บทที่ 3

สรุปและวิจารณ์ผลการทดลอง

จากต้นพญามือเหล็กแยกสารที่เป็น alkaloids ได้ 1 ชนิด กำหนดให้เป็นสาร A ส่วนที่ไม่เป็น alkaloids แยกสารได้ 1 ชนิด กำหนดให้เป็นสาร B สาร A เป็นผลึกรูปเข็มสีขาว m.p. 176 - 8° แยกออกจาก column (silica gel) โดย solvent trichloromethane : methanol (19 : 1 โดยปริมาตร) ตกผลึกใน hexane กับ trichloromethane สาร A ละลายได้ดีใน trichloromethane, methanol, ethanol, ethyl acetate, hydrochloric acid, 2 - propanone ละลายได้เล็กน้อยใน hexane และ diethyl ether สาร B เป็นผลึกรูปเข็มสีขาว m.p. 138 - 139 แยกออกจาก column (silica gel) โดย solvent hexane : trichloromethane (1:1 โดยปริมาตร) แล้วตกผลึกใน methanol สารนี้ละลายได้ดีใน benzene, trichloromethane, diethyl ether, 2-propanone, methanol และ ethanol

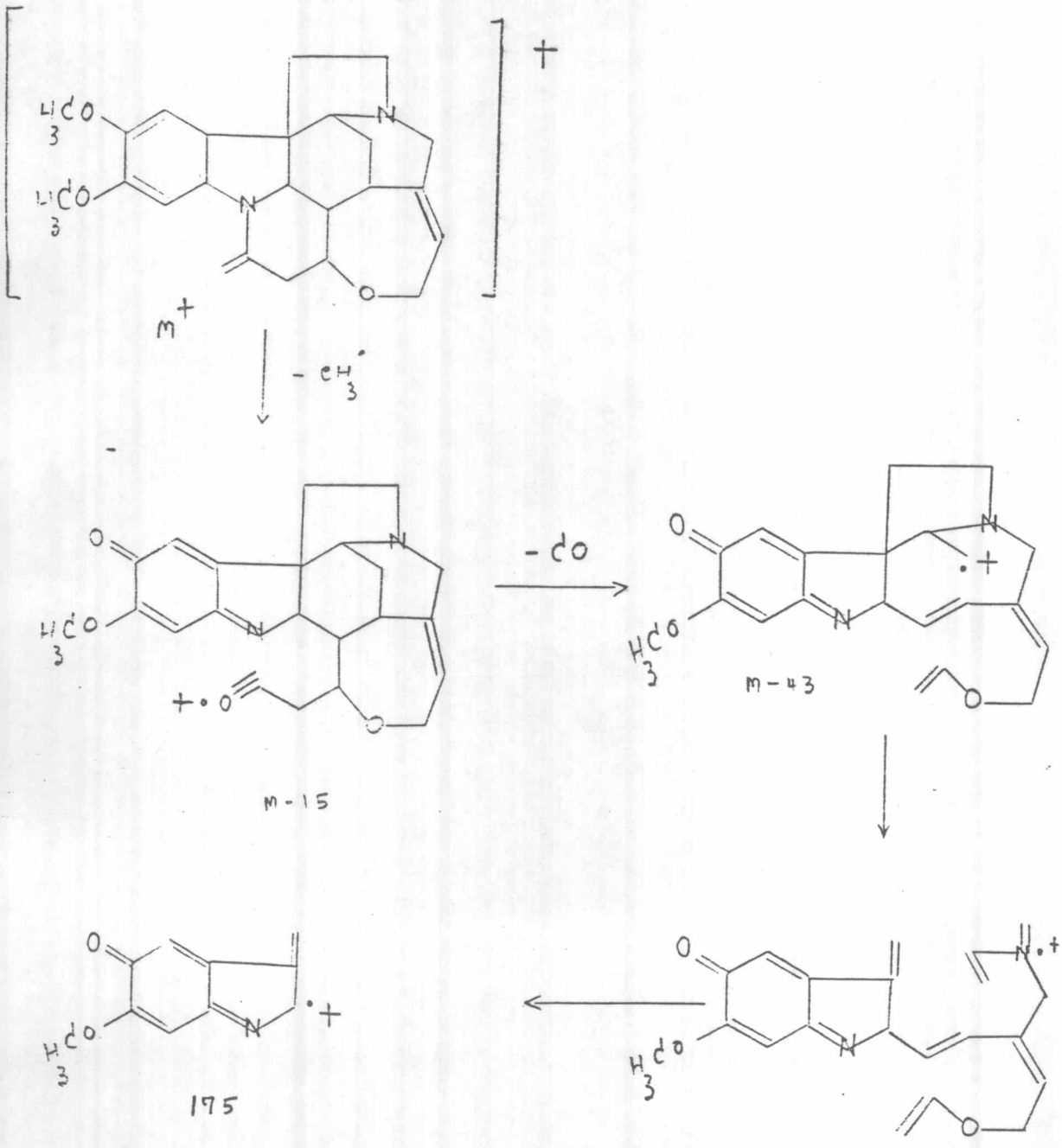
สาร A m.p. 176 - 8° จากการวิเคราะห์มี C = 70.39 % H = 6.54 % N = 7.30 % mol. wt. 394 (mass spectrum) ซึ่งตรงกับสูตร $C_{23}H_{26}N_2O_4$ คำนวณจากสูตรได้ C = 70.05 % H = 6.60 % N = 7.11 % ให้ spectral data ดังต่อไปนี้ uv spectrum (รูปที่ 1 หน้า 9) ของสารนี้ให้ λ_{max}^{MeOH} 261.25 nm (ε 13984.3,) λ_{max}^{MeOH} 301 nm (ε 9921.8) แสดงว่าในโมเลกุลของสารมี conjugated double bond ของพวก aromatic system IR. spectrum[9] (รูปที่ 2 หน้า 10) ให้ characteristic peaks (ν_{max}^{KBr}, cm^{-1}) ที่บ่งว่ามี C - H stretching vibration ของ aromatic (3010), C - H stretching vibration ของ CH_3, CH_2 (2860 - 2800), C - O stretching vibration ของ amide (1655), C - N stretching vibration ของ amide (1400), C = C ของ olefinic (1640), C - O - C aryl - O - alkyl (1280, 1040) C - O - C aliphatic ehter (1125, 1010)

^{1}H NMR ให้ peaks ที่ δ 7.34 และ 6.7 singlet คือ peaks H ของ benzene 2 ตัว ซึ่งแสดงให้เห็นว่า benzene นี้เป็น tetrasubstituted benzene ซึ่ง J - coupling[10] ของ H 2 ค่านี้เข้าใกล้ 0 แสดงว่า 2 H นี้อยู่ในตำแหน่ง para ( ) peak ที่ δ 5.9 (broad) คือ H ของ olefinic peaks ที่ 3.9 และ 3.85 singlet คือ O - CH_3 2 groups ที่ติดกับ benzene

ดังนั้นจากข้อมูลทาง IR, UV, ^{1}H NMR, mixed m.p , T.L.C และจากการวิเคราะห์ธาตุ สรุปได้ว่าสาร A คือ brucine ซึ่งมีสูตรเป็น $C_{23}H_{26}N_2O_4$ และยังมีข้อมูลจากการเตรียม derivative ยืนยันอีก เช่น methylate สาร A ด้วย methyl iodide และจาก ^{1}H MMR ของ derivative มี peak ที่เพิ่มมาจากสาร A 1 peak คือ peak ที่ δ 3.35 singlet มี integration เป็น 3 คือ peak ของ CH_3 ที่เข้าไป methylate นั่นเอง ข้อมูลทาง mass spectrum[11] ก็สนับสนุนว่าสาร A คือ brucine โดยแสดงถึง การแตกเป็น ion มี m/e เป็น 42, 55, 107, 175, 229, 337, 351, 379 และ 394 (M^+) M^+ peaks ที่สำคัญได้แก่ 394, 379 (M - 15), 351(M - 43), 337 (M - 57) และ 229 (M - 165) ซึ่งเกิดจากโมเลกุลของสารแตกออกเป็น ion ต่าง ๆ ตาม scheme I และ II

ส่วนสาร B จากข้อมูลทาง IR, ^{1}H NMR , mixed m.p, T.L.C และการเตรียม derivative สรุปได้แน่นอนว่าสาร B คือ β - sitosterol

Scheme 1



Scheme 2