

การศึกษาองค์ประกอบเคมีของใบรางจืด (Thunbergia laurifolia Linn.)



นางสาว ขวัญใจ ตันสุวรรณ

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

ภาควิชาเคมี

บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

พ.ศ. 2526

ISBN 974-562-181-1

**011297**

STUDIES ON CHEMICAL CONSTITUENTS OF  
THUNBERGIA LAURIFOLIA LINN. LEAVES

Miss Kwanjai Tunsuwan

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirments

for the Degree of Master of Science

Department of Chemistry

Graduate School

Chulalongkorn University

1983

หัวข้อวิทยานิพนธ์      การศึกษาองค์ประกอบเคมีของใบรางสืด (Thunbergia laurifolia  
Linn.)

โดย                              นางสาว ขวัญใจ ตันสุวรรณ

ภาควิชา                              เคมี

อาจารย์ที่ปรึกษา              คำสตราจารย์ ดร. เทพ เชียงทอง



บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้บัณฑิตวิทยาลัยฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่ง  
ของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

..... *สุประดิษฐ์ บุนนาค* ..... คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย  
(รองคำสตราจารย์ ดร. สุประดิษฐ์ บุนนาค)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

..... *แม่แก้ว อมรสิทธิ์* ..... ประธานกรรมการ  
(รองคำสตราจารย์ แม่แก้ว อมรสิทธิ์)

..... *เฟด็จ ลิขิตสุนทร* ..... กรรมการ  
(คำสตราจารย์ ดร. เฟด็จ ลิขิตสุนทร)

..... *เทพ เชียงทอง* ..... กรรมการ  
(คำสตราจารย์ ดร. เทพ เชียงทอง)

..... *อุดม กักผล* ..... กรรมการ  
(รองคำสตราจารย์ ดร. อุดม กักผล)

ลิขสิทธิ์ของบัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

หัวข้อวิทยานิพนธ์      การศึกษาองค์ประกอบเคมีของใบรางจืด (Thunbergia laurifolia  
Linn.)

ชื่อนิสิต                      นางสาว ขวัญใจ ดันสุวรรณ

อาจารย์ที่ปรึกษา              ศาสตราจารย์ ดร.เทพ เชียงทอง

ภาควิชา                          เคมี

ปีการศึกษา                      2525



บทคัดย่อ

นำใบรางจืดแห้งที่บดละเอียดแล้ว (2 กิโลกรัม) มาสกัดด้วยอีเทอร์, เมทานอล และน้ำ จะได้สารที่สกัดจากตัวทำละลายต่าง ๆ 3.9%, 9.9% และ 9.3% ตามลำดับ เมื่อสกัดใบรางจืดแห้งโดยตรงด้วยน้ำ จะได้สารเหนียวสีน้ำตาลเข้ม 17.28%

จากการแยกสารที่สกัดด้วยอีเทอร์โดยวิธีคอลัมน์และคอลัมน์โครมาโตกราฟีซ้ำ ๆ กันหลายครั้ง แล้วตกผลึกสารในเมทานอลร้อนได้สเตอรอล 0.01% ข้อมูลทางสเปกโตรสโคปี (ได้แก่ UV, IR,  $^1\text{H}$  NMR,  $^{13}\text{C}$  NMR, MS และ GLC) และปฏิกิริยาเคมี พร้อมด้วยการเปรียบเทียบกับ authentic samples บ่งชี้ว่ามีสเตอรอล 4 ชนิด ได้แก่  $\beta$ -sitosterol, stigmasterol,  $\alpha$ -spinasterol และ  $\Delta^7$ -stigmasterol นอกจากนี้ยังมีสเตอรอลอื่น ๆ ปนอยู่ด้วยในปริมาณน้อย

ยังพบสเตอรอลที่ผสมกันอยู่ดังกล่าวในส่วนที่สกัดด้วย เมทานอล ได้พยายามหาวิธีต่าง ๆ เพื่อแยกสารจากส่วนที่สกัดด้วย เมทานอล แต่ไม่ประสบความสำเร็จ ได้เป็นสารเหนียวสีน้ำตาลเข้มจากการตกผลึกด้วยตัวทำละลายอินทรีย์ นอกจากนี้ยังมีผลึกของเกลืออนินทรีย์ คือ KCl ปนอยู่ด้วย

ในส่วนที่สกัดด้วยน้ำได้วิเคราะห์สารที่ละลายในน้ำ และที่ผ่านจาก ion exchange resins โดยทำโครมาโตกราฟีแบบกระดาษ พบกรดอะมิโน 4 ชนิดคือ histidine, serine, glycine และ methionine น้ำตาลอีก 5 ชนิดคือ glucose, galactose, arabinose, xylose และ rhamnose นอกจากนี้ยังได้วิเคราะห์สารละลายน้ำที่แยกเอาแทนนินออกไปแล้ว



โดยใช้เครื่องมืออะตอมมิกแอบซอร์พชัน สเปกโตรสโคปี พบ  $K^+$  17.4% และ  $Mg^{++}$  0.26% ส่วน  $Mn^{++}$ ,  $Ca^{++}$ ,  $Na^+$  และ  $Zn^{++}$  มีปริมาณเล็กน้อย

Thesis Title        Studies on Chemical Constituents of Thunbergia  
                          laurifolia Linn. Leaves

Name                 Miss Kwanjai Tunsuwan

Thesis advisor     Professor Dep Shienghong, Ph.D.

Department        Chemistry

Academic Year     1983

#### ABSTRACT

The ground air-dried leaves (2 kg.) of Thunbergia laurifolia Linn, were successively extracted with ether, methanol and water, and then evaporated to dryness to give 3.9%, 9.9% and 9.3% of crude extracts, respectively. A direct extraction of the specimen with water gave 17.28% of dark brownish material.

A mixture of sterols (0.01% yield) was separated from the ether extracts by a quick column and repeated column chromatography, and then recrystallized from hot methanol. The structures of four known sterols, i.e.,  $\beta$ -sitosterol, stigmasterol,  $\alpha$ -spinasterol and  $\Delta^7$ -stigmastenol were characterized by comparing their spectral data (including UV, IR,  $^1\text{H}$  NMR,  $^{13}\text{C}$  NMR, MS and GLC), and chemical reactions with authentic samples. The presence of other sterols in a small amount was also found in the fractions studied.

The sterols mentioned above were found to be present in the crude methanol extracts. Many attempts to purify the crude methanol extracts by conventional methods were unsuccessful. The sticky brownish material was obtained from several crystallizations with

various organic solvents. Further, an inorganic salt, i.e., KCl was isolated from the methanol extracts.

Finally, water extracts of Thunbergia laurifolia Linn. leaves were investigated. The paper chromatography technique was used to determine soluble compounds in both the aqueous solution and the solution which was passed through ion exchange resins. Four amino acids including histidine, serine, glycine and methionine, and five sugars including glucose, galactose, arabinose, xylose and rhamnose were identified. Besides, the analysis of a detannined aqueous solution by using Atomic Absorption Spectrophotometer was found to contain 17.4% of  $K^+$ , 0.26% of  $Mg^{++}$ , traces of  $Mn^{++}$ ,  $Ca^{++}$ ,  $Na^+$  and  $Zn^{++}$ .



## กิตติกรรมประกาศ

ขอกราบขอบพระคุณ ศาสตราจารย์ ดร.เทพ เชียงทอง ที่ได้กรุณาให้คำปรึกษาแนะนำ และให้ความช่วยเหลือเป็นอย่างดีตลอดเวลาที่ทำวิจัยรวมทั้งการเขียนวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ให้สำเร็จโดยสมบูรณ์ ได้รับความกรุณาจาก รองศาสตราจารย์ สุรางค์ อนุกุล ที่ให้ใบรายชื่อที่ใช้ในการทำวิจัย รองศาสตราจารย์ ดร.พิพัฒน์ การเที่ยง ที่ช่วยทำ  $^1\text{H}$  NMR และ  $^{13}\text{C}$  NMR spectra นอกจากนี้ ศาสตราจารย์ ดร.เผด็จ สิทธิสุนทร และรองศาสตราจารย์ ดร.อุดม กักผล ได้กรุณาตรวจและแก้ไขให้วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สมบูรณ์ยิ่งขึ้น

ผู้เขียนได้รับกำลังใจ และการสนับสนุนในการศึกษาจากสมาชิกทุกคนในครอบครัวท้ายสุดนี้ขอกราบขอบพระคุณทุก ๆ ท่านที่ได้กล่าวนามมาแล้วอีกครั้งหนึ่งไว้ ณ ที่นี้ด้วย

ขวัญใจ ดันสุวรรณ



สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย .....	จ
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ .....	ข
กิตติกรรมประกาศ .....	ฅ
รายการตารางประกอบ .....	ญ
รายการรูปประกอบในภาคผนวก .....	ฎ
รายการ scheme ประกอบ .....	ฏ
คำย่อทั่ว ๆ ไปที่ใช้ .....	ท
บทที่	
1 บทนำ .....	1
2 สรุปและวิจารณ์ผลการทดลอง .....	5
2.1 สารที่แยกได้จากส่วนที่สกัดด้วย ether .....	5
2.1.1 การหาสูตรโครงสร้างของสาร (2) .....	5
2.1.2 การหาสูตรโครงสร้างของสาร (3) .....	7
2.2 สารที่แยกได้จากส่วนที่สกัดด้วย methanol .....	10
2.2.1 สารที่ละลายใน n-butanol .....	10
2.2.2 สารที่ละลายใน methanol (II) และ (III) .....	12
2.2.3 สารที่ละลายในน้ำ .....	12
2.3 สารที่ได้จากการสกัดในบางชนิดด้วยน้ำ .....	12
3 การทดลอง .....	14
3.1 วิธีการทดลอง .....	14
3.1.1 Thin layer chromatography (TLC) .....	14
3.1.2 Quick column chromatography .....	14
3.1.3 Column chromatography .....	15

	หน้า
3.1.4 Preparative thin layer chromatography .....	16
3.1.5 Paper chromatography .....	16
3.1.6 Ion exchange resins .....	17
3.1.7 เครื่องมือและเทคนิค .....	18
3.2 การสกัด .....	18
3.2.1 การสกัดด้วย ether .....	21
3.2.2 การสกัดด้วย methanol .....	21
3.2.3 การสกัดด้วยน้ำ .....	24
3.3 การแยกสาร .....	24
3.3.1 ส่วนที่สกัดด้วย ether .....	24
3.3.1.1 การตรวจสอบลักษณะของสาร (1), (2) และ (3) .....	26
3.3.1.2 Hydrogenation .....	27
3.3.1.3 PTLC ของสาร (4) และ (6) .....	28
3.3.1.4 ข้อมูล spectra ของ authentic samples ..	29
3.3.2 ส่วนที่ละลายใน n-butanol .....	31
3.3.3 ส่วนที่ละลายใน methanol (II) .....	36
3.3.4 ส่วนที่ละลายใน methanol (III) .....	36
3.3.5 ส่วนที่ละลายในน้ำ .....	36
3.3.6 การแยกสารที่สกัดจากใบรางสิตด้วยน้ำ .....	36
บรรณานุกรม .....	43
ภาคผนวก .....	44
ประวัติผู้เขียน .....	63

รายการตารางประกอบ

ตารางที่	หน้า
1. การสกัดใบรางจืดด้วย ether และ methanol .....	20
2. สารที่สกัดด้วย methanol (I) ละลายด้วยตัวทำละลายต่าง ๆ .....	23
3. การแยกสารที่สกัดด้วย ether ด้วย quick column chromatography .....	25
4. การแยกสารที่สกัดด้วย n-butanol ด้วย quick column chromatography .....	34
5. สรุปรายการทดลองที่ 1-6 ของสารที่สกัดด้วย n-butanol .....	35
6. การทดสอบ cation และ anion .....	37
7. เปอร์เซ็นต์ของธาตุต่าง ๆ ที่ได้จาก AAS .....	40

