



กลายเป็นพันธุ์ไม้ในตระกูล Zingiberaceae มีชื่อทางวิทยาศาสตร์เรียกว่า Boesenbergia pandurata Roxbs แต่เดิมได้จัดกระจายอยู่ใน Genus Kaempferia เรียกว่า Kaempferia pandurata Roxbs. ต่อมาเมื่อศึกษารายละเอียด พบว่ามีลักษณะเด่นเป็นพิเศษพอที่จะแยกออกจาก Kaempferia ไปอยู่ใน Genus Gastrochilus และเรียกชื่อว่า Gastrochilus panduratus Ridl. และด้วยเหตุผลเดียวกันได้จัดกระจายอยู่ใน Genus Boesenbergia ได้อีก จึงอาจเรียกชื่อหนึ่งชื่อใดในทั้งสามชื่อนี้ได้

ลักษณะโดยทั่ว ๆ ไป กระจายเป็นพันธุ์ไม้ชนิดที่มีลำต้น เป็นเงา เป็นหัว เนื้อข้างในมีสีเหลืองสด มีรากเป็นแห่งกลม ๆ ปลายรี ออกเป็นวง ส่วนลำต้นที่มีใบโอบล้อมกันขึ้นมาขึ้น คุยเป็นพุ่ม แต่ละพุ่มมี ๓-๕ ใบ และแต่ละใบมีก้านแผ่เป็นกาบหุ้มที่โคน กว้างในแต่ยาวประมาณ ๕ เซนติเมตร ใบนอกมักจะสั้นกว่าและหนากว่าใบข้างใน ที่ตัดเข้าใบ รูปรางรีปลายแหลม โคนไม่เท่ากัน และทางด้านหลังใบตรงแกนกลาง มีขนเล็กน้อย ก้านใบยาวประมาณ ๔-๑๒ เซนติเมตร ตอนกลางมองเห็นเป็นร่อง ซอกอกมักสั้นอยู่ในร่องของกาบหุ้ม เพียงแต่ปลายของพุ่มออกมา ก้านข้อมักสั้นมีข้อ ประค้ำยาวประมาณ ๕.๒ เซนติเมตร สีเขียว ก้านดอกนี้มีกลิ่นออกหืดอยู่กับรังไข่ ยาวทั้งสั้นประมาณ ๑.๘ เซนติเมตร ส่วนกลีบชั้นในเป็นหลอดยาวประมาณ ๑.๘ เซนติเมตร ส่วนกลีบแยกยาวประมาณ ๑.๘ เซนติเมตร มีลิ้นห้อย

เป็นพืชที่ปลูกกันทั่ว ๆ ไปใน อินเดีย เอเชีย , มาเลเซีย , อินโดนี , จีน , และประเทศไทย พวกมะละยาเรียกว่า " Temu Kinchi " รากกระจายเป็นส่วนที่นำเอาไปใช้เป็นเครื่องเทศปรุงอาหาร และเครื่องยาต่าง ๆ ได้แก่นำมาปรุงยาดี บำรุงกำลัง และใช้กับสตรีที่เพิ่งคลอด ใช้แก้ไอ ใช้ทำน้ำมันทาแก้โรค Rheumatism และอาการปวดตามกล้ามเนื้อ ประจวบที่ชาวไทยเป็นจำนวนมากที่นำกระจายมาใช้เป็นเครื่องเทศปรุงอาหาร เพราะทำให้มีรสดีขึ้น ประโยชน์ทางยาตามสรรพคุณยาโบราณ -

กล่าวว่า กะชายมีรสเผ็ดร้อนขม ไร้แก่นไร้คใปาก เช่นปากเปื่อย ปากแห้ง ปากแตกระแหง ปากเป็นแผล แก้อาเจียน หัวกะชายมีรสขม แก้ปวดมานในท้อง และบำรุงกำลัง ไร้ปรุงเป็นยาขับปัสสาวะ แก้ปัสสาวะพิการ มีคุณสมบัติคล้ายกับโสมของจีน บางคนเรียกว่า โสมไทย

พืชไม้อื่น ๆ ที่อยู่ใ้ตระกูลเดียวกับกะชาย ซึ่งได้นำเอาไปใช้เป็นเครื่องเทศปรุงอาหาร และไร้เป็นส่วนประกอบของเครื่องทาโบราณวิธีเดียวกันได้แก่ กะชื่อ Zingiber zerumbet Sm. Smith. ได้สกัดรากของกะชื่อแห้งเป็นตะเข็ยคาวเอทิลแอลกอฮอล์ แยกได้ผลึกและ essential oil ปรากฏว่าผลึกเป็นสารพวก sesquiterpene ketone ในพวก Genus Zingiber อีกชนิดหนึ่งได้แก่ ชื่อ Zingiber officinale Roscoe ได้พบว่ามีส่วนประกอบของ essential oil ปรากฏว่าส่วนใหญ่เป็น Terpenes, phellandrene, camphene, sesquiterpene, zingiberene และ zingerone ( 4-hydroxy-5-methoxy-phenyl-ethyl-methyl-ketone ) ซึ่งเป็นสารที่มีกลิ่นฉุนเผ็ดคล้ายกับสารที่ได้นำมาจากพริก

ในพืชตระกูลเดียวกันนี้ แดงอยู่กลาง Genus ได้แก่ ชมิ้น Curcuma zedoaria Roscoe ซึ่ง Sanjiva Rao และผู้ร่วมงานพบว่า essential oil จากรากของชมิ้น ประกอบด้วย d-2-pinene ๑.๕ % , d-camphene ๓.๕ % , cineole ๘.๖ % , d-camphor ๘.๖ % , d-borneol ๑.๕ % , sesquiterpene ๑๑.๐ % และ sesquiterpene alcohol ๘.๔ % และอีกชนิดหนึ่งคือ Curcuma longa Linn. ได้พบว่าประกอบด้วย volatile oil ๕ % , curcumin ซึ่งเป็นผลึกสีเหลือง มีสูตร  $C_{19}H_{21}O_2(OH_2)(OCH_3)$ , starch และ resin

คำศัพท์ Genus Alpinia Yusiro kimura ได้ชื่อเพื่อระลึกถึงเมล็ดที่แห้งบดละเอียดของสม Alpinia chinensis Roscoe พบสารพวก flavonoid ๒ ชนิดคือ izalpinin และ alpinetin อีกชนิดหนึ่งคือ ชื่อ Alpinia officinarum Hance มีคุณสมบัติ volatile oil สีเขียวแกมเหลือง ซึ่งประกอบด้วย cineole, eugenol,

sesquiterpenes, isomerides of cadinene และ Resin ซึ่งประกอบด้วย galangol, kaempferide, galangin และอื่นๆ

พืชใน Genus เดียวกันกระจายได้แก่ เพราะหอม Kaempferia galanga Linn. Puthan และดูรวมงานของเขา ได้สกัดเอา essential oil ออกมา ปรากฏว่าประกอบด้วย ethyl cinnamate, ethyl p-methoxy cinnamate, paraffine hydrocarbon, camphene, 1- $\Delta$ -carene และ borneol สำหรับกระสวย Ridl ได้พบ essential oil ประกอบด้วย methyl cinnamate, และ cineole

จากตัวอย่างวิจัยสารประกอบในพืชตระกูลเดียวกัน จะเห็นว่า มีสารประกอบที่ไม่เหมือนกัน บางชนิดพบสารพวก Terpenes บางชนิดพบสารพวก Flavones และสารทั้งสองนี้ ต่างก็พบว่ามีอยู่ในพืชตระกูลอื่นอีกเป็นจำนวนมาก

สารพวก Flavones เหนือที่ได้นำมาทำการวิจัยมาจนถึงปัจจุบัน พบว่าส่วนใหญ่มีอยู่ในแก่นไม้ของต้นไม้ต่าง ๆ Ahluwalia และดูรวมงานได้พบว่ามีสารจากแก่นไม้ของต้นไม้ชนิด

Pinus gerardiana Wall. ex Lamb มีสารประกอบ Pinostrobin 0.004% และจากแก่นไม้ของต้นไม้ชนิด Pinus griffithii McClell มีสารประกอบ Pinostrobin และ 4-hydroxystilbene Gösta Lindstedt และดูรวมงาน ได้พบ Flavones หลายชนิด ได้แก่ Pinosylvin, pinosylvin monomethyl ether, dihydropinosylvin, dihydropinosylvin monomethyl ether, pinocembrin, chrysin, tectochrysin, pinobanksin, strobobanksin, strobopinin, cryptostrobin และ pinostrobin จากต้นไม้ชนิด Pinus formosa, Pinus bungeana, Thunb.?, Pinus gerardiana Wall. ex. Lamb และ Pinus longifolia Roxb. และต้นไม้ชนิดอื่น ๆ เช่น Pinus strobus Linn. พบว่ามี chrysin, 0.001%, tectochrysin 0.001%, stropinin 0.001%, pinosylvin monomethylether 0.001% และ pinostrobin 0.001% นอกจากพวกต้นไม้แล้ว แก่นไม้ของต้นไม้พวก Fernus avium Linn. ได้พบว่ามีสาร Flavones หลายชนิดด้วยกัน ได้แก่ Quercetin, chrysin, dihydrochrysin, tectochrysin, dihydrotectochrysin, และ sakuranetin

ถึงตัวอย่างที่กล่าวมานี้จะเห็นว่าพืชตระกูลเดียวกัน บางชนิดมีสารประกอบชนิดเดียวกัน บางชนิดมีสารประกอบไม่เหมือนกัน แต่พบว่ามีการประกอบชนิดเดียวกันอยู่ในพืชที่ต่างตระกูลกัน สำหรับกระดาษ แม้ว่าจะได้มีผู้วิจัย essential oil แล้วยังตาม แต่ก็ได้วิจัยมาแล้วเป็นเวลานาน คงจะมีสารประกอบอื่น ๆ ที่มีสรรพคุณในทางยาอยู่บ้าง เพราะว่าใช้กระดาษในการปรุงยาได้ ในเมืองไทยกระดาษเป็นพันธุ์ไม้ที่หาง่าย ราคาถูก และใช้กันมาก



\* การสกัดกระชาย (Extraction)

๑.๑ สกัดด้วยปิโตรเลียม อีเทอร์ ๔๐-๖๐

นำกระชายแห้งบดละเอียดหนัก ๓ กิโลกรัม ด้วยปิโตรเลียม อีเทอร์จำนวน ๔๐ ลิตร แช่ไว้นาน ๗ วัน และเขย่าเป็นครั้งคราว นำไปกรอง แล้วกลั่นเอาปิโตรเลียม อีเทอร์ ออกจนเหลือสารละลาย ๔๐๐ มิลลิลิตร ตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน จะได้ผลิตภัณฑ์น้ำมันเอทอกมา กรอง แยกเอาตะกอนออกแล้วนำไปละลายในปิโตรเลียม อีเทอร์จำนวนเล็กน้อย เพื่อแยก เอาส่วนที่เป็นน้ำมันออกไป นำเอากระชายที่ได้สกัดครั้งแรกแล้วนี้ไปสกัดด้วยปิโตรเลียม อีเทอร์ซ้ำอีก ๒ ครั้ง จะพบว่าในครั้งสุดท้ายมีผลึกออกมาเล็กน้อย มีใช้น้ำมันเป็นส่วนใหญ่ จากการสกัด ๓ ครั้ง จะได้สารดังนี้

น้ำหนักของกระชายแห้งบดละเอียด	๓๐๐๐	กรัม
ปริมาณของปิโตรเลียม อีเทอร์	๔๐,๐๐๐	มิลลิลิตร
ผลึกที่ยังไม่บริสุทธิ์	๔๕	กรัม
น้ำมัน	๕๐	กรัม

๑.๒ สกัดด้วยอะซิโตน

นำกระชายที่ได้สกัดด้วยปิโตรเลียม อีเทอร์มาแล้วตามวิธี ๑.๑ ไปแช่ไว้ด้วย อะซิโตนจำนวน ๑๐ ลิตร นาน ๗ วัน เขย่าเป็นครั้งคราว กรอง แล้วกลั่นเอา อะซิโตนออกจนสารละลายเหลือ ๔๐๐ มิลลิลิตร ตั้งทิ้งไว้ จะได้ของแข็งแยกออกมา กับน้ำมัน กรองแล้วล้างด้วยอะซิโตนจำนวนน้อย เพื่อแยกเอาน้ำมันออกไปให้มากที่สุด ส่วนกากของกระชายที่ได้ถูกสกัดด้วยอะซิโตนตามที่กล่าวมานี้ ได้ทำการสกัดเป็นเตี๋ยกัน อีก ๒ ครั้ง และทำการแยกเอาสารออกด้วยวิธีเดียวกัน ผลที่ได้จากการสกัด ๓ ครั้ง เป็นดังนี้

ปริมาณของกะชายที่สกัดตามวิธี ๑.๑ แล้ว	๒๘๖๐	กรัม
ปริมาณของอะซีโตน	๑๐,๐๐๐	มิลลิลิตร
ผลิตภัณฑ์ยังไม่บริสุทธิ์	๖	กรัม
น้ำมัน	๑๘	กรัม

๒. การทำให้สารบริสุทธิ์ ( Purification )

๒.๑ วิธีทำให้สารจากการสกัดด้วยปิโตรเลียม อีเทอร์บริสุทธิ์

ตกผลึกสารที่ได้จากการสกัดด้วยปิโตรเลียม อีเทอร์ ๑๕ กรัม ในอะซีโตน-ปิโตรเลียม อีเทอร์ ( ๑:๑๐ ) ตกผลึก ๕ ครั้ง ผลที่สุดจะได้ผลึกรูปเข็มสีขาว มีจุดหลอมเหลว ๑๐๐-๑๐๑ องศาเซลเซียส ( ๐.๓ ٪ โดยน้ำหนักของหัวกะชายแห้ง ) กำหนดให้เป็นสาร ( ก ) ส่วน mother liquor เป็นน้ำมันสีน้ำตาล เป็นส่วนที่มีกลิ่นของกะชายเหมือนกับที่แยกได้ในตอนแรกจำนวน ๕ กรัม

๒.๒ วิธีทำให้สารจากการสกัดด้วยอะซีโตนบริสุทธิ์

ตกผลึกสารที่สกัดด้วยอะซีโตนหนัก ๖ กรัม ในเอทิลแอลกอฮอล์ ๕ ครั้ง ผลที่สุดจะได้ผลึกรูปเข็มสีขาว มีจุดหลอมเหลว ๒๒๑-๒๒๒ องศาเซลเซียส ( ๐.๖ ٪ โดยน้ำหนักของหัวกะชายแห้ง ) กำหนดให้เป็นสาร ( ข ) ส่วน mother liquor เป็นน้ำมันสีน้ำตาล เป็นส่วนที่มีกลิ่นของกะชายเหมือนกับที่แยกได้ในตอนแรกหนัก ๑ กรัม

๓. การวิเคราะห์หาสูตรโครงสร้างของสาร ( ก )

๓.๑ ตรวจหาคุณสมบัติทางกายภาพ

สาร ( ก ) เป็นผลึกรูปเข็มสีขาว เป็นเงา ค่อนข้างเบา มีจุดหลอมเหลวคงที่ที่ ๑๐๐-๑๐๑ องศาเซลเซียส ไม่ละลายน้ำ แต่ละลายได้ดีใน organic solvent เช่น อีเทอร์ , แอลกอฮอล์ , และคลอโรฟอร์ม ฯลฯ และเมื่อนำไปตรวจหาธาตุโดยวิธี Lassign Test พบว่าไม่มีธาตุอื่นนอกจาก คาร์บอน , และไฮโดรเจน และ

จากการวิเคราะห์หาเปอร์เซ็นต์ของธาตุพบว่ามี

$$C = 76.04\% \quad H = 5.76\% \quad O = 18.20\%$$

$$-O-CH_3 = 30.06\%$$



๓.๒ ตรวจหา Functional group

ตรวจพบว่ามี Phenolic OH group

ตรวจ Flavone เอสาร(ก) ๐.๑ มิลลิกรัม ละลายในเมทิลแอลกอฮอล์ ๑ มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นเล็กน้อย ๑-๒ ซีซี แล้วหยดกรดเกลือเข้มข้น ๑-๒ หยด ปรากฏว่าไอสารละลายเป็นสีเข้มแดง

เปรียบเทียบกับกรดไนตริกเข้มข้น ไอสาร(ก) ๐.๑ มิลลิกรัม ลงในหลอดทดลอง เติมน้ำกลั่นเข้มข้น ๑-๕ มิลลิลิตร เขย่า ไอสารละลายสีน้ำเงินเข้ม

๓.๓ การสังเคราะห์อนุพันธ์ ( Derivatives )

Methylate สาร(ก) ด้วย diazomethane

ละลายสารที่จะ methylate หนัก ๐.๒๕ กรัมในอีเทอร์ ๑๐ มิลลิลิตร ใน conical flask ๒๕๐ มิลลิลิตร คอย ๆ เติมน้ำกลั่นละลาย diazomethane ในอีเทอร์ ลงจนไอสารละลายสีเหลืองอย่างถาวร ตั้งทิ้งไว้ค้างคืน แล้วเอาจากลิ้นใต้อีเทอร์ออกไปให้หมด นำเอาส่วนที่เหลือไปคกกลั่นในอะซีโตน-ปีโตรเลียม ซีเทอร์ ( ๑ : ๑๐ ) จะได้น้ำมันรูปแว่นสีขาวขุ่นเหลว ๑๐๐-๑๐๑ ° ไม่เปลี่ยนแปลงจุดหลอมเหลวเมื่อผสมกับ สารเคมึ แสดงว่าเป็นสารเคมึ ดังนั้น methylate วิธีนี้ไม่ได้ผล

Methylate สาร(ก) ด้วย dimethyl sulfate

ละลายสาร(ก) ๑ กรัมในอะซีโตนแห้ง ๕๐ มิลลิลิตร เติมน้ำ dimethyl sulfate ๕ กรัม และ anhydrous potassium carbonate ๑๕ กรัม นำไป reflux นาน ๑๐ ชั่วโมง กรองขณะที่ reaction mixture ยังอุ่นอยู่ ใส่อะซีโตนแห้งจำนวน

๒๕ มิลลิลิตร เขย่าอีกก่อนที่อยู่ในขวด เพื่อล้างเอาorganic materials ออกมา  
 ให้หมด ทำแบบนี้ ๒ ครั้ง นำเอาสารละลายที่กรองได้ทั้งหมดไประเหยเอาตัวทำละลายออก  
 จนหมด จะได้สารสีเหลืองอ่อนจำนวน ๐.๕ กรัม นำไปตกผลึกในอะซีโตน-อีไทรเลียม  
 อีเทอร์ ( ๑ : ๑๐ ) ๔ ครั้ง จะได้ผลึกรูปเข็มสีขาวจุดหลอมเหลว ๑๔๕-๑๔๖° จำนวน  
 ๐.๖ กรัม จากการวิเคราะห์หาเปอร์เซ็นต์คาร์บอน และไฮโดรเจน และ methoxy  
 group พบว่า

$$C = ๗๓.๑๘ \% \quad H = ๕.๗๕ \% \quad O = ๒๑.๐๗ \%$$

$$-O-CH_3 = ๒๖.๑๕ \%$$

Acetylate สาร(ก) ด้วย acetyl chloride

ใส่สาร(ก) ๑ กรัมในขวดกลมขนาด ๒๕๐ มิลลิลิตรที่มี reflux condenser  
 และมี anhydrous calcium chloride tube ติดอยู่ด้วย ใส่ acetyl chloride  
 ๕๐ มิลลิลิตร นำไป reflux นาน ๑๐ ชั่วโมง แล้วนำไปกลั่นภายใต้ความดันต่ำ ๆ  
 เพื่อให้ acetyl chloride ออกจนหมด จะได้สารสีน้ำตาลหนัก ๐.๕ กรัม นำไปตกผลึก  
 ในเอทิลแอลกอฮอล์ ๔ ครั้ง จะได้ผลึกรูปเข็มสีขาวจุดหลอมเหลว ๑๔๗-๑๔๘° จำนวน ๐.๕  
 กรัม ผลของการวิเคราะห์หาเปอร์เซ็นต์คาร์บอน, ไฮโดรเจน และ acetyl group  
 ได้ดังนี้

$$C = ๖๕.๒๐ \% \quad H = ๕.๒๗ \% \quad O = ๒๕.๕๓ \%$$

$$-CO-CH_3 = ๑๔.๕ \%$$

๓.๔ Degradation

Hydrolysis ของmethyl ether ของสาร(ก) ด้วย ๑๐% sodium hydroxide

ละลาย methyl ether ของสาร(ก) ๑ กรัมในเอทิลแอลกอฮอล์ ๕๐ มิลลิลิตร  
 ในขวดกลั่นขนาด ๕๐๐ มิลลิลิตร เขย่าและอุ่นจนสารละลายหมด เติม ๑๐% sodium  
 hydroxide ๑๕๐ มิลลิลิตร จะได้สารละลายสีแดง นำไปกลั่นโดยใช้ไอน้ำ กลั่นเอา



benzaldehyde ออกจนหมด จะสังเกตเห็นว่าสารละลายเปลี่ยนจากสีแดงเป็นสีเหลืองอ่อน  
 ใช้เวลานาน ๒ ชั่วโมง ภายหลังที่กลั่นแล้ว นำเอาสิ่งที่กลั่นได้ไปสกัดด้วยอีเทอร์  
 ทำให้ ether extract แห้งด้วย anhydrous sodium sulfate แล้วกลั่นอีเทอร์  
 ออกจนหมด แบ่งส่วนที่เหลือเอาไปทำปฏิกิริยากับสารละลาย 2,4-dinitrophenylhy-  
 drazone ที่เตรียมไว้ใหม่ ๆ จะได้ตะกอนสีเหลือง กรองตะกอนด้วย suction  
 จมแห้ง นำไปตกผลึกในเบเนซีน ๒ ครั้ง จะได้ผลึกรูปเข็มสีชมพูหลอมเหลว ๒๖๕°  
 เป็นสารเดียวกับ 2,4-dinitrophenylhydrazone ของ benzaldehyde ทั้งส่วนที่  
 เหลือในหม้อกลั่นทิ้งไว้ให้เย็น แล้วเอาไปทำให้เป็นกรกด้วยกรกเกลือเข้มข้น ๒ ซี. จนสาร  
 ละลายมีฤทธิ์เป็นกรก จะสังเกตเห็นตะกอนสีเทาเกิดขึ้น กรองตะกอนด้วย suction  
 ล้างด้วยน้ำ จนน้ำที่ล้างไม่มีฤทธิ์เป็นกรก ทำให้แห้งได้สารหนัก ๐.๒ กรัม แล้วนำไปตก  
 ผลึกในบีโตรเลียมอีเทอร์ ๔ ครั้ง จะได้ผลึกรูปเข็มสีขาวหลอมเหลว ๔๐-๔๑° จำนวน  
 ๐.๔ กรัม

Hydrolysis สาร(ก) ด้วย ๑๐% sodium hydroxide

ใส่สาร(ก) ๑ กรัมในขวดกลั่น ๕๐๐ มิลลิลิตร ใส่เอทิลแอลกอฮอล์ ๔๐ มิลลิลิตร  
 เขย่าและอุ่นจนสารละลายหมด เติม ๑๐% sodium hydroxide ๑๕๐ มิลลิลิตร จะได้  
 สารละลายสีแดง นำไปกลั่นโดยวิธีไอน้ำ กลั่นเอา benzaldehyde ที่เกิดออกจนหมด  
 ใช้เวลานาน ๒ ชั่วโมง ตั้งส่วนที่เหลือในหม้อกลั่นทิ้งไว้ให้เย็น แล้วเอาไปทำให้เป็นกรก  
 ด้วยกรกเกลือ ๒ ซี. จนสารละลายเป็นกรก จะได้สารสีน้ำตาลมีลักษณะเป็นน้ำมัน ไม่  
 สามารถ identify ได้

Hydrolysis สาร(ก) ด้วย ๑๐% hydrochloric acid

ละลายสาร(ก) ๑ กรัมในเอทิลแอลกอฮอล์ ๔๐ มิลลิลิตร ในขวดกลั่น ๕๐๐ มิลลิลิตร  
 เขย่าและอุ่นจนสารละลายหมด เติม ๑๐% hydrochloric acid ๑๐๐ มิลลิลิตร  
 ได้สารละลายใสไม่มีสี นำไปกลั่นโดยวิธีไอน้ำนาน ๒ ชั่วโมง ไม่ปรากฏว่ามี benzal-  
 dehyde เกิดขึ้น ส่วนที่เหลือในหม้อกลั่นตั้งทิ้งไว้ให้เย็น สกัดด้วยอีเทอร์ครั้งละ ๑๕๐  
 มิลลิลิตร ๔ ครั้ง ล้าง ether extract ด้วยน้ำกลั่น จนน้ำที่ล้างไม่มีฤทธิ์เป็นกรก

ทำให้ ether extractแห้งด้วย anhydrous sodium sulfate แล้วกลั่นใสอีเทอร์ออกจนหมด สิ่งที่เหลือเป็นตะกอนสีขาวจำนวน ๐.๕ กรัม นำไปตกผลึกในอะซีโตน-ปีโตรเลียมอีเทอร์ ( ๑ : ๑๐ ) จะได้ผลึกรูปเข็มสีขาวจุดหลอมเหลว ๑๐๐-๑๐๑° ปรากฏว่าเป็นสารเดิม

### การสังเคราะห์ Phloracetophenone <sup>๒</sup>

ละลาย phloroglucinol ที่แห้ง ๒๐ กรัม ( ๐.๑๖ moles ) ในอีเทอร์แห้ง ๔๐ มิลลิลิตร ใส่ acetonitrile ๑๓ กรัม ( ๐.๑๖ moles ) และ anhydrous zinc chloride ๘ กรัม ( ๐.๐๖๕ moles ) ทั้งหมดนี้อยู่ในขวดปากกว้างขนาด ๕๐๐ มิลลิลิตร จากนั้นอยู่ในน้ำแข็งปนเกลือ ผ่านก๊าซไฮโดรเจนคลอไรด์แห้งลงไปพร้อมทั้งเขย่าเป็นครั้งคราว ต้องทำให้ reaction flask มีอุณหภูมิ ๐° ตลอดเวลา ผ่านก๊าซไฮโดรเจนคลอไรด์แห้งนาน: ๒ ชั่วโมง แล้วตั้งทิ้งไว้ในตู้น้ำแข็ง ๒๔ ชั่วโมง หลังจากนั้นเอาไปผ่านก๊าซไฮโดรเจนคลอไรด์แห้งอีกนาน ๒ ชั่วโมง แล้วเก็บไว้ในตู้น้ำแข็งเป็นเวลา ๓ วัน จะได้ตะกอนสีส้มของ ketimine hydrochloride กับเอซีเทอร์ที่เหลือออก แล้วล้างด้วยอีเทอร์แห้งอีก ๒ ครั้ง ๆ ละ ๒๐ มิลลิลิตร

เอาของแข็งที่ได้ไปใส่ในขวดก้นกลม ๒ ลิตร ใส่ น้ำร้อน ๑ ลิตร reflux เป็นเวลานาน ๓ ชั่วโมง เสร็จแล้วเติม animal charcoal ๔ กรัม ต้มสารละลายให้เดือดอีก ๕ นาที กรองขณะร้อนด้วย suction ส่วนที่เหลือบนกระดาษกรองเอาไปสะกัดด้วยน้ำร้อนจำนวน ๑๕๐ มิลลิลิตร อีก ๒ ครั้ง กรองด้วย suction รวมสารละลายที่กรองไว้ทั้งหมดเข้าด้วยกัน ตั้งทิ้งไว้ค้างคืน จะได้ผลึกรูปเข็มสีเหลืองอ่อน กรองด้วย suction แล้วนำไปอบให้แห้งในตู้เย็นที่อุณหภูมิ ๑๒๐° จะได้สารสีเหลืองอ่อนจำนวน ๒๐ กรัม จุดหลอมเหลว ๒๑๕° (Yield ๗๕-๘๐%)

### การสังเคราะห์ 2-hydroxy-4,6-dimethoxyacetophenone จาก phloracetophenone

ใช้ phloracetophenone ๕ กรัม ( ๐.๐๑ moles ) ใส่ลงในขวดก้นกลมขนาด ๒๕๐ มิลลิลิตร ใส่อะซีโตนแห้ง ๕๐ มิลลิลิตร ใส่ dimethyl sulfate ๑๐ กรัม ( ๐.๐๙๔ moles ) และ anhydrous potassium carbonate ๑๖ กรัม ( ๐.๐๘๖ moles ) นำไป reflux นาน ๑๐ ชั่วโมง แล้วกรองขณะที่ reaction-

mixture ยังอุ่นอยู่ ใสอะซิโตนแห้งอีก ๒๕ มิลลิลิตร เขย่ากับตะกอนที่อยู่ในขวดเพื่อล้างเอา organic materials ออกให้หมด นำเอาสิ่งนี้กรองใส่ทั้งหมดไประเหยเอาตัวทำละลายออกจนหมด จะได้สารสีขาวจำนวน ๔ กรัม นำไปตกผลึกด้วยปิโตรเลียม อีเทอร์ ๓ ครั้ง จะได้ผลึกรูปเข็มสีขาวจุดหลอมเหลว ๘๐-๘๑ °C หนัก ๒.๘ กรัม (Yield ๘๖.๗%)

การสังเคราะห์ 2-hydroxy-4,6-dimethoxychalcone

ใส่ 2-hydroxy-4,6-dimethoxyacetophenone ๒ กรัม (๐.๐๑ moles) ใน conical flask ๒๕๐ มิลลิลิตร เติม ๑๐% sodium hydroxide ๒๐ มิลลิลิตร (๐.๐๕ moles) เขย่าและอุ่นจนสารละลายใน sodium hydroxide หมด ใส่ benzaldehyde ที่ใส่ทำให้บริสุทธิ์แล้ว ๑.๑ กรัม (๐.๐๑ moles) นำไปอุ่นที่อุณหภูมิ ๒๐-๓๐ °C พร้อมทั้งเขย่าเป็นเวลานาน ๒ ชั่วโมง จะได้ตะกอนสีเหลืองเข้ม คั่งทิ้งไว้ให้เย็น กรองด้วย suction ล้างตะกอนด้วยอีเทอร์ ๑๐ มิลลิลิตร ทำให้แห้งแล้วคนตะกอนกับ ๖ N hydrochloric acid ๒๐ มิลลิลิตร เพื่อทำลาย sodium salt และล้าง กรองตะกอนด้วย suction ล้างด้วยน้ำจนน้ำที่ล้างไม่มีฤทธิ์เป็นกรด ทำให้แห้งจะได้สารหนัก ๑.๕ กรัม นำไปตกผลึกในเอทิลแอลกอฮอล์ พอกสีด้วย animal charcoal จะได้ผลึกรูปเข็มสีเหลืองเข้มจำนวน ๑.๒ กรัม มีจุดหลอมเหลว ๘๘-๘๐ °C คั่ง mother liquor ทิ้งไว้จะได้ผลึกสีเหลืองอ่อน ซึ่งเมื่อนำไปตกผลึกในอะซิโตน-ปิโตรเลียมอีเทอร์ (๑ : ๑๐) ๓ ครั้ง จะได้ผลึกสีขาวจุดหลอมเหลว ๑๔๕-๑๔๖ °C จำนวน ๐.๑๕ กรัม

การสังเคราะห์ 2,4,6-trimethoxychalcone

ใส่ phloracetophenone ๑.๒ กรัม (๐.๐๑ moles) ใน conical flask ๒๕๐ มิลลิลิตร เติม ๑๐% sodium hydroxide ๒๐ มิลลิลิตร (๐.๐๑ moles) เขย่าและอุ่นจนสารละลายหมด เติม benzaldehyde ที่ใส่ทำให้บริสุทธิ์แล้ว ๑.๑ กรัม (๐.๐๑ moles) อุณหภูมิ ๒๐-๓๐ °C พร้อมทั้งคนตลอดเวลา ๒ ชั่วโมง จะได้สารละลายสีแดงเข้ม คั่งทิ้งไว้ให้เย็น แล้วนำไปทำให้เป็นกรดด้วย hydrochloric acid ๖ N จนสารละลายเป็นกรด จะได้สารเป็นยางเหนียวสีแดงเข้ม สารสีแดงเข้มไม่สามารถทำให้บริสุทธิ์ได้

การ Cyclise 2-hydroxy-4,6-dimethoxychalcone

ละลาย 2-hydroxy-4,6-dimethoxychalcone ๑.๕ กรัม  
( ๐.๐๐๕ moles ) ในเอทิลแอลกอฮอล์ ๕๐ มิลลิลิตร ในขวดกลมขนาด ๒๕๐ มิลลิลิตร  
ใส่ ๒ M hydrochloric ๒๐ มิลลิลิตร นำไป reflux ๓๐ ชั่วโมง แล้วนำไปกลั่น  
ภายใต้ความดันต่ำ ๆ เพื่อไล่เอทิลแอลกอฮอล์ออกจนหมด เติมน้ำลงในสารละลายที่เหลือ  
จนสารละลายขุ่น ตั้งทิ้งไว้จนตกตะกอน กรองด้วย suction ล้างด้วยน้ำจนหมดกรก  
น้ำให้แห้ง แล้วทำให้บริสุทธิ์ด้วยการตกผลึก ไทอะซีโกล-ปีโตรเลียม อีเทอร์ ( ๑ : ๑๐ )  
๓ ครั้ง จะได้ผลึกสีขาวรูปเข็มจุดหลอมเหลว ๑๕๕-๑๕๖° จำนวน ๑ กรัม

การสังเคราะห์ Cinnamyl chloride ทำการทดลองวิธีเดียวกันกับการสังเคราะห์  
Benzoyl chloride

ใส่ cinnamic acid ๓๕ กรัม ( ๐.๕ moles ) ลงในขวดกลมขนาด ๕๐๐  
มิลลิลิตร เติม thionyl chloride ๒๐ กรัม ( ๐.๕ moles ) แล้วต่อ  
condenser ที่มี anhydrous calcium chloride tube อยู่ข้างบน นำไป reflux  
๕ ชั่วโมง กลั่นไล่ thionyl chloride แล้วเอาไปกลั่นภายใต้ความดันต่ำ ๆ  
จะได้ cinnamyl chloride กลั่นออกมาที่อุณหภูมิ ๑๗๕° ความดัน ๑๐ m.m. ปรอท  
จำนวน ๔๒ กรัม ( Yield ๕๔% )

ความพยายามในการสังเคราะห์ 5,7-dihydroxyflavanone โดยวิธี Fridel  
Craft

ใส่ phloroglucinol ๑.๒๒ กรัม ( ๐.๐๑ moles ) ในขวด ๒ คนขนาด  
๒๕๐ มิลลิลิตร ซึ่งมี separatory funnel ติดอยู่ข้างบน ใส่ nitrobenzene  
๒๐ มิลลิลิตร ขวดนี้แนะนำให้เขย่าน้ำแข็งปนเกลือจนสารละลายมีอุณหภูมิ ๐° คนสาร  
ละลายด้วย magnetic stirrer ใส่ anhydrous aluminium chloride  
๓.๒ กรัม ( ๐.๐๒๕ moles ) ค่อย ๆ หยดสารละลายของ cinnamyl chloride  
๑.๕ กรัม ( ๐.๐๐๕ moles ) ใน nitrobenzene ๓๐ มิลลิลิตร ลงไปใน

reaction flask ทาง dropping funnel ทีละน้อย ๆ เป็นเวลา ๒ ชั่วโมง  
 พร้อมกับคนควม magnetic stirrer และนำ reaction flask ให้เย็นตลอดเวลา  
 หลังจากนั้นคนสารละลายต่อไปและทิ้งไว้ ๒ ชั่วโมง แล้วอุ่น reaction mixture  
 ที่อุณหภูมิ ๘๐-๘๐° นาน ๑๐ ชั่วโมง ตั้งทิ้งไว้ให้เย็น เสร็จแล้วละลายลงไปใบ ๓ หู  
 hydrochloric acid ๘๐๐ มิลลิลิตร มีน้ำแข็งปนเป็นอุทกยพรมกับคนให้ทั่วเมื่อปฏิกิริยา  
 สงบแล้ว จะได้อะไรละลายสีแดงเข้มในชั้นของไนโตรเจน และในชั้นของน้ำได้อะไรละลาย  
 สีเหลืองขุ่น นำชั้นที่เป็นน้ำไปสกัดด้วยอีเทอร์ครั้งละ ๑๐๐ มิลลิลิตร ๕ ครั้ง ล้าง  
 ether extract ด้วย ๕ % sodium bicarbonate ๒ ครั้ง แล้วล้างด้วยน้ำ ๓ ครั้ง  
 นำให้แห้งด้วย anhydrous sodium sulfate กรองเอาสารละลายที่กรองได้ไปกลั่นใต้  
 อีเทอร์ออกจนหมด จะได้ของเหลวสีแดง นำไปกลั่นโดยใจใส่น้ำ เพื่อไล่น้ำมันออก  
 จะได้ของแข็งสีแดงที่ไม่สามารถ identify ได้

การวิเคราะห์หาสูตรโครงสร้างสาร (๒) จุกหลอมเหลว ๒๒๑-๒๒๒



๔.๑ ตรวจสอบสมบัติทางกายภาพ

ลักษณะผลึกของสาร เป็นรูปเข็มเล็ก ๆ สีขาวเบา มีจุดหลอมเหลวคงที่ที่ ๒๒๑-๒๒๒  
 ไม่ละลายน้ำ แต่ละลายได้บ้างใน organic solvent เช่น อีเทอร์, แอลกอฮอล์ และ  
 กลีเซอรอล เป็นสารที่ประกอบด้วยคาร์บอนและไฮโดรเจน และจากการวิเคราะห์หา  
 เปอร์เซ็นต์องค์ประกอบพบว่า

$$C = ๗๖.๖๐ \% \quad H = ๕.๕๐ \% \quad O = ๑๗.๙๐ \%$$

$$-O-CH_3 = ๑๑.๕๐ \%$$

๔.๒ การหา Functional group

ตรวจพบว่ามี Phenolic OH group และเป็นสารประกอบพวก Fla-  
 vanone โดยวิธีเดียวกับที่กล่าวมาแล้วในหัวข้อ ๓.๒ และให้สีเดียวกับกรดไนตริกเข้มข้น

### ๔.๓ การสังเคราะห์อนุพันธ์ ( Derivatives )

#### Methylate สาร(๗) ด้วย diazomethane

ใส่สารที่จะ methylate หนัก ๐.๒๕ กรัม ในขวดปากกว้างขนาด ๒๕๐ มิลลิลิตร ที่มีจุกคอรั้งจุก ใส่สารละลาย diazomethane ในอีเทอร์ที่ได้เตรียมไว้ที่แฉ่องในสารที่จะ methylate จนได้สารละลายสีเหลืองอย่างदार ตั้งทิ้งไว้ค้างคืนแล้วเอามาคลั่นใส่อีเทอร์ออกไปให้หมด นำเอาส่วนที่เหลือไปตกผลึกในเอทิลแอลกอฮอล์ จะได้ผลึกหยาบสีขาว รุกหลอมเหลว ๒๖๑-๒๖๒° ไม่เปลี่ยนแปลง รุกหลอมเหลวเมื่อผสมกับสารเดิม แสดงว่า methylate วัจนไม่โคผล

#### Methylate สาร(๘) ด้วย dimethyl sulfate

ละลายสารสาร(๘) ๑ กรัม ในอะซีโตนแห้ง ๑๐๐ มิลลิลิตร ในขวดกลมขนาด ๒๕๐ มิลลิลิตร เติม dimethyl sulfate ๕ กรัม และ anhydrous potassium carbonate ๑๕ กรัม นำไป reflux นาน ๑๐ ชั่วโมง กรองขณะที่ reaction mixture ยังร้อนอยู่ แล้วใส่อะซีโตนแห้งจำนวน ๒๕ มิลลิลิตร ตั้งตะกอนที่อยู่ในขวด ๒ ครั้ง จะได้ผลึกหยาบสีขาว รุกหลอมเหลว ๑๔๕-๑๔๖° จำนวน ๐.๕ กรัม เมื่อทำ mixed melting point กับ methyl ether ของสาร(๘) ปรากฏว่าเป็นสารเดียวกัน จากการวิเคราะห์หาเปอร์เซ็นต์คาร์บอน, และไฮโดรเจนพบว่า

$$C = ๗๑.๗๐\% \quad H = ๕.๘๐\% \quad O = ๒๒.๕๐\%$$

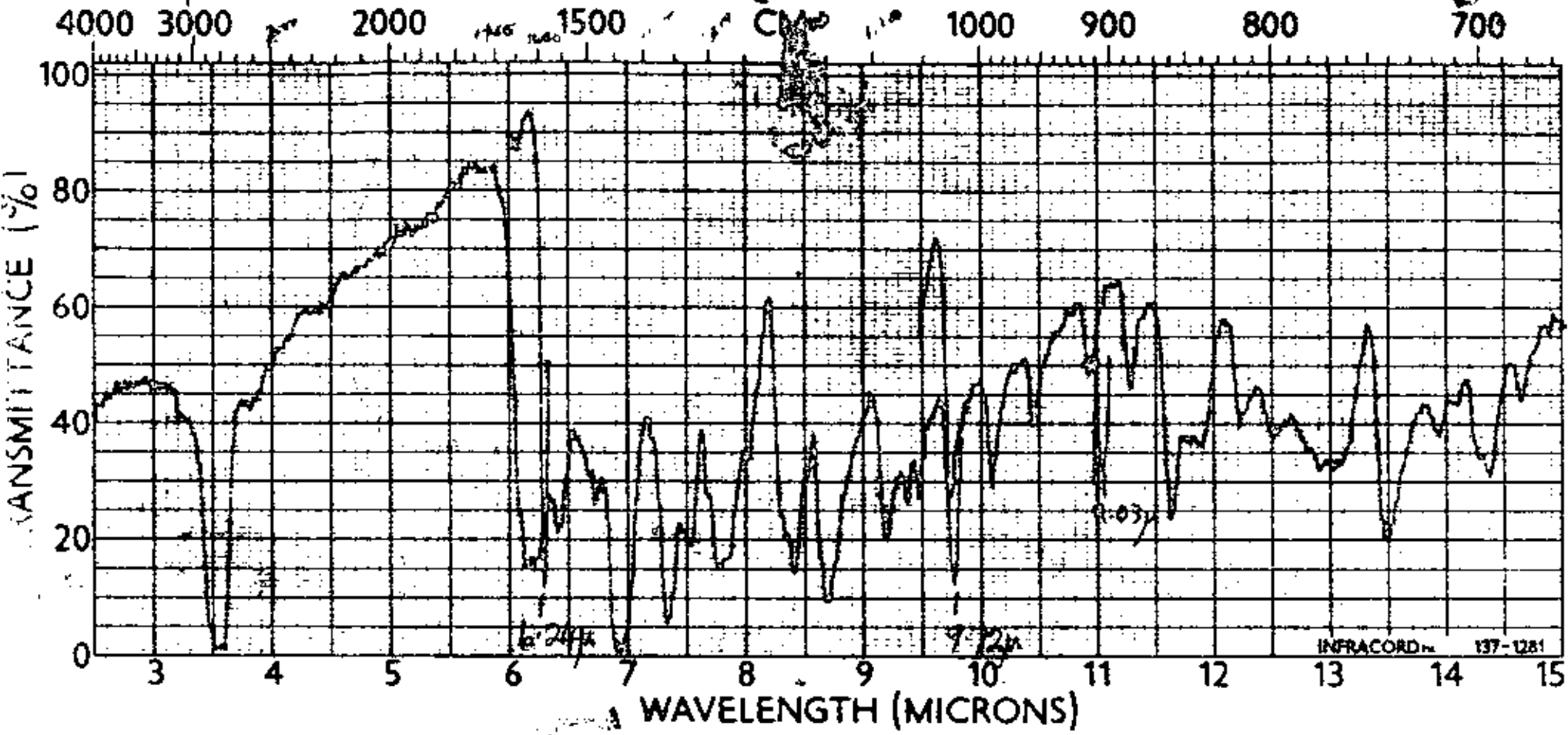
### ๔.๔ Degradation

#### Hydrolysis methyl ether ของสาร(๗) ด้วย ๑๐% sodium hydroxide

ใส่ methyl ether ของสาร(๗) ๑ กรัม ในขวดกลั่น ๕๐๐ มิลลิลิตร ใส่เอทิลแอลกอฮอล์ ๕๐ มิลลิลิตร เติมน้ำและอุณหภูมิละลายหยด ใส่ ๑๐% sodium hydroxide ๑๕๐ มิลลิลิตร จะได้สารละลายสีแดง นำไปกลั่นโดยวิธีไอน้ำ กลั่นเอา benzaldehyde ออกจนหมด สารละลายเปลี่ยนจากสีแดงเป็นสีเหลืองอ่อน ใช้เวลานาน ๒ ชั่วโมง

ภายหลังที่กลั่นเสร็จแล้ว นำเอาสิ่งที่กลั่นได้ไปสกัดด้วยอีเทอร์ ทำ ether-extract  
 ในแห้งด้วย anhydrous sodium sulfate กรอง แล้วกลั่นไล่อีเทอร์ออกจนหมด แบ่งส่วน  
 ที่เหลือเอาไปทำปฏิกิริยากับสารละลาย 2,4-dinitrophenylhydrazine ที่เตรียมใหม่ ๆ  
 จะได้อะกอนสีเหลือง กรองตะกอนด้วย suction จนแห้ง นำไปตกผลึกในเบนซีน ๒ ครั้ง  
 จะได้อะกอนรูปเข็มสีส้มจุดหลอมเหลว ๒๓๔° เป็นสารเดียวกับ 2,4-dinitrophenylhydra-  
 zone ของ benzaldehyde ครึ่งส่วนที่เหลือในหม้อกลั่นทิ้งไว้ให้เย็น แล้วเอาไปทำให้  
 เป็นกรดด้วย ๖ N hydrochloric acid จนสารละลายมีจุดขี้เป็นกรด ได้อะกอนสีเทา  
 กรองตะกอนด้วย suction ล้างด้วยน้ำจนน้ำที่ล้างไม่มีจุดขี้เป็นกรด ทำให้แห้ง ได้สาร  
 หนัก ๐.๖ กรัม นำไปตกผลึกด้วยปิโตรเลียม อีเทอร์ ๔ ครั้ง จะได้อะกอนรูปเข็มสีขาว  
 จุดหลอมเหลว ๔๐-๔๑° จำนวน ๐.๔ กรัม นำไปทำ mixed melting point กับสาร  
 ที่ได้จาก hydrolysis methyl ether ของสาร(ก) ปรากฏว่าจุดหลอมเหลวไม่เปลี่ยนแปลง.

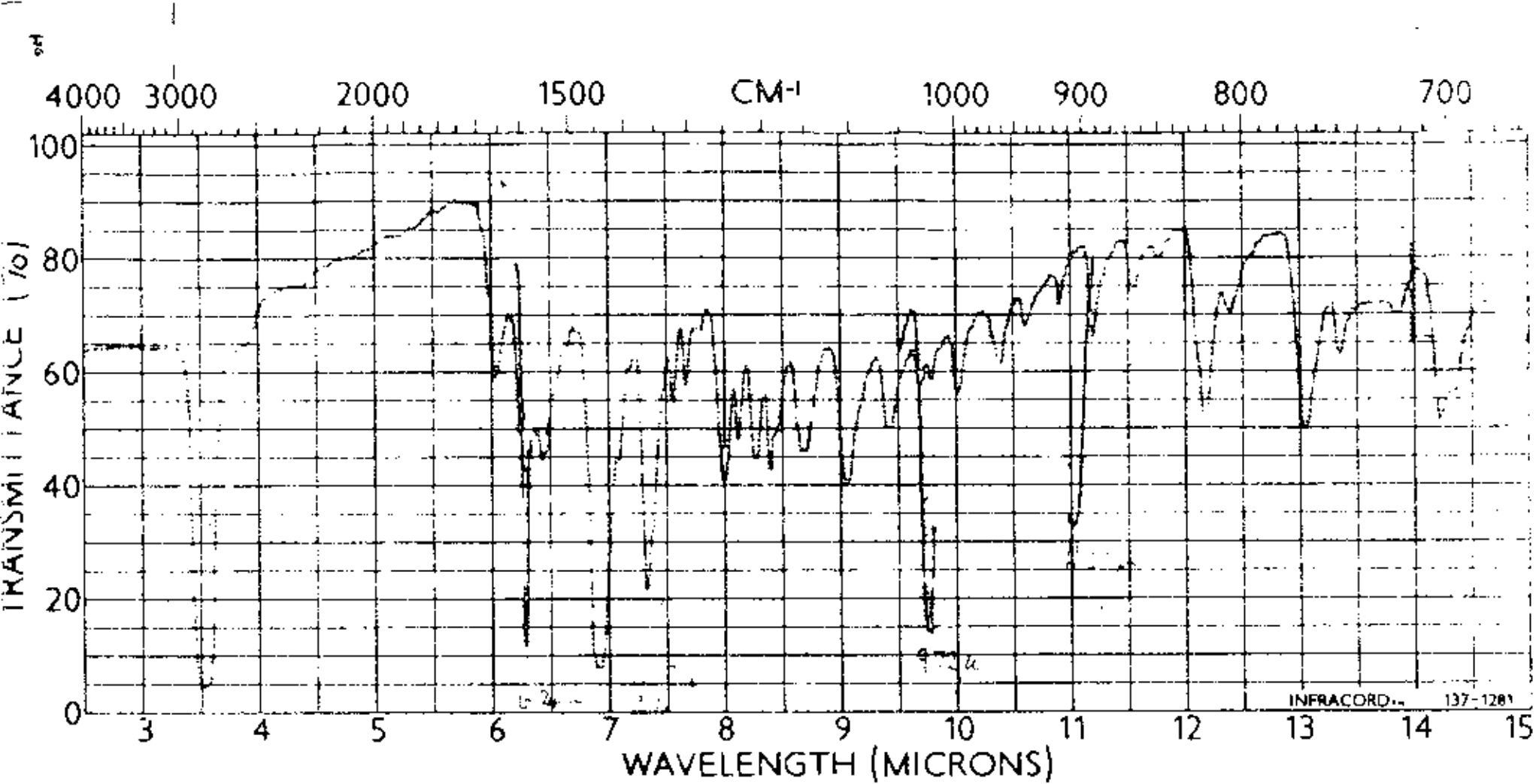
001898



SPECTRUM NO.	ORIGIN	LEGEND	REMARKS
SAMPLE <u>Compound (m)</u>			<u>Green trace -</u>
<u>m. p 100 - 105</u>	PURITY	<u>2.</u>	<u>polypropylene film.</u>
	PHASE <u>Nujol</u>	DATE	
	THICKNESS	OPERATOR <u>KJ</u>	

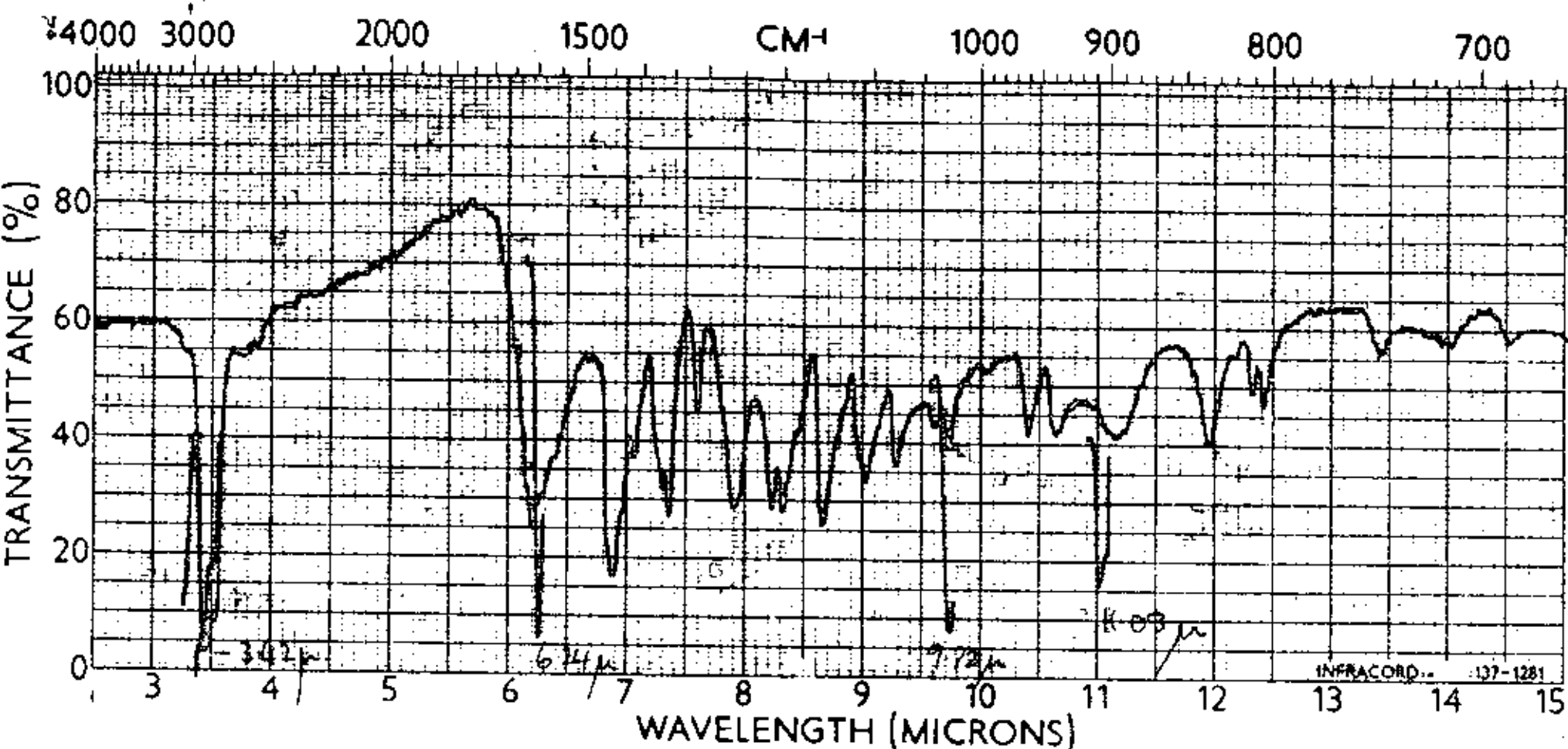
SPECTRUM NO. \_\_\_\_\_  
SAMPLE \_\_\_\_\_

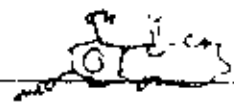




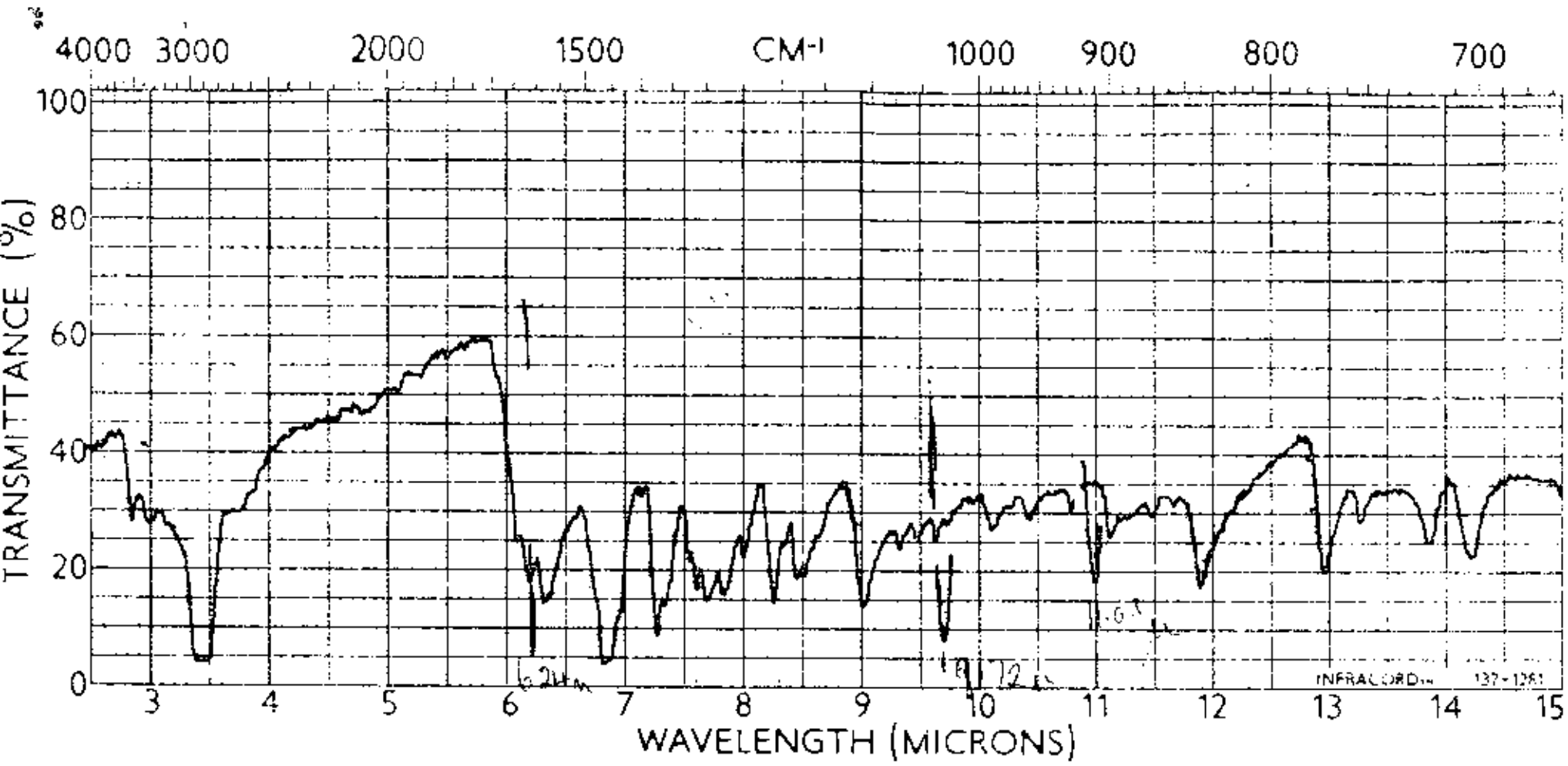
SPECTRUM NO.	ORIGIN	LEGEND	REMARKS
SAMPLE		1.	
methyl ethyl ketone (10)	PURITY	2.	
	PHASE	DATE	
	THICKNESS	OPERATOR	

SPECTRUM NO. SAMPLE



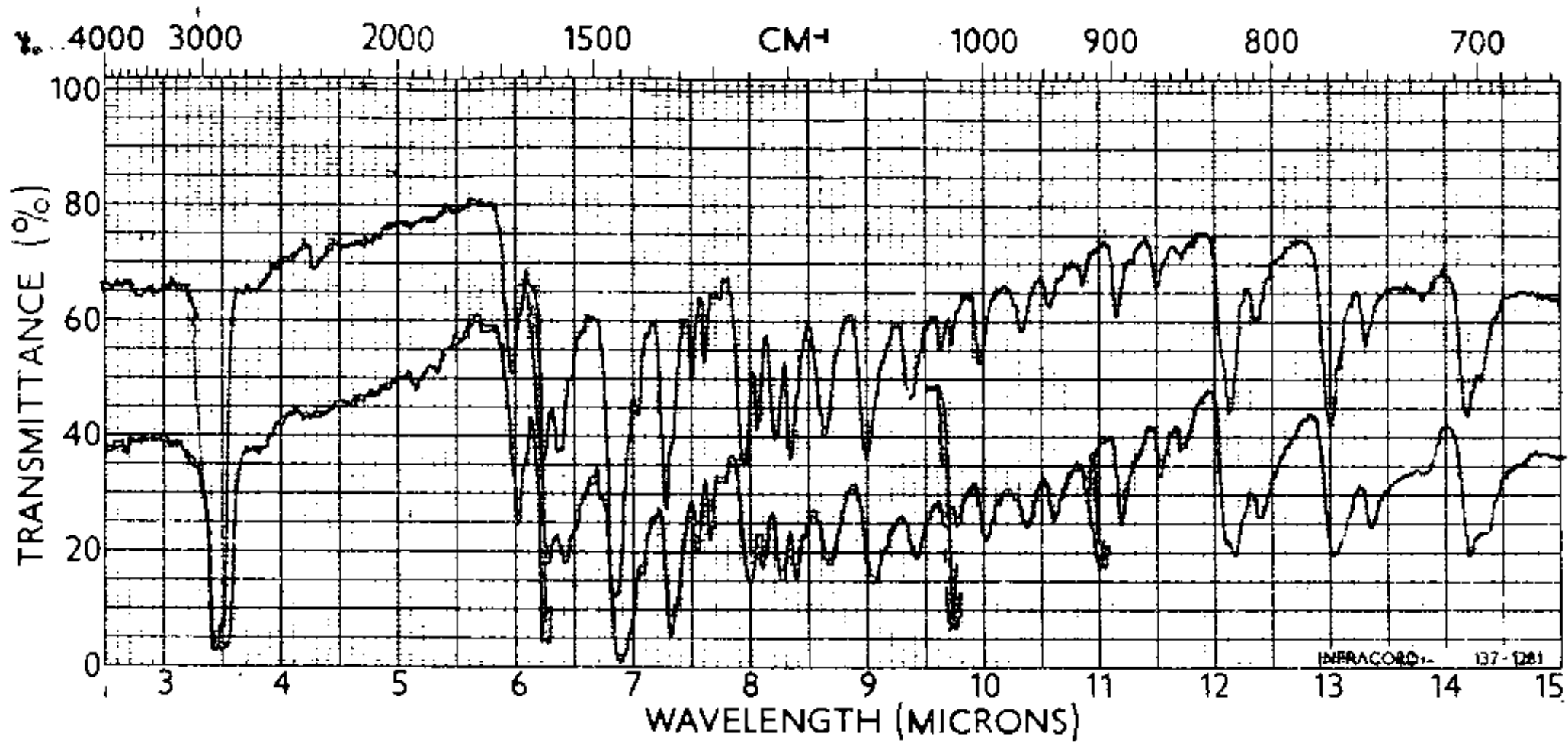
SPECTRUM NO.	ORIGIN	LEGEND	REMARKS
SAMPLE <u>Compound</u>		1.	
<u>m.p. 50-51°C</u>	PURITY	2.	
<u>hydrolysed product of methyl ether (C<sub>10</sub>H<sub>18</sub>O<sub>2</sub>)</u>	PHASE <u>Nujol</u>	DATE <u>10-1-1964</u>	
	THICKNESS	OPERATOR <u>KJ</u>	

SPECTRUM NO. \_\_\_\_\_  
SAMPLE No. \_\_\_\_\_



SPECTRUM NO.	ORIGIN	LEGEND	REMARKS
SAMPLE <i>Miss. Stone</i>		1.	<i>See N</i>
<i>See Record of 11/22/52</i>	PURITY	2.	<i>Stone from</i>
<i>112 (1)</i>	PHASE <i>None</i>	DATE <i>6-2-56</i>	
	THICKNESS	OPERATOR <i>[Signature]</i>	

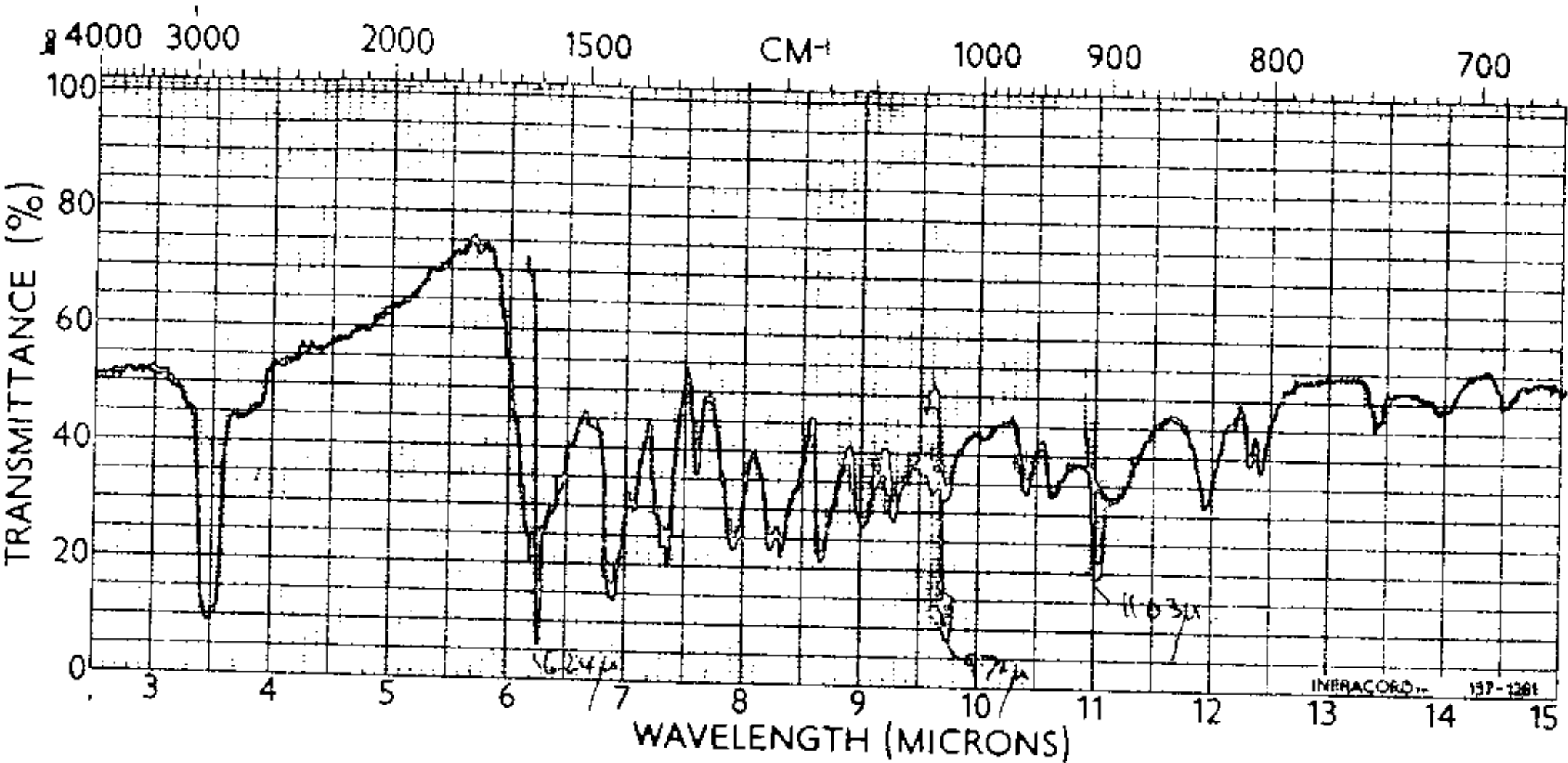
SAMPLE SPECTRUM NO.



INFRACORD 137-1281

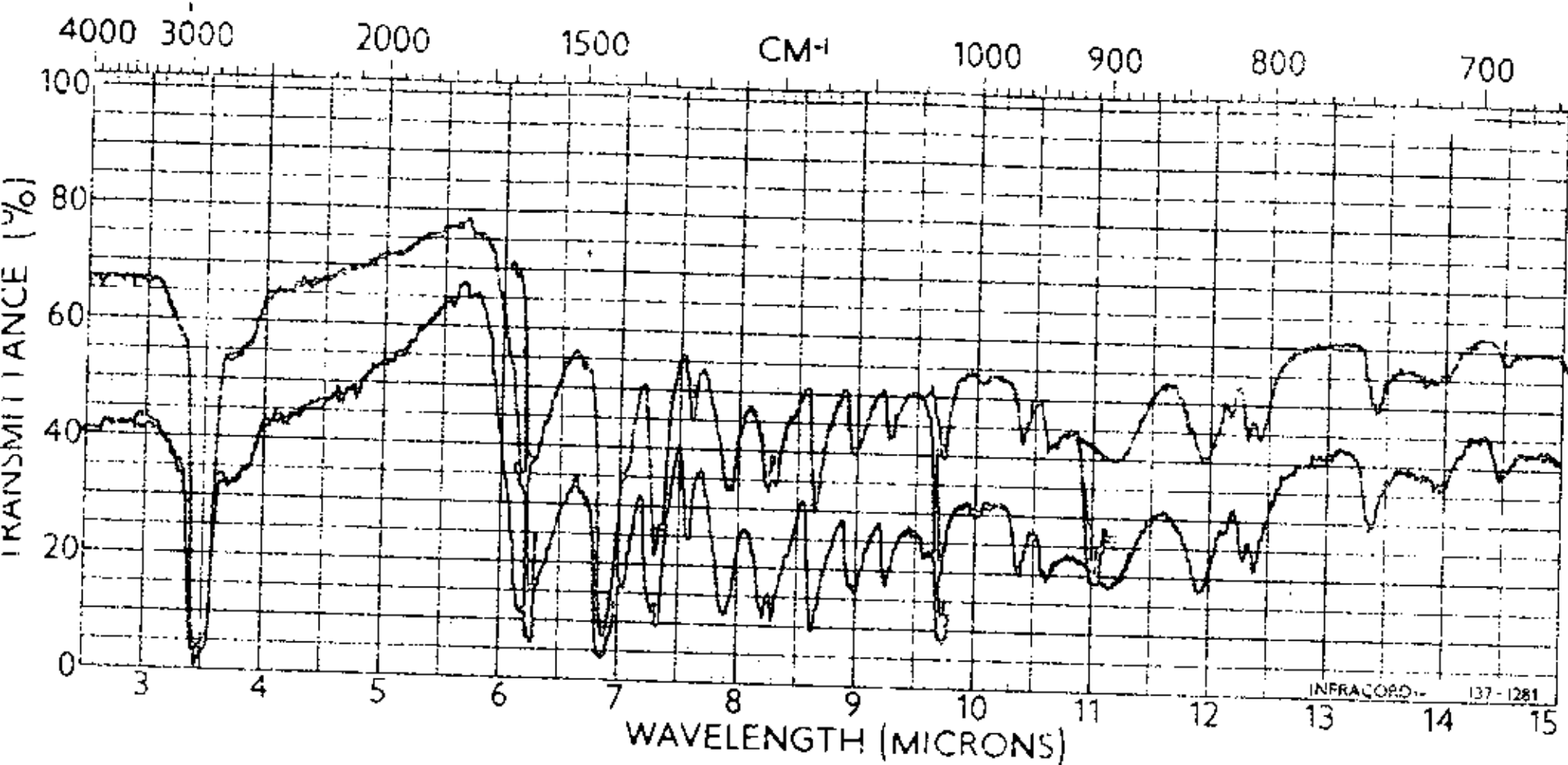
SPECTRUM NO.	ORIGIN	LEGEND	REMARKS
SAMPLE <del>unknown</del> Methy		1.	Red P2
ether for No (M) 110: methy	PURITY	2.	Purple P7
ether for No (U)	PHASE Nujol	DATE 26-3-1964	
	THICKNESS	OPERATOR KQ	

SAMPLE



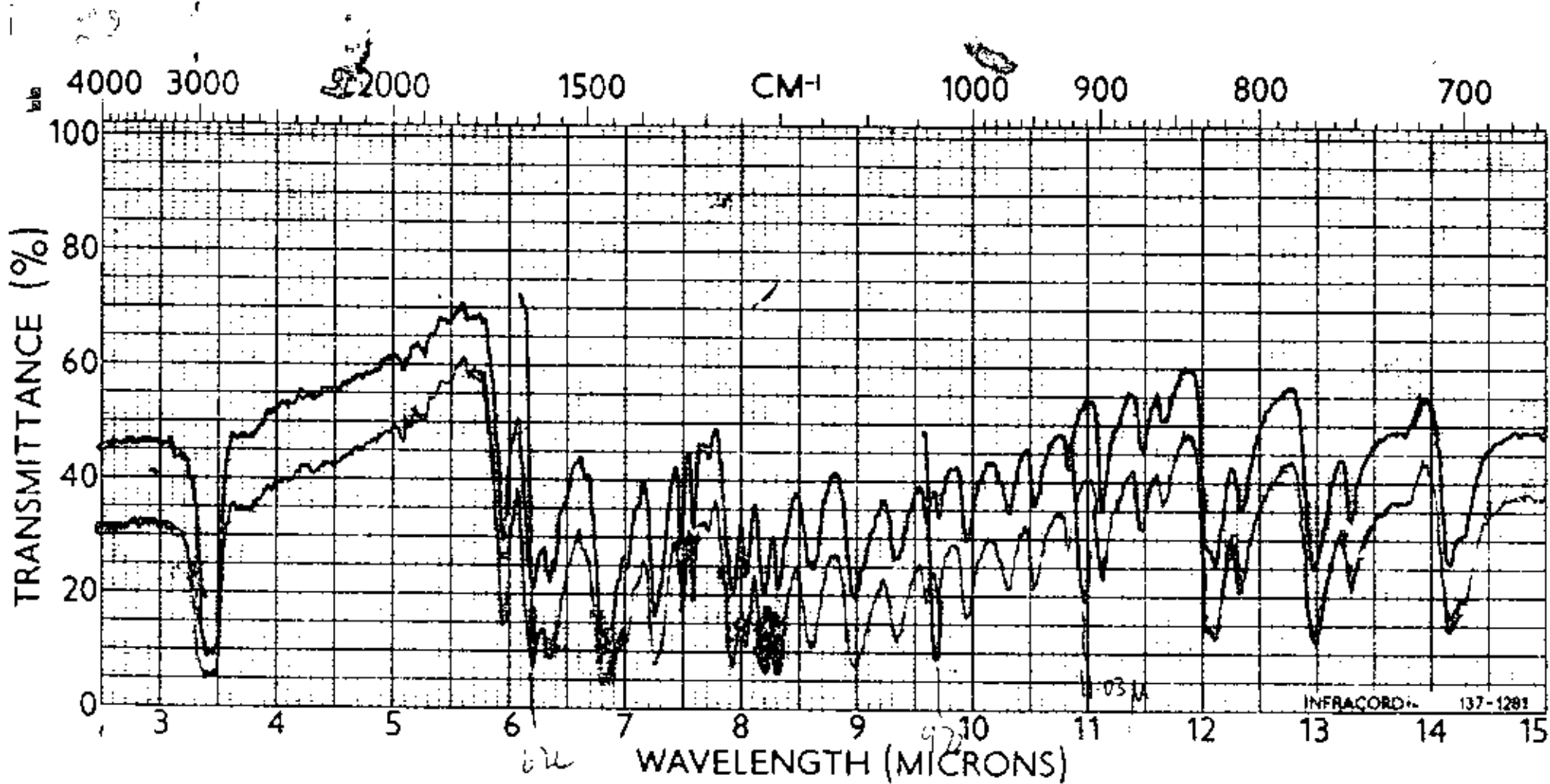
SPECTRUM NO. _____	ORIGIN _____	LEGEND _____	REMARKS _____
SAMPLE 5		1. _____	
mp 80-87°C	PURITY _____	2. _____	
hydrolysed product of methyl ester of (1) (2)	PHASE Nujol	DATE 15-1-1964	
	THICKNESS _____	OPERATOR K. J.	

SPECTRUM NO. \_\_\_\_\_  
SAMPLE \_\_\_\_\_



SPECTRUM NO.	ORIGIN	LEGEND	REMARKS
1			Red P. 8
2			Purple P. 6
PHASE	Nujol	DATE	25-3-1964
THICKNESS		OPERATOR	K. J.

SPECTRUM NO. ...  
SAMPLE



SPECTRUM NO.	ORIGIN	LEGEND	REMARKS
SAMPLE <i>Compound</i>		1.	<i>Purple trace S 2</i>
<i>IR S 2 T</i>	PURITY	2.	<i>Green trace P 2</i>
<i>P 2 146-147</i>	PHASE <i>Nujol</i>	DATE <i>18-2-1964</i>	<i>Spectra show</i>
	THICKNESS	OPERATOR <i>K. S.</i>	<i>compounds are identical</i>

SPECTRUM NO. SAMPLE

## Infrared Spectra

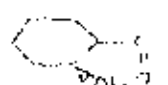


การพิสูจน์เพื่อหาสูตรโครงสร้างของสารในปัจจุบัน สามารถทำได้รวดเร็ว สดวก และได้ผลแน่นอนกว่าสมัยก่อน ทั้งนี้เป็นเพราะว่าได้ใช้วิธีการทางเครื่องมือที่มีประโยชน์ และสามารถนำเอาวิธีใดก็ได้ เป็นต้นว่า Ultraviolet (U.V.) , Infrared spectrophotometer ( I.R) และ Nuclear Magnetic Resonance (N.M.R.) เครื่องมือเหล่านี้ช่วยให้เราทราบได้ว่าสารที่ต้องการวิจัยนั้นเป็นประเภทใด โดยการพิจารณา spectra ของสารเหล่านั้น เพราะสารแต่ละชนิดจะให้ spectra แยกต่างกันไป

สำหรับการวิเคราะห์หาสูตรโครงสร้างของสารต่าง ๆ ที่แยกออกจากตัวละลาย และที่ได้จาก Degradation เหล่านี้ ได้ใช้ Infracord ( Perkin Elmer Infracord spectrophotometer model ๖๗๕ E ) สำหรับตรวจหา functional group และชนิดของสารประกอบคู่ควบไปกับการทำ derivatives ต่าง ๆ

ในการศึกษา Infracord spectra ของสารประเภทต่าง ๆ แสดงให้เห็นว่ามี functional groups ดังนี้

### ๑. Spectrum ของสาร(ก) จุกหลอมเหลว ๑๐๐-๑๐๑ องศา พบว่า

- i Small peak ๓๐๗  $\text{=CH-}$  ที่ตำแหน่ง  $๓๓๐๐ \text{ cm}^{-1}$
- ii Intramolecular hydrogen bond ของ 2-hydroxy aryl ketone (  ) ใน region  $๑๖๗๕-๑๖๕๕ \text{ cm}^{-1}$  ซึ่งเป็น broad band ไม่ได้ over lap อยู่กับ  $\text{-C=C-}$  stretching ของ aromatic system
- iii 1 peak ๓๐๗ stretching ของ aromatic system อยู่ที่ตำแหน่ง  $๑๖๒๐-๑๖๔๐ \text{ cm}^{-1}$
- iv peak ๓๐๗  $\text{-CO-}$  ใน ether system อยู่ที่ตำแหน่ง  $๑๖๒๐-๑๖๔๐ \text{ cm}^{-1}$
- v peak ๓๐๗ phenolic CH เกิดขึ้นข้าง ๆ peak ใหญ่ที่ตำแหน่ง  $๑๖๔๐ \text{ cm}^{-1}$

### ๒. Spectrum ๓๐๗ methyl ether ของสาร(ก)

spectrum ของสารประกอบนี้ไม่แตกต่างกับสารประกอบ(ก) มากนัก แสดงให้เห็น



peak ของ intramolecular hydrogen bond อยู่ที่ตำแหน่ง  $3650\text{ cm}^{-1}$  และ peak ที่ตำแหน่ง  $3450\text{ cm}^{-1}$  ของ phenolic OH group หายไป

๓. Spectrum ของ hydrolysed product ของ methyl ether สาร(ก)

ใน spectrum ของสารประกอบนี้แสดงให้เห็นว่า main functional group ต่าง ๆ เหมือนกับสารประกอบ(ก) นอกจากนั้นแล้วยังมี characteristic peak ที่สำคัญอีกอันหนึ่งที่ตำแหน่ง  $222\text{ cm}^{-1}$  ของ 1,3-hydrogen atom ใน aromatic ring

๔. Spectrum ของสาร(ข) จุดหลอมเหลว  $220-222^{\circ}$

มีลักษณะคล้ายกับ system ของสาร(ก)มาก ต่างกันที่แสดง free OH group spectrum ที่ตำแหน่ง  $3400\text{ cm}^{-1}$  และที่ตำแหน่ง  $3250\text{ cm}^{-1}$  ด้วย

๕. Spectrum ของ methyl ether และ hydrolysed product ของสาร(ข)

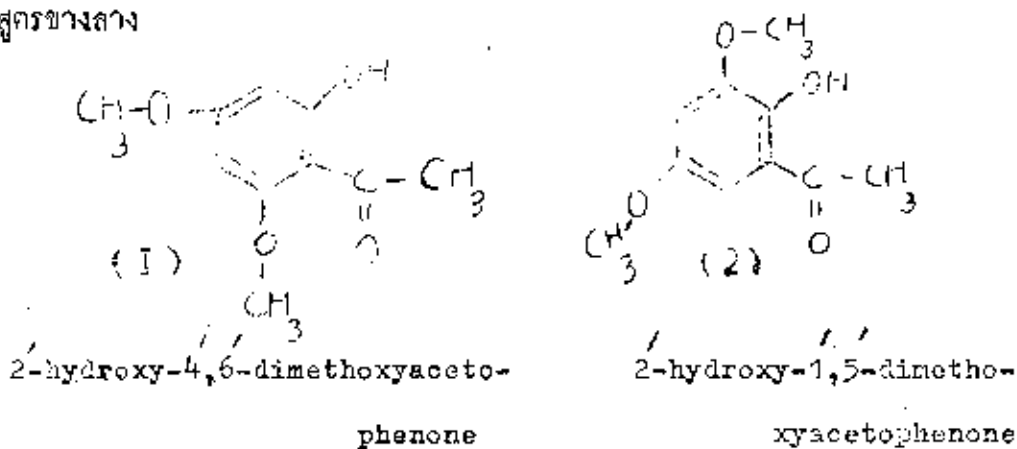
ก็มีลักษณะ identical กับ spectra ของสารประกอบ (๒,๓) ที่กล่าวมาแล้ว.

### สรุปผลการวิจัย

ตัวอย่างที่ได้มาจากเอามาวิชัยนี้ ได้ใช้หัตถ์กระจายแห้งที่บดเป็นผงละเอียด สกัดด้วย  
 ีโพรแลน อีเทอร์ และอะซีโตนตามลำดับ จากสารละลายที่สกัดนี้ได้ทำการ purify  
 แยกเอา essential oil และส่วนที่เป็นของแข็งออกจากกัน ส่วนที่เป็นของแข็งแต่ละ  
 fraction ที่สกัดออกมา ให้สารประกอบต่างชนิดกัน ใน fraction ของ  
 petroleum ether ได้สาร(ก) ที่มีจุดหลอมเหลว ๙๐๐-๙๐๕° ส่วน fraction ของ  
 acetone ได้สาร(ข) ที่มีจุดหลอมเหลว ๒๒๐-๒๒๕° สารทั้งสองนี้เป็นผลึกสีขาวไม่มีกลิ่นของ  
 กระจาย สารที่ไร้กลิ่นของกระจายแห้งนี้รวมอยู่ในส่วนของ essential oil ในการวิจัย  
 นี้ได้ศึกษาคุณสมบัติทางเคมีและเสนอสูตรโครงสร้างของ ๆ ซึ่งได้แยกจาก petroleum -  
 ether และ acetone fractions ตามลำดับ

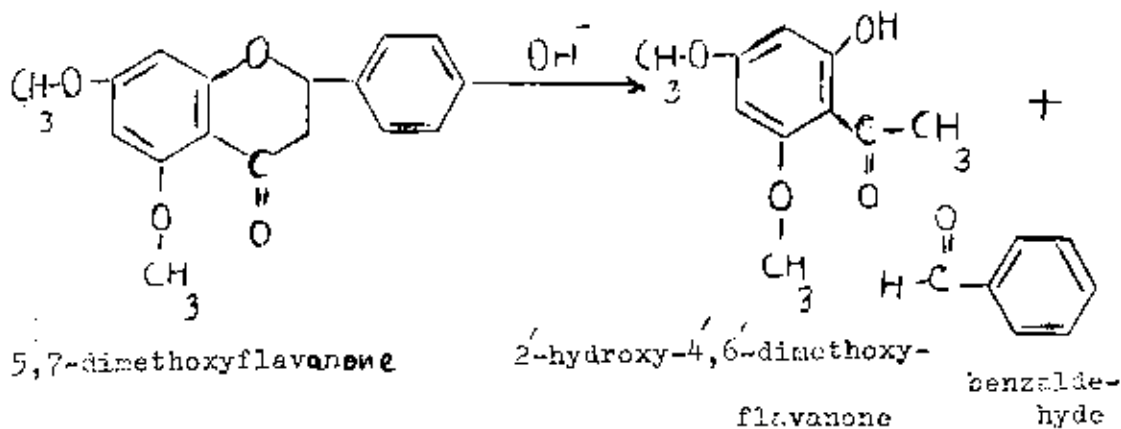
#### การหาสูตรโครงสร้างของสาร(ก) จุดหลอมเหลว ๙๐๐-๙๐๕°

จากการไฮโดรไลซิส methyl derivative ของสาร(ก) ด้วย ๑๐ % sodium  
 hydroxide แล้วได้ benzaldehyde และสารประกอบอีกสารหนึ่งที่มีจุดหลอมเหลว  
 ๘๐-๘๕° spectrum ของสารตัวหลังนี้แสดงว่ามี methoxy group, O-hydroxy aryl  
 alkyl ketone และลักษณะของ benzene nucleus เป็นชนิด 1,3,4,5-tetra-  
 substituted และการทดสอบสาร(ก) พบว่าเป็นสารพวก flavanone ซึ่งมีผล  
 degradation product นี้ควรมีสูตรที่เป็นไปได้ ๒ สูตร คือ 2-hydroxy-4,6-  
 dimethoxyacetophenone(1), 2-hydroxy-3,5-dimethoxyacetophenone(2)  
 ดังสูตรข้างล่าง



เท่านั้นที่แสดง spectra ของ functional group ดังกล่าว และจากเอกสารทางวิทยาศาสตร์พบว่า 2-hydroxy-4,6-dimethoxyacetophenone(1) มีจุดหลอมเหลวตรงกับสารที่ได้จากไฮโดรไลซิส เมื่อทำการสังเคราะห์ 2-hydroxy-4,6-dimethoxyacetophenone จาก phloroglucinol ปรากฏว่าสารที่สังเคราะห์ได้นี้ identical กับ hydrolysed product ดังกล่าวทุกประการ ( spectra เปรียบเทียบหน้า ๕๗ ) และจึงมีสูตรโครงสร้างแสดงไว้ดังนี้

โลกกล่าวแล้วว่าเมื่อ methyl derivative ของสาร(ก) ถูก hydrolyse ในด่าง ได้ 2-hydroxy-4,6-dimethoxyacetophenone กับ benzaldehyde และสาร(ก) นี้ให้ flavanone reaction เพราะฉะนั้น methyl ether นี้จะต้องเป็น 5,7-dimethoxyflavanone จึงจะใช้ hydrolysed products ดังสมการ



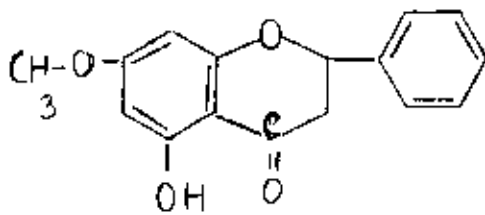
และสูตรโครงสร้างของ methyl derivative จะต้องเป็นชนิดนี้เท่านั้น จึงจะมี characteristic peak ของ infracord ดังที่กล่าวไว้ในหน้า ๕๗ นอกจากนี้ยังได้สังเคราะห์ methyl ether จาก 2-hydroxy-4,6-dimethoxyacetophenone กับ benzaldehyde (ตามการทดลองหน้า ๕๖ ) ได้สารสีขาวจุดหลอมเหลว ๑๕๕-๑๕๖<sup>๐</sup> ปรากฏว่าสารที่สังเคราะห์ได้นี้มี physical, chemical properties และ I.R. spectrum (แสดงไว้หน้า ๕๖ ) เหมือนกับ methyl derivative ของสาร(ก) ทุกประการ และจากการวิเคราะห์เพอร์เซนส์ของคาร์บอน, ไฮโดรเจน และ methoxy group เป็นดังนี้

methyl ether ของสาร(ก) 5,7-dimethoxyflavanone .

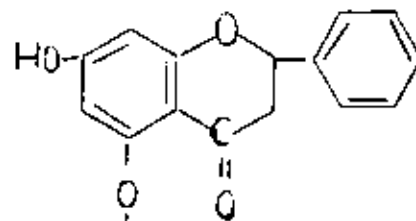
คิดจากสูตร

C	๗๖.๑๘ %	๗๖.๘๓ %
H	๕.๗๕ %	๕.๖๖ %
O	๒๒.๐๓ %	๒๒.๕๑ %
-O-CH <sub>3</sub>	๒๖.๕๑ %	๒๒.๐๓ %

เมื่อ methyl ether มีสูตรเป็น 5,7-dimethoxyflavanone ถึงเหตุผลที่กล่าว  
มาแล้ว สาร(ก) จุดหลอมเหลว ๑๐๗-๑๐๘° ความมีสูตรโมเลกุลคือ C<sub>16</sub>H<sub>14</sub>O<sub>4</sub> และมี  
สูตรโครงสร้างที่เป็นไปได้คือ



(I)



(II)

5-hydroxy-7-methoxyflavanone

5-methoxy-7-hydroxyflavanone

สูตรโครงสร้างทั้งสองนี้เป็นที่รู้จักมานานแล้ว เรียกว่า Pinostrobin(1)  
5-hydroxy-7-methoxyflavanone จุดหลอมเหลว ๘๑-๘๒° สกัดได้จากต้น Pinus  
strobbus Linn. ส่วน 5-methoxy-7-hydroxyflavanone (2) เรียกว่า  
Alpinetin จุดหลอมเหลว ๒๒๐° สกัดได้จากต้น Alpinia chinensis Roscoe  
และสารที่สกัดได้จากปืโครเลียม ชื่ออื่นที่มีจุดหลอมเหลว ๑๐๐-๑๐๑° ซึ่งไม่ตรงกับ  
pinostrobin ที่เดียว ส่วน methyl derivative และ acetyl derivative  
มีจุดหลอมเหลวตรงกัน และสูตรโครงสร้างแบบ pinostrobin ซึ่งมี OH group อยู่ที่  
O-position ของ carbonyl group เท่านั้นจึงจะให้ chelation structure ได้

ยังไม่ถูก methylate ด้วย diazomethane แต่ถูก methylate ด้วย dimethyl sulfate ได้ และ structure ดังกล่าวจึงจะได้ I.R. spectrum ดังกล่าวไว้ใน หน้า.๑๒. ด้วยเหตุนี้จึงกล่าวมาแล้วทั้งหมดนี้จึงเรียกว่าสาร(ก) จุกหลอมเหลว ๑๐๐-๑๐๑ มีสูตรโครงสร้างเป็น 5-hydroxy-7-methoxyflavanone แน่นนอน เพอร์เซมของ คาร์บอน, ไฮโดรเจน และ methoxy group จากการวิเคราะห์เปรียบเทียบกับสูตรดังนี้

สาร(ก) จุกหลอมเหลว ๑๐๐-๑๐๑ 5-hydroxy-7-methoxyflavanone  
 คัดจากสูตร

C	๗๑.๗๗ %	๗๑.๑ %
H	๕.๗๘ %	๕.๒๒ %
O	๒๓.๒๕ %	๒๓.๒๕ %
-O-CH <sub>3</sub>	๑๑.๒๔ %	๑๐.๗๓ %

การหาสูตรโครงสร้างของสาร(ข) จุกหลอมเหลว ๒๒๑-๒๒๒

สารประกอบตัวนี้ได้จาก acetone extract ผลของการวิจัยปรากฏว่าเป็น flavanone ชนิดหนึ่ง methyl. derivative, degradation product และ I.R. spectra ของ derivatives เหมือนกับสาร(ก)ทุกอย่าง เว้นแต่ I.R. spectrum (แสดงไว้หน้า.๑๔..) ของสารตัวนี้โดยตรงต่างกับ 5-hydroxy-7-methoxyflavanone ตรงที่แสดง OH peak ที่ตำแหน่ง ๓๕๐๐ cm<sup>-1</sup> ให้เห็นชัด แสดงว่า OH-group ไม่ได้อยู่ที่ตำแหน่ง ๕ ใน flavanone skeleton เพราะฉะนั้นจะต้องอยู่ที่ตำแหน่ง ๓ จึงจะได้ methyl ether ที่ identical กับ 5-hydroxy-7-methoxyflavanone ดังนั้นสารที่สกัดได้จาก acetone จึงเป็น isomer ของสารที่สกัดได้จาก petroleum ether และเรียกว่า 5-methoxy-7-hydroxyflavanone จากการวิเคราะห์หาเปอร์เซ็นต์คาร์บอน และไฮโดรเจน เปรียบเทียบกับที่ได้จากสูตรดังนี้

สาร(๕) รุททอมน้ำตาล ~~๒๒๗-๒๒๘~~ 5-methoxy-7-hydroxyflavone

คิดจากสูตร

C	๗๐.๖๐ %	๗๑.๑ %
H	๕.๕๐ %	๕.๖๖ %
O	๒๔.๐ %	๒๓.๒๔ %
-O-CH <sub>3</sub>	๑๐.๕๐ %	๑๐.๗๓ %

