมาโทแกรม (รูปที่ 7) ของสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลอง 1.2 แสดงให้เห็นว่าสารชนิดนี้เป็นองค์ประกอบหลักหนึ่งในสามชนิดของสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลอง 1.2 คือเป็นพีคที่ 1 ของแก๊สโครมาโทแกรมของสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลอง 1.2 และจากคาร์บอน 13 NMR สเปกตรัมของสารชนิดนี้ (รูปที่ 14) มีค่า chemical shift ที่สำคัญคือของ  $-C-OH$  ที่ 68.1 ppm,  $-C-OH$  ที่ 177.9 ppm,  $-CH_2$  ที่ 14.0 ppm และ  $-CH_2$  ที่ 41.1 ppm, 36.4 ppm, 33.9 ppm, 29.1 ppm, 25.3 ppm และ 22.5 ppm แสดงให้เห็นว่าสารชนิดนี้ประกอบด้วยคาร์บอนทั้งหมด 9 อะตอม และจากคาร์บอน 13 NMR DEPT 135 สเปกตรัม (รูปที่ 15) ของสารชนิดนี้แสดงให้เห็นว่ามี CH และ  $CH_2$  ทั้งหมด 2 อะตอมคือ chemical shift ที่ 68.1 ppm, 14.0 ppm และมี  $CH_2$  ทั้งหมด 6 อะตอมคือ chemical shift ที่ 41.1 ppm, 36.4 ppm, 33.9 ppm, 29.1 ppm, 25.3 ppm และ 22.5 ppm ซึ่งสอดคล้องกับโครงสร้างของ 3-hydroxy nonanoic acid (ได้สาร 69.14%)



โครงสร้างของ 3-hydroxy nonanoic acid

## 2. การตั้งเกาะที่แอลฟาไฮดรอกซีคาร์บอนของกรดไขมัน

จากการทดลองที่ 2.1 เป็นการทำให้ปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันน้ำมันละหุ่งกับเมธานอลเกิดเป็นเมทิลเอสเทอร์ของกรดไขมันในน้ำมันละหุ่งซึ่งมี ricinoleic acid เป็นองค์ประกอบหลัก

จากคาร์บอน 13 NMR สเปกตรัม (รูปที่ 3) ของน้ำมันละหุ่งแสดงค่า chemical shift ที่สำคัญคือ  $-CH_2-O-$  และ  $-CH-O-$  ของไตรกลีเซอไรด์ของน้ำมันละหุ่งที่ 62.1 ppm และ 69.1 ppm ค่า chemical shift ของ  $-C=O$  ของเอสเทอร์ที่ 172.3 ppm , 172.8 ppm ค่า chemical shift ของ  $C-OH$  ที่ 71.5 ppm และค่า chemical shift ของ  $-C=C-$  ที่ 125.3 ppm และ 133.1 ppm ของ ricinoleic acid ในสายไตรกลีเซอไรด์ของน้ำมันละหุ่ง

เมื่อดูจากคาร์บอน 13 NMR สเปกตรัม (รูปที่ 16) ของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทำให้ปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของน้ำมันละหุ่งที่ได้จากการทดลองที่ 2.1 จะเห็นว่าไม่ปรากฏค่า chemical shift ของ  $-CH_2-O-$  และ  $-CH-O-$  ของไตรกลีเซอไรด์ในน้ำมันละหุ่งที่ 62.1 ppm , 69.1 ppm และค่า chemical shift ของ  $-C=O$  ของเอสเทอร์ที่ 172.3 ppm , 172.8 ppm และปรากฏค่า chemical shift ของ  $CH_3-O-$  และ  $-C=O$  ของเมทิลเอสเทอร์ของ ricinoleic acid อันเป็นองค์ประกอบหลักของน้ำมันละหุ่งที่ 51.5 ppm และ 174.3 ppm ตามลำดับ ซึ่งจากข้อมูลของคาร์บอน 13 NMR สเปกตรัมดังกล่าวแสดงให้เห็นว่าเกิดปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของไตรกลีเซอไรด์ในน้ำมันละหุ่งกับเมธานอล ได้เมทิลเอสเทอร์ของกรดไขมันที่มี ricinoleic acid เป็นองค์ประกอบหลักโดยสมบูรณ์

