

ห้องสมุดงานวิจัย สำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ



250412

การสังเคราะห์ข้อมูลพื้นที่ของไฮโดรลิกในนงจากสารสกัดใบชาขมขลุ่ย

เอกภพ กงไฉด

ปริญญาโทของศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมีประยุกต์

มหาวิทยาลัยแม่โจ้

พ.ศ. 2554

๖๐๐๒๕๔๙๗๒

ห้องสมุดงานวิจัย สำนักงานคณะกรรมการการวิจัยแห่งชาติ



250412

การสังเคราะห์อนุพันธ์ของไฮโดรควิโนนจากสารสกัดใบสายหยุด



เอกราช กาศโอสถ

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของความสมบูรณ์ของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมีประยุกต์
สำนักบริหารและพัฒนางานวิชาการ มหาวิทยาลัยแม่โจ้

พ.ศ. ๒๕๕๔

ลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยแม่โจ้



ใบรับรองวิทยานิพนธ์
สำนักบริหารและพัฒนาวิชาการ มหาวิทยาลัยแม่โจ้
ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมีประยุกต์

ชื่อเรื่อง
การสังเคราะห์อนุพันธ์ของไฮโดรควิโนนจากสารสกัดใบสายหยุด

โดย
เอกราช กาศโอสถ

พิจารณาเห็นชอบโดย

ประธานกรรมการที่ปรึกษา
(อาจารย์ ดร.อุทุมพร กันแก้ว)
วันที่ 29 เดือน 10 พ.ศ. 2554

กรรมการที่ปรึกษา
(อาจารย์ ดร.ภูสิต ปุณณิ)
วันที่ 29 เดือน 10 พ.ศ. 2554

กรรมการที่ปรึกษา
(อาจารย์ ดร.อนรรฆอร ศรีไสยเพชร)
วันที่ 29 เดือน 10 พ.ศ. 2554

ประธานกรรมการประจำหลักสูตร
(อาจารย์ ดร.ชานินทร์ แดงกวารัมย์)
วันที่ 29 เดือน 10 พ.ศ. 2554

สำนักบริหารและพัฒนาวิชาการรับรองแล้ว

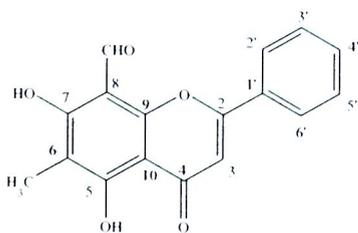
.....
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.จำเนียร ยศราช)
ประธานกรรมการบัณฑิตศึกษา
วันที่ 2 เดือน 10 พ.ศ. 2554

ชื่อเรื่อง	การสังเคราะห์อนุพันธ์ของไฮโดรควิโนนจากสารสกัดใบสายหยุด
ชื่อผู้เขียน	นายเอกกราช กาศโอสถ
ชื่อปริญญา	วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมีประยุกต์
ประธานกรรมการที่ปรึกษา	อาจารย์ ดร.อุทุมพร กันแก้ว

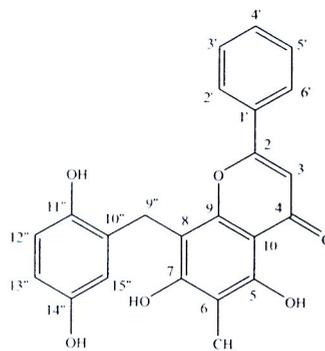
บทคัดย่อ

250412

ในงานวิจัยนี้เป็นการศึกษาองค์ประกอบทางเคมีของส่วนสกัดหยาบจากใบสายหยุดโดยใช้เอทานอล ซึ่งสามารถแยกสารที่มีรายงานโครงสร้างมาแล้วโดยใช้วิธีคอลัมน์โครมาโทกราฟีได้ เป็นสารประเภทฟลาโวนคือ isounonal (1) ซึ่งมีลักษณะเป็นของเหลวสีเหลืองใส ซึ่งมีหมู่อัลดีไฮด์เป็นองค์ประกอบ ที่ R_f 0.67 (ไดคลอโรโรมีเทน:เฮกเซน, 1:1) และร้อยละผลได้ 2.04% เมื่อยืนยันโครงสร้างด้วยข้อมูลทางอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี พบเอกลักษณ์หมู่ฟังก์ชันของหมู่ carbonyl (C=O) ที่ความถี่ 1731 cm^{-1} และที่สัญญาณที่แสดงหมู่ฟังก์ชัน (-CHO) ที่ความถี่ 2929 cm^{-1} และ 2853 cm^{-1} และยืนยันโครงสร้างด้วยข้อมูลทางนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ สเปกโทรสโกปี พบสัญญาณที่สำคัญคือ δ (ppm): 7.85 (d, 2H, H-2', H-6'), 7.27 - 7.85 (m, 3H, H-3', H-4', H-5'), 6.99 (s, 1H, H-3), 5.35 (s, 2H, 5-OH, 7-OH), 2.91 (s, 3H, 6-CH₃) หลังจากนั้นนำมาทำปฏิกิริยาการควมแน่นแบบอัลดอล กับ 1,4-cyclohexanedione โดยมี LiCl เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ที่อุณหภูมิรีฟลักซ์ จะได้ 2-(isounonal) hydroquinone (2) เป็นของเหลวสีเหลือง ที่ R_f 0.53 (ไดคลอโรโรมีเทน:เฮกเซน, 1:1) และร้อยละผลได้ 8.82% ซึ่งสามารถยืนยันโครงสร้างด้วยข้อมูลทางอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี ที่ความถี่ $2855 - 2926\text{ cm}^{-1}$ (C-H str of aromatic), 1725 cm^{-1} (C=O str), 1660 และ 1465 cm^{-1} (C=C str of aromatic) และ 1251 cm^{-1} (C-O str) และข้อมูลทางนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ สเปกโทรสโกปี พบสัญญาณที่สำคัญคือ δ (ppm): 7.85 (d, 2H, H-2', H-6'), 7.26 - 7.45 (m, 6H, H-3', H-4', H-5', H-12'', H-13'', H-15''), 6.97 (s, 1H, H-3), 5.35 (s, 4H, 5-OH, 7-OH, 11''-OH, 14''-OH), 3.91 (s, 2H, 9'-CH₂) และ 1.57 (s, 3H, 6-CH₃)



(1)



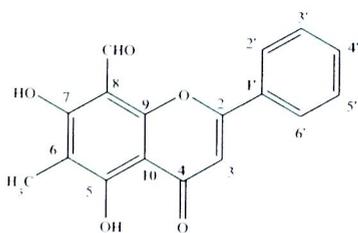
(2)

Title	The Synthesis of Hydroquinone Derivatives by The Extraction of <i>Demos chinensis</i> Lour.
Author	Mr. Eakarath Kadosot
Degree of	Master of Science in Applied Chemistry
Advisory Committee Chairperson	Dr. Uthumporn Kankeaw

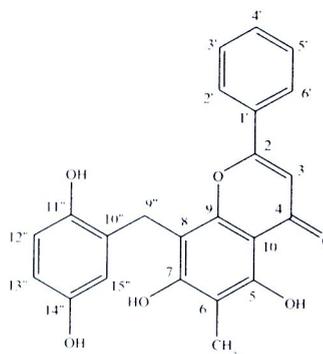
ABSTRACT

250412

This research is to study the chemical composition of the crude ethanol extract from the leaves of *Demos chinensis* Lour. The isolated compound is known as: flavone, isounonal (1) which has an aldehyde functional group. This compound was isolated as a yellow liquid (2.04%) with R_f 0.67 (Dichloromethane:Hexane, 1:1). The compound has been characterized by IR-spectroscopy that express carbonyl (C=O) at 1731 cm^{-1} ; (-CHO) of aldehyde group at 2929 cm^{-1} and 2853 cm^{-1} . The ^1H NMR-spectroscopy of isounonal showed δ (ppm): 7.85 (d, 2H, H-2', H-6'), 7.27 - 7.85 (m, 3H, H-3', H-4', H-5'), 6.99 (s, 1H, H-3), 5.35 (s, 2H, 5-OH, 7-OH), 2.91 (s, 3H, 6- CH_3). This compound has been used as a starting material to react with 1,4-cyclohexanedione *via* Aldol condensation at a reflux temperature. Lithium Chloride has been used as a catalyst. This reaction gives yellow liquid (8.82%) with R_f 0.53 (Dichloromethane:Hexane, 1:1). The structure of hydroquinone derivative (2-(isounonal) hydroquinone) was elucidated by IR-spectroscopic techniques which shows signals or wave numbers at $2855 - 2926\text{ cm}^{-1}$ (C-H str of aromatic), 1725 cm^{-1} (C=O str), 1660 and 1465 cm^{-1} (C=C str of aromatic) and 1251 cm^{-1} (C-O str). The ^1H NMR-spectroscopy of 2-(isounonal) hydroquinone (2) showed δ (ppm): 7.85 (d, 2H, H-2', H-6'), 7.26 - 7.45 (m, 6H, H-3', H-4', H-5', H-12'', H-13'', H-15''), 6.97 (s, 1H, H-3), 5.35 (s, 4H, 5-OH, 7-OH, 11''-OH, 14''-OH), 3.91 (s, 2H, 9'- CH_2) and 1.57 (s, 3H, 6- CH_3).



(1)



(2)

กิตติกรรมประกาศ

ข้าพเจ้าขอขอบพระคุณ อาจารย์ ดร.อุทุมพร กันแก้ว และอาจารย์ ดร. เนตรนภาพรหมสุวรรณค์ ประธานกรรมการที่ปรึกษา ได้ให้คำแนะนำในการวางแผนการดำเนินงานทดลอง ตลอดจนช่วยสนับสนุนวัสดุอุปกรณ์สำหรับการดำเนินงาน จนกระทั่งงานทดลองสำเร็จ ตลอดจนตรวจสอบแก้ไข จนสำเร็จลุล่วงไปด้วยดี

ขอขอบพระคุณอาจารย์ ดร.ภูสิต ปุ๊กมณี และอาจารย์ ดร.อนรรฆอร ศรีไสยเพชร กรรมการที่ปรึกษา ที่ได้ให้คำแนะนำ ตลอดจนช่วยตรวจสอบแก้ไขจนกระทั่งสำเร็จเป็นวิทยานิพนธ์อย่างสมบูรณ์

นอกจากนี้ ข้าพเจ้าขอขอบคุณทุกๆ คนในครอบครัวที่คอยเป็นกำลังใจให้ตลอดระยะเวลาในการศึกษา

เอกราช กาศโอสถ

กรกฎาคม 2554

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อ	(3)
ABSTRACT	(4)
กิตติกรรมประกาศ	(5)
สารบัญ	(6)
สารบัญตาราง	(8)
สารบัญภาพ	(9)
บทที่ 1 บทนำ	1
ความสำคัญของปัญหา	1
วัตถุประสงค์ของการวิจัย	2
ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	2
บทที่ 2 การตรวจสอบเอกสาร	3
แนวคิดและทฤษฎี	3
งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	23
บทที่ 3 วิธีการดำเนินการวิจัย	29
สถานที่ดำเนินการวิจัย	29
เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง	29
วิธีการทดลอง	30
บทที่ 4 ผลการวิจัยและวิจารณ์	35
ผลการวิจัย	35
การหาตัวทำละลายที่เหมาะสมในการสกัดสารจากใบสายหยุด	35
การแยกส่วนประกอบทางเคมีจากใบสายหยุด โดยเทคนิคโครมาโทกราฟี (Chromatography)	35
การวิเคราะห์หาโครงสร้างส่วนประกอบทางเคมีจากใบสายหยุดด้วยเทคนิคทางสเปกโทรสโกปี	37
การสังเคราะห์สารอนุพันธ์ไฮโดรควิโนน	46
การวิเคราะห์หาโครงสร้างของสาร 2-(isounonal) hydroquinone ด้วยเทคนิคทางสเปกโทรสโกปี	49

	หน้า
วิจารณ์ผลการวิจัย	53
บทที่ 5 สรุปและข้อเสนอแนะ	54
สรุปผลการวิจัย	54
ข้อเสนอแนะ	54
บรรณานุกรม	56
ภาคผนวก	58
ภาคผนวก ก ประวัติผู้วิจัย	59

สารบัญตาราง

ตาราง	หน้า
1 แสดงความคงตัวและการเกิดปฏิกิริยาของสารไฮโดรควิโนน	5
2 แสดงโครงสร้างของอนุพันธ์ไฮโดรควิโนนกับฤทธิ์ต้านอนุมูลอิสระ โดยการตรวจสอบเชิงคุณภาพวิเคราะห์โดยวิธี DPPH radical scavenging assay	28
3 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง	29
4 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง	30
5 การหาตัวทำละลายที่เหมาะสมในการสกัดสารจากใบสายหยุด	35
6 การแยกส่วนประกอบทางเคมีจากใบสายหยุด โดยเทคนิค TLC chromatography	36
7 แสดงสัญญาณจากการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ที่ได้โดยใช้เทคนิค Fourier transform infrared spectroscopy ของ Unknown ที่พบทั้ง 5 ชนิด	37
8 แสดงสัญญาณจากการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ที่ได้โดยใช้เทคนิค Flourier transform infrared spectroscopy และ ¹ H nuclear magnetic resonance spectroscopy และแสดงลักษณะทางโครงสร้างของ unknown E	45
9 ผลการสังเคราะห์สาร 2-(isounonal) hydroquinone โดยใช้ปฏิกิริยาการควมแน่น แบบอัลดอล	48
10 แสดงสัญญาณจากการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ที่ได้โดยใช้เทคนิค Flourier transform infrared spectroscopy และ ¹ H nuclear magnetic resonance spectroscopy และแสดงลักษณะทางโครงสร้างของ 2-(isounonal) hydroquinone	52
11 แสดงการเปรียบเทียบตำแหน่งสัญญาณของ ¹ H-NMR ของสาร isounonal จากผู้ที่ทำการศึกษามาก่อนกับผู้วิจัย	54

สารบัญญภาพ

ภาพ		หน้า
1	ลักษณะของ Hydroquinone	3
2	โครงสร้างของ Hydroquinone	3
3	ปฏิกิริยาการสังเคราะห์อนุพันธ์ของไฮโดรควิโนน	6
4	โครงสร้างของอัลฟา อาร์บูติน	7
5	ลักษณะดอกและใบของต้นสายหยุด	8
6	ปฏิกิริยาการควบแน่นแบบอัลดอล	11
7	ปฏิกิริยาการควบแน่นแบบอัลดอล ของ Cyclohexanone	12
8	การสั่นของโมเลกุลแบบยืด	16
9	การสั่นของโมเลกุลแบบซิชซอริงจ์ (scissoring)	17
10	การสั่นของโมเลกุลแบบร็อกกิงจ์ (rocking)	17
11	การสั่นของโมเลกุลแบบเวจจิงจ์ (wagging)	17
12	การสั่นของโมเลกุลแบบทวิสติงจ์ (twisting)	18
13	ส่วนประกอบของเครื่อง IR	18
14	ลักษณะสเปกตรัมของ $C_6H_5CH_3$ โดยเครื่อง IR	19
15	สนามแม่เหล็ก (μ) ซึ่งเกิดจากการหมุนของประจุนิวเคลียส	20
16	การวางตัวของแม่เหล็คนิวเคลียสในสนามแม่เหล็ก	21
17	ส่วนประกอบของเครื่อง นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ สเปกโทรมิเตอร์	22
18	ลักษณะสเปกตรัมของสาร Rhaponticin โดยเครื่องนิวเคลียร์แมกเนติก เรโซแนนซ์ สเปกโทรมิเตอร์	22
19	โครงสร้างของ benzyl benzoate	23
20	โครงสร้างของ benzyl 2-methoxybenzoate	23
21	โครงสร้างของ isounonal	23
22	โครงสร้างของ unonal	24
23	โครงสร้างของ 2-(2,3,4-trihydroxybzy) hydroquinone	25
24	โครงสร้างของ 2-(3,4-dihydroxybenzyl) hydroquinone	25
25	โครงสร้างของ 2-(3-nitrobenzyl) hydroquinone	26

ภาพ	หน้า
26 โครงสร้างของ 2-(4- hydroxyl-3,5-dimethoxybenzyl) hydroquinone	26
27 โครงสร้างสารอนุพันธ์ไฮโดรควิโนนที่แสดงฤทธิ์สูงสุดต่อ DPPH	27
28 แผนภาพวิธีการทดลอง	34
29 แสดงการแยกส่วนประกอบทางเคมีจากใบสายหยุด โดยเทคนิค TLC chromatography	36
30 สเปกตรัม FI-IR ของสาร unknown A	38
31 สเปกตรัม FI-IR ของสาร unknown B	39
32 สเปกตรัม FI-IR ของสาร unknown C	40
33 สเปกตรัม FI-IR ของสาร unknown D	41
34 สเปกตรัม FI-IR ของสาร unknown E	42
35 สเปกตรัม ¹ H-NMR ของสาร unknown B	43
36 สเปกตรัม ¹ H-NMR ของสาร unknown E	44
37 โครงสร้างของ isounonal	46
38 แสดงปฏิกิริยาการสังเคราะห์สาร 2-(isounonal) hydroquinone ด้วยปฏิกิริยาอัลคอกซอนเดนเซชัน	46
39 แสดงกลไกการเกิดปฏิกิริยาการสังเคราะห์สาร 2-(isounonal) hydroquinone ด้วยปฏิกิริยาอัลคอกซอนเดนเซชัน	47
40 แสดงการแยกสาร 2-(isounonal) hydroquinone โดยเทคนิค PLC Chromatography	47
41 สเปกตรัม FI-IR ของสาร 2-(isounonal) hydroquinone	49
42 สเปกตรัม ¹ H-NMR ของสาร 2-(isounonal) hydroquinone	50
43 สเปกตรัม ¹ H-NMR ของสาร 1,4-cyclohexanedione	51