โครงการ

การเรียนการสอนเพื่อเสริมประสบการณ์

ชื่อโครงการ การใช้ประโยชน์ของกรดลอริกที่ได้จากน้ำมันมะพร้าว
Utilization of Lauric Acid from Coconut Oil

ชื่อนิสิต นางสาวพิชญานิน สุขรัง เลขประจำตัว 5933076423

ภาควิชา เคมี

ปีการศึกษา 2562

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

การใช้ประโยชน์ของกรดลอริกที่ได้จากน้ำมันมะพร้าว

Utilization of Lauric Acid from Coconut Oil

โดย
นางสาวพิชญานิน สุขรัง

รายงานนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ปีการศึกษา 2562

โครงการ การใช้ประโยชน์ของกรดลอริกที่ได้จากน้ำมันมะพร้าว

โดย นางสาวพิชญานิน สุขรัง

ได้รับอนุมัติให้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาเคมี ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

คณะกรรมการสอบโครงการ

1. รองศาสตราจารย์ ดร.พัฒทรา ธีรพิบูลย์เดช ประธานกรรมการ
2. ศาสตราจารย์ ดร.พรเทพ สมพรพิสุทธิ์ กรรมการ
3. ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วรินทร ชวศิริ อาจารย์ที่ปรึกษา

รายงานฉบับนี้ได้รับความเห็นชอบและอนุมัติโดยหัวหน้าภาควิชาเคมี

....
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วรินทร ชวศิริ)
อาจารย์ที่ปรึกษา

....
(รองศาสตราจารย์ ดร.วุฒิชัย พาราสุข)
หัวหน้าภาควิชาเคมี

วันที่ ..10.. เดือน มิถุนายน พ.ศ. 2563

ชื่อโครงการ การใช้ประโยชน์ของกรดลอริกที่ได้จากน้ำมันมะพร้าว
ชื่อนิสิตในโครงการ นางสาวพิชญานิน สุขรัง เลขประจำตัว 5933076423
ชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วรินทร ชวศิริ
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ปีการศึกษา 2562

บทคัดย่อ

น้ำมันมะพร้าวมีประโยชน์รอบด้าน และสามารถใช้ประโยชน์ทั้งด้านสุขภาพและความงาม มีกรดไขมันที่สำคัญคือ กรดลอริก ซึ่งแสดงฤทธิ์ต้านจุลชีพได้กว้างขวางกับไวรัสที่มีเปลือกไขมันหุ้ม และแบคทีเรียชนิดต่างๆ ในงานวิจัยนี้ศึกษาการแยกกรดลอริกจากน้ำมันมะพร้าว และใช้เป็นสารตั้งต้นในการเตรียมอนุพันธ์เอสเทอร์โดยใช้ไทรคลอโรแอเซทามีด (Cl_3CCONH_2) และไทรฟีนิลฟอสฟีน (PPh_3) ผ่านปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชัน ได้ศึกษาภาวะที่เหมาะสมของการสังเคราะห์มอนอลอริน โดยศึกษาอัตราส่วนที่เหมาะสมของ Cl_3CCONH_2 : PPh_3 ที่ต่างกันสามค่า พบว่า อัตราส่วนที่เหมาะสม คือ 1:1 วิธีการที่ได้พัฒนาขึ้นนี้ได้ประยุกต์ในการสังเคราะห์อนุพันธ์ของกรดลอริกอีกสามชนิด ได้แก่ ลอริลลอเรต ไครซินลอเรต และไอโซเอมิลลอเรต ได้ยืนยันเอกลักษณ์สารที่สังเคราะห์ได้ทั้งหมดด้วยเทคนิค NMR

คำสำคัญ: น้ำมันมะพร้าว กรดลอริก ปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชัน ไทรคลอโรแอเซทามีด ไทรฟีนิลฟอสฟีน

Project Title Utilization of Lauric Acid from Coconut Oil
Student Name Miss Phitchayanin Sukrang Student ID 5933076423
Advisor Name Assistant Professor Dr. Warinthorn Chavasiri
Department of Chemistry, Faculty of Science, Chulalongkorn University, Academic Year 2019

Abstract

Coconut oil is versatile and can be utilized for both health and beauty aspects. Its important containing fatty acid is lauric acid which reveals a broad antimicrobial activity against enveloped viruses and various bacteria. This work involves the separation of lauric acid from coconut oil and uses as a starting material to prepare ester derivatives using trichloroacetamide (Cl_3CCONH_2) and triphenylphosphine (PPh_3) through esterification reaction. The optimum conditions for the synthesis of monolaurin were investigated using three different ratios of Cl_3CCONH_2 : PPh_3 and found that the optimum ratio was 1:1. This method was successfully applied to synthesize three additional derivatives: chrysin laurate, lauryl laurate and isoamyl laurate. All synthesized compounds were confirmed their identity by NMR.

Keywords: coconut oil, lauric acid, esterification, trichloroacetamide, triphenylphosphine

กิตติกรรมประกาศ

โครงการนี้จะสำเร็จลุล่วงไปไม่ได้ ถ้าหากไม่ได้รับกรุณาอย่างสูงของผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วรินทร ชวศิริ ที่กรุณาสละเวลา ให้ความรู้ คำแนะนำ ตลอดจนให้ความช่วยเหลือในการปรับปรุงแก้ไข ข้อบกพร่อง ด้วยความเอาใจใส่อย่างยิ่ง ผู้วิจัยตระหนักถึง ความตั้งใจและความทุ่มเทของอาจารย์ และขอกราบขอบพระคุณเป็นอย่างสูงไว้ ณ ที่นี้

ขอขอบคุณ รองศาสตราจารย์ ดร.พัฒทรา ธีรพิบูลย์เดช และศาสตราจารย์ ดร.พรเทพ สมพรพิสุทธิ์ ที่กรุณาเสียสละเวลาอันมีค่าให้เกียรติเป็นประธานกรรมการ และกรรมการสอบรายงานในครั้งนี้ รวมถึงให้คำแนะนำและข้อสงสัย ตลอดจนตรวจสอบแก้ไขให้รายงานฉบับนี้สมบูรณ์ยิ่งขึ้น

สุดท้ายนี้ขอขอบคุณเพื่อนๆจากภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย และบิดามารดา ที่คอยให้กำลังใจจนโครงการสำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี

ผู้วิจัยหวังเป็นอย่างยิ่งว่า งานวิจัยฉบับนี้จะเป็นประโยชน์แก่บุคลากรทางการศึกษา และผู้สนใจทั่วไปไม่มากก็น้อย

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ค
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ง
กิตติกรรมประกาศ	จ
สารบัญ	ฉ
สารบัญรูป	ช
บทที่ 1 บทนำ	**1**
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา	1
1.2 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	1
1.3 ประโยชน์ของอนุพันธ์ของกรดลอริก	3
1.4 ปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชัน	3
1.5 วัตถุประสงค์	3
บทที่ 2 การทดลอง	**4**
2.1 สารเคมี และอุปกรณ์	4
2.2 ขั้นตอนการทดลอง	5
2.2.1 การแยกกรดลอริกจากน้ำมันมะพร้าว	5
2.2.2 การสังเคราะห์มอนอลอริน	6
2.2.3 การสังเคราะห์อนุพันธ์ของกรดลอริก	7
บทที่ 3 ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง	**8**
3.1 การแยกกรดลอริกจากน้ำมันมะพร้าว	8
3.2 การสังเคราะห์มอนอลอริน	8
3.3 การสังเคราะห์อนุพันธ์ของกรดลอริก	10
3.4 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของสารที่สังเคราะห์	10
บทที่ 4 สรุปผลการทดลอง	**19**
เอกสารอ้างอิง	20
ประวัติผู้วิจัย	22

สารบัญรูป

หน้า

รูปที่ 1.1 โครงสร้างของมอนอลอริน 3

รูปที่ 1.2 ปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชัน 3

รูปที่ 2.1 การสกัดแยกกรดลอริกจากน้ำมันมะพร้าว 5

รูปที่ 2.2 การสังเคราะห์โซลคีทาล 6

รูปที่ 2.3 ปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันของกรดลอริกกับโซลคีทาล 6

รูปที่ 2.4 ปฏิกิริยาการกำจัดหมู่ปกป้องของ (2,2-dimethyl-1,3-dioxolan-4-yl)methyl dodecanoate 7

รูปที่ 2.5 ปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันของกรดลอริก 7

รูปที่ 3.1 น้ำมันมะพร้าวที่เป็นกลาง และของผสมเมทิลเอสเทอร์ของกรดไขมัน 8

รูปที่ 3.2 กลไกการเกิดปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชัน 9

รูปที่ 3.3 ร้อยละผลผลิตของการสังเคราะห์อนุพันธ์ของกรดลอริก 10

รูปที่ 3.4 ลักษณะทางกายภาพของ monolaurin, chrysin laurate, lauryl laurate และ isoamyl laurate 10

รูปที่ 3.5 ^{1}H NMR สเปกตรัมของ solketal 13

รูปที่ 3.6 ^{13}C NMR สเปกตรัมของ solketal 13

รูปที่ 3.7 ^{1}H NMR สเปกตรัมของ (2,2-dimethyl-1,3-dioxolan-4-yl)methyl dodecanoate 14

รูปที่ 3.8 ^{13}C NMR สเปกตรัมของ (2,2-dimethyl-1,3-dioxolan-4-yl)methyl dodecanoate 14

รูปที่ 3.9 ^{1}H NMR สเปกตรัมของ monolaurin 15

รูปที่ 3.10 ^{13}C NMR สเปกตรัมของ monolaurin 15

รูปที่ 3.11 ^{1}H NMR สเปกตรัมของ chrysin laurate 16

รูปที่ 3.12 ^{13}C NMR สเปกตรัมของ chrysin laurate 16

รูปที่ 3.13 ^{1}H NMR สเปกตรัมของ lauryl laurate 17

รูปที่ 3.14 ^{13}C NMR สเปกตรัมของ lauryl laurate 17

รูปที่ 3.15 ^{1}H NMR สเปกตรัมของ isoamyl laurate 18

รูปที่ 3.16 ^{13}C NMR สเปกตรัมของ isoamyl laurate 18

บทที่ 1
บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

น้ำมันมะพร้าว (coconut oil) เป็นผลผลิตที่ได้จากเนื้อผลของมะพร้าว (*Cocos nucifera* L.) มีประโยชน์ทั้งคุณค่าทางโภชนาการ และการนำมาใช้เป็นส่วนผสมในผลิตภัณฑ์ต่างๆ น้ำมันมะพร้าวสามารถแบ่งเป็น 2 ประเภทคือ น้ำมันมะพร้าว RBD (Refined, Bleached, Deodorized coconut oil) สกัดได้จากเนื้อมะพร้าวแห้งโดยการบีบหรือใช้ตัวทำละลายแล้วนำมาผ่านความร้อนสูง และกระบวนการทางเคมีคือ การทำให้บริสุทธิ์ (refining) การฟอกสี (bleaching) และการกำจัดกลิ่น (deodorization) อีกประเภทหนึ่งคือน้ำมันมะพร้าวบริสุทธิ์ (VCO) ผลิตจากเนื้อมะพร้าวสดผ่านกระบวนการบีบ แต่ไม่ผ่านความร้อนสูง

น้ำมันมะพร้าวประกอบด้วยไขมันหลายชนิดที่มีประโยชน์ต่อร่างกาย โดยเฉพาะกรดไขมันอิ่มตัว (saturated fatty acid) ที่มีปริมาณสูงถึง 90% ส่วนใหญ่เป็นกรดไขมันสายปานกลาง (medium chain fatty acid) มีกรดลอริก (lauric acid) สูงถึงร้อยละ 45-53 ช่วยสร้างภูมิคุ้มกัน และมีฤทธิ์ทางชีวภาพที่หลากหลาย เช่น ฤทธิ์ต้านเชื้อแบคทีเรีย รา ไวรัส ต้านอนุมูลอิสระ เป็นต้น [4]

มีรายงานการใช้ประโยชน์ของอนุพันธ์ และสารที่เกี่ยวข้องจากกรดไขมันหลายชนิด มีสารหลายชนิดเป็นอนุพันธ์ของกรดลอริก เช่น มอนอลอริน เป็นมอนอกลีเซอไรด์ของกรดลอริก มีประโยชน์ทางการแพทย์ อาหารและยา ใช้เป็นสารอิมัลซิฟายเออร์ เป็นสารปฏิชีวนะทำลายเชื้อโรค มีความสามารถในการทำลายเยื่อหุ้มเซลล์ของเชื้อจุลินทรีย์ *Candida albicans* [17] และมีผลในการยับยั้งการเจริญเติบโตของแบคทีเรีย *Staphylococcus aureus*, *Streptococcus* sp. และ เชื้อ VRE (vancomycin-resistant enterococcus) [7,16]