รายการรูปประกอบ

รูปที่	หน้า
1. MS spectra ของสาร (1) .....	44
2. $^{13}\text{C}$ NMR spectra ของสาร (1) .....	44
3. $^{13}\text{C}$ NMR spectra ของสาร (4B) .....	45
4. $^{13}\text{C}$ NMR spectra ของสาร (5) .....	45
5. $^1\text{H}$ NMR spectra ของสาร (1) .....	46
6. $^1\text{H}$ NMR spectra ของสาร (4) .....	46
7. MS spectra ของสาร (2) .....	47
8. MS spectra ของสาร (3) .....	47
9. IR spectra ของ stigmasterol และสาร (2) .....	48
10. IR spectra ของ $\beta$ -sitosterol .....	48
11. IR spectra ของ stigmastanol .....	49
12. $^1\text{H}$ NMR spectra ของสาร (2) .....	49
13. $^1\text{H}$ NMR spectra ของ stigmasterol + $\beta$ -sitosterol .....	49
14. $^1\text{H}$ NMR spectra ของสาร (5) .....	50
15. $^1\text{H}$ NMR spectra ของสาร (6A) .....	50
16. $^1\text{H}$ NMR spectra ของ stigmasterol .....	51
17. $^1\text{H}$ NMR spectra ของ stigmastanol .....	51
18. $^1\text{H}$ NMR spectra ของ $\beta$ -sitosterol .....	52
19. $^1\text{H}$ NMR spectra ของ stigmastanol .....	52
20. GLC spectra ของสาร (1) .....	53
21. GLC spectra ของสาร (2) .....	53
22. GLC spectra ของสาร (3) .....	53
23. GLC spectra ของ stigmasterol .....	53



รูปที่	หน้า
24. GLC spectra ของ $\beta$ -sitosterol .....	53
25. GLC spectra ของ $\alpha$ -spinasterol .....	53
26. GLC spectra ของสำร (5) .....	54
27. GLC spectra ของ stigmastanol .....	54
28. $^{13}\text{C}$ NMR spectra ของ stigmastanol .....	54
29. $^{13}\text{C}$ NMR spectra ของ $\beta$ -sitosterol .....	55
30. $^{13}\text{C}$ NMR spectra ของ stigmasterol .....	55
31. $^{13}\text{C}$ NMR spectra ของ stigmasterol + $\beta$ -sitosterol .....	56
32. $^{13}\text{C}$ NMR spectra ของสำร (2) .....	56
33. $^{13}\text{C}$ NMR spectra ของสำร (4A)+(6A) .....	57
34. IR spectra ของ stigmasterol และสำร (3) .....	57
35. $^1\text{H}$ NMR spectra ของสำร (3) .....	58
36. $^1\text{H}$ NMR spectra ของสำร (6B) .....	58
37. $^1\text{H}$ NMR spectra ของ ergosterol และ $\Delta^{8:14}$ -ergostenol .....	59
38. $^{13}\text{C}$ NMR spectra ของสำร (3) .....	60
39. $^{13}\text{C}$ NMR spectra ของสำร (6B) .....	60
40. $^{13}\text{C}$ NMR spectra ของ ergosterol .....	61
41. $^{13}\text{C}$ NMR spectra ของ $\Delta^{8:14}$ -ergostenol .....	61
42. GLC spectra ของสำร (6) .....	62
43. GLC spectra ของสำร (6A) .....	62
44. GLC spectra ของสำร (6B) .....	62

รายการ scheme ต่าง ๆ

scheme ที่	หน้า
1. Hydrogenation ของ sterols -----	8
2. การสกัดใบรางจืดแห้งด้วยตัวทำละลายต่าง ๆ -----	19
3. การแยกสารที่สกัดด้วย methanol (I) ด้วยตัวทำละลายต่าง ๆ -----	22
4. สรุปลการทดลองที่ 3 ของสารที่สกัดด้วย n-butanol -----	32
5. แสดงการแยกสารที่สกัดด้วยน้ำ (II) -----	42

ศ่าย่อที่ใช้



s	=	singlet
d	=	doublet
b	=	broad
c	=	complex
m	=	multiplet
ซม. <sup>3</sup>	=	ลูกบาศก์เซ็นติเมตร
AAS	=	Atomic Absorption Spectrophotometer
MS	=	Mass Spectrum
IR	=	Infrared spectrum
UV	=	Ultra Violet spectrum
GLC	=	Gas Liquid Chromatography
<sup>1</sup> H NMR	=	Proton Nuclear Magnetic Resonance
<sup>13</sup> C NMR	=	Carbon-13 Nuclear Magnetic Resonance
PC	=	Paper Chromatography
PTLC	=	Preparative Thin Layer Chromatography