

องค์ประกอบทางเคมีของเนื้อไม้ต้นเปล้าใหญ่ *Croton oblongifolius* Roxb.

นางสาวจรรยา ชัยเจริญพงศ์



สถาบันวิทยบริการ
วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ภาควิชาเคมี

บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2539

ISBN 974-636-244-5

ลิขสิทธิ์ของบัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

I 17273146

CHEMICAL CONSTITUENTS OF THE WOOD OF *Croton oblongifolius* Roxb.



Miss Chanya Chaicharoenpong

สถาบันวิทยบริการ
A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
for the Degree of Master of Science

Department of Chemistry

Graduate School

Chulalongkorn University


Academic Year 1996

ISBN 974-636-244-5


Thesis Title CHEMICAL CONSTITUENTS OF THE WOOD OF
Croton oblongifolius Roxb.
By Miss Chanya Chaicharoenpong
Department Chemistry
Thesis Advisor Associate Professor Dr. Sophon Roengsumran

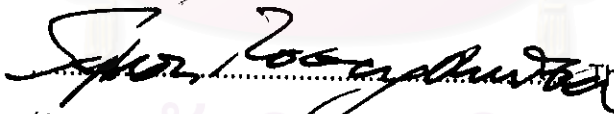
.....


Accepted by the Graduate School, Chulalongkorn University in Partial Fulfillment
of the Requirements for the Master's degree

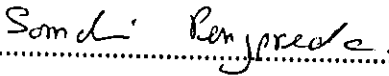

..... Dean of Graduate School
(Professor Supawat Chutivongse, M.D.)

Thesis Committee


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


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


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


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

พิมพ์ต้นฉบับบทความวิจัยวิทยานิพนธ์ภายในกรอบสี่เหลี่ยมนี้เพียงแผ่นเดียว

จรรยา ชัยเจริญพงศ์ : องค์ประกอบทางเคมีของเนื้อไม้ต้นเปล้าใหญ่ *Croton oblongifolius* Roxb. (CHEMICAL CONSTITUENTS OF THE WOOD OF *Croton oblongifolius* Roxb.)
อาจารย์ที่ปรึกษา : รศ. ดร. โสภณ เรืองสำราญ, 95 หน้า. ISBN 974-636-244-5.



นำเนื้อไม้ต้นเปล้าใหญ่ที่แห้งและบดละเอียด มาสกัดด้วยตัวทำละลาย 4 ชนิด คือ เฮกเซน, ไดคลอโรมีเทน, เอธิล อะซีเตต และเมทานอล ตามลำดับ และนำสิ่งสกัดที่ได้ทั้ง 4 ชนิดมาทำการแยกด้วยคอลัมน์โครมาโทกราฟี สามารถแยกสารได้ 5 ชนิด การหาสูตรโครงสร้างของสารเหล่านี้ได้อาศัยคุณสมบัติทางกายภาพและหลักฐานทางสเปกโตรสโกปี สามารถหาสูตรโครงสร้างของสารทั้ง 5 ชนิดได้ คือ ของผสมไฮโดรคาร์บอนไซโตรเจนยาว (C_{27-33}), ของผสมกรดคาร์บอกซิลิกไซโตรเจนยาว ($C_{18,22-34}$), ของผสมสเตอรอยด์ 3 ชนิด ได้แก่ stigmasterol, β -sitosterol และ campesterol, ของผสมสเตอรอยด์ไกลโคไซด์ ได้แก่ stigmasteryl-3-O- β -D-glucopyranoside, β -sitosteryl-3-O- β -D-glucopyranoside และ campesteryl-3-O- β -D-glucopyranoside และ 7-hydroxy-6-methoxy-2H-1-benzopyran

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาควิชา ๖๓๗
สาขาวิชา เคมี
ปีการศึกษา ๒๕๓๙

ลายมือชื่อนิติกร จรรยา ชัยเจริญพงศ์
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา รศ. ดร. โสภณ เรืองสำราญ
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม

C725147 : MAJOR CHEMISTRY

KEY WORD:

CHEMICAL CONSTITUENTS / *Croton oblongifolius* Roxb.

CHANYA CHAICHAROENPONG : CHEMICAL CONSTITUENTS OF THE WOOD OF
Croton oblongifolius Roxb. THESIS ADVISOR : ASSO. PROF. SOPHON
ROENGSUMRAN, Ph.D. 95 pp. ISBN 974-636-244-5.

Air-dried and ground woods of *Croton oblongifolius* Roxb. were extracted with hexane, dichloromethane, ethyl acetate and methanol, respectively. The crude extracts were isolated by column chromatography and five compounds were obtained. The structures of these compounds were established on the basis of physical properties and spectroscopic data. Five compounds were a mixture of long chain aliphatic hydrocarbons (C₂₇₋₃₃), a mixture of long chain carboxylic acids (C_{18, 22-34}), a mixture of steroids (stigmasterol, β -sitosterol and campesterol), a mixture of steroid glycosides (stigmasteryl-3-O- β -D-glucopyranoside, β -sitosteryl-3-O- β -D-glucopyranoside and campesteryl-3-O- β -D-glucopyranoside) and 7-hydroxy-6-methoxy-2H-1-benzopyran.



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาควิชา..... ๒๐๕
สาขาวิชา..... ๒๐๕
ปีการศึกษา..... ๒๕๓๙

ลายมือชื่อผู้พิมพ์..... อรุณฯ ชัยเจริญพงศ์
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา.....
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม.....

ACKNOWLEDGEMENT

The author would like to express her sincere gratitude to Associate Professor Dr. Sophon Roengsumran for his kind help, guidance, correction and encouragement throughout the course of this study. She greatly appreciated Assistant Professor Dr. Amom Petsom and Dr. Tirayut Vilaivan for helping and guiding during the research work. Appreciations were expressed to Associate Professor Dr. Siri Varothai and Assistant Professor Dr. Somchai Pengprecha for their comments and correction of her thesis. Moreover, thanks were extended to the Department of Chemistry, Faculty of Science and the Graduate School, Chulalongkorn University for the financial support and to the staff of the Scientific and Technological Research Equipment Centre, Chulalongkorn University for giving services on sample analyses.

Deep and sincere gratitude was acknowledged to her parents, her brothers, her sister and her friends for their understanding and encouragement throughout the entire study.



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

CONTENTS

	Page
ABSTRACT IN THAI	iv
ABSTRACT IN ENGLISH	v
ACKNOWLEDGEMENT	vi
LIST OF TABLES	ix
LIST OF FIGURES	xi
LIST OF SCHEMES	xiii
LIST OF ABBREVIATIONS	xiv
PART A	
CHAPTER	
I INTRODUCTION	1
General Characterization of the Plants in Genus <i>Croton</i>	2
General Characterization of <i>Croton oblongifolius</i> Roxb.	3
Previous Studies in Chemical Constituents of <i>Croton oblongifolius</i> Roxb.	5
II EXPERIMENTS	9
Plant Materials	9
Instruments and Equipment	9
Chemicals	10
Separation Techniques	11
Extraction	11
Isolation	14
1. Separation of Hexane Crude Extract	14
2. Separation of Dichloromethane Crude Extract	15
2.1 The Separation of the Eluted Fraction No. 66-72	17

3. Separation of Ethyl Acetate Crude Extract	17
3.1 The Separation of the Eluted Fraction No. 74-82	19
4. Separation of Methanol Crude Extract	20
Purification and Properties of Substances from Column Chromatography	21
1. Purification and Properties of Compound I	21
2. Purification and Properties of Compound II	22
3. Purification and Properties of Compound III	23
4. Purification and Properties of Compound IV	23
5. Purification and Properties of Compound V	24
III RESULT AND DISCUSSION	26
Structural Elucidation of Compound I	26
Structural Elucidation of Compound II	28
Structural Elucidation of Compound III	33
Structural Elucidation of Compound IV	36
Structural Elucidation of Compound V	39
IV CONCLUSION	43
PART B	45
REFERENCES	50
APPENDIX A	53
APPENDIX B	78
VITA	95

LIST OF TABLES

Table	Page
1. Comparison of Chemical Constituents of Parts of <i>Croton oblongifolius</i> Roxb.	6
2. The Results of Separation of Hexane Crude Extract by Column Chromatography	14
3. The Results of Separation of Dichloromethane Crude Extract by Column Chromatography	15
4. The Results of Separation of Ethyl Acetate Crude Extract by Column Chromatography	17
5. The Results of Separation of Eluted Fraction No. 74-82 by Silica Gel Column Chromatography	19
6. The Results of Separation of 50 % Ethyl Acetate/Methanol Crude Part by Column Chromatography	20
7. The Results of Separation of 100 % Methanol Crude Part by Column Chromatography	21
8. The IR Absorption Band Assignments of Compound I	26
9. The Retention Time of Compound I	27
10. Name of Long Chain Aliphatic Hydrocarbons in Compound I	28
11. The IR Absorption Band Assignments of Compound II	29
12. The Retention Times of Compound II and Standard Steroids	30
13. The IR Absorption Band Assignments of Compound III	34
14. The Retention Time and Log Retention Time of Compound III	35
15. Name of Long Chain Carboxylic Acids in Compound III	35
16. The IR Absorption Band Assignments of Compound IV	37
17. Comparison of ¹ H-NMR and ¹³ C-NMR Spectra of Compound IV to Scopoletin(24) and Scopolin(25)	38
18. The IR Absorption Band Assignments of Compound V	40

19. Isolated Substances from the Woods of *Croton onblongifolius* Roxb.43
20. The Chemical Shift of Crotoembraneic Acid at Various Temperature47
21. The Chemical Shift of Methylene Ester of Crotoembraneic Acid
at Various Temperature48



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

LIST OF FIGURES

Figure	Page
1. The Structure of Plaunotol from <i>Croton sublyratus</i> Kurz.	1
2. The Stem-bark, Leaf, Flower and Fruit of <i>Croton oblongifolius</i> Roxb.	4
3. The Structure of the Chemical Constituents of <i>Croton oblongifolius</i> Roxb.	7
4. The Structure of Scopolin	39
5. The Structure of Crotoembraneic acid	46
6. The IR Spectrume of Compound I	54
7. The Gas Chromatograms of Standard Long Chain Hydrocarbons and Compound I	55
8. The Calibration Curve of Standard Long Chain Hydrocarbons and Compound I	56
9. The IR Spectrum of Compound II	57
10. The ¹ H-NMR Spectrum of Compound II	58
11. The ¹³ C-NMR Spectrum of Compound II	59
12. The Gas Chromatograms of Standard Steroids and Compound II	60
13. The Mass Spectrum of Conpound II	61
14. The IR spectrume of Compound III	62
15. The ¹ H-NMR Spectrum of Compound III	63
16. The ¹³ C-NMR Spectrum of Compound III	64
17. The Gas Chromatograms of Standard Long Chain Carboxylic Acids and Compound III	65
18. The Calibration Curve of Standard Long Chain Carboxylic Acids and Compound III	66
19. The IR Spectrum of Compound IV	67
20. The ¹ H-NMR Spectrum of Compound IV	68
21. The ¹³ C-NMR Spectrum of Compound IV	69
22. The DEPT90 ¹³ C-NMR spectrum of Compound IV	54

23. The DEPT135 ¹³ C-NMR Spectrum of Compound IV	71
24. The Mass Spectrum of Compound IV	72
25. The Comparison of Mass Spectrum of Compound IV to Scopoletin	73
26. The IR Spectrum of Compound V	74
27. The ¹ H-NMR Spectrum of Compound V	75
28. The ¹³ C-NMR Spectrum of Compound V	76
29. The Mass Spectrum of Compound V	77
30. The ¹ H-NMR Spectrum of Crotoembraneic Acids at 25 °C	79
31. The ¹ H-NMR Spectrum of Crotoembraneic Acids at 15 °C	80
32. The ¹ H-NMR Spectrum of Crotoembraneic Acids at 7 °C	81
33. The ¹ H-NMR Spectrum of Crotoembraneic Acids at 0 °C	82
34. The ¹ H-NMR Spectrum of Crotoembraneic Acids at -7 °C	83
35. The ¹ H-NMR Spectrum of Crotoembraneic Acids at -15 °C	84
36. The ¹ H-NMR Spectrum of Crotoembraneic Acids at -25 °C	85
37. The ¹ H-NMR Spectrum of Crotoembraneic Acids at -35 °C	86
38. The ¹ H-NMR Spectrum of Methyleneester of Crotoembraneic Acids at 25 °C	87
39. The ¹ H-NMR Spectrum of Methyleneester of Crotoembraneic Acids at 15 °C	88
40. The ¹ H-NMR Spectrum of Methyleneester of Crotoembraneic Acids at 7 °C	89
41. The ¹ H-NMR Spectrum of Methyleneester of Crotoembraneic Acids at 0 °C	90
42. The ¹ H-NMR Spectrum of Methyleneester of Crotoembraneic Acids at -7 °C	91
43. The ¹ H-NMR Spectrum of Methyleneester of Crotoembraneic Acids at -15 °C	92
44. The ¹ H-NMR Spectrum of Methyleneester of Crotoembraneic Acids at -25 °C	93
45. The ¹ H-NMR Spectrum of Methyleneester of Crotoembraneic Acids at -35 °C	94

LIST OF SCHEMES

Scheme	Page
1. The Procedure of Extraction of the Woods of <i>Croton oblongifolius</i> Roxb.	13
2. The Fragmentation Pattern of Compound II	31



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

LIST OF ABBREVIATIONS

Fig.	Figure
cm	centrimeter
mm	millimeter
wt	weight
eV.	eletron Volt
MHz	megaHertz
TLC	Thin Layer Chromatography
kg	kilogram (s)
g	gram (s)
cm ³	cubic of centimeter
CHCl ₃	chloroform
MeOH	methanol
EtOAc	ethyl acetate
no.	number
mg	miligram
mp	meling point
Kbr	potassium chloride
ν_{\max}	the wavenumber at maximum absorption
cm ⁻¹	unit of wavenumber
s	strong (IR)
m	medium (IR)
w	weak (IR)
temp.	temperature
°C	degree celsius
ml	milliliter (s)
min	minute

R_f	rate of flow in chromatography
$CDCl_3$	Deuterated chloroform
δ	chemical shift
ppm	part per million
m/e	mass to charge ratio
DEPT	Distortionless Enhancement by Polarisation Transfer
DMSO	dimethyl sulfoxide



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย