



บทที่ 3

วิจารณ์และสรุปผลการทดลอง

นำสะเดาคืนแห้งบดละเอียด 50 กรัม มาแช่ในเอทานอล 3 วัน กรองเอาสิ่งที
ละลายได้ในเอทานอล ทำซ้ำ ๆ จนสารละลายไม่มีสีแล้วเอาสารละลายที่กรองได้ไปกลั่นด้วย
เครื่องกลั่นลดความดัน จะได้สิ่งสกัดในเอทานอลแล้วนำมาทดสอบประเภทของสารเคมีเบื้องต้น

จากการทดสอบเบื้องต้นเพื่อหาอัลคาลอยด์, คาร์ดิแอกไกลโคไซด์ ฟลาโวนอยด์,
ซาโปนิน และคูมารินในสะเดาคืน ปรากฏผลดังตารางที่ 4-8 แสดงว่ามีสารพวก deoxy
sugar และมี triterpenoid หรือ steroid และอาจมีซาโปนิน นอกนั้นไม่พบ

เมื่อนำสะเดาคืนที่ตากแห้งบดละเอียดแล้ว 1.8 กิโลกรัม มาสกัดด้วยเอทานอล
จะได้สิ่งสกัดในเอทานอล 210 กรัม เมื่อนำสิ่งสกัดในเอทานอลไปกวนด้วยสารละลายเฮกเซน
คลอโรฟอร์ม อะซีโตน 95% เอทานอล น้ำ เรียงลำดับตาม polarity จะได้สิ่งสกัดใน
เฮกเซน 34 g สิ่งสกัดในคลอโรฟอร์ม 133.34 g สิ่งสกัดในอะซีโตน 3.33 g สิ่งสกัด
ใน 95% เอทานอล 10 g สิ่งสกัดในน้ำ 25 g

1. การแยกสารในส่วนสกัดด้วยเฮกเซนโดยใช้คอลัมน์โครมาโตกราฟี ได้สาร 10
ชนิด คือ สาร 1, 3 ข มีจุดหลอมเหลว 66-68°C จำนวน 1.2 กรัม สาร 20 ข มีจุดหลอม-
เหลว 166-168°C จำนวน 1 กรัม สาร 40 ข มีจุดหลอมเหลว 295-302°C จำนวน 0.8
กรัม และสารอื่น ๆ อีกเล็กน้อย จากการตรวจลักษณะของสารโดยอาศัยคุณสมบัติทางกายภาพ
ปฏิกิริยาเคมีและหลักฐานทางสเปกโตรสโคปีทำให้สามารถสรุปได้ดังนี้

สาร 1-3 ข เป็นผลึกสีขาว มีลักษณะเป็นแผ่น มีจุดหลอมเหลว 66-68°C

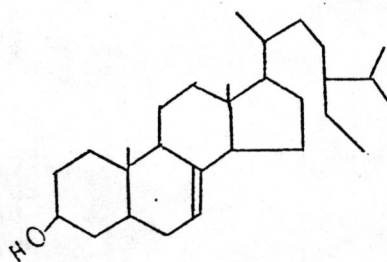
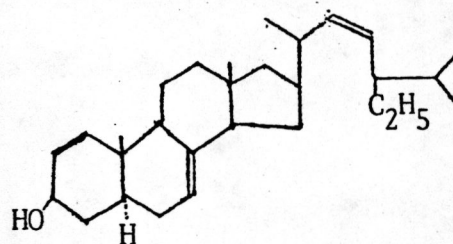
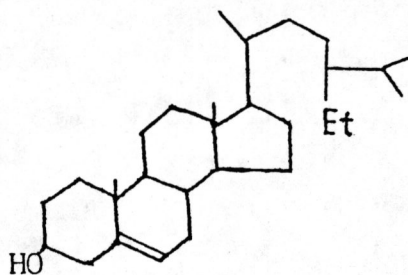
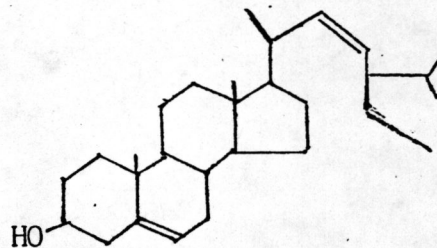
จากการวิเคราะห์หาสูตรโครงสร้างตามวิธีในหัวข้อ 2.7 พบว่าสาร 1-3 ข เป็น
ของผสม long chain saturated hydrocarbon 10 ชนิด ซึ่งมีน้ำหนักโมเลกุล 352, 366,
380, 394, 408, 422, 436, 450, 464, 428 ซึ่งมีสูตรเป็น $C_{25}H_{52}$, $C_{26}H_{54}$,
 $C_{27}H_{56}$, $C_{28}H_{58}$, $C_{29}H_{60}$, $C_{30}H_{62}$, $C_{31}H_{64}$, $C_{32}H_{66}$, $C_{33}H_{68}$, $C_{34}H_{70}$
ซึ่งจาก IR (รูปที่ 8) แสดง C-H stretching mode ของ $-CH_3$ และ $-CH_2-$ ที่
2,860; 2,920 cm^{-1} , C-H bending mode ของ CH_3- , $-CH_2-$ ที่ 1,470, 1,375 cm^{-1} ,

C-H rocking mode ของ $-\text{CH}_2-$ หรือ $-(\text{CH}_2)_n-$ ที่ $730, 720 \text{ cm}^{-1}$ ของ long chain hydrocarbon และไม่มี unsaturation และจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Gas chromatography (รูปที่ 10-12) โดยเปรียบเทียบค่า retention time กับสารมาตรฐาน long chain saturated hydrocarbon พบว่าสาร 1-3 ข ประกอบด้วย saturated long chain hydrocarbon ที่มีจำนวนคาร์บอนตั้งแต่ $\text{C}_{25}-\text{C}_{34}$ จึงสรุปว่าสาร 1-3 ข เป็นของผสมของ long chain saturated hydrocarbon ที่มีสูตรโมเลกุล

$\text{C}_{25}\text{H}_{52}$	คือ pentacosane	มีสูตรโครงสร้างเป็น $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{23}-\text{CH}_3$
$\text{C}_{26}\text{H}_{54}$	คือ hexacosane	มีสูตรโครงสร้างเป็น $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{24}-\text{CH}_3$
$\text{C}_{27}\text{H}_{56}$	คือ heptacosane	มีสูตรโครงสร้างเป็น $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{25}-\text{CH}_3$
$\text{C}_{28}\text{H}_{58}$	คือ octacosane	มีสูตรโครงสร้างเป็น $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{26}-\text{CH}_3$
$\text{C}_{29}\text{H}_{60}$	คือ nonacosane	มีสูตรโครงสร้างเป็น $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{27}-\text{CH}_3$
$\text{C}_{30}\text{H}_{62}$	คือ triacontane	มีสูตรโครงสร้างเป็น $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{28}-\text{CH}_3$
$\text{C}_{31}\text{H}_{64}$	คือ hentriacontane	มีสูตรโครงสร้างเป็น $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{29}-\text{CH}_3$
$\text{C}_{32}\text{H}_{66}$	คือ dotriacontane	มีสูตรโครงสร้างเป็น $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{30}-\text{CH}_3$
$\text{C}_{33}\text{H}_{68}$	คือ tritriacontane	มีสูตรโครงสร้างเป็น $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{31}-\text{CH}_3$
$\text{C}_{34}\text{H}_{70}$	คือ tetratriacontane	มีสูตรโครงสร้างเป็น $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{32}-\text{CH}_3$

โดยมี hentriacontane มากที่สุด รองลงมาคือ tritriacontane, nonacosane, dotriacontane, triacontane, octacosane, heptacosane รองลงมาตามลำดับ ส่วน pentacosane, hexacosane, tetratriacontane มีจำนวนน้อย

สาร 20 ข เป็นสารประกอบพวกsteroid มีจุดหลอมเหลว 166-168°C ให้ผล positive กับ Liebermann Burchard reaction เป็นสีเขียว จากการวิเคราะห์หาสูตรโครงสร้างตามวิธีในหัวข้อ 2.7 พบว่าสาร 20 ข เป็นสารประกอบพวกsteroid ซึ่งเมื่อนำไปวิเคราะห์ด้วยIR จะได้ IR spectrum เหมือน α -spinasterol จากรูปที่ 14-15 หน้า 78-79 แสดงว่า 20ข เป็นสาร α -spinasterol เพื่อยืนยันให้แน่นอนต้องวิเคราะห์ทุกอย่าง คือ MS, IR, GC, ^{13}C NMR, ^1H NMR รวมทั้งหา standard ยืนยันเปรียบเทียบ ซึ่งจาก IR spectrum ของ α -spinasterol คล้ายคลึงกับ β -sitosterol และ stigmasterol โดยที่ α -spinasterol จะเป็น isomer กับ stigmasterol และในธรรมชาติมักพบว่ามี Δ^7 -stigmasterol ปนอยู่ด้วยเสมอ รูปความคล้ายคลึงกันจะเห็นว่าคล้ายคลึงกันมาก

 Δ^7 -Stigmasterol α -spinasterol β -sitosterol

Stigmasterol

จาก IR spectrum ลักษณะเฉพาะตัวที่ทำให้ α -spinasterol ต่างจาก stigmasterol และ β -sitosterol ก็คือมีช่วง out of plane bending ของคาร์บอนที่มีพันธะคู่ ($1107; 973 \text{ cm}^{-1}$) และมี doublet ที่ 850, 830 นอกนั้นก็คล้ายกันคือมี

ดูจาก O-H stretching ที่ $3,440\text{ cm}^{-1}$ มี C-O stretching vibration ของ $3\beta\text{-OH}$ ที่ $1,050$ และ $1,020\text{ cm}^{-1}$ และ C-H stretching ที่ $2950, 2870\text{ cm}^{-1}$ และมี C=C stretching ที่ $1,640\text{ cm}^{-1}$ และที่ $1,450, 1385\text{ cm}^{-1}$ เป็น C-H bending ของ $\text{CH}_2\text{-CH}_3$ แต่ถ้าเป็น $\beta\text{-sitosterol}$ จะแสดง out of plane = C-H bending ของคาร์บอนที่เป็นพันธะคู่ เป็น singlet ที่ 969 cm^{-1} ส่วน stigmasterol แสดงเป็น doublet ที่ $969\text{-}980\text{ cm}^{-1}$ ซึ่งยืนยันได้ว่าไม่ใช่ stigmasterol และ $\beta\text{-sitosterol}$ ซึ่งน่าจะเป็น $\alpha\text{-spinasterol}$ เพราะเหมือนกับ standard

จาก Mass spectrum พบ $M^+ = 412, 414$ ซึ่งแสดงว่ามี $\alpha\text{-spinasterol}$ ซึ่งมี M.W. เป็น 412 และ Δ^7 stigmasterol มี M.W. 414

จึงนำไปวิเคราะห์ด้วย G.C. พบว่า G.C. spectrum แสดงว่ามีสาร 20 ข 3 ตัว เมื่อเทียบกับ standard คือ stigmasterol, Δ^7 stigmastanol และ $\alpha\text{-spinasterol}$ โดยมี $\alpha\text{-spinasterol}$ มากที่สุด 2 ตัว ที่เหลือมีน้อยมาก

เมื่อศึกษาเปรียบเทียบโดยดูจาก $^1\text{H NMR}$ spectrum พบว่ามี double bond เห็นชัดเจนของ $\alpha\text{-spinasterol}$ ที่ $5.157, 5.092, 5.032\text{ ppm}$ เหมือนกับ standard $\alpha\text{-spinasterol}$ และยังแสดงว่าเป็นพวก steroid จาก $0.038\text{-}1.613\text{ ppm}$ ซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของพวก steroid และ triterpenoid ซึ่งไม่ใช่ triterpenoid เพราะทดสอบกับ Liebermann-Burchard reaction แล้วได้สีเขียว ดังนั้น จาก $^1\text{H NMR}$ จะช่วยยืนยันว่าเป็น steroid ที่มี double bond อย่างน้อย 2 คู่ มีหมู่ OH อย่างน้อย 1 หมู่ เมื่อนำ 20 ข ไปวิเคราะห์ $^{13}\text{C NMR}$ พบว่าให้สัญญาณ $^{13}\text{C NMR}$ spectrum อย่างน้อย 29 คาร์บอน แสดงพันธะคู่ที่ $139.55, 138.199, 129.477, 117.504\text{ ppm}$ ซึ่งดูจาก off resonance จะทราบได้ โดยจะเป็น doublet ของ =CH- ที่ 3 ตัวหลัง แต่เป็น 1 singlet ของ =C ที่ 139.53 และจาก chemical shifts c, $\text{CH}_1\text{CH}_2, \text{CH}_3$ ที่ $12.08\text{-}55.908$ นับได้ 24 peaks แสดงว่า 20 ข เป็น steroid เพียงชนิดเดียว จึงเห็นค่า $12.08\text{-}55.908\text{ ppm}$ เพียง 24 peak และ peak ที่เหลือคือตรงคาร์บอนที่ 3 มีหมู่ OH มาต่อตรง 670.968 ppm อีก 4 peak ก็เป็น 29 peak ก็คือ C ของพันธะคู่ 4 peak รวมกันได้ 29 peak พอที่สอดคล้องกับที่เราคาดเอาไว้ โดยลักษณะ stigmasterol และ Δ^7 stigmatanol จะไม่ปรากฏเพราะเป็น trace โมเลกุลของสารแม้ใน GC spectrum ก็มี peak เห็นขึ้นเพียงน้อยรวมทั้ง Mass spectrum ด้วย

สาร 20x เป็น α -spinasterol แน่นอน และมี trace stigmasterol และ trace Δ^7 -stigma'stenol ซึ่งทราบได้จาก mass spectrum และ GC spectrum

สาร 40x คาดว่าเป็นตัวเดียวกับ 19 ก. เนื่องจาก IR spectrum เหมือนกัน การแยกสารในสิ่งสกัดด้วยคอลโรฟอร์มโดยใช้คอลัมน์โครมาโตกราฟีได้ผลดังตาราง ปรากฏว่าได้สาร 7 ตัว และ NaCl ซึ่งเป็นเกลือแร่ที่สำคัญ

สาร 19 ก. triterpenoid compound มีจุดสลายตัวที่ > 310 และลักษณะเป็นผลึกรูปเข็ม 500 mg สีขาวให้ผลกับ Liebermann Burchard reaction เป็นสีม่วงแดง ชัดเจน แสดงว่าเป็น triterpenoid อย่างแน่นอน สาร 19 ก มีผลวิเคราะห์ธาตุครั้งที่ 1 พบว่า C=76.56%, H=10.47% สูตรโมเลกุลเป็น $C_{32}H_{52}O_4$ จะคำนวณได้ C=76.8%, H=10.4% แสดงว่า triterpenoid compound มีสูตรโมเลกุล $C_{32}H_{52}O_4$ M.W. 500 จาก IR spectrum สาร 19 ก มี broad absorption ที่ $3500-3410\text{ cm}^{-1}$ แสดงถึงมีหมู่ OH และแสดงถึงมี C-H stretching ของ CH_2, CH_3 ของ $2970-2940\text{ cm}^{-1}$ และช่วง 1695 cm^{-1} แสดงถึงมี $\overset{O}{\parallel}C$ ของ ketone นอกจากนี้ C-O stretching vibration อยู่ที่ $1010, 1050\text{ cm}^{-1}$ และแสดง medium absorption band ที่ $1415, 1385\text{ cm}^{-1}$

แสดงว่าสาร 19 ก จะมีหมู่ $\overset{O}{\parallel}C$ ของ ketone อยู่ และมีหมู่ OH เป็น triterpenoid ที่มีสูตร $C_{32}H_{52}O_4$ ดังรูปที่ 25 หน้า 89

จาก Mass spectrum สาร 19 ก มี m/e สูงสุดเป็น 411 โดยได้จาก m/e 454 lose m/e = 43 คาดว่าเป็น $\overset{O}{\parallel}C-CH_3$ แสดงว่าสาร 19 ก มีหมู่ $\overset{O}{\parallel}C-CH_3$ ต่อกับ ring ของพวก triterpenoid และจาก m/e = 411 lose $H_2O(18)$ จะได้ m/e = 393 เพราะฉะนั้นยืนยันว่ามีหมู่ OH อย่างน้อย 1 หมู่ m/e ที่สำคัญมี 454, 411, 393, 205, 135, 107, 109, 43 ดังรูปที่ 26 หน้า 90

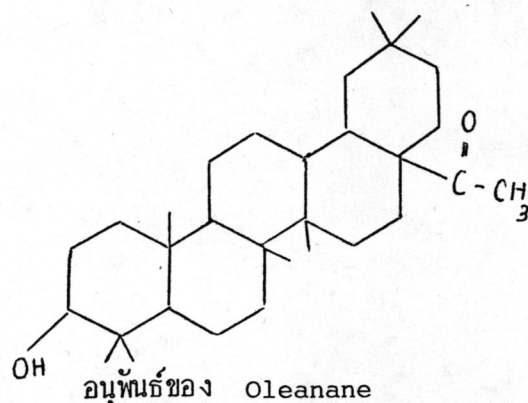
จากข้อมูลของ Mass spectrum สาร 19 ก เป็น triterpenoid compound ที่มีหมู่ $\overset{O}{\parallel}C-CH_3$ และมีหมู่ OH อย่างน้อย 1 หมู่ โดยดูจากการ fragment

1H NMR spectrum (TMS) ของสาร 19 ก แสดง peak สำคัญคือ broad ที่ $60.31-2.17\text{ ppm}$ ซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของพวก steroids หรือ triterpenoid compound จาก CH_3, CH_2, CH เราทราบว่าสาร 19 ก เป็น triterpenoid compound

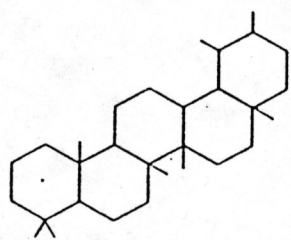
จาก chemical reaction ดังนั้น ^1H NMR ก็เท่ากับยืนยันว่าเป็น triterpenoid compound จริงจาก broad multiplet $\delta 0.31-2.17\text{ppm}$ และแสดงหมู่ OH จาก $\delta 3.87\text{ppm}$

จากข้อมูลทั้งหมดสาร 19 ก เป็น triterpenoid compound ที่มีสูตรโมเลกุล $\text{C}_{32}\text{H}_{52}\text{O}_4$ M.W. = 500 โดย M^+ ไม่มีปรากฏใน Mass spectrum

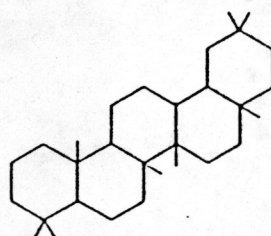
มีหมู่สำคัญ $\text{C}=\text{O}$, OH ซึ่งยังบอกโครงสร้างที่แน่นอนไม่ได้ต้องไป run x-ray ดูโครงสร้างสาร 19 ก แล้วจึงค่อยหาเตรียมอนุพันธ์ และ ^{13}C NMR ยืนยันอีกที่ triterpenoid นั้นมาจาก isoprene unit ซึ่งมี 2 กลุ่มใหญ่ ๆ คือ 1 tetracyclic (four rings) 2. pentacyclic (five rings) ซึ่ง pentacyclic สอดคล้องกับสาร 19 ก ซึ่งแบ่งเป็นที่สำคัญคือ ursane และ oleanane ซึ่ง 2 ประเภทนี้ถ้ามีหมู่มาต่อก็คะกลายเป็น triterpenoid ตัวอื่น ๆ ดังนั้น สาร 19 ก อาจมีโครงสร้างคล้ายคลึงกับ



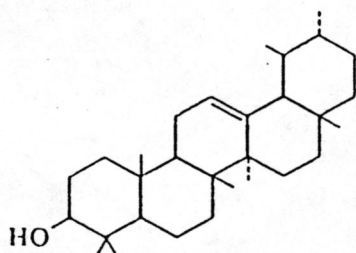
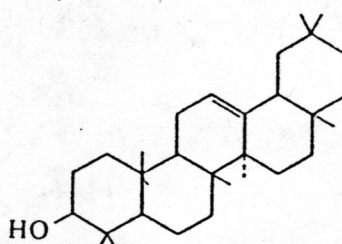
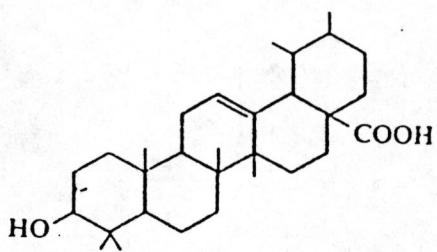
ซึ่งต้องดูผล x-ray จึงจะทราบแน่นอน ซึ่งจากหน้า 57 จะแสดงรูป pentacyclic ของ ursane, oleanane และอนุพันธ์ของมัน



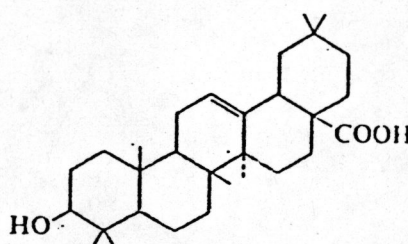
Ursane (180)



Oleanane (181)

 α -Amyrin (182) β -Amyrin (183)

Ursolic acid (184)



Oleanolic acid (185)

รูปที่ 2 แสดง pentacyclic ของ ursane, oleanane และ
อนุพันธ์ของมัน

สาร 60 ก glycoside compound มีจุดหลอมเหลว 276-278 °C น้ำหนัก 80 มิลลิกรัม เมื่อนำไป test liebermann Burchard reaction ให้สีส้ม แสดงว่าอาจเป็นพวก triterpene ประเภทหนึ่ง สาร 60 ก เป็นสารที่ได้จาก สังกะสีคลอโรฟอร์มโดยใช้ตัวทำละลาย 5%, 10% MeOH-CHCl₃ ตามลำดับ ล้างผลึกด้วย ethyl acetate, MeOH ตามลำดับ เพื่อแยกเอาน้ำมันออกจึงได้ สาร 60 ก ไปตกผลึกใน MeOH : CHCl₃ เป็น 1 : 1 ตกผลึกจนได้สารบริสุทธิ์ มีจุดเคี้ยวใน TLC ซึ่งใช้ 3 ระบบ เมื่อได้สารบริสุทธิ์แล้วจึงส่งไปวิเคราะห์ด้วย IR จาก IR spectrum พบว่าที่สำคัญคือ broad absorption band ของ glycoside linkage ซึ่งแสดงว่ามี -OH อยู่น้ำตาลอยู่ด้วยเห็นได้ชัดเจนและ เมื่อเทียบ standard จะพบว่าเป็น glycoside แน่นอนที่ C-O 1,040 cm⁻¹ นอกนั้นมี absorption band ที่สำคัญคือ C=O ที่ 1,700 cm⁻¹, 3,300-3,560 cm⁻¹ เป็นพวก OH gr 2,940 cm⁻¹ เป็น C-H stretching ดังรูปที่ 29 หน้า 94

จาก IR และข้อมูลทั้งหมดสรุปได้ว่าเป็นสารประกอบ glycoside แน่นอน ซึ่งมีหมู่ OH และหมู่ C=O ไปเกาะอยู่ด้วย จึงนำไปวิเคราะห์ elemental analysis

จากการทดลองวิเคราะห์ธาตุพบว่าได้

C=67.08% H=9.47% O=23.4%

และคำนวณสูตรโมเลกุลได้

C₃₁H₅₂O₈

ซึ่งจากสูตรโมเลกุลคำนวณธาตุได้

C=67.39% H=9.42% O=23.19%

ดังนั้น glycoside 60 ก นี้มีสูตรโมเลกุล C₃₁H₅₂O₈ จำนวน O₈ สอดคล้องกับผลที่ได้มาคือเป็น glycoside ต้องมี part น้ำตาลซึ่งอย่างน้อย C₆H₁₂O₆

จะตองมี O_6 ตัว ซึ่งสอดคล้องผล IR กับ elemental analysis

จาก 1H NMR เมื่อนำสาร 60 ก ไปวิเคราะห์พบว่ามี 6.288-2.284 ppm แสดง broad multiplet ของ peak C-H ต่าง ๆ ที่ต่อกับ ring หรือ side chain ส่วน C-OH ที่ δ 4.44 ppm และ -C-CH-OH ที่ δ 3.89 ppm และมีหมู่ OH ที่ δ 3.47 ppm และ δ 2.702 ppm เป็น -C-CH-CO-R ดังรูปหน้า 31, 87

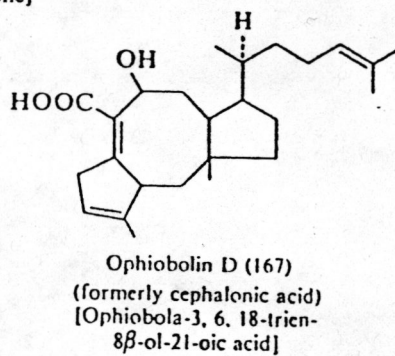
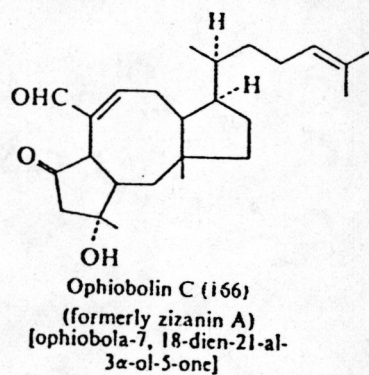
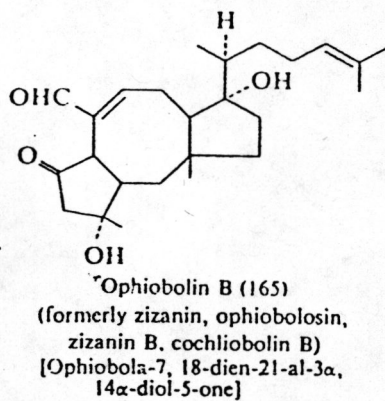
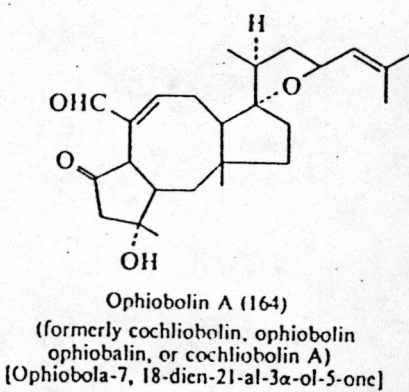
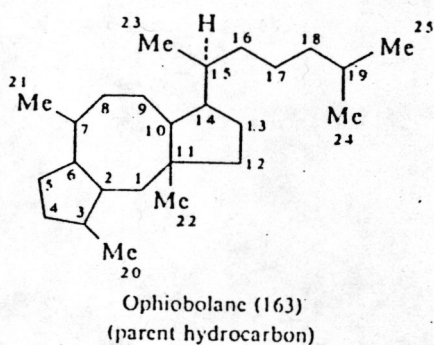
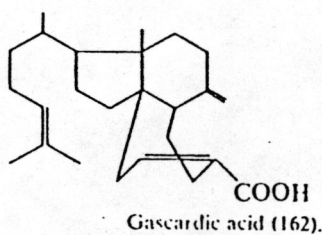
จาก 1H NMR พบว่า glycoside ที่ได้จะมีน้ำตาลเกาะอยู่ จาก C-OH ที่ δ 4.44 ppm และ -C-CH-OH ที่ δ 3.89 ppm และมีหมู่ OH ที่ δ 3.47 ppm และเมื่อดู data รวมเท่าที่ทำการวิเคราะห์ได้ glycoside compound ที่มี ส่วนน้ำตาลโดยส่วน aglycone จะมีลักษณะเป็น ring และมี side chain โดยดูจาก δ 0.288-2.284 ppm ของ 1H NMR เนื่องจากดูแล้วจาก Liebermann-Burchard ให้ผลไม่เป็นทั้ง steroid และ triterpenoid ดังนั้น 1H NMR ยืนยันว่าจะเป็น ring และมี side chain จาก ลักษณะรูป spectrum รูปที่ 31 หน้า 87

จาก Mass spectrum พบว่า m/e สูงสุดเป็น 413 เกิดจาก m/e 456 lose $\begin{array}{c} O \\ || \\ C-CH_3 \end{array}$ (43) ซึ่ง M.W. ของ glycoside รวม 552 และ m/e 456 คือ lose H_2O (18) ซึ่งเกิดจากหมู่ OH ได้ m/e 438 และ m/e 395 เกิดจาก $\begin{array}{c} O \\ || \\ C-CH_3, H_2O \end{array}$ จึงได้ m/e 395 ส่วน m/e ที่สำคัญของ Mass spectrum คือ 456, 438, 431, 420, 414, 405, 396, 395, 377 ดังรูปหน้า 30, 95

จากการทดลองนี้จะได้ 60 ก เป็น glycoside มี ส่วนน้ำตาลดูจาก IR ซึ่งจะเป็น broad band แสดง glycoside linkage ที่ C-O และจาก mass spectrum ช่วยย้่าว่า $\begin{array}{c} O \\ || \\ C \end{array}$ จาก IR spectrum จะเป็น $\begin{array}{c} O \\ || \\ C-CH_3 \end{array}$ และมีหมู่ OH ด้วย จากมีการ lose นี้ซึ่งสอดคล้องกับ IR ที่มีหมู่ $\begin{array}{c} O \\ || \\ C \end{array}$ ของ ketone และมีหมู่ OH ($3,300-3560\text{ cm}^{-1}$) และจากการทดสอบทางเคมี และ 1H NMR แสดงว่าเป็นสารที่ขึ้นเป็น ring และมี side

chain เมื่อนำไปวิเคราะห์ ^{13}C NMR spectrum พบว่า peak พบว่ามี
 อย่างน้อย 30 carbons ซึ่งจากรูปที่ 32-38 หน้า 98-104 จะเห็นว่า มี CDCl_3
 และ DMSO d_6 ซึ่งเป็นตัว standard เทียบกับ 60 ก แต่ก็มีผลทำให้ยุ่งยาก
 ในการอ่านจำนวนคาร์บอนด้วยเฉพาะ DMSO d_6 ซึ่งมีถึง 7 peak และ
 ขึ้นกับ peak ของสาร 60 ก เนื่องจากสาร 60 ก ละลายยากจึงต้องใช้
 DMSO d_6 จากตารางของ 60 ก จะเห็น $\text{C}=\text{O}$ ของ ketone อย่างชัดเจน
 ที่ 6, 214.08 ppm ซึ่งสนับสนุนจาก IR spectrum และ Mass spectrum
 ว่ามี $\text{C}-\text{CH}_3$ อย่างแน่นอนของสารที่เป็น glycoside ที่มีสูตร
 โมเลกุล $\text{C}_{31}\text{H}_{52}\text{O}_8$ และจาก ^{13}C NMR C ที่ต่อกับ O ของน้ำตาล
 ปรากฏให้เห็นอย่างชัดเจนที่ 6 76.66, 73.69, 69.57, 67.49, 64.33,
 62.542 ppm ดังนั้นเป็น glycoside แน่เพราะข้อมูลตรงกันว่ามี ส่วน
 น้ำตาลทั้งใน IR spectrum และ ^{13}C NMR, ^1H NMR spectrum ซึ่ง
 น้ำตาลสูตรทั่วไปคือ $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$

ส่วน aglycone คือ $\text{C}_{25}\text{H}_{40}\text{O}_2$ เมื่อ ส่วน น้ำตาลคือ
 $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$ ซึ่งจาก ^{13}C NMR น่าจะมีน้ำตาลเพียง 1 ตัว (ไม่สามารถ
 hydrolyse สาร 60 ก ได้เนื่องจากสารมีน้อยและไม่ไคกลับคืน) $\text{C}_{25}\text{H}_{40}\text{O}_2$
 ที่เป็น aglycone จัดว่าน่าจะเป็นพวก terpenes ซึ่งมาจาก isoprene
 units terpene แบ่งออกได้เป็น 8 กลุ่มใหญ่ $\text{C}_{25}\text{H}_{40}\text{O}_2$ จัดอยู่ใน
 Sesterterpene (ophiobolanes) คือ $(\text{C}_{25}\text{H}_{40})$ ซึ่งไม่
 ค่อยพบบ่อยนัก อย่างไรก็ตามขณะนี้ยังไม่อาจสรุปได้ว่าสาร 50 ก (หรือ 60 ก)
 มีสูตรโครงสร้างเป็นอย่างไร เนื่องจากมีสารในปริมาณจำกัด



The ophiobolanes.

การแยกสารในสิ่งสกัดอะซีโตน

โดยวิธีคอลัมน์โครมาโตกราฟี ได้สารดังในตารางที่ 12 ซึ่งดูด้วยตาเปล่าเห็นว่ามีส่วนประมาณ 4 ตัว แต่มีปริมาณน้อยยากที่จะทำให้บริสุทธิ์ ควรใช้สิ่งสกัดมากกว่านี้ แต่ที่ค่าใช้จ่ายสิ่งสกัดอะซีโตนเพียง 3.33 g เท่านั้น ดูได้จากตารางที่ 12

หน้า 32

การศึกษาสิ่งสกัด ในชั้นเอทานอล

เป็นตะกอนเหลืองซึ่งเมื่อกรองทิ้งทิ้งไว้จะถูก oxidized กลายเป็นสีน้ำตาล แสดงว่าเป็นสารที่ไวต่อแสง จึงเก็บไว้ในขวดสีชาแล้วศึกษาต่อ

การศึกษาสิ่งสกัด ในชั้นน้ำ

จะได้ศึกษาหา 1) น้ำตาล 2) กรดอะมิโน 3) ธาตุที่มีสิ่งสกัดในชั้นน้ำ 25 g ได้จากสิ่งสกัดเอทานอลกวนด้วยเฮกเซน, คลอโรฟอร์ม, อะซีโตน, เอทานอลและน้ำ ตามลำดับ

1. เมื่อได้สิ่งสกัด ในชั้นน้ำนำไปวิเคราะห์น้ำตาลโดยใช้เครื่อง HPLC โดยมี glucose, arabinose, xylose, sucrose, maltose, rhamnose เป็น standard ไม่พบว่ามีน้ำตาลชนิดใด ดูรูปได้จากรูปที่ 4 หน้า 65

2. กรดอะมิโน

นำสารละลายใส่สีเหลืองอ่อนที่เหลือจากการทำวิเคราะห์น้ำตาลนำมาวิเคราะห์หากรดอะมิโนโดยใช้เครื่อง Amino acid Analyzer พบว่ามี Glutamic acid มากที่สุด รองลงมาคือ phenylalanine, G-NH₂ butyric ซึ่งได้จากตารางที่ 13 หน้า 38 มีกรดอะมิโน 14 ชนิด และบอกความเข้มข้นของกรดอะมิโนแต่ละชนิดไว้ด้วย

3. การศึกษาชนิดของธาตุในสิ่งสกัดด้วยน้ำ

นำสิ่งสกัดด้วยน้ำที่ขึ้นเหนียวไปวิเคราะห์ด้วย x-ray Fluorescence พบว่ามีธาตุ K (Potassium), Cl (Chloride) มากซึ่งก็คือ KCl และพบธาตุ S (Sulfur), Fe (Iron) บางจำนวนเล็กน้อย

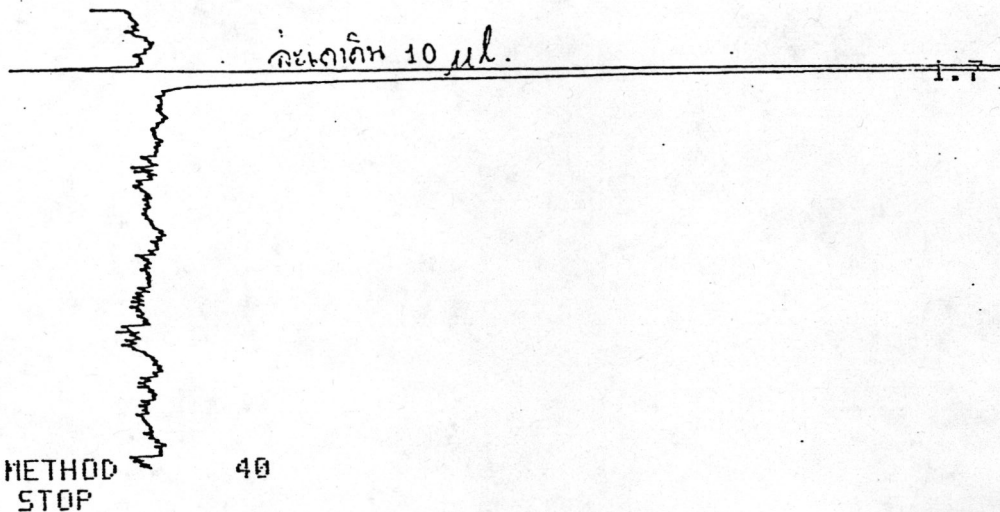
สรุป

ในการศึกษาสารเคมีที่สกัดจากสะเดาดิน พบว่าได้ศึกษา part ที่สำคัญคือ part เฮกเซน, คลอโรฟอร์ม, น้ำ โดย part เฮกเซนพบสารสำคัญ 3 ชนิด ชนิดแรกคือ wax ซึ่งมี 10 ชนิดทราบจากการวิเคราะห์ด้วย GC & MS และ steroid 3 ชนิด Δ -spinasterol และ trace Δ^7 -stigmastanol, stigmasterol ใช้ในการเตรียม steroid hormones ส่วนตัวสุดท้าย 40 ข. คาดว่าเป็นตัวเดียวกับ 19 ก. เพราะได้ IR spectrum เหมือนกัน และมีตัวที่ไม่ได้วิเคราะห์ 1 - 2 ตัว part คลอโรฟอร์มมีสารน่าสนใจ คือเป็น unknown ทั้ง 2 ตัว ทราบจากการคนเอกสารแล้วไม่พบว่าเป็นสารอะไรได้แต่คาดว่าเป็นสารประเภทโแทน ซึ่ง mp สูงมากคือ 270 กว่าขึ้นไป มีอย่างน้อย 2 ตัวคือ triterpenoid (19 ก) และ glycoside (60 ก) ซึ่งต้องส่งไปวิเคราะห์ด้วย x-ray ดูโครงสร้างที่แท้จริง

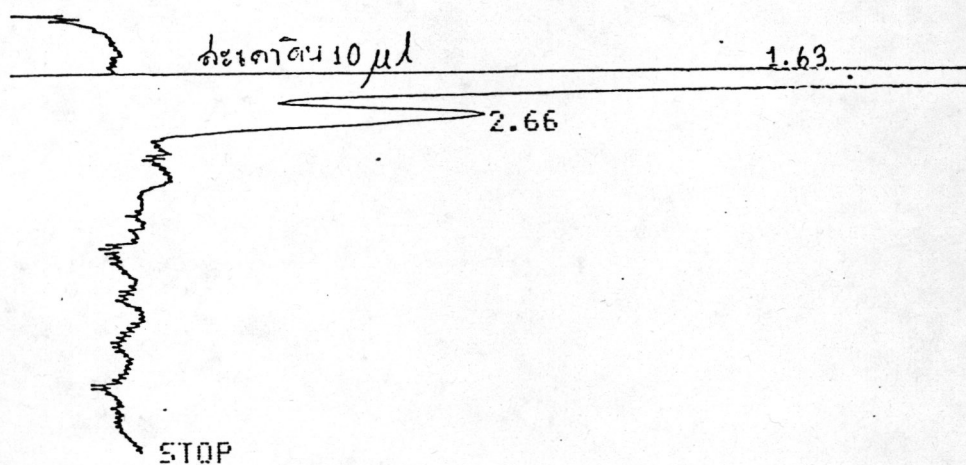
ทั้ง 2 ตัวซึ่งคาดว่าเป็นพวก Oleanane ของ 19 ก ส่วน 60 ก เป็น glycoside พวก ophiobolane นอกจากนี้ยังพบ NaCl (จากการ run x-ray Fluorescence) ใน fraction 121-122 ของคอลัมน์คลอโรฟอร์ม โดยใช้ 60% MeOH เป็นตัวชะ และยังมีสาร 45 ก 77 ก ที่ยังไม่ได้วิเคราะห์ เนื่องจากสารมีน้อยตกผลึกให้บริสุทธิ์ยากเพราะมีสารหลายตัว

นอกจากนี้สิ่งสกัดด้วยอะซีโตนก็มีสาร 2 - 3 ตัว แต่สารมีน้อยจึงไม่ได้ศึกษาต่อ ส่วนสิ่งสกัดในน้ำพบว่า มี K, Cl และมี Fe, S เล็กน้อย รวมทั้งพบ amino acid ทั้งหมด 17 ชนิดที่มีมากที่สุดคือ Glutamic acid

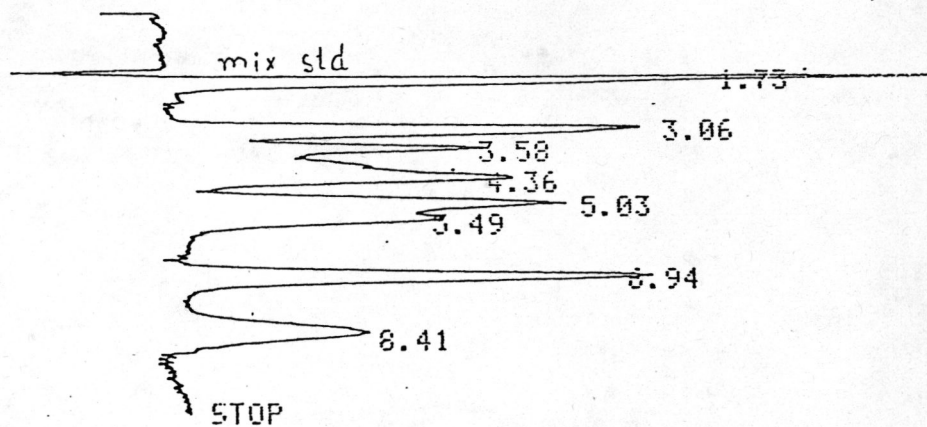
START 28.01.11.24.



START 28.01.11.37.

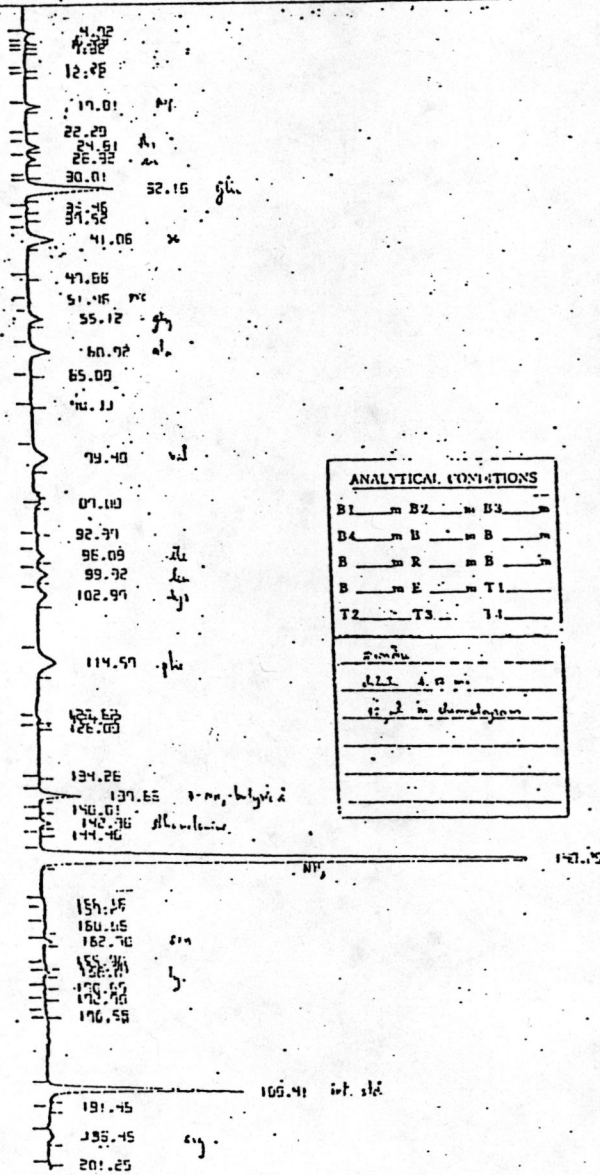


START 28.01.11.49.



รูปที่ 4 แสดง HPLC สเปกตรัมของน้ำตา

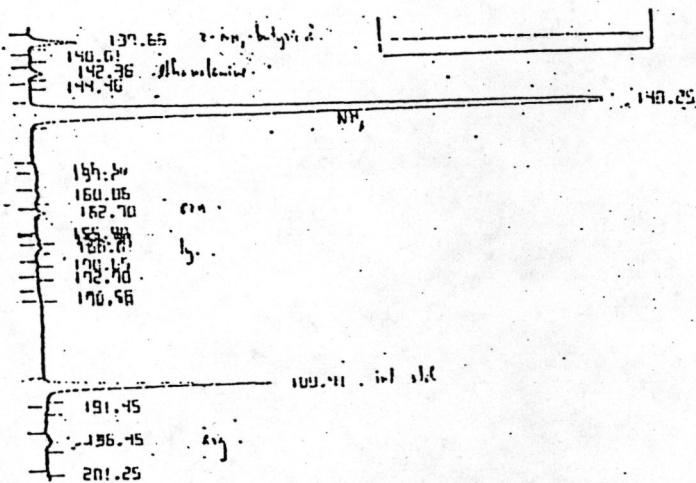
035 HITACHI AMINO ACID ANALYZER



ANALYTICAL CONDITIONS			
B1	B2	B3	
D1	D	B	
B	R	B	
B	E	T1	
T2	T3	T4	
Column 1.2 x 4.0 m 12.2 m diameter			

SAMPLE 131 TAG
 INST 131 DATE
 1 1958 1.05
 MOM. A 04 TAG E
 SOURCE 3 11
 TIME 1005 AM
 PICO 151501 FOL 4.02 4.1201 5.0

รูปที่ 5 แสดง amino acid analyzer สเปกตรัมในชั้นน้ำของอะเคาทิน

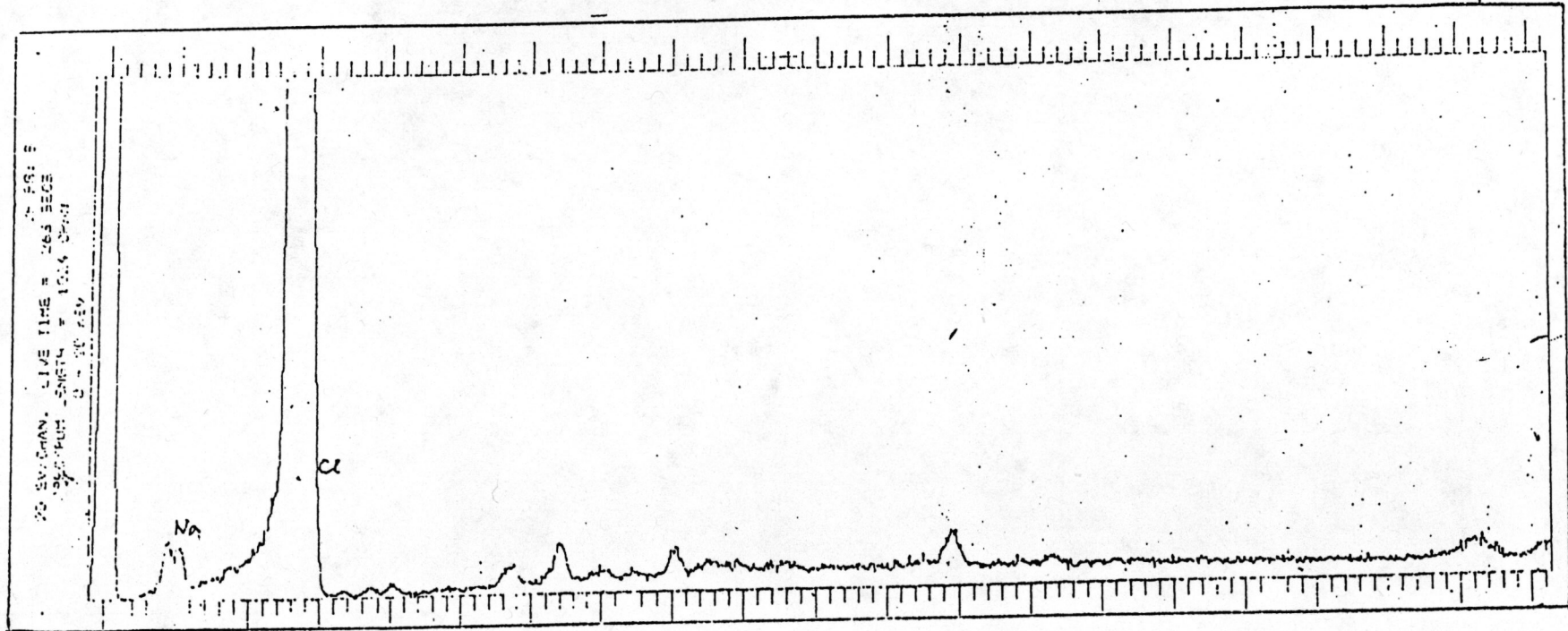


SAMPLE TAG
 INST. 131 36
 DATE 1 1968 1.09
 MIN. A CAL TABLE
 62000 3 11

TIME	NAME	AREA	HEIGHT	FACT	N MOL	N GRAM	FLG
4.72	CYSO3H	143054	2781	17938	2.566	434.18	!
17.81	ASP	176774	3420	20739	3.166	497.59	!
24.81	THR	151957	3118	19030	3.166	435.61	!
26.92	SER	146937	2157	18599	2.731	288.79	!
32.18	GLU	1787523	27113	10121	32.751		!
41.06	0	674461	6239	1000	0.674	0.00	!
55.12	GLY	279026	3149	17511	4.006	366.45	!
69.92	ALA	499759	4748	19305	9.515	946.06	!
79.49	VAL	532353	3409	19936	10.559	1237.60	!
96.00	ILE	139339	1504	19510	2.719	356.66	!
99.32	LEU	251405	2439	1000	0.251	0.00	!
102.97	TYR	299417	2116	19903	5.909	1070.91	!
114.57	PRO	697012	4120	22479	15.660	2599.37	!
137.66	ARG	575340	9933	1000	0.575	0.00	!
142.36	ETH	157044	2460	1000	0.157	0.00	!
148.25	12990454	162254	759	1000	0.162	0.00	!
157.21	0	102427	855	27012	2.390	407.72	!
160.06	TRP	89510	2041	1000	0.105	0.00	!
162.70	0	105145	1275	46927	2.546	501.69	0
169.01	0	82529	1145	1145			
190.41	0	295144	47424	1039	2.951	0.00	!
191.45	0	84666	647	1000	0.034	0.00	!
196.45	ARG	160692	1293	27993	3.373	597.64	!

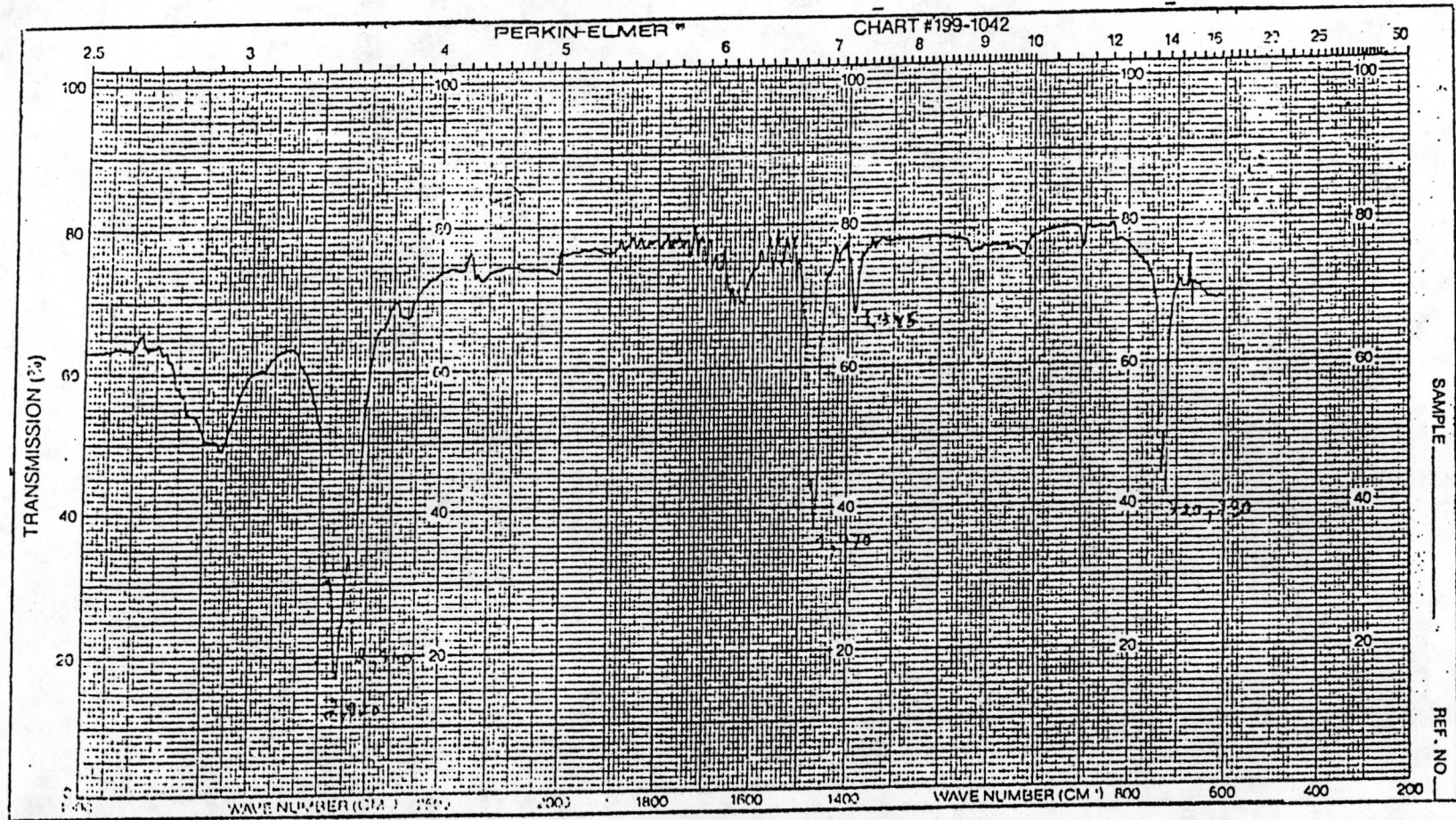
SAMPLE TAG
 INST. 131 36
 DATE 2 1968 1.09
 MIN. A CAL TABLE
 30000 33 21

TIME	NAME	AREA	HEIGHT	FACT	N MOL	N GRAM	FLG
4.72	0	267276	6169	1000	0.267	0.00	!
17.77	0	42927	939	1000	0.042	0.00	!
24.86	0	31117	764	1000	0.031	0.00	!
32.16	0	37597	7432	1000	0.376	0.00	!
41.06	0	93562	1161	1000	0.093	0.00	!
51.46	PRO	52481	1173	39779	3.678	423.66	!
55.17	0	36599	557	1000	0.036	0.00	!
101.97	0	50112	679	1000	0.050	0.00	!
0.00	0	9312522	103026	107524	1000	0.00	!22
0.00	224	1716276	13453	1000	1.716	0.00	!20
0.00	175	873435520	702676	1000		0.00	!21
0.00	1	50154739956	172516	1000		0.00	!22
0.00	104	7224652703565	1567	1000		0.00	!22
0.00	76	132775922372	1000		0.013	0.00	!21
0.00	76	252617440	105933	1000	25.261	161.31	!21

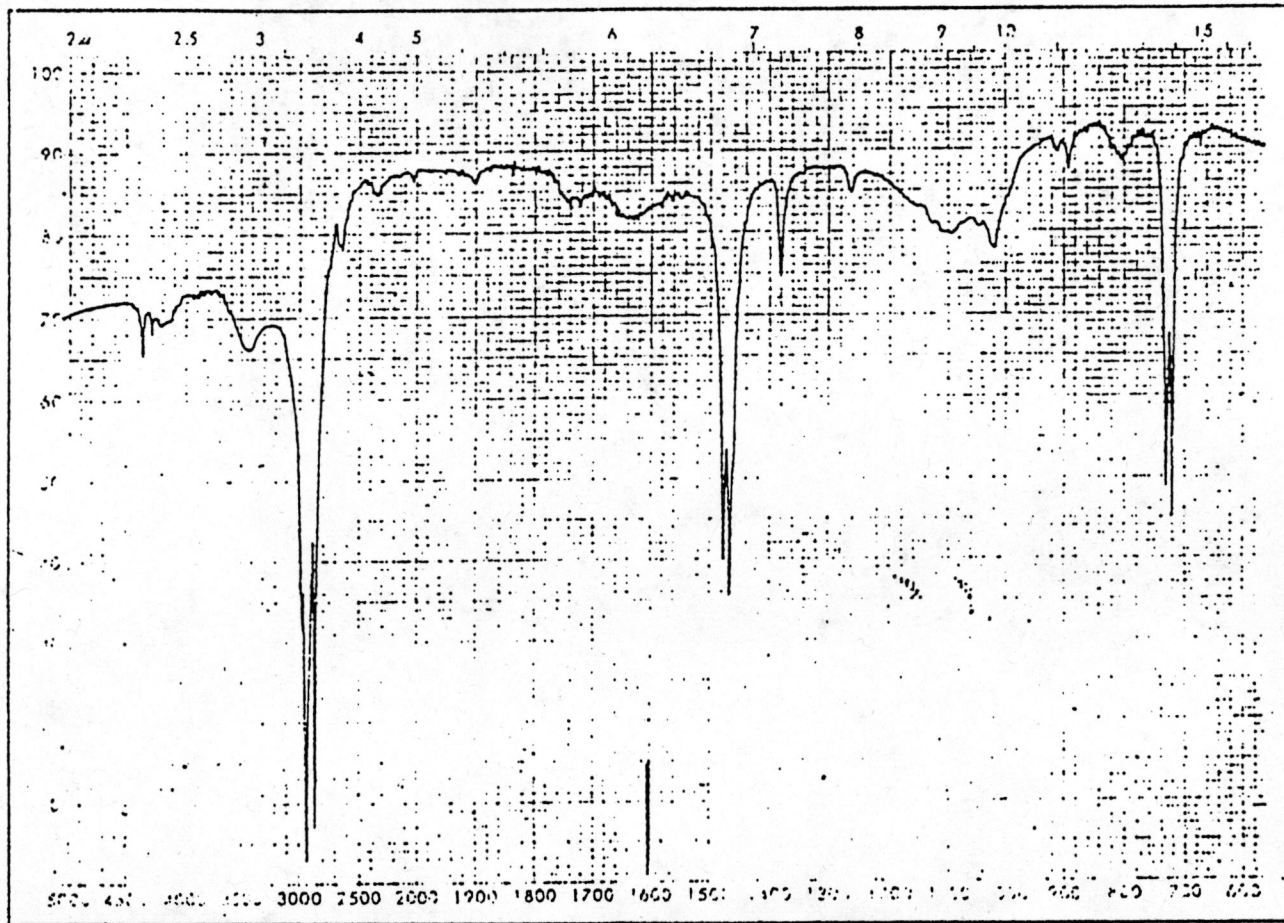


รูปที่ 7

ผลึกเกลือ NaCl จาก x-ray Fluorescence



รูปที่ 8 อินฟราเรดสเปกตรัมของ 1-3 ข ที่เป็น wax



รูปที่ 9 standard อินฟราเรดสเปกตรัมของ long chain hydrocarbon

FILE
ATTEN
SPEED
METHOD
STP TH

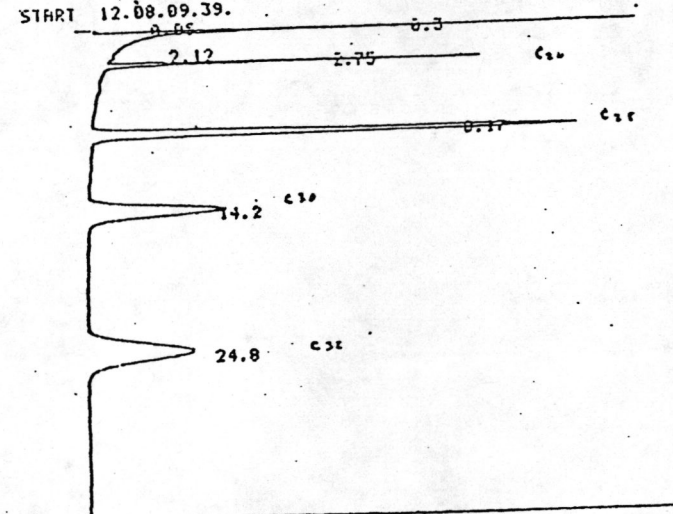
V25
5
3
40
100

Long dipi Hydrocarbon

Std.

STDC21-28-30-32-23

START 12.08.09.39.

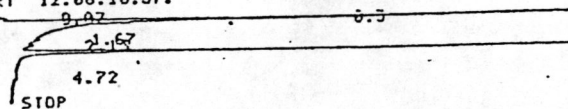


METHOD 41
STOP

C-R1A
SMPL # 00
FILE # 6
REPT # 1434
METHOD 41

#	NAME	TIME	CONC	HK	AREA
0		0.05	0.0431		3887
0		0.3	75.5491	E	6662724
0		2.12	0.0257	I	2267
0	C1	2.75	2.7105	I	232045
0	C2	8.17	10.1771	I	897529
0	C3	14.2	4.9293	I	434724
0	C4	24.8	6.5649	I	578963
	TOTAL		99.9999		8819068

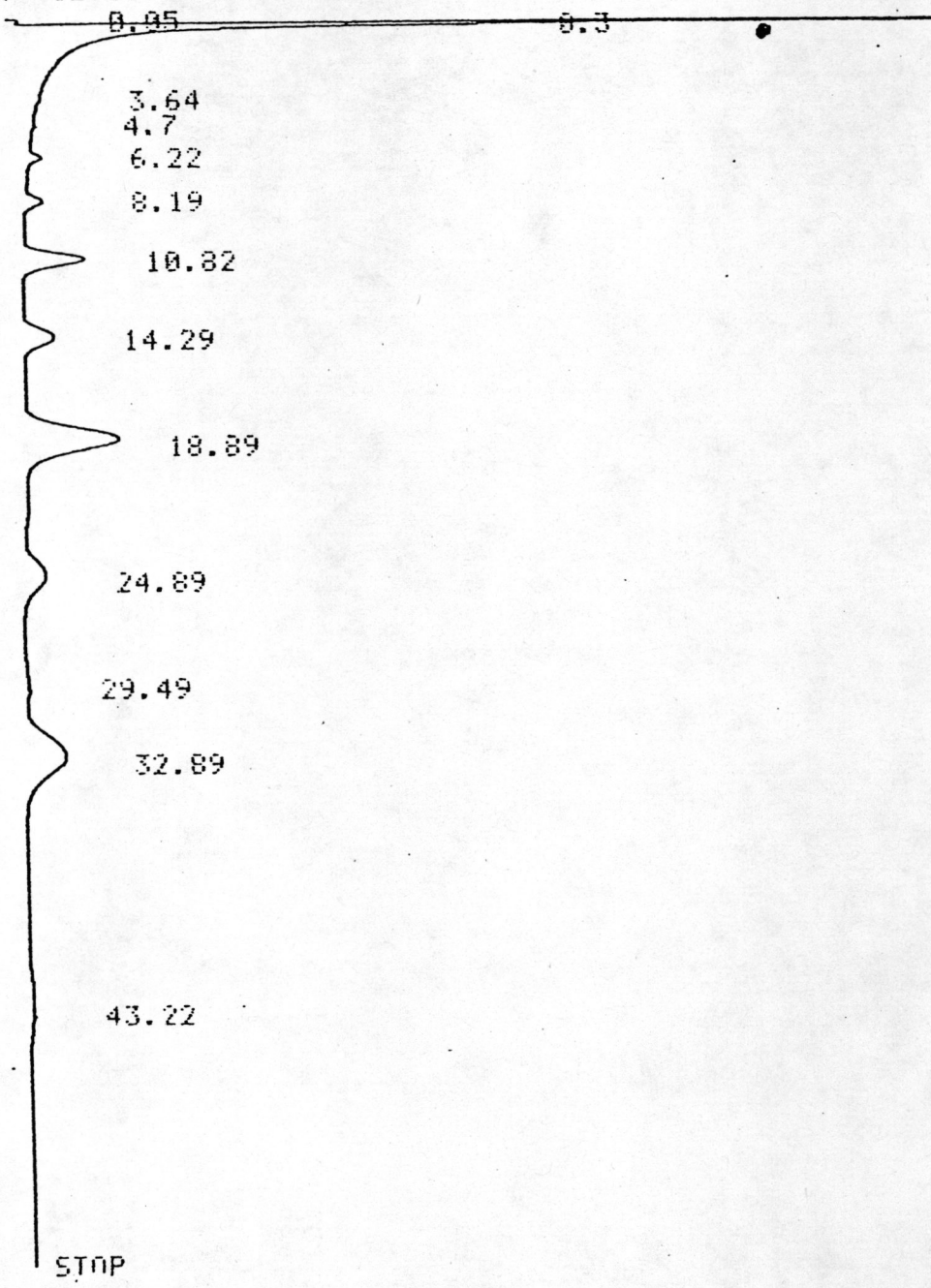
C24
START 12.08.10.57.



C-R1A
SMPL # 00
FILE # 6
REPT # 1435
METHOD 41

#	NAME	TIME	CONC	HK	AREA
0		0.07	0.0323		2559
0		0.3	87.9114	E	6957992
0		1.67	0.0299	I	2369
0		2.15	0.0422	I	3346
0		2.77	11.9451	I	945431
0		4.72	0.0587	T	5070

KASINEE 160.
1-3H.C
START 12.08.14.12.



รูปที่ 11

แสดง gas chromatography สเปกตรัมของสาร 1-3 ข

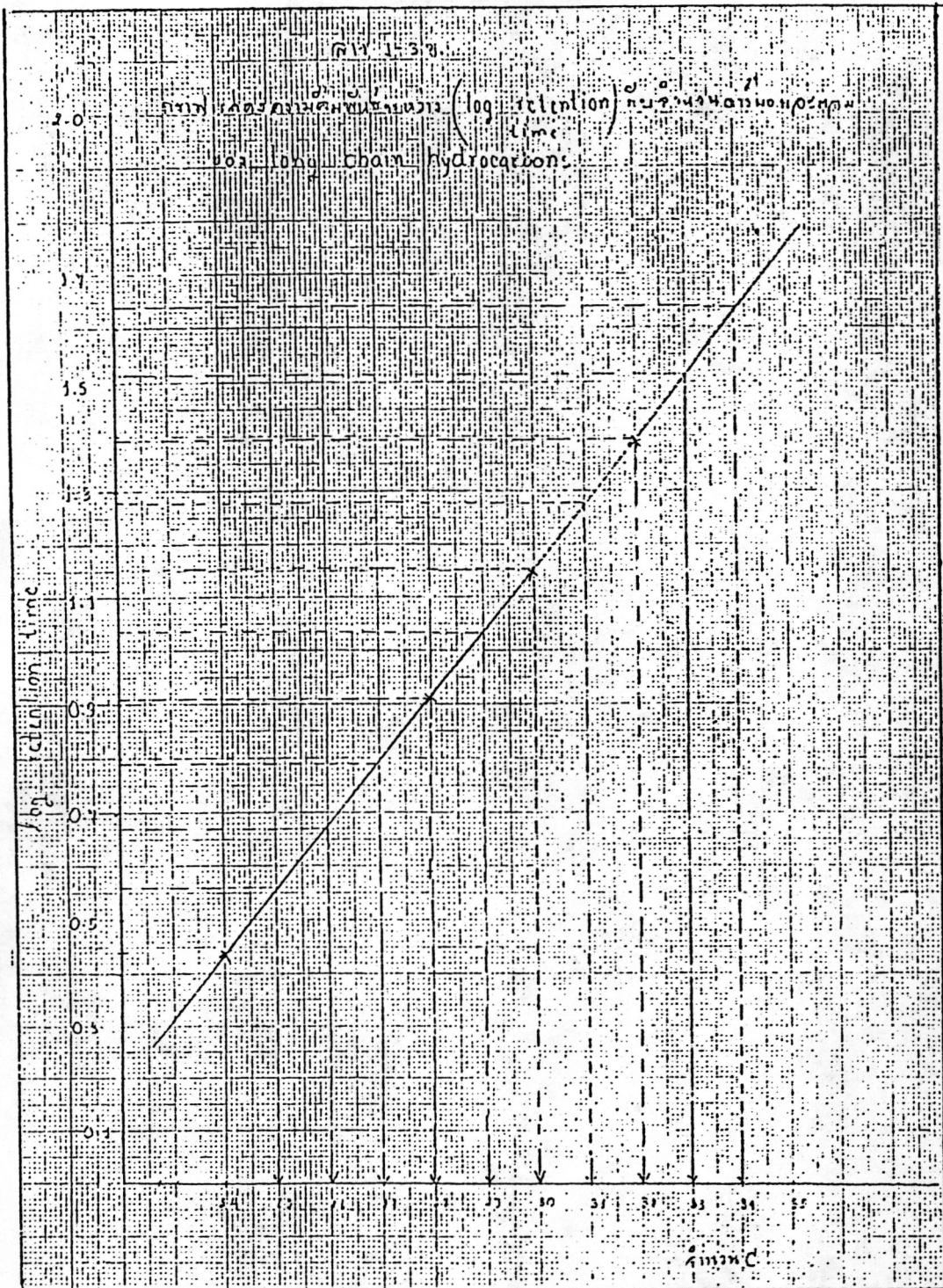
จาก MS หน้า 76 ยืนยันว่าเป็นไฮโดรคาร์บอนกิ่งกลาวจริงในลักษณะ
ที่เป็น mixture ของ saturated long chain hydrocarbon อย่างน้อย
10 ชนิด มีหลายตัวของ $C_{25}H_{52}-C_{34}H_{70}$

ตารางที่ 14 Retention times ของ standard long chain
hydrocarbons

Retention time	log retention time	จำนวนคาร์บอน
2.75	0.439	24
8.17	0.912	28
14.2	1.152	30
24.8	1.394	32

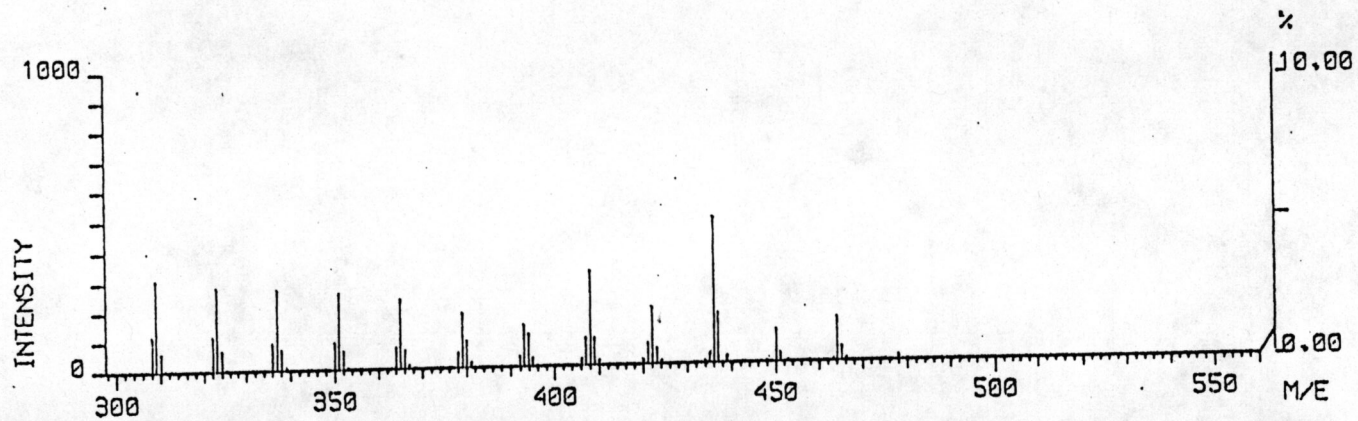
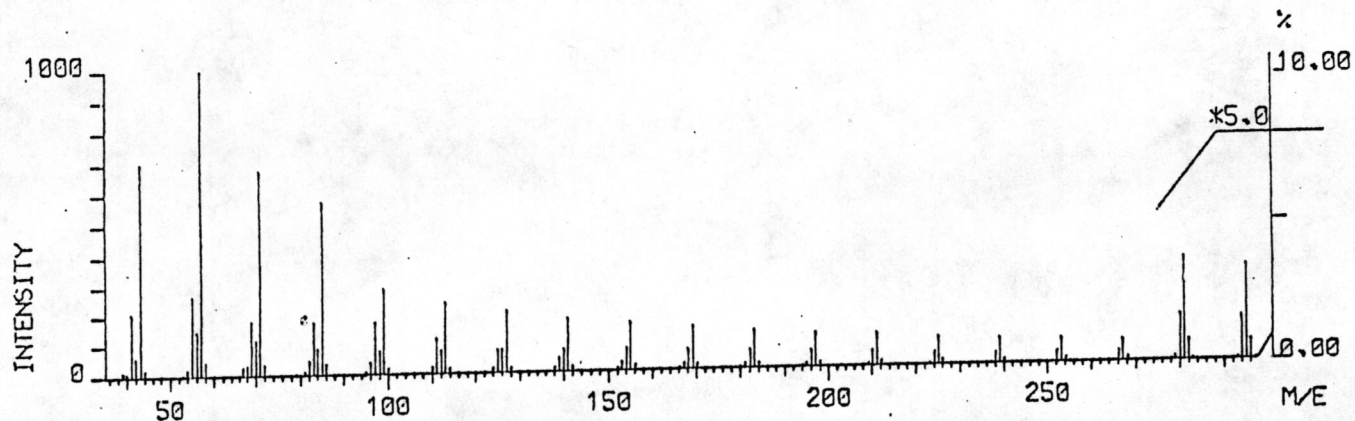
ตารางที่ 15 Retention times ของสาร 1-3 ข

Retention time	log retention time	จำนวนคาร์บอน
3.64	0.561	25
4.7	0.672	26
6.22	0.794	27
8.19	0.013	28
10.82	1.034	29
14.29	1.155	30
18.89	1.276	31
24.89	1.396	32
32.89	1.517	33
43.22	1.636	34



รูปที่ 12 แสดงกราฟของพวก long chain hydrocarbon

MASS SPECTRUM : (20 TO 22)
 SAMPLE: 1-3 22 JAN 88.
 NOTE : 241/4, EI, 70V, 300UA, CHAMB, TEMP, 150.
 BASE PEAK : M/E 57.0 INT. 595.3



รูปที่ 13 แสดงแมสสเปกตรัมของ 1-3 ข

MASS SPECTRUM : (32 TO 34)

SAMPLE:1-3 22 JAN 88.

NOTE :241/4.EI,70V,300UA,CHAMB.TEMP.150.

BASE PEAK : M/E 57.0 INT. 814.7

MASS SPECTRUM : (32 TO 34)

SAMPLE:1-3 22 JAN 88.

NOTE :241/4.EI,70V,300UA,CHAMB.TEMP.150.

BASE PEAK : M/E 57.0 INT. 814.7

MASS SPECTRUM : (32 TO 34)

SAMPLE:1-3 22 JAN 88.

NOTE :241/4.EI,70V,300UA,CHAMB.TEMP.150.

BASE PEAK : M/E 57.0 INT. 814.7

M/E	RAW INT.	R.INT.	SIGMA(%)
41.0	167.5	205.6	2.96
43.0	577.4	708.7	10.23
55.0	245.8	301.7	4.35
56.0	141.3	173.4	2.50
57.0	814.7	1000.0	14.43
69.0	204.7	251.2	3.62
70.0	133.5	163.9	2.36
71.0	757.4	923.6	13.42
83.0	204.3	250.8	3.62
84.0	100.9	123.9	1.78
85.0	622.8	764.4	11.03
97.0	197.8	242.7	3.50
99.0	295.7	362.9	5.23
111.0	118.0	144.8	2.09
113.0	235.9	289.5	4.17
127.0	197.3	242.1	3.49
141.0	165.1	202.7	2.92
155.0	141.0	173.1	2.49
169.0	119.8	147.1	2.12
183.0	105.2	130.3	1.88
197.0	96.3	118.2	1.70

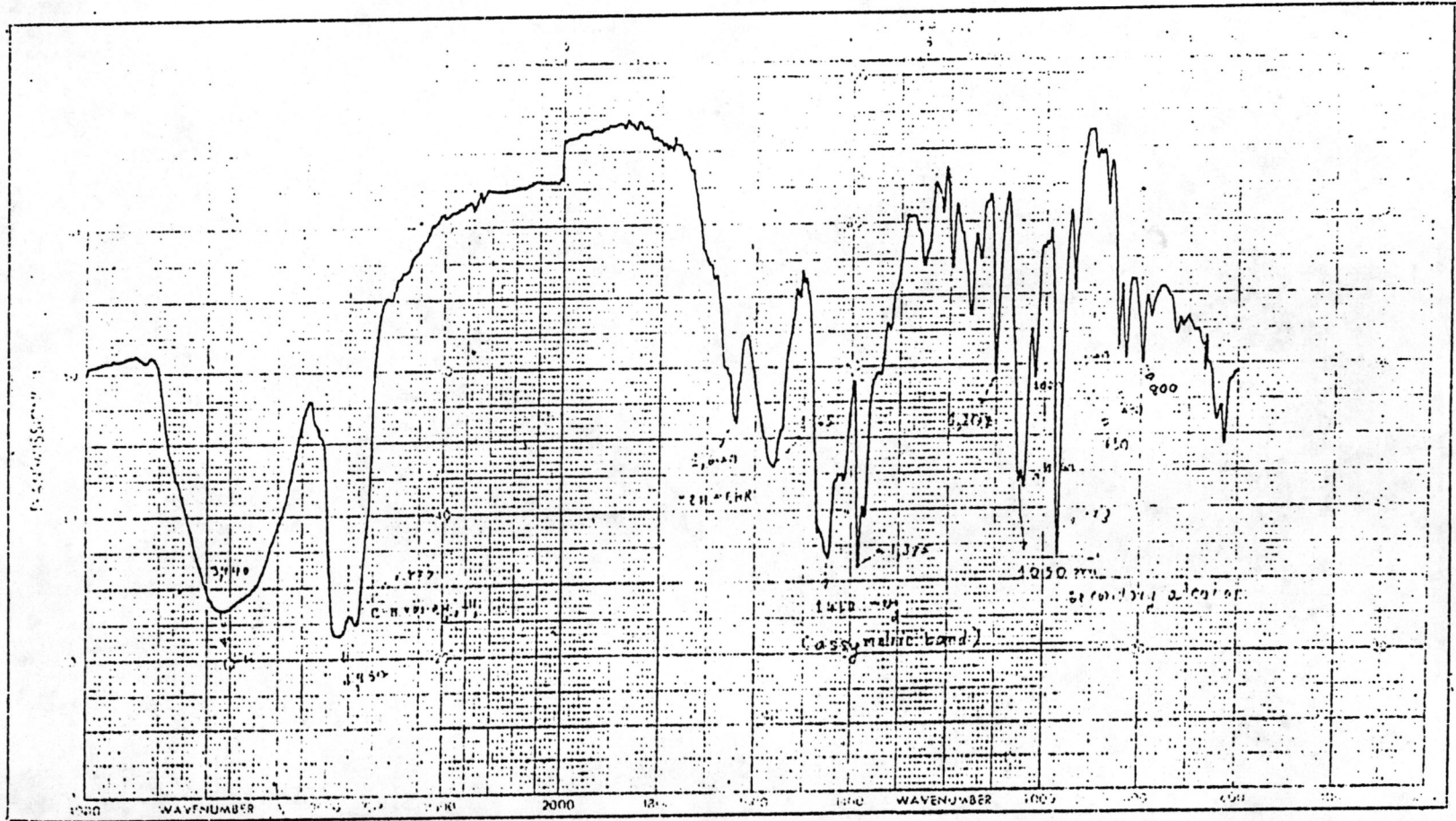
END

M/E	RAW INT.	R.INT.	SIGMA(%)
210.0	46.3	56.9	2.82
211.0	87.4	107.3	5.33
224.0	41.8	51.3	2.55
225.0	82.3	101.0	5.01
230.0	38.9	47.7	2.37
239.0	75.5	92.7	4.60
252.0	35.9	44.1	2.19
253.0	72.6	89.1	4.42
266.0	33.5	41.2	2.04
267.0	69.0	84.8	4.21
281.0	68.6	84.2	4.18
295.0	64.0	78.5	3.90
303.0	65.1	79.9	3.96
323.0	63.0	77.3	3.84
337.0	60.3	74.0	3.67
351.0	60.8	74.6	3.70
365.0	55.9	68.6	3.40
379.0	51.3	63.0	3.12
393.0	45.5	55.9	2.77
407.0	33.6	41.3	2.05
408.0	40.7	49.9	2.48
421.0	34.0	41.7	2.07
422.0	43.0	52.7	2.62
436.0	143.6	176.2	8.75
437.0	49.7	61.0	3.03
450.0	49.9	61.3	3.04
454.0	93.5	114.7	5.69
455.0	33.6	41.3	2.05

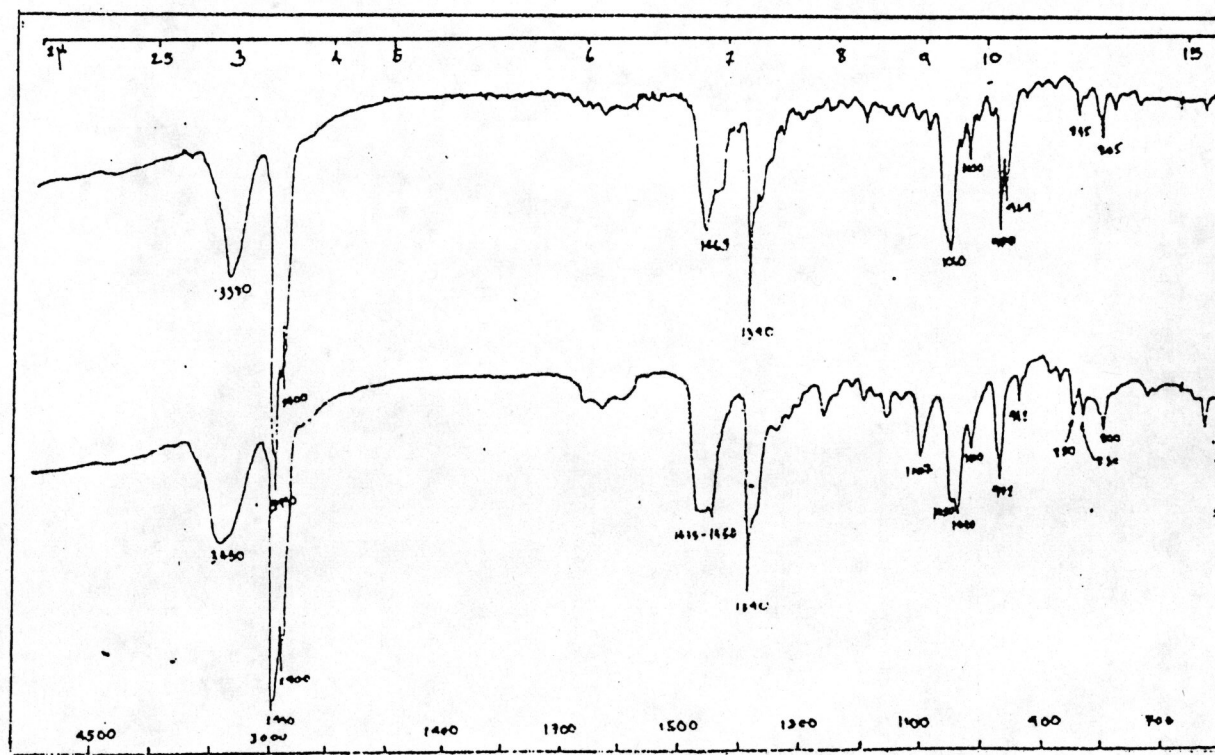
C₂₃H₁₇
C₃₀H₁₁
C₃₁H₁₁
C₃₂H₁₁
END
C₃₃H₁₁

M/E	RAW INT.	R.INT.	SIGMA(%)
476.0	1.0	1.3	2.91
477.0	2.3	2.8	6.32
478.0	14.1	17.3	38.51
479.0	4.8	5.9	13.31
481.0	0.9	1.1	2.66
491.0	0.9	1.1	2.66
492.0	7.6	9.4	20.96
493.0	2.7	3.3	7.40
506.0	1.9	2.3	5.24

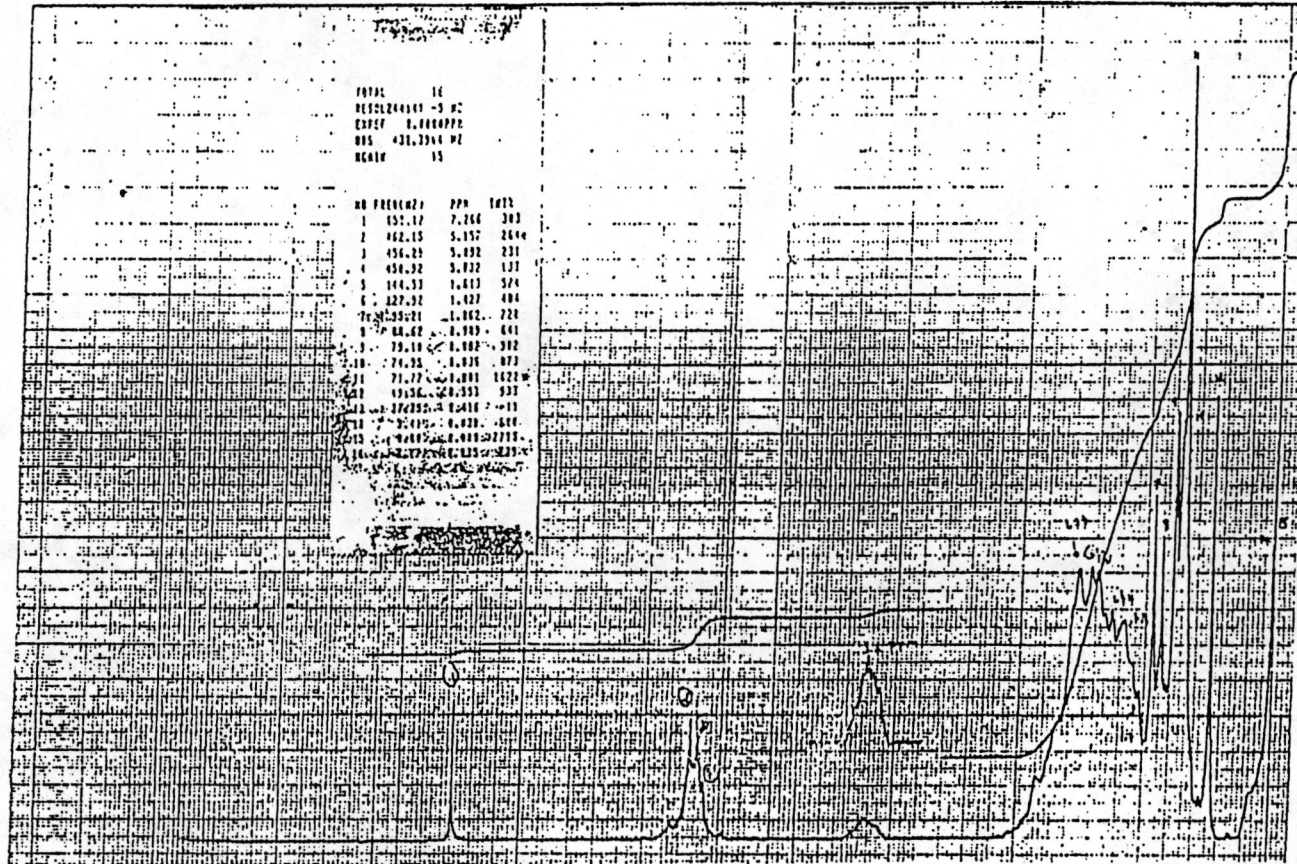
C₃₃H₁₁
C₃₃H₁₁
END



รูปที่ 14 อินฟราเรดสเปกตรัมของสาร 20 x กาคว่า เป็น α -spinasterol

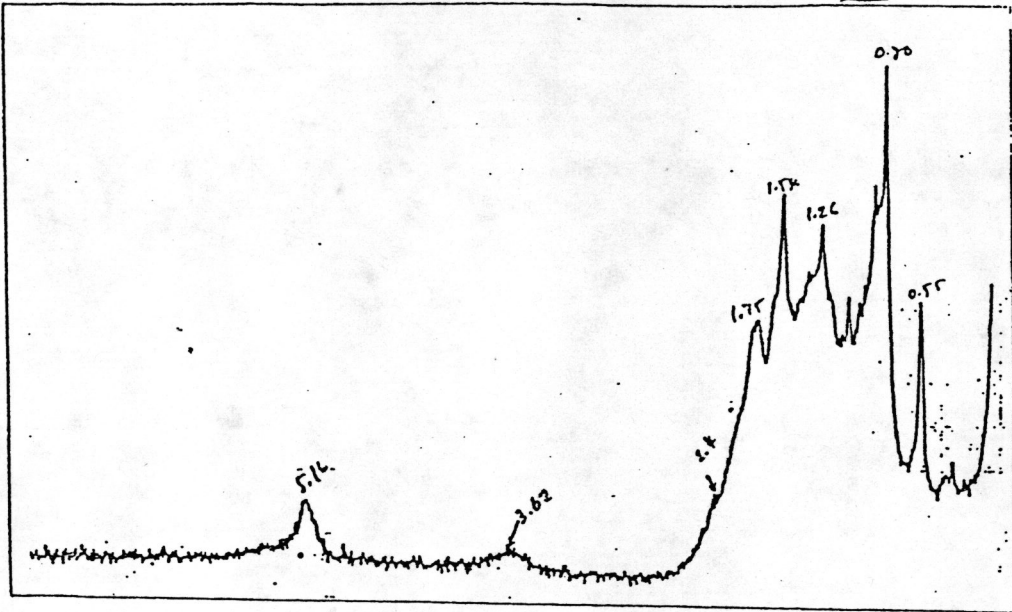


รูปที่ 15 แสดง standard อินฟราเรดสเปกตรัมของสาร 2-spinasterol และ stigmasterol.



รูปที่ 16

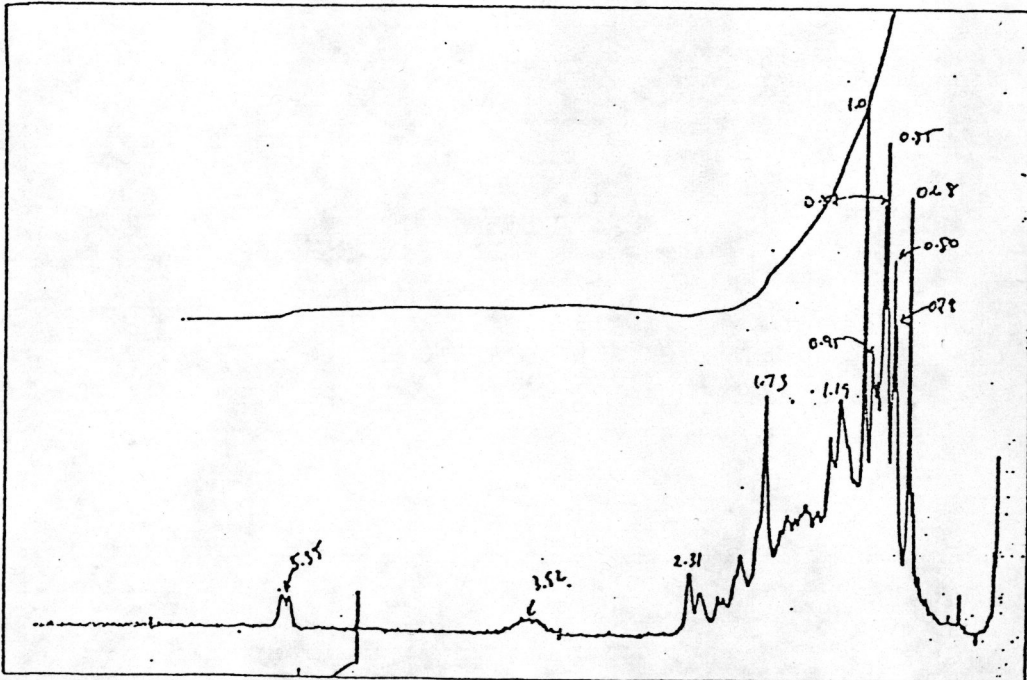
แสดงนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมของสาร 20 ข
 คาคว่าเป็น α -spinasterol



