

องค์ประกอบทางเคมีของเปลือกต้นเปล้าใหญ่ (*Croton oblongifolius* Roxb.)

นางสาว ชุติมา สุรเชษฐพันธ์



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาดำรงหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

ภาควิชาเคมี

บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2539

ISBN 974-635-182-6

ลิขสิทธิ์ของบัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

CHEMICAL CONSTITUENTS OF THE STEM BARK OF *Croton oblongifolius* Roxb.



Miss Chutima Surachethapan

สถาบันวิทยบริการ

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

**A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Science**

Department of Chemistry

Graduate School

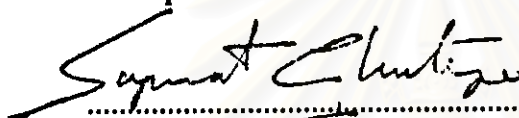
Chulalongkorn University

Academic Year 1996


ISBN 974-635-182-6

Thesis Title CHEMICAL CONSTITUENTS OF THE STEM BARK
 OF *Croton oblongifolius* Roxb.
By Miss Chutima Surachethapan
Department Chemistry
Thesis Advisor Associate Professor Sophon Roengsumran, Ph.D.
Thesis Co-Advisor Tirayut Vilaivan, D.Phil.


Accepted by the Graduate School, Chulalongkorn University in partial fulfillment of the Requirement for the Master's Degree.



..... Acting Dean of Graduate School
(Professor Supawat Chutivongse, M.D.)

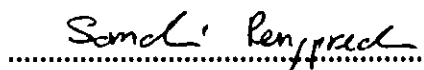
Thesis Committee


..... Chairman
(Associate Professor Siri Varothai, Ph.D.)


..... Thesis Advisor
(Associate Professor Sophon Roengsumran, Ph.D.)


..... Thesis Co-Advisor
(Tirayut Vilaivan, D.Phil.)


..... Member
(Assistant Professor Amorn Petsom, Ph.D.)


..... Member
(Assistant Professor Somchai Pengprecha, Ph.D.)

สุติมา สุรเชษฐพันธ์ : องค์ประกอบทางเคมีของเปลือกต้นเปล้าใหญ่ (CHEMICAL CONSTITUENTS OF THE STEM BARK OF *Croton oblongifolius* Roxb.) อาจารย์ที่ปรึกษา : รองศาสตราจารย์ ดร. โสภณ ینگสำราญ อาจารย์ที่ปรึกษา
ร่วม อาจารย์ ดร. ชีรุตช วิไลวัลย์, 100 หน้า. ISBN 974-835- 182-8

องค์ประกอบทางเคมีในเปลือกต้นเปล้าใหญ่ถูกนำมาสกัดและแยกโดยอาศัยวิธีโครมาโทกราฟี สามารถแยกได้สารผสม 2 ชนิด และ สารประกอบ 3 ชนิด สารทั้ง 5 ชนิดนี้คือ ซองมสมสเดอรอยด์ (campesterol, stigmasterol และ β -sitosterol), ซองมสมสเดอรอยด์ไกลโคไซด์ (campesteryl-3-O- β -D-glucopyranoside, stigmasteryl-3-O- β -D-glucopyranoside และ β -sitosteryl-3-O- β -D-glucopyranoside), potassium chloride, hardwickiic acid ($C_{20}H_{30}O_2$), และ ได้สารประกอบที่ยังไม่เคยพบที่ไหนมาก่อน คือ crotoembranoic acid ($C_{20}H_{30}O_2$) ซึ่งเป็นกรดคาร์บอกซิลิกแบบ diterpenoid ที่เป็นวงแหวน 14 คาร์บอน สูตรโครงสร้างของสารทั้งหมดนี้สามารถพิสูจน์ทราบได้โดยอาศัยสมบัติทางกายภาพ, สมบัติทางเคมี และวิธีการทางสเปกโทรสโกปี



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาควิชา
สาขาวิชา
ปีการศึกษา

ลายมือชื่อนิติกร
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม

C725188 : MAJOR CHEMISTRY
KEY WORD: *Croton oblongifolius* / CHEMICAL CONSTITUENT

CHUTIMA SURACHETHAPAN : CHEMICAL CONSTITUENTS OF THE STEM BARK OF *Croton oblongifolius* Roxb. THESIS ADVISOR : ASSOC. PROF. SOPHON ROENGSUMRAN, Ph.D. THESIS CO-ADVISOR TIRAYUT VILAIVAN, D.PHIL. 100 pp. ISBN 974-635-162-6

The chemical constituents in the stem bark of *Croton oblongifolius* Roxb. were extracted and then separated by column chromatography. Two mixtures and three compounds were isolated. They were a mixture of steroids (campesterol, stigmasterol and β -sitosterol), a mixture of steroid glycosides (campesteroyl-3-O- β -D-glucopyranoside, stigmasteryl-3-O- β -D-glucopyranoside and β -sitosteryl-3-O- β -D-glucopyranoside), hardwickic acid ($C_{20}H_{30}O_3$), potassium chloride and a novel crotoembraneic acid ($C_{20}H_{30}O_3$) which is a 14-membered ring diterpenoid carboxylic acid. The structure of all compounds were elucidated by physical and chemical properties and by spectroscopic methods.



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาควิชา.....เคมี.....

สาขาวิชา.....เคมี.....

ปีการศึกษา.....2539.....

ลายมือชื่อนิติ.....

ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา.....

ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม.....

ACKNOWLEDGEMENT



The author would like to dedicate this work to her parents with all her love. She would like to express her deepest sincere gratitude and appreciation to her thesis advisor, Associate Professor Dr. Sophon Roengsumran, for all his patience and guidance through this graduate research. In particular, her special thanks go to Dr. Tirayut Vilaivan for his helpful advices. She would like to express her appreciation to all of staff members, Associate Professor Dr. Siri Varothai, Assistant Professor Dr. Amorn Petsom and Assistant Professor Dr. Somchai Pengprecha for their comments, guidances and valuable suggestions. Her sincere thanks are extended to her friends and faculty members in the Department of Chemistry. Thanks are extended to the Graduate School and Department of Chemistry, Faculty of Science, Chulalongkorn University for the financial support and to the staffs of the Scientific and Technology Research Equipment Centre, Chulalongkorn University for giving services on sample analysis.

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

CONTENTS

	Pages
Abstract in Thai.....	iv
Abstract in English.....	v
Acknowledgement.....	vi
Contents.....	vii
List of Tables.....	ix
List of Figures.....	x
List of Schemes.....	xii
List of Abbreviations.....	xiii
 Chapter	
I INTRODUCTION.....	1
- Botanical Aspects of <i>Croton oblongifolius</i> Roxb.....	1
- Chemical Constituents of the <i>Croton oblongifolius</i> Roxb.....	3
II EXPERIMENTS AND RESULTS.....	8
- Plant Materials.....	8
- Instruments and Equipment.....	8
- Chemical Reagents.....	9
- Physical Separation Techniques.....	9
- Extraction.....	10
- Isolation of the Chemical Constituents from the stem bark of <i>C. oblongifolius</i> Roxb.....	13
- Fractionation of Fraction I.....	13

	Pages
- Fractionation of Fraction II.....	14
- Fractionation of Fraction III.....	15
- Fractionation of Fraction IV	16
- Purification and Properties of the Compounds Eluted from Column Chromatography.....	18
- Purification and Properties of Compound <u>1</u>	18
- Purification and Properties of Compound <u>2</u>	19
- Purification and Properties of Compound <u>3</u>	20
- Purification and Properties of Compound <u>4</u>	21
- Purification and Properties of Compound <u>5</u>	22
III DISCUSSION.....	23
- Structural Elucidation of the Isolated Compounds from the stem bark of <i>Croton oblongifolius</i> Roxb.....	23
Structural Elucidation of Compound <u>1</u>	23
Structural Elucidation of Compound <u>2</u>	37
Structural Elucidation of Compound <u>3</u>	48
Structural Elucidation of Compound <u>4</u>	51
Structural Elucidation of Compound <u>5</u>	54
IV CONCLUSION.....	55
REFERENCES.....	57
APPENDIX.....	60
VITA.....	87

LIST OF TABLES

Tables	Pages
1 The weight of the extracts.....	11
2 The results of the separation of Fraction I by column chromatography.....	13
3 The results of the separation of Fraction II by column chromatography.....	15
4 The results of the separation of Fraction III by column chromatography.....	16
5 The results of the separation of Fraction IV by column chromatography.....	17
6 The results of the reaction of Compound <u>5</u>	22
7 The IR Absorption Band Assignments of Compound <u>1</u>	23
8 ¹ H-NMR spectral data of Compound <u>1</u> compared to cembrene.....	25
9 ¹³ C-NMR spectral data of Compound <u>1</u> compared to cembrene.....	26
10 ¹ H attached to ¹³ C-NMR spectral data of Compound <u>1</u>	28
11 The HMQC and HMBC data of Compound <u>1</u>	35
12 The IR Absorption Band Assignments of Compound <u>2</u>	37
13 Comparison of ¹ H-NMR spectral data of Compound <u>2</u> and Hardwickiic acid...39	
14 ¹ H attached to ¹³ C -NMR spectral data in Compound <u>2</u> according to HMBC experiment.....	40
15 The correlation of HMQC and HMBC Data of Compound <u>2</u>	47
16 The IR Absorption Band Assignments of Mixture <u>3</u>	48
17 Retention Times of The Mixture of Three Standard Steroids and Mixture <u>3</u>	49
18 The IR Absorption Band Assignments of Mixture <u>4</u>	51

LIST OF FIGURES

Figures	Pages
1 IR spectrum of Compound <u>1</u>	61
2 ¹ H-NMR spectrum of Compound <u>1</u>	62
3 ¹³ C-NMR spectrum of Compound <u>1</u>	63
4 DEPT-90 ¹³ C-NMR spectrum of Compound <u>1</u>	64
5 DEPT- 135 ¹³ C-NMR spectrum of Compound <u>1</u>	65
6 EI MS spectrum of Compound <u>1</u>	66
7 HMQC NMR spectrum of Compound <u>1</u>	67
8 HMBC NMR spectrum of Compound <u>1</u>	68
9 COSY NMR spectrum of Compound <u>1</u>	69
10 IR spectrum of Compound <u>2</u>	70
11 ¹ H-NMR spectrum of Compound <u>2</u>	71
12 ¹³ C-NMR spectrum of Compound <u>2</u>	72
13 DEPT-90 ¹³ C-NMR spectrum of Compound <u>2</u>	73
14 DEPT- 135 ¹³ C-NMR spectrum of Compound <u>2</u>	74
15 EI MS spectrum of Compound <u>2</u>	75
16 HMQC NMR spectrum of Compound <u>2</u>	76
17 HMBC NMR spectrum of Compound <u>2</u>	77
18 COSY NMR spectrum of Compound <u>2</u>	78
19 IR spectrum of Mixture <u>3</u>	79
20 EI MS spectrum of Mixture <u>3</u>	80
21 The GLC analysis data of Mixture of standard steroids.....	81
22 The GLC analysis data of Mixture of Mixture <u>3</u>	82

Figures	Pages
23 IR spectrum of Compound <u>4</u>	83
24 ¹ H-NMR spectrum of Compound <u>4</u>	84
25 ¹³ C-NMR spectrum of Compound <u>4</u>	85
26 EI MS spectrum of Compound <u>4</u>	86



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

LIST OF SCHEMES

Schemes	Pages
1 The extraction of the stem bark of <i>Croton oblongifolius</i> Roxb.....	12



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

LIST OF ABBREVIATIONS

Hz	Hertz
ppm.	part per million
δ	chemical shift
s	singlet (NMR)
d	doublet (NMR)
t	triplet (NMR)
q	quartet (NMR)
m	multiplet (NMR)
cm^{-1}	wave number
M^+	molecular ion
m/z	mass to charge ratio
M.W.	molecular weight
ν_{max}	the wavelength at maximum absorption
br	broad
s	strong (IR)
m	medium (IR)
w	weak (IR)
R_t	Retention time in gas chromatography