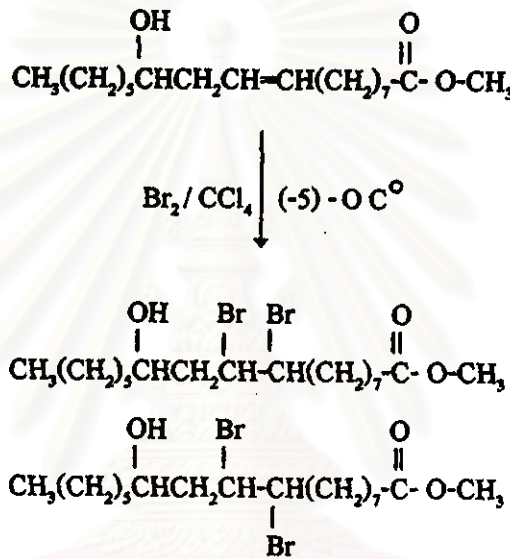
จากการทดลองที่ 2.2 เป็นการทำให้ปฏิกิริยาโบรมิเนชันสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลองที่ 2.1

จากคาร์บอน 13 NMR สเปกตรัม (รูปที่ 17) ของสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลองที่ 2.2 จะเห็นว่าไม่ปรากฏค่า chemical shift ของ  $-C=C-$  ของ ricinoleic methylester ที่เป็นองค์ประกอบหลักของสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลองที่ 2.1 ที่ 125.3 ppm และ 133.1 ppm แต่ปรากฏค่า chemical shift ของ  $-C-Br$  ที่ 60.1 ppm , 58.7 ppm , 56.7 ppm และ 55.5 ppm ของสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลองที่ 2.2 แสดงให้เห็นว่าเกิดปฏิกิริยาโบรมิเนชันโดยสมบูรณ์

จากสมการที่ 4 เมื่อสิ้นสุดปฏิกิริยาควรจะได้สารผลิตภัณฑ์ที่มี  $-C-OH$  1 ตำแหน่งและ  $-C-Br$  2 ตำแหน่ง แต่จากคาร์บอน 13 NMR สเปกตรัม (รูปที่ 17) ของสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลอง 2.2 ปรากฏว่ามีค่า chemical shift ของ  $-C-OH$  2 ค่าคือที่ 69.8 ppm , 69.3 ppm และมีค่า chemical shift ของ  $-C-Br$  4 ค่าคือที่ 60.1 ppm , 58.7 ppm , 56.7 ppm และ 55.5 ppm ตามลำดับโดย



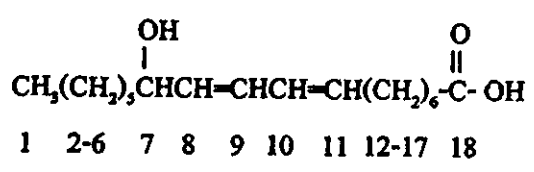
ที่ intensity ของ chemical shift ของ -C-OH ทั้งสองค่านั้นแตกต่างกันและ intensity ของ chemical shift -C-Br มีค่าใกล้เคียงกันสองชุดคือ 60.1 ppm กับ 56.7 ppm และ 58.7 ppm กับ 55.5 ppm แสดงว่าคาร์บอน 13 NMR สเปกตรัมของสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลอง 2.2 เกิดจากสารสองชนิดแต่ละชนิดประกอบด้วยหมู่ไฮดรอกซิล 1 หมู่และโบรมีน 2 หมู่ ซึ่งเป็นไปได้ว่าการเกิดปฏิกิริยาโบรมิเนชันของ ricinoleic methylester ที่เป็นองค์ประกอบหลักในสารผลิตภัณฑ์จากการทดลอง 2.1 ได้สารผลิตภัณฑ์สองชนิดที่เป็นไอโซเมอร์กันคือ



สมการที่ 11

จากการทดลองที่ 2.3 เป็นปฏิกิริยาดีไฮโดรเซโทจีนเนชัน ด้วย alcoholic KOH สารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลองที่ 2.2

เมื่อดูจากคาร์บอน 13 NMR สเปกตรัม (รูปที่ 18) ของสารผลิตภัณฑ์จากการทดลองที่ 2.3 แสดงค่า chemical shift ที่สำคัญคือของ -C=O ที่ 179.7 ppm ค่า chemical shift ของ -C=C- ที่ 132.1 ppm , 130.5 ppm , 124.6 ppm และ 124.1 ppm ค่า chemical shift ของ -C-OH ที่ 71.1 ppm , 69.1 ppm และไม่ปรากฏค่า chemical shift ของ -C-Br ทั้ง 4 ค่าคือที่ 60.1 ppm , 58.7 ppm , 56.7 ppm และ 55.5 ppm ซึ่งถ้าปฏิกิริยาดีไฮโดรเซโทจีนเนชัน ด้วย alcoholic KOH เป็นไปตามสมการที่ 5 จะได้สารผลิตภัณฑ์คือ



จะเห็นว่าเกิดพันธะคู่ในลักษณะคอนจูเกตกัน เมื่อนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง NMR ควรจะได้คาร์บอน 13 NMR สเปกตรัมที่มีค่า chemical shift ของ  $\text{-C=C-}$  ของคาร์บอนลำดับที่ 11 ควรมีค่ามากที่สุดและค่า chemical shift ของคาร์บอนลำดับที่ 8 ควรมีค่าน้อยที่สุด โดยมีค่า chemical shift ของคาร์บอนลำดับที่ 9 และ 10 มีค่าใกล้เคียงกันอยู่ตรงกลางระหว่างค่า chemical shift ของคาร์บอนลำดับที่ 8 และ 11 อีกทั้งค่า chemical shift ของคาร์บอนลำดับที่ 8, 9, 10 และ 11 ควรมี intensity ใกล้เคียงกันและควรมีค่า chemical shift ของ  $\text{-C-OH}$  เพียงค่าเดียว แต่จากคาร์บอน 13 NMR สเปกตรัม (รูปที่ 18) ของสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลอง 2.3 ปรากฏว่าไม่สอดคล้องกับข้อสันนิษฐานข้างต้นกล่าวคือมีค่า chemical shift ของ  $\text{-C-OH}$  สองค่าคือที่ 71.1 ppm, 69.1 ppm และมีค่า chemical shift ของ  $\text{-C=C-}$  ที่ค่าคือที่ 132.1 ppm, 130.5 ppm, 124.6 ppm และ 124.1 ppm ที่มี intensity แตกต่างกัน อีกประการหนึ่งคือค่า chemical shift ของ  $\text{-C=C-}$  ที่มีค่าใกล้เคียงกันควรมีค่าอยู่กึ่งกลางระหว่างค่า chemical shift ที่มีค่าสูงสุดและต่ำสุด แต่จากคาร์บอน 13 NMR สเปกตรัมที่ได้กลับเป็นค่า chemical shift ของ  $\text{-C=C-}$  ต่ำสุดสองค่าแรกที่มีค่าใกล้เคียงกัน จึงไม่อาจสรุปได้ว่าสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลอง 2.3 เกิดพันธะคู่ในลักษณะคอนจูเกตกันตามสมการที่ 5

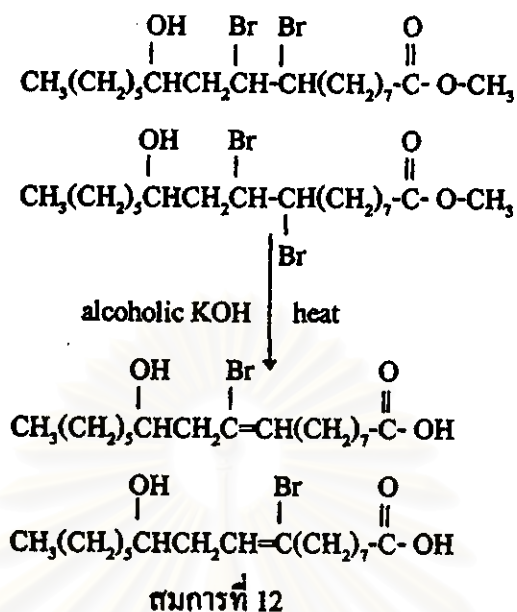
จากการทดลองที่ 2.4 เป็นการทำปฏิกิริยาไอโซไซแนซันสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลองที่ 2.3

จากคาร์บอน 13 NMR สเปกตรัม (รูปที่ 19) ของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลอง 2.4 จะเห็นว่าไม่ปรากฏค่า chemical shift ที่สำคัญคือของ  $\text{-C=C-}$  ที่ 132.1 ppm, 130.5 ppm, 124.6 ppm และ 124.1 ppm ของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลอง 2.3 และปรากฏค่า chemical shift ของ  $\text{-C(=O)-OH}$  ที่ 179.6 ppm, 177.6 ppm, 175.4 ppm, 174.4 ppm, 173.4 ppm, 160.7 ppm เพิ่มขึ้นมาแสดงให้เห็นว่าเกิดผลิตภัณฑ์ชนิดใหม่ที่เป็นพวกคาร์บอกซิลิกแอซิดขึ้นหลังจากทำปฏิกิริยาไอโซไซแนซันของสารผลิตภัณฑ์จากการทดลองที่ 2.3 ซึ่งเป็นผลมาจากการทำลายพันธะคู่แล้วออกซิโดซ์สารตั้งต้นดังกล่าวเป็นคาร์บอกซิลิกแอซิด แสดงว่าปฏิกิริยาสมบูรณ์ และปรากฏค่า chemical shift ของ  $\text{-C-OH}$  ที่ 70.6 ppm, 70.4 ppm, 68.1 ppm, 68.0 ppm แสดงว่าสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลอง 2.4 ประกอบด้วยสารที่มีหมู่ไฮดรอกซิล(OH)อยู่ภายในผลิตภัณฑ์ 4 ชนิด และเพื่อให้ทราบว่าสารผลิตภัณฑ์ที่ได้เป็นสารชนิดใดจึงนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟฟี-แมสสเปกโตรเมตรี ซึ่งก่อนนำสารไปวิเคราะห์ต้องนำมาทำปฏิกิริยาตามการทดลองที่ 6 ก่อนเพื่อเปลี่ยนสารประกอบคาร์บอกซิลิกแอซิดเป็นเมทิลเอสเทอร์ จากคาร์บอน 13 NMR สเปกตรัม (รูปที่ 20) ของเมทิลเอสเทอร์ของสารผลิตภัณฑ์จากการทดลองที่ 2.4 จะเห็นว่าไม่ปรากฏค่า chemical shift ของ  $\text{-C(=O)-OH}$  ที่ 179.6 ppm, 177.6 ppm, 175.4 ppm และปรากฏค่า chemical shift ของ  $\text{-C=O}$  ที่ 172.9

