

### บทที่ 3

#### วิจารณ์และสรุปผลการทดลอง

##### 3.1 การสกัด

รากพืชชนิดที่นำมาทำวิจัยนี้ ได้จากอำเภอพนมสารคาม จังหวัดฉะเชิงเทรา  
 ในลักษณะตากแห้งแล้วหนัก 3.5 กิโลกรัม ก่อนนำมาสกัดได้บดเป็นผงละเอียดด้วยเครื่องปั่นแล้ว  
 นำมาแช่ในตัวทำละลาย 95 % เอทานอล ปริมาตร 8 ลิตร เป็นเวลา 48 ชั่วโมง จากนั้น  
 กรองแยกกากออก นำส่วนของสารละลาย 95 % เอทานอล ไปกลั่นระเหยตัวทำละลายออก  
 ด้วยเครื่องสุญญากาศแบบหมุน จะได้สิ่งสกัดมีลักษณะชิ้นหนืดหนัก 258 กรัม นำสิ่งสกัดที่ได้มา  
 ละลายในคลอโรฟอร์ม โดยกวนบนอ่างน้ำร้อนอุณหภูมิ 90 °C ำให้สิ่งสกัดละลายออกมามากที่สุด  
 นำไปกรอง แล้วระเหยตัวทำละลายออกบางส่วน

จากนั้นนำมาสกัดด้วยน้ำปริมาตร 200 มิลลิลิตร 2 ครั้ง หรือสกัดจนชั้นน้ำใสแล้ว  
 นำส่วนของคลอโรฟอร์มไปกลั่นระเหยตัวทำละลายออกให้แห้ง จะได้สารชิ้นหนืดสีน้ำตาลหนัก 223  
 กรัม นำไปละลายใน 80 % เมทานอลปริมาตร 1 ลิตร โดยกวนบนอ่างน้ำเดือดเมื่อละลาย  
 เป็นเนื้อเดียวแล้ว นำไปสกัดด้วยเฮกเซนปริมาตร 200 มิลลิลิตรจำนวน 2 ครั้ง หรือสกัด  
 จนสารละลายเฮกเซนใส

นำส่วนของสารละลาย 80 % เมทานอล ไปกลั่นระเหยตัวทำละลายออกด้วยเครื่อง  
 สุญญากาศแบบหมุนจนแห้ง จะได้สิ่งสกัดชิ้นหนืดสีน้ำตาลเข้มหนัก 212 กรัม

นำสิ่งสกัดใน 80 % เมทานอล มาทำการแยกสารออกโดยใช้ คิวคอลลัมน์โครมาโท  
 กราฟี และชะคอลลัมน์ด้วยตัวทำละลายที่เหมาะสม ในอัตราส่วนต่าง ๆ คือ เฮกเซน,  
 คลอโรฟอร์ม, คลอโรฟอร์ม : เมทานอล และเมทานอล แล้วเก็บสารที่ชะออกมาลำดับส่วนละ  
 เท่า ๆ กัน นำมาตรวจสอบด้วยทินเนอร์โครมาโทกราฟี รวมส่วนของสารที่เหมือนกันเข้าด้วยกัน  
 สำหรับสารที่เป็นของแข็งจะตกผลึกออกมา ทำให้บริสุทธิ์ด้วยการตกผลึกซ้ำ ๆ หลายครั้งด้วยตัว  
 ทำละลายที่เหมาะสม นำสารที่แยกได้ไปวิเคราะห์หาสูตรโครงสร้างดังต่อไปนี้

### 3.2 การวิเคราะห์สูตรโครงสร้างของสารที่แยกได้

#### 3.2.1 การวิเคราะห์สูตรโครงสร้างของสาร 1

สาร 1 เป็นของแข็งอัสฐานสีเหลืองใส เพราะ จุดหลอมเหลว 59-60 °C ได้จากสิ่งสกัดใน คลอโรฟอร์ม และคลอโรฟอร์ม : เมทานอล 99:1 (โดยปริมาตร) ทำให้บริสุทธิ์ด้วยการผ่านคอลัมน์โครมาโทกราฟีหลาย ๆ ครั้ง แล้วทดสอบด้วย TLC จนบริสุทธิ์แล้ว

จากข้อมูลทางเคมี ภายนอก และทางสเปกโทรสโกปี ทำให้ทราบว่าสาร 1 คือ 8-Lavandulyl-7-methoxy-5,2',6'-trihydroxyflavanone มีสูตรโครงสร้างสอดคล้องกับข้อมูลต่าง ๆ ดังนี้

จุดหลอมเหลว 59-60 °C

R<sub>f</sub> 0.75 (คลอโรฟอร์ม : แอซีโตน 9 : 1 โดยปริมาตร)

น้ำหนักโมเลกุล 438

สูตรโมเลกุล C<sub>26</sub> H<sub>30</sub> O<sub>6</sub>

อินฟราเรดสเปกตรัม (KBr) ของสาร 1 (รูปที่ 2) แสดงในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 อินฟราเรดสเปกตรัมของสาร 1

แถบการดูดกลืน (cm <sup>-1</sup> )	ความเข้ม	แสดงลักษณะ
3500	สูง	O-H การสั่นแบบยืดของแอลกอฮอล์
2950, 2900	ปานกลาง	C-H การสั่นแบบยืดของ -CH <sub>3</sub>
1650	สูง	C=O การสั่นแบบยืดของหมู่คาร์บอนิล
1600, 1500	สูง	C=C การสั่นแบบยืดของแอโรแมติก
1450	ปานกลาง	C-H การสั่นแบบงอของหมู่ -CH <sub>2</sub>
1375	ปานกลาง	C-H การสั่นแบบงอของหมู่ -CH <sub>3</sub>
1300	ปานกลาง	C-O การสั่นแบบยืดที่ไม่สมมาตรของ =C-O-C
1170	ปานกลาง	C-O การสั่นแบบยืดที่สมมาตรของ =C-O-C
1100	ปานกลาง	C-O การสั่นแบบงอ
800, 750	ต่ำ	C-H การสั่นออกนอกระนาบของแอโรแมติก



โปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปคตรัม ( $\text{CDCl}_3$ ) ของสาร 1 (รูปที่ 3) แสดงใน

ตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 โปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปคตรัมของสาร 1

ตำแหน่งโปรตอน	เคมีคอลชิฟต์ $\delta$ (ppm)
C ( 5 )-OH	12.20 (s, 1H)
C ( 2',6' )-OH	7.32 (s, 2H)
C ( 4' )-H	7.03 (t, 1H)
C ( 3',5' )-H	6.48 (d, 2H)
C ( 6 )-H	6.14 (s, 1H)
C ( 2 )-H	6.01 (d, 1H)
C ( 4'' )-H	5.00 (t, 1H)
C ( 9'' )-H	4.63 (t, 2H)
C ( 11 )-H	3.38 (s, 3H)
C ( 3E )-H	3.20 (m, 1H)
C ( 3Z )-H	2.87 (d, 1H)
C ( 1'' )-H	2.58 (s, 2H)
C ( 2'' )-H	2.26 (m, 1H)
C ( 3'' )-H	2.03 (s, 2H)
C ( 10'' )-H	1.63 (s, 3H)
C ( 7'' )-H	1.59 (s, 3H)
C ( 6'' )-H	1.50 (s, 3H)

คาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปคตรัม ( $\text{CDCl}_3$ ) ของสาร 1 (รูปที่ 4) ปรากฏสัญญาณของคาร์บอนที่ตำแหน่งต่าง ๆ ดังแสดงในตารางที่ 3.3

ตำแหน่งของคาร์บอน	เคมีคอลชิฟท์ $\delta$ (ppm)
C ( 4 )	197.76
C ( 7 )	166.38
C ( 5 )	162.95
C ( 9 )	158.18
C ( 2',6' )	154.79
C ( 8'' )	147.92
C ( 5'' )	131.99
C ( 4' )	130.01
C 4'' )	122.89
C ( 1' )	110.95
C ( 9'' )	110.32
C ( 8 )	109.58
C ( 3',5' )	108.59
C ( 10 )	102.92
C ( 6 )	93.42
C ( 2 )	75.65
C ( 11 )	55.81
C ( 2'' )	47.51
C ( 3 )	40.93
C ( 3'' )	31.43
C ( 1'' )	26.66
C ( 6'' )	25.56
C ( 10'' )	17.86
C ( 7'' )	17.67

จากข้อมูลในตารางที่ 3.3 โปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมของสาร 1 สัญญาณที่  $\delta$  12.20 ppm (s, 1H) เป็นสัญญาณแบบ singlet ของไฮดรอกซิลโปรตอน (-OH) ในตำแหน่ง C(5) ที่ต่ออยู่กับวงแอโรแมติกหลักของสารประกอบพวก flavanone สัญญาณของไฮดรอกซิลโปรตอนนี้ถูกชิฟท์ไปไกล เพราะโปรตอนในตำแหน่งนี้เกิดพันธะไฮโดรเจนกับออกซิเจน ในหมู่คาร์บอนิลที่ตำแหน่ง C(4) ซึ่งอยู่ใกล้เคียงกัน สัญญาณที่ 7.32 ppm (s, 2H) เป็นสัญญาณของไฮดรอกซิลโปรตอน (-OH) ทั้งสองซึ่งเกาะกับคาร์บอนในตำแหน่ง ortho ของ C(2', 6') ที่ equivalent กัน ทำให้มีสัญญาณเป็นแบบ singlet สัญญาณที่ 7.03 (t, 1H) และ 6.48 ppm (d, 2H) เป็นของโปรตอนที่เกาะกับวงแอโรแมติก ที่ตำแหน่ง C(4') และ C(3', 5') สัญญาณของโปรตอนใน C(4') จะชิฟท์ไปไกลกว่าเล็กน้อยเนื่องจากเป็นโปรตอนที่ตำแหน่ง para และ split เป็น triplet เพราะเกิด coupling กับโปรตอนทั้งสองที่ตำแหน่ง meta ส่วนโปรตอนที่ตำแหน่ง C(3', 5') จะมีค่าเคมีคอลชิฟท์เดียวกัน เพราะเป็นโปรตอนที่ equivalent กันในตำแหน่ง meta และ split เป็น doublet เพราะ coupling กับโปรตอนเพียงตัวเดียวที่ตำแหน่ง C(4') สัญญาณที่ 6.01 ppm (d, 1H) เป็นสัญญาณของโปรตอนที่ C(2) ซึ่งมีโปรตอนเพียงตัวเดียว แสดงว่าคาร์บอนในตำแหน่งนี้ จะต้องเกิดพันธะกับวงแอโรแมติกที่เป็นสาขามีการ split เป็น doublet เพราะ coupling กับโปรตอนในตำแหน่ง C(3Z) หรือ C(3E) เพียงตัวเดียว สัญญาณที่ 6.14 (s, 1H) ppm เป็นสัญญาณของโปรตอนที่เกาะอยู่กับคาร์บอนซึ่งเกิดพันธะกับคาร์บอนที่เกาะกับหมู่ไฮดรอกซีทั้งสองตำแหน่ง อิทธิพลของหมู่ไฮดรอกซีนีจึงทำให้โปรตอนที่ตำแหน่ง C(6) ชิฟท์ไปไกลกว่าโปรตอนในตำแหน่งอื่น และมีสัญญาณเป็นแบบ singlet สัญญาณที่ 3.38 ppm (s, 3H) มีสัญญาณเป็น singlet และมีความเข้มสูงเพราะเป็นโปรตอนของหมู่เมทอกซีของ C(11) ที่เกิดพันธะกับ C(7) ในวงแอโรแมติก เพราะในสเปกตรัมของสารประกอบนี้ ไม่ปรากฏสัญญาณของโปรตอนในตำแหน่ง C(7) แสดงว่าหมู่แทนที่ในตำแหน่งนี้คือ (-OCH<sub>3</sub>) สัญญาณที่ 5.00 (d, 1H) และ 4.63 ppm (t, 2H) เป็นสัญญาณของโปรตอนของคาร์บอนในตำแหน่ง C(4''), C(9'') ที่เป็นพันธะคู่ (=CH<sub>2</sub>) สัญญาณที่ 2.58 (s, 2H) และ 2.03 ppm (s, 2H) เป็นสัญญาณของโปรตอนในหมู่ (-CH<sub>2</sub>-) สัญญาณที่ 1.63 (s, 3H), 1.59 (s, 3H) และ 1.50 (s, 3H) ppm เป็นสัญญาณของโปรตอนในหมู่เมทิล (-CH<sub>3</sub>)

จากข้อมูลในตารางที่ 3.4 คาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม สัญญาณที่  $\delta$  197.76 ppm เป็นสัญญาณของคาร์บอนของหมู่คาร์บอนิล สัญญาณที่ 166.38 ppm เป็นสัญญาณของคาร์บอนที่เกาะกับหมู่เมทอกซี ( $-\text{OCH}_3$ ) ส่วนสัญญาณที่ 162.95 ppm เป็นสัญญาณของคาร์บอนที่เกาะกับหมู่ไฮดรอกซี สัญญาณที่ 154.79 และ 130.01 ppm เป็นสัญญาณของโปรตอนในวงแอโรแมติก สัญญาณที่ 147.92, 131.99, และ 122.89 ppm เป็นสัญญาณของโปรตอนในวงแอโรแมติก สัญญาณที่ 47.51, 40.93, 26.66 และ 31.43 ppm เป็นสัญญาณของคาร์บอนในหมู่เมทิลีน ( $-\text{CH}_2-$ ) ส่วนสัญญาณที่ 25.56, 17.86 และ 17.67 เป็นสัญญาณของคาร์บอนในหมู่เมทิล ( $-\text{CH}_3$ )

จากข้อมูล DEPT 135 ซึ่งบอกถึงคาร์บอนประเภท  $-\text{CH}_3$  (Primary carbon),  $-\text{CH}_2$  (Secondary carbon),  $-\text{CH}$  (Tertiary carbon) และ DEPT 90 ซึ่งบอกถึงคาร์บอนประเภท Primary carbon และ Tertiary carbon ปรากฏสัญญาณของคาร์บอนที่ตำแหน่งต่าง ๆ ดังนี้

Primary carbon ; C(6''), C(7''), C(10''), C(11)

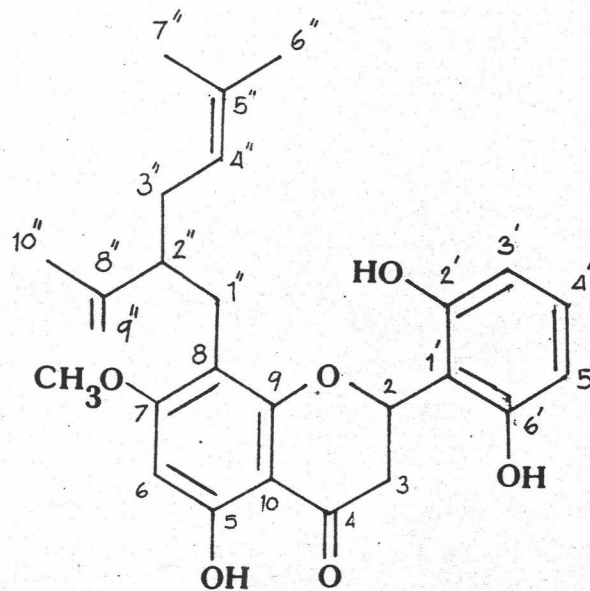
Secondary carbon ; C(3), C(1''), C(3''), C(9'')

Tertiary carbon ; C(2), C(6), C(4'), C(3', 5'),

C(2''), C(4'')

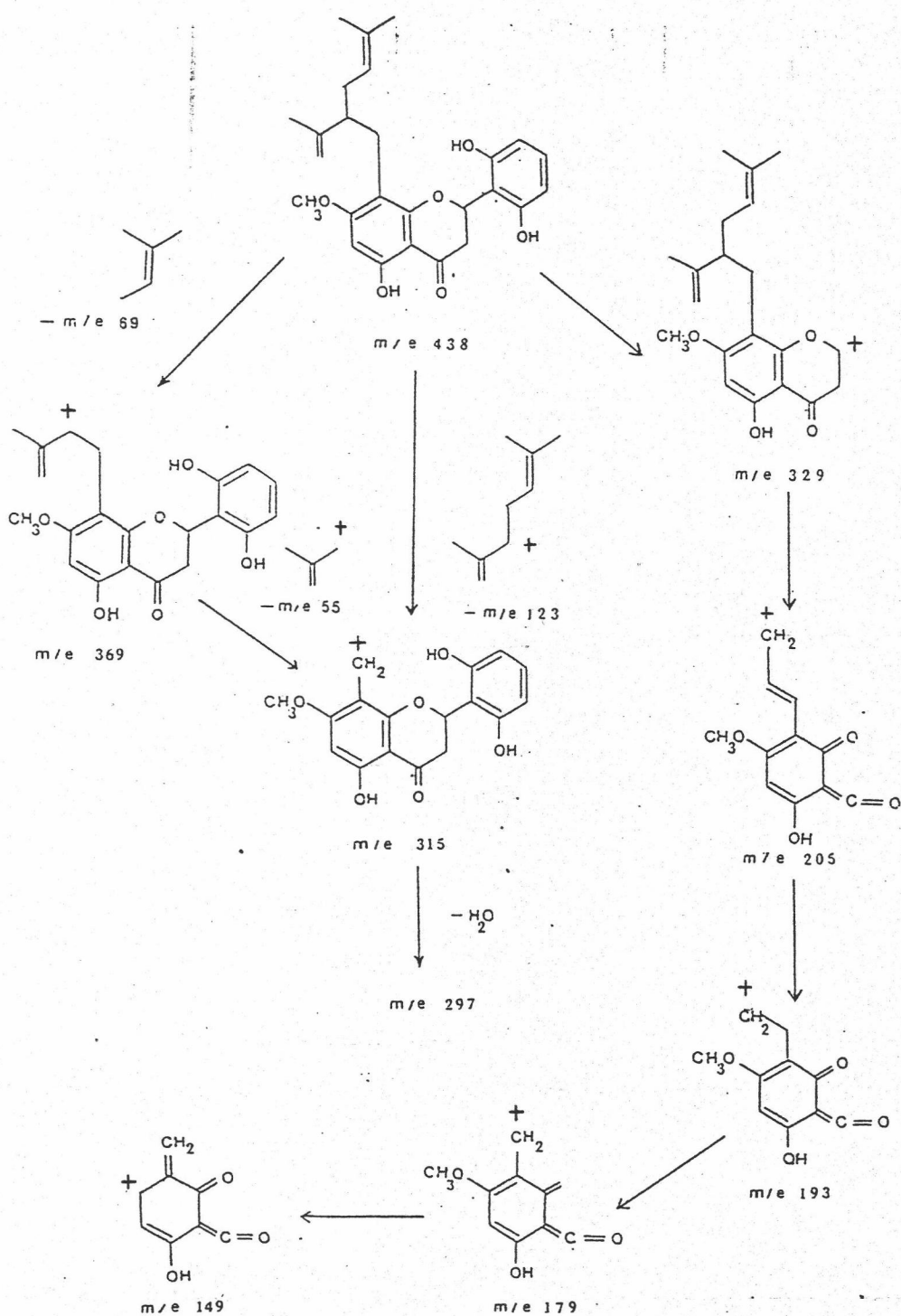
นอกจากนี้ข้อมูลจาก  $^1\text{H}-^1\text{H}$  Cosy ,  $^1\text{H}-^1\text{H}$  Noesy เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม และ C-H Correlation ต่างยืนยันว่าสาร 1 คือ

8-Lavandulyl-7-methoxy-5,2',6'-trihydroxyflavanone



แมสสเปคตรัมของสาร 1 (รูปที่ 10) แสดงไอออนเชิงโมเลกุลของสารที่ 1 ( $M^+$ )  
 $m/e$  438 มีการแตกตัวให้พิกที่สำคัคือที่  $m/e$  369, 329, 315, 297, 205, 193, 179  
 และ 149

แผนภาพที่ 2 แสดงการแตกตัวของสาร 1





### 3.2.2 การวิเคราะห์สูตรโครงสร้างของสาร 2

สาร 2 เป็นของแข็งสีน้ำตาล สีน้าตาลอ่อน เพราะ มีกลิ่นหอมเฉพาะตัว จุดหลอมเหลว 143-145 °C ได้จากสิ่งสกัดใน คลอโรฟอร์ม : เมทานอล 99 : 1 (โดยปริมาตร) ทำให้บริสุทธิ์ด้วยการผ่านคอลัมน์โครมาโทกราฟี และตกผลึกซ้ำหลาย ๆ ครั้ง โดยใช้ตัวทำละลาย คลอโรฟอร์ม : เมทานอล (95:5) ปริมาตรเล็กน้อย