รูปที่ 17

แสดง standard

นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมของ

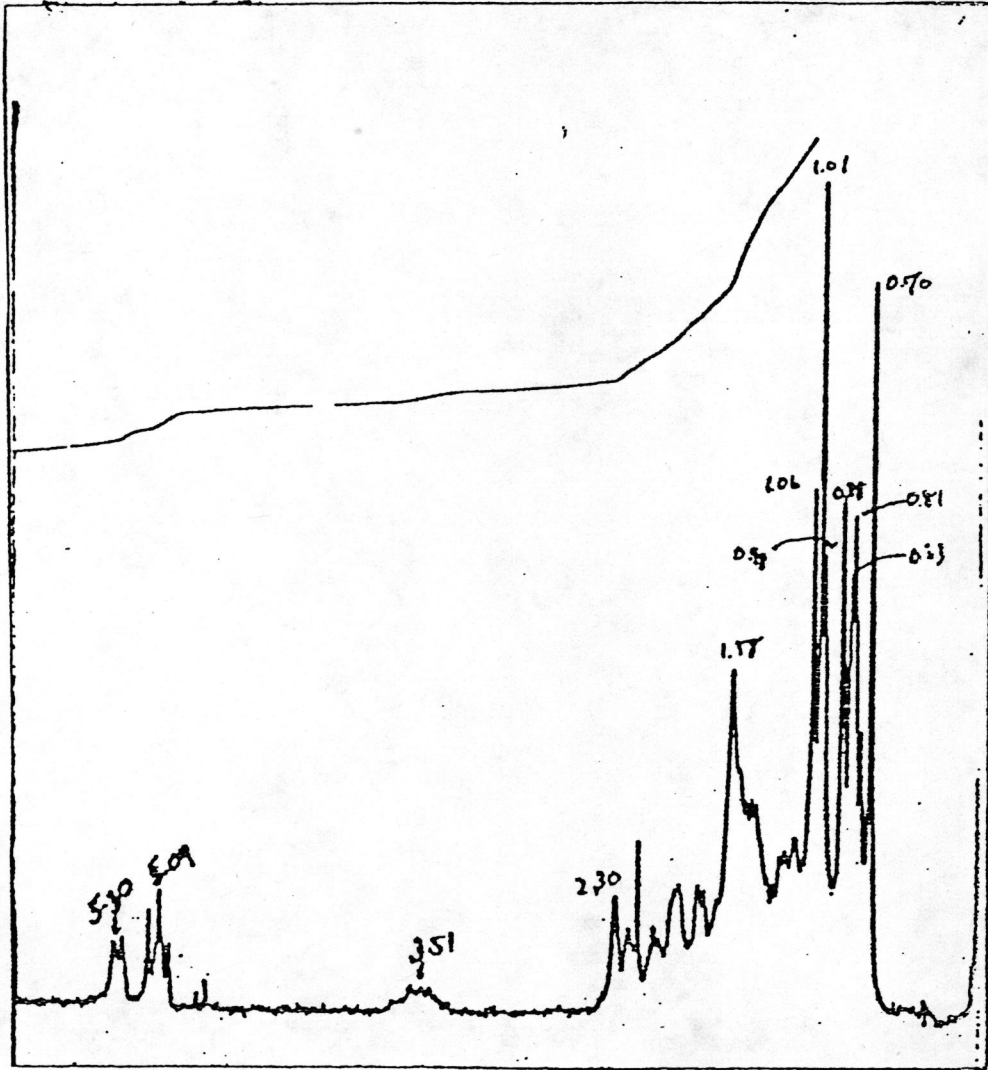
 α -spinasterol

รูปที่ 18

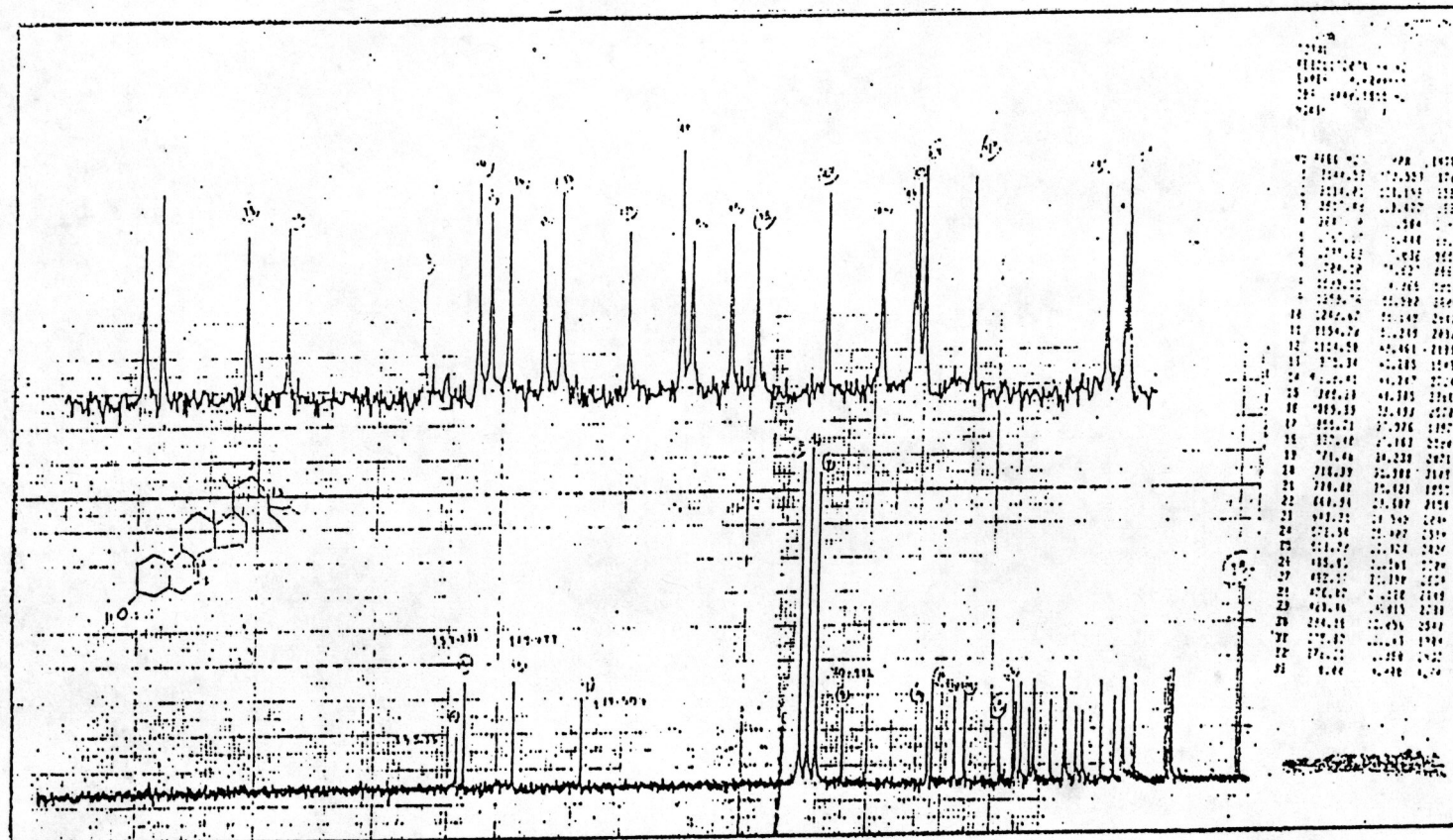
แสดง standard

นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมของ

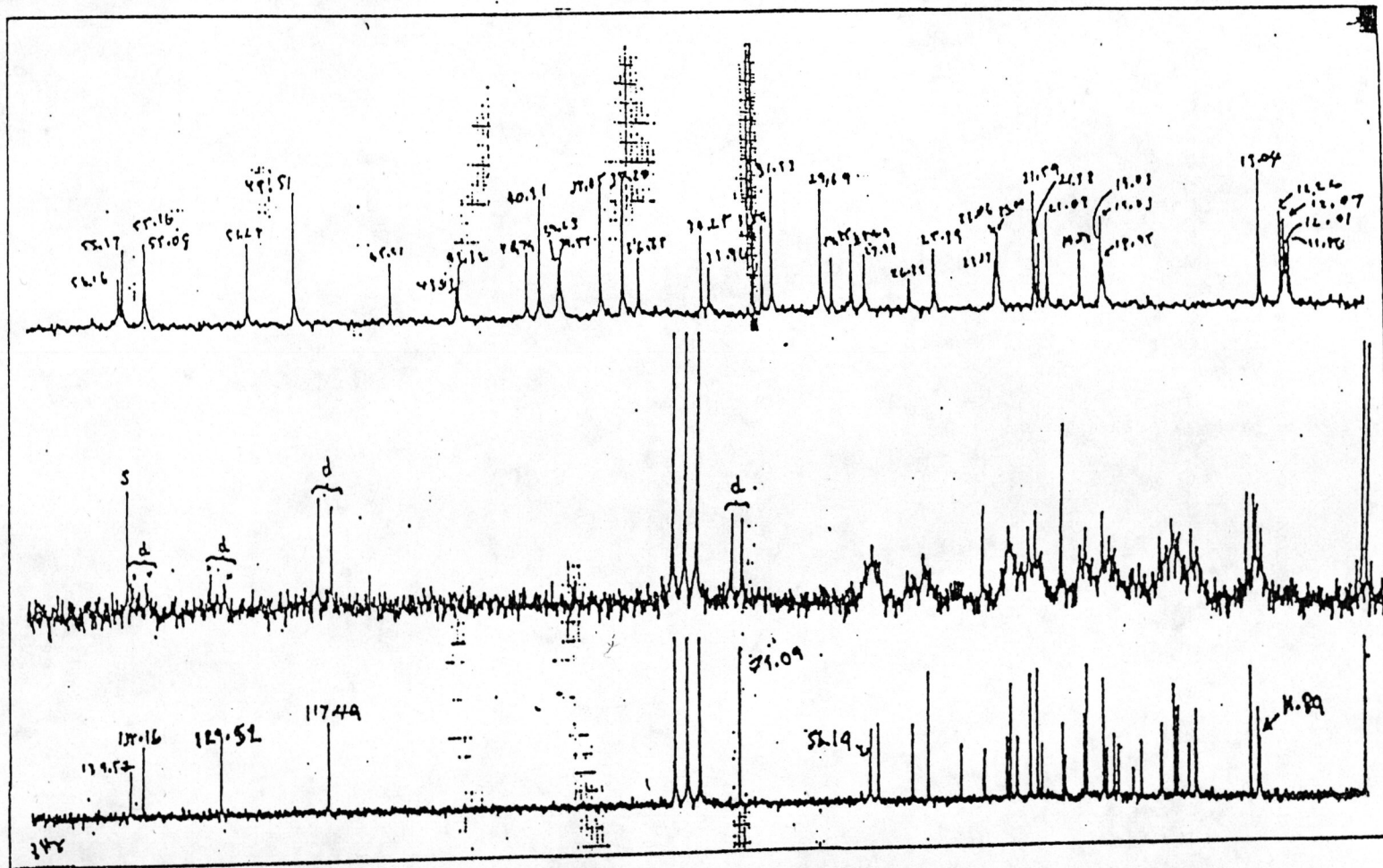
 β -sitosterol



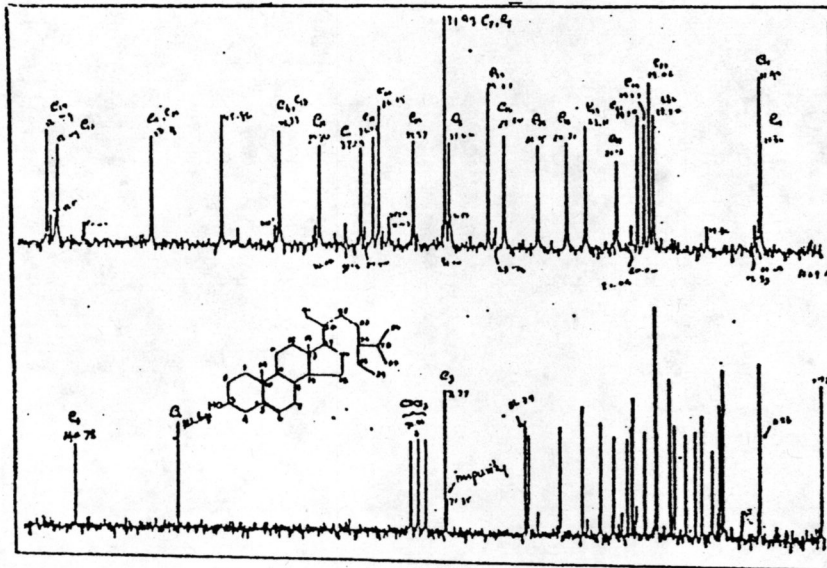
รูปที่ 19 standard ของคาร์บอน-13 นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัม
ของ stigmasterol



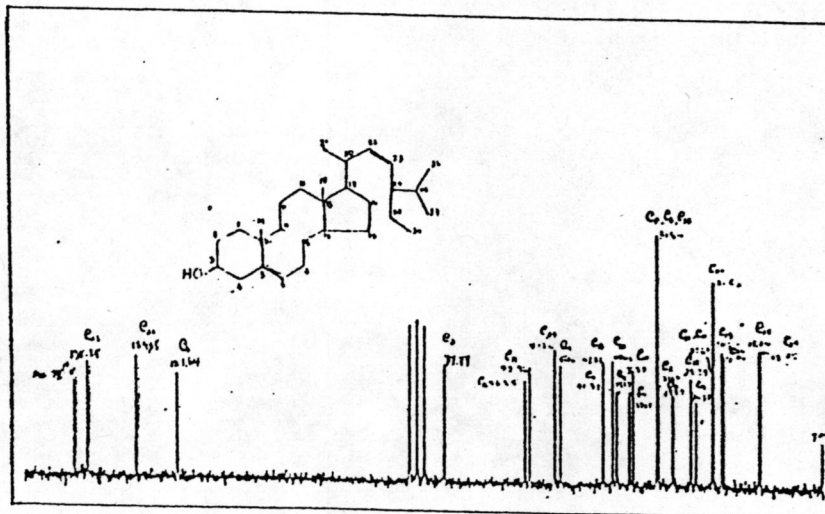
รูปที่ 20 คาร์บอน-13 นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมของสาร 20 ข
 คาดว่าเป็น α -spinasterol



รูปที่ 21 แสดง standard ของคาร์บอน-13 นิวเคลียร์แมกเนติก
 เรโซแนนซ์สเปกตรัมของ α-spinasterol



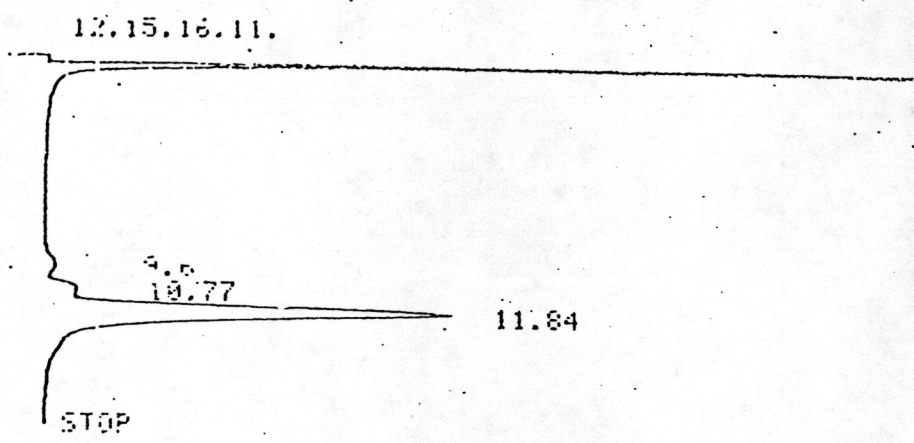
¹³C NMR spectra ของ β-sitosterol



¹³C NMR spectra ของ stigmasterol

รูปที่ 22

คาร์บอน-13 นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมของ
β-sitosterol และ stigmasterol



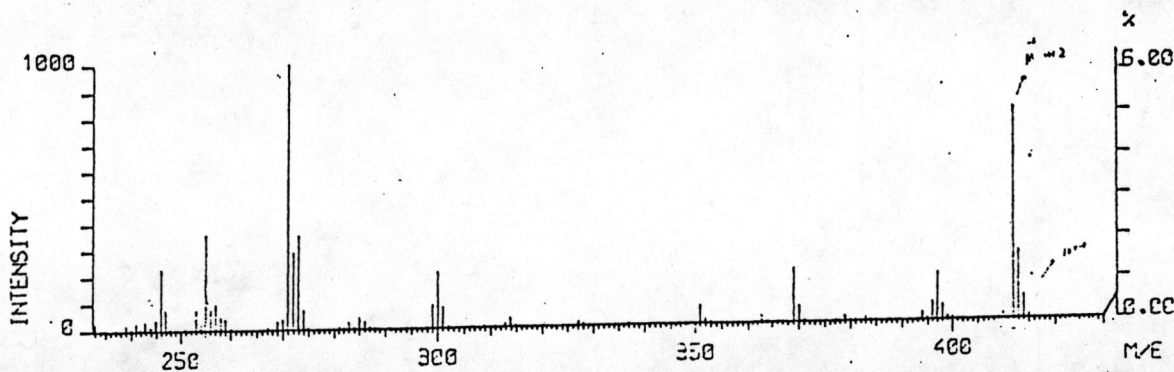
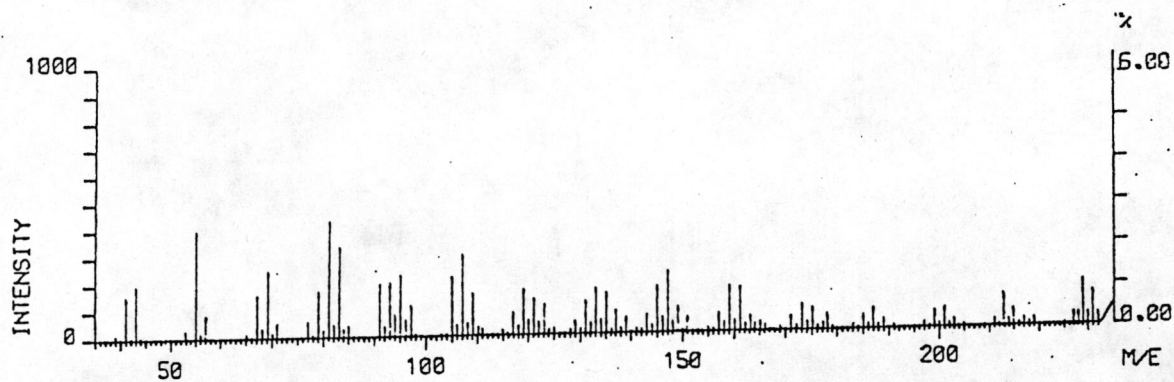
METHOD 41
 GC-21P
 SMP # 00
 FILE #
 REPT # 304
 METHOD 41

#	NAME	TIME	CONC	PK	AREA
0		0.43	98.6152	E	5934582
0		4.6	0.3016		20200
0		10.77	0.6442	V	47147
0		11.84	10.4388	V	699093
TOTAL			99.9999		6697018

ATTEN 5
 RANGE 100000

รูปที่ 23 แสดง gas chromatography สเปกตรัมของสาร 20 ซ

MASS SPECTRUM : (24 TO 27)
 SAMPLE: 20. 22 JAN 88.
 NOTE : 240/4.EI, 70V, 300UA, CHAMB. TEMP. 150.
 BASE PEAK : M/E 271.0 INT. 581.8



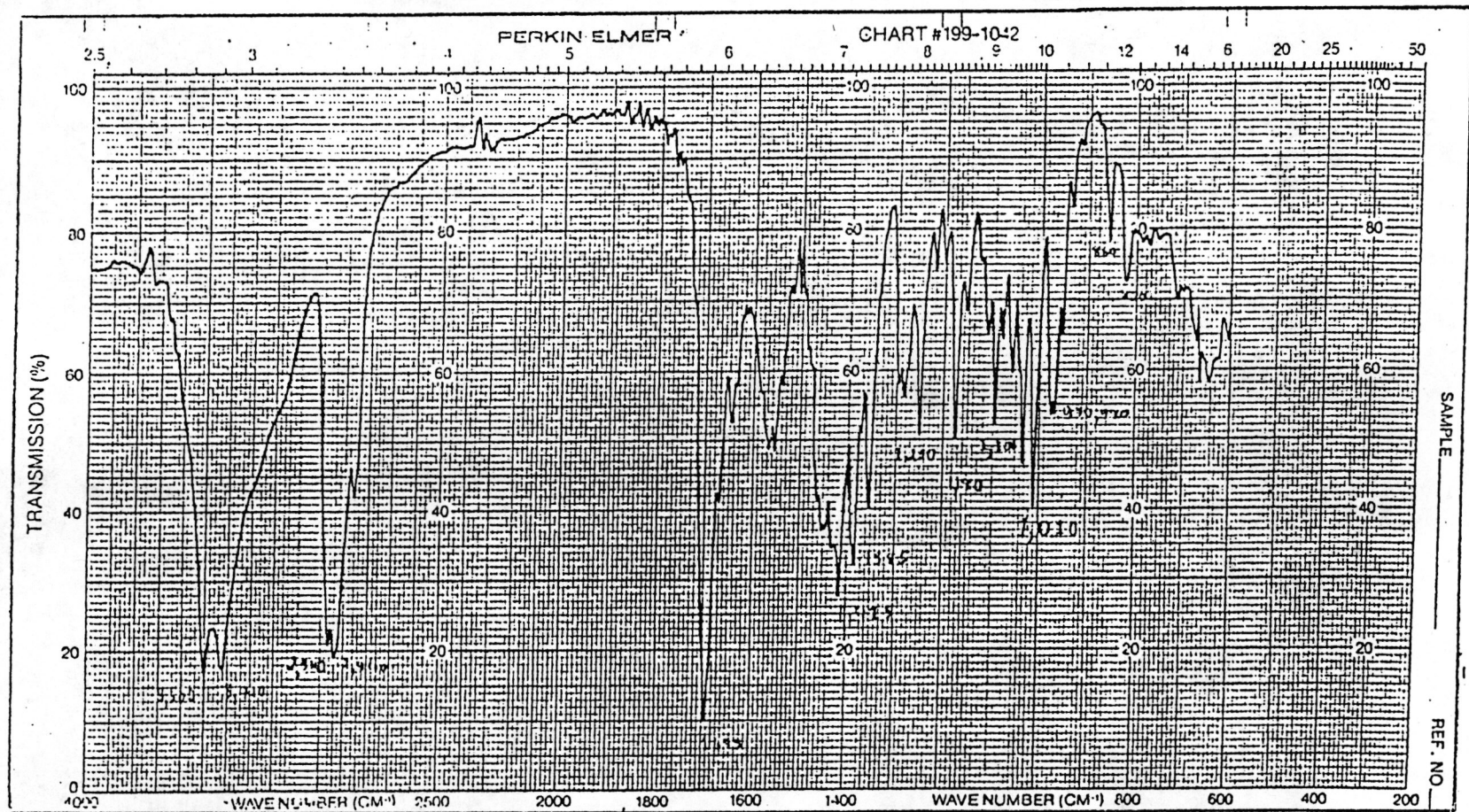
รูปที่ 24 แมสสเปกตรัมของสาร 20 ข คาดว่าเป็น α -spinasterol

MASS SPECTRUM : (24 TO 27) ,
 SAMPLE : 20, 22 JAN 88,
 NOTE : 240/4.EI, 70V, 300UA, CHAMB. TEMP. 150.
 BASE PEAK : M/E 271.0 INT. 581.0

MASS SPECTRUM : (24 TO 27)
 SAMPLE : 20, 22 JAN 88,
 NOTE : 240/4.EI, 70V, 300UA, CHAMB. TEMP. 150.
 BASE PEAK : M/E 271.0 INT. 581.0

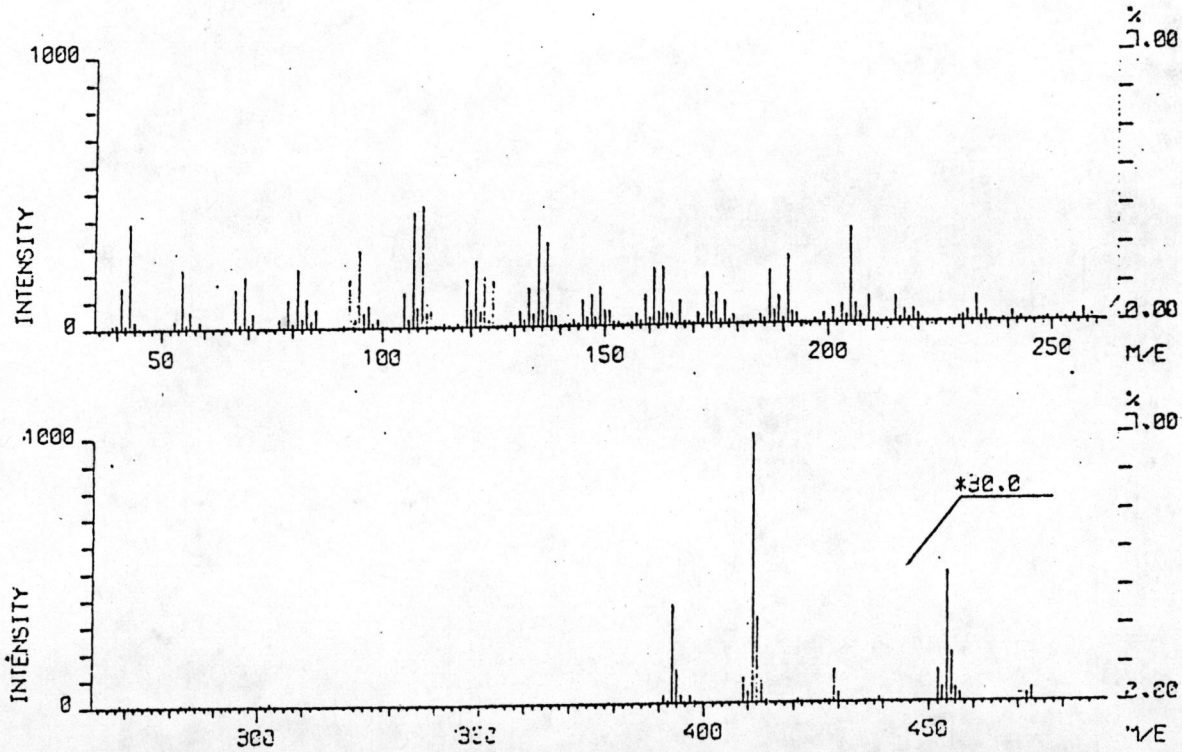
M/E	RAW INT.	R. INT.	SIGMA(x)	M/E	RAW INT.	R. INT.	SIGMA(x)
41.0	31.6	157.4	1.97	314.0	19.0	32.6	1.62
43.0	114.7	197.1	2.46	327.0	13.1	22.5	1.12
55.0	232.7	400.1	5.01	351.0	41.2	70.9	3.53
67.0	31.0	157.9	1.97	352.0	12.1	20.9	1.04
69.0	144.5	248.5	3.11	363.0	20.9	36.0	1.79
79.0	102.0	171.0	2.15	369.0	110.1	203.0	10.11
81.0	231.2	431.0	5.40	370.0	35.3	60.7	3.02
83.0	135.0	335.2	4.19	379.0	14.9	25.7	1.28
91.0	117.0	201.1	2.51	394.0	19.4	33.4	1.66
93.0	117.4	201.0	2.52	396.0	39.7	68.2	3.40
95.0	135.0	228.2	2.05	397.0	103.3	177.6	8.05
97.0	97.5	116.0	1.45	398.0	34.9	60.1	2.99
105.0	127.0	218.4	2.73	410.0	18.0	32.4	1.61
107.0	117.6	300.2	3.76	412.0	463.5	736.6	39.69
109.0	135.2	156.0	1.96	413.0	148.9	255.9	12.75
119.0	135.0	169.0	2.12	414.0	51.6	88.0	4.42
121.0	135.7	135.3	1.69	415.0	12.0	20.7	1.03
123.0	117.4	112.4	1.40				END
131.0	135.0	121.0	1.52				
133.0	135.4	171.0	2.14				
135.0	135.2	153.4	1.92				
145.0	135.6	174.7	2.10				
147.0	135.1	228.0	2.06				
159.0	135.5	169.3	2.12				
161.0	135.0	165.0	2.06				
213.0	135.1	125.6	1.57				
229.0	135.0	169.0	2.11				
231.0	135.2	124.1	1.55				
246.0	135.6	228.0	2.05				
255.0	135.0	358.0	4.49				
271.0	135.0	1000.0	12.52				
272.0	135.4	289.5	5.52				
273.0	135.0	354.1	4.43				
300.0	135.0	229.5	2.52				END

ตารางที่ 17 ข้อมูลแมสสเปกตรัมของสาร 20 ข คาดว่าเป็น α -spinasterol



รูปที่ 25 อินฟราเรดสเปกตรัมของสาร 19 ก คาดว่าเป็น triterpenoid

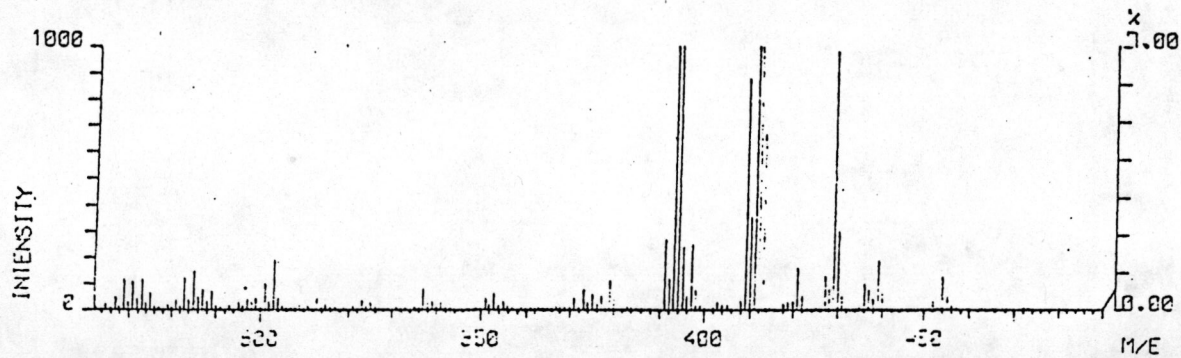
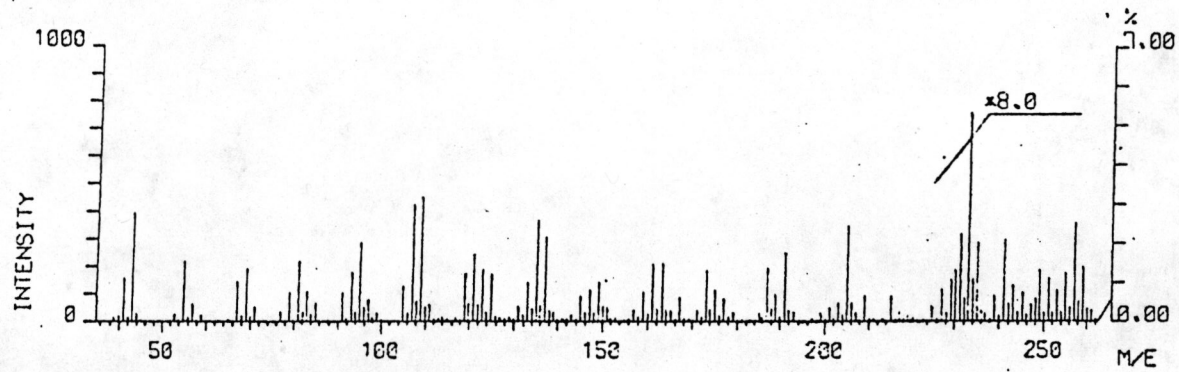
MASS SPECTRUM : (15 TO 17)
SAMPLE: 19 M.P. 310. 6 DEC 87.
NOTE : 109/4.EI, 70V, 300UA. CH418. TEMP. 222.
BASE PEAK : M/E 411.0 INT. 539.2



รูปที่ 26

แมสสเปกตรัมของสาร 19 ก คาดว่าเป็น triterpenoid

MASS SPECTRUM : (15 TO 17)
 SAMPLE: 19 M.P. 310. 6 DEC 87.
 NOTE .109/4.EI, 70V, 3000A. CHAMB. TEMP. 27...
 BASE PEAK : M/E 411.0 INT. 539.2



รูปที่ 27 1
 แมสสเปกตรัมของสาร 19 ก คาดว่าเป็น triterpenoid

MASS SPECTRUM : (15 TO 17)
 SAMPLE: 19 M.P. 310, 6 DEC 87.
 NOTE : 103/-EI, 70V, 300UA, CHAMB. TEMP. 220.
 BASE PEAK : M/E 411.0 INT. 539.2

MASS SPECTRUM : (15 TO 17)
 SAMPLE: 19 M.P. 310, 6 DEC 87.
 NOTE : 103/-EI, 70V, 300UA, CHAMB. TEMP. 220.
 BASE PEAK : M/E 411.0 INT. 539.2

MASS SPECTRUM : (15 TO 17)
 SAMPLE: 9 M.P. 312, 5 DEC 87.
 NOTE : 103/-EI, 70V, 300UA, CHAMB. TEMP. 220.
 BASE PEAK : M/E 411.0 INT. 539.2

M/E	RAW INT.	R. INT.	SIGMA(%)
41.0	24.9	157.4	2.21
43.0	212.2	293.5	5.53
55.0	112.1	219.1	3.08
57.0	72.3	145.2	2.04
69.0	102.9	132.7	2.70
79.0	52.0	107.7	1.51
81.0	112.4	219.6	3.08
83.0	52.0	109.4	1.53
91.0	52.7	107.0	1.50
93.0	92.7	179.3	2.52
95.0	152.5	288.4	4.05
105.0	72.0	131.7	1.85
107.0	222.7	426.0	5.98
109.0	242.1	450.9	6.33
119.0	32.8	177.7	2.49
121.0	132.7	246.1	3.45
123.0	102.8	190.7	2.68
125.0	152.4	171.3	2.40
133.0	132.8	139.1	1.95
135.0	132.9	359.0	5.18
137.0	162.1	309.9	4.35
145.0	92.0	96.4	1.35
147.0	52.8	116.5	1.63
149.0	72.4	143.6	2.01
159.0	52.3	110.1	1.54
161.0	112.5	208.7	2.93
163.0	112.3	212.1	2.98
173.0	102.7	188.6	2.65
175.0	62.6	116.1	1.63
187.0	102.4	197.4	2.77
189.0	52.1	100.4	1.41
191.0	132.3	251.7	3.53
205.0	102.5	351.4	4.93
209.0	52.4	97.2	1.36
215.0	52.7	97.7	1.37
233.0	52.9	94.5	1.32

END

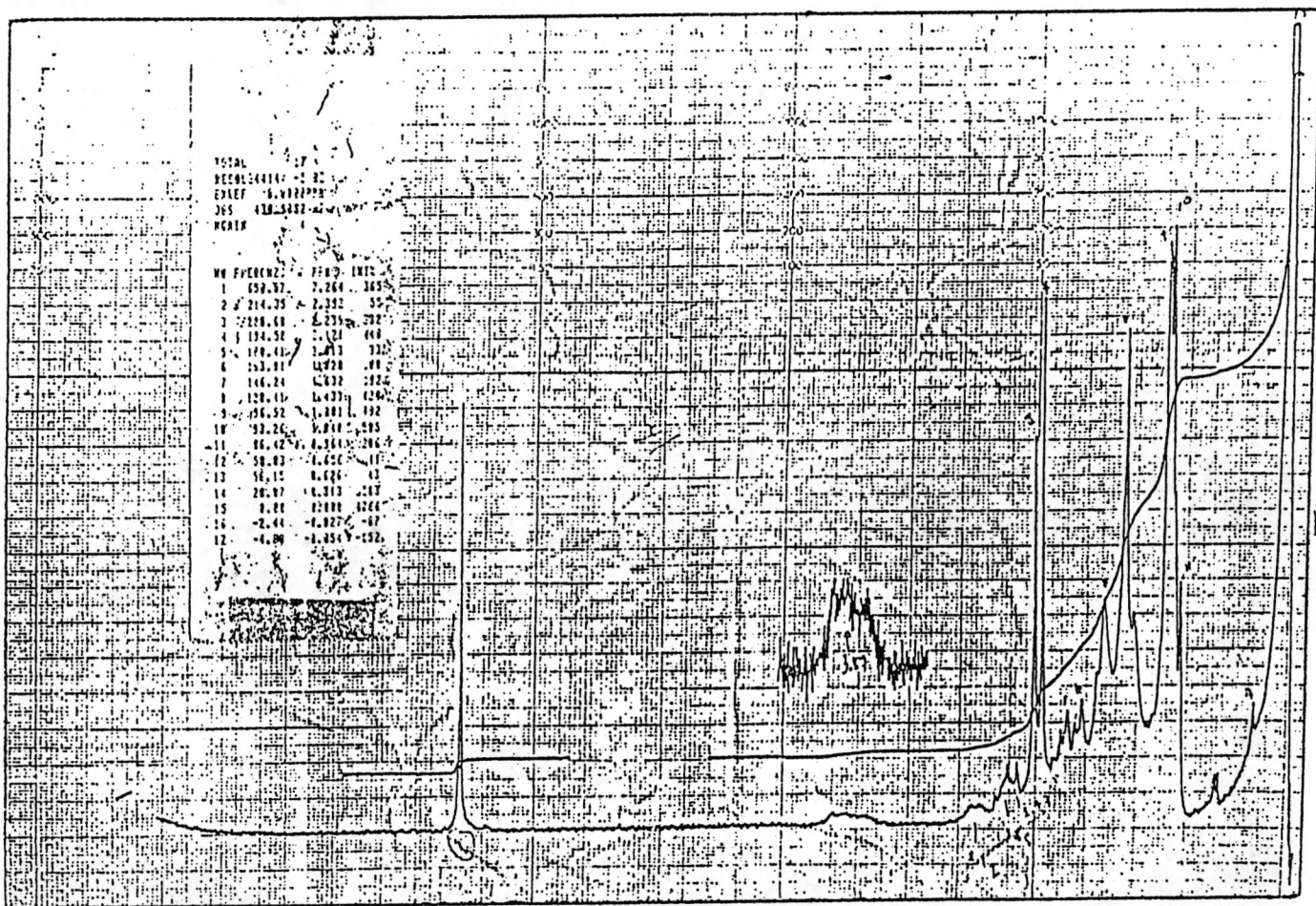
M/E	RAW INT.	R. INT.	SIGMA(%)
241.0	20.2	37.5	1.46
249.0	12.5	23.3	0.90
251.0	10.6	19.8	0.77
255.0	11.9	22.1	0.86
257.0	24.2	45.0	1.75
259.0	13.4	25.0	0.97
285.0	10.0	18.6	0.72
303.0	12.8	23.8	0.93
391.0	18.2	33.8	1.31
393.0	197.2	365.8	14.25
394.0	67.6	125.4	4.89
395.0	16.3	30.3	1.18
397.0	16.8	31.2	1.21
409.0	59.0	109.5	4.27
410.0	24.1	44.8	1.74
411.0	539.2	1000.0	38.99
412.0	172.8	320.5	12.49
413.0	45.1	83.6	3.26
421.0	10.9	20.2	0.79
429.0	65.9	122.3	4.76
430.0	20.4	37.8	1.47
439.0	12.6	23.5	0.91

END

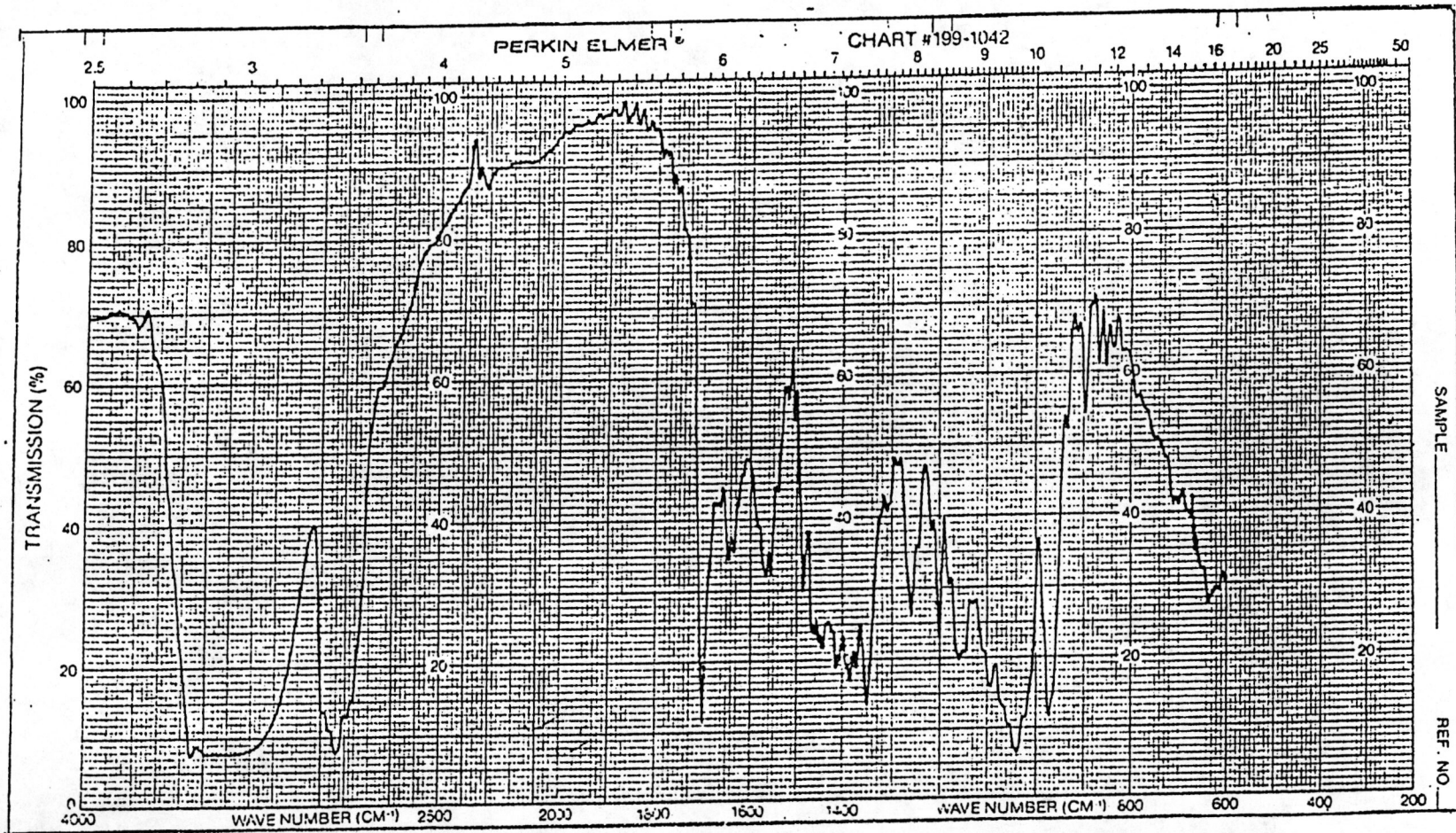
M/E	RAW INT.	R. INT.	SIGMA(%)
452.0	2.3	4.3	12.30
453.0	1.1	2.0	5.91
454.0	2.7	15.1	45.58
455.0	3.3	5.2	17.73
456.0	1.1	2.1	5.07
457.0	2.6	1.1	3.35
472.0	2.7	1.3	3.83
473.0	2.9	1.8	5.11

END

ตารางที่ 18 ข้อมูลแมสสเปกตรัมของสาร 19 ก คาดว่าเป็น triterpenoid



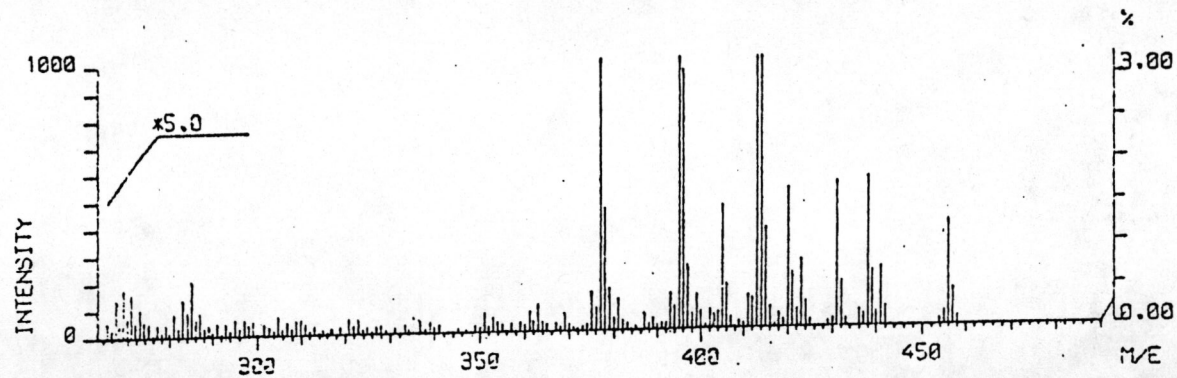
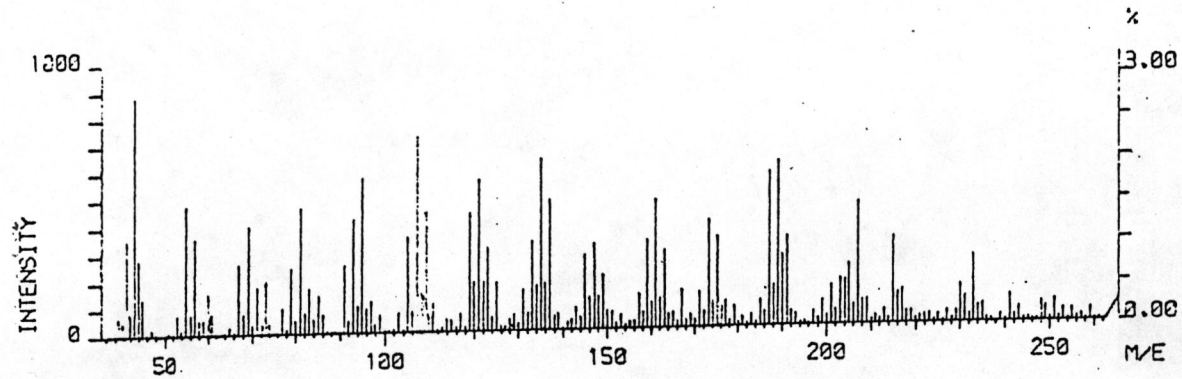
รูปที่ 28 แสดงนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมของ 19 ก คาดว่าเป็น triterpenoid



รูปที่ 29

แสดงอินฟราเรดสเปกตรัมของสาร 60 ก คาดว่าเป็น glycoside

MASS SPECTRUM (112 TO 151)
 DATE: 1980 JUN 27
 NOTE: 100% EI, 70V, 322UA, C-AMB, TEMP. 240.
 BASE PEAK: M/E 43.0 INT. 125.5



รูปที่ 30 แมสสเปกตรัมของสาร 60 ก คาดว่าเป็น glycoside

MASS SPECTRUM . (12 TO 15)
 SAMPLE 50 .M.P. 276.
 NOTE .78/4. E(1,700,300).CHAMB.TEMP.242
 BASE PEAK .M/E 413.0 INT. 126.6

MASS SPECTRUM . (12 TO 15)
 SAMPLE 50 .M.P. 276.
 NOTE .78/4. E(1,700,300).CHAMB.TEMP.242
 BASE PEAK .M/E 413.0 INT. 126.6

MASS SPECTRUM . (12 TO 15)
 SAMPLE 50 .M.P. 276.
 NOTE .78/4. E(1,700,300).CHAMB.TEMP.242
 BASE PEAK .M/E 413.0 INT. 126.6

M/E	RAW INT.	R.INT.	SIGMA(X)
41.0	45.1	355.5	2.41
43.0	111.7	882.5	5.98
44.0	35.2	278.5	1.08
55.0	68.3	475.5	3.23
57.0	45.2	357.3	2.42
67.0	39.1	261.4	1.77
69.0	58.0	401.5	2.72
79.0	30.5	241.2	1.63
81.0	58.0	454.3	3.14
91.0	32.7	258.5	1.75
93.0	53.3	421.4	2.05
95.0	72.4	572.2	3.00
105.0	45.1	355.8	2.42
107.0	91.0	725.3	4.92
109.0	57.3	452.7	3.07
119.0	56.1	443.5	3.00
121.0	71.1	561.4	3.00
123.0	39.5	312.8	2.11
133.0	41.0	330.6	2.24
135.0	80.4	635.1	4.38
137.0	61.0	482.1	3.27
145.0	35.6	281.2	1.98
147.0	40.2	317.8	2.15
159.0	41.5	327.7	2.22
161.0	60.4	477.3	3.23
163.0	36.5	288.6	1.95
173.0	50.3	397.5	2.69
175.0	42.4	334.9	2.27
187.0	72.4	572.8	3.08
189.0	77.5	612.8	4.15
190.0	33.0	265.9	1.01
191.0	42.3	334.4	2.25
205.0	28.9	228.1	1.54
207.0	57.8	455.3	3.09
215.0	40.0	322.4	2.10
233.0	31.7	250.5	1.78

END

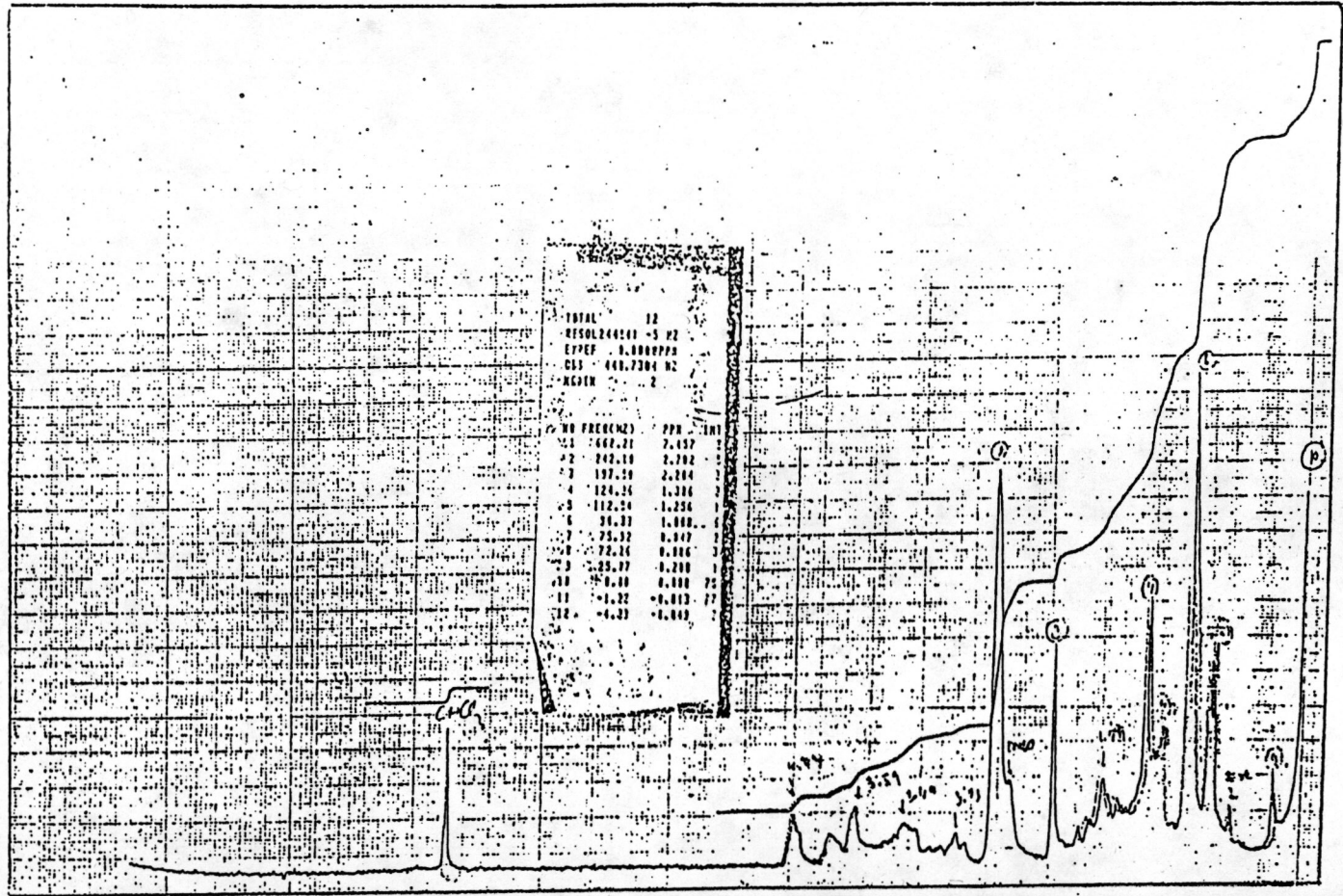
M/E	RAW INT.	R.INT.	SIGMA(X)
241.0	13.2	104.5	3.17
243.0	7.4	58.7	1.78
248.0	9.5	75.5	2.29
249.0	7.5	59.2	1.79
251.0	11.1	87.9	2.66
255.0	6.2	49.1	1.49
259.0	6.5	51.0	1.57
377.0	32.5	255.6	7.77
378.0	11.4	90.6	2.74
395.0	74.4	587.7	17.01
396.0	24.1	190.6	5.77
397.0	5.9	47.2	1.43
405.0	11.5	91.5	2.77
413.0	126.6	1000.0	38.31
414.0	48.4	379.5	9.68
415.0	9.4	74.4	2.25
420.0	13.0	102.0	3.11
423.0	6.3	50.3	1.52

END

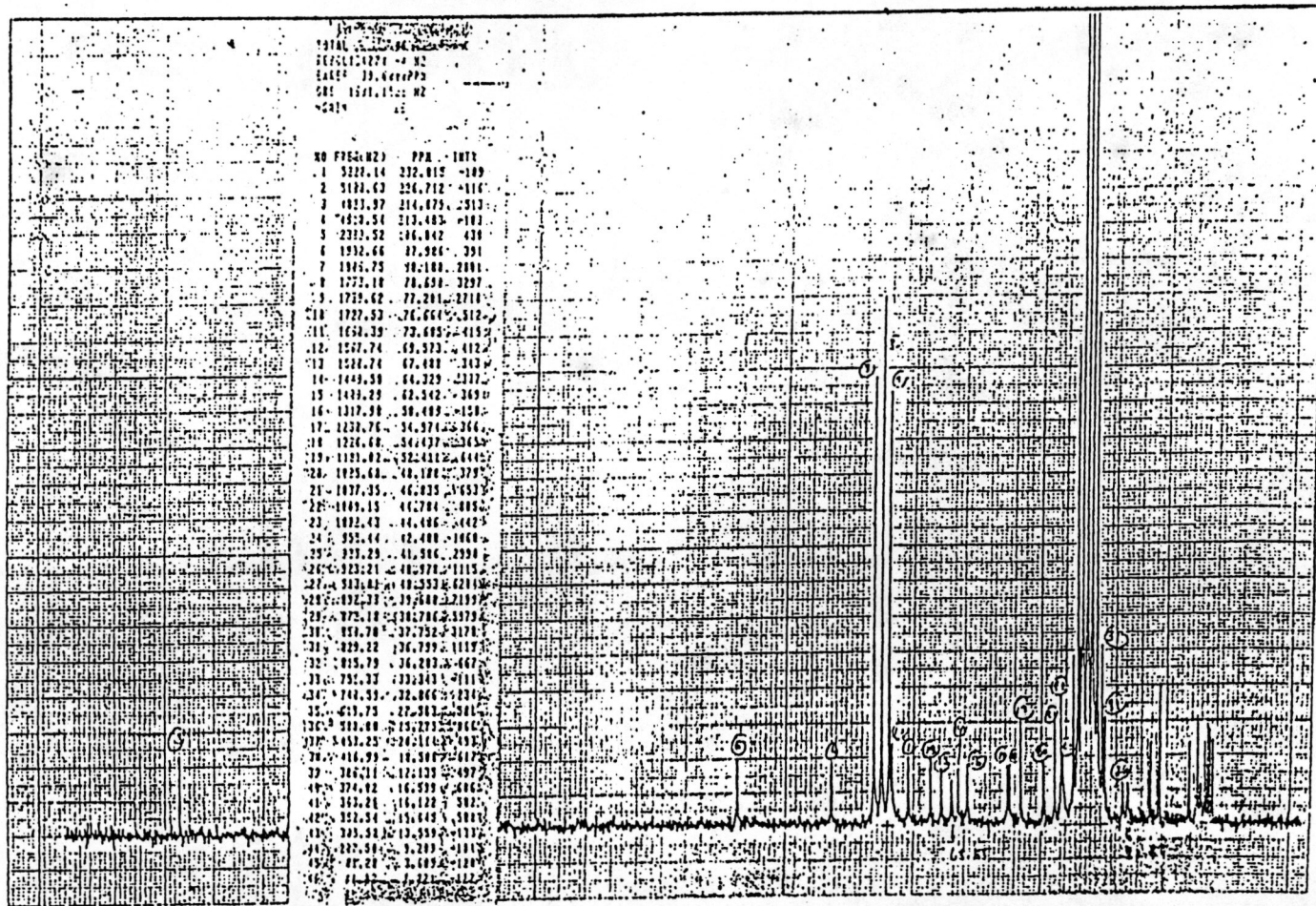
M/E	RAW INT.	R.INT.	SIGMA(X)
430.0	8.3	67.4	1.41
431.0	13.5	107.2	23.36
432.0	4.3	34.2	5.49
435.0	1.6	12.7	2.42
437.0	1.2	9.8	1.07
438.0	14.8	118.6	21.88
439.0	5.2	41.6	7.91
440.0	1.4	11.8	2.24
441.0	5.5	43.8	3.32
442.0	1.8	14.9	2.83
454.0	8.9	71.7	1.46
455.0	1.3	10.6	2.01
456.0	9.8	78.8	14.82
457.0	3.5	28.1	5.35
458.0	8.3	67.4	1.41

END

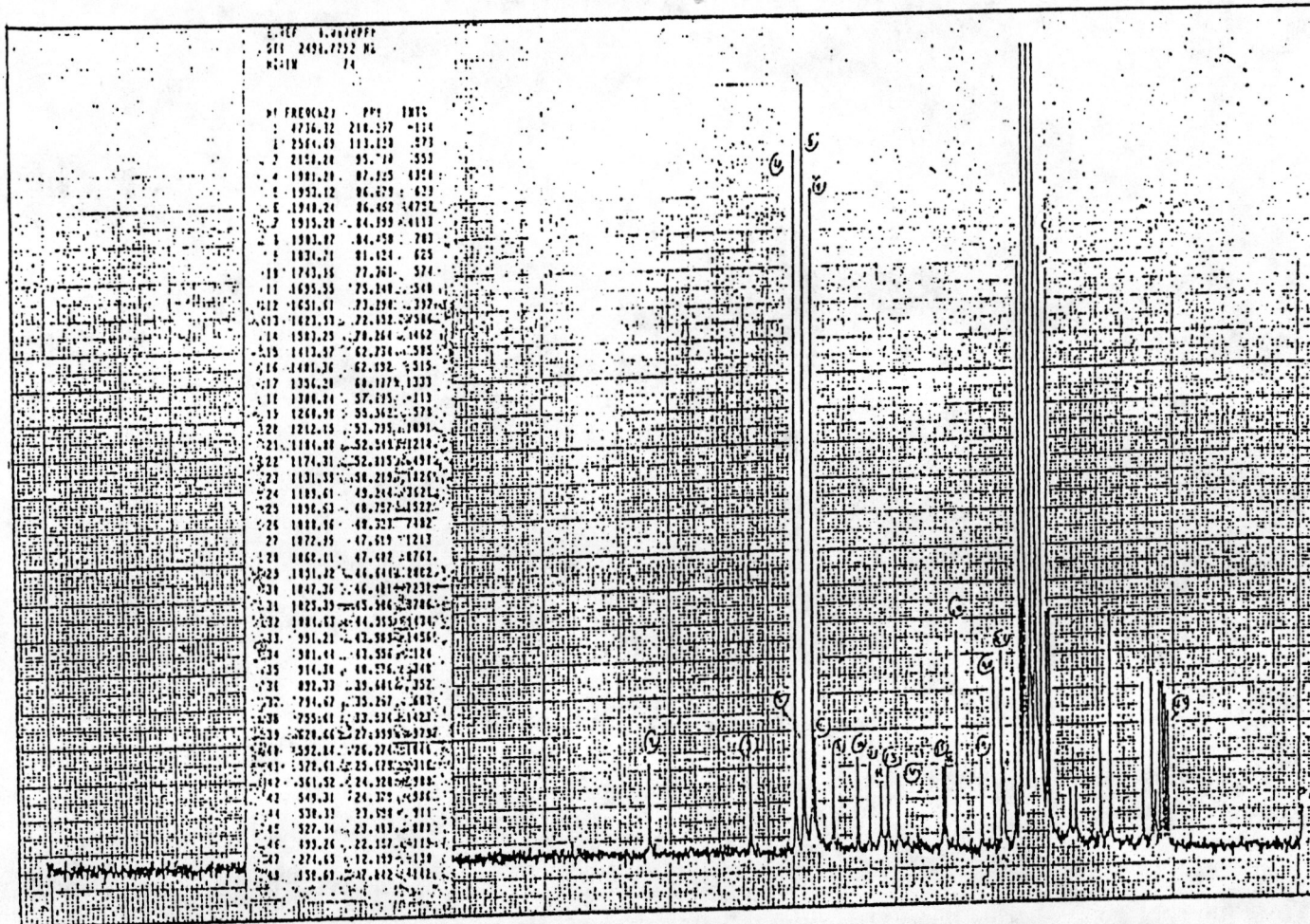
ตารางที่ 19 ข้อมูลแสดงแมสสเปกตรัมของสาร 60 ก คาดว่าเป็น glycoside



รูปที่ 31 นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมของสาร 60 มก คาคว่า เป็น glycoside

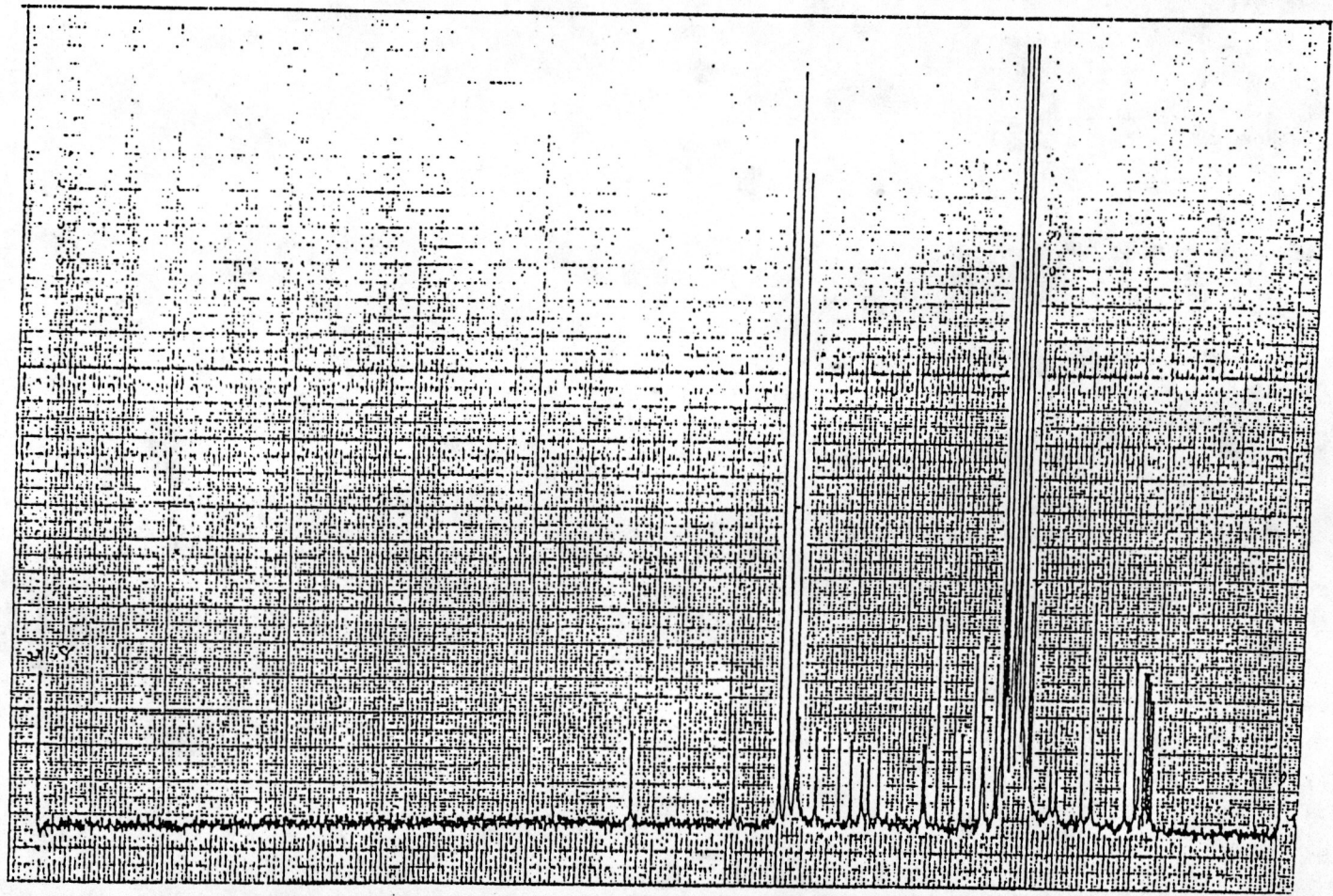


รูปที่ 32 คาร์บอน 13 นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมของสาร 60 ก
 คาดว่าเป็น glycoside