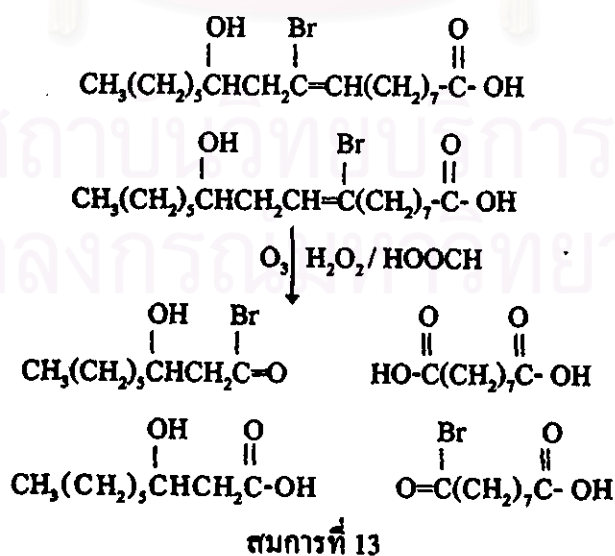
ppm , 173.4 ppm , 174.3 ppm และค่า chemical shift ของ  $-O-CH_3$  ที่ 51.4 ppm , 51.5 ppm แสดงว่ามีเมทธิลเอสเทอร์บางชนิดภายในสารผลิตภัณฑ์ที่มีค่า chemical shift ของ  $-O-CH_3$  ต่างจากเมทธิลเอสเทอร์ชนิดอื่นภายในผลิตภัณฑ์ จากผลดังกล่าวแสดงว่าได้สารผลิตภัณฑ์ที่ได้เป็นเมทธิลเอสเทอร์ ส่วนค่า chemical shift ที่ 160.7 ppm ยังปรากฏอยู่เป็นของกรดฟอร์มิก

การวิเคราะห์ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี-แมสสเปกโตรเมตรี ปรากฏว่าจากแก๊สโครมาโทแกรม(รูปที่ 21) ของสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลองที่ 2.4 แสดงพีคหลัก 3 พีคคือที่รีเทนชันไทม์ 5.8 , 6.3 และ 7.1 แสดงให้เห็นว่าสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลองที่ 2.4 ประกอบด้วยสารหลัก 3 ชนิด และเมื่อนำแมสสเปกตรัมของสารทั้ง 3 ชนิด ไปเปรียบเทียบกับแมสสเปกตรัมในฐานข้อมูล ปรากฏว่าสามารถระบุได้แน่นอนเพียงชนิดเดียวคือ nonanedioic acid dimethyl ester (รูปที่ 22) อันเป็นพีคที่ 3 ใน แก๊สโครมาโทแกรมของสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลองที่ 2.4 ส่วนสารอีกสองชนิดไม่สามารถระบุได้ แต่เมื่อนำผลวิเคราะห์ด้วยเครื่อง แก๊สโครมาโทกราฟี-แมสสเปกโตรเมตรี ของสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลองที่ 2.4 ไปเปรียบเทียบกับผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี-แมสสเปกโตรเมตรีของสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลอง 1.2 ปรากฏว่าเหมือนกันคือจากแก๊สโครมาโทแกรม(รูปที่ 16) ของสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลอง 1.2 แสดงพีคหลัก 3 พีคคือรีเทนชันไทม์ ที่ 5.7 , 6.3 และ 7.0 แสดงว่าประกอบด้วยสารหลัก 3 ชนิด และเมื่อนำแมสสเปกตรัมของสารทั้ง 3 ชนิดที่เป็นองค์ประกอบหลักของสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลอง 1.2 เปรียบเทียบกับแมสสเปกตรัมของสารทั้ง 3 ชนิดที่เป็นองค์ประกอบหลักของสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลอง 2.4 ปรากฏว่าเหมือนกัน (รูปที่ 23.1, 23.2, 23.3) แสดงว่าสารผลิตภัณฑ์หลักที่ได้จากการทดลอง 1.2 และการทดลอง 2.4 เป็นชนิดเดียวกัน

จากผลการวิเคราะห์ ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี-แมสสเปกโตรเมตรีของสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลอง 2.4 สามารถระบุสารได้แน่นอนชนิดหนึ่งคือ nonanedioic acid dimethyl ester ซึ่งจะทำให้สามารถอธิบายผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง NMR ของสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลอง 2.3 ที่ไม่สอดคล้องกับสมการที่ 5 จากผลการวิเคราะห์ดังกล่าวแสดงว่าสารตั้งต้นในการทำปฏิกิริยาไฮโซไนเซชัน ในการทดลองที่ 2.4 มีพันธะคู่อยู่ในตำแหน่งที่ 9 ของสายคาร์บอน จึงทำให้ผลิตภัณฑ์ที่ได้อย่างน้อยหนึ่งชนิดเป็นคาร์บอกซิลิกแอซิดที่มีคาร์บอน 9 อะตอม ดังนั้นการเกิดปฏิกิริยาไฮโซไนเซชัน ด้วย alcoholic KOH ในการทดลองที่ 2.3 ควรเป็นดังสมการที่ 12

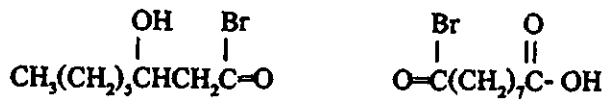


จากสมการที่ 12 ผลิตภัณฑ์ที่ได้จะสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง NMR ของสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลอง 2.3 ที่ คาร์บอน 13 NMR สเปกตรัม (รูปที่ 18) มีค่า chemical shift ของ -C-OH 2 ค่าคือที่ 71.1 ppm , 69.1 ppm เกิดจากสาร 2 ชนิดที่มีหมู่ไฮดรอกซิล 1 หมู่ และมีค่า chemical shift ของ -C=C- ที่มี intensity แยกต่างกันอย่างชัดเจนเพราะว่าในสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลอง 2.3 ประกอบด้วยสาร 2 ชนิดที่มีพันธะคู่หนึ่งพันธะอยู่ในสายคาร์บอน เมื่อสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลองที่ 2.3 เป็นไปตามสมการที่ 12 ดังนั้นเมื่อทำปฏิกิริยาโอโซนในเข้้นตามการทดลองที่ 2.4 ผลิตภัณฑ์ที่ได้จึงเป็นไปตามสมการที่ 13





ซึ่ง



จะถูกไฮโดรไลซ์ด้วยน้ำที่เกิดภายในระบบการทดลองที่ 2.4 เกิดเป็นคาร์บอกซิลิกแอซิด

คือ



จากนั้นนำมาทำปฏิกิริยาตามการทดลองที่ 6 เพื่อเปลี่ยนสารผลิตภัณฑ์จากการทดลองที่ 2.4

ให้อยู่ในรูปเมทริลเอสเทอร์เพื่อนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง GC-MS ได้ผลิตภัณฑ์ดังสมการที่ 14



↓ diazald EtOH/NaOH



สมการที่ 14

ดังนั้นผลิตภัณฑ์หลักที่ได้จากการทดลองที่ 2.4 จึงเหมือนกับผลิตภัณฑ์หลักที่ได้จากการทดลองที่ 1.2 เมื่ออยู่ในรูปเมทริลเอสเทอร์ซึ่งจะสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วยแก๊สโครมาโทกราฟี-แมสสเปกโตรเมตรี

จากการทดลองที่ 4 เป็นการทำให้ปฏิกิริยาไอโซไนเซชันน้ำมันละหุ่ง

จากคาร์บอน 13 NMR สเปกตรัม (รูปที่ 24) ของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลองที่ 4 จะเห็นว่าไม่ปรากฏค่า chemical shift ของ  $-\text{C}=\text{C}-$  ที่ 125.3 ppm และ 133.1 ppm ของน้ำมันละหุ่งและปรากฏค่า chemical shift ของ  $-\overset{\text{O}}{\text{C}}-\text{OH}$  ที่ 160.2 ppm , 175.1 ppm , 177.2 ppm , 179.2 ppm เพิ่มขึ้นซึ่งแสดงให้เห็นว่าเกิดผลิตภัณฑ์ชนิดใหม่ที่เป็นพวกคาร์บอกซิลิกแอซิดขึ้นหลังจากทำปฏิกิริยาไอโซไนเซชันน้ำมันละหุ่งซึ่งเป็นผลมาจากการทำลายพันธะคู่แล้วออกซิโคไซด์สารตั้งต้นดังกล่าวเป็นคาร์บอกซิลิกแอซิด แสดงว่าปฏิกิริยาไอโซไนเซชันเกิดขึ้นโดยสมบูรณ์ นอกจากนี้ยังปรากฏค่า chemical shift ของ  $-\text{C}=\text{O}$  เพิ่มขึ้นที่ 200.3 ppm

จากสมการที่ 7 เมื่อสิ้นสุดปฏิกิริยาจะได้สารผลิตภัณฑ์ที่มีหมู่ไฮดรอกซิล(-OH) 1 ตำแหน่งเพียงชนิดเดียวเท่านั้นแต่จากคาร์บอน 13 NMR สเปกตรัม (รูปที่ 24) ของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลองที่ 4 ปรากฏค่า chemical shift ของ  $-\text{C}-\text{OH}$  ถึง 3 ค่าและมี intensity แตกต่างกันคือที่ 65.1 ppm, 68.2 ppm, 70.1 ppm ซึ่งแสดงว่าภายในสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลองที่ 4 ประกอบด้วย

สารที่มีหมู่ไฮดรอกซิล 1 ตำแหน่งจำนวน 3 ชนิด จึงไม่อาจสรุปได้ว่าสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลองที่ 4 เป็นไปตามสมการที่ 7

จากการทดลองที่ 5.1 เป็นการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอร์ฟิเคชันน้ำมันละหุ่งกับเมทธานอลเกิดเป็นเมทริลเอสเตอร์ของกรดไขมันของน้ำมันละหุ่งที่มี ricinoleic acid เป็นองค์ประกอบหลัก

จากคาร์บอน 13 NMR สเปกตรัม (รูปที่ 3) ของน้ำมันละหุ่งแสดงค่า chemical shift ที่สำคัญคือ  $-\text{CH}_2-\text{O}-$  และ  $-\text{CH}-\text{O}-$  ของไตรกลีเซอไรด์ในน้ำมันละหุ่งที่ 62.1 ppm และ 69.1 ppm ค่า chemical shift ของ  $-\text{C}=\text{O}$  ของเอสเตอร์ที่ 172.3 ppm , 172.8 ppm ค่า chemical shift ของ  $\text{C}-\text{OH}$  ที่ 71.5 ppm และค่า chemical shift ของ  $-\text{C}-\text{C}-$  ที่ 125.3 ppm และ 133.1 ppm ของ ricinoleic acid ในสายไตรกลีเซอไรด์ในน้ำมันละหุ่ง

เมื่อดูจากคาร์บอน 13 NMR สเปกตรัม (รูปที่ 25) ของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอร์ฟิเคชันของน้ำมันละหุ่งที่ได้จากการทดลองที่ 1.1 จะเห็นว่าไม่ปรากฏค่า chemical shift ของ  $-\text{CH}_2-\text{O}-$  และ  $-\text{CH}-\text{O}-$  ของไตรกลีเซอไรด์ในน้ำมันละหุ่งที่ 62.1 ppm , 69.1 ppm และค่า chemical shift ของ  $-\text{C}=\text{O}$  ของเอสเตอร์ที่ 172.3 ppm , 172.8 ppm และปรากฏค่า chemical shift ของ  $\text{CH}_3-\text{O}-$  และ  $-\text{C}=\text{O}$  ของเมทริลเอสเตอร์ของ ricinoleic acid อันเป็นองค์ประกอบหลักของน้ำมันละหุ่งที่ 51.5 ppm และ 174.3 ppm ตามลำดับ ซึ่งจากข้อมูลของคาร์บอน 13 NMR สเปกตรัมดังกล่าวแสดงให้เห็นว่าเกิดปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอร์ฟิเคชันของไตรกลีเซอไรด์ในน้ำมันละหุ่งกับเมทธานอล ได้เมทริลเอสเตอร์ของกรดไขมันที่มี ricinoleic acid เป็นองค์ประกอบหลักโดยสมบูรณ์

จากการทดลองที่ 5.2 เป็นการป้องกันหมู่ไฮดรอกซิล( $-\text{OH}$ ) ของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลองที่ 5.1 ด้วยเบนโซอิลคลอไรด์

จากอินฟราเรดสเปกตรัม (รูปที่ 26) ของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลองที่ 5.1 แสดงค่าดูดกลืนที่ความถี่  $3500-3200 \text{ cm}^{-1}$  ของ  $\text{O}-\text{H}$  เมื่อนำสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลองที่ 5.1 ทำปฏิกิริยาตามการทดลองที่ 5.2 แล้วนำสารผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR (รูปที่ 27) ไม่ปรากฏค่าดูดกลืนที่ความถี่  $3500-3200 \text{ cm}^{-1}$  ของ  $\text{O}-\text{H}$  และเมื่อดูจากคาร์บอน 13 NMR สเปกตรัม (รูปที่ 28) ของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลองที่ 5.2 จะเห็นว่าปรากฏค่า chemical shift ของ  $\text{C}-\text{O}$  ที่ 74.5 ppm และ ไม่ปรากฏค่า chemical shift ของ  $\text{C}-\text{OH}$  ที่ 71.5 ppm ของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลองที่ 5.1 นอกจากนี้ยังปรากฏค่า chemical shift ของวงแหวนเบนซีนที่ 128.8 ppm, 130.3 ppm, 134.2 ppm

และ ค่า chemical shift ของ C=O ที่ 162.3 ppm ของเบนโซอิลที่อยู่ในโมเลกุลของสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลองที่ 5.2 แสดงว่าการทำปฏิกิริยาการป้องกันหมู่ไฮดรอกซิล (-OH) ของสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลองที่ 5.1 เกิดโดยสมบูรณ์ นอกจากนี้ยังปรากฏค่า chemical shift ของ C=O ที่ 166 ppm และค่า chemical shift ของวงแหวนเบนซีนที่ 127.9 ppm, 129 ppm, 130.5 ppm แสดงว่ายังมีเบนโซอิลคลอไรด์เหลืออยู่ในสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลองที่ 5.2

จากการทดลองที่ 5.3 เป็นการทำให้ปฏิกิริยาไอโซในเซชันสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลองที่ 5.2

จากคาร์บอน  $^{13}\text{NMR}$  สเปกตรัม (รูปที่ 29) ของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลอง 5.3 จะเห็นว่าไม่ปรากฏค่า chemical shift ของ -C-C- ที่ 124 ppm และ 132.9 ppm ของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลอง 5.2 และปรากฏค่า chemical shift ของ  $\overset{\text{O}}{\parallel}\text{C-OH}$  ที่ 180 ppm , 176.4 ppm เพิ่มขึ้นซึ่งแสดงให้เห็นว่าเกิดผลิตภัณฑ์ชนิดใหม่ที่เป็นพวกคาร์บอกซิลิกแอซิดขึ้นหลังจากทำปฏิกิริยาไอโซในเซชันสารผลิตภัณฑ์จากการทดลองที่ 5.2 นั้นเป็นผลมาจากการทำลายพันธะคู่แล้วออกซิไดซ์สารตั้งต้นดังกล่าวเป็นคาร์บอกซิลิกแอซิด แสดงว่าปฏิกิริยาไอโซในเซชันเกิดขึ้นโดยสมบูรณ์ นอกจากนี้ยังปรากฏค่า chemical shift ของ C=O ที่ 171.9 ppm ของเบนโซอิลที่อยู่ในโมเลกุลของสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลองที่ 5.3 และค่า chemical shift ของ C-OH ที่ 71 ppm แสดงให้เห็นว่าภายในสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลองที่ 5.3 มีสารที่ประกอบด้วยหมู่ไฮดรอกซิล(-OH) 1 ตำแหน่งเพียงชนิดเดียว

สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย