

บทที่ 4

ผลและอภิปรายผลการวิจัย

งานวิจัยนี้ได้ทำการสกัด acanthoic acid (1) จากต้นเปล้าใหญ่ ในเขตอำเภอสวนผึ้ง จังหวัดราชบุรี และนำ acanthoic acid ที่สกัดได้มาปรับเปลี่ยนโครงสร้าง acanthoic acid 1 บริเวณหมู่ฟังก์ชัน carboxylic acid ที่ตำแหน่ง C- 19 และหมู่ฟังก์ชัน alkene ที่ตำแหน่ง C- 9, 11 (endo alkene) และ C-15, 16 (exo alkene) ด้วยปฏิกิริยาทางเคมีโดยมีผลการทดลองดังนี้

4.1 การสกัดสาร acanthoic acid จากเปล้าใหญ่

การสกัดแยกสาร acanthoic acid จากเปลือกต้นเปล้าใหญ่ในเขตอำเภอสวนผึ้ง จังหวัดราชบุรี เมื่อวันที่ 12 กรกฎาคม 2558 ปริมาณ 896.88 กรัม สกัดด้วยตัวทำละลายเฮกเซน ครั้งละ 3 ลิตร โดยสกัดซ้ำทั้งหมด 3 ครั้ง และนำมาแยกสารให้บริสุทธิ์ด้วยเทคนิคคอลัมน์โครมาโทกราฟีบนซิลิกาเจล โดยใช้ระบบตัวทำละลายผสม เฮกเซน : เอทิลแอลกอฮอล์ อัตราส่วน 100 : 0 ถึง 0 : 100 และล้างผลึกด้วยระบบตัวทำละลายผสม เอทิลแอลกอฮอล์ : เฮกเซน อัตราส่วน 2 : 98 สามารถสกัดสาร acanthoic acid มีลักษณะเป็นของแข็งสีขาว ได้ปริมาณ 1.59 กรัม คิดเป็นร้อยละผลิตภัณฑ์ 0.178 ($R_f = 0.21$ ในระบบ ตัวทำละลายผสม เอทิลแอลกอฮอล์ : เฮกเซน อัตราส่วน 10 : 90) ขณะที่ Suwancharoen และคณะ (2010) รายงานสกัดสาร Acanthoic acid จากเปลือกต้นเปล้าใหญ่ คิดเป็นร้อยละผลิตภัณฑ์ 5.5 จะเห็นว่าร้อยละผลิตภัณฑ์ที่ได้แตกต่างกัน เนื่องจากเปลือกต้นเปล้าใหญ่ที่นำมาสกัดมีลักษณะไม่เหมือนกันคือ กลุ่มผู้วิจัยได้นำเปลือกต้นเปล้าใหญ่ที่มีความชื้นและขนาดของเปลือกต้นเปล้าใหญ่ ซึ่งแตกต่างจากรายงานก่อนหน้านี้ที่ใช้เปลือกต้นเปล้าใหญ่ที่แห้งและบดละเอียด จึงเป็นเหตุผลทำให้ร้อยละผลิตภัณฑ์ที่ได้แตกต่างกัน ผลการวิเคราะห์จุดหลอมเหลวพบว่า acanthoic acid จากการสกัดมีจุดหลอมเหลวที่ 140-141 องศาเซลเซียส ซึ่งใกล้เคียงกับ acanthoic acid มาตรฐานที่มีจุดหลอมเหลวที่ 141-142 องศาเซลเซียส ดังตารางที่ 4.1

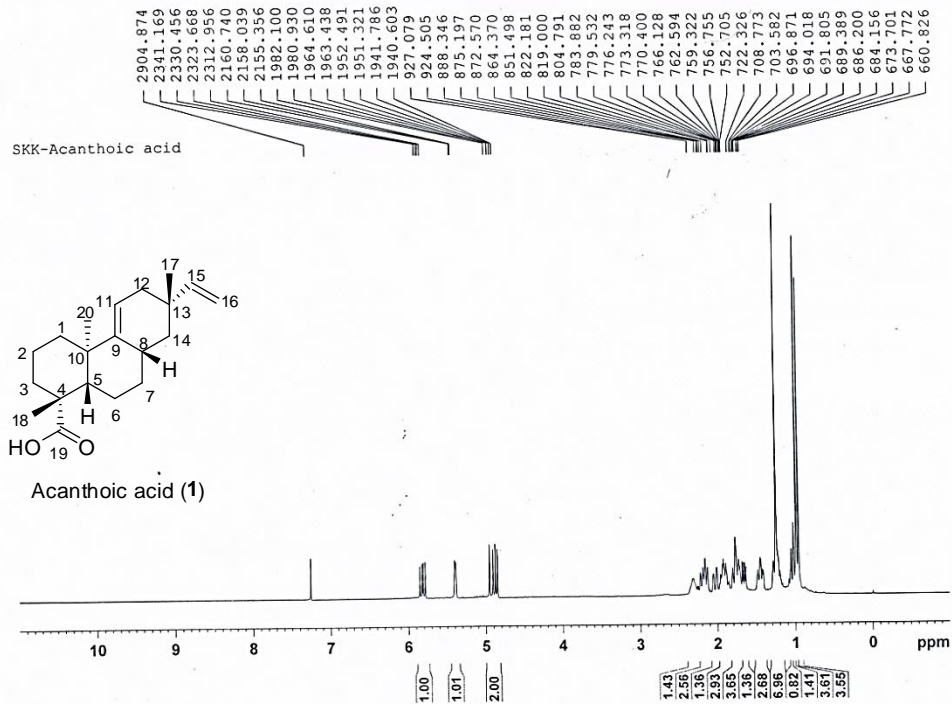
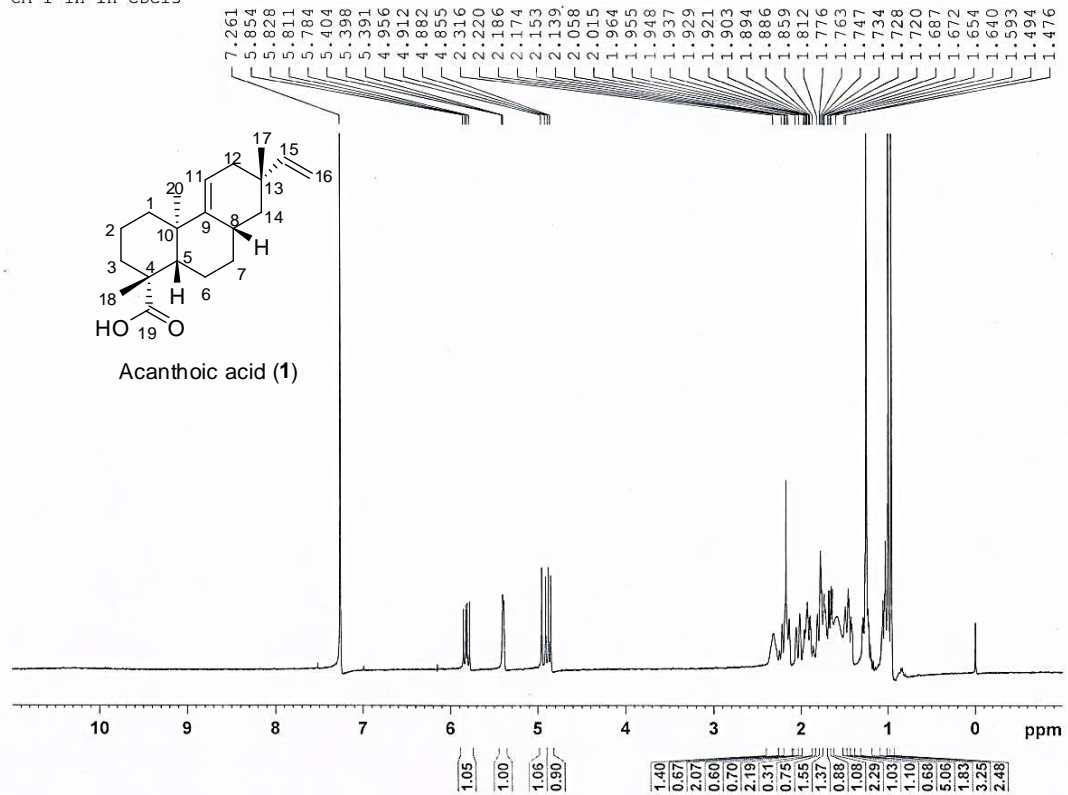
ตารางที่ 4.1 ผลการวิเคราะห์จุดหลอมเหลว

การวิเคราะห์	ตัวอย่าง acanthoic acid มาตรฐาน ^a	acanthoic acid จากการสกัด
จุดหลอมเหลว (องศาเซลเซียส)	141-142	140-141

^aSuwancharoen และคณะ (2010)

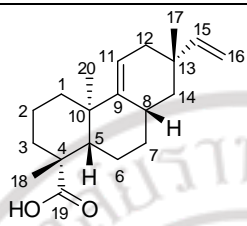
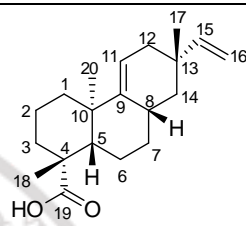
ผลการวิเคราะห์เอกลักษณ์โครงสร้างของ acanthoic acid บริสุทธิ์ด้วยเทคนิค $^1\text{H-NMR}$ ได้ผลดังนี้

CA-1 ^1H in CDCl_3



ภาพที่ 4.1 $^1\text{H-NMR}$ ของสาร Acanthoic acid จากการสกัด และ $^1\text{H-NMR}$ ของสาร Acanthoic acid มาตรฐาน Suwancharoen และคณะ (2010)

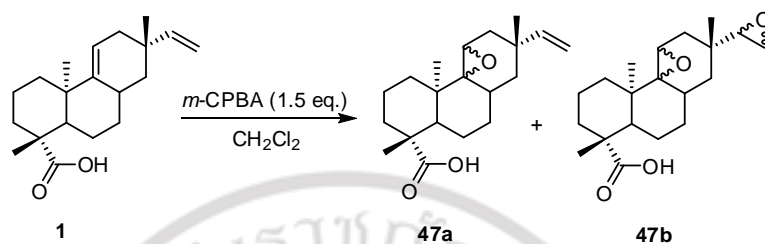
ตารางที่ 4.2 การเปรียบเทียบ $^1\text{H-NMR}$ (400 MHz) ของ acanthoic acid จากการสกัดกับ acanthoic acid มาตรฐาน

ตำแหน่ง	δ_{H} (mult, J in Hz ของ acanthoic acid)	
	โครงสร้าง Acanthoic acid จากการสกัด	โครงสร้าง Acanthoic acid จาก Suwancharoen และคณะ (2010)
		
1	1.81 (m, a), 1.29 (m, b)	1.81 (m, a), 1.28 (m, b)
2	1.93 (m, a), 2.22 (m, b)	1.93 (m, a), 2.21 (m, b)
3	2.14 (m, a), 1.06 (m, b)	2.15 (m, a), 1.05 (m, b)
5	1.66 (dd, $J=6, 13.0$ Hz)	1.66 (dd, $J=6.2, 13.0$ Hz)
6	1.49 (m, a), 1.89 (m, b)	1.48 (m, a), 1.89 (m, b)
7	1.73 (m, a), 1.21 (m, b)	1.73 (m, a), 1.21 (m, b)
8	2.32 (m)	2.31 (m)
11	5.40 (m)	5.39 (m)
12	2.02 (m, a), 1.77 (m, b)	2.01 (m, a), 1.77 (m, b)
14	1.46 (m, a), 1.03 (m, b)	1.45 (m, a), 1.03 (m, b)
15	5.82 (dd, $J=10.7, 17.5$ Hz)	5.81 (dd, $J=10.6, 17.4$ Hz)
16	4.93 (dd, $J=1.2, 17.5$ Hz, <i>trans</i>) 4.87 (dd, $J=1.2, 10.6$ Hz, <i>cis</i>)	4.93 (dd, $J=1.2, 17.4$ Hz, <i>trans</i>) 4.86 (dd, $J=1.2, 10.6$ Hz, <i>cis</i>)
17	0.96 (s)	0.96 (s)
18	1.25 (s)	1.25 (s)
20	0.99 (s)	0.99 (s)

จากการวิเคราะห์เอกลักษณ์โครงสร้าง acanthoic acid ที่ได้จากการสกัด ด้วยเทคนิค $^1\text{H-NMR}$ ดังภาพที่ 4.1 และตารางที่ 4.2 แสดงให้เห็นว่าสารที่สกัดได้คือ acanthoic acid เนื่องจากผลการวิเคราะห์ ค่าตำแหน่งของสัญญาณ (chemical shift) ของสารที่แยกได้กับรายงานวิจัยก่อนหน้าขึ้นที่สัญญาณใกล้เคียงกัน

จากผลการวิเคราะห์โครงสร้างของสารที่แยกได้ด้วยเทคนิค TLC จุดหลอมเหลว และ $^1\text{H-NMR}$ ของสารบริสุทธิ์ที่แยกได้เปรียบเทียบกับรายงานวิจัยก่อนหน้า (Suwancharoen et al., 2010) พบว่าค่า R_f ค่าจุดหลอมเหลว และค่าสัญญาณโปรตอนมีค่าใกล้เคียงกัน จึงสามารถยืนยันได้ว่าสารที่แยกได้ คือ acanthoic acid

4.2 การสังเคราะห์อนุพันธ์ epoxy acanthoic acid ด้วยปฏิกิริยา epoxidation



การปรับเปลี่ยนโครงสร้างของ acanthoic acid ด้วยปฏิกิริยา epoxidation โดยนำ acanthoic acid **1** ทำปฏิกิริยากับ 3-Chloroperbenzoic acid (*m*-CPBA) ในตัวทำละลาย ไตคลอโรมีเทน (CH_2Cl_2) เวลา 1.30 ชั่วโมง ได้ผลิตภัณฑ์ **47a** และ **47b** ร้อยละผลิตภัณฑ์เท่ากับ 11 และ 29 ตามลำดับ อนุพันธ์ที่ถูกสังเคราะห์ขึ้นเมื่อนำไปพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค IR และ NMR spectroscopy ดังตารางที่ 4.3 และ 4.4 โดย IR spectrum อนุพันธ์ **47a** พบพีก 3083 cm^{-1} ซึ่งเป็น $\text{sp}^2\text{ C-H}$ (s) ของพันธะคู่ และ 1147 cm^{-1} เป็น C-O (s) ของวง Epoxide โดยอนุพันธ์ **47b** ไม่พบพีกของพันธะคู่ สำหรับ $^1\text{H-NMR}$ spectrum อนุพันธ์ **47a** พบว่ามีพีกเกิดขึ้นที่ตำแหน่งของสัญญาณค่าการเลื่อนทางเคมี (Chemical shift) 5.7 ppm ซึ่งเป็นโปรตรอนของตำแหน่ง 15 และ สัญญาณค่าการเลื่อนทางเคมี 4.9 ppm ซึ่งเป็นโปรตรอนของตำแหน่ง 16 และ **47b** พบว่าไม่มีพีกเกิดขึ้นที่ตำแหน่งของสัญญาณดังกล่าว ซึ่งจากผลดังกล่าวเมื่อเปรียบเทียบกับ Acanthoic acid **1** สามารถยืนยันได้ว่าเกิดผลิตภัณฑ์ **47a** และ **47b**

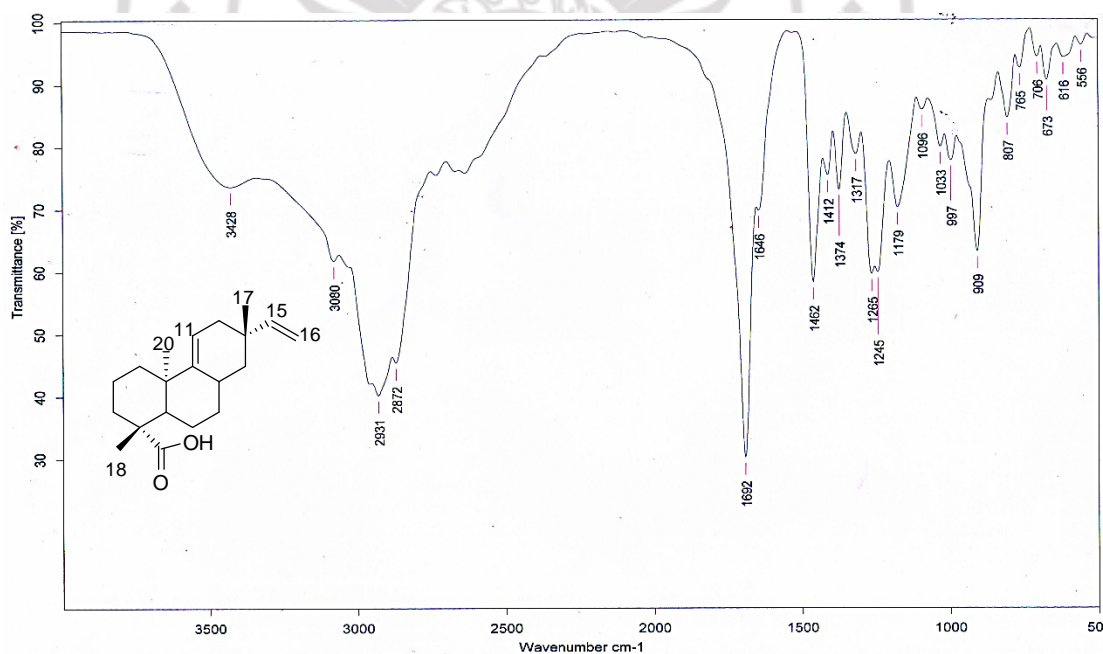
ตารางที่ 4.3 ผลการวิเคราะห์ IR ของ Acanthoic acid **1** และ **47a-b**

(wave number; cm^{-1})		
Acanthoic acid 1	47a	47b
3080 $\text{sp}^2\text{ C-H}$ (s)	3083 $\text{sp}^2\text{ C-H}$ (s)	2962 $\text{sp}^3\text{ C-H}$ (s)
2931 $\text{sp}^3\text{ C-H}$ (s)	2926 $\text{sp}^3\text{ C-H}$ (s)	1724 C=O (s)
1692 C=O (s)	1694 C=O (s)	1463 CH_2 (b)
1462 CH_2 (b)	1459 CH_2 (b)	1385 CH_3 (b)
1374 CH_3 (b)	1376 CH_3 (b)	1158 C-O (s)
1147 C-O (s)	1147 C-O (s)	3425 O-H (s)
3428 O-H (s)		

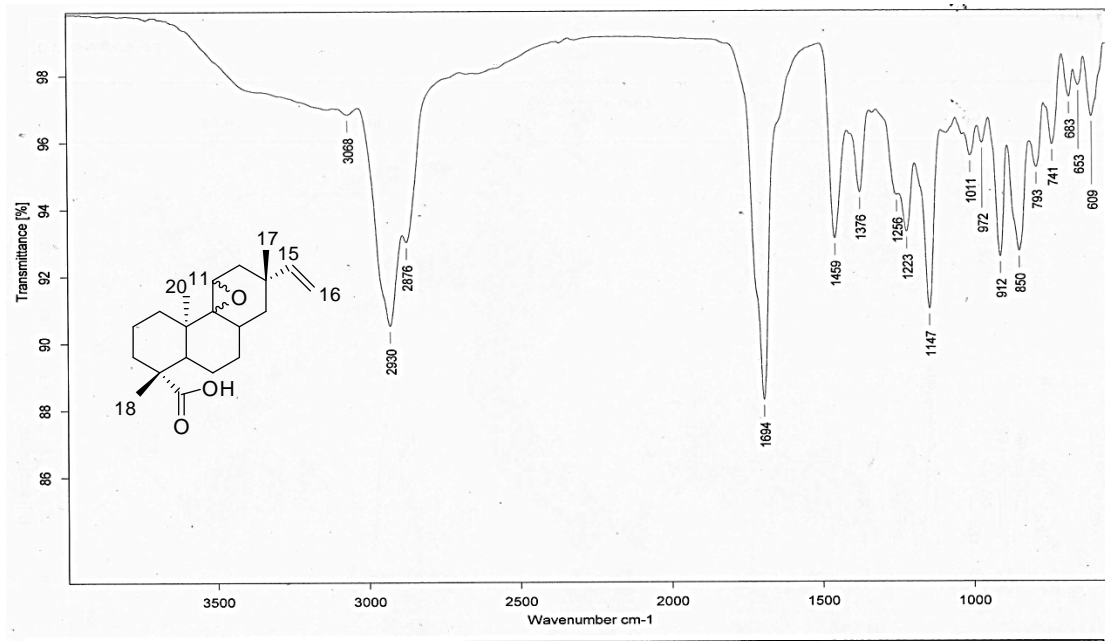
ตารางที่ 4.4 ผลการวิเคราะห์ $^1\text{H-NMR}$ ของ Acanthoic acid **1** และ **47a-b**

การเลื่อนทางเคมี (chemical shift; ppm)		
Acanthoic acid 1	47a	47b
C-11 (5.4)	C-15 (5.7)	C-17 (0.6)
C-15 (5.8)	C-16 (4.9)	C-18 (1.2)
C-16 (4.9)	C-17 (0.6)	C-20 (0.8)
C-17 (0.9)	C-18 (1.2)	
C-18 (1.2)	C-20 (1)	
C-20 (1)		

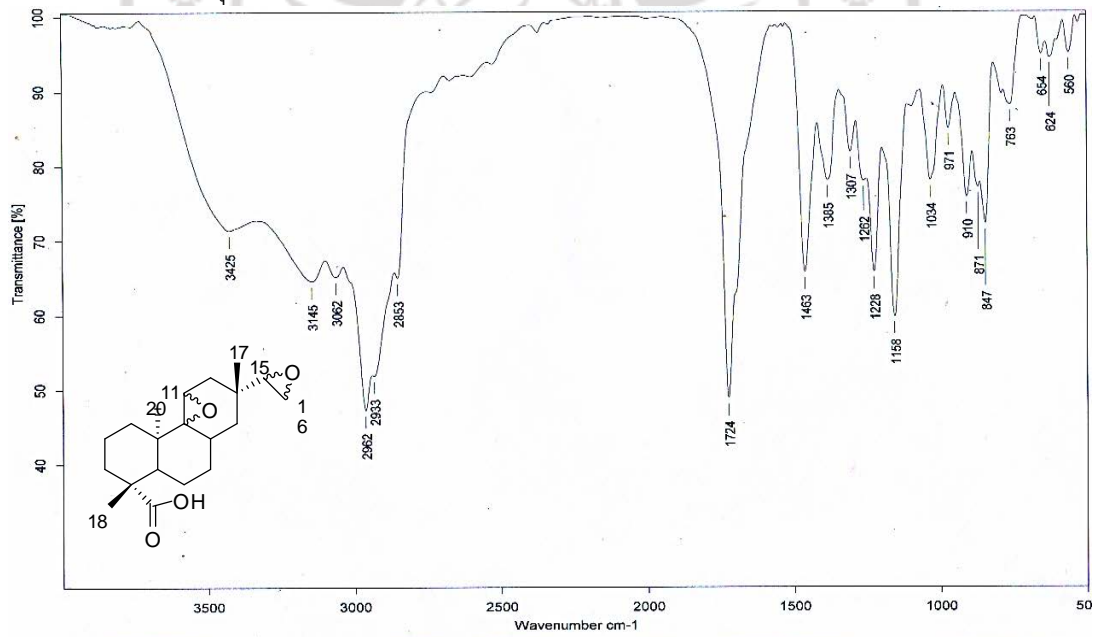
ผลการเปรียบเทียบ IR spectrum ของสาร Acanthoic acid **1** และ **47a-b**



ภาพที่ 4.2 IR spectrum ของสาร Acanthoic acid **1**

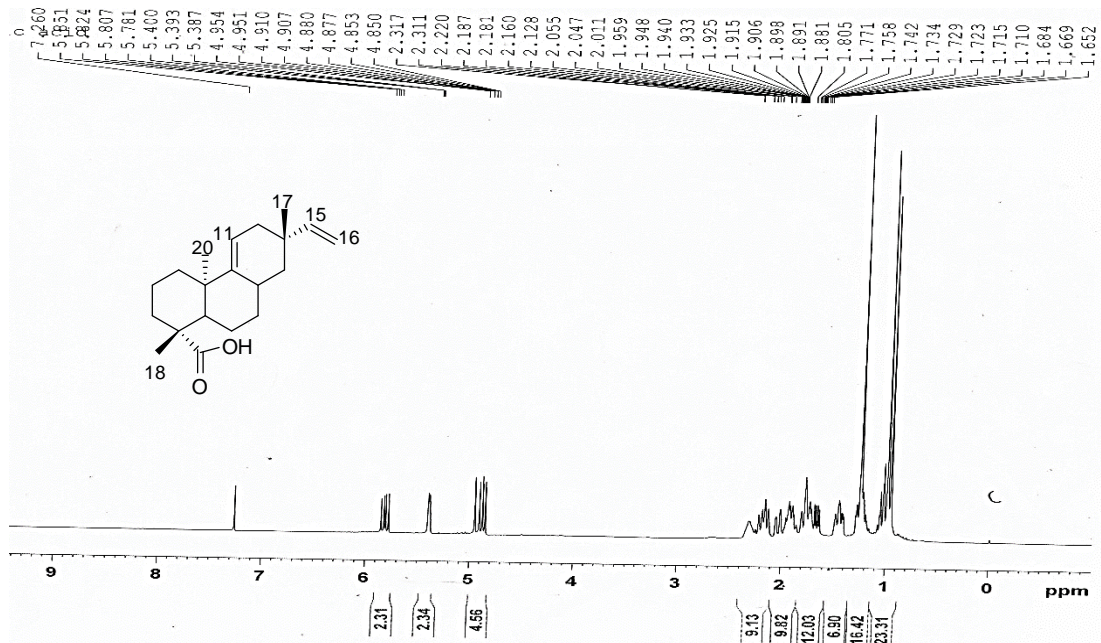


ภาพที่ 4.3 IR ออนุพันธ์ 47a

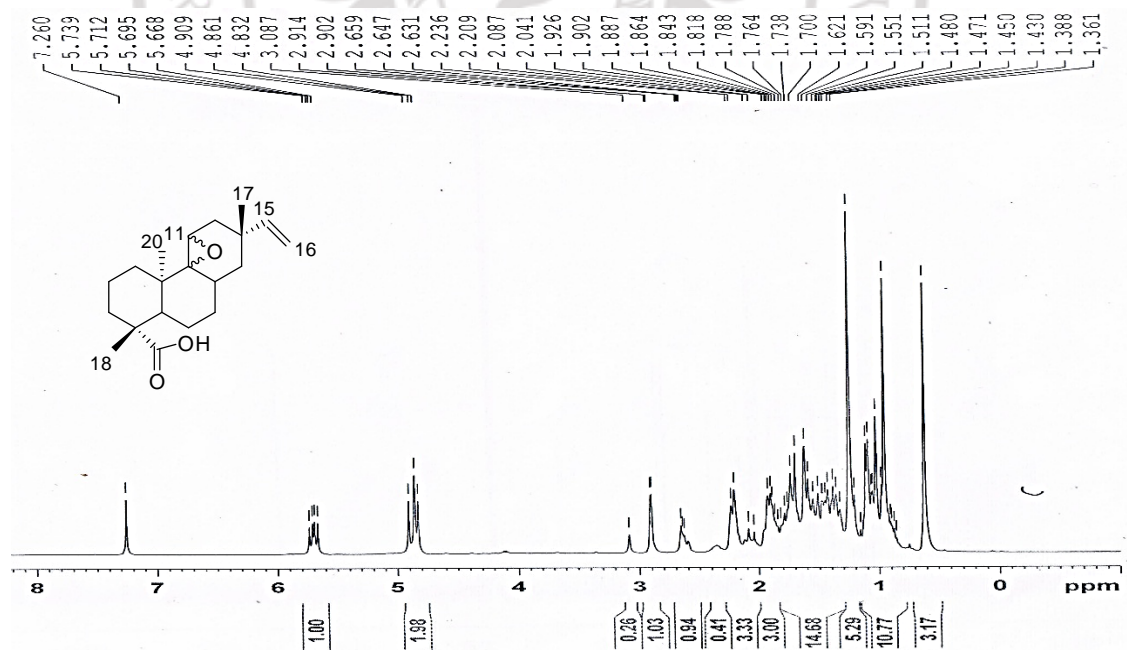


ภาพที่ 4.4 IR ออนุพันธ์ 47b

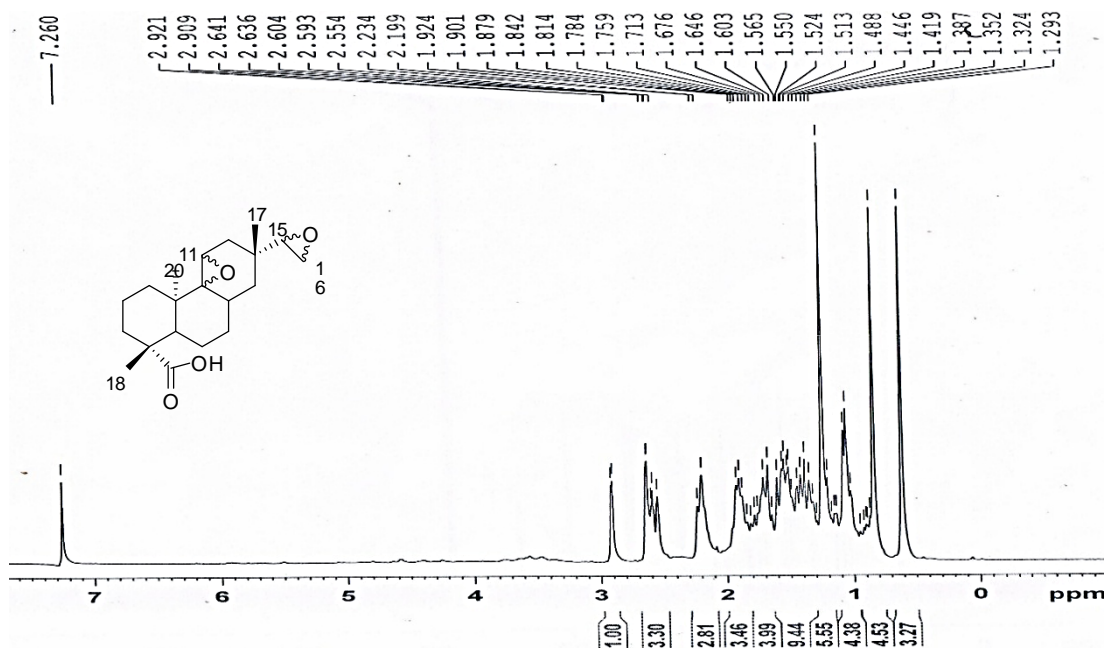
ผลการเปรียบเทียบ $^1\text{H-NMR}$ ของสาร Acanthoic acid 1 และ 47a-b



ภาพที่ 4.5 $^1\text{H-NMR}$ ของสาร Acanthoic acid 1



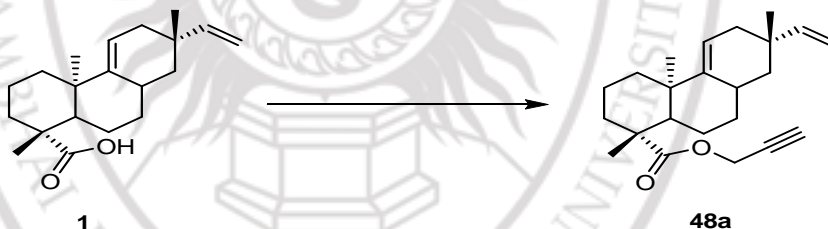
ภาพที่ 4.6 $^1\text{H-NMR}$ อนุพันธ์ 47a



ภาพที่ 4.7 $^1\text{H-NMR}$ ของอนุพันธ์ 47b

4.3 การสังเคราะห์อนุพันธ์ Acanthoic ester 48a-l

4.3.1) การหาสภาวะที่เหมาะสมของการสังเคราะห์ 2-propynyl acanthoate 48a



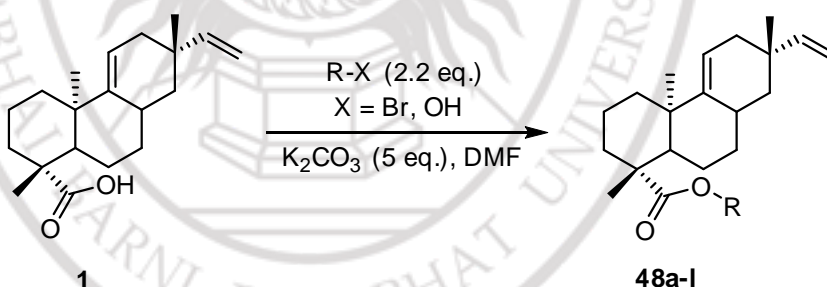
ผลการหาสภาวะที่เหมาะสมของปฏิกิริยา esterification ระหว่าง acanthoic acid 1 กับรีเอเจนต์ที่เป็น propargyl alcohol และ propargyl bromide พบว่าปฏิกิริยาเกิดได้ดีที่สุดดังลำดับที่ 5 (ตารางที่ 4.5) ซึ่งเป็นปฏิกิริยาของ acanthoic acid 1 กับ propargyl bromide ได้สภาวะที่เหมาะสมคือ ในตัวเร่งแคลเซียมคาร์บอเนต ตัวทำละลายไดเมทิลฟอร์มาไมด์ ที่อุณหภูมิห้องใช้เวลา 1.30 ชั่วโมง และได้ร้อยละผลิตภัณฑ์เท่ากับ 79 เนื่องจากโบรมไนด์เป็นหมู่หลุดออกที่ดีกว่าแอลกอฮอล์ ทำให้ปฏิกิริยาเกิดได้รวดเร็วกว่า จึงนำสภาวะดังกล่าวมาสังเคราะห์อนุพันธ์ 48a-c

ตารางที่ 4.5 ผลการหาสภาวะที่เหมาะสมของการสังเคราะห์ 2-propynyl acanthoate 48a

Entry (ลำดับ)	รีเอเจนต์ (Reagent)	ตัวเร่ง (Catalyst)	ตัวทำละลาย (Solvent)	อุณหภูมิ (°C)	เวลา (Time, h)	ร้อยละผลผลิต (Yield)
1	Propargyl alcohol	5% HCl	-	60	2	No rxn. ^a
2	Propargyl alcohol	K ₂ CO ₃	-	60	24	No rxn. ^a
3	Propargyl alcohol	Conc.HCl	-	60	24	No rxn. ^a
4	Propargyl alcohol	NaOH	-	60	4	No rxn. ^a
5	Propargyl Bromide	K ₂ CO ₃	DMF	อุณหภูมิห้อง	1.30	79

^aNo rxn. = ไม่เกิดปฏิกิริยา

4.3.2) การสังเคราะห์อนุพันธ์ของ Alkyl acanthoate 48a-l



การปรับเปลี่ยนโครงสร้างของ acanthoic acid **1** ด้วยปฏิกิริยา Esterification โดยนำ acanthoic acid **1** ทำปฏิกิริยากับ alkyl bromide ดังตาราง 4.6 พบว่าได้ผลผลิตอยู่ในช่วงร้อยละ 24-98 ผลผลิตที่ถูกสังเคราะห์ขึ้นนำไปพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค NMR และ IR spectroscopy ซึ่งขณะนี้ได้ผลการวิเคราะห์โครงสร้างที่แน่นอนเป็นบางส่วนดังตารางที่ 4.7 และ 4.8 ได้แก่ IR spectrum อนุพันธ์ **48a** พบพิกัด 3282 cm⁻¹ ซึ่งเป็น sp C-H (s) ของพันธะสาม (Alkyne) อนุพันธ์ **48b** พบพิกัด 772 cm⁻¹ ซึ่งเป็น CH₂ long chain band อนุพันธ์ **48c** พบพิกัด 722 cm⁻¹ ซึ่งเป็น CH₂ long chain band เมื่อศึกษา acanthoic acid **1** พบว่า acanthoic acid **1** พบพิกัด 3428 cm⁻¹ ซึ่งเป็น O-H (s) ของหมู่ carboxylic acid แต่อนุพันธ์ **48a-c** ไม่พบพิกัด O-H (s) ดังกล่าว สำหรับผล ¹H-NMR spectrum อนุพันธ์ **48a** พบว่ามีพิกัดเกิดขึ้นที่ตำแหน่งของสัญญาณการเลื่อน

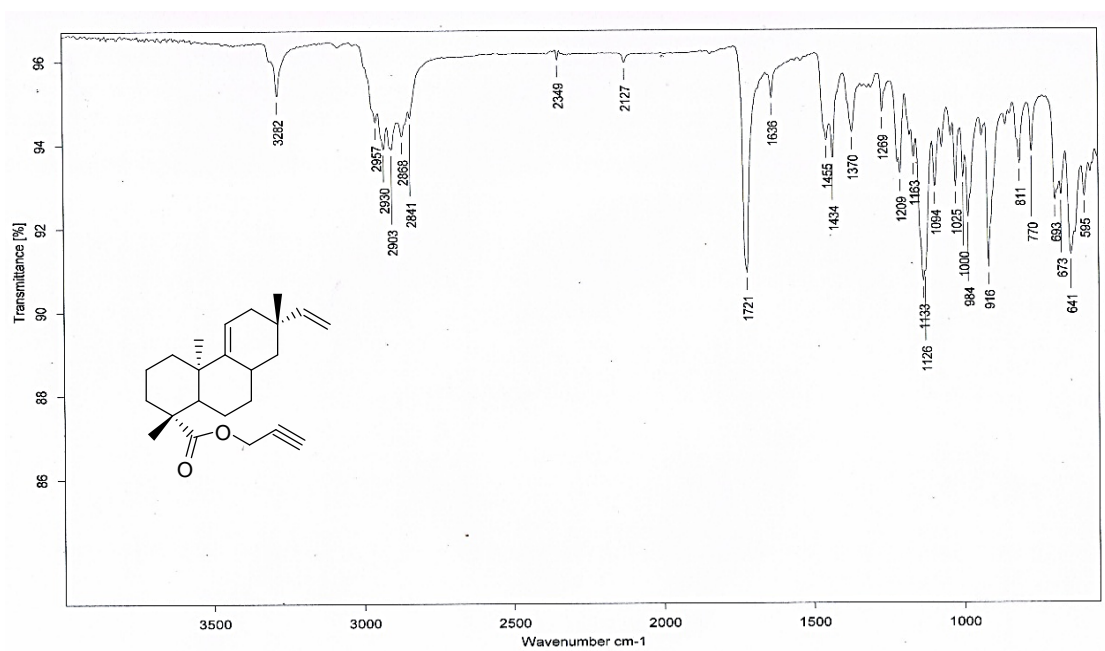
ทางเคมี 2.4 และ 4.7 ppm ซึ่งเป็นโปรตรอนตำแหน่ง 22 และ 23 ของพันธะสาม (alkyne) **48b** พบว่า มีพีคเกิดขึ้นที่ตำแหน่งของสัญญาณการเลื่อนทางเคมี 0.9 และ 4.1 ppm ซึ่งเป็นโปรตรอนตำแหน่ง 24 และ 21 จากผลดังกล่าวเมื่อเปรียบเทียบกับ acanthoic acid **1** สามารถยืนยันได้ว่าเกิดผลิตภัณฑ์ **48a** และ **48b**

ตารางที่ 4.6 การสังเคราะห์อนุพันธ์ชนิดใหม่ของ Acanthoic acid ด้วยปฏิกิริยา Esterification

ลำดับ (Entry)	หมู่แทนที่ (R)	ผลิตภัณฑ์ (Product)	เวลา (Time, h)	ร้อยละผลิตภัณฑ์ (%Yield)
1	Propargyl	48a	1.30	79
2	Butyl	48b	2.00	61
3	Octyl	48c	1.00	77
4	Benzyl	48d	1.00	70
5	4-Nitrobenzyl	48e	1.00	24
6	4-Methylbenzyl	48f	0.50	98
7	4-Methoxybenzyl	48g	1.50	76
8	2-Fluorobenzyl	48h	0.50	75
9	3-Fluorobenzyl	48i	15 min	78
10	4-Fluorobenzyl	48j	15 min	72
11	4-Chlorobenzyl	48k	1.00	82
12	4-Bromobenzyl	48l	0.50	98

ตารางที่ 4.7 ตัวอย่างผลการวิเคราะห์ IR ของ **48a** เปรียบเทียบกับ acanthoic acid **1**

Acanthoic acid 1	48a
3080 sp^2 C-H (s)	3282 sp C-H (s) of alkyne
2931 sp^3 C-H (s)	2903 sp^3 C-H (s)
1692 C=O (s)	1721 C=O (s)
1462 CH_2 (b)	1434 CH_2 (b)
1374 CH_3 (b)	1370 CH_3 (b)
1147 C-O (s)	1000 C-O (s)
3428 O-H (s)	

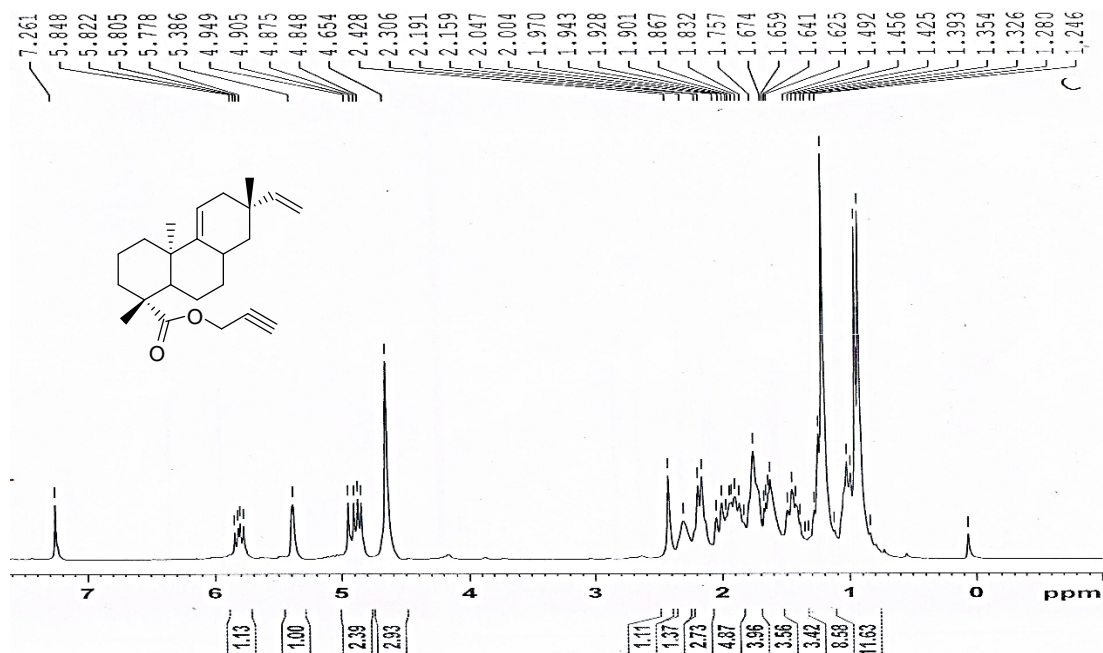


ภาพที่ 4.8 IR อนุพันธ์ 48a

ตารางที่ 4.8 ตัวอย่างผลการวิเคราะห์ $^1\text{H-NMR}$ ของ 48a เปรียบเทียบกับ acanthoic acid 1

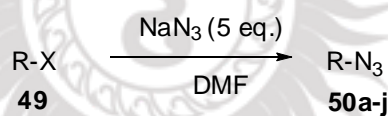
Acanthoic acid 1	48a
H-11 (5.4)	H-11 (5.4)
H-15 (5.8)	H-15 (5.8)
H-16 (4.9)	H-16 (4.9)
H-17 (0.9)	H-17 (0.9)
H-18 (1.2)	H-18 (1.2)
H-20 (1.0)	H-20 (1.0)
	H-21 (4.6)
	H-23 (2.4)

ลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยราชภัฏรำไพพรรณี



ภาพที่ 4.9 $^1\text{H-NMR}$ อนุพันธ์ 48a

4.4 การเตรียม Alkyl azide



การเตรียม alkyl azide ด้วยปฏิกิริยา azidation โดยนำ alkyl halide ทำปฏิกิริยากับ sodium azide (NaN_3) ในตัวทำละลาย *N,N*-dimethylformamide (DMF) ได้ผลิตภัณฑ์เป็น alkyl azide 50a-j (ตารางที่ 4.9) ผลิตภัณฑ์ที่ได้ถูกนำไปพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค IR-spectroscopy ดังตารางที่ 4.10 และ 4.11 พบว่าอนุพันธ์ 50a พบพีด 723 cm^{-1} CH_2 long chain bend อนุพันธ์ 50b พบพีด 1454 cm^{-1} aromatic $\text{C}=\text{C}$ (s) อนุพันธ์ 50c พบพีด 1343 cm^{-1} CH_3 bend และ 819 cm^{-1} 1,4-disubstituted Ring อนุพันธ์ 50d พบพีด $1031, 1241 \text{ cm}^{-1}$ C-O (s) และ 811 cm^{-1} 1,4-disubstituted Ring อนุพันธ์ 50e พบพีด 753 cm^{-1} 1,2-disubstituted Ring และ 1232 cm^{-1} C-F (s) อนุพันธ์ 50f พบพีด 781 cm^{-1} 1,3-disubstituted Ring และ 1256 cm^{-1} C-F (s) อนุพันธ์ 50g พบพีด 819 cm^{-1} 1,4-disubstituted Ring และ 1221 cm^{-1} C-F (s) อนุพันธ์ 50h พบพีด 795 cm^{-1} C-Cl (s) 1,4-disubstituted Ring 1090 cm^{-1} C-Cl (s) อนุพันธ์ 50i พบพีด 790 cm^{-1} 1,4-disubstituted Ring และ 1090 cm^{-1} C-Br (s) 50j พบพีด 736 cm^{-1} 1,4-disubstituted Ring และ $516, 1339 \text{ cm}^{-1}$ $\text{N}=\text{O}$ asymmetric (s) จากผลดังกล่าวสามารถยืนยันได้ว่าเกิดผลิตภัณฑ์ 50a-j

ตารางที่ 4.9 การเตรียม alkyl azide 50a-j

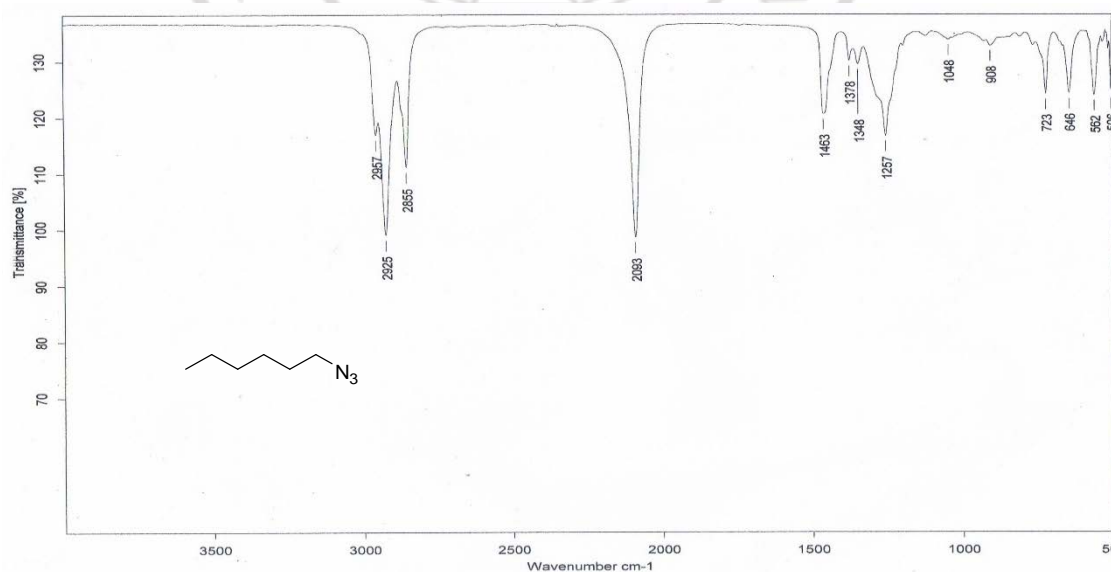
ลำดับ (Entry)	ตัวทำปฏิกิริยาที่ใช้ (Reagent)	ผลิตภัณฑ์ (Product)	เวลา (Time, h)	ร้อยละผลิตภัณฑ์ (%Yield)
1	1-Bromooctane	50a	0.30	66
2	Benzyl bromide	50b	0.30	40
3	α -Bromo- <i>p</i> -xylene	50c	17	61
4	4-Methoxybenzyl chloride	50d	0.40	91
5	2-Fluorobenzyl bromide	50e	1.40	87
6	3-Fluorobenzyl bromide	50f	1.00	84
7	4-Fluorobenzyl bromide	50g	17	72
8	4-Chlorobenzyl bromide	50h	0.50	95
9	4-Bromobenzyl bromide	50i	0.30	88
10	4-Nitrobenzyl bromide	50j	0.50	96

ตารางที่ 4.10 ผลการวิเคราะห์ IR ของ 50a-j

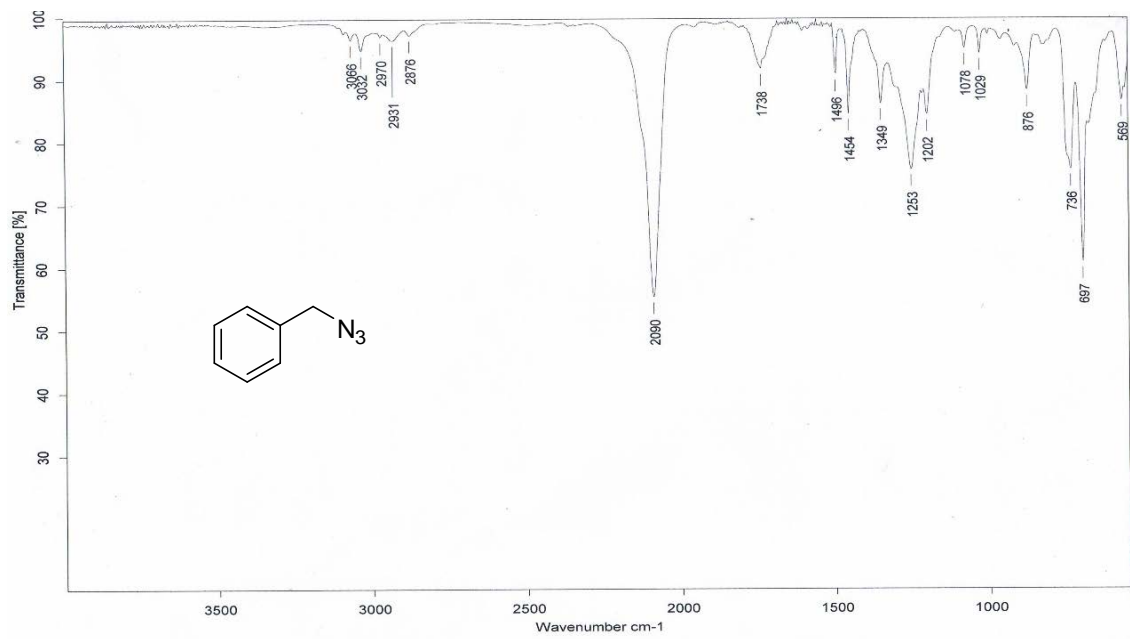
(wave number; cm ⁻¹)				
50a	50b	50c	50d	50e
2925	2090	2092	2090	2095
sp ³ C-H (s)	sp ³ C-H (s)	sp ³ C-H (s)	sp ³ C-H (s)	sp ³ C-H (s)
723	1454	1509	1511	1491
CH ₂	C=C aromatic	C=C aromatic	C=C aromatic	C=C
Long chain band	(s)	(s)	(s)	aromatic
		1343	1302	(s)
		CH ₃ (b)	CH ₃ (b)	753
		819	1031, 1241	1,2-
		1,4-Disubstituted Ring	C-O (s)	Disubstituted Ring
			811	1232
			1,4-Disubstituted Ring	C-F (s)

ตารางที่ 4.10 (ต่อ)

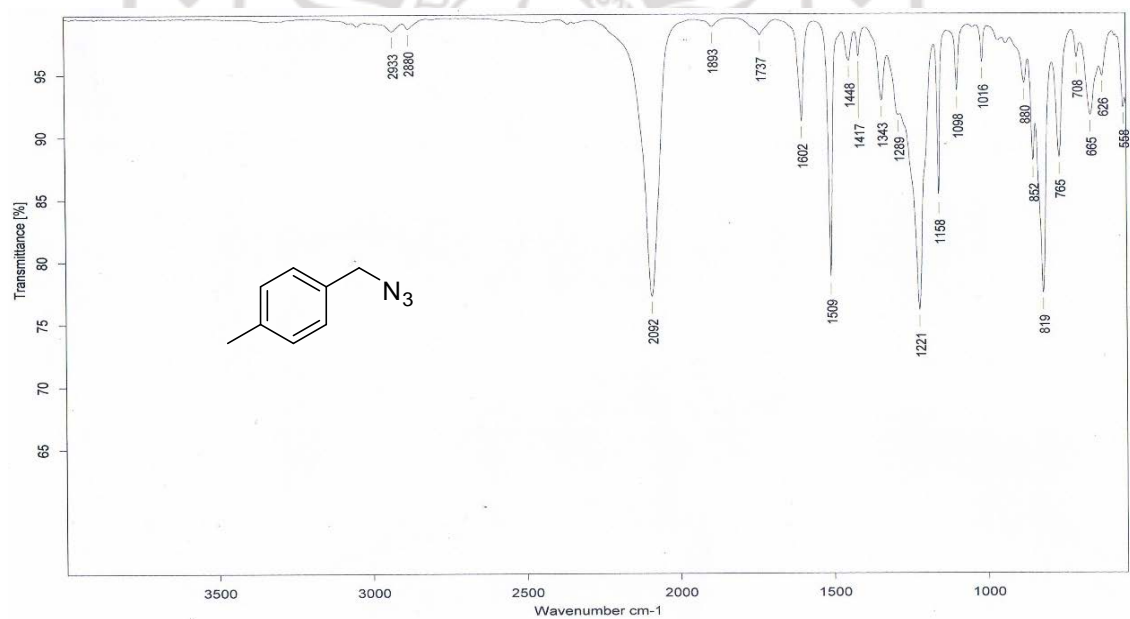
(wave number; cm ⁻¹)				
50f	50g	50h	50i	50j
2092	2092	2091	2090	2094
sp ³ C-H	sp ³ C-H	sp ³ C-H	sp ³ C-H	sp ³ C-H
stretching	stretching	stretching	stretching	stretching
1488	1509	1492	1487	1438
C=C aromatic	C=C aromatic	C=C aromatic	C=C aromatic	C=C
Stretching	Stretching	Stretching	Stretching	aromatic
781	819	795	790	790
1,3-	1,4-	1,4-	1,4-	790
Disubstituted	Disubstituted	Disubstituted	Disubstituted	1,4-
Ring	Ring	Ring	Ring	Disubstituted
1256	1221	1090	1070	Ring
C-F	C-F	C-Cl	C-Br	1339, 1546
stretching	stretching	stretching	stretching	N=O
				asymmetric
				stretching

ผลการเปรียบเทียบ ¹H-NMR ของสาร 50a-j

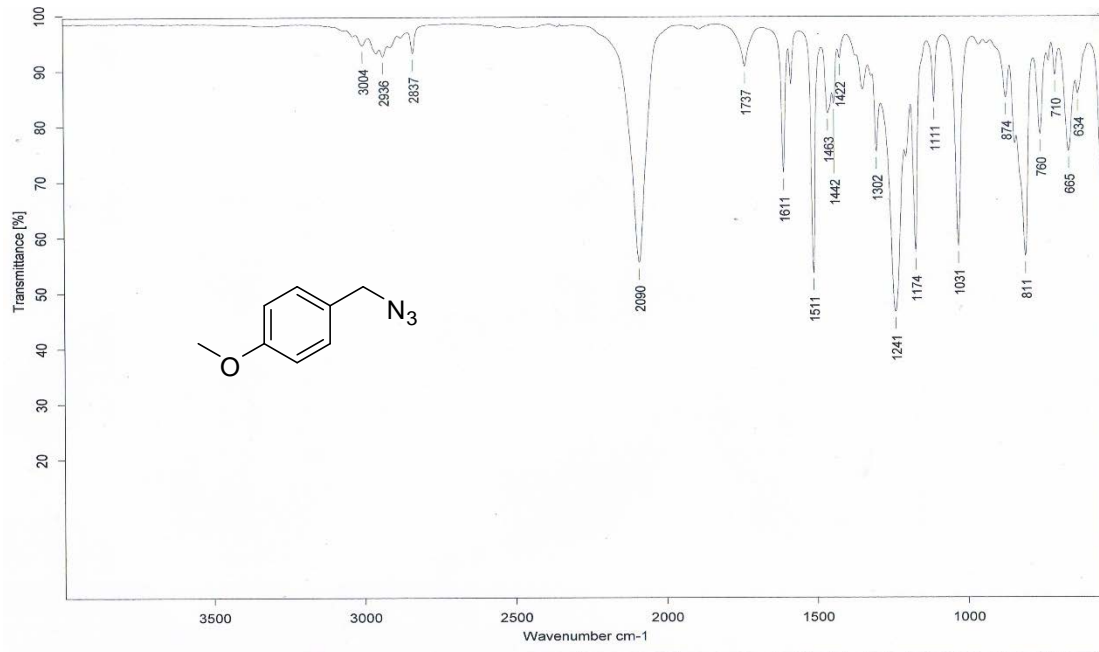
ภาพที่ 4.10 IR อนุพันธ์ 50a



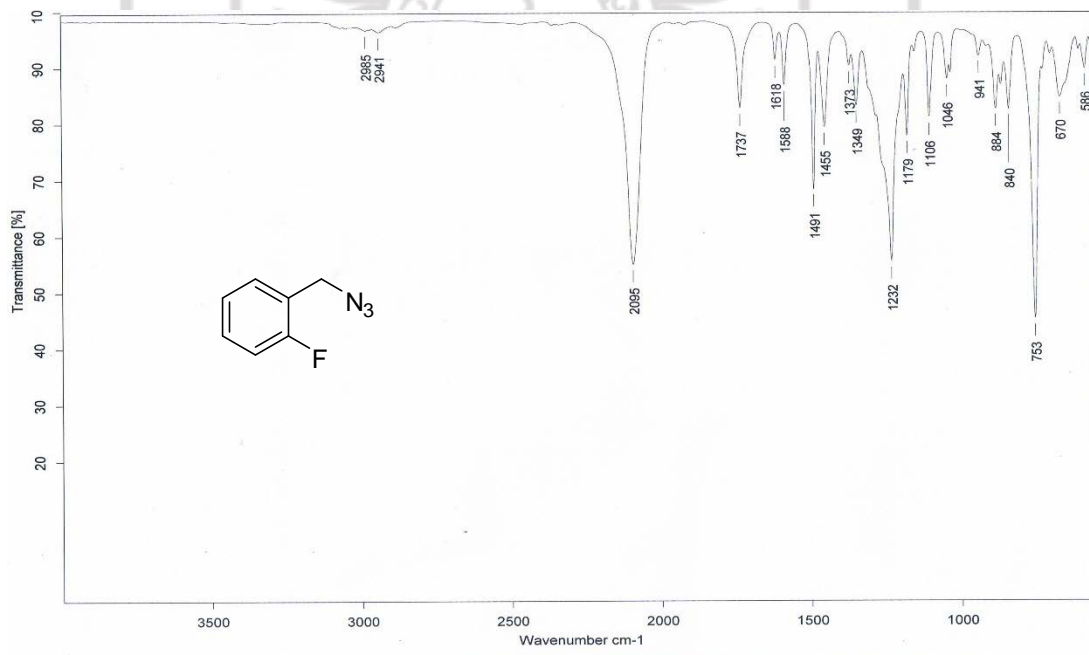
ภาพที่ 4.11 IR ของพันธะ 50b



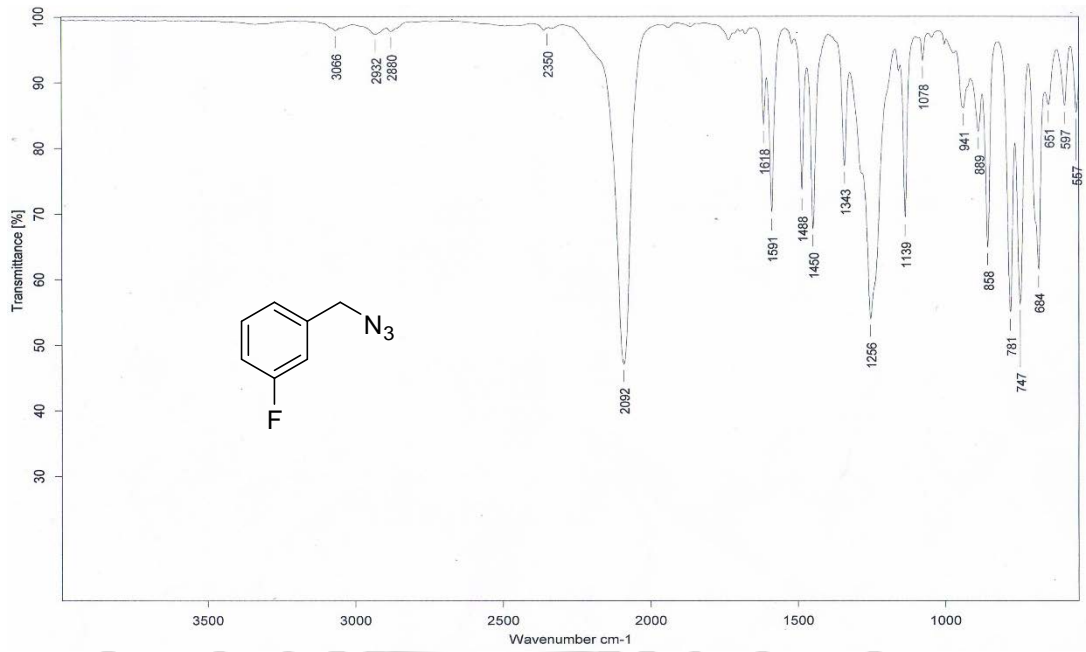
ภาพที่ 4.12 IR ของพันธะ 50c



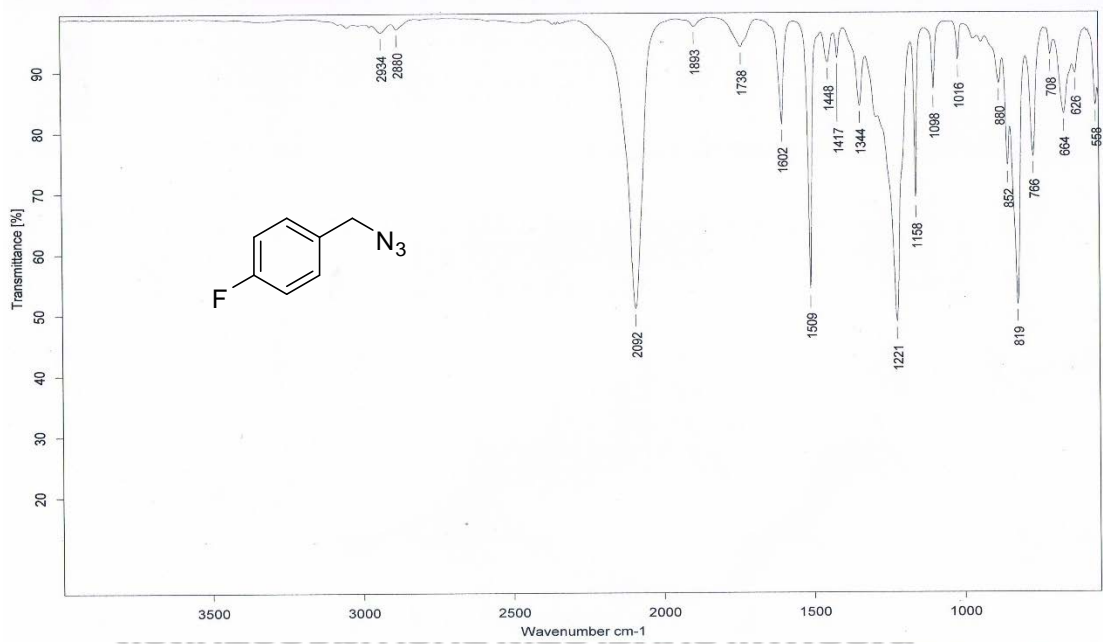
ภาพที่ 4.13 IR อนุพันธ์ 50d



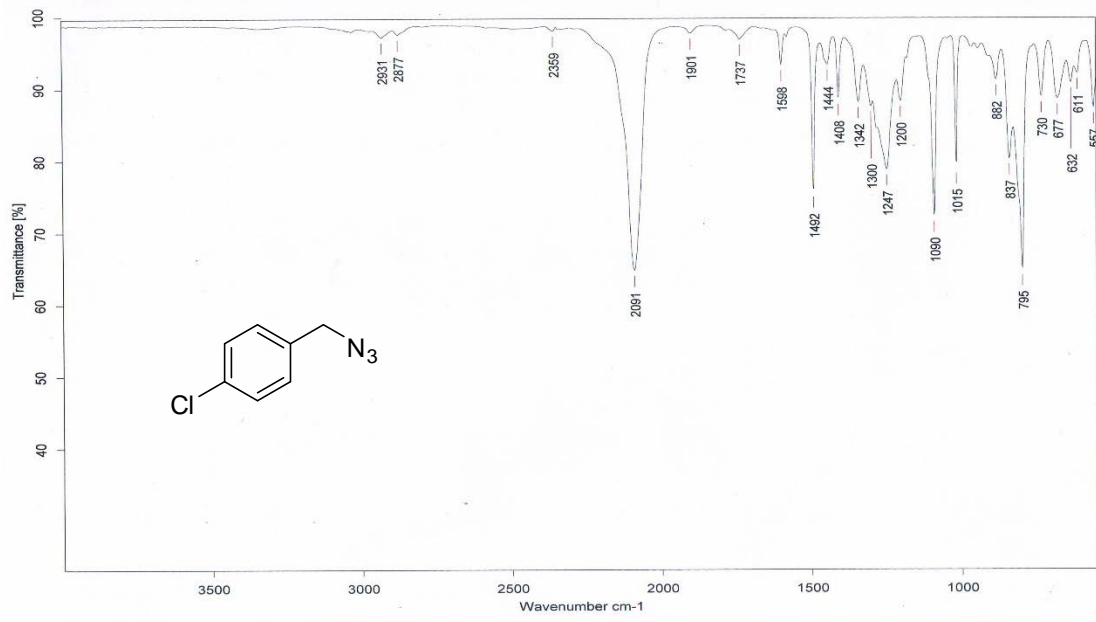
ภาพที่ 4.14 IR อนุพันธ์ 50e



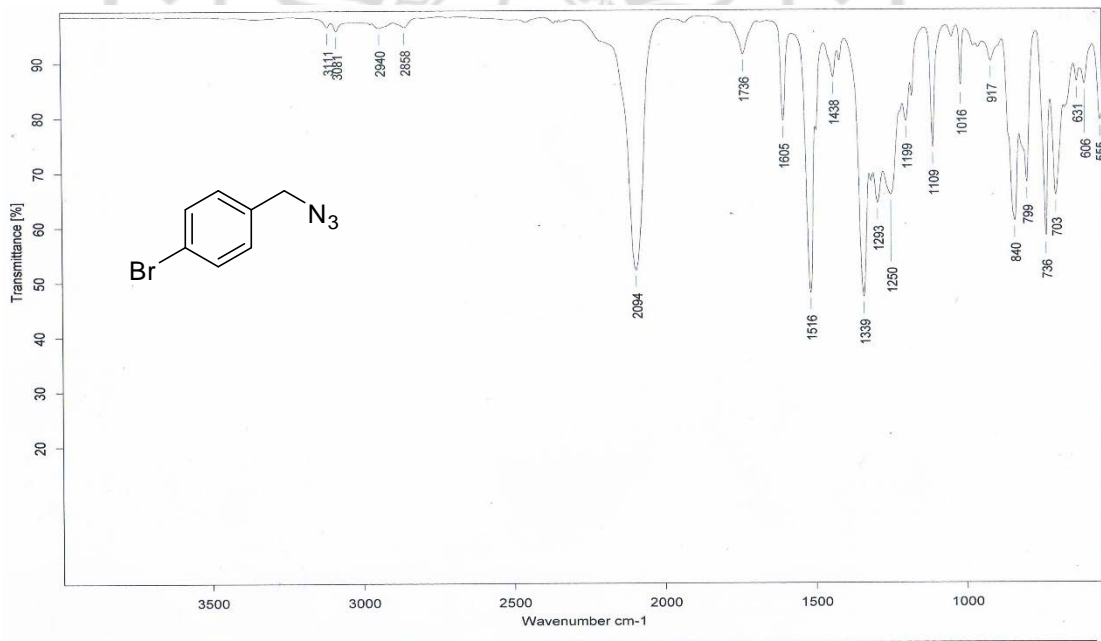
ภาพที่ 4.15 IR อนุพันธ์ 50f



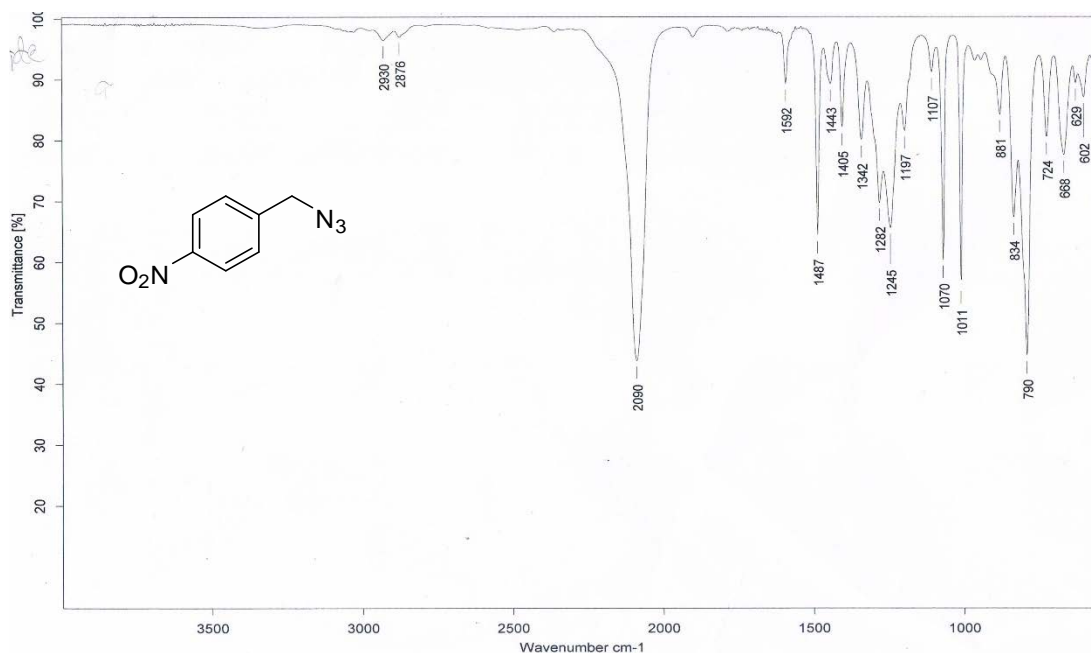
ภาพที่ 4.16 IR อนุพันธ์ 50g



ภาพที่ 4.17 IR อนุพันธ์ 50h

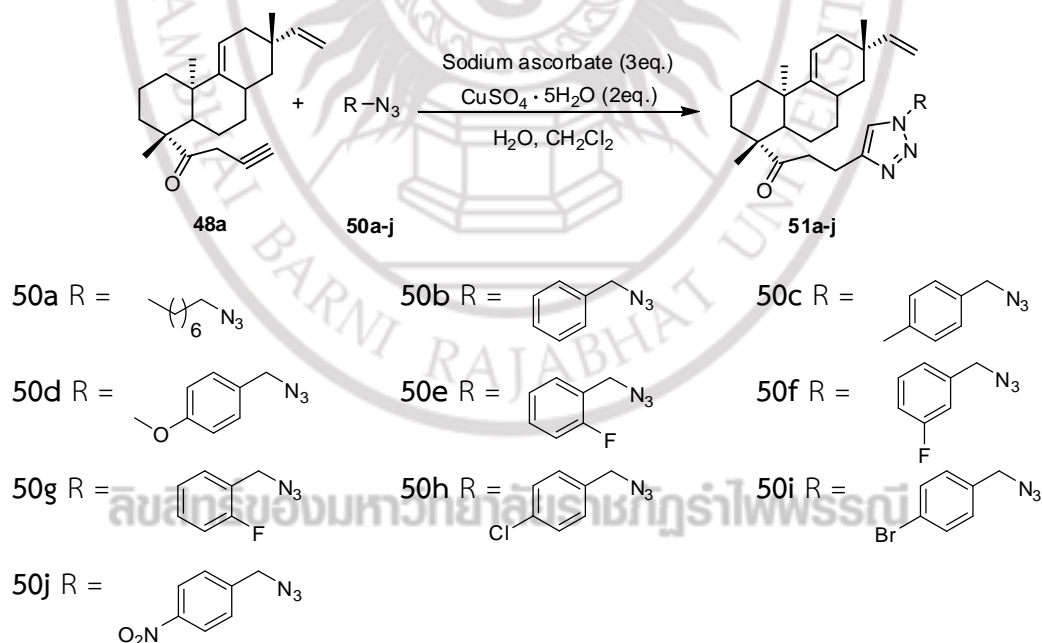


ภาพที่ 4.18 IR อนุพันธ์ 50i



ภาพที่ 4.19 IR อนุพันธ์ 50j

4.5 การสังเคราะห์อนุพันธ์ของ Triazolyl acanthoic esters



การสังเคราะห์อนุพันธ์ของ triazolyl acanthoic esters **51a-j** (ตารางที่ 4.11) โดยใช้ปฏิกิริยา Copper Azide-Alkyne Cycloaddition (CuAAC) ระหว่าง 2-propynyl acanthoate **48a** กับ alkyl azide **50a-j** อนุพันธ์ที่สังเคราะห์ได้ถูกนำไปพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค NMR spectroscopy และ IR- spectroscopy ซึ่งจะเห็นได้ว่า ปฏิกิริยา Copper-Catalyzed Azide-Alkyne Cycloaddition (CuAAC) สามารถเปลี่ยนหมู่ alkyne ของอนุพันธ์ **48a** เกิดเป็นผลิตภัณฑ์

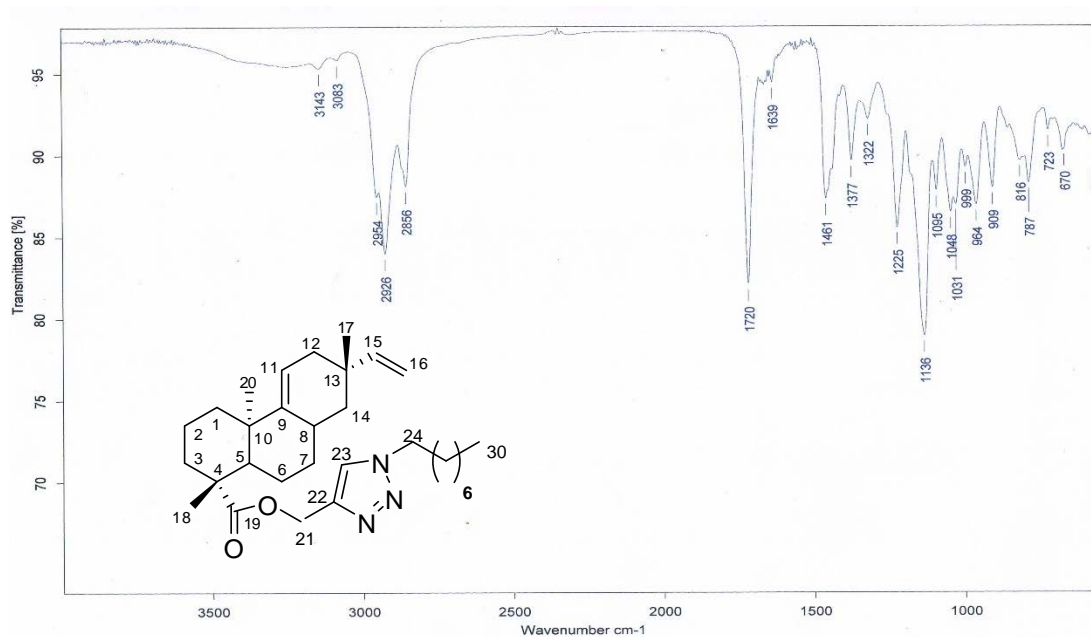
triazolyl acanthoic ester ได้จากผลการวิเคราะห์ $^1\text{H-NMR}$ spectroscopy และ IR-spectroscopy ดังตารางที่ 4.12 ถึง 4.13

ตารางที่ 4.11 การสังเคราะห์อนุพันธ์ของ triazolyl acanthoic esters 51a-j

ลำดับ (Entry)	ตัวทำปฏิกิริยาที่ใช้ (Reagent)	ผลิตภัณฑ์ (Product)	เวลา (Time, h)	ร้อยละผลิตภัณฑ์ (% Yield)
1	50a	51a	0.30	80
2	50b	51b	1.00	88
3	50c	51c	0.40	62
4	50d	51d	0.30	83
5	50e	51e	0.30	89
6	50f	51f	15.00	83
7	50g	51g	1.00	77
8	50h	51h	18.00	82
9	50i	51i	0.30	68
10	50j	51j	0.30	84

ตารางที่ 4.12 ตัวอย่างผลการวิเคราะห์ IR ของ 51a เปรียบเทียบกับอนุพันธ์ 48a

48a	51a
3282 $\text{sp}^{\text{C-H}}$ (s) of alkyne	3083 $\text{sp}^{\text{C-H}}$ (s)
2903 $\text{sp}^{\text{C-H}}$ (s)	2926 $\text{sp}^{\text{C-H}}$ (s)
1721 C=O (s)	1720 C=O (s)
1434 CH_2 (b)	1461 CH_2 (b)
1370 CH_3 (b)	1377 CH_3 (b)
1000 C-O (s)	1225 C-N (m)
	1031 C-O (s)
	723 Long chain

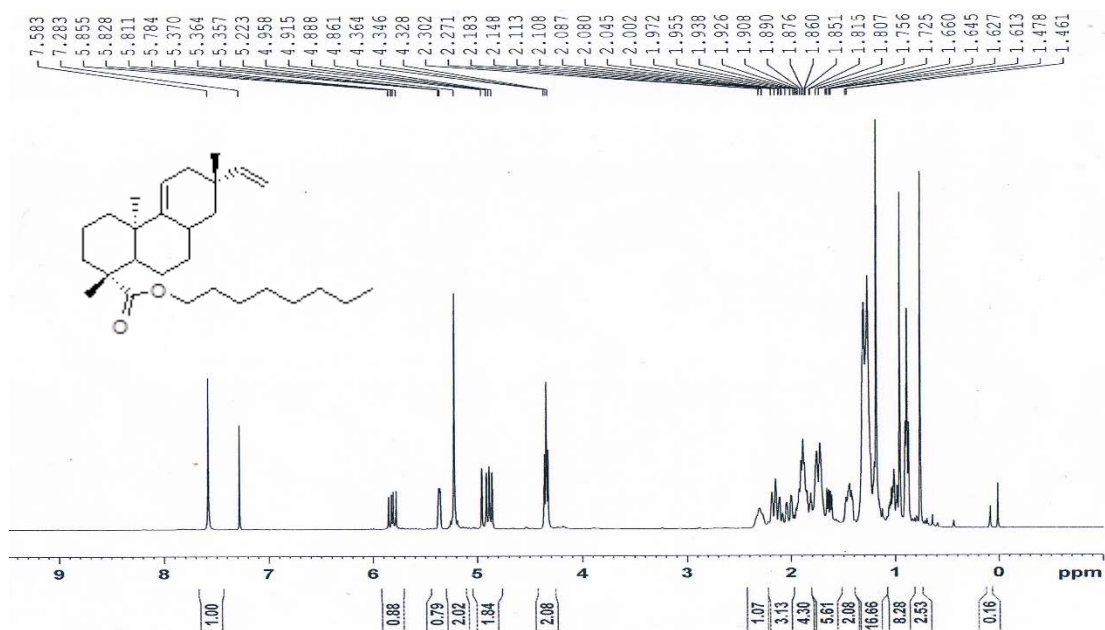


ภาพที่ 4.20 IR ของพันธ์ 51a

ตารางที่ 4.13 ตัวอย่างผลการวิเคราะห์ $^1\text{H-NMR}$ ของ 51a เปรียบเทียบกับพันธ์ 48a

48a	51a
H-11 (5.4)	H-11 (5.4)
H-15 (5.8)	H-15 (5.8)
H-16 (4.9)	H-16 (4.9)
H-17 (0.9)	H-17 (0.8)
H-18 (1.2)	H-18 (1.2)
H-20 (1.0)	H-20 (1)
H-21 (4.6)	H-21 (5.3)
H-23 (2.4)	H-23 (4.4)

ลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยราชภัฏรำไพพรรณี



ภาพที่ 4.21 $^1\text{H-NMR}$ อนุพันธ์ 51a

งานวิจัยการปรับเปลี่ยนโครงสร้างสาร acanthoic acid จากต้นเปล้าใหญ่เพื่อศึกษาฤทธิ์ยับยั้งเซลล์มะเร็งนี้ ได้ทำการสกัดสาร acanthoic acid มีลักษณะเป็นของแข็งสีขาว ได้ปริมาณ 1.59 กรัม คิดเป็นร้อยละผลิตภัณฑ์ 0.178 จากนั้นได้ปรับเปลี่ยนหมู่ฟังก์ชัน alkene ที่ตำแหน่ง C-9,11 และ C-15,16 ด้วยปฏิกิริยา epoxidation ได้ผลิตภัณฑ์ที่มีหมู่ epoxide จำนวน 2 อนุพันธ์ อนุพันธ์ 47a และ 47b นอกจากนี้ยังปรับเปลี่ยนหมู่ฟังก์ชัน carboxylic acid ด้วยปฏิกิริยา esterification ได้ผลิตภัณฑ์ที่มีหมู่ ester จำนวน 12 อนุพันธ์ คือ อนุพันธ์ 48a-l รวมไปถึงผู้วิจัยได้นำอนุพันธ์ 48a (2-propargyl acanthoate) มาทำปฏิกิริยากับ azide ชนิดต่าง ๆ ด้วยปฏิกิริยา Copper Azide-Alkyne Cycloaddition (CuAAC) ได้ผลิตภัณฑ์ที่มีหมู่ triazole จำนวน 10 อนุพันธ์ คือ อนุพันธ์ 51a-j ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงสังเคราะห์อนุพันธ์ชนิดใหม่ของ acanthoic acid รวมทั้งสิ้นจำนวน 24 อนุพันธ์ ซึ่งอนุพันธ์ที่ได้จะถูกนำไปทดสอบฤทธิ์ต้านมะเร็งต่อไป