

องค์ประกอบทางเคมีบางชนิดของสิ่งสกัดจากเปลือกต้นจิว *Bombax malabaricum*

นางสาว สุมนา ปานสมุทร



สถาบันวิทยบริการ

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต  
สาขาวิชาเคมี ภาควิชาเคมี

บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย


ปีการศึกษา พ.ศ.2540

ISBN 974-638-864-9

ลิขสิทธิ์ของบัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

I 17848751

SOME CHEMICAL CONSTITUENTS OF THE BARK EXTRACTS OF  
*Bombax malabaricum*.



Miss Sumana Pansamut

สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

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

Department of Chemistry

Graduate School

Chulalongkorn University

Academic Year 1997

ISBN 974-638-864-9



พิมพ์ตำแน่งฉบับทดลองวิทยานิพนธ์ภายในกรอบสี่เหลี่ยมนี้เพียงแผ่นเดียว

คูนนา ปานสมุท ของค์ประกอบทางเคมีบางชนิดของสิ่งสกัดจากเปลือกต้นจ๊ว *Bombax malabaricum*.

(SOME CHEMICAL CONSTITUENTS OF THE BARK EXTRACTS OF *Bombax malabaricum*.)

อาจารย์ที่ปรึกษา : ผ.ศ. ดร. สมใจ เพ็งปรีชา, 101 หน้า . ISBN 974-638-864-9

นำเปลือกไม้จากต้นจ๊วที่แห้งในอากาศ และบดละเอียด (6 กิโลกรัม) มาทำการสกัดด้วยเมทิลแอลกอฮอล์ นำสิ่งสกัดเมธานอล มาทำการสกัดต่อด้วยเฮกเซน, คลอโรฟอร์ม และ นอร์มัล-บิวทานอล, ตามลำดับ หลังจากทำให้สารให้บริสุทธิ์ ด้วยคอลัมน์โครมาโทกราฟี, สามารถแยกสารได้ 5 ชนิดคือ สารผสมของแอลิแพติกไฮโดรคาร์บอนชนิดไซยาว ( $C_{27-33}$ ) ,  $\beta$ -sitosterol ,  $\beta$ -sitosteryl-3-O-D-glucopyranoside, Lupeol และ 2-hydroxy-2-methyl propanoic acid , ethyl ester สูตรโครงสร้างของสารเหล่านี้หาได้โดยอาศัยคุณสมบัติทางกายภาพ ปฏิกิริยาเคมี และข้อมูลทางสเปกโทรสโคปี.



สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาควิชา ..... ๑๗๖

สาขาวิชา ..... ๑๘๖

ปีการศึกษา ..... ๒๕๔๐

ลายมือชื่อนิสิต ..... วัฒนา วัฒนสมุทร

ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา ..... ส. ป.

ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม ..... -

พิมพ์ต้นฉบับบทคัดย่อวิชาโทเภสัชกรรมภายในกรอบสี่เหลี่ยมเพียงฉบับเดียว

\*\* C825298 : MAJOR CHEMISTRY  
KEY WORD: SOME CHEMICAL CONSTITUENT/ *Bombax malabaricum*.

SUMANA PANSAMUT : SOME CHEMICAL CONSTITUENTS OF THE BARK EXTRACTS OF *Bombax malabaricum*. THESIS ADVISOR : ASST. PROF. SOMCHAI PENGPRECHA, Ph.D  
101 pp. ISBN 974-638-864-9

Air-dried bark of *Bombax malabaricum* (6 kg) was extracted with MeOH , the crude MeOH extract was further extracted with hexane, chloroform and n-BuOH, respectively. After purification by column chromatography, five components were obtained. These components were a mixture of long chain aliphatic hydrocarbons ( $C_{27-33}$ ),  $\beta$ -sitosterol,  $\beta$ -sitosterol-3-O-D-glucopyranoside , Lupeol and 2-hydroxy-2-methyl propanoic acid, ethyl ester. The structure of the compounds were established on the basis of physical properties , chemical reactions and spectroscopic data.



สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาควิชา.....เคมี.....  
สาขาวิชา.....เคมี.....  
ปีการศึกษา.....๒๕๔๐.....

ลายมือชื่อนิสิต.....สมญา งานสมพร.....  
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา.....[Signature].....  
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม.....-.....



## ACKNOWLEDGEMENT

The author wishes to express her appreciation to her advisor, Assistant Professor Dr.Somchai Pengprecha for his kind help , guidance , correction and encouragement throughout this research. She is grateful to Associate Professor Dr.Sophon Roengsumran for encouragement and guidance. She would like to thank the members of her thesis committee, Associate Professor Dr.Siri Varothai, Professor Dr. Padet Sidisunthorn and Assistant Professor Dr.Preecha Lertpratchya for valuable discussion and advice. In addition, thanks are extended to the Graduate School, Chulalongkorn University for the financial support and to the staff of the Scientific and Technological Research Equipment Centre, Chulalongkorn University for services given on sample analyses.

She would also like to express her deepest gratitude to her family and her friends for their understanding and encouragement throughout the study.

สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

# CONTENTS

	Pages
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
<b>CHAPTER I INTRODUCTION .....</b>	<b>1</b>
1.1 Research Studies in Chemical Constituents on the plants <i>in Bombax malabaricum</i> ( <i>Bombax ceiba Linn</i> ) .....	3
1.2 Chemical constituents of plants in <i>Bombax malabaricum</i> .....	6
1.3 The target of this research .....	9
<b>CHAPTER II EXPERIMENT .....</b>	<b>15</b>
2.1 Plant Materials .....	15
2.2 Instruments and Equipments.....	15
2.3 Chemical Reagents .....	16
2.4 Physical Separation Techniques ....	16
2.5 Color Test .....	18
2.6 Extraction .....	18
2.7 Isolation of chemical constituents of the bark of <i>Bombax malabaricum</i> .....	21

2.7.1.	Separation of hexane crude extract by column chromatography .....	21
2.7.2	Separation of chloroform crude extract by column chromatography .....	23
2.7.3.	Separation of n - BuOH crude extract by column chromatography .....	25
2.8	Purification and properties of the eluted Compounds .....	27
2.8.1	Purification and properties of Mixture I .....	27
2.8.2	Purification and Properties of Compound II.....	27
2.8.3	Purification and Properties of Compound III.....	28
2.8.4.	Purification and Properties of Compound IV .....	29
2.8.5	Purification and Properties of Compound V .....	30
<b>CHAPTER III</b>	<b>RESULTS AND DISCUSSION.....</b>	<b>31</b>
3.1	Structural Elucidation of Mixture I.....	31
3.2	Structural Elucidation of Compound II.....	34
3.3	Structural Elucidation of Compound III.....	39
3.4	Structural Elucidation of Compound VI.....	43
3.5	Structural Elucidation of Compound V.....	50
<b>CHAPTER IV</b>	<b>CONCLUSION .....</b>	<b>53</b>
	REFERENCES.....	60
	APPENDIX A .....	64
	APPENDIX B .....	92
	VITA .....	101



## LIST OF TABLES

Table	Pages
1.1 Chemical constituents of plants in <i>Bombax malbaricum</i> .....	6
2.1 Table 2.1 The weight of the .....	20
2.2 The Result of the column chromatographic separation of crude extract (Fraction II) .....	22
2.3 The Result of the column chromatographic separation of crude chloroform extract (Fraction II) .....	24
2.4 The Result of the column chromatographic separation of crude n-BuOH extract (Fraction IV) .....	26
3.1 The IR absorption band assignments of Mixture I .....	31
3.2 The Retention times of Mixture I.....	32
3.3 Name of long chain ablipatic hydrocarbons in Mixture I.....	33
3.4 The IR absorption band assignments of Compound II .....	34
3.5 The retention time of Compound II and Standard steroids .....	36
3.6 <sup>13</sup> C-NMR spectrum of Compound II compared with $\beta$ - sitosterol .....	37
3.7 The IR absorption band assignments of Compound III .....	40
3.8 <sup>13</sup> C - NMR spectrum of Compound III compared with $\beta$ - sitosterol - 3 - O - $\beta$ - D - glucopyranoside ( only the sugar part shown ) .....	41
3.9 The IR absorption band assignment of Compound IV .....	43
3.10 The IR absorption band assignment of Compound V .....	45
3.11 The <sup>13</sup> C-NMR chemical shift ( $\delta$ ,ppm) of Compound IV compared with Lupeol .....	46
3.12 The melting point of Compound IV compared with Moretenol, 3-Epimoretenol, Lupeol and 3-Epolupeol .....	48

Table	Pages
3.13 The IR absorption band assignment of Compound V .....	50
3.14 The IR absorption band assignment of Compound VI .....	58



สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## LIST OF FIGURES

Figure	Pages
1. The bark , leaf and flower of <i>Bombax malabaricum</i> .....	2
2. The structure some chemical constituents of <i>Bombax malabaricum</i> .....	10
3. The structure of $\beta$ - sitosterol .....	38
4. The structure of Moretenol, 3-Epimoretenol, Lueol and 3-Epilupeol .....	47
5. The Fragmentation pattern of Compound IV .....	49
6. The Fragmentation pattern of Compound IV .....	52
7. The IR spectrum of Mixture I .....	65
8. The gas chromatograms of Standard long chain hydrocarbons and Mixture I .....	66
9. The calibration cure of Standard long chain hydrocarbons and Mixture I .....	67
10. The IR spectrum Compound II.....	68
11. The $^1\text{H}$ - NMR spectrum of Compound of Compound II .....	69
12. The $^{13}\text{C}$ - NMR spectrum of Compound II .....	70
13. The Gas chromatograms of Standard steroids and Compound II .....	71
14. The mass spectrum of Compound II .....	72
15. The IR spectrum of Compound III .....	73
16. The $^1\text{H}$ - NMR spectrum of Compound III .....	74
17. The $^{13}\text{C}$ - NMR spectrum of Compound III .....	75
18. The mass spectrum of Compound III .....	76
19. The IR spectrum spectrum of Compound IV .....	77
20. The $^1\text{H}$ - NMR spectrum of Compound IV .....	78
21. The $^1\text{H}$ - NMR spectrum of Compound IV .....	79
22. The $^1\text{H}$ - NMR spectrum of Compound IV .....	80
23. The $^{13}\text{C}$ - NMR spectrum of Compound IV .....	81