จากประโยชน์ของอนุพันธ์ของกรดลอริกและสารที่เกี่ยวข้อง จึงสนใจที่จะใช้ประโยชน์จากน้ำมันมะพร้าวส่วนที่มีมูลค่าน้อย โดยนำมาแยกกรดลอริก และใช้เป็นสารตั้งต้นในการเตรียมอนุพันธ์และสารที่เกี่ยวข้องผ่านปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชัน โดยการเปลี่ยนหมู่คาร์บอกซิลิกของกรดลอริกเป็นเอซิลคลอไรด์ ด้วยวิธีการที่พัฒนาขึ้นโดยใช้ trichloroacetamide และ triphenylphosphine เป็นรีเอเจนต์

1.2 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

น้ำมันมะพร้าวมีองค์ประกอบหลักเป็นกรดไขมันอิ่มตัวที่เป็นไทรกลีเซอไรด์สายโมเลกุลยาวปานกลาง มีจำนวนอะตอมของคาร์บอน 8-14 คาร์บอน กรดไขมันที่สำคัญได้แก่ กรดไมริสติก (myristic acid) คาร์บอน 14 อะตอม กรดลอริก (lauric acid) คาร์บอน 12 อะตอม กรดคาปริก (capric acid) คาร์บอน 10 อะตอม และกรดคาไพรลิก (caprylic acid) คาร์บอน 8 อะตอม ดังแสดงในตารางที่ 1.1 Marina และคณะ (2009) [8] เมื่อบริโภคกรดไขมันอิ่มตัวเหล่านี้ ร่างกายสามารถย่อยได้โดยไม่ต้องใช้น้ำดี และดูดซึมเข้าลำไส้เล็กไปที่ตับ ทำให้เผาผลาญเป็นพลังงานได้เร็วขึ้น กรดไขมันอิ่มตัวที่พบในปริมาณมากที่สุด คือกรดลอริก มีฤทธิ์ต้านเชื้อแบคทีเรียแกรมบวกในกลุ่มสเตรปโทคอกคัส เช่น *S. aureus, S. mutans, S. pneumoniae, S. pyogenes,*

S. salivarius, S. sanguinis ได้ดีกว่าแบคทีเรียแกรมลบทรงแท่ง เช่น *E. coli, K. oxytoca, K. pneumoniae S. marcescens* [1,11]

นอกจากนี้น้ำมะพร้าวมีฤทธิ์ช่วยป้องกันการเกิดโรคหัวใจ Nevin และ Rajamohan (2008) แสดงให้เห็นว่า VCO ช่วยลดคลอเลสเตอรอลรวม ไทรกลีเซอไรด์ ไขมันไม่ดี (low density lipoprotein : LDL) อีกทั้งยังช่วยเพิ่มไขมันชนิดดี (high density lipoprotein : HDL) และป้องกันการแข็งตัวของหลอดเลือด ซึ่งเป็นสาเหตุของโรคหัวใจ และช่วยต้านอนุมูลอิสระ [12] Marina และคณะ (2009) พบว่า ตรวจพบปริมาณฟีนอลรวมในน้ำมันมะพร้าว RBD น้อยกว่าใน VCO เพราะสารฟีนอลิกบางส่วนสลายตัวหรือเสื่อมสภาพระหว่างกระบวนการกลั่นบริสุทธิ์ กรดฟีนอลิกบางส่วนที่ระบุใน VCO ได้แก่ protocatechuic acid, vanillic acid, caffeic acid, syringic acid, ferulic acid และ *p*-coumaric acids ดังนั้น VCO จึงมีความสามารถในการต้านอนุมูลอิสระสูงกว่าน้ำมันมะพร้าว RBD แต่มีความสามารถในการต้านอนุมูลอิสระต่ำกว่าสารต้านอนุมูลอิสระมาตรฐาน α-tocopherol [9]

ในส่วนของการทดลองทางคลินิก Varma และคณะ (2019) พบว่า VCO ช่วยปกป้องผิว ลดการอักเสบของผิวหนัง และมีสมบัติช่วยเพิ่มความชุ่มชื้นโดยลดการสูญเสียน้ำใต้ผิวหนัง ซึ่งปลอดภัยต่อการใช้งาน ไม่ระคายเคืองต่อผิว ไม่มีความเป็นพิษต่อเซลล์ มีค่าความเข้มข้นของสารที่สามารถยับยั้งได้ 50% (IC_{50}) สูงกว่า 1,000 µg/mL และที่มีค่า photo irritation factor (PIF) น้อยกว่า 2 [19]

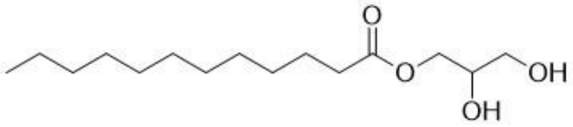
ตารางที่ 1.1 ร้อยละขององค์ประกอบของกรดไขมันชนิดต่างๆ ที่พบในน้ำมันมะพร้าว VCO และน้ำมันมะพร้าว RBD

Fatty acid	Codex standard For RBD coconut oil	APCC standard for VCO[a]	Malaysian standard for VCO	Marina *et al.* (2009a) [10]	Dia *et al.* (2005) [6]
C6	nd-0.70	0.40-0.60	0.80-0.95	0.52-0.69	nd-0.60
C8	4.60-10.0	5.00-10.00	8.00-9.00	7.19-8.81	5.98-10.44
C10	5.0-8.0	4.50-8.00	5.00-7.00	5.65-6.59	5.37-6.60
C12	45.10-53.20	43.00-53.00	47.00-50.00	46.89-48.03	47.63-52.55
C14	16.80-21.00	16.00-21.00	17.00-18.50	16.23-18.90	16.79-20.08
C16	7.50-10.20	7.50-10.00	7.50-9.50	7.41-9.55	6.38-10.17
C18:0	2.00-4.00	2.00-4.00	2.50-3.50	2.81-3.57	7.45-10.73
C18:1	5.00-10.00	5.00-10.00	4.50-6.00	5.72-6.72	
C18:2	1.00-2.50	1.00-2.50	0.70-1.50	0.90-1.60	nd-0.12
C18:3	nd-0.20	<0.5	nd	nd	nd

[a] Asian and Pacific Coconut Community.

Enig และคณะ (2019) รายงานว่า เมื่อร่างกายมนุษย์หรือสัตว์เปลี่ยนรูปกรดลอริกเป็นมอนอกลีเซอไรด์หรือมอนอลอริน (monolaurin, รูปที่ 1.1) จะมีประโยชน์ทางการแพทย์ อาหารและยา ใช้เป็นสารอิมัลซิ

ฟายเออร์ เป็นสารปฏิชีวนะทำลายเชื้อโรค มีความสามารถในการยับยั้งการเจริญเติบโตของจุลินทรีย์ *Escherechia coli* (*E. coli*), *Pseudomonas aeruginosa* (*P. aeruginosa*), *Staphylococcus aureus* (*S. aureus*) และ *Candida albicans* (*C. albicans*) [5]



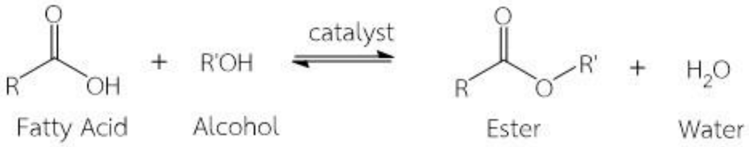
รูปที่ 1.1 โครงสร้างของมอนอลอริน

1.3 ประโยชน์ของอนุพันธ์ของกรดลอริก

จากรายงานการประเมินความปลอดภัยของเอคิลเอสเทอร์ที่ใช้ในเครื่องสำอาง Belsito และคณะ (2016) พบว่า ลอริลลอเรตเป็นสารที่ช่วยเก็บกักน้ำเพื่อเพิ่มความชุ่มชื้นให้กับผิวทำให้ผิวนวล สามารถช่วยให้ส่วนผสมออกฤทธิ์ทางชีวภาพรวมกับผิวได้ดีขึ้น และได้รับการยอมรับว่าปลอดภัยให้ใช้ในเครื่องสำอางได้ สำหรับไอโซเอมิลลอเรต เป็นวัตถุเจือปนอาหารสำหรับสารแต่งกลิ่นสังเคราะห์ (21CFR172.515) [2] และผลการศึกษาของ Park และคณะ (2018) พบว่า สารนี้ไม่มีผลต่อการยับยั้งการเจริญเติบโตของแบคทีเรียแกรมบวก *Staphylococcus aureus* และ *Listeria monocytogenes* นอกจากนี้ ไครซินลอเรต มีรายงานเฉพาะการสังเคราะห์ ไม่มีรายงานการนำไปใช้ประโยชน์ [12]

1.4 ปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชัน (esterification)

เป็นปฏิริยาระหว่างกรดคาร์บอกซิลิกกับแอลกอฮอล์ โดยมีตัวเร่งปฏิกิริยา เช่น กรดซัลฟิวริก กรดไฮโดรคลอริก เป็นต้น เพื่อช่วยทำปฏิกิริยาให้กลายเป็นเอสเทอร์ได้เร็วขึ้น เกิดจากหมู่ –OH ของกรดถูกแทนที่ด้วยหมู่ –OR′ ของแอลกอฮอล์ โดยมีสมการทั่วไปดังรูปที่ 1.2



รูปที่ 1.2 ปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชัน

1.5 วัตถุประสงค์

เพื่อแยกกรดลอริกจากน้ำมันมะพร้าว และสังเคราะห์อนุพันธ์ของกรดลอริก

บทที่ 2
การทดลอง

2.1 สารเคมีและอุปกรณ์

2.1.1 สารเคมี

1. กลีเซอรอล (glycerol)
2. แอซิโทน (acetone)
3. ไดคลอโรมีเทน (dichloromethane)
4. กรดพาราทอลยูอีนซัลโฟนิก (*p*-toluenesulfonic acid)
5. ไทรฟีนิลฟอสฟีน (triphenylphosphine)
6. กรดลอริก (lauric acid)
7. ไทรคลอโรแอเซทามีด (trichloroacetamide)
8. 4-พิโคลีน (4-picoline)
9. ไครซิน (chrysin)
10. เอทิลแอซิเทต (ethyl acetate)
11. กรดไฮโดรคลอริก (hydrochloric acid)
12. โซเดียมไฮโดรเจนคาร์บอเนต (sodium hydrogen carbonate)
13. โพแทสเซียมคาร์บอเนต (potassium carbonate)
14. แอนไฮดรัสโซเดียมซัลเฟต (anhydrous sodium sulfate)

2.1.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ

รายการอุปกรณ์

1. ขวดก้นกลม
2. กรวยแยกสาร
3. อ่างน้ำร้อน
4. ขวดรูปชมพู่
5. บีกเกอร์
6. ช้อนตักสาร
7. กรวยแก้ว
8. คอนเดนเซอร์พร้อมสายยางน้ำเข้า – น้ำออก
9. ไมโครปิเปตต์ และไมโครปิเปตต์ทิป
10. ขวดแก้วขนาดเล็ก
11. แผ่นโครมาโทกราฟีแบบผิวบาง (TLC)
12. หลอดรูเล็ก (capillary tube)

รายการเครื่องมือ

1. เครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง
2. เตาให้ความร้อนแบบกวนด้วยแม่เหล็ก (hotplate and magnetic stirrer)
3. เครื่องระเหยสุญญากาศแบบหมุน (rotary evaporator)
4. เครื่องนิวเคลียร์เมกเนติคเรโซแนนซ์สเปกโทรมิเตอร์

2.2 ขั้นตอนการทดลอง

2.2.1 การแยกกรดลอริกจากน้ำมันมะพร้าว

2.2.1.1 ปฏิกิริยาสะเทิน (neutralization)

ละลายน้ำมันมะพร้าว 50 กรัม ในเฮกเซน 50 มิลลิลิตร ใส่ลงในกรวยแยก จากนั้นเติม 30% โพแทสเซียมคาร์บอเนต เขย่าช้าๆ แล้วแยกชั้นเฮกเซนออกล้างด้วยน้ำกลั่นจนกระทั่ง pH เป็นกลาง กำจัดน้ำที่เหลือด้วยแอนไฮดรัสโซเดียมซัลเฟต และระเหยตัวทำละลายออกด้วยเครื่องระเหยสุญญากาศแบบหมุน

2.2.1.2 ปฏิกิริยาแทรนส์เอสเทอริฟิเคชัน (transesterification)

