

การสักดีและการวิเคราะห์ทารบรินามาดีของสิรօลมากมະเกลือ (Diospyros mollis (Griff))



นางสาว พชรินทร์ เมธินีวงศ์

คู่มือวิทยากร
กิจกรรมครุภัณฑ์วิชาชีววิทยา

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต

ภาควิชา เคมี

บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

พ.ศ. 2528

ISBN 974-564-578-8

009646

I16645388

Extraction and Assay of Diospyrol from Diospyros mollis (Griff)

Miss Patcharin Matineewong

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements

for the Degree of Master of Science

Department of Chemistry

Graduate School

Chulalongkorn University

1985

หัวข้อวิทยานิพนธ์ การสักดีและการวิเคราะห์ทำบริมาณไดօօสพิรօลจากມະເກລືອ
 (Diospyros mollis (Griff.))
 โดย นางสาว พชรินทร์ เมธินิวงศ์
 ภาควิชา เคมี
 อาจารย์ที่ปรึกษา ศาสตราจารย์ ดร. เทพ เชียงทอง



บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้นับวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของ
 การศึกษาตามหลักสูตรบริყณามหาบัณฑิต

..... คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย
 (รองศาสตราจารย์ ดร. สุประดิษฐ์ บุนนาค)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

..... ประธานกรรมการ
 (รองศาสตราจารย์ แม่น ออมรลักษณ์)

..... กรรมการ
 (ศาสตราจารย์ ดร. เพ็ชร์ สิทธิสุนทร)

..... กรรมการ
 (ศาสตราจารย์ ดร. เทพ เชียงทอง)

..... กรรมการ
 (รองศาสตราจารย์ ดร. ศรี ไวโรจน์)

หัวข้อวิทยานิพนธ์

การสกัดและการวิเคราะห์หาปริมาณไดօօสพิรอลจากมะเกลือ^๑
(*Diospyros mollis* (Griff.))

ชื่อนิสิต

นางสาว พัชรินทร์ เมธีวงศ์

อาจารย์ที่ปรึกษา

ศาสตราจารย์ ดร. เทพ เชียงทอง

ภาควิชา

เคมี

ปีการศึกษา

2528

บทคัดย่อ

ศึกษาวิธีการแยกเอา diospyrol ซึ่งเป็นสารแสดงฤทธิ์ที่ใช้เป็นยาถ่ายพยาธิจากผลมะเกลือ โดยให้ถูกออกซิไดล์น้อยที่สุด ซึ่งทำได้โดยนำเอาน้ำคั้นผลมะเกลือมากรองด้วยผ้าดิบเดิมกรดเกลือในสารละลายที่กรองได้เพื่อช่วยให้ตกละกอน และนำไปอุ่นที่ $45-50^{\circ}\text{C}$ สารจะเกิดการรวมตัวเป็นก้อน กรอง แล้วนำไปอบในครัวที่อุณหภูมิ 100°C เก็บสารที่ได้ในช่องอลูมิเนียมที่ภายในเคลือบด้วยพลาสติกภายในไบบรรยาการในไตรเจน โดยวิธีนี้สารแสดงฤทธิ์จะลดลงไป ๑ ถึง ๖ เปอร์เซ็นต์ในช่วงระยะเวลา ๑๐ เดือน พร้อมกันนั้นศึกษาหาวิธีวิเคราะห์ปริมาณของ diospyrol ด้วยวิธีต่าง ๆ วิธีที่เหมาะสมได้แก่ Potentiometric Titration ซึ่งใช้ได้ในทุก ๆ สถานะที่ diospyrol ถูกออกซิไดล์ นอกจากนี้ได้ทำการเตรียม tetra-o-acetyl และ tetra-o- methyl derivatives เพื่อเป็นการยืนยันว่าสารที่แยกได้มี diospyrol อยู่ด้วย โดยทำการเบรียบเทียนข้อมูลทาง spectra และจุดหลอมเหลวที่ได้กับรายงานที่มีอยู่ในวารสาร diospyrol ถูกออกซิไดล์ เร็วมากในสารละลายต่าง

Thesis Title Extraction and Assay of Diospyrol from Diospyros
mollis (Griff)
Name Miss Patcharin Matineewong
Thesis advisor Professor Dep Shiengthong, Ph.D.
Department Chemistry
Academic Year 1985



ABSTRACT

This study related to the separation of an active ingredient, diospyrol for using as a helminthicide, from Diospyros mollis (Griff) and to the process in order to minimize the oxidation of the active product during the operation and storage. It was achieved by filtration the aqueous suspension of the crushed fresh fruit of Diospyros mollis (Griff) through a cotton cloth, addition of hydrochloric acid to the filtrate for precipitation, heating at 45-50° C for promoting coagulation, filtration and drying the precipitate obtained in an oven at 100° C. The dried product was kept in an aluminum package with the plastic lining inside under the atmosphere of nitrogen. By this means, the percentage of active ingredient was decreased about 1 to 6 percent during a period of 10 months. In connection with this study, the methods for the quantitative analysis of diospyrol were investigated. The most appropriate method was found to be the potentiometric titration. This method was used for the determination of diospyrol at various states of oxidation. The presence of diospyrol in the product obtained was confirmed by preparing tetra-o-methyl and tetra-o-acetyl derivatives and comparing their spectral data and melting points with that were reported in literatures. The diospyrol was rapidly oxidized in alkali solution.



กิติกรรมประกาศ

ผู้เขียนขอรับขอบพระคุณศาสตราจารย์ ดร. เทพ เชียงทอง ที่ได้กรุณาให้คำ
มรรภษาแนะนำ และให้ความช่วยเหลือเป็นอย่างดียิ่งตลอดเวลาที่ทำวิจัย รวมทั้งการเขียน
วิทยานิพนธ์ฉบับนี้ให้สำเร็จโดยสมบูรณ์ รองศาสตราจารย์สุกอธิชัย เพมิร์วามิชร์ ที่ได้กรุณาช่วย
เก็บผลมะเกลือที่ใช้ในการวิจัย ศาสตราจารย์ ดร. เพ็ชร์ ลิทธิสุนทร และรองศาสตราจารย์
ดร. ศิริ วโรทัย ที่ได้กรุณาตรวจสอบแก้ไขให้วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สมบูรณ์ยิ่งขึ้น ขอบพระคุณ
คุณกมล สวัสดิ์คงคล และคุณปุณทริกา จรุญโรจน์ กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ กระทรวง
สาธารณสุข ที่ช่วยทดสอบฤทธิ์ในการข้าวライส์เดือนของสารที่สักได้จากผลมะเกลือ ขอบพระคุณ
นิสิตบัณฑิตวิทยาลัยและนิสิตปริญญาตรี แผนกเคมี ที่ให้ความช่วยเหลือตลอดมา

พัชรินทร์ เมธินีวงศ์



บทคัดย่อภาษาไทย.....	๘
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	๙
กิจกรรมประจำ.....	๙
รายการตารางประจำ.....	๙
รายการรูปประจำ.....	๙
บทที่	
1. บทนำ.....	๑
2. การทดลอง	
2.1 วิธีการทดลอง	
2.1.1 Thin layer chromatography (TLC)	๑๓
2.1.2 Column chromatography.....	๑๓
2.1.3 เคมีภัณฑ์และเครื่องมือ	
2.1.3.1 การสกัดและการเตรียม Derivatives	๑๔
2.1.3.2 การวิเคราะห์สาร	
Dihydroxynaphthalene และการ	
วิเคราะห์หาปริมาณ diospyrol.....	๑๔
2.2 การสกัด.....	๑๖
2.3 การแยก diospyrol.....	๒๒
2.4 การเตรียม Derivatives และการเปลี่ยนแปลงของ	
diospyrol	
2.4.1 Acetylation of diospyrol.....	๒๒
2.4.2 Methylation of diospyrol.....	๒๓
2.4.3 การเปลี่ยนแปลงของ diospyrol เมื่อมีเกลือของ	
โซเดียม และในสารละลายน้ำ.....	
2.4.3.1 การเปลี่ยนแปลงของ diospyrol เมื่อมีเกลือของ	
โซเดียม และในสารละลายน้ำ.....	๓๒

2.4.4 การเปลี่ยนแปลงของ diospyrol ในสารละลายน้ำ.....	33
2.5 การศึกษาเบื้องต้นในการวิเคราะห์สาร Dihydroxynaphthalene.....	33
2.5.1 Potentiometric Titration.....	33
2.5.2 Visual Titration.....	34
2.5.3 Back Titration.....	35
2.6 การหาปริมาณ diospyrol.....	42
2.6.1 Potentiometric Titration.....	43
2.6.2 Visual Titration.....	43
2.6.3 Back Titration.....	44
2.7 การทดสอบฤทธิ์ในการข่าไส้เดือนของ diospyrol.....	61
3. วิเคราะห์และสรุปผลการทดลอง.....	62
บรรณานุกรม.....	69
ประวัติผู้เขียน.....	71

รายการตารางประกอบ

หน้า

ตารางที่

1.	การสกัด diospyrol จากผลมะเกลือ.....	16
2.	การสกัด diospyrol จากผลมะเกลือ.....	17
3.	การสกัด diospyrol จากผลมะเกลือ.....	18
4.	การสกัด diospyrol จากผลมะเกลือ.....	19
5.	การสกัด diospyrol จากผลมะเกลือ.....	19
6.	การสกัด diospyrol จากผลมะเกลือ.....	20
7.	การสกัด diospyrol จากผลมะเกลือ.....	20
8.	การสกัด diospyrol จากผลมะเกลือ.....	21
9.	^1H NMR Spectra ของ acetyl และ methyl derivatives..	29
10.	^{13}C NMR Spectra ของ acetyl derivative.....	30
11.	^{13}C NMR Spectra ของ methyl derivative.....	31
12.	ผลการเปลี่ยนแปลงของ diospyrol เมื่อมีเกลือของโซเดียมและในสารละลายกรด.....	32
13.	ผลการเปลี่ยนแปลงของ diospyrol ในสารละลายค้าง.....	33
14.	ผลการทำ Blank โดย Potentiometric Titration.....	37
15.	ผลการทำปริมาณ 1, 8-dihydroxynaphthalene โดย Potentiometric Titration.....	38
16.	ผลการทำปริมาณ 2, 3-dihydroxynaphthalene โดย Potentiometric Titration.....	39
17.	ผลการทำปริมาณ 1, 8-dihydroxynaphthalene โดย Visual Titration.....	40

18. ผลการหาปริมาณ 2, 3-dihydroxynaphthalene โดย Visual Titration.....	40
19. ผลการหาปริมาณ 1, 8-dihydroxynaphthalene โดย Back Titration.....	41
20. ผลการหาปริมาณ 2, 3-dihydroxynaphthalene โดย Back Titration.....	41
21. ผลการหาปริมาณ diospyrol เมื่อเก็บไว้ที่เวลา ๐ เดือน โดย Potentiometric Titration (ครั้งที่ ๑).....	45
22. ผลการหาปริมาณ diospyrol เมื่อเก็บไว้ที่เวลา ๐ เดือน โดย Potentiometric Titration (ครั้งที่ ๒).....	46
23. ผลการหาปริมาณ diospyrol เมื่อเก็บไว้ที่เวลา ๐ เดือน โดย Potentiometric Titration (ครั้งที่ ๓).....	47
24. ผลการหาปริมาณ diospyrol เมื่อเก็บไว้ที่เวลา ๐ เดือน โดย Visual Titration.....	48
25. ผลการหาปริมาณ diospyrol เมื่อเก็บไว้ที่เวลา ๐ เดือน โดย Back Titration.....	48
26. ผลการหาปริมาณ diospyrol เมื่อเก็บไว้ที่เวลา ๓ เดือน โดย Potentiometric Titration (ครั้งที่ ๑).....	49
27. ผลการหาปริมาณ diospyrol เมื่อเก็บไว้ที่เวลา ๓ เดือน โดย Potentiometric Titration (ครั้งที่ ๒).....	50
28. ผลการหาปริมาณ diospyrol เมื่อเก็บไว้ที่เวลา ๓ เดือน โดย Potentiometric Titration (ครั้งที่ ๓).....	51
29. ผลการหาปริมาณ diospyrol เมื่อเก็บไว้ที่เวลา ๓ เดือน โดย Visual Titration.....	52
30. ผลการหาปริมาณ diospyrol เมื่อเก็บไว้ที่เวลา ๓ เดือน โดย Back Titration.....	52

31. ผลการหาปริมาณ diospyrol เมื่อเก็บไว้ที่เวลา ๖ เดือน โดย Potentiometric Titration (ครั้งที่ ๑).....	53
32. ผลการหาปริมาณ diospyrol เมื่อเก็บไว้ที่เวลา ๖ เดือน โดย Potentiometric Titration (ครั้งที่ ๒).....	54
33. ผลการหาปริมาณ diospyrol เมื่อเก็บไว้ที่เวลา ๖ เดือน โดย Potentiometric Titration (ครั้งที่ ๓).....	55
34. ผลการหาปริมาณ diospyrol เมื่อเก็บไว้ที่เวลา ๖ เดือน โดย Visual Titration.....	56
35. ผลการหาปริมาณ diospyrol เมื่อเก็บไว้ที่เวลา ๖ เดือน โดย Back Titration.....	56
36. ผลการหาปริมาณ diospyrol เมื่อเก็บไว้ที่เวลา ๑๐ เดือน โดย Potentiometric Titration (ครั้งที่ ๑).....	57
37. ผลการหาปริมาณ diospyrol เมื่อเก็บไว้ที่เวลา ๑๐ เดือน โดย Potentiometric Titration (ครั้งที่ ๒).....	58
38. ผลการหาปริมาณ diospyrol เมื่อเก็บไว้ที่เวลา ๑๐ เดือน โดย Potentiometric Titration (ครั้งที่ ๓).....	59
39. ผลการหาปริมาณ diospyrol เมื่อเก็บไว้ที่เวลา ๑๐ เดือน โดย Visual Titration.....	60
40. ผลการหาปริมาณ diospyrol ด้วย Potentiometric Titration, Visual Titration และ Back Titration ที่เวลา ๐, ๓, ๖ และ ๑๐ เดือน ตามลำดับ.....	60
41. ผลการทดสอบฤทธิ์ของสารแสดงฤทธิ์ที่สักดได้มาโดยวิธีการต่าง ๆ เมื่อเก็บไว้ที่เวลา ๓ เดือน.....	61
42. สรุปเบอร์เซ็นต์ผลการแยก diospyrol ที่มีผู้รายงานไว้ในวรรณสาร และจากการปฏิบัติที่ได้กระทำขึ้น.....	63

รายการรูปประกอบ

หน้า

รูปที่

1. UV Spectra ของ acetyl derivative.....	24
2. UV Spectra ของ methyl derivative.....	24
3. IR Spectra ของ acetyl derivative.....	25
4. IR Spectra ของ methyl derivative.....	25
5. ^1H NMR Spectra ของ acetyl derivative.....	26
6. ^1H NMR Spectra ของ methyl derivative.....	26
7. ^{13}C NMR Spectra ของ acetyl derivative.....	27
8. ^{13}C NMR Spectra ของ methyl derivative	28
9. Titration Curve ของ Blank	37
10. Titration Curve ของ 1, 8-dihydroxynaphthalene....	38
11. Titration Curve ของ 2, 3-dihydroxynaphthalene....	39
12. Titration Curve ของ diospyrol เมื่อเก็บไว้ที่เวลา 0 เดือน (ครั้งที่ 1).....	45
13. Titration Curve ของ diospyrol เมื่อเก็บไว้ที่เวลา 0 เดือน (ครั้งที่ 2).....	46
14. Titration Curve ของ diospyrol เมื่อเก็บไว้ที่เวลา 0 เดือน (ครั้งที่ 3).....	47
15. Titration Curve ของ diospyrol เมื่อเก็บไว้ที่เวลา 3 เดือน (ครั้งที่ 1).....	49
16. Titration Curve ของ diospyrol เมื่อเก็บไว้ที่เวลา 3 เดือน (ครั้งที่ 2).....	50
17. Titration Curve ของ diospyrol เมื่อเก็บไว้ที่เวลา 3 เดือน (ครั้งที่ 3).....	51

18. Titration Curve ของ diospyrol เมื่อเก็บไว้ที่เวลา 6 เดือน (ครั้งที่ 1).....	53
19. Titration Curve ของ diospyrol เมื่อเก็บไว้ที่เวลา 6 เดือน (ครั้งที่ 2).....	54
20. Titration Curve ของ diospyrol เมื่อเก็บไว้ที่เวลา 6 เดือน (ครั้งที่ 3).....	55
21. Titration Curve ของ diospyrol เมื่อเก็บไว้ที่เวลา 10 เดือน (ครั้งที่ 1).....	57
22. Titration Curve ของ diospyrol เมื่อเก็บไว้ที่เวลา 10 เดือน (ครั้งที่ 2).....	58
23. Titration Curve ของ diospyrol เมื่อเก็บไว้ที่เวลา 10 เดือน (ครั้งที่ 3).....	59

ศูนย์วิทยาศาสตร์พยากรณ์
บุคลากรและภราดร์วิทยาลัย