

บทที่ ๓



ຜສກາຣທຄລອງ

#### คุณลักษณะของสารประกอบต่าง ๆ ที่เตรียมได้ (Characterisation)

Compound U-1: กลีกที่ไม่มีลักษณะเป็นเกล็ดเล็ก ๆ (leaflets) สีน้ำตาลเข้ม (deep brown) มีจุดหลอมเหลวสูงกว่า  $400^{\circ}\text{C}$ . สารนี้ไม่ละลายใน อะซైଡ్ ไคลอฟอร์ม ในค่าง อะลាយไคลอเลกโนยในกծโซโรฟอร์ม กรโคอาเซติก กรคฟอร์มิก อะลាយไคด์ในสารอะลាយของพืชผล

Compound U-1 sodium salt: มีลักษณะเป็นผง (amorphous powder) สีเขียวเข้ม (deep green) มีจุดหลอมเหลวสูงกว่า 400 ° ซ. ละลายได้ในน้ำ ละลายได้เล็กน้อยใน methanol, ethanol และ chloroform

Compound U-1 acetate: มีลักษณะเป็นผง (amorphous powder) สีแดงเข้ม (deep red) มีจุดหลอมเหลวสูงกว่า 400 °C. ไม่ละลายใน อะซตันได้ แต่ละลายใน chloroform, benzene, nitrobenzene และละลายได้ใน pyridine แต่เมื่อหุงทิ้งไว้สองชั่วโมงจะเปลี่ยนจากสีแดงเป็นสีน้ำเงินใบด้วง

ปริมาณของ C และ H ในสารประกอบบางครั้งที่เรียกว่า “ไมโครเอนอลิซิส” (Microanalysis)

Compound U-1: จากการวิเคราะห์เปรียบเทียบของ C และ H ของสารประกอบที่เตรียมได้ เปรียบเทียบเปรียบเทียบของ C และ H ที่คำนวณได้จากสูตรในเอกสารทางคณิต คือ

Found	:	C 67.16%, H 4.72%
Calc. for C <sub>34</sub> H <sub>26</sub> O <sub>11</sub>	:	C 66.9%, H 4.25%
Calc. for C <sub>32</sub> H <sub>24</sub> O <sub>10</sub>	:	C 67.6%, H 4.3%

Compound U-1 acetate:

Found	:	C 65.89%,	H 4.45%
Calc. for C <sub>36</sub> H <sub>28</sub> O <sub>12</sub>	:	C 66.3%,	H 4.29%
		COCH <sub>3</sub> 13.2%	
Calc. for C <sub>38</sub> H <sub>30</sub> O <sub>13</sub>	:	C 65.7%,	H 4.23%
		COCH <sub>3</sub> 12.4%	

หนานำหนักโมเลกุลของสารที่ทองกราฟ (Molecular Weight)

Compound U-1 จากการทำ Mass spectrometry ที่ Department of Chemistry, Purdue University พบร้าสารประกอบที่มี M.W.=368 และพบว่ามี fragment M/e ที่ 94

สำหรับ Authentic sample ที่ได้รับความถูกต้องจาก Prof.G.M. Blackburn และ Department of Chemistry, University of Scheffield เมื่อทำการทำ Mass spectrometry ที่แห่งเดียวกัน พบร้ามี M.W. = 368 และมี fragment M/e ที่ 94 เท่าเดียวกัน

ท่า Ultraviolet and visible absorption spectra ของสารที่ทองกราฟ

Compound U-1 : ทำการหา Ultraviolet and visible absorption spectrum โดยใช้เครื่อง Beckman Model 124 spectrophotometer ซึ่งได้รับความถูกต้องจากเครื่องโดยบริษัท Abbot Pharma ตั้งอยู่ในบริเวณของสถาบันการแพทย์ พบว่าสารนี้มี maximum peaks(  $\lambda_{max}$  CHCl<sub>3</sub>) ที่ 657, 610, 427, 405 และ 383 nm.

สำหรับ Authentic sample พบว่ามี maximum peaks(  $\lambda_{max}$  CHCl<sub>3</sub>) ที่ 657, 610, 427, 405 และ 383 nm.

Compound U-1 acetate : พบร้ามี maximum peaks ( $\lambda_{\text{max}}^{\text{CHCl}_3}$ ) ที่ 558, 516, 477, 400 และ 375 nm.

Compound U-1 sodium salt : พบร้ามี maximum peaks ( $\lambda_{\text{max}}^{\text{CHCl}_3}$ ) ที่ 648, 597 และ 407 nm.

#### ห 1 Infrared absorption spectra ของสารที่ทางการ

Compound U-1 : จากการห 1 Infrared absorption spectrum โดยใช้ เครื่อง Perkin-Elmer IR 283 Spectrophotometer ที่มี maximum absorption peaks พบร้ามี maximum peaks ( $\nu_{\text{max}}$ ) ใน KBr disc ที่ 3430, 3057, 2958, 2920, 2847, 1720 (lactone C=O), 1623 (quinone C=O), 1470, 1416, 1350, 1272, 1188, 1107  $\text{cm}^{-1}$

สำหรับ Authentic sample พบร้ามี maximum peaks ( $\nu_{\text{max}}$ ) ใน KBr disc ที่ 3430, 3059, 2958, 2923, 2869, 1720 (lactone C=O), 1624 (quinone C=O), 1473, 1416, 1350, 1277, 1190, 1104  $\text{cm}^{-1}$

Compound U-1 acetate : โดยการใช้เครื่องมือที่เดียกัน พบร้ามี maximum peaks ( $\nu_{\text{max}}$ ) ใน KBr disc ที่ 3440, 3063, 2960, 2937, 2872, 1765 (acetyl C=O), 1725 (unchelated lactone C=O) 1633 (quinone C=O) 1588, 1551, 1453  $\text{cm}^{-1}$

จากการห 1 Infrared absorption spectra ของ Compound U-1 acetate ที่เตรียมโดยวิธีที่ 1 (Hot Method) เมริบเทียบกับ Compound U-1 acetate ที่เตรียมโดยวิธีที่ 2 (Cold Method) พบร้า spectra ที่ใกล้เคียงกันมาก แต่ maximum peaks เนื่องกันด้วย แสดงว่าการเตรียมทั้ง 2 วิธี นี้จะให้ผลเช่นเดียกัน แต่แตกต่างกันที่เทคนิคในการเตรียมซึ่งรวมถึงความสะอาดใน

การเลือกใช้อุปกรณ์ในห้องทดลอง นอกจგานน์ yield ที่ได้จากการทดลองของแต่ละ  
วิธีข้อมแต่ละทางกันด้วย

Compound U-1 Sodium Salt : โดยการใช้เครื่องมือที่เดียว ก็ค หมายสารที่มี  
maximum peaks ( $\nu_{max}$ ) ใน KBr disc ที่ 3420, 2959, 2918, 2848,  
 $1618, 1570, 1465, 1430, 1380, 1233, 1210 \text{ cm}^{-1}$

สำหรับ TLC ของ Compound U-1, Authentic sample, และอนุพันธ์  
ทั้งสองตัวพบว่าในการทดลองครั้งนี้ยังไม่สามารถหา solvent system ที่เหมาะสมได้  
แต่อย่างไรก็ตามสำหรับ solvent system ของไฮโดรฟอร์ม, กรดฟอร์มิก 50+50  
เมื่อทำ TLC ของ Compound U-1, Authentic sample และ Compound U-1  
acetate พบว่าเป็น system ที่ดีที่สุด

ค่า h-Rf ใน Chloroform, Formic acid 50+50 ของ

Compound U-1	=	15.4
Authentic sample	=	15.4
Compound U-1 acetate	=	17.8