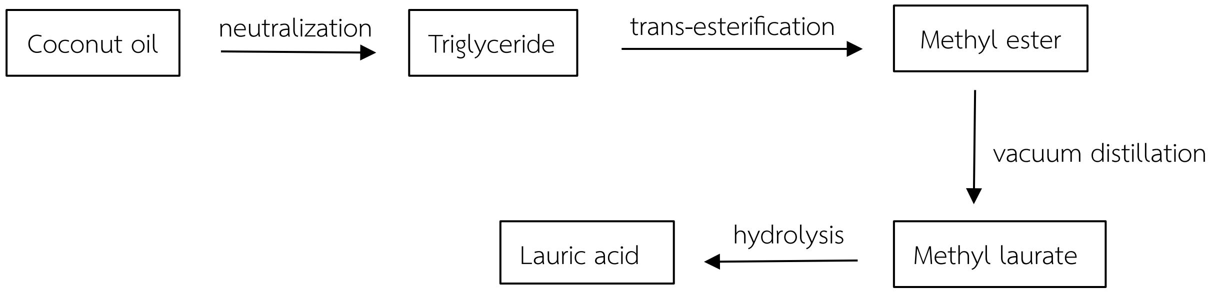
ละลายโพแทสเซียมคาร์บอเนต 0.16 กรัม (0.25% w/w) ในเมทานอล 8.5 มิลลิลิตร ผสมน้ำมันมะพร้าวที่เป็นกลาง 63.8 กรัม ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 50°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ถ่ายของผสมลงในกรวยแยก ทิ้งไว้ให้เย็น นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ละลายในเฮกเซน และล้างด้วยน้ำกลั่นร้อนจนกระทั่ง pH เป็นกลาง แล้วกำจัดน้ำที่เหลือด้วยแอนไฮดรัสโซเดียมซัลเฟต

2.2.1.3 การแยกเมทิลลอเลต

แยกเมทิลลอเลตจากสารผสมของเมทิลเอสเทอร์ของกรดไขมันที่ได้จากขั้นตอนแทรนส์เอสเทอริฟิเคชัน โดยการกลั่นลำดับส่วนที่อุณหภูมิหลายช่วง ได้แก่ 80-110, 110-120, 120-130, 130-140 และ 140-150 ° C

2.2.1.4 ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (hydrolysis)

ผสมเมทิลลอเลต 2.14 กรัม (0.01 mol) และ โซเดียมไฮดรอกไซด์ 3.20 กรัม (0.08 mol) ลงในขวดก้นกลม คนเป็นเวลา 30 นาที จากนั้นเติมน้ำกลั่น 30 มิลลิลิตร คนต่อจนกระทั่งของแข็งละลาย หลังจากนั้นถ่ายผลิตภัณฑ์ลงในกรวยแยกสะเทินด้วย 10% กรดไฮโดรคลอริก 30 มิลลิลิตร จนกระทั่ง pH เท่ากับ 1 และสกัดด้วยเฮกเซน 15 มิลลิลิตร 3 ครั้ง นำชั้นอินทรีย์มาล้างด้วยน้ำกลั่นจนกระทั่ง pH เป็นกลาง กำจัดน้ำที่เหลือด้วยแอนไฮดรัสโซเดียมซัลเฟต ระเหยตัวทำละลายออกด้วยเครื่องกลั่นระเหยสุญญากาศแบบหมุน นำไปวิเคราะห์โครงสร้างด้วย IR และ NMR
ขั้นตอนการแยกกรดลอริกจากน้ำมันมะพร้าวแสดงในรูปที่ 2.1



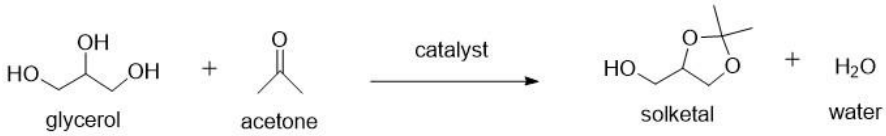
รูปที่ 2.1 การสกัดแยกกรดลอริกจากน้ำมันมะพร้าว [13]

หมายเหตุ ขั้นตอนการทดลองการแยกเมทิลลอเลตและปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (หัวข้อ 2.1.1.3 และ 2.1.1.4) ไม่ได้ทำการทดลองเนื่องจากสถานการณ์การแพร่ระบาดของโรค COVID-19

2.2.2 การสังเคราะห์มอนอลอริน

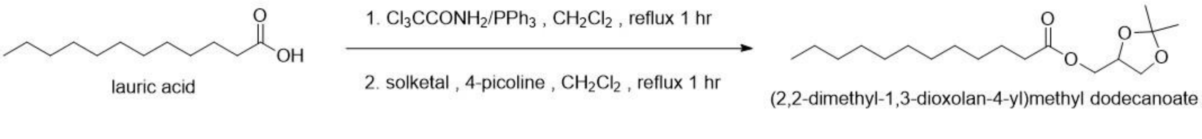
การสังเคราะห์มอนอลอริน มีสามขั้นตอน ดังต่อไปนี้

ขั้นตอนที่ 1 ผสมกลีเซอรอล 10 มิลลิลิตร กับแอซีโทน 60 มิลลิลิตร และกรดพาราทอลยูอีนซัลโฟนิก ปริมาณ 0.7 มิลลิลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาลงในขวดก้นกลม รีฟลักซ์ของผสม เป็นเวลา 5 ชั่วโมง เมื่อครบกำหนดเวลา นำของผสมที่ได้ไปแช่ในอ่างน้ำแข็ง หลังจากนั้นเติมโซเดียมคาร์บอเนตเพื่อทำให้สารละลายผสมเป็นกลาง ปฏิกิริยาแสดงดังรูปที่ 2.2



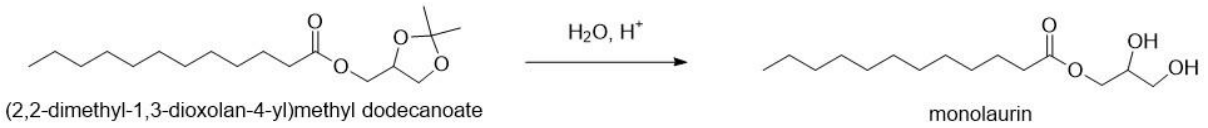
รูปที่ 2.2 การสังเคราะห์โซลคีทาล [18]

ขั้นตอนที่ 2 ละลายไทรฟีนิลฟอสฟีน (PPh_3) ในไดคลอโรมีเทน 3 มิลลิลิตร เติมลงในของผสมของกรดลอริก (0.6010 กรัม, 3 mmol) และไทรคลอโรแอเซตามีด (Cl_3CCONH_2) โดยศึกษาอัตราส่วน Cl_3CCONH_2 : PPh_3 ที่ต่างกันสามค่า ได้แก่ 1:1 1:2 และ 2:1 รีฟลักซ์ของผสมเป็นเวลา 1 ชั่วโมง หลังจากนั้นเติมของผสมของโซลคีทาล (370 µL, 3 mmol) ที่เตรียมได้จากขั้นตอนที่ 1 และ 4-picoline (876 µL, 9 mmol) รีฟลักซ์ของผสม อีก 1 ชั่วโมง ติดตามปฏิกิริยาด้วยโครมาโทกราฟีแบบแผ่นบาง (TLC) เมื่อเกิดปฏิกิริยาสมบูรณ์แล้ว นำไปสกัดด้วยเอทิลแอซิเทต ล้างชั้นอินทรีย์ด้วย 10% HCl และ $NaHCO_3$ อิ่มตัว กำจัดน้ำที่เหลือด้วยแอนไฮดรัสโซเดียมซัลเฟต และระเหยตัวทำละลายออกด้วยเครื่องกลั่นระเหยสุญญากาศแบบหมุน โดยมีปฏิกิริยาแสดงในรูปที่ 2.3



รูปที่ 2.3 ปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันของกรดลอริกกับโซลคีทาล [3]

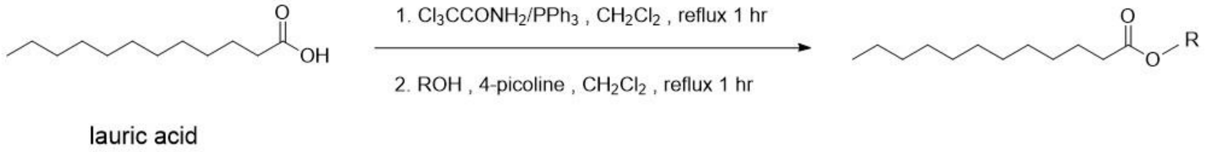
ขั้นตอนที่ 3 ปลดหมู่ที่ถูกปกป้องออกโดยเติมของผสมที่ได้ 0.314 กรัม (1 mmol) ในเมทานอล 5 มิลลิลิตร ที่มีกรดไฮโดรคลอริก 2 โมลาร์ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา รีฟลักซ์ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง หลังจากรอให้เย็นถึงอุณหภูมิห้อง นำไปสกัดด้วยอีเทอร์ และนำชั้นอินทรีย์ที่ได้มากำจัดน้ำที่เหลือด้วยแอนไฮดรัสโซเดียมซัลเฟต และระเหยตัวทำละลายออกด้วยเครื่องกลั่นระเหยสุญญากาศแบบหมุน ปฏิกิริยาแสดงดังรูปที่ 2.4



รูปที่ 2.4 ปฏิกิริยาการกำจัดหมู่ปกป้องของ (2,2-dimethyl-1,3-dioxolan-4-yl)methyldodecanoate[15]

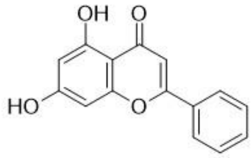
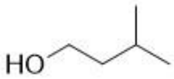
2.2.3 การสังเคราะห์อนุพันธ์ของกรดลอริก

ขั้นตอนการทดลองทั่วไปมีดังนี้ ละลายไทรฟีนิลฟอสฟีน 1.57 กรัม (6 mmol) ในไดคลอโรมีเทน 3 มิลลิลิตร เติมลงในของผสมของกรดลอริก 0.60 กรัม (3 mmol) และไทรคลอโรแอเซตามีด 0.97 กรัม (6 mmol) รีฟลักซ์และกวนของผสมเป็นเวลา 1 ชั่วโมง หลังจากนั้น ผสมแอลกอฮอล์ที่เลือก (3 mmol) (ตารางที่ 2.1) และ 4-picoline (9 mmol) รีฟลักซ์ต่ออีก 1 ชั่วโมง และติดตามปฏิกิริยาด้วยโครมาโทกราฟีแบบผิวบาง เมื่อเกิดปฏิกิริยาสมบูรณ์แล้ว นำไปสกัดด้วยเอทิลแอซิเทต ล้างชั้นอินทรีย์ด้วย 10% กรดไฮโดรคลอริก และสารละลายโซเดียมไบคาร์บอเนตอิ่มตัว กำจัดน้ำที่เหลือด้วยแอนไฮดรัสโซเดียมซัลเฟต และระเหยตัวทำละลายออกด้วยเครื่องกลั่นระเหยสุญญากาศแบบหมุน แยกของผสมที่ได้ด้วยคอลัมน์ซิลิกาเจล ปฏิกิริยาแสดงดังรูปที่ 2.5



รูปที่ 2.5 ปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันของกรดลอริก [3]

ตารางที่ 2.1 แอลกอฮอล์ที่เลือกสำหรับปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันกับกรดลอริก

entry	R-OH	structure
1	chrysin	 IUPAC name: 5,7-dihydroxy-2-phenyl-4H-chromen-4-one
2	lauryl alcohol	IUPAC name: dodecan-1-ol
3	isoamyl alcohol	 IUPAC name: 3-methylbutan-1-ol

บทที่ 3
ผลการทดลองและอภิปรายผล

จากคุณสมบัติที่โดดเด่นของกรดลอริก และพบได้ในน้ำมันมะพร้าวปริมาณสูง จึงแยกกรดลอริกออกจากน้ำมันมะพร้าวเพื่อมาใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์อนุพันธ์ผ่านปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชัน เพื่อสร้างมูลค่าเพิ่ม ได้ผลการทดลองดังนี้

3.1 การแยกกรดลอริกจากน้ำมันมะพร้าว

3.1.1 ปฏิกิริยาสะเทิน (neutralization)

น้ำมันมะพร้าวประกอบด้วยไทรกลีเซอไรด์ กรดไขมันอิสระและสิ่งปนเปื้อนอื่น ๆ เมื่อปริมาณของกรดไขมันอิสระมากขึ้น จะทำให้ค่าความเป็นกรด (acid value) ของน้ำมันสูงขึ้น และเป็นสาเหตุเริ่มต้นของการเกิดกลิ่นหืน นอกจากนี้กรดไขมันอิสระยังสามารถทำปฏิกิริยากับตัวเร่งปฏิกิริยาพื้นฐานได้ ทำให้เกิดผลิตภัณฑ์ที่ได้จากแทรนส์เอสเทอริฟิเคชัน ส่งผลให้คุณภาพน้ำมันมะพร้าวต่ำลง ดังนั้นจำเป็นต้องกำจัดกรดไขมันอิสระออกจากน้ำมันมะพร้าว ผ่านการทำปฏิกิริยากับโพแทสเซียมคาร์บอเนต ปฏิกิริยานี้จะได้เกลือซึ่งละลายน้ำและสามารถแยกออกได้

3.1.2 กระบวนการแทรนส์เอสเทอริฟิเคชัน (transesterification)

เมื่อให้น้ำมันมะพร้าวทำปฏิกิริยากับเมทานอล และโพแทสเซียมคาร์บอเนตจะได้ของเหลวสองชั้น ชั้นล่างคือกลีเซอรอล และชั้นบนเป็นเมทิลเอสเทอร์ของกรดไขมัน เมื่อแยกและทำให้ผลิตภัณฑ์บริสุทธิ์จะได้ของเหลวหนืดสีเหลืองอ่อน ได้ผลผลิตร้อยละ 96.20 (รูปที่ 3.1)

รูปที่ 3.1 น้ำมันมะพร้าวที่เป็นกลาง และของผสมเมทิลเอสเทอร์ของกรดไขมัน

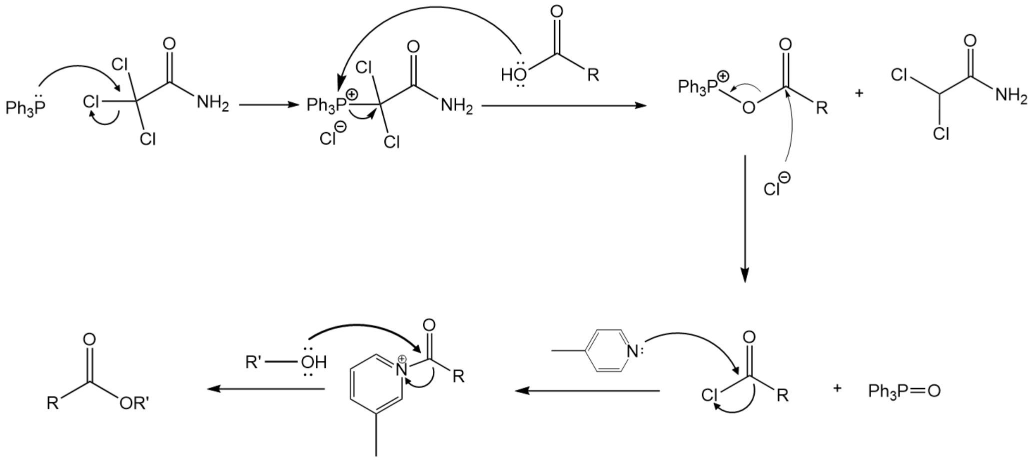
การทดลองในส่วนการแยกเมทิลลอเลตและปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส ไม่ได้ทำการทดลองเนื่องจากสถานการณ์การแพร่ระบาดของโรค COVID-19

3.2 การสังเคราะห์มอนอลอริน

หากนำกลีเซอรอลทำปฏิกิริยากับกรดไขมันเพื่อสร้างพันธะเอสเทอร์ จะได้ของผสมกลีเซอไรด์ (glyceride) ที่เป็นไปได้ 3 ชนิด คือ มอนอกลีเซอไรด์ (monoglyceride) เกิดจากกลีเซอรอล 1 โมเลกุลทำ

ปฏิกิริยากับกรดไขมัน 1 โมเลกุล ไดกลีเซอไรด์ (diglyceride) เกิดจากกลีเซอรอล 1 โมเลกุลทำปฏิกิริยากับกรดไขมัน 2 โมเลกุล และไทรกลีเซอไรด์ (triglyceride) เกิดจากกลีเซอรอล 1 โมเลกุลทำปฏิกิริยากับกรดไขมัน 3 โมเลกุล ดังนั้น หากต้องการสังเคราะห์ 1-มอนอลอริน ซึ่งเป็นมอนอกลีเซอไรด์ จึงต้องปกป้องหมู่ไฮดรอกซิลที่ตำแหน่งที่ 2 และ 3 ของกลีเซอรอล ได้โซลคีทาลที่มีลักษณะใส ไม่มีสี

ในการศึกษาหาภาวะที่เหมาะสมสำหรับปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันของโซลคีทาลกับกรดลอริก โดยเปลี่ยนหมู่คาร์บอกซิลิกของกรดลอริกเป็นเอซิลคลอไรด์ ด้วยไทรคลอโรแอเซทามีด และไทรเฟนิลฟอสฟีน ซึ่งอัตราส่วนระหว่าง Cl_3CCONH_2 : PPh_3 ส่งผลกระทบต่อผลิตภัณฑ์ที่ได้ คือ (2,2-dimethyl-1,3-dioxolan-4-yl)methyl dodecanoate โดยมีกลไกการเกิดปฏิกิริยา ดังรูปที่ 3.2 และหลังจากที่กำจัดหมู่ปกป้องของ (2,2-dimethyl-1,3-dioxolan-4-yl)methyl dodecanoate จึงได้ผลิตภัณฑ์คือ มอนอลอริน มีร้อยละผลผลิต ดังแสดงในตารางที่ 3.1



รูปที่ 3.2 กลไกการเกิดปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชัน

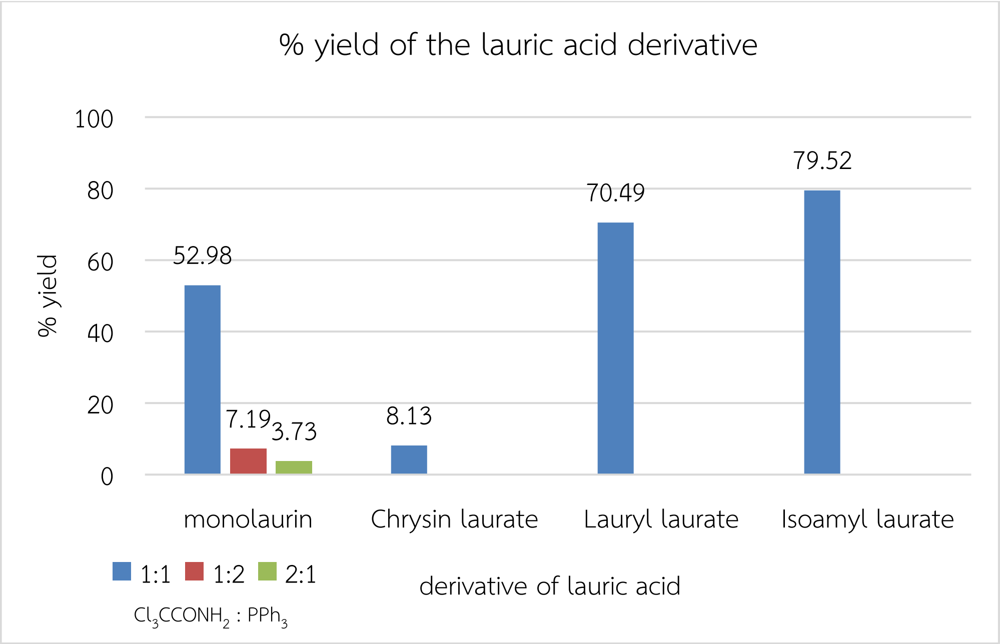
ตารางที่ 3.1 ร้อยละผลผลิตของการสังเคราะห์มอนอลอริน

Molar ratio of Cl_3CCONH_2 : PPh_3	% yield before deprotection	% yield after deprotection	% yield monolaurin
1:1	66.91	79.18	52.98
1:2	7.30	98.51	7.19
2:1	6.99	53.42	3.73

จากการศึกษาพบว่า อัตราส่วนระหว่าง Cl_3CCONH_2 : PPh_3 1:1 ได้ผลผลิตร้อยละสูงสุด ในทางตรงกันข้ามผลิตภัณฑ์ที่ได้ลดลงเมื่ออัตราส่วนระหว่าง Cl_3CCONH_2 : PPh_3 เพิ่มขึ้น อาจเป็นเพราะ Cl_3CCONH_2 และ PPh_3 ที่มากเกินไปสามารถทำปฏิกิริยากับผลิตภัณฑ์นำไปสู่ผลิตภัณฑ์ที่ไม่ต้องการ ดังนั้นจึงใช้อัตราส่วนระหว่าง Cl_3CCONH_2 : PPh_3 ในอัตรา 1:1 ในการสังเคราะห์อนุพันธ์ของกรดลอริกต่อไป

3.3. การสังเคราะห์อนุพันธ์ของกรดลอริก

ได้สังเคราะห์อนุพันธ์ของกรดลอริกด้วยปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชัน โดยใช้อัตราส่วนระหว่าง Cl_3CCONH_2 : PPh_3 1:1 ได้ผลิตภัณฑ์สามชนิด คือ chrysin laurate, lauryl laurate และ isoamyl laurate ด้วยผลผลิตร้อยละ 8.13, 70.49 และ 79.52 ตามลำดับ (รูปที่ 3.3) และมีลักษณะทางกายภาพ ดังรูปที่ 3.4



รูปที่ 3.3 ร้อยละผลผลิตของการสังเคราะห์อนุพันธ์ของกรดลอริก

จากการทดลองพบว่า การสังเคราะห์ chrysin laurate ได้ผลผลิตร้อยละที่ต่ำ เนื่องจากผลิตภัณฑ์ที่ได้มีลักษณะเป็นของแข็งปนอยู่ในสารละลาย อาจทำให้ในขั้นตอนการสกัดด้วยตัวทำละลาย ผลิตภัณฑ์ที่ต้องการละลายไม่หมดในชั้นอินทรีย์

รูปที่ 3.4 ลักษณะทางกายภาพของ monolaurin, chrysin laurate, lauryl laurate และ isoamyl laurate

3.4 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของสารที่สังเคราะห์

Solketal เป็นของเหลวใสไม่มีสี มีค่า R_f = 0.51 ในระบบเฮกเซนต่อเอทิลแอซิเทต 7:3 จากการตรวจสอบเอกลักษณ์ด้วยเทคนิค ^1H และ ^{13}C NMR สเปกโทรสโกปี (รูปที่ 3.5 และ 3.6) พบว่า ^1H NMR (500 MHz, $CDCl_3$) δ 4.23 (tdd, J = 6.6, 5.2, 3.7 Hz, 1H), 4.03 (dd, J = 8.3, 6.6 Hz, 1H), 3.81 – 3.70 (m,

2H), 3.58 (dd, J = 11.7, 5.2 Hz, 1H), 1.43 (s, 3H), 1.37 (s, 3H) สัญญาณ singlet ใน ^{1}H NMR ที่ตำแหน่ง 1.43 และ 1.37 ppm เป็นสัญญาณของหมู่เมทิล แสดงถึงการปกป้องหมู่ไฮดรอกซิลของกลีเซอรอล

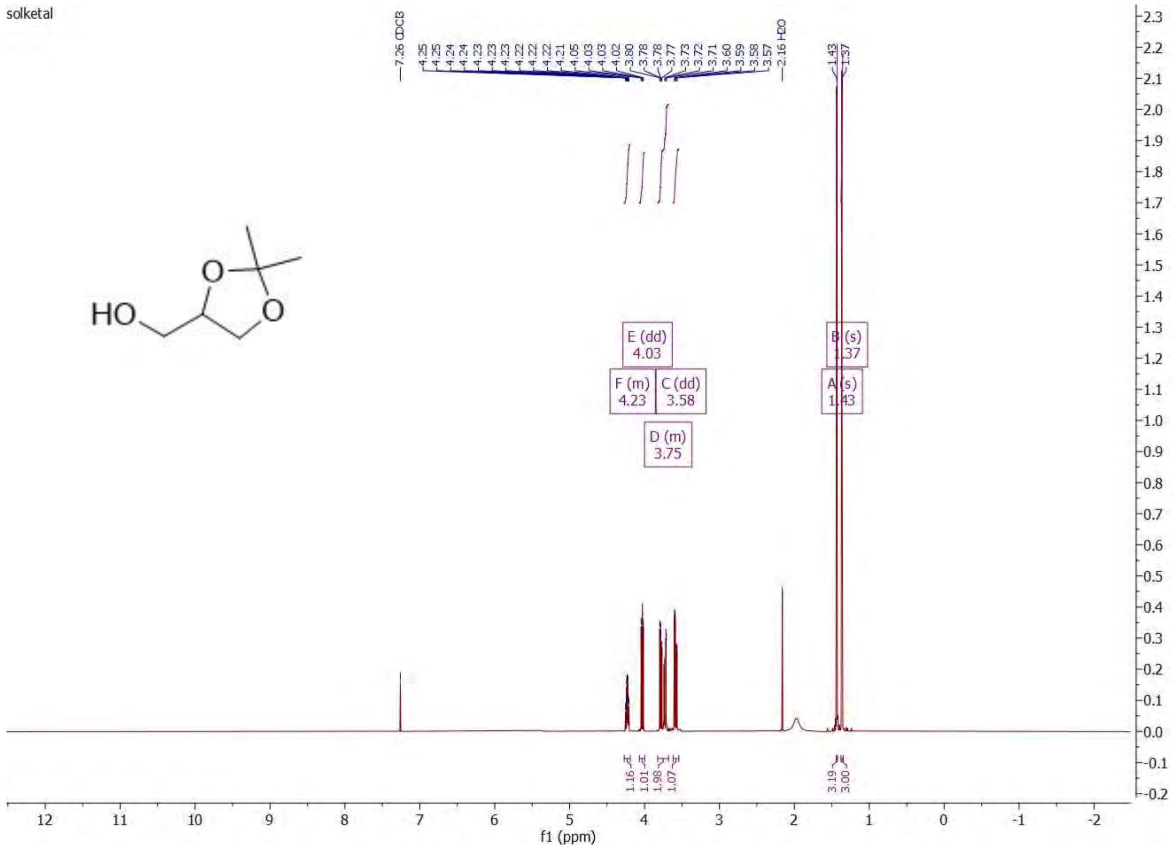
(2,2-dimethyl-1,3-dioxolan-4-yl)methyl dodecanoate เป็นของเหลวใสสีเหลือง มีค่า R_f = 0.56 ในระบบเฮกเซนต่อเอทิลแอซิเทต 7:3 จากการตรวจสอบเอกลักษณ์ด้วยเทคนิค ^{1}H และ ^{13}C NMR สเปกโทรสโกปี (รูปที่ 3.7 และ 3.8) พบว่า ^{1}H NMR (500 MHz, $CDCl_3$) δ 4.10 (q, J = 7.1 Hz, 2H), 2.27 (t, J = 7.6 Hz, 2H), 1.65 – 1.55 (m, 2H), 1.33 – 1.20 (m, 23H), 0.86 (t, J = 7.0 Hz, 3H) สัญญาณ triplet ที่ตำแหน่ง 0.86 ppm เป็นสัญญาณของหมู่เมทิลของกรดลอริก และสัญญาณ multiplet ที่ตำแหน่ง 1.33 – 1.20 ppm เป็นสัญญาณของเมทิลีนโปรตอนของกรดลอริก และหมู่เมทิลของหมู่ปกป้อง และใน ^{13}C NMR สเปกตรัม สัญญาณที่ตำแหน่ง 174 ppm แสดงให้เห็นถึงหมู่คาร์บอนิล

Monolaurin เป็นของแข็งสีขาว มีค่า R_f = 0.23 ในระบบเฮกเซนต่อเอทิลแอซิเทต 9:1 จากการตรวจสอบเอกลักษณ์ด้วยเทคนิค ^{1}H และ ^{13}C NMR สเปกโทรสโกปี (รูปที่ 3.9 และ 3.10)พบว่า ^{1}H NMR (500 MHz, $CDCl_3$) δ 4.16 (qd, J = 11.6, 5.3 Hz, 2H), 3.96 – 3.77 (m, 1H), 3.70 – 3.57 (m, 2H), 2.33 (d, J = 7.6 Hz, 3H), 1.62 (t, J = 7.2 Hz, 2H), 1.29 – 1.22 (m, 17H), 0.87 (t, J = 6.9 Hz, 3H). สัญญาณ triplet ที่ตำแหน่ง 0.87 ppm เป็นสัญญาณของหมู่เมทิลของกรดลอริก และสัญญาณ multiplet ที่ตำแหน่ง 1.29 – 1.22 ppm เป็นสัญญาณของเมทิลีนโปรตอนของกรดลอริก และใน ^{13}C NMR สเปกตรัม สัญญาณที่ตำแหน่ง 174 ppm แสดงให้เห็นถึงคาร์บอนิลคาร์บอน

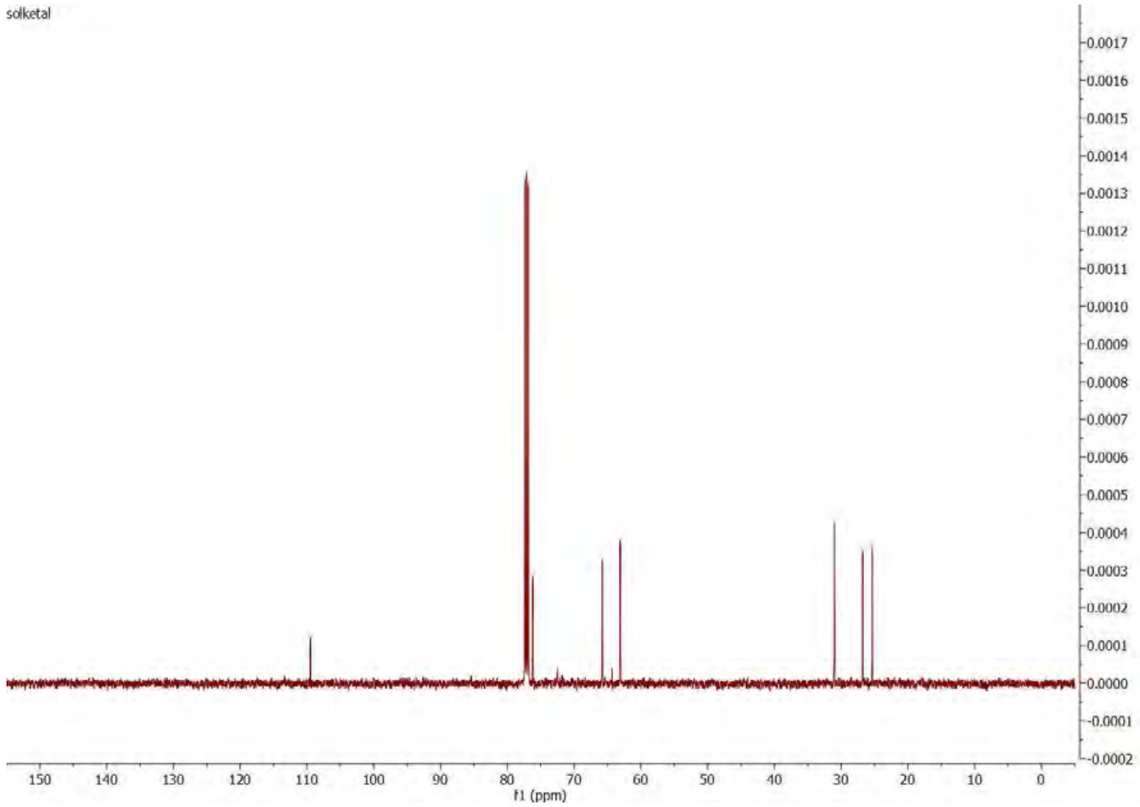
Chrysin laurate เป็นของแข็งสีเหลืองอ่อน มีค่า R_f = 0.61 ในระบบเฮกเซนต่อเอทิลแอซิเทต 7:3 จากการตรวจสอบเอกลักษณ์ด้วยเทคนิค ^{1}H และ ^{13}C NMR สเปกโทรสโกปี (รูปที่ 3.11 และ 3.12) พบว่า ^{1}H NMR (500 MHz, $CDCl_3$) δ 7.91 – 7.83 (m, 2H), 7.57 – 7.50 (m, 4H), 6.84 (dd, J = 13.5, 2.1 Hz, 1H), 6.73 (s, 1H), 6.56 (d, J = 2.1 Hz, 1H), 2.59 (td, J = 7.5, 3.9 Hz, 2H), 1.76 (p, J = 7.5 Hz, 3H), 1.33 – 1.21 (m, 19H), 0.88 (t, J = 7.1 Hz, 4H). สัญญาณ triplet ที่ตำแหน่ง 0.88 ppm เป็นสัญญาณของหมู่เมทิลของกรดลอริก และสัญญาณ multiplet ที่ตำแหน่ง 1.33 – 1.21 ppm เป็นสัญญาณของเมทิลีนโปรตอนของกรดลอริก สัญญาณที่ตำแหน่ง 6.56–7.91 ppm เป็นสัญญาณของโปรตอนที่อยู่บนวงแอโรเมติก แสดงถึงการมีอยู่ของไครซิน และใน ^{13}C NMR สเปกตรัม สัญญาณที่ตำแหน่ง 174 ppm แสดงให้เห็นถึงหมู่คาร์บอนิล

Lauryl laurate เป็นของเหลวใสไม่มีสี มีค่า R_f = 0.70 ในระบบเฮกเซนต่อเอทิลแอซิเทต 7:3 จากการตรวจสอบเอกลักษณ์ด้วยเทคนิค ^{1}H และ ^{13}C NMR สเปกโทรสโกปี (รูปที่ 3.13 และ 3.14) พบว่า ^{1}H NMR (500 MHz, $CDCl_3$) δ 4.05 (t, J = 6.7 Hz, 2H), 2.28 (t, J = 7.6 Hz, 2H), 1.60 (d, J = 8.9 Hz, 4H), 1.34 – 1.22 (m, 34H), 0.88 (t, J = 6.9 Hz, 6H) สัญญาณ triplet ที่ตำแหน่ง 0.88 ppm เป็นสัญญาณของหมู่เมทิล 2 หมู่ สัญญาณ multiplet ที่ตำแหน่ง 1.34 – 1.22 ppm เป็นสัญญาณของเมทิลีนโปรตอนของโมเลกุลสายยาว สัญญาณ triplet ที่ตำแหน่ง 4.05 ppm เป็นสัญญาณของเมทิลีนโปรตอนที่ต่อกับอะตอมออกซิเจนของอะลิเฟติกเอสเทอร์ แสดงถึงการเชื่อมกันด้วยพันธะเอสเทอร์และใน ^{13}C NMR สเปกตรัม สัญญาณที่ตำแหน่ง 174 ppm แสดงให้เห็นถึงหมู่คาร์บอนิล

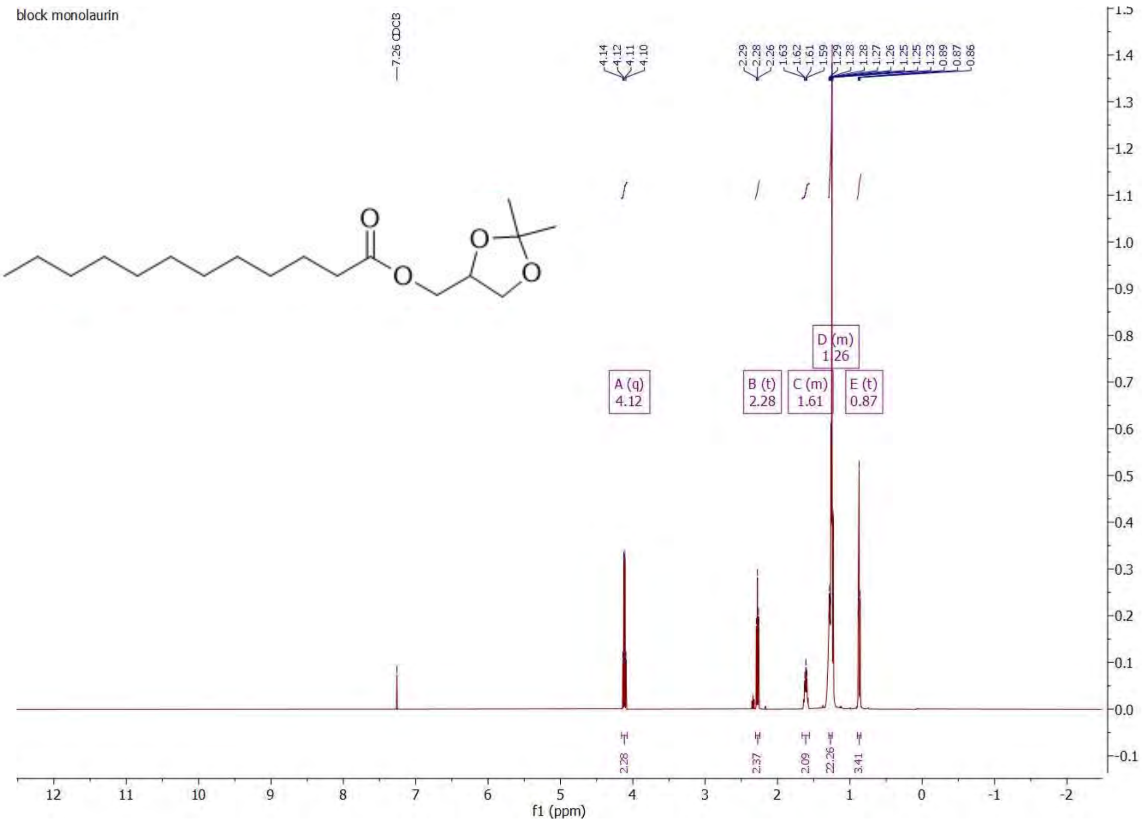
Isoamyl laurate เป็นของเหลวใสไม่มีสี มีค่า R_f = 0.77 ในระบบเฮกเซนต่อเอทิลแอซิเทต 7:3 จากการตรวจสอบเอกลักษณ์ด้วยเทคนิค ^{1}H และ ^{13}C NMR สเปกโทรสโกปี (รูปที่ 3.15 และ 3.16) พบว่า ^{1}H NMR (500 MHz, $CDCl_3$) δ 4.09 (t, *J* = 6.9 Hz, 2H), 2.30 – 2.24 (t, 2H), 1.72 – 1.64 (dq, 1H), 1.63 – 1.58 (m, 2H), 1.51 (q, *J* = 6.9 Hz, 2H), 1.26 (d, *J* = 15.0 Hz, 16H), 0.91 (d, *J* = 6.6 Hz, 6H), 0.88 – 0.84 (t, 3H). สัญญาณ triplet ที่ตำแหน่ง 0.88 – 0.84 ppm เป็นสัญญาณของหมู่เมทิลของกรดลอริก สัญญาณ doublet ที่ตำแหน่ง 0.91 ppm เป็นสัญญาณของหมู่เมทิล 2 หมู่ แสดงถึงโครงสร้างของไอโซเอมิลแอลกอฮอล์ สัญญาณ triplet ที่ตำแหน่ง 4.09 ppm เป็นสัญญาณของเมทิลีนโปรตอนที่ต่อกับอะตอมออกซิเจนของอะลิเฟติกเอสเทอร์ แสดงถึงการเชื่อมกันด้วยพันธะเอสเทอร์ และใน ^{13}C NMR สเปกตรัม สัญญาณที่ตำแหน่ง 174 ppm แสดงให้เห็นถึงหมู่คาร์บอนิล



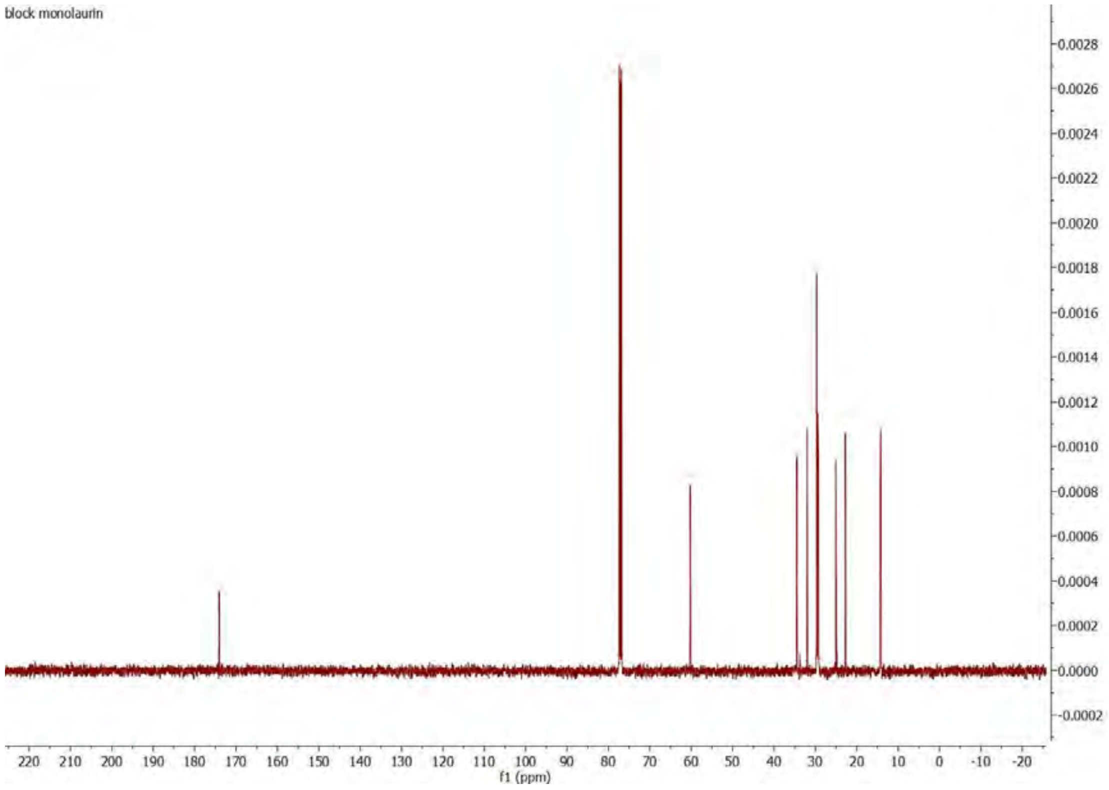
รูปที่ 3.5 ^{1}H NMR สเปกตรัมของ solketal



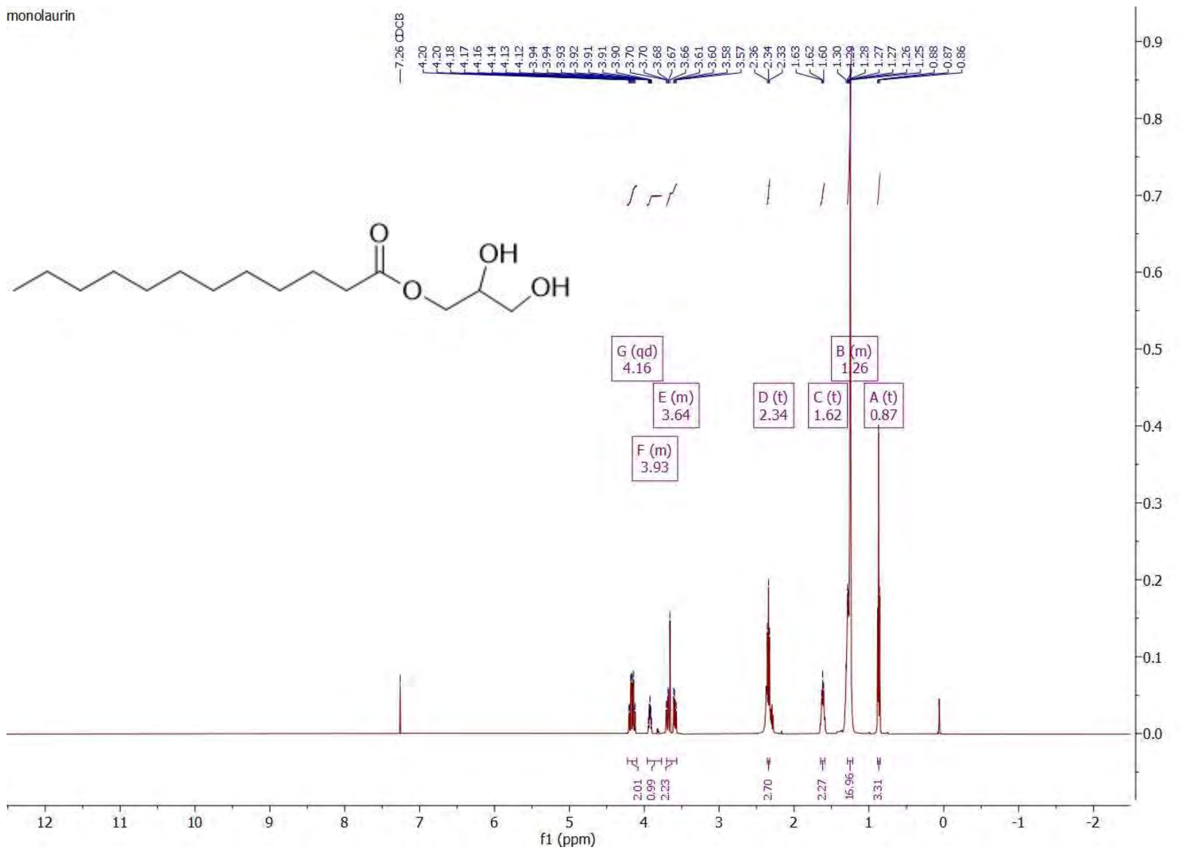
รูปที่ 3.6 ^{13}C NMR สเปกตรัมของ solketal



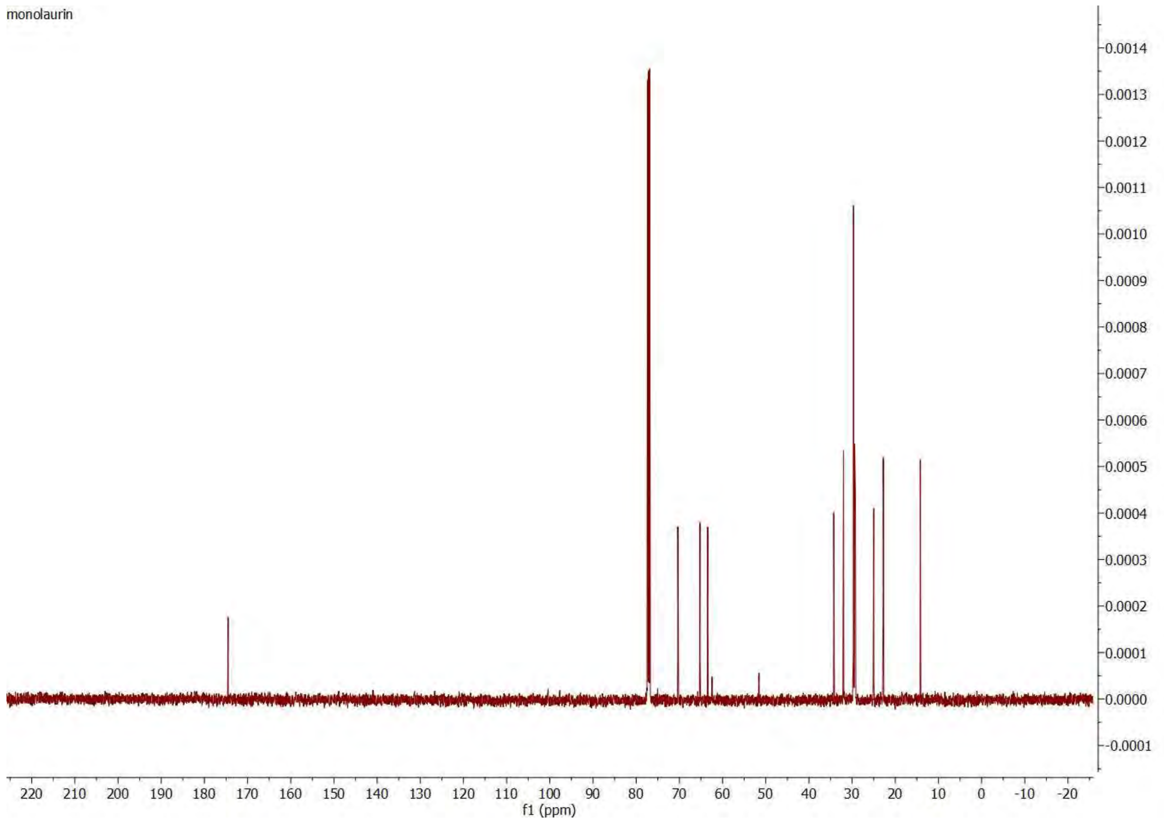
รูปที่ 3.7 ^{1}H NMR สเปกตรัมของ (2,2-dimethyl-1,3-dioxolan-4-yl)methyl dodecanoate



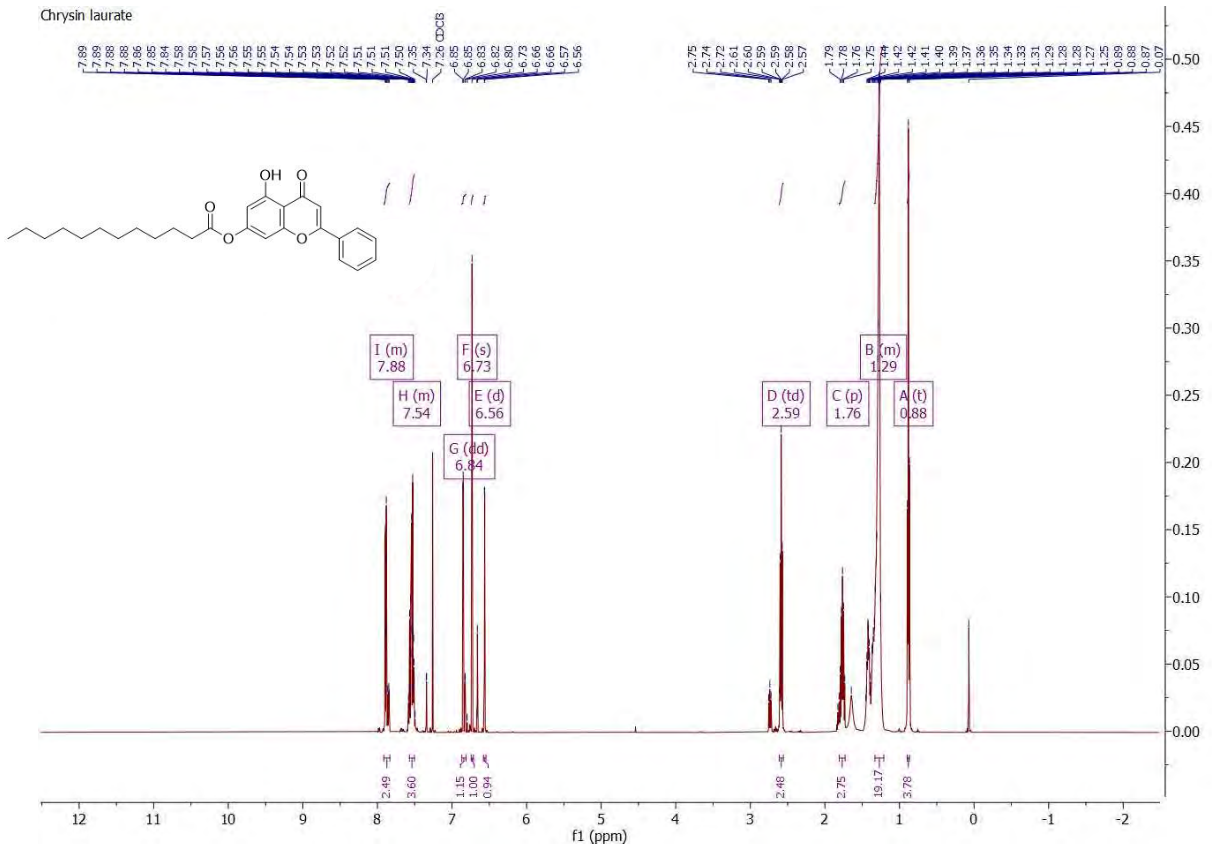
รูปที่ 3.8 ^{13}C NMR สเปกตรัมของ (2,2-dimethyl-1,3-dioxolan-4-yl)methyl dodecanoate



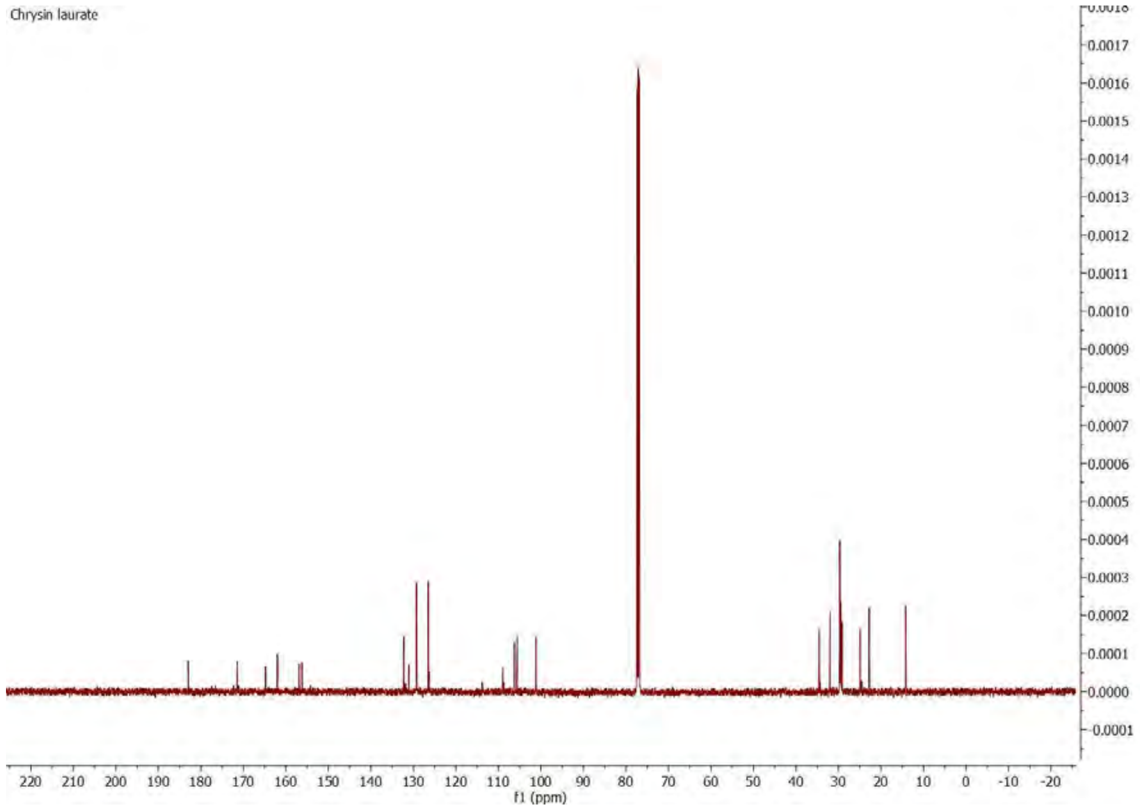
รูปที่ 3.9 ^{1}H NMR สเปกตรัมของ monolaurin



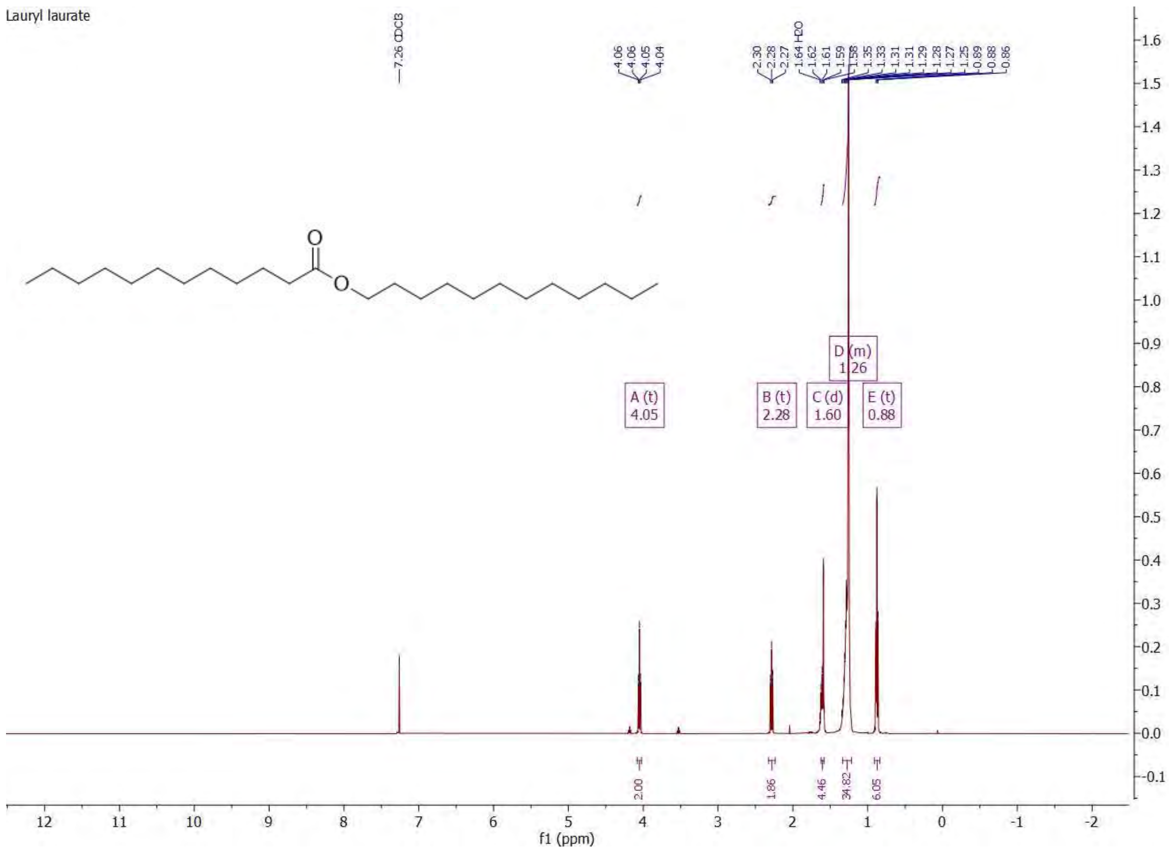
รูปที่ 3.10 ^{13}C NMR สเปกตรัมของ monolaurin



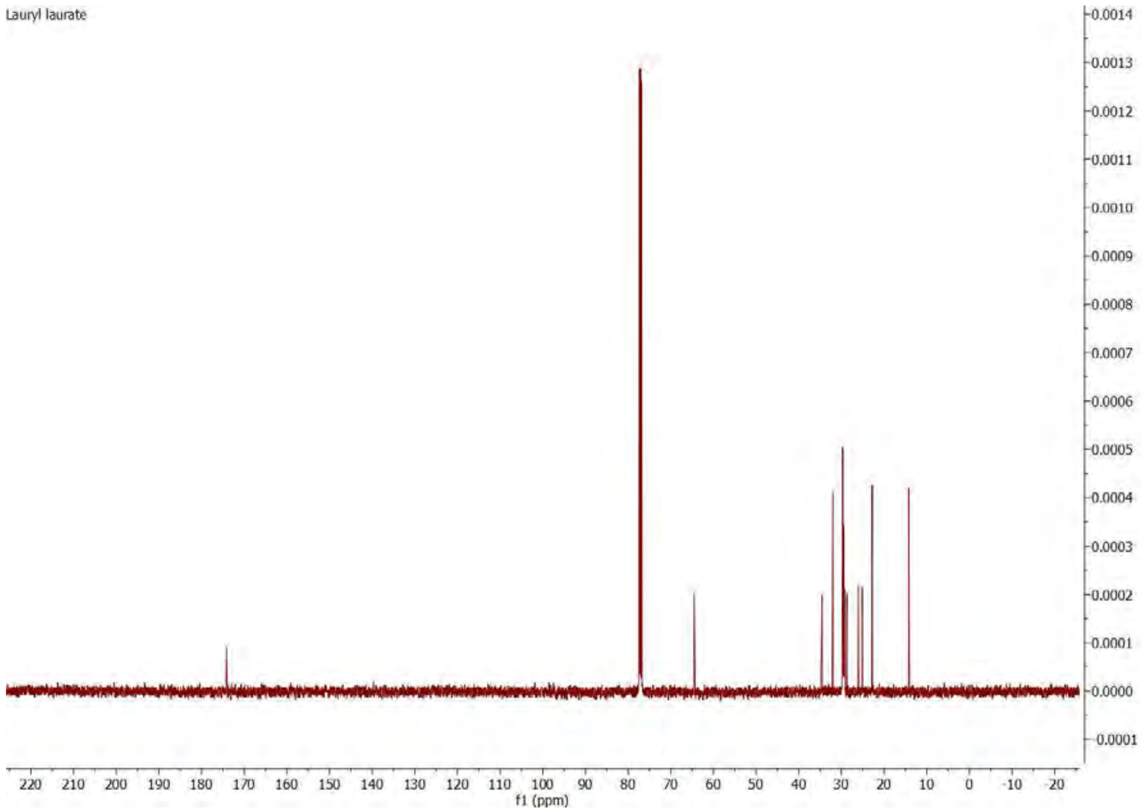
รูปที่ 3.11 ^{1}H NMR สเปกตรัมของ chrysin laurate



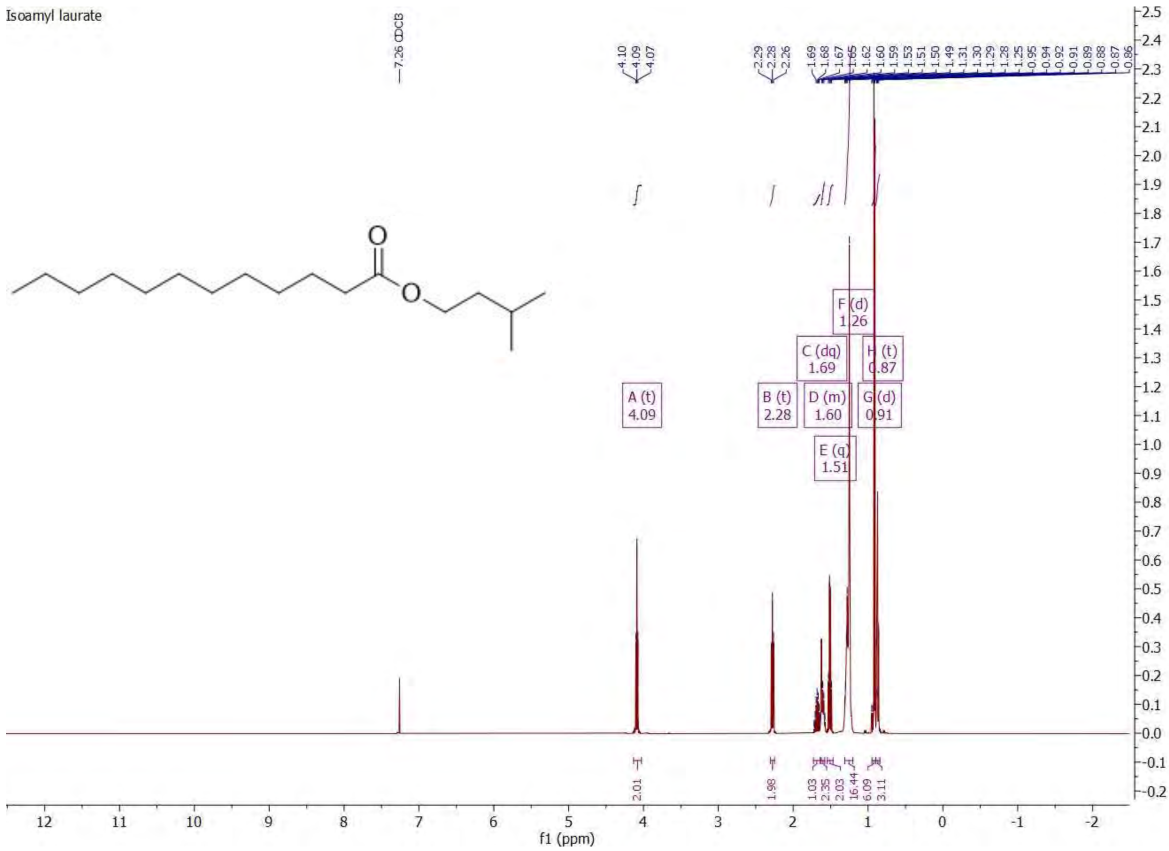
รูปที่ 3.12 ^{13}C NMR สเปกตรัมของ chrysin laurate



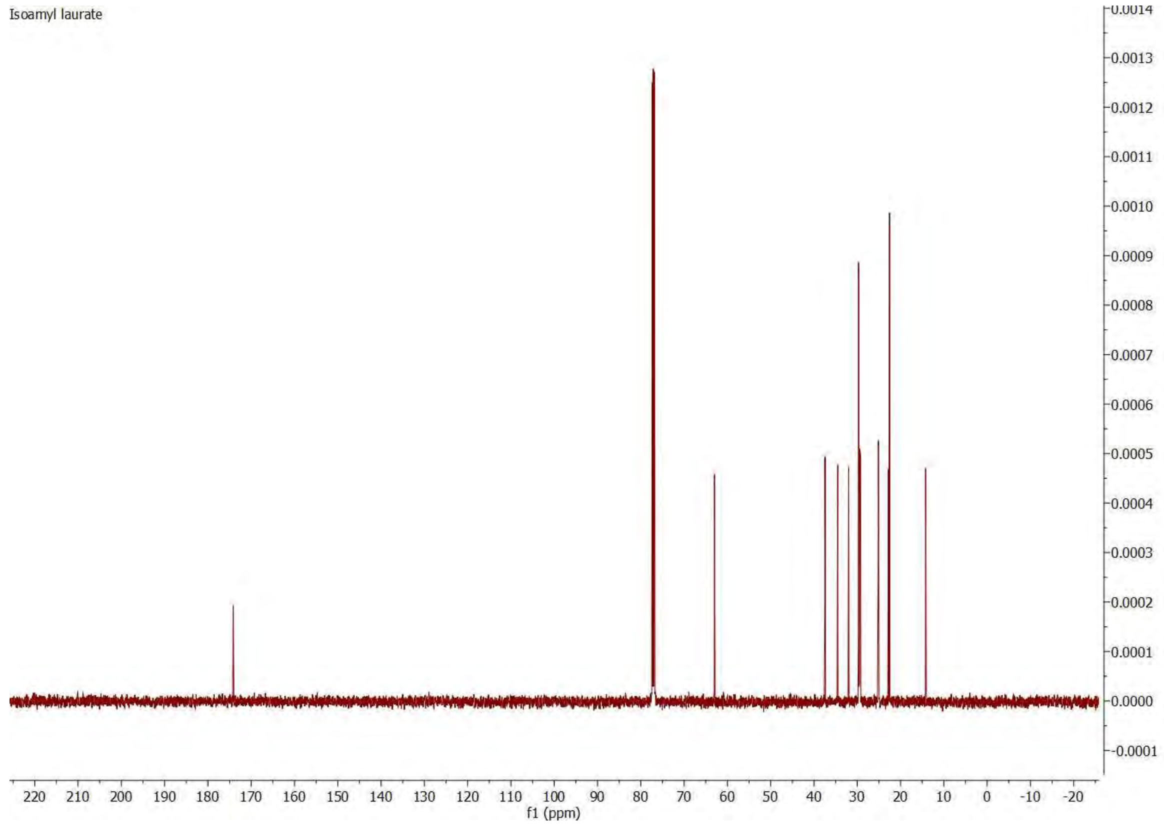
รูปที่ 3.13 ^{1}H NMR สเปกตรัมของ lauryl laurate



รูปที่ 3.14 ^{13}C NMR สเปกตรัมของ lauryl laurate



รูปที่ 3.15 ^{1}H NMR สเปกตรัมของ isoamyl laurate



รูปที่ 3.16 ^{13}C NMR สเปกตรัมของ isoamyl laurate

บทที่ 4
สรุปผลการทดลอง

งานวิจัยนี้นำเสนอการสังเคราะห์อนุพันธ์ของกรดลอริกผ่านปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชัน ในการศึกษาหาภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์เอสเทอร์ของกรดลอริก ได้ใช้มอนอลอรินเป็นโมเลกุลเป้าหมาย โดยเปลี่ยนหมู่คาร์บอกซิลิกของกรดลอริกเป็นเอซิลคลอไรด์ด้วยรีเอเจนต์ ไทรคลอโรเอเซตทามีดและไทรเฟนิลฟอสฟีน แล้วทำปฏิกิริยากับโซลคีทาล พบว่า อัตราส่วนที่เหมาะสมระหว่าง Cl_3CCONH_2 : PPh_3 คือ 1:1 เมื่อผ่านกระบวนการไฮโดรไลซิส จะได้ผลิตภัณฑ์เป้าหมายด้วยร้อยละของผลิตภัณฑ์ 52.98 ได้ยืนยันเอกลักษณ์ของสารที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิค NMR นอกจากนั้นได้ประยุกต์วิธีการที่ได้พัฒนาขึ้นนี้สำหรับการสังเคราะห์อนุพันธ์ของกรดลอริกอีกสามตัว ได้แก่ chrysin laurate, lauryl laurate และ isoamyl laurate

เนื่องจากสถานการณ์การแพร่ระบาดของโรค COVID-19 ทำให้ไม่สามารถทำการทดลองการแยกกรดลอริกจากน้ำมันมะพร้าวได้ครบตามขั้นตอน โดยได้ผลิตภัณฑ์ของปฏิกิริยาแทรนส์เอสเทอริฟิเคชันของไทรกลีเซอไรด์จากน้ำมันมะพร้าวที่เป็นกลางกับเมทานอลโดยใช้โพแทสเซียมคาร์บอเนตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ได้สารผสมของเมทิลเอสเทอร์ที่มีผลผลิตร้อยละ 96.20 อย่างไรก็ดี ยังต้องปรับปรุงในเรื่องการศึกษาหาภาวะที่เหมาะสมสำหรับปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชัน เช่น ผลของอุณหภูมิและระยะเวลาที่ใช้ในแต่ละขั้นตอน นิวคลีโอไฟล์ประเภทต่างๆ

เอกสารอ้างอิง

1. Anzaku, A.; Akyala, J.; Juliet, A.; Obianuju, E., Antibacterial activity of lauric acid on some selected clinical isolates. *Ann. Clin. Lab Res.* **2017**, *5*, 1-5.
2. Belsito, M.; Hill, R. A.; Klaassen, C. D.; Liebler, D. C.; Marks Jr, J. G.; Ronald, C., Amended safety assessment of alkyl esters as used in cosmetics. Cosmetic Ingredient Review: 2013.
3. Chantarasriwong, O.; Jang, D. O.; Chavasiri, W., Cl_3CCONH_2/PPh_3: A versatile reagent for synthesis of esters. *Synth. Comm.* **2008,** *38*, 2845-2856.
4. Dayrit, F. M., The properties of lauric acid and their significance in coconut oil. *J. Am. Oil Chem. Soc.* **2015**, *92*, 1-15.
5. DebMandal, M.; Mandal, S., Coconut (*Cocos nucifera* L.: Arecaceae): In health promotion and disease prevention. *Asian Pacific J. Trop. Med.* **2011**, *4*, 241-247.
6. Dia, V. P.; Garcia, V. V.; Mabesa, R. C.; Tecson-Mendoza, E. M., Comparative physicochemical characteristics of virgin coconut oil produced by different methods. *Philipp Agric Sci.* **2005**, *88*, 462-475.
7. Dufour, M.; Manson, J. M.; Bremer, P. J.; Dufour, J.-P.; Cook, G. M.; Simmonds, R. S., Characterization of monolaurin resistance in Enterococcus faecalis. *Appl. Environ. Microbiol.* **2007**, *73* (17), 5507-5515.
8. Marina, A.; Che Man, Y. B.; Amin, I., Virgin coconut oil: emerging functional food oil. *Trends Food Sci Tech.* **2009**, *20*, 481-487.
9. Marina, A.; Che Man, Y.; Nazimah, S.; Amin, I., Antioxidant capacity and phenolic acids of virgin coconut oil. *Int J. Food Sci. Nutr.* **2009**, *60* (sup2), 114-123.
10. Marina, A.; Che Man, Y.; Nazimah, S.; Amin, I., Chemical properties of virgin coconut oil. *J. Am. Oil Chem. Soc.* **2009a**, *86*, 301-307.
11. Matsue, M.; Mori, Y.; Nagase, S.; Sugiyama, Y.; Hirano, R.; Ogai, K.; Ogura, K.; Kurihara, S.; Okamoto, S., Measuring the antimicrobial activity of lauric acid against various bacteria in human gut microbiota using a new method. *Cell transplant.* **2019**, *28*, 1528-1541.
12. Nevin, K.; Rajamohan, T., Influence of virgin coconut oil on blood coagulation factors, lipid levels and LDL oxidation in cholesterol fed Sprague–Dawley rats. *Eur. J. Clin Nutr. Metab.* **2008**, *3*, 1-8.
13. Nitbani, F. O.; Siswanta, D.; Solikhah, E. N., Isolation and antibacterial activity test of lauric acid from crude coconut oil (Cocos nucifera L.). *Procedia Chem.* **2016**, *18*, 132-140.

14. Park, K.-M.; Lee, S. J.; Yu, H.; Park, J.-Y.; Jung, H.-S.; Kim, K.; Lee, C. J.; Chang, P.-S., Hydrophilic and lipophilic characteristics of non-fatty acid moieties: significant factors affecting antibacterial activity of lauric acid esters. *Food. Sci. biotechnol.* **2018**, *27*, 401-409.
15. Pinault, M.; Guimaraes, C.; Couthon, H.; Thibonnet, J.; Fontaine, D.; Chantome, A.; Chevalier, S.; Besson, P.; Jaffres, P.-A.; Vandier, C., Synthesis of alkyl-glycerolipids standards for gas chromatography analysis: application for chimera and shark liver oils. *Mar. drugs.* **2018**, *16*, 101.
16. Ruzin, A.; Novick, P.R. Equivalence of lauric acid and glycerol monolaurate as inhibitors of signal transduction in *Staphylococcus aureus*. *J. Bacteriol.* **2000**, *182*, 2668–2671.
17. Seleem, D.; Chen, E.; Benso, B.; Pardi, V.; Murata, R.M. *In Vitro* evaluation of antifungal activity of monolaurin against *Candida albicans* biofilms. *Biophys. Mol. Biol.* **2016**, *48*, 14-31.
18. Suriyaprapadilok, N.; Kitiyanan, B., Synthesis of solketal from glycerol and its reaction with benzyl alcohol. *Energy Procedia* **2011**, *9*, 63-69.
19. Varma, S. R.; Sivaprakasam, T. O.; Arumugam, I.; Dilip, N.; Raghuraman, M.; Pavan, K.; Rafiq, M.; Paramesh, R. *In vitro* anti-inflammatory and skin protective properties of virgin coconut oil. *J. tradit. Complement. Med.* **2019**, *9*, 5-14.

ประวัติผู้วิจัย

นางสาวพิชญานิน สุขรัง เกิดเมื่อวันที่ 18 เดือนมกราคม พ.ศ. 2541 ที่จังหวัดปทุมธานี สำเร็จการศึกษาชั้นมัธยมศึกษาตอนปลายจากโรงเรียนนวมินทราชินูทิศ หอวัง นนทบุรี จังหวัดนนทบุรี เมื่อปีการศึกษา 2558 เข้าศึกษาต่อในหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาเคมี ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย เมื่อปีการศึกษา 2559 เคยได้รับทุนการศึกษาจากโครงการพัฒนาอัจฉริยภาพทางวิทยาศาสตร์สำหรับเด็กและเยาวชน (JSTP) เมื่อ พ.ศ. 2559 ที่อยู่ที่สามารถติดต่อได้ บ้านเลขที่ 66/2 หมู่3 ตำบล บางคูรัด อำเภอบางบัวทอง จังหวัดนนทบุรี รหัสไปรษณีย์ 11110 อีเมล phitchayanin1998@gmail.com