

บทที่ 2

การทดลอง



2.1.1 Thin layer chromatography ใช้ Desaga spreader สำหรับทำ chromatoplates ในการเตรียม plate นั้น ใช้ adsorbent (Alumina G) 90 กรัม ต่อน้ำก่อน 110 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากัน (1-2 นาที) เทใส่ spreader ที่ปรับให้ adsorbent มีความหนา 0.25 มม. จะได้ chromatoplate ขนาด 20 X 20 ซม. จำนวน 5 plate บดรอยให้แห้งที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา $\frac{1}{2}$ ชม. แล้วจึง activate ด้วยการนำ plates ไปอบที่อุณหภูมิ 100-125°C อีก $\frac{1}{2}$ ชม. เก็บไว้ใน desiccator ที่มี anhydrous calcium chloride บรรจุอยู่ เพื่อเตรียมไว้สำหรับใช้ในการทำ TLC ส่วนสารที่ใช้ในการทดลองนั้นใช้ประมาณ 0.5 มิลลิกรัม ละลายในน้ำมันที่ละลายได้ดีที่สุด แล้ว spot ห่างจากขอบล่าง 2 ซม. (starting line) แต่ละ spot เวกห่างกันอย่างน้อย 4 ซม. จาก spot ขึ้นไปทางด้านบน 15 ซม. เติมน้ำมันที่ละลายได้ดีที่สุดเป็น solvent front เมื่อ spot แห้งแล้วจึงวาง chromatoplate ลงใน tank ที่เติมความยาวของ solvent ซึ่งบรรจุ solvent สูงประมาณ 1 ซม. เมื่อ developing solvent ขึ้นไปถึง solvent front (ประมาณ 30 นาที) จึงยก plate ออกจาก tank ทำให้แห้ง แล้ว spray ด้วย 2,7-Dichlorofluorescein solution (0.2% 2,7-Dichlorofluorescein ในเอทานอล) ซึ่งเป็น detecting agent แห้งแล้วจะเห็น spots ของสารปรากฏขึ้นบน chromatoplate ซึ่งส่วนมากเรืองแสงใน ultraviolet light ทำให้มองเห็น spots ได้ชัด

$$R_f = \frac{\text{ระยะทางของ spot ของสารที่เคลื่อนที่}}{\text{ระยะทาง solvent front}}$$

2.1.2 Liebermann - Burchard Reaction ละลายสารที่ต้องการทดสอบ
จำนวนเล็กน้อยในคลอโรฟอร์ม 4-5 หยด ค่อย ๆ หยด acetic anhydride ลงไป
1 หยด และกรรก้ำมะถันเข้มข้น 1 หยด แล้วเขย่าถ้ามีสีเกิดขึ้น แสดงว่าสารนั้นเป็นสาร
ประกอบพวก steroids หรือ Triterpenoids

2.1.3 Infra - red spectrum Infra-red spectra ของสารต่าง ๆ หาได้
จากเครื่อง Perkin-Elmer 421 Grating Infra-red Spectrophotometer
โดยทำให้เป็น KBr - pellets ส่วนการตรวจลักษณะ Absorption peaks ของ
สารนั้นใช้วิธีเปรียบเทียบกับ standard characteristics และ absorption
peaks ที่มีอยู่ใน Literature 16,17,18

2.1.4 การหาจุดหลอมเหลว การหาจุดหลอมเหลวใช้เครื่อง Fisher - Johns
melting point apparatus.

2.1.5 การวิเคราะห์หาเปอร์เซ็นต์ของธาตุต่าง ๆ ส่งไปทำที่กองเคมี กรมวิทยาศาสตร์
กระทรวงอุตสาหกรรม

2.1.6 การทำให้สารแห้ง ก่อนการวิเคราะห์ หรือก่อนทำ Infra-red spectra ใช้
Abderhalden vacuum drying apparatus โดยมี anhydrous phosphorous
pentoxide เป็นตัวดูดความชื้นประมาณ 12-18 ชั่วโมง

2.1.7 solvent solvent ทุกชนิดนำมากลั่นใหม่ก่อนใช้ทุกครั้งเพื่อใช้ตกผลึก
แต่ solvent ที่ใช้สกัดสารจากหัวกวาวไม่ตองกลั่น

2.2 การสกัด (Extraction)

2.2.1 การสกัดสารจากหัวกวาวควายเมททานอล

ใช้หัวกวาวที่ตากแห้งแล้วบดละเอียด 9.04 กรัม. สกัดโดยใช้เมททานอล 15 ลิตร โดยวิธี Soxhlet extractor จะได้สารเป็นตะกอนขาวปนอยู่กับสารละลายสีน้ำตาลเข้มข้นและเหนียว กรองตะกอนขาวออกผึ่งให้แห้งจะกลายเป็นตะกอนสีน้ำตาลหนัก 325 กรัม (3.60% โดยน้ำหนักจากหัวกวาวแห้ง) ส่วนสารละลายเข้มข้นเหนียวสีน้ำตาล นำมากลั่นให้เมททานอลออกให้หมด จะได้สารสีน้ำตาลเข้มข้นและเหนียวหนัก 1.9 กิโลกรัม (20.02% โดยน้ำหนักจากหัวกวาวแห้ง)

