

องค์ประกอบทางเคมีของลำต้นกำลังเสือโคร่ง



นางสาว วัลภา เอื้องไมตรีภิรมย์

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

ภาควิชาเคมี

บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

พ.ศ.2537

ISBN 974-583-855-1

ลิขสิทธิ์ของบัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

I17192456

CHEMICAL CONSTITUENTS OF THE STEM OF *Zizyphus attopoensis* PIERRE

Miss Wanlapa Aeungmaitrepirom

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements

for the Degree of Master of Science

Department of Chemistry

Graduate School

Chulalongkorn University


1994

ISBN 974-583-855-1


หัวข้อวิทยานิพนธ์ องค์ประกอบทางเคมีของลำต้นกำลังเสื่อไคร่ง
โดย นางสาว วัลภา เอื้องไมตรีภิมย์
ภาควิชา เคมี
อาจารย์ที่ปรึกษา รองศาสตราจารย์ ดร.โสภณ เรืองสำราญ
อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม รองศาสตราจารย์ มานิดา หโยดม

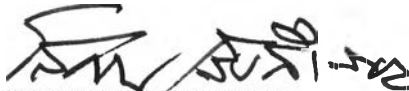



บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้หัวข้อวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่ง
ของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต



..... คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย
(ศาสตราจารย์ ดร.ถาวร วัชรภักย์)


กรรมการสอบวิทยานิพนธ์


..... ประธานกรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.อมร เพชรสม)


..... อาจารย์ที่ปรึกษา
(รองศาสตราจารย์ ดร.โสภณ เรืองสำราญ)


..... อาจารย์ที่ปรึกษา
(รองศาสตราจารย์ มานิดา หโยดม)


..... กรรมการ
(รองศาสตราจารย์ ชัยโย ชัยชาญพิทยุทธ)


..... กรรมการ
(ดร. ปรีชา ใจวิวัฒน์ชัย)



วิชา เอ็งไมตรีภิมย์ : องค์ประกอบทางเคมีของลำต้นกำลังเสื่อโคร่ง
(CHEMICAL CONSTITUENTS OF THE STEM OF *Zizyphus attopoensis* PIERRE)
อาจารย์ที่ปรึกษา : รศ.ดร.โสมณ เรืองสำราญ , รศ.มานิตา นโยดม, 127 หน้า.
ISBN 974-583-855-1

นำลำต้นกำลังเสื่อโคร่ง (*Zizyphus attopoensis* Pierre) ที่แห้งและบดละเอียด สกัดด้วยเมทานอลได้สิ่งสกัดสีน้ำตาลแดง นำสิ่งสกัดนี้มาสกัดต่อด้วยเฮกเซนและคลอโรฟอร์มตามลำดับ จะได้สิ่งสกัดสีเขียวและสีเขียวเข้ม แยกสิ่งสกัดด้วยวิธีคอลัมน์โครมาโทกราฟีและคอลัมน์โครมาโทกราฟีแบบรวดเร็ว แยกสารได้ 8 ชนิด (หาสูตรโครงสร้างได้โดยอาศัยคุณสมบัติทางกายภาพและข้อมูลทางสเปกโทรสโกปี) ได้แก่ ของผสมไฮโดรคาร์บอนโซ่ตรงยาว (C_{16}, C_{18}), ของผสมแอลกอฮอล์โซ่ตรงยาว ($C_{22}, C_{24}, C_{26}, C_{28}$), ของผสมกรดคาร์บอกซิลิก, ของผสมสเตอรอยด์ 3 ชนิด ได้แก่ campesterol, stgmasterol และ β -sitosterol, lup-20(29)-en-3,28-diol (30), 3 β -hydroxy-lup-20(29)-en-28-oic acid, 3 α -hydroxy-2 β -aldehydo-A(1)-20(29)-en-28-oic acid และของผสมสเตอรอยด์ไกลโคไซด์ ได้แก่ campesteryl-3-O- β -D-gluco-pyranoside, β -sitosteryl-3-O- β -D-gluco-pyranoside, และ stigmasteryl-3-O- β -D-gluco-pyranoside

ภาควิชา เคมี
สาขาวิชา เคมี
ปีการศึกษา 2536

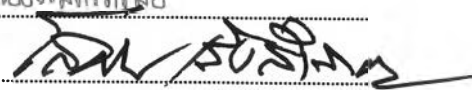
ลายมือชื่อนิติ วัลภา เอ็งไมตรีภิมย์
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา รศ.ดร.โสมณ เรืองสำราญ
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม รศ.มานิตา นโยดม

C425177 : MAJOR CHEMISTRY
KEY WORD: Zizyphus attopoensis Pierre

WANLAPA AEUNGMAITREPIROM : CHEMICAL CONSTITUENTS OF THE STEM OF
Zizyphus attopoensis PIERRE THESIS ADVISOR : Asso. Prof. SOPHON
REUNGSUMRAN, Ph.d., Asso. Pro. MANIDA HAYODOM, 127 pp. ISBN
974-583-855-1

Dried stem of Zizyphus attopoensis Pierre were finely crushed and extracted with methanol, giving a red-brown crude extract. This crude was extracted with hexane and chloroform, giving a green and a dark-green crude extract. Fractionation of crude extracts by column chromatography and quick column chromatography led to the isolation of eight compounds. The structure of these compounds were established on basis of physical properties and spectral data. These compounds were a mixture of long chain hydrocarbon (C_{16}, C_{18}), a mixture of long chain alcohol ($C_{22}, C_{24}, C_{26}, C_{28}$), a mixture of carboxylic acid, a mixture of campesterol, stigmasterol, β -sitosterol, lup-20(29)-en-3,28-diol (3 α), 3 β -hydroxy-lup-20(29)-en-28-oic acid, 3 α -hydroxy-2 β -aldehydo-A(1)-20(29)-en-28-oic acid and a mixture of steroid glycoside (campesteryl-3-O- β -D-glucopyranoside, β -sitosteryl-3-O- β -D-glucopyranoside and stigmasteryl-3-O- β -D-glucopyranoside)

ภาควิชา.....เคมี
สาขาวิชา.....เคมี
ปีการศึกษา..... 2536

ลายมือชื่อนิติ..... จักรก้อง ใจอง
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา..... 
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม..... มานิดา หายอดม



กิตติกรรมประกาศ

ขอกราบขอบพระคุณ พระคุณเจ้าพระอาจารย์แยง สุขกาโม เจ้าอาวาสวัดเจติยาศีริวิหาร (ภูทอก) กิ่งอำเภอศรีวิไล อำเภอเมืองกาฬ จังหวัดหนองคาย และชาวบ้านที่ได้ช่วยจัดหาลำต้น กำลังเสือโคร่ง ซึ่งเป็นสิ่งสำคัญยิ่งในการทำวิจัยให้แก่ผู้เขียน ขอกราบขอบพระคุณ รองศาสตราจารย์ ดร.โสภณ เรืองสำราญ และ รองศาสตราจารย์ มานิดา หโยดม ที่กรุณาให้คำแนะนำและช่วยเหลือ เป็นอย่างดียิ่งตลอดเวลาที่ทำการวิจัยและการเขียนวิทยานิพนธ์จนสำเร็จโดยสมบูรณ์ ขอกราบขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.อมร เพชรสม รองศาสตราจารย์ ชัยโย ชัยชาญทิพยุทธ และ ดร.ปรีชา ใจวิวัฒน์ชัย ที่กรุณาให้คำแนะนำและแก้ไขวิทยานิพนธ์ให้สมบูรณ์ และขอกราบขอบพระคุณ รองศาสตราจารย์ สุภาพ บุญยะรัตเวช รองศาสตราจารย์ เกษร วีระชาติ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สมใจ เพ็งปรีชา และดร.วรินทร์ ชวศิริ ที่กรุณาให้คำแนะนำซึ่งเป็นประโยชน์อย่างยิ่งต่อการทำวิจัย

ขอกราบขอบพระคุณบัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ให้ทุนอุดหนุน การทำวิจัย

ผู้เขียนขอระลึกถึงพระคุณบิดา มารดา ขอบคุณสมาชิกทุกคนในครอบครัว ที่ให้กำลังใจ และช่วยเหลือเป็นอย่างดีตลอดเวลาที่ทำการศึกษา โดยเฉพาะอย่างยิ่งพี่สาว , พี่ชาย ภรณ์ และ ณรงค์ เอื้องไมตรีภิมย์ และ ขอบคุณเพื่อนๆ ที่คอยเป็นกำลังใจที่สำคัญแก่ผู้เขียนตลอดมาจนสำเร็จ การศึกษา



สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	จ
กิตติกรรมประกาศ	ฉ
สารบัญตาราง	ณ
สารบัญภาพ	ญ
สารบัญแผนภาพ	ท
คำอธิบายสัญลักษณ์และคำย่อ	ฒ
บทที่	
1. บทนำ	1
2. การทดลองและผลการทดลอง	15
- พีชตัวอย่าง	15
- อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้สำหรับการวิเคราะห์	15
- สารเคมี	16
- เทคนิคต่างๆที่ใช้ทดลอง	16
- การสกัด	17
- การแยกสาร	18
- การทำสารให้บริสุทธิ์และข้อมูลทางสเปกโทรสโกปี	25
- การทำ ZAP-1 ให้บริสุทธิ์และข้อมูลทางสเปกโทรสโกปี	25
- การทำ ZAP-2 ให้บริสุทธิ์และข้อมูลทางสเปกโทรสโกปี	26
- การทำ ZAP-3 ให้บริสุทธิ์และข้อมูลทางสเปกโทรสโกปี	27
- การทำ ZAP-4 ให้บริสุทธิ์และข้อมูลทางสเปกโทรสโกปี	28
- การทำ ZAP-5 ให้บริสุทธิ์และข้อมูลทางสเปกโทรสโกปี	28
- การทำ ZAP-6 ให้บริสุทธิ์และข้อมูลทางสเปกโทรสโกปี	29
- การทำ ZAP-7 ให้บริสุทธิ์และข้อมูลทางสเปกโทรสโกปี	31
- การทำ ZAP-8 ให้บริสุทธิ์และข้อมูลทางสเปกโทรสโกปี	32

บทที่	หน้า
3. วิจารณ์ผลการทดลอง	34
- การวิเคราะห์หาสูตรโครงสร้าง	34
- การวิเคราะห์หาสูตรโครงสร้างของ ZAP-1	34
- การวิเคราะห์หาสูตรโครงสร้างของ ZAP-2	35
- การวิเคราะห์หาสูตรโครงสร้างของ ZAP-3	36
- การวิเคราะห์หาสูตรโครงสร้างของ ZAP-4	40
- การวิเคราะห์หาสูตรโครงสร้างของ ZAP-5	41
- การวิเคราะห์หาสูตรโครงสร้างของ ZAP-6	45
- การวิเคราะห์หาสูตรโครงสร้างของ ZAP-7	47
- การวิเคราะห์หาสูตรโครงสร้างของ ZAP-8	51
4. สรุปผลการทดลอง	56
เอกสารอ้างอิง	59
ภาคผนวก	63
ประวัติผู้เขียน	127

สารบัญตาราง

ตารางที่		หน้า
1	ผลการวิจัยทางเคมีพืชในสกุล Zizyphus	3
2	ผลการแยกสารจากสิ่งสกัดในเฮกเซนด้วยคอลัมน์โครมาโทกราฟี	18
3	ผลการแยกสารลำดับส่วนที่ 26-28 จากคอลัมน์โครมาโทกราฟีของสิ่งสกัดในเฮกเซน ด้วยคอลัมน์โครมาโทกราฟี	20
4	ผลการแยกสารจากสิ่งสกัดในคลอโรฟอร์มด้วยคอลัมน์โครมาโทกราฟี	21
5	ผลการแยกสารจากสิ่งสกัดในเมทานอลด้วยวิธีคอลัมน์โครมาโทกราฟีแบบรวดเร็ว ..	23
6	ผลการแยกสารลำดับส่วนที่ 1-4 จากคอลัมน์โครมาโทกราฟีแบบรวดเร็วของสิ่งสกัดใน เมทานอลโดยคอลัมน์โครมาโทกราฟี	24
7	retention time จากแก๊สโครมาโทแกรมของ ZAP-1	25
8	retention time และพื้นที่ใต้พีคจากแก๊สโครมาโทแกรมของ ZAP-2	26
9	retention time และพื้นที่ใต้พีคจากแก๊สโครมาโทแกรมของ ZAP-3	27
10	retention time และพื้นที่ใต้พีคจากแก๊สโครมาโทแกรมของ ZAP-4	28
11	แอลกอฮอล์โซ่ตรงยาวที่พบใน ZAP-2	35
12	กรดคาร์บอกซิลิกที่พบใน ZAP-3	39
13	retention time ของสเตอรอยด์มาตรฐานและ ZAP-4	40
14	chemical shift คาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์ของ betulic acid acetate กับ ZAP-5 และ ZAP-6	42
15	retention time ของสเตอรอยด์มาตรฐานและ ZAP-7A	48
16	chemical shift คาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์ของ zizyberanaric acid และ ZAP-8	53
17	chemical shift โปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัมและ coupling constant (J) ของ zizyberanaric acid กับ ZAP-8	54
18	น้ำหนักรวมและเปอร์เซ็นต์สารต่อน้ำหนักต้นกำลังเสือโคร่ง	57

สารบัญญภาพ

รูปที่	หน้า
1 ลักษณะของกำลังสี่โครีง	2
2 สารประกอบบางชนิดที่แยกได้จาก <i>Zizyphus amphibia</i>	8
3 สารประกอบบางชนิดที่แยกได้จาก <i>Zizyphus juazeiro</i>	8
4 สารประกอบบางชนิดที่แยกได้จาก <i>Zizyphus jujuba</i>	9
5 สารประกอบบางชนิดที่แยกได้จาก <i>Zizyphus muaritiana</i>	11
6 สารประกอบบางชนิดที่แยกได้จาก <i>Zizyphus nummularia</i>	12
7 สารประกอบบางชนิดที่แยกได้จาก <i>Zizyphus oenoplia</i>	13
8 สารประกอบบางชนิดที่แยกได้จาก <i>Zizyphus sativa</i>	13
9 สารประกอบบางชนิดที่แยกได้จาก <i>Zizyphus vulgaris</i>	14
10 อินฟราเรดสเปกตรัมของสาร ZAP-1	64
11 แก๊สโครมาโทแกรมของไฮโดรคาร์บอนไซ้ตรงยาวมาตรฐาน	65
12 แก๊สโครมาโทแกรมของสาร ZAP-1	66
13 กราฟมาตรฐานระหว่าง log retention time กับจำนวนคาร์บอนของไฮโดรคาร์บอน ไซ้ตรงยาวมาตรฐาน	67
14 อินฟราเรดสเปกตรัมของสาร ZAP-2	68
15 โปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม (CDCl ₃) ของสาร ZAP-2	69
16 คาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม (CDCl ₃) ของสาร ZAP-2	70
17.1 แก๊สโครมาโทแกรมของแอลกอฮอล์ไซ้ตรงยาวมาตรฐานที่มีจำนวนคาร์บอนเป็น 14,16,18,20 และ 22 อะตอม	71
17.2 แก๊สโครมาโทแกรมของแอลกอฮอล์ไซ้ตรงยาวมาตรฐานที่มีจำนวนคาร์บอนเป็น 30 อะตอม	71
18 แก๊สโครมาโทแกรมของสาร ZAP-2	72
19 กราฟมาตรฐานระหว่าง log retention time กับจำนวนคาร์บอนของแอลกอฮอล์ไซ้ตรง ยาวมาตรฐาน	73
20 อินฟราเรดสเปกตรัมของสาร ZAP-3	74
21 แก๊สโครมาโทแกรมของเมทิลเอสเทอร์สาร ZAP-3	75

รูปที่	หน้า
22 เมสสเปกตรัมของอนุพันธ์เมทิลเอสเทอร์ของสาร ZAP-3 ที่มีค่า retention time เป็น 16.05	76
23 เมสสเปกตรัมของอนุพันธ์เมทิลเอสเทอร์ของสาร ZAP-3 ที่มีค่า retention time เป็น 19.44	76
24 เมสสเปกตรัมของอนุพันธ์เมทิลเอสเทอร์ของสาร ZAP-3 ที่มีค่า retention time เป็น 20.76	77
25 เมสสเปกตรัมของอนุพันธ์เมทิลเอสเทอร์ของสาร ZAP-3 ที่มีค่า retention time เป็น 21.87	77
26 เมสสเปกตรัมของอนุพันธ์เมทิลเอสเทอร์ของสาร ZAP-3 ที่มีค่า retention time เป็น 27.61	78
27 เมสสเปกตรัมของอนุพันธ์เมทิลเอสเทอร์ของสาร ZAP-3 ที่มีค่า retention time เป็น 30.08	78
28 เมสสเปกตรัมของอนุพันธ์เมทิลเอสเทอร์ของสาร ZAP-3 ที่มีค่า retention time เป็น 30.34	79
29 เมสสเปกตรัมของอนุพันธ์เมทิลเอสเทอร์ของสาร ZAP-3 ที่มีค่า retention time เป็น 33.05	79
30 เมสสเปกตรัมของอนุพันธ์เมทิลเอสเทอร์ของสาร ZAP-3 ที่มีค่า retention time เป็น 35.73	80
31 เมสสเปกตรัมของอนุพันธ์เมทิลเอสเทอร์ของสาร ZAP-3 ที่มีค่า retention time เป็น 38.90	80
32 เมสสเปกตรัมของอนุพันธ์เมทิลเอสเทอร์ของสาร ZAP-3 ที่มีค่า retention time เป็น 42.68	81
33 เมสสเปกตรัมของอนุพันธ์เมทิลเอสเทอร์ของสาร ZAP-3 ที่มีค่า retention time เป็น 47.45	81
34 เมสสเปกตรัมของอนุพันธ์เมทิลเอสเทอร์ของสาร ZAP-3 ที่มีค่า retention time เป็น 49.76	82
35 อินฟราเรดสเปกตรัมของสาร ZAP-4	83
36 โพรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม ($CDCl_3$) ของสาร ZAP-4	84
37 คาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม ($CDCl_3$) ของสาร ZAP-4	85
38 แก๊สโครมาโทแกรมของสเตอริโอไดเมอร์และสาร ZAP-4	86

รูปที่	หน้า
39 อินฟราเรดสเปกตรัมของสาร ZAP-5	87
40 โปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม (CDCl ₃) ของสาร ZAP-5	88
41 คาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม (CDCl ₃) ของสาร ZAP-5	89
42 DEPT-90 ของสาร ZAP-5	90
43 DEPT-135 ของสาร ZAP-5	91
44 ¹ H- ¹ H COSY ของสาร ZAP-5	92
45 ¹ H- ¹ H NOESY ของสาร ZAP-5	93
46 ¹³ C- ¹ H correlation ของสาร ZAP-5	94
47 แมสสเปกตรัมของสาร ZAP-5	95
48 อินฟราเรดสเปกตรัมของสาร ZAP-6	96
49 โปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม (CDCl ₃ +DMSO) ของสาร ZAP-6	97
50 คาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม (CDCl ₃ +DMSO) ของสาร ZAP-6	98
51 DEPT-90 ของสาร ZAP-6	99
52 DEPT-135 ของสาร ZAP-6	100
53 ¹ H- ¹ H COSY ของสาร ZAP-6	101
54 ¹ H- ¹ H NOESY ของสาร ZAP-6	102
55 ¹³ C- ¹ H correlation ของสาร ZAP-6	103
56 แมสสเปกตรัมของสาร ZAP-6	104
57 อินฟราเรดสเปกตรัมของสาร ZAP-6A	105
58 โปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม (CDCl ₃) ของสาร ZAP-6A	106
59 คาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม (CDCl ₃) ของสาร ZAP-6A	107
60 แมสสเปกตรัมของสาร ZAP-6A	108
61 อินฟราเรดสเปกตรัมของสาร ZAP-7	109
62 อินฟราเรดสเปกตรัมของสาร ZAP-7A	110
63 แก๊สโครมาโทแกรมของสเตอรอยด์มาตรฐานและสาร ZAP-7A	111
64 HPLC โครมาโทแกรมของสาร ZAP-7B	112
65 อินฟราเรดสเปกตรัมของสาร ZAP-7C	113
66 โปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม (CDCl ₃) ของสาร ZAP-7C	114
67 คาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม (CDCl ₃) ของสาร ZAP-7C	115

รูปที่	หน้า
68 DEPT-135 ของสาร ZAP-7C	116
69 แมสสเปกตรัมของสาร ZAP-7C	117
70 อินฟราเรดสเปกตรัมของสาร ZAP-8	118
71 โปรตอนเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม (CDCl ₃ +DMSO) ของสาร ZAP-8	119
72 คาร์บอน-13 เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม (CDCl ₃ +DMSO) ของสาร ZAP-8	120
73 DEPT-90 ของสาร ZAP-8	121
74 DEPT-135 ของสาร ZAP-8	122
75 ¹ H- ¹ H COSY ของสาร ZAP-8	123
76 ¹ H- ¹ H NOESY ของสาร ZAP-8	124
77 ¹³ C- ¹ H correlation ของสาร ZAP-8	125
78 แมสสเปกตรัมของสาร ZAP-8	126

สารบัญแผนภาพ

แผนภาพที่		หน้า
1	ขั้นตอนการสกัดลำต้นกำลังเสือโคร่ง	17
2	สารที่แยกได้จากสิ่งสกัดในเฮกเซน คลอโรฟอร์ม และเมทานอล	57

คำอธิบายสัญลักษณ์และคำย่อ

DMSO	dimethyl sulfoxide
Hz	Hertz
ppm	part per million
m/e	mass to charge ratio
R _f	rate of flow in chromatography
s	singlet (NMR)
d	doublet (NMR)
t	triplet (NMR)
q	quartet (NMR)
m	multiplet (NMR)
J	coupling constant (NMR)
s	strong (IR)
m	medium (IR)
w	weak (IR)