จากข้อมูลทางเคมี กายภาพ และทางสเปกโทรสโคปี ทำให้ทราบว่าสาร 2 คือ 8-Lavandulyl-3,5,7,2',6'-pentahydroxyflavanone ซึ่งมีสูตรโครงสร้างสอดคล้องกับ ข้อมูลต่าง ๆ ดังนี้

จุดหลอมเหลว 143-145 °C

R<sub>f</sub> 0.63 (คลอโรฟอร์ม : แอซีโตน 9:1โดยปริมาตร)

น้ำหนักโมเลกุล 440

สูตรโมเลกุล C<sub>25</sub> H<sub>28</sub> O<sub>7</sub>

อินฟราเรดสเปกตรัม (KBr) ของสารที่ 2 (รูปที่ 11) แสดงการดูดกลืนที่ความถี่ดังนี้

ตารางที่ 3.4 อินฟราเรดสเปกตรัมของสาร 2

แถบการดูดกลืน (cm <sup>-1</sup> )	ความเข้ม	แสดงลักษณะ
3450	ปานกลาง	O-H การสั่นแบบยืดของแอลกอฮอล์
2940, 3000	ต่ำ	C-H การสั่นแบบยืดของ -CH <sub>3</sub>
1630	สูง	C=O การสั่นแบบยืดของคาร์บอนิล
1600, 1520, 1400	สูง	C=C การสั่นแบบยืดของแอโรแมติก
1450	ปานกลาง	C-H การสั่นแบบงอของหมู่ -CH <sub>2</sub>
1375	ต่ำ	C-H การสั่นแบบงอของหมู่ -CH <sub>3</sub>
1250	ต่ำ	C-O การสั่นแบบยืดไม่สมมาตร
1150	ปานกลาง	C-O การสั่นแบบยืดที่สมมาตร
1070	สูง	C-O การสั่นแบบยืดของ 2° แอลกอฮอล์
900, 830	ต่ำ	C-H การสั่นแบบออกนอกระนาบของ R <sub>2</sub> C=CHR

โปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม (DMSO) ของสาร 2 (รูปที่ 12) แสดงในตาราง

ที่ 3.5

ตารางที่ 3.5 โปรตอนเอ็นเอ็มอาร์ของสาร 2

ตำแหน่งโปรตอน	เคมีคอลชิฟต์ $\delta$ (ppm)
C ( 5 )-OH	12.22 (s, 1H)
C ( 7 )-OH	10.58 (s, 1H)
C ( 2', 6' )-OH	9.57 (s, 2H)
C ( 4' )-H	6.95 (t, 1H)
C ( 3', 5' )-H	6.33 (d, 2H)
C ( 6 )-H	5.93 (s, 1H)
C ( 2 )-H	5.78 (d, 1H)
C ( 4'' )-H	4.86 (d, 1H)
C ( 9'' )-H	4.48 (t, 2H)
C ( 3E )-H	3.90 (m, 1H)
C ( 3z )-OH	3.43 (s, - )
C ( 2'' )-H	2.45 (s, 1H)
C ( 1'' )-H	2.39 (s, 2H)
C ( 3'' )-H	1.90 (s, 2H)
C ( 10'' )-H	1.54 (s, 3H)
C ( 7'' )-H	1.50 (s, 3H)
C ( 6'' )-H	1.43 (s, 3H)

คาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม (DMSO) ของสาร 2 (รูปที่ 13) แสดงในตาราง

ที่ 3.6

ตำแหน่งคาร์บอน	เคมีคอลชิฟต์ $\delta$ (ppm)
C ( 4 )	197.98
C ( 7 )	164.51
C ( 5 )	161.52
C ( 9 )	161.26
C ( 2',6' )	157.40
C ( 8'' )	147.91
C ( 5'' )	130.60
C ( 4' )	129.79
C ( 4'' )	123.47
C ( 1' )	110.73
C ( 9'' )	110.38
C ( 3, '5' )	106.75
C ( 8 )	106.24
C ( 10 )	101.58
C ( 6 )	94.85
C ( 2 )	71.47
C ( 2'' )	46.40
C ( 3 )	40.33
C ( 3'' )	30.77
C ( 1'' )	26.62
C ( 6'' )	25.53
C ( 10'' )	18.42
C ( 7'' )	17.58

จากข้อมูลในตารางที่ 3.5 โปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปคตรัม ของสาร 2 สัญญาณที่  $\delta$  12.22 ppm (s, 1H) เป็นสัญญาณแบบ singlet ของไฮดรอกซีโปรตอน (-OH) ที่ต่ออยู่กับวง แอโรแมติกหลักของสารประกอบพวก flavanone ในตำแหน่ง C(5) โปรตอนที่ตำแหน่งนี้จะเกิด พันธะไฮโดรเจนกับออกซิเจนของหมู่คาร์บอนิล ที่ตำแหน่ง C(4) ซึ่งอยู่ใกล้เคียงกันทำให้สัญญาณ ของโปรตอนตัวนี้ถูกซัพพเรสไปนอลกว่าโปรตอนในตำแหน่งอื่น สัญญาณที่ 10.58 ppm (s, 1H) เป็น ของไฮดรอกซีโปรตอน (-OH) ที่ตำแหน่ง C(7) สัญญาณที่ 9.57 ppm (s, 2H) เป็นของไฮดรอกซี โปรตอนทั้งสองตัวที่เกิดพันธะกับ C(2', 6') ที่ equivalent กันในตำแหน่ง ortho สัญญาณที่ 6.95 ppm (t, 1H) เป็นของโปรตอนในตำแหน่ง C(4') สัญญาณ split เป็น triplet เพราะ coupling กับโปรตอนทั้งสองของคาร์บอน ในตำแหน่ง C(3', 5') ซึ่งมีสัญญาณที่ 6.33 ppm (d, 2H) สัญญาณที่ 5.93 ppm (s, 1H) เป็นของโปรตอนในตำแหน่ง C(6) ที่เกิดพันธะอยู่กับ คาร์บอนใกล้เคียงทั้งสองที่มีหมู่ไฮดรอกซีเกาะอยู่ทำให้เคมีคอลชิฟท์ของโปรตอนในตำแหน่ง C(6) นี้ถูกซัพพเรสไปนอล และมีสัญญาณเป็น singlet เพราะไม่เกิดการ coupling กับโปรตอนข้าง ใกล้เคียง สัญญาณที่ 5.78 ppm (d, 1H) เป็นของโปรตอนในตำแหน่ง C(2) ที่มีโปรตอนเพียงตัว เดียว และเป็นตำแหน่งคาร์บอนที่เกิดพันธะกับวงแอโรแมติกที่เป็นสาขา สัญญาณที่ 4.86 ppm (d, 1H) และ 4.48 ppm (t, 2H) เป็นสัญญาณของโปรตอน ของคาร์บอนตำแหน่ง C(4'') และ C(9'') ที่มีพันธะคู่ (=CH<sub>2</sub>) สัญญาณที่ 3.90 ppm (m, 1H) และ 3.43 ppm (s, -) เป็นสัญญาณของโปรตอนในตำแหน่ง C(3E) และ C(3Z) ซึ่งอาจมีหมู่ไฮดรอกซีเกาะอยู่ใน ตำแหน่ง C(3Z) เพราะสัญญาณนี้มีความเข้มสูงมาก และอาศัยข้อมูลจาก C-H correlation ไม่ปรากฏว่ามีจุดต่อเนื่อง ระหว่างโปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปคตรัม กับคาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์ สเปคตรัมของ C(3Z) ซึ่งอาจเกิดจากการที่มีหมู่ไฮดรอกซีเกาะในตำแหน่งนี้ แต่สำหรับข้อมูล ใน DEPT 135 สัญญาณของ C(3) ที่ 40.33 ppm เป็น secondary carbon (-CH<sub>2</sub>) อาจเกิดจากการสูญเสียหมู่ไฮดรอกซี (-OH) ที่ตำแหน่ง C(3Z) ออกไปในรูปของ H<sub>2</sub>O สัญญาณที่ 2.45 ppm (s, 1H) เป็นของโปรตอนในตำแหน่ง C(2'') ที่เป็น tertiary carbon สัญญาณ ที่ 2.39 ppm (s, 2H) และ 1.90 ppm (s, 2H) เป็นของโปรตอนในตำแหน่ง C(1'') และ C(3'') ที่เป็น secondary carbon (-CH<sub>2</sub>) สัญญาณที่ 1.54 ppm (s, 3H), 1.50 ppm (s, 3H) และ 1.43 ppm (s, 3H) เป็นของโปรตอนในตำแหน่ง C(10''), C(7'') และ C(6'') ที่เป็นหมู่เมทิล (-CH<sub>3</sub>)



จากข้อมูลในตารางที่ 3.6 คาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมปรากฏสัญญาณที่ 8 197.98 ppm เป็นของคาร์บอนในหมู่คาร์บอนิล (C=O) สัญญาณที่ 164.51 และ 161.52 ppm เป็นของคาร์บอนที่เกิดพันธะกับหมู่ไฮดรอกซี ในตำแหน่ง C(7) และ C(5) สัญญาณที่ 161.26 ppm เป็นของคาร์บอนในวงแอโรแมติกที่ต่อกับออกซิเจน C(9) ในรูปของสารประกอบพวก flavanone สัญญาณที่ 157.40 ppm เป็นสัญญาณของคาร์บอนที่เกิดพันธะกับหมู่ไฮดรอกซีที่ equivalent กันในตำแหน่ง ortho ของวงแอโรแมติก C(2',6') สัญญาณที่ 147.91, 130.60 และ 123.47 ppm เป็นของคาร์บอนที่เกิดพันธะคู่ (C=C) สัญญาณที่ 129.79 ppm เป็นของคาร์บอนในตำแหน่ง para ของวงแอโรแมติก C(4') สัญญาณที่ 110.73 ppm เป็นของคาร์บอนในวงแอโรแมติก C(1') สัญญาณที่ 110.38 ppm เป็นของคาร์บอนในหมู่ (=CH<sub>2</sub>) สัญญาณที่ 106.75 ppm เป็นของคาร์บอนในตำแหน่ง meta C(3',5') ที่ equivalent กัน สัญญาณที่ 106.24 ppm เป็นสัญญาณของ C(8) ที่ต่อด้วยหมู่ Lavandulyl สัญญาณที่ 101.58 ppm เป็นของ C(10) สัญญาณที่ 94.85 ppm เป็นของ C(6) สัญญาณที่ 71.47 ppm เป็นของ C(2) สัญญาณที่ 46.40 ppm เป็นของ tertiary carbon (-CH) ใน C(2'') สัญญาณที่ 40.33 ppm เป็นของ C(3) ซึ่งเป็น (-CH<sub>2</sub>-) สัญญาณที่ 30.77, 26.62 ppm เป็นของ secondary carbon (-CH<sub>2</sub>-) ใน C(3'') และ C(1'') สัญญาณที่ 25.53, 18.42 และ 17.58 ppm เป็นของ primary carbon (-CH<sub>3</sub>) ใน C(6''), C(10'') และ C(7'') ตามลำดับ

จากข้อมูลของอินฟราเรดสเปกตรัม, โปรตอนเอ็นเอ็มอาร์, คาร์บอน-13เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม, DEPT 90, DEPT 135 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม และ C-H Correlation <sup>1</sup>H-<sup>1</sup>H -Cosy, <sup>1</sup>H-<sup>1</sup>H -Noesy เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม ดังแสดงข้างต้น จะพบว่าสาร 2 มีลักษณะคล้ายสารที่ 1 และ 4 แต่จากข้อมูลของ C-H-Correlation พบว่าตำแหน่ง C(3Z)ใน คาร์บอน-13เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม สัญญาณที่ 40.33 ppm ไม่ปรากฏสัญญาณต่อเนื่องกับโปรตอนในตำแหน่งของ C(3Z) ที่ 3.43 ppm ในโปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมแต่อย่างใด และสัญญาณของโปรตอนในตำแหน่งนี้เป็น singlet ที่มีความเข้มสูงมาก แสดงว่าเป็นผลจากการมีหมู่ -OH เกาะอยู่ที่ตำแหน่ง C(3) นี้อย่างแน่นอน แต่หมู่ -OH นี้อาจจะสูญเสียออกจากรูปของน้ำได้ง่าย จึงไม่ปรากฏสัญญาณดังกล่าวนี้ให้เห็นในสเปกตรัมข้างต้น



DEPT 90 และ DEPT 135 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม ปรากฏสัญญาณของคาร์บอนที่  
ตำแหน่งต่าง ๆ ดังนี้

Primary carbon ; C(6''), C(7''), C(10'')

Secondary carbon ; C(3), C(1''), C(3''), C(9''), C(11'')

Tertiary carbon ; C(2), C(6), C(4'), C(3',5'), C(2'')

C(4'')

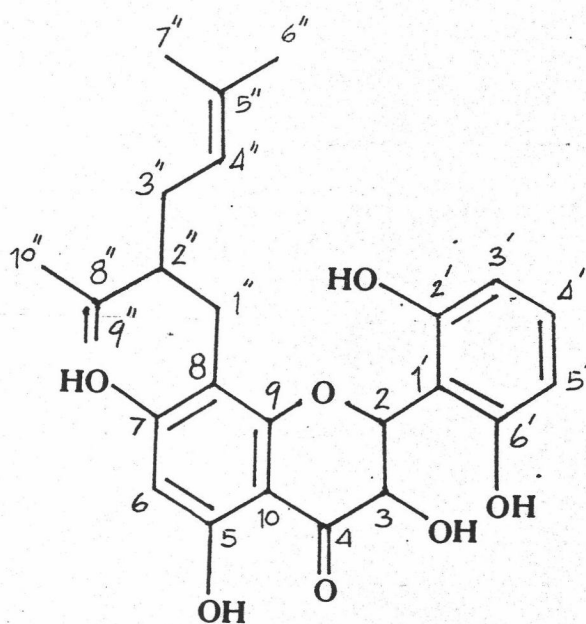
สัญญาณของ C(3) เป็นหมู่  $-CH_2$  อาจเป็นผลจากการที่คาร์บอนในตำแหน่ง C(3)  
เกิดสูญเสียหมู่  $-OH$  ในรูปของ  $H_2O$  ไปแล้วถูกแทนที่ด้วยไฮโดรเจน

นอกจากนี้อินฟราเรดสเปกตรัม ยืนยันโครงสร้างนี้ที่ความถี่  $1070\text{ cm}^{-1}$  ซึ่งแสดง  
ลักษณะของ Secondary alcohol

จากข้อมูลต่าง ๆ ยืนยันได้ว่าสาร 2 คือ

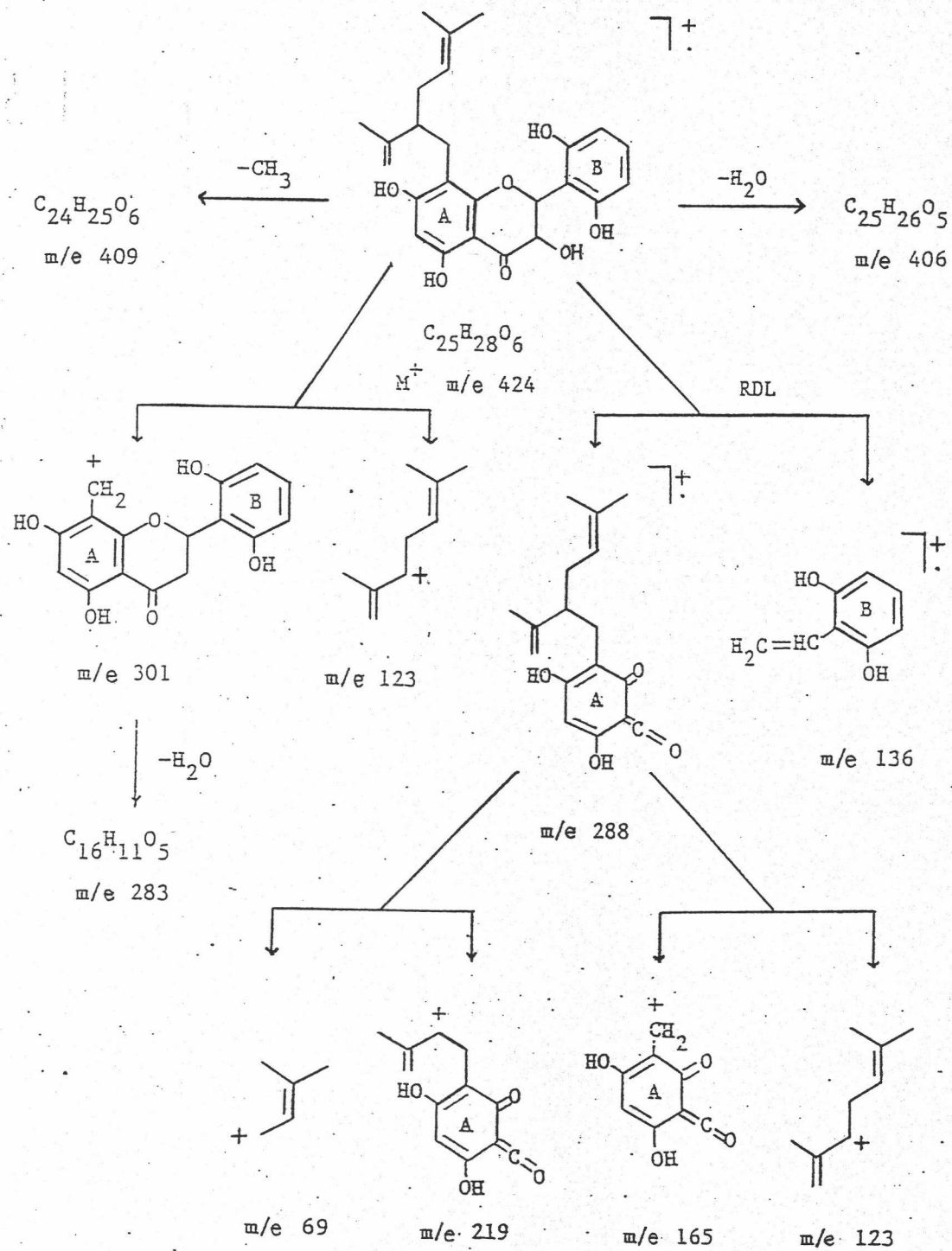
8-Lavandulyl-3,5,7,2',6'-pentahydroxyflavanone

มีโครงสร้างของโมเลกุลดังนี้



แมสสเปกตรัมของสาร 2 (รูปที่ 18) แสดงไอออนเชิงโมเลกุล ( $M^+$ )  $m/e$  440 มีการแตกตัวที่  $m/e$  เท่ากับ 409, 406, 301, 288, 283, 219, 165, 136, 123 และ 69

แผนภาพที่ 3 แสดงการแตกตัวของสาร 2



### 3.2.3 การวิเคราะห์สูตรโครงสร้างของสาร 3

สาร 3 เป็นผลึกรูปเข็มขนาดเล็ก สีขาว ได้จากสิ่งสกัดในสารละลาย

คลอโรฟอร์ม : เมทานอล 98 : 2 (โดยปริมาตร) ทำให้บริสุทธิ์ได้ด้วยการตกผลึกหลาย ๆ ครั้ง และเป่าให้แห้งทันทีด้วยก๊าซไนโตรเจน

จากข้อมูลทางเคมี ภายนอก และทางสเปกโทรสโคปี ทำให้ทราบว่าสาร 3 คือ 8-Lavadulyl-5,7,2',6',4'-pentahydroxyflavanone ซึ่งมีสูตรโครงสร้างสอดคล้องกับข้อมูลต่าง ๆ ดังนี้

จุดหลอมเหลว 234-235 °C (สลายตัว)

R<sub>f</sub> 0.45 ( คลอโรฟอร์ม : แอซีโตน 9:1 โดยปริมาตร )

น้ำหนักโมเลกุล 440

สูตรโมเลกุล C<sub>25</sub> H<sub>28</sub> O<sub>7</sub>

อินฟราเรดสเปกตรัม (KBr) ของสาร 3 (รูปที่ 19) แสดงในตารางที่ 3.7

ตารางที่ 3.7 อินฟราเรดสเปกตรัมของสาร 3 (KBr)

แถบการดูดกลืน (cm <sup>-1</sup> )	ความเข้ม	แสดงลักษณะ
3425	สูง	O-H การสั่นแบบยืดของแอลกอฮอล์
2900, 2940	ปานกลาง	C-H การสั่นแบบยืดของ -CH <sub>3</sub> , -CH <sub>2</sub>
1640	สูง	C=O การสั่นแบบยืด
1600, 1500	สูง	C=C การสั่นแบบยืดของแอโรแมติก
1450	ปานกลาง	C-H การสั่นแบบงอของ-CH <sub>2</sub>
1375	ต่ำ	C-H การสั่นแบบงอของ-CH <sub>3</sub>
1310	สูง	C-O การสั่นแบบยืดไม่สมมาตรของ =C-O-C
1150	ปานกลาง	C-O การสั่นแบบยืดสมมาตรของ =C-O-C

จากการค้นคว้าข้อมูลต่าง ๆ พบว่ารายงานที่มีอยู่เดิม มีความใกล้เคียงกับสาร 3 จึงนำข้อมูลของ โปรตอนและคาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม มาเปรียบเทียบกันดังต่อไปนี้

โปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม (DMSO) ของสาร 3 (รูปที่ 20) แสดงสัญญาณของ โปรตอนที่สำคัญ เปรียบเทียบกับข้อมูลซึ่งได้มีการรายงานการพบ ดังตารางต่อไปนี้

ตารางที่ 3.8 โปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมของสาร 3 เปรียบเทียบกับรายงานเดิม

ตำแหน่งโปรตอน	เคมีคอลชิฟต์ $\delta$ (ppm)	
	รายงานที่มีอยู่เดิม	สารที่ 3
C ( 5 )-OH	12.62 (s,1H)	12.58 (s,1H)
C ( 7 )-OH	9.77 (s,1H)	10.58 (s,1H)
C ( 2',6')-OH	8.60 (s,2H)	9.47 (s,2H)
C ( 4')-OH	8.43 (s,1H)	9.25 (s,1H)
C ( 3',5')-H	6.01 (s,2H)	5.87 (s,2H)
C ( 6 )-H	5.96 (s,1H)	5.83 (s,1H)
C ( 2 )-H	5.87 (d,1H)	5.70 (d,1H)
C ( 4'')-H	5.04 (t,1H)	4.97 (t,1H)
C ( 9''Z )-H	4.59 (s,1H)	4.58 (s,1H)
C ( 9''E )-H	4.55 (s,1H)	4.50 (s,1H)
C ( 3E )-H	3.91 (d,H)	3.91 (t,1H)
C ( 2'')-H	2.61 (m,2H)	2.48 (m,1H)
C ( 1'')-H	(ไม่มีการรายงาน)	2.39 (d,2H)
C ( 3Z )-H	2.44 (d,1H)	2.30 (d,1H)
C ( 3'')-H	2.09 (m,2H)	2.00 (m,2H)
C ( 10'')-H	1.70 (s,3H)	1.64 (s,3H)
C ( 6'')-H	1.61 (s,3H)	1.59 (s,3H)
C ( 7'')-H	1.54 (s,3H)	1.51 (s,3H)

คาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม (KBr) ของสาร 3 (รูปที่ 21) แสดงสัญญาณ  
ของคาร์บอนที่ตำแหน่งต่าง ๆ เปรียบเทียบกับรายงานเดิม

ตารางที่ 3.9 คาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมของสาร 3 เปรียบเทียบกับรายงานเดิม

ตำแหน่งคาร์บอน	เคมีคอลชิฟท์ $\delta$ (ppm)	
	รายงานที่มีอยู่เดิม	สารที่ 3
C ( 4 )	199.99	198.06
C ( 7 )	166.28	164.56
C ( 5 )	163.50	161.87
C ( 9 )	163.22	161.43
C ( 4' )	160.28	158.92
C ( 2',6' )	158.20	158.11
C ( 8'' )	149.64	147.71
C ( 5'' )	131.87	130.62
C ( 4'' )	124.90	123.38
C ( 9'' )	111.28	110.99
C ( 8 )	108.80	106.42
C ( 1' )	104.38	102.01
C ( 10 )	103.15	101.27
C ( 3',5' )	95.88	94.55
C ( 6 )	95.26	94.00
C ( 2 )	73.89	71.57
C ( 2'' )	48.00	46.23
C ( 3 )	41.35	40.32
C ( 3'' )	32.51	30.96



ตารางที่ 3.9 (ต่อ)

ตำแหน่งคาร์บอน	เคมีคอลชิฟต์ $\delta$ (ppm)	
	รายงานเดิม	สาร 3
C ( 1'' )	27.67	26.02
C ( 6'' )	25.91	25.62
C ( 10'' )	18.97	18.46
C ( 7'' )	17.90	17.72

จากข้อมูลในตารางที่ 3.8 โปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปคตรัมปรากฏสัญญาณที่  $\delta$  12.58 ppm (s,1H) เป็นสัญญาณแบบ singlet ของไฮดรอกซีโปรตอน (-OH) ที่ต่ออยู่กับวงแอโรแมติกหลักของสารประกอบพวก flavanone ในตำแหน่ง C(5) ซึ่งสามารถเกิดพันธะไฮโดรเจนกับออกซิเจนของหมู่คาร์บอนิลในตำแหน่งที่ C(4) ที่อยู่ใกล้กัน ทำให้สัญญาณของโปรตอนตัวนี้ถูกชิฟท์ไปไกลกว่าตัวอื่น สัญญาณที่ 10.58 ppm (s,1H) เป็นของไฮดรอกซีโปรตอนที่ตำแหน่ง C(7) สัญญาณที่ 9.47 ppm (s,2H) เป็นของไฮดรอกซีโปรตอนในหมู่ไฮดรอกซี 2 หมู่ที่เกาะอยู่ในตำแหน่ง C(2',6') ซึ่ง equivalent กัน สัญญาณที่ 9.25 ppm (s,1H) เป็นสัญญาณของโปรตอนในหมู่ไฮดรอกซี ที่ตำแหน่ง C(4') เพราะสัญญาณเป็นแบบ singlet และถูกชิฟท์ไปไกลจากสัญญาณของโปรตอนที่ equivalent กันในตำแหน่งของ C (3',5') ซึ่งมีค่าเคมีคอลชิฟท์ที่ 5.87 ppm สัญญาณที่ 5.83 ppm (s,1H) เป็นสัญญาณของโปรตอนในตำแหน่ง C(6) ซึ่งมีพันธะกับคาร์บอนใกล้เคียงทั้งสองที่ต่ออยู่กับหมู่ไฮดรอกซี ทำให้โปรตอนในตำแหน่ง C(6) นี้ถูกชิฟท์ไปไกลและเป็น singlet สัญญาณที่ 5.70 ppm (d,1H) เป็นของโปรตอนในตำแหน่ง C(2) ที่มีเพียงตัวเดียว และเป็นตำแหน่งคาร์บอนที่เกิดพันธะกับวงแอโรแมติกที่เป็นสาขา สัญญาณที่ 4.97 ppm (t,1H), 4.58 ppm (s,1H) และ 4.50 ppm (s,1H) เป็นสัญญาณของโปรตอนในตำแหน่ง C(4'') และ C(9'') ที่เกาะกับคาร์บอนที่มีพันธะคู่ (=CH<sub>2</sub>) สัญญาณที่ 3.91 ppm (t,1H) เป็นของโปรตอนในตำแหน่ง C(3E) ที่อยู่ในลักษณะ trans และอยู่ด้านเดียวกับโปรตอนที่เกาะ

ในตำแหน่ง C(2) ทำให้โปรตอนในตำแหน่งนี้ มีสัญญาณแบบ triplet และมีเคมีคอลชิฟท์สูงกว่าโปรตอนในตำแหน่ง C(3Z) ซึ่งมีสัญญาณที่ 2.30 ppm (d,1H) สัญญาณที่ 2.48 ppm (m,1H) เป็นสัญญาณของโปรตอนในตำแหน่ง C(2'') ที่เป็น tertiary carbon สัญญาณที่ 2.39 ppm (d,2H) เป็นสัญญาณของโปรตอนในตำแหน่ง C(1'') ที่เป็น secondary carbon สัญญาณที่ 1.64 ppm (s,3H), 1.59 ppm (s,3H) และ 1.51 ppm (s,3H) เป็นสัญญาณของโปรตอนในหมู่เมทิลที่คาร์บอนตำแหน่งที่ C(10''), C(6'') และ C(7'')

ข้อมูลในตารางที่ 3.9 คาร์บอน-13เอ็นเอ็มอาร์สเปคตรัมปรากฏสัญญาณที่  $\delta$  198.06 ppm เป็นของคาร์บอนในหมู่คาร์บอนิล (C=O) สัญญาณที่ 164.56, 161.87 และ 161.43 ppm แสดงถึงคาร์บอนในวงแอโรแมติกที่ต่อกับออกซิเจน ในรูปแบบของสารพวก flavanone สัญญาณที่ 158.92 และ 158.11 ppm แสดงถึงคาร์บอนในวงแอโรแมติกที่ต่อกับออกซิเจนของหมู่ไฮดรอกซี (-OH) สัญญาณที่ 147.71, 130.62, 123.38 และ 110.99 ppm แสดงถึงคาร์บอนที่ต่อกับคาร์บอนอีกอะตอมหนึ่งด้วยพันธะคู่ แต่ไม่ใช่แอโรแมติก สัญญาณที่ 106.42, 102.01 และ 101.27 ppm แสดงถึงคาร์บอนของวงแอโรแมติก ที่ต่อกับคาร์บอนที่มีพันธะกับออกซิเจนเพียงพันธะเดี่ยว สัญญาณที่ 40.32, 30.96 และ 26.02 ppm เป็นสัญญาณของคาร์บอนในหมู่ -CH<sub>2</sub> ส่วนสัญญาณที่ 25.62, 18.46 และ 17.72 ppm เป็นสัญญาณของคาร์บอนในหมู่ -CH<sub>3</sub>

ข้อมูลทางสเปกโทรสโคปีของ DEPT 90, DEPT 135 ปรากฏสัญญาณของ  
Primary, Secondary และ Tertiary carbon ที่ตำแหน่งต่าง ๆ คือ

Primary carbon ; C(7''), C(10''), C(6'')

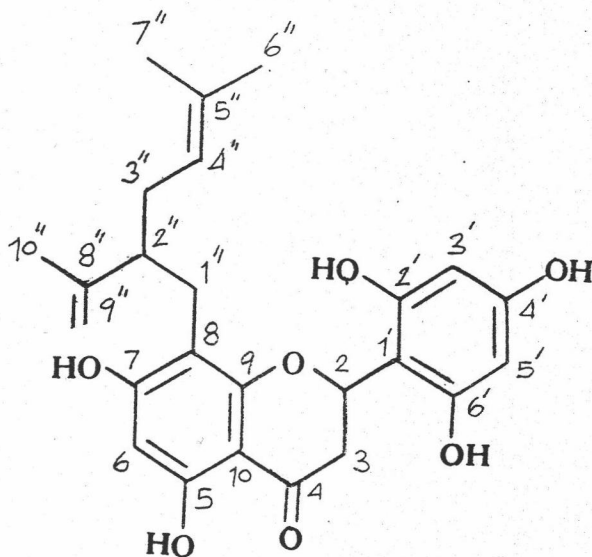
Secondary carbon ; C(1''), C(3''), C(3), C(9'')

Tertiary carbon ; C(2''), C(2), C(6), C(3',5'), C(4'')

ข้อมูลทางสเปกโทรสโคปีของ  $^1\text{H}$ - $^1\text{H}$  -Cosy และ  $^1\text{H}$ - $^1\text{H}$  -Noesy เป็นเอ็มอาร์  
สเปกตรัม ต่างยืนยันโครงสร้างของสารที่ 3 ว่าคือ

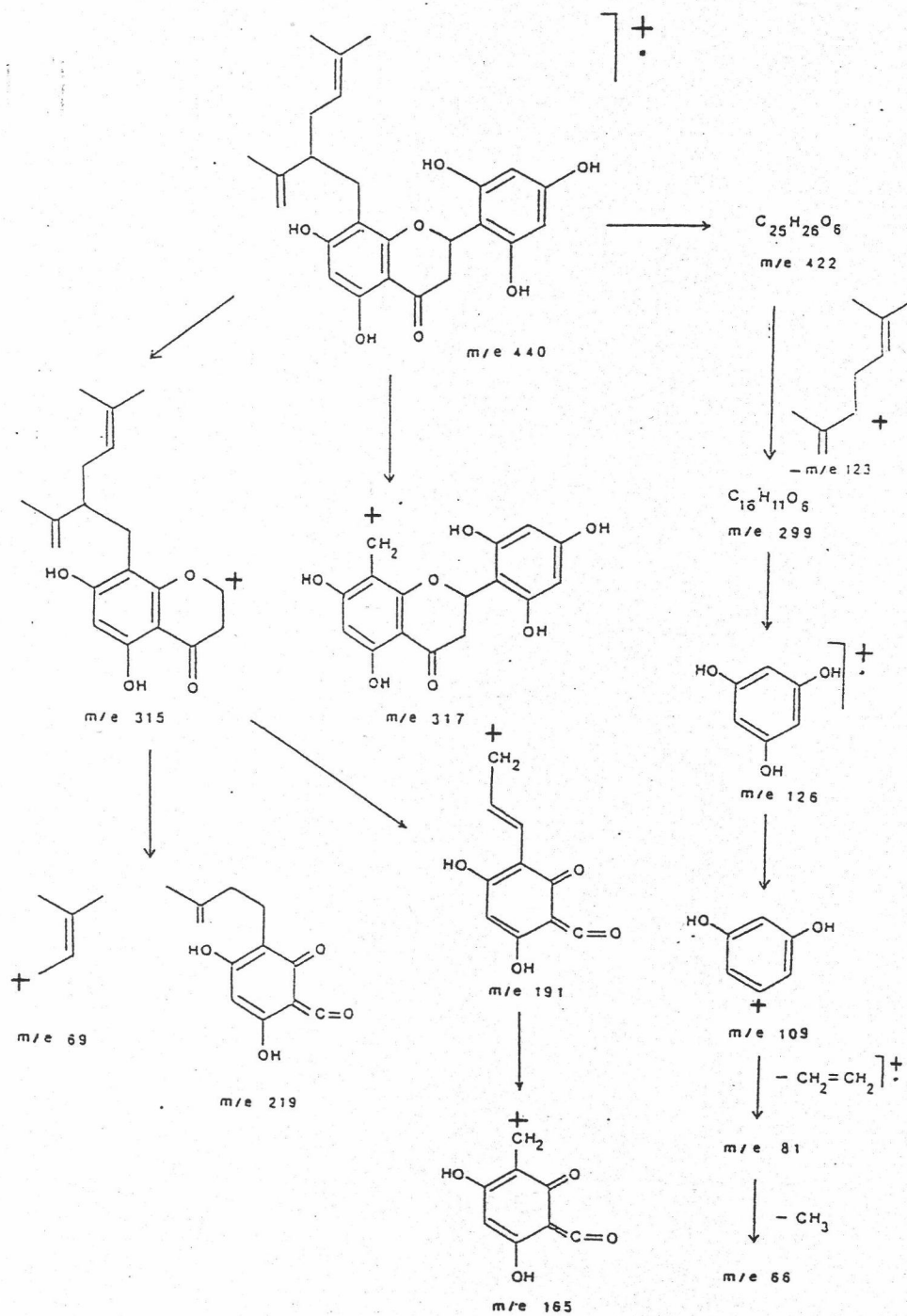
8-Lavandulyl-5,7,2',4',6'-pentahydroxyflavanone

มีโครงสร้างดังนี้



แมสสเปคตรัมของสาร 3 (รูปที่ 26) แสดงไอออนเชิงโมเลกุล ( $M^+$ )  $m/e$  440 มีพีคของการแตกตัวที่  $m/e$  ดังนี้ 422, 317, 315, 299, 219, 191, 165, 126, 69 และ 66

แผนภาพที่ 4 แสดงการแตกตัวของสาร 3



### 3.2.4 การวิเคราะห์หาสูตรโครงสร้างของสาร 4

สาร 4 เป็นของแข็งสีขาว มีลักษณะเป็นเม็ดกลมขนาดเล็ก เส้นผ่าศูนย์กลาง 0.5 มิลลิเมตร ได้จากสิ่งสกัด คลอโรฟอร์ม : เมทานอล 97 : 3 (โดยปริมาตร) ทำให้บริสุทธิ์ด้วยการตกผลึกซ้ำหลาย ๆ ครั้ง

จากข้อมูลทางเคมี ภายนอก และทางสเปกโทรสโกปี ทำให้ทราบว่า สาร 4 คือ 8-Lavandulyl-5,7,2',4'-tetrahydroxyflavanone

ซึ่งมีสูตรโครงสร้างสอดคล้องกับข้อมูลต่าง ๆ ดังนี้

จุดหลอมเหลว 169-171 °C

R<sub>f</sub> 0.60 (คลอโรฟอร์ม : แอซีโตน 9 : 1 โดยปริมาตร)

น้ำหนักโมเลกุล 424

สูตรโมเลกุล C<sub>25</sub> H<sub>28</sub> O<sub>6</sub>

อินฟราเรดสเปกตรัม (KBr) ของสาร 4 (รูปที่ 27) แสดงการดูดกลืนที่ความถี่ต่าง ๆ ดังนี้

ตารางที่ 3.10 อินฟราเรดสเปกตรัมของสาร 4

แถบการดูดกลืน ( cm <sup>-1</sup> )	ความเข้ม	แสดงลักษณะ
3400	สูง	O-H การสั่นแบบยืดของแอลกอฮอล์
2950	ปานกลาง	C-H การสั่นแบบยืดของหมู่ -CH <sub>3</sub> , -CH <sub>2</sub>
1650	สูง	C=O การสั่นแบบยืดของคาร์บอนิล
1600,1480	ปานกลาง	C=C การสั่นแบบยืดของแอโรแมติก
1450	ปานกลาง	C-H การสั่นแบบงอของ -CH <sub>2</sub>
1375	ปานกลาง	C-H การสั่นแบบงอของ -CH <sub>3</sub>
1280,1340,1010	ปานกลาง	C-O การสั่นแบบยืดไม่สมมาตรของ =C-O-C
740	ปานกลาง	C-H การสั่นแบบงอนอกระนาบของ =CH <sub>2</sub>



จากการค้นคว้ารายงานที่มีอยู่แล้ว พบว่าสารที่ 4 นี้มีความใกล้เคียงกับข้อมูลเดิมจึงได้แสดงการเปรียบเทียบ ข้อมูลจากโปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปคตรัม (DMSO) ของสาร 4 (รูปที่ 28) กับ 8-Lavandulyl-5,7,2',6'- tetrahydroxy flavanone ที่มีการรายงานแล้ว

ตารางที่ 3.11 โปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปคตรัมของสาร 4 เปรียบเทียบกับรายงานเดิม

ตำแหน่งโปรตอน	เคมีคอลชิฟท์ $\delta$ (ppm)	
	รายงานที่มีอยู่เดิม	สารที่ 4
C ( 5 )-OH	12.18 (s,1H)	12.23 (s,1H)
C ( 7 )-OH	9.22 (s,1H)	10.56 (s,1H)
C ( 2',6' )-OH	7.91 (s,2H)	9.55 (s,2H)
C ( 4' )-H	7.04 (t,1H)	6.99 (t,1H)
C ( 3',5' )-H	6.48 (d,2H)	6.37 (d,2H)
C ( 6 )-H	6.10 (s,1H)	5.99 (s,1H)
C ( 2 )-H	6.02 (d,1H)	5.86 (d,1H)
C ( 4'' )-H	4.98 (t,1H)	4.90 (t,1H)
C ( 9''Z )-H	4.61 (s,1H)	4.51 (s,1H)
C ( 9''E )-H	4.57 (s,1H)	4.00 (t,1H)
C ( 3E )-H	3.44 (d,1H)	3.52 (s,1H)
C ( 1'' )-H	2.65 (d,2H)	2.46 (d,1H)
C ( 2'' )-H	2.55 (m,1H)	2.41 (m,1H)
C ( 3Z )-H	2.55 (d,1H)	1.91 (d,1H)
C ( 3'' )-H	2.05 (m,2H)	1.59 (m,2H)
C ( 10'' )-H	1.64 (s,3H)	1.54 (s,3H)
C ( 6'' )H	1.57 (s,3H)	1.50 (s,3H)
C ( 7'' )-H	1.49 (s,3H)	1.43 (s,3H)

คาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม (DMSO) ของสาร 4 (รูปที่ 29) แสดงสัญญาณของคาร์บอน ตำแหน่งต่าง ๆ เปรียบเทียบกับข้อมูลที่มีการรายงานแล้ว

ตารางที่ 3.12 คาร์บอน-13เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมของสาร 4 เปรียบเทียบกับรายงานเดิม

ตำแหน่งคาร์บอน	เคมีคอลชิฟท์ $\delta$ (ppm)	
	รายงานที่มีอยู่เดิม	สารที่ 4
C ( 4 )	198.75	197.95
C ( 7 )	165.22	164.50
C ( 5 )	163.09	161.50
C ( 9 )	162.27	161.26
C ( 2',6' )	157.74	157.37
C ( 8'' )	149.18	147.91
C ( 5'' )	131.55	130.56
C ( 4' )	130.71	129.76
C ( 4'' )	124.45	123.46
C ( 1' )	111.74	110.72
C ( 9'' )	111.03	110.39
C ( 3',5' )	108.27	106.77
C ( 8 )	107.84	106.25
C ( 10 )	103.14	101.58
C ( 6 )	96.18	94.86
C ( 2 )	73.66	71.47
C ( 2'' )	47.77	46.46
C ( 3 )	40.63	40.28
C ( 3'' )	31.89	30.77

ตารางที่ 3.12 (ต่อ)

ตำแหน่งคาร์บอน	เคมีคอลชิฟท์ (ppm)	
	รายงานที่มีอยู่เดิม	สาร 4
C ( 1'' )	27.72	26.63
C ( 6'' )	25.76	25.49
C ( 10'' )	19.03	18.41
C ( 7'' )	17.79	17.55

ข้อมูลจากตารางที่ 3.11 โปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปคตรัม ปรากฏสัญญาณที่ 12.23 ppm (s,1H) เป็นสัญญาณแบบ singlet ของไฮดรอกซีโปรตอน (-OH) ที่ต่ออยู่กับวงแอรอแมติกของสารประกอบพวก flavanone ในตำแหน่ง C(5) ซึ่งสามารถเกิดไฮโดรเจนบอนด์กับออกซิเจนของหมู่ C=O ในตำแหน่ง C(4) ที่อยู่ใกล้กัน ทำให้สัญญาณของโปรตอนตัวนี้ถูกชิฟท์ไปไกลกว่าตำแหน่งอื่น สัญญาณที่ 10.56 ppm (s,1H) เป็นของไฮดรอกซีโปรตอน (-OH) ที่ตำแหน่ง C(7) สัญญาณที่ 9.55 ppm (s,2H) เป็นสัญญาณของไฮดรอกซีโปรตอนในหมู่ไฮดรอกซี (-OH) 2 หมู่ที่เกาะในตำแหน่ง C(2',6') ที่ equivalent กัน จึง split เป็น singlet สัญญาณที่ 6.99 ppm (t,1H) เป็นสัญญาณของโปรตอนในตำแหน่ง C(4') เป็นแบบ triplet เพราะเกิด coupling กับโปรตอนทั้งสองของตำแหน่ง C(3',5') ซึ่งมีสัญญาณที่ 6.37 ppm สัญญาณที่ 5.99 ppm (s,1H) เป็นของโปรตอนที่ตำแหน่ง C(6) ที่มีพันธะกับคาร์บอนใกล้เคียงทั้งสองซึ่งต่ออยู่กับหมู่ไฮดรอกซี (-OH) ทำให้โปรตอนตำแหน่งนี้ถูกชิฟท์ไปไกลและมีการ split เป็นแบบ singlet ด้วยอิทธิพลของหมู่ (-OH) ทั้งสอง สัญญาณที่ 5.86 ppm (d,1H) เป็นของโปรตอนในตำแหน่ง C(2) ที่มีโปรตอนตัวเดียวและเป็นคาร์บอนที่มีพันธะกับวงแอรอแมติกที่เป็นสาขา สัญญาณที่ 4.90 ppm (t,1H) เป็นสัญญาณของโปรตอนในตำแหน่ง C(4'') ที่มีพันธะคู่กับคาร์บอนในตำแหน่ง (5'') สัญญาณที่ 4.51 ppm (s,1H) และสัญญาณที่ 4.00 ppm (t,1H) เป็นสัญญาณของโปรตอน ในตำแหน่ง C(9'') ที่อยู่ในตำแหน่ง cis และ trans

ซึ่งมีสิ่งแวดล้อมไม่เหมือนกัน ค่าเคมีคอลชิฟที่จึงต่างกัน สัญญาณที่ 3.52 ppm (s,1H) และ 1.91 ppm (d,1H) เป็นของโปรตอนในตำแหน่ง C (3) ที่อยู่ในตำแหน่ง trans และ cis เช่นกัน สัญญาณที่ 2.46 ppm (d,1H) เป็นของโปรตอนในตำแหน่ง C(1'') ที่เป็น secondary carbon สัญญาณที่ 2.41 ppm (m,1H) เป็นของโปรตอนในตำแหน่ง C(2'') ที่เป็นโปรตอนในตำแหน่ง tertiary carbon สัญญาณที่ 1.54 (s,3H), 1.50 (s,3H) และ 1.43 (s,3H) เป็นสัญญาณของโปรตอนในหมู่เมทิล (-CH<sub>3</sub>) ในตำแหน่งของ C(10''), C(6'') และ C(7'')

ข้อมูลจากตารางที่ 3.12 คาร์บอนเอ็นเอ็มอาร์สเปคตรัม แสดงสัญญาณที่สำคัญของ คาร์บอนตำแหน่งต่าง ๆ ดังนี้คือ

สัญญาณที่ 197.95 ppm เป็นสัญญาณของคาร์บอนในหมู่คาร์บอนิล (C=O) ในตำแหน่งที่ C(4) สัญญาณที่ 164.50 ppm และ 161.50 ppm เป็นสัญญาณของคาร์บอนในตำแหน่ง C(7) และ C(5) ที่เกาะกับหมู่ไฮดรอกซี (-OH) สัญญาณที่ 161.26 ppm เป็นสัญญาณของคาร์บอน ที่เกิดพันธะกับออกซิเจน ในตำแหน่งจุดเชื่อมต่อระหว่าง ring ที่ตำแหน่งที่ C(9) สัญญาณที่ 157.37 ppm เป็นสัญญาณที่เกิดจากคาร์บอนที่ตำแหน่ง ortho ทั้งสอง ของวงแอรอแมติกที่เป็น สาขาและเกิดพันธะกับหมู่ไฮดรอกซีที่ตำแหน่ง C(2',6') สัญญาณที่ 147.91 ppm, 130.56 ppm, 123.46 ppm และ 110.39 ppm เป็นสัญญาณของคาร์บอนที่มีพันธะคู่ (C=C) สัญญาณที่ 129.76 ppm เป็นสัญญาณของคาร์บอน C(4') ในตำแหน่ง para ของวงแอรอแมติกที่เป็นสาขา สัญญาณที่ 110.72 ppm เป็นของคาร์บอนที่ตำแหน่งจุดต่อของ ring ทั้งสองใน C(1') สัญญาณที่ 106.77 ppm เป็นสัญญาณของคาร์บอนในตำแหน่ง meta ของวงแอรอแมติกที่เป็นสาขา สัญญาณที่ 106.25 ppm เป็นสัญญาณของคาร์บอนในตำแหน่ง C(8) ของวงแอรอแมติกหลัก ที่เกิดพันธะกับหมู่ Lavandulul สัญญาณที่ 30.77 ppm และ 26.63 ppm เป็นสัญญาณของคาร์บอนในหมู่ (-CH<sub>2</sub>-) สัญญาณที่ 25.49 ppm, 18.41 ppm และ 17.55 ppm เป็นสัญญาณของคาร์บอนในหมู่เมทิล (-CH<sub>3</sub>) ที่ตำแหน่ง C(6''), C(10'') และ C(7'')

นอกจากนี้ข้อมูลทางสเปกโทรสโกปีของ DEPT 90 และ DEPT 135 บ่งชี้  
ลักษณะของคาร์บอนตำแหน่งต่าง ๆ ดังนี้

Primary carbon ; C(6''), C(7''), C(10'')

Secondary carbon ; C(3), C(1''), C(3''), C(9'')

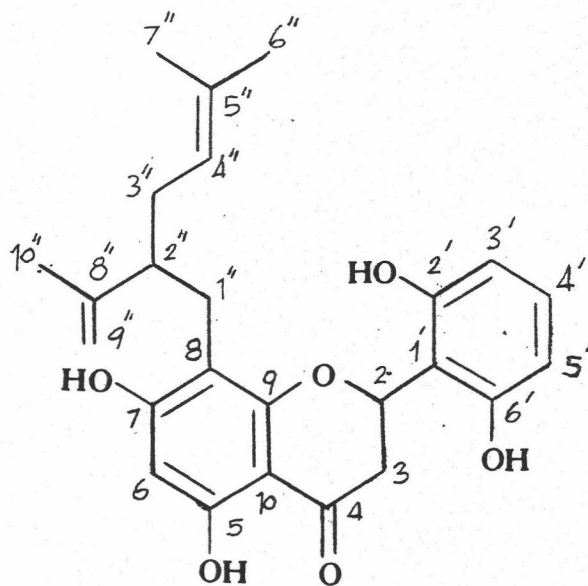
Tertiary carbon ; C(2), C(6), C(4'), C(3',5'), C(2''), C(4'')

นอกจากนี้  $^1\text{H}-^1\text{H-Cosy}$  และ  $^1\text{H}-^1\text{H-Noesy}$  เป็นเอ็มอาร์สเปกตรัม

ต่างให้ข้อมูลที่สอดคล้องกันว่าสาร 4 คือ

8-Lavandulyl-5,7,2',6'-tetrahydroxyflavanone

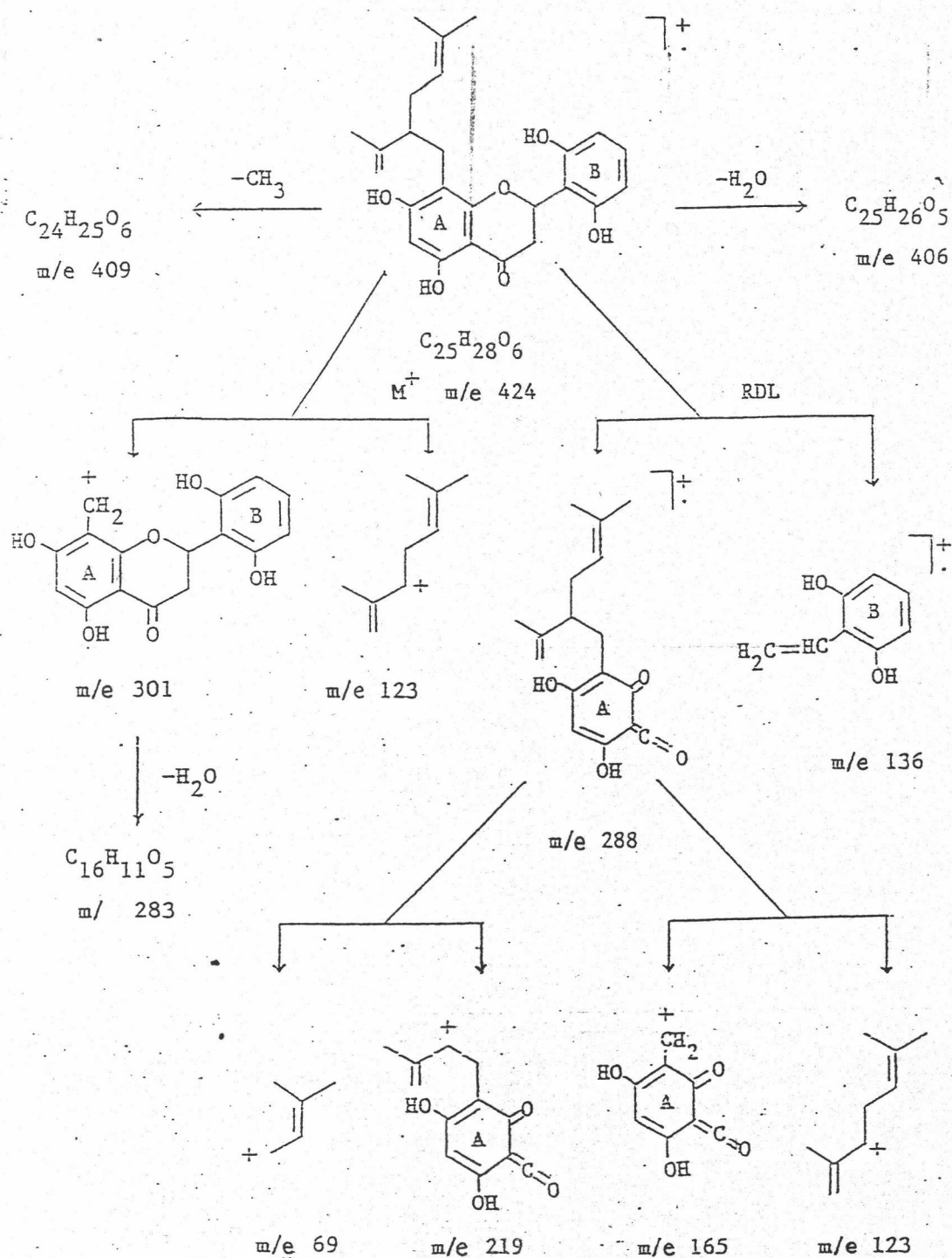
ซึ่งมีโครงสร้างดังนี้





แมสสเปกตรัมของสาร 4 (รูปที่ 34) แสดงไอออนเชิงโมเลกุลที่ ( $M^+$ )  $m/e$  424  
ปรากฏพีคการแตกตัวที่สำคัญที่  $m/e$  409, 406, 301, 288, 283, 219, 165, 136,  
123 และ 69 ดังแผนภาพต่อไปนี้

แผนภาพที่ 5 แสดงการแตกตัวของสาร 4



### 3.2.5 การวิเคราะห์หาสูตรโครงสร้างของสาร 5

สาร 5 เป็นผลึกรูปเข็ม สีน้ำตาลใส ได้จากสิ่งสกัดของ คลอโรฟอร์ม : เมทานอล 96 : 4 (โดยปริมาตร) ทำให้บริสุทธิ์โดยการตกผลึกซ้ำในตัวทำละลาย คลอโรฟอร์ม:เมทานอล 95 : 5 (โดยปริมาตร) และกรองผลึกผ่านเครื่องกรองดูดแล้วเป่าให้แห้งด้วยก๊าซไนโตรเจน จากข้อมูลทางเคมี กายภาพ และทางสเปคโทรสโคปี ทำให้ทราบว่าสาร 5 มีสูตรโครงสร้างสอดคล้องกับข้อมูลต่าง ๆ ดังนี้

จุดหลอมเหลว: 227-229 °C

R<sub>f</sub> 0.53 ( คลอโรฟอร์ม : แอซีโตน 90:10 )

น้ำหนักโมเลกุล 270

สูตรโมเลกุล C<sub>15</sub> H<sub>10</sub> O<sub>5</sub>

อินฟราเรดสเปคตรัม (KBr) ของสาร 5 (รูปที่ 35) แสดงในตารางที่ 3.13

ตารางที่ 3.13 อินฟราเรดสเปคตรัมของสาร 5

แถบการดูดกลืน (cm <sup>-1</sup> )	ความเข้ม	แสดงลักษณะ
3490	สูง	-OH การสั่นแบบยืด
1620, 1500	ต่ำ	C=C การสั่นแบบยืดของแอโรแมติก
1450	สูง	C-H การสั่นแบบงอของหมู่ -CH <sub>2</sub>
1330	ปานกลาง	-OH การสั่นแบบงอ
1250	ปานกลาง	C=O การสั่นแบบยืดไม่สมมาตรของ =C-O-C
1120	ต่ำ	C-O-C การสั่นแบบยืดที่ไม่สมมาตร

โปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม (DMSO) ของสาร 5 (รูปที่ 36) แสดงในตาราง

ที่ 3.14

ตารางที่ 3.14 โปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมของสาร 5

ตำแหน่งของโปรตอน	เคมีคอลชิฟท์ $\delta$ (ppm)
C ( 6' )-OH	10.18 (s, 1H)
C ( 4' )-OH	9.6 (s, 1H)
C ( 3' )-H	7.59 (d, 1H)
C ( 9 )-H	7.20 (s, 1H)
C ( 5' )-H	7.07 (s, 2H)
C ( 5 )-H	6.46 (s, 1H)
C ( 2' )-H	6.37 (d, 1H)
C ( 7 )-H	6.01 (s, 2H)
C ( 3 )-OH	3.41 (s, 2H)

คาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม (DMSO) ของสาร 5 (รูปที่ 37) แสดงใน

ตารางที่ 3.15

ตารางที่ 3.15 คาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมของสาร 5

ตำแหน่งของคาร์บอน	เคมีคอลชิฟต์ $\delta$ (ppm)
C ( 6' )	158.39
C ( 4' )	155.51
C ( 10 )	152.78
C ( 8 )	147.87
C ( 6 )	145.00
C ( 4 )	143.95
C ( 2 )	126.57
C ( 3 )	122.90
C ( 1' )	108.97
C ( 2' )	107.16
C ( 3' )	103.36
C ( 5 )	102.97
C ( 7 )	101.03
C ( 5' )	99.21
C ( 9 )	93.21

จากข้อมูลในตารางที่ 3.14 โปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมของสาร 5 ปรากฏสัญญาณที่  $\delta$  10.18 ppm (s, 1H) และ 9.60 ppm (s, 1H) เป็นไฮดรอกซีโปรตอน (-OH) ที่ตำแหน่ง C(6') และ C(4') จึงทำให้สัญญาณเป็น singlet และมีค่าเคมีคอลชิฟต์สูงกว่าตำแหน่งอื่น สัญญาณที่ 7.59 ppm (d, 1H) เป็นโปรตอนในตำแหน่ง C(3') ซึ่งเกิด coupling กับโปรตอนในตำแหน่ง C(2') ที่ 6.37 ppm (d, 1H) จึงทำให้ split เป็น doublet และมีค่าเคมีคอลชิฟต์สูงเนื่องจากถูกอิทธิพลของหมู่ไฮดรอกซีที่อยู่ใกล้เคียง สัญญาณที่ 7.20, 6.46 ppm (s, 1H) เป็นสัญญาณของโปรตอนในตำแหน่ง C(9) และ C(5) ที่อยู่ใกล้กับออกซิเจน และ split เป็น singlet เพราะไม่ coupling กับโปรตอนอื่น สัญญาณที่ 7.70 ppm เป็นของโปรตอนในตำแหน่ง C(5') ซึ่งถูกแวดล้อมด้วยหมู่ไฮดรอกซีทำให้ชิฟต์ไปไกลและเป็น singlet สัญญาณที่ 6.01 ppm (s, 2H) เป็นโปรตอนในตำแหน่ง C(7) ซึ่งเป็น Secondary carbon ในหมู่ (-CH<sub>2</sub>-) และสัญญาณที่ 3.41 ppm (s, H) เป็นของโปรตอนในตำแหน่ง C(3)

จากข้อมูลในตารางที่ 3.15 คาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมของสาร 5 ปรากฏสัญญาณที่  $\delta$  158.39 ppm และ 155.51 ppm เป็นสัญญาณของคาร์บอนในตำแหน่งที่ C(6') และ C(4') ที่เกิดพันธะกับหมู่ไฮดรอกซี (-OH) สัญญาณที่ 152.78 ppm, 147.87 ppm และ 145.00 ppm เป็นสัญญาณของคาร์บอนที่ตำแหน่งจุดเชื่อมของวงแหวนทั้งสองที่ C(10), C(8) และ C(6) เกิดพันธะเดี่ยวกับออกซิเจน (C-O) สัญญาณที่ 143.95 ppm เป็นสัญญาณของคาร์บอนในตำแหน่ง C(4) สัญญาณที่ 126.57 ppm เป็นของคาร์บอนที่ตำแหน่ง C(2) ซึ่งเกิดพันธะเดี่ยวกับออกซิเจน (C-O) สัญญาณที่ 122.90 ppm เป็นของคาร์บอนในตำแหน่ง C(3) สัญญาณที่ 108.97 ppm เป็นสัญญาณของ C(1') และสัญญาณที่ 107.16, 103.36 ppm เป็นของคาร์บอนในตำแหน่ง C(2') และ C(3') ของวงแอโรแมติกที่เกิดพันธะระหว่างกัน สัญญาณที่ 102.97 ppm เป็นของคาร์บอนที่ตำแหน่ง C(5) ของวงแอโรแมติก สัญญาณที่ 101.03 ppm เป็นของคาร์บอนในตำแหน่ง C(7) ซึ่งเป็น Secondary carbon ส่วนสัญญาณที่ 99.21 และ 93.21 ppm เป็นของคาร์บอนในตำแหน่ง C(5') และ C(9) ซึ่งเป็น Tertiary carbon



จากข้อมูลของ DEPT 90 และ DEPT 135 ปรากฏสัญญาณของ Secondary และ Tertiary carbon ที่ตำแหน่งดังนี้

Secondary carbon ; C(7)

Tertiary carbon ; C(5'), C(3), C(2'), C(3'), C(5), C(9)

ข้อมูลจาก  $^1\text{H}$ - $^1\text{H}$  Cosy และ  $^1\text{H}$ - $^1\text{H}$  Noesy สอดคล้องกับสูตรโครงสร้างของสาร 5 อย่างไรก็ตามสูตรโครงสร้างนี้เป็นการวิเคราะห์จากข้อมูลทั้งหมดที่มีอยู่ มีบางส่วนยังไม่สามารถยืนยันได้แน่นอน เช่น ค่าเคมีคอลชิฟท์ของคาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม ในตำแหน่ง C(3) ว่าเป็นจริงตามที่เสนอหรือไม่

จากข้อมูลต่าง ๆ สาร 5 อาจมีสูตรโครงสร้างดังนี้