ตารางที่ 1

ครั้งที่	น้ำหนักหัว กวาวแห้งบด ละเอียด (กิโลกรัม)	จำนวน เมททานอล (ลิตร)	น้ำหนักของ ตะกอนขาว (กรัม)	% โดยน้ำ หนักจากหัว กวาวแห้ง	น้ำหนักของ สารขุ่นสีน้ำตาล เข้ม (กิโลกรัม)	% โดยน้ำ หนักจากหัว กวาวแห้ง
1	9.04	15	325	3.60	1.9	20.02
2	10.20	18	389	3.81	1.9	19.48
3	16.5	30	566	3.42	3.5	21.05

2.3 การแยกสาร (seperation)

2.3.1 วิธีแยกสารจากตะกอนขาวที่ได้จากการสกัดหัวกวาวจากเมเปทานอด

นำตะกอนขาวที่กรองได้ไปทำให้แห้งแล้วจะกลายเป็นสีน้ำตาลหนัก 325 กรัม ละลายในปิโตรเลียมอีเทอร์ 1 ลิตร คนจนกระทั่งตะกอนแตกละเอียดจะได้อสารละลายสีน้ำตาลเกือบเข้ม คั่งทิ้งไว้จนกระทั่งตะกอนนอนก้นและสารละลายใสแล้วกรอง นำสารละลายที่กรองได้ไปกลั่นให้สารละลายมีปริมาตร 200 มิลลิลิตร ถ่ายเก็บไว้ในขวดก้นแบนขนาด 250 มิลลิลิตรเพื่อให้สารตกผลึก ตะกอนที่เหลือก็นำมาละลายด้วยปิโตรเลียมอีเทอร์ครั้งแรก ทำเช่นนี้ซ้ำหลาย ๆ ครั้ง (ประมาณ 5 ครั้ง) จนสารละลายที่ได้จากการละลายตะกอนมีสีเหลืองอ่อน ๆ

จากนั้นนำตะกอนที่เหลือ มาละลายด้วยเบนซีน 1 ลิตร คนให้ทั่วจะได้สารละลายสีน้ำตาลไม่คอยเข้มนัก ปล่อยให้ตะกอนนอนก้น จึงกรองสารละลายใสที่ได้ แล้วนำไปกลั่นเบนซีนออกจนเหลือสารละลาย 200 มิลลิลิตร ถ่ายใส่ในขวดก้นแบนขนาด 250 มิลลิลิตรเพื่อให้สารตกผลึก ทำซ้ำเช่นนี้จนสารละลายเบนซีนที่ละลายตะกอนสีเหลืองอ่อน (ประมาณ 4 ครั้ง)

นำตะกอนที่เหลือ มาละลายในอะซีโตน เช่นเดียวกับเบนซีน จากนั้นนำตะกอนมาละลายใน เอทานอด ปรากฏว่าสารที่ได้ออกมาเป็นสารชนิดเดียวกันกับเมื่อใช้เบนซีนละลายผลสุดท้ายจะเหลือกากสีน้ำตาลเข้มดำเล็กน้อย

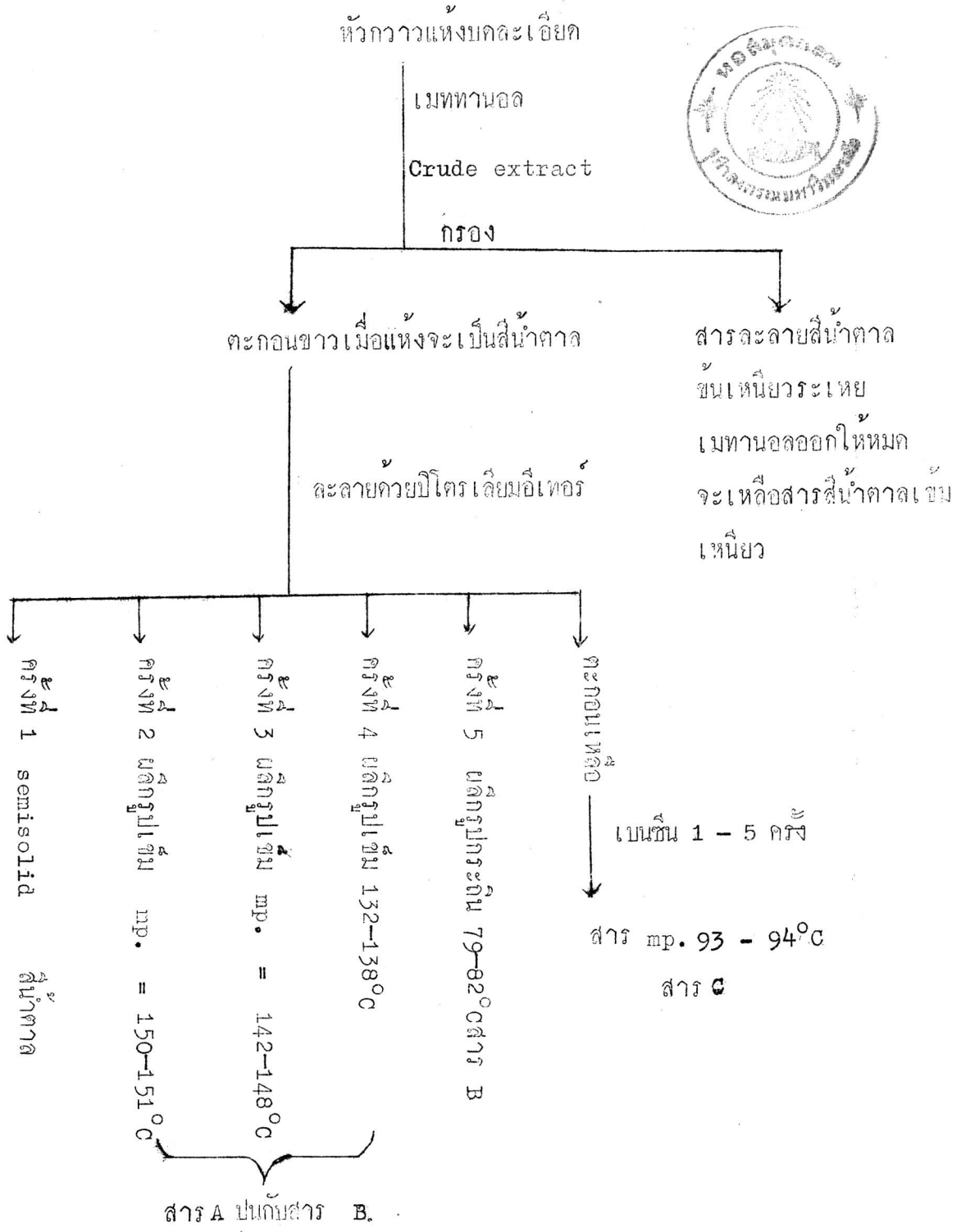
ตารางที่ 2

การแยกสารออกจากตะกอนขาวโดยวิธี fractional crystallisation

ชนิดของตัวทำละลาย	จำนวนครั้งของตัว ทำละลายครั้งละ 2 ลิตร	สารที่ได้และ mp.	น้ำหนักของสาร (กรัม)
ปีโตรเลียมอีเทอร์	1	Semisolid. สีน้ำตาล	31.00
ปีโตรเลียมอีเทอร์	2	ผลึกรูปเข็มสีขาวปน อยู่กับน้ำมันสีเหลืองเข้ม mp. 156 - 157°C	12
ปีโตรเลียมอีเทอร์	3	ผลึกรูปเข็มสีขาวปนกับ ผลึกรูปดอกกระดิ่งสี ขาว mp. = 142 - 148°C	8
ปีโตรเลียมอีเทอร์	4	ผลึกรูปดอกกระดิ่งปน กับผลึกรูปเข็มสีขาว เล็กน้อย mp. = 138-140°C	18
ปีโตรเลียมอีเทอร์	5	ผลึกรูปดอกกระดิ่งปนกับ Wax สีขาว mp. = 79 - 82°C	10
เบนซีน	1 - 5	สารสีขาวปนกับสารสี เหลืองอ่อนไม่เป็นผลึก mp. = 90 - 95°C	25

ตารางที่ 3

แผนภาพการสกัดและแยกสารออกจากหัวกวาว



2.4 การทำให้สารบริสุทธิ์ (Purification)

2.4.1 วิธีทำสาร mp. 150-157°C, mp. 142-148°C, mp. 138-140°C ให้บริสุทธิ์

นำสารที่มี mp. ต่างทั้ง 3 ชนิดข้างบนนี้รวมกันแล้วทำให้บริสุทธิ์เนื่องจาก
การทำ Thin layer chromatography โดยใช้คลอโรฟอร์มเป็น solvent
พบว่าสารทั้ง 3 ชนิดนี้ เป็นสารผสมชนิดเดียวกัน มี Rf เท่ากัน จึงนำมารวมกันแล้ว
ตกผลึกใหม่ในอีเทอร์เดี่ยวอีกครั้ง จะได้ผลึกรูปเข็มสีขาวเป็นเงา และมีผลึกรูปกิ่งสนติด
อยู่ข้าง ๆ ขวค กรองผลึกรูปเข็มมาตกผลึกใหม่ในอีเทอร์เดี่ยวอีกครั้ง ประมาณ 5 ครั้ง
จะได้ผลึกรูปเข็มขาวเป็นเงา mp=164-165° หนัก 7.1 กรัม (2.2 เปอร์เซ็นต์จาก
crude extract) กำหนดให้เป็นสาร A.

2.4.2 วิธีทำสาร mp. 79 - 82° ให้บริสุทธิ์

นำสาร mp. 79 - 82° C มาตกผลึกหลาย ๆ ครั้งในอีเทอร์เดี่ยวอีกครั้ง
(ประมาณ 4 ครั้ง) จะได้ผลึกรูปดอกกระดิ่ง mp. 82° หนัก 1.2 กรัม (0.37
เปอร์เซ็นต์จาก crude extract) กำหนดให้เป็นสาร B.

2.4.3 วิธีทำสาร mp 90.- 95° ให้บริสุทธิ์

นำสาร mp 90 - 95° C ตกผลึกหลาย ๆ ครั้งในอะซีโตน (3 ครั้ง) จะได้
ผลึกรูปกิ่งสน mp. 93 - 94° หนัก 10.2 กรัม (3.1 เปอร์เซ็นต์จาก crude
extract) กำหนดให้เป็นสาร C.

2.5 การตรวจลักษณะของสารประกอบที่แยกออกมาได้

(Identification of Compounds)

2.5.1 การตรวจลักษณะของสาร A. mp. 164 - 165°C

2.5.1.1 Physical Properties and Colour Reaction

ของสาร A.

ลักษณะของสาร A เป็นผลึกรูปเข็มสีขาวเป็นเงา มีจุดหลอมเหลว 164-165°C ปรากฏว่าละลายได้ดีในคลอโรฟอร์ม อีทิลแอลกอฮอล์ เบนซีน ไม่ละลายใน เมทานอล น้ำ ละลายในปิโตรเลียมอีเทอร์เมื่อร้อน ให้สีแดงแล้วเปลี่ยนเป็นม่วงกับ Liebermann - Burchard Reagent ฟอสฟอโรโบรมีนในคาร์บอนเตตระคลอไรด์หา Rf value (ตามวิธี 2.1.2) ได้ 0.73 เมื่อนำไปตรวจหาธาตุต่าง ๆ โดยวิธี Lassaigne sodium decomposition test¹⁵ ปรากฏว่าไม่พบ N,S และ Halogen ผลของการวิเคราะห์หาเปอร์เซ็นต์คาร์บอนและไฮโดรเจนมีดังนี้

$$C = 84.37 \%$$

$$H = 11.75 \%$$

Infra-red spectrum ของสาร A. (รูปที่ 1 หน้า 22) แสดง absorption peaks ดังตารางที่ 4 หน้า 15

2.5.1.2 การตรวจหา Functional group.

การตรวจหา Functional group ตาม standard method¹⁵ ปรากฏว่าสาร A ฟอสฟอโรโบรมีนในคาร์บอนเตตระคลอไรด์ ไม่ให้ HBr ก๊าซ ฟอสฟอรัส KMnO₄ ไม่ให้ตะกอน เหลืองกับ 2,4- dinitrophenylhydrazine และไม่ Reduce Tollen's และ Fehling solution ให้สีส้มและเปลี่ยนเป็นเหลืองกับสารละลาย FeCl₃ ในกรดน้ำส้มกับ H₂SO₄ conc. แสดงว่าเป็น unsaturated steroid

2.5.1.3 การสังเคราะห์อนุพันธ์ของสาร A

ก. Acetylation¹⁵

นำสาร A mp. 164-165°C 300 มิลลิกรัม ละลายใน Pyridine 5 มิลลิกรัม ในขวดก้นกลม 25 มิลลิกรัม เติม acetic anhydride 4 มิลลิกรัม เขย่าแล้ว refluxe 30 ช.ม. ทิ้งไว้เย็น ๆ เมื่อสารละลายเย็นลง เทลงในน้ำเย็นที่น้ำแข็งลอยอยู่

200 มิลลิลิตร คนให้ทั่ว กรองตะกอนขาวออก ล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่นที่เย็นจนหมดกลิ่น Pyridine และ acetic acid ทำตะกอนใหม่แห้ง จะได้ crude derivative ออกมา 356 มิลลิกรัม นำสารที่ได้ไปตกผลึกในเอทานอลหลาย ๆ ครั้ง จนจุดหลอมเหลวคงที่ ที่ $140 - 142^{\circ}\text{C}$ จะได้ สารหนัก 100 มิลลิกรัม

Infra-red spectrum ของ acetate ของสาร A ดังรูปที่ 2 (หน้า 22) และ Absorption peaks ของ Infra-red spectrum ของสาร A ดังตารางที่ 5 (หน้า 16) $\text{C} = 81.90\%$ $\text{H} = 11.02\%$

ข. Oxidation²³

นำสาร A หนัก 0.221 กรัม ละลายในอะซีโตนบริสุทธิ์ 50 มิลลิลิตร ผ่านภาชนะในโครเจน ลงไปเพื่อไล่ออกซิเจนออกให้หมด แล้วค่อย ๆ หยกสารละลายโครเมียมไตรออกไซด์ (โครเมียมไตรออกไซด์ 6.68 กรัม ละลายในกรดซัลฟูริกเข้มข้น 5.75 ลบ.ซม. แล้วเติมน้ำกลั่นจนครบ 25 ลบ.ซม.) ลงไป 0.8 มิลลิลิตร คนอยู่ตลอดเวลา 10-15 นาที นำสารละลายที่ได้เทลงใน น้ำเย็น 200 มิลลิลิตร จะได้ตะกอนขาวเกิดขึ้น กรองตะกอนขาวที่ได้ทำให้แห้ง แล้วตกผลึกใน เอทานอล จะได้ผลึกเป็นแผ่นสีขาวเงา $\text{mp. } 120-122^{\circ}\text{C}$ จำนวน 0.125 กรัม

IR. spectrum ของ oxidation ของสาร A อยู่รูปที่ 3 หน้า 23

IR. absorption peaks ของ oxidation ของสาร A ตารางที่ 6 หน้า 17

$\text{C} = 84.59\%$ $\text{H} = 11.48\%$

ค. Hydrogenation¹⁵

นำ PtO_2 0.013 กรัมใส่ในเมทานอลบริสุทธิ์ 25 มิลลิลิตร ผ่านภาชนะไฮโครเจนเจนอิม ตัว นำสาร A 0.212 กรัมใส่ลงไปพร้อมทั้งคนและผ่านภาชนะไฮโครเจนตลอดเวลา เมื่อปริมาณของภาชนะไฮโครเจนคงที่แล้ววัดปริมาณที่สาร A คุ้กไว้ได้ 35.1 มิลลิลิตร กรองเอา Pt ออก ส่วนสารละลายที่ได้ระเหยจนเหลือปริมาณ 15 มิลลิลิตร ตั้งทิ้งไว้จะได้ผลึกเป็นแผ่นสีขาว $\text{mp. } 140-141^{\circ}\text{C}$ จำนวน 0.165 กรัม

IR. spectrum ของ Hydrogenation ของสาร A รูปที่ 4 หน้า 23

IR. absorption peaks ของ Hydrogenation ของสาร A ตารางที่ 7 หน้า 18

$\text{C} = 83.65\%$ $\text{H} = 12.45\%$



2.5.2 การตรวจลักษณะของสาร B mp. 82°C

2.5.2.1 Physical properties and colour reactionของสาร B

ผลึกของสาร B เป็นรูปปกอกกระดิ่งสีขาว มีจุดหลอมเหลว 82°C ละลายได้ดีในคลอโรฟอร์ม เบนซีน บีโทโรล เอมีน เอเทอร์ เมอร์คอปไทด์ ไมละลายในน้ำ เมทานอล อะซีโตน ทดลองทำ Liebermann Burchard reaction ไม่เปลี่ยนสี เมื่อนำไปตรวจ Lassaigne's test¹⁵ ปรากฏว่าไม่มีธาตุอื่นเลย นอกจากคาร์บอนและไฮโดรเจนและออกซิเจน ผลของการวิเคราะห์หาเปอร์เซ็นต์ของคาร์บอนและไฮโดรเจนมีดังนี้

$$\text{C} = 78.63 \% \quad \text{H} = 13.01 \%$$

Infra-red spectrum ของสาร B (รูปที่ 5 หน้า 24) แสดง absorption peak ดังตารางที่ 8 (หน้า 19)

2.5.2.2 การตรวจหา Functional group

การหา Functional group ตาม Standard methods¹⁵ ปรากฏว่า สาร B ไม่พอกสีโบรมีนในคาร์บอนเตตระคลอไรด์ ไม่พอกสีสารละลาย KMnO_4 ไม่เปลี่ยนสี สารละลาย FeCl_3 ไม่ให้ตะกอนเหลืองกับ 2,4 dinitrophenylhydrazine ไม่ reduce Tollen's และ Fehling solution ทำปฏิกิริยากับ Na metal จะให้ gas H_2

2.5.3.1 Physical properties and colour reactionของสาร C

ผลึกของสาร C รูปกึ่งสนสีขาว จุดหลอมเหลว $93-94^{\circ}\text{C}$ ละลายได้ดีในคลอโรฟอร์ม เบนซีน ละลายได้บ้างในอะซีโตน ละลายในบีโทโรล เอมีน เอเทอร์ เมอร์คอปไทด์ ไมละลายในเมทานอลและน้ำ ไม่เปลี่ยนสี Liebermann Burchard reaction มี $R_f = 0.897$ เมื่อนำไปตรวจหาธาตุ โดยวิธี Lassaigne's test¹⁵ ปรากฏว่าไม่มีธาตุอื่นเลยนอกจากคาร์บอนและไฮโดรเจน ผลของการวิเคราะห์หาเปอร์เซ็นต์ของคาร์บอนและไฮโดรเจน มีดังนี้

Infra-red spectrum ของสาร C (รูปที่ 7 หน้า 25) absorption peak ของสาร C (ตารางที่ 9 หน้า 20) ปรากฏว่าสาร C เป็น glyceride ซึ่งเป็น ester ของ glycerol กับ fatty acid

2.5.3.2 การตรวจหา Functional group ของสาร C การตรวจหา

Functional group ตาม standard method¹⁵ ปรากฏว่าสาร C นี้ ให้แก๊ส H₂ กับ Na metal ไม่พอกสีโบรมีนในคาร์บอนเตตระคลอไรด์ ไม่พอกสีสารละลาย KMnO₂ ไม่เปลี่ยนสีสารละลาย FeCl₃ ไม่ให้ตะกอนเหลืองกับ 2,4 - dinitrophenylhydrazine ไม่ reduce Fehling และ Tollen's reagent

2.5.3.3 การสังเคราะห์อนุพันธ์ของสาร C

ก. acetylation นำสาร C จุดหลอมเหลว 93-94°C มาหนัก 328 มิลลิกรัม ละลายใน Pyridine 5 มิลลิลิตร ในขวดกลมขนาด 25 มิลลิลิตร เติม Acetic anhydride 4 มิลลิลิตร เขย่า reflux ไฟอ่อน ๆ พอเดือด 30 ชม. ดำเนินตามวิธี 2.5.1.3 ได้ crude acetyl derivative ออกมา 352 มิลลิกรัม นำมาตกผลึกหลาย ๆ ครั้งใน เอทานอล จะได้ผลึก amorphous สีขาว mp. = 64°C หนัก 150 มิลลิกรัม

Infra-red spectrum ของ acetate ของสาร A ดังรูปที่ 7 (หน้า 25) และ Absorption peak ของ Infra-red spectrum ของ acetate ของสาร C ดังตารางที่ 10 (หน้า 21)

มีเปอร์เซ็นต์ C = 71.60 % H = 11.04 %

ข. saponification¹⁵

นำสาร C มาหนัก 0.220 กรัม ละลายในเอทานอลที่บริสุทธิ์ 25 มิลลิลิตร แล้วเติม สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ เข้มข้น 20 % 5 มิลลิลิตร reflux 1-2 ชม. ปรากฏว่าจะได้ ตะกอนขาวของเกลือ โซเดียมของกรด fatty acid และ glycerol ออกมา นำสารที่ได้ ทั้งหมดมาสกัดด้วยอีเทอร์บริสุทธิ์ ใน separating funnel ใช้อีเทอร์ครั้งละ 25 มิลลิลิตร สกัดเอา glycerol ออกมา 3 ครั้ง นำส่วนที่เป็นอีเทอร์มาระเหยอ้ออีเทอร์ออกให้หมด จะเหลือ ของเหลวชั้นใส คือ glycerol ดังนั้นสาร C จึงเป็น glyceride แน่

ตารางที่ 4

IR. absorption peaks ของสาร mp. 164 - 165° C

Frequency (cm^{-1})	Band Type	Assignments
3400	very broad	stretching vibration of polymeric OH
2950, 2835	sharp	CH stretching vibration of $-\text{CH}_2-$
1630	broad	C=CH stretching vibration
1463	broad weak	$-\text{CH}_2-$ bending vibration
1375	broad	C- CH_3 bending vibration (symmetrical)
1050, 1020	sharp	C-O stretching vibration of $3\beta\text{-OH}$
940-970	broad	CH out of plane bending vibration of trans $\text{R-CH} = \text{CH-R}$
830, 795	one pair of bands (weak)	CH out of plane bending vibration of $\text{R}_2\text{-C} = \text{CH-R}$

002368

i 17016745

ตารางที่ 5

IR. absorption peaks ของ acetate ของสาร A mp.=140-142°C

Frequency (cm^{-1})	Band Type	Assignments
2720, 3020, 2500	sharp	CH stretching vibration of -CH ₃ and -CH ₂ -
1725	very sharp	C=O stretching vibration of Ketone
1430-1460	broad	CH bending vibration of -CH ₂ - and -CH ₃
1365	broad	C-CH ₃ bending vibration (symmetrical)
1240, 1255	very sharp	C=O asymmetric stretching of acetate =C-O-C (so called acetate band)
1130	broad (weak)	C-O symmetric stretching of acetate = C-O-C
1000-1070	broad	C-O stretching vibration of secondary secondary alcohol
955, 970	sharp	CH out of trans R-CH = CH-R
900, 880, 830 795	broad (weak)	CH out of plane bending vibration of R ₂ -C = CH-R

ตารางที่ 6

IR. absorption peaks ของ oxidation ของสาร A

Frequency (cm^{-1})	Band Type	Assignments
2975, 2730	sharp	-CH ₂ - stretching vibration
1700	very sharp	C = O stretching vibration of ketone
1450	broad	C-CH ₃ bending vibration (asymmetrical)
1375	broad	C-CH ₃ bending vibration (symmetrical)
970	broad	CH out of plane bending vibration of R-CH = CH-R

ตารางที่ 7

IR. absorption peaks ของ Hydrogenation ของสาร A

Frequency (cm^{-1})	Band Type	Assignments
3500	very broad	-OH stretching vibration
2920, 2860	sharp	-CH ₂ -stretching vibration
450	broad	C-CH ₃ bending vibration (asymmetrical)
1375	broad	C-CH ₃ bending vibration (symmetrical)
1040	very sharp	C-OH stretching vibration of 3 ^o -OH.

ตารางที่ 8

IR. absorption peaks ของสาร B mp. 82°c

Frequency (cm^{-1})	Band Type	Assignments
2900, 2820	sharp	CH stretching vibration of -CH ₃ and -CH ₂ -
1740-1600	broad	C=O stretching vibration of ketone
1455	sharp	C-CH ₃ bending vibration (asymmetrical)
715, 735	broad (weak)	rocking modes of CH ₂ or (CH ₂) _n

ตารางที่ ๑

I.R. absorption peaks ของสาร C m.p. 93-94°C

Frequency (cm^{-1})	Band Type	Assignments
3590-3095	very broad	stretching vibration of polymeric OH
2905, 2820	very sharp	CH stretching vibration of $-\text{CH}_2-$
1730	very sharp	stretching vibration of normal saturated ester.
1415, 1470	very sharp	C- CH_3 bending vibration (asymmetrical)
1390	broad (weak)	C- CH_3 bending vibration (symmetrical)
1230, 1215, 1200	sharp	C-O asymmetric stretching of acetate = C-O-C (so-called acetate band)
1180, 1190, 1100	very sharp	C-O symmetric stretching of secondary alcohol
1060, 1045	sharp	
940, 990	sharp	CH-out of plane bending vibration of R-CH = CH-R
730, 720	very sharp	Rocking modes of CH_2 or $(\text{CH}_2)_n$

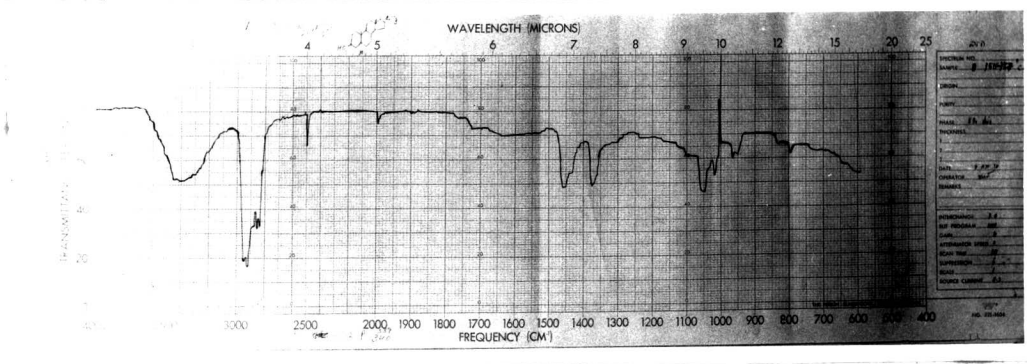
ตารางที่ 10

IR. absorption peaks ของ Acetate ของสาร C mp. 64°C

Frequency (cm^{-1})	Band type	Assignments
2905, 2820	very sharp	CH stretching vibration of -CH ₃ and -CH ₂ -
1725-1750	very broad	stretching vibration of normal saturated ester
1470, 1460	sharp	CH bending vibration of -CH ₂ - and -CH ₃
1370	broad	C-CH ₃ bending vibration (Symmetrical)
1320-1190,	very broad	C-O asymmetric stretching of acetate = C-O-C (so-called acetate band)
1170	broad	C-O-C stretching of ester
1040	broad (weak)	C-O symmetric stretching of acetate = C-O-C
950	broad (weak)	CH out of plane bending vibration of turns R-CH = CH-R

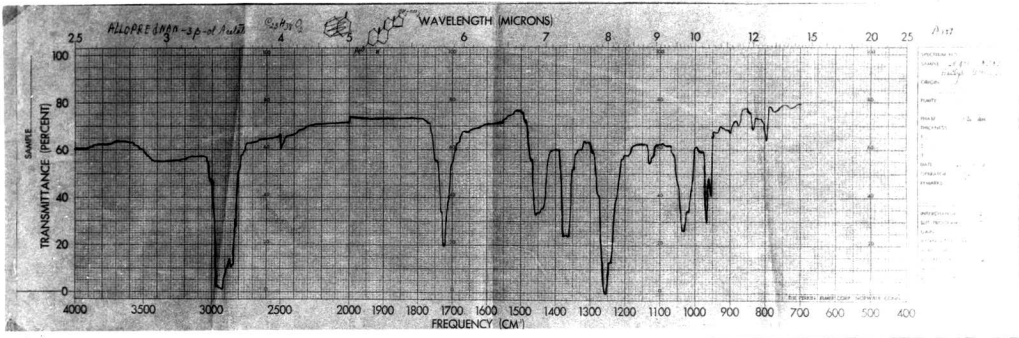
รูปที่ 1

IR. spectrum ของสาร A.



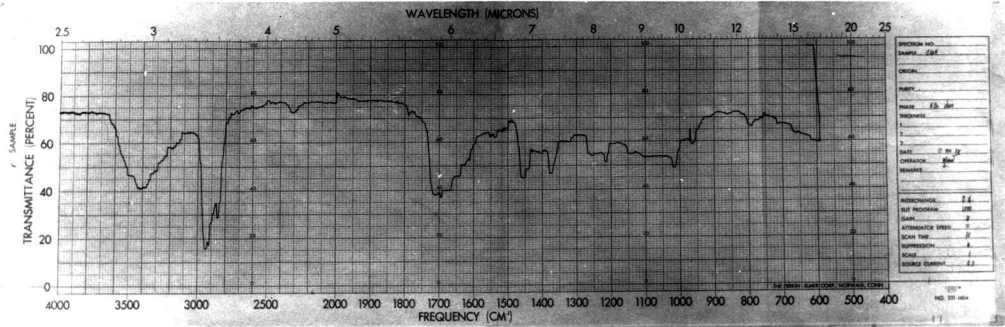
รูปที่ 2

IR. spectrum ของ Acetate ของสาร A.



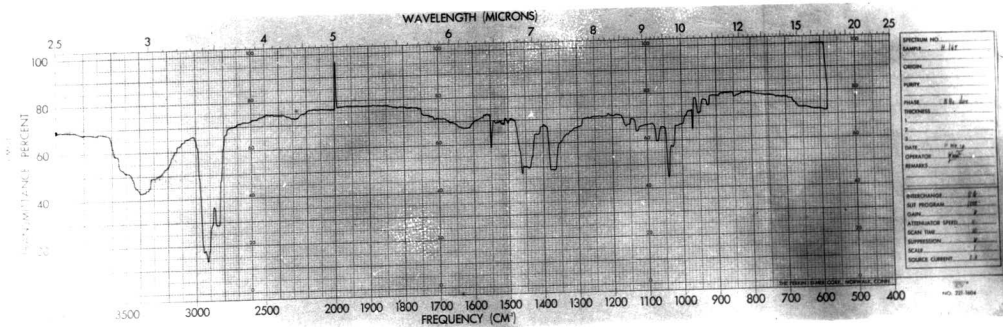
รูปที่ 3

IR. spectrum ของ Oxidation ของสาร A.



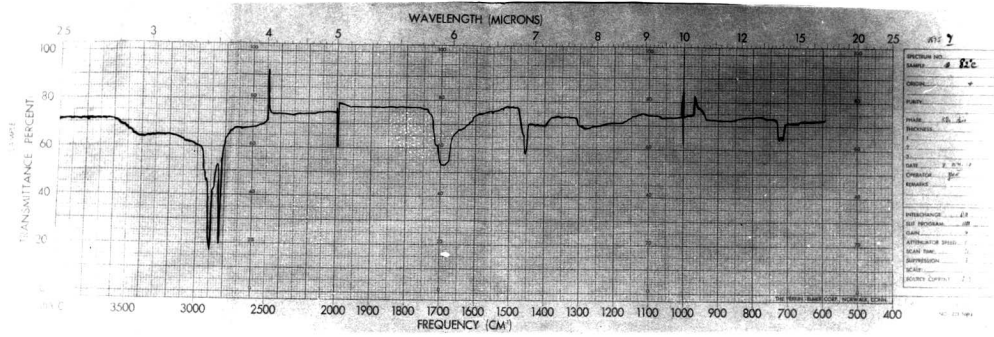
รูปที่ 4

IR. spectrum ของ hydrogenation ของสาร A.



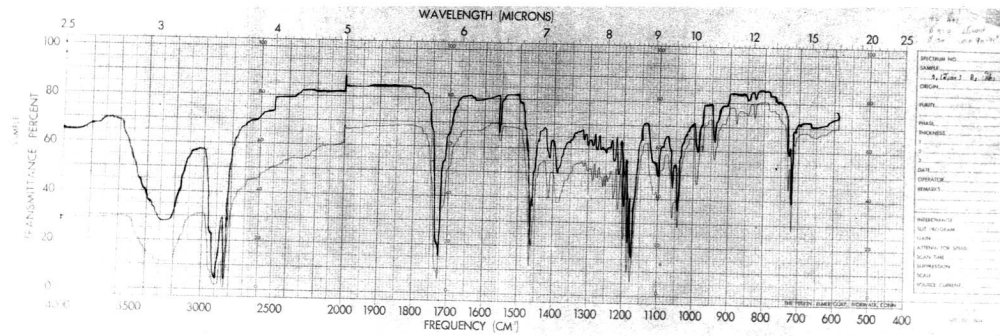
รูปที่ 5

IR. spectrum ของสาร B.



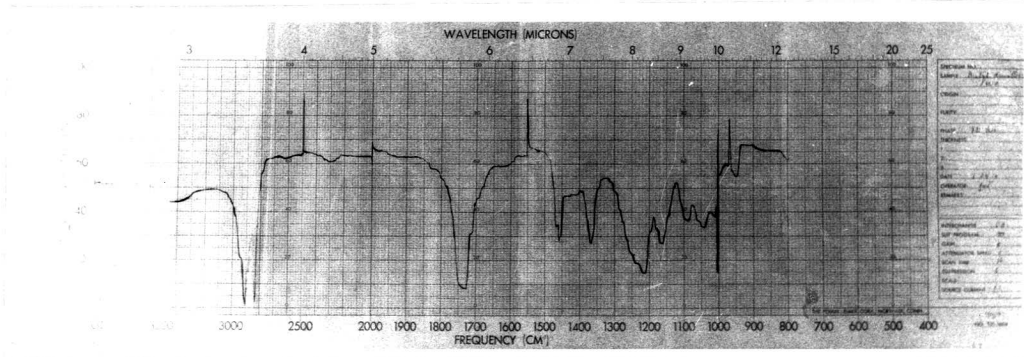
รูปที่ 6

IR. spectrum ของสาร C.



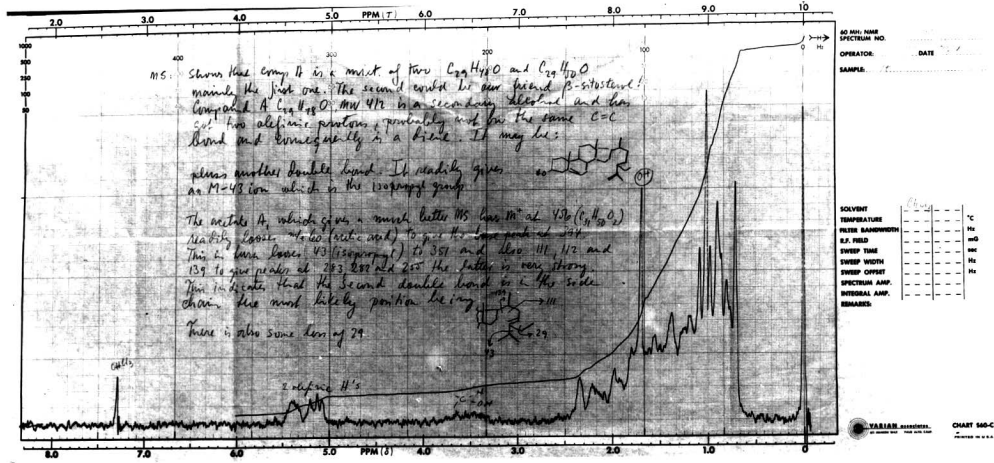
รูปที่ 7

IR. spectrum ของ acetate ของสาร C.



รูปที่ 8

N.M.R. Spectrum ของสาร A



รูปที่ 9

N.M.R. Spectrum ของสาร C