Figure	Pages
24. The DEPT 135 NMR spectrum of Compound IV .....	82
25. The DEPT 135 NMR spectrum of Compound IV .....	83
26. The DEPT 135 NMR spectrum of Compound IV .....	84
27. The mass spectrum of Compound IV .....	85
28. The comparison of Mass spectrum of Compound IV to Lupeol .....	86
29. The IR spectrum of Compound V .....	87
30. The $^1\text{H}$ - NMR spectrum of Compound .....	88
31. The $^{13}\text{C}$ - NMR spectrum of Compound V .....	89
32. DEPT 135 NMR spectrum of Compound V .....	90
33. The Mass spectrum of Compound V .....	91
34. The IR spectrum of Compound VI .....	93
35. The $^1\text{H}$ -NMR spectrum of Compound VI .....	94
36. The $^1\text{H}$ -NMR spectrum of Compound VI .....	95
37. The $^1\text{H}$ -NMR spectrum of Compound VI .....	96
38. The $^1\text{H}$ -NMR spectrum of Compound VI .....	97
39. The $^{13}\text{C}$ -NMR spectrum of Compound VI .....	98
40. The DEPT 135 and DEPT 90 NMR spectrum of Compound VI .....	99
41. The Mass spectrum of Compound VI .....	101

## LIST OF SCHEMES

	Scheme	pages
1.	Extract procedure of the bark of Bombax malabaricum .....	19
2.	Extraction of the stem of <i>Piper ribesoides</i> Wall .....	56

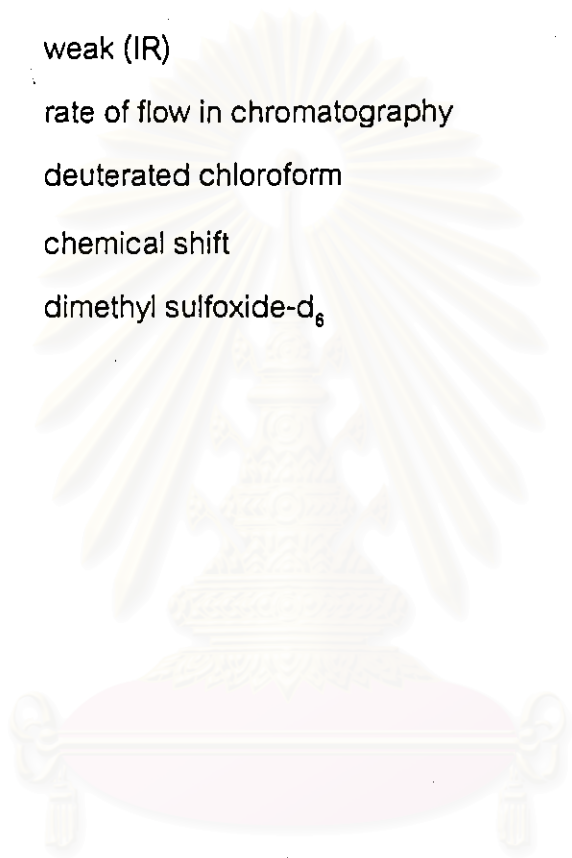


สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## LIST OF ABBREVIATION

$^{\circ}\text{C}$	degree celsius
$^{13}\text{C}$ NMR	carbon 13 nuclear magnetic resonance
$^1\text{H}$ NMR	proton nuclear magnetic resonance
IR	Infrared
cm	centimeter
$\text{cm}^{-1}$	unit of wavenumber
$\delta$	chemical shift
d	doublet (NMR)
dec.	decompose
DEPT	distortionless enhancement by polarization transfer
EI	electron impact technique in mass spectrometry
g	gram (s)
GC-MS	gas chromatography-mass spectrometry
GLC	gas liquid chromatography
id.	Internal diameter
Fig.	Figure
$\text{MHz}$	megaHertz
$\text{CHCl}_3$	chloroform
MeOH	methanol
EtOAc	ethyl acetate
n-BuOH	n-Butanol
KBr	potassium chloride
$\lambda_{\text{max}}$	the wavelength at maximum absorption
NO.	number
ppm	part per million
q	quartet (NMR)
nm	nanometer

s	singlet (NMR)
t	triplet
TLC	thin layer chromatography
wt.by.wt.	weight by weight
s	strong (IR)
m	medium (IR)
w	weak (IR)
$R_f$	rate of flow in chromatography
$\text{CDCl}_3$	deuterated chloroform
$\delta$	chemical shift
$\text{DMSO-d}_6$	dimethyl sulfoxide- $\text{d}_6$



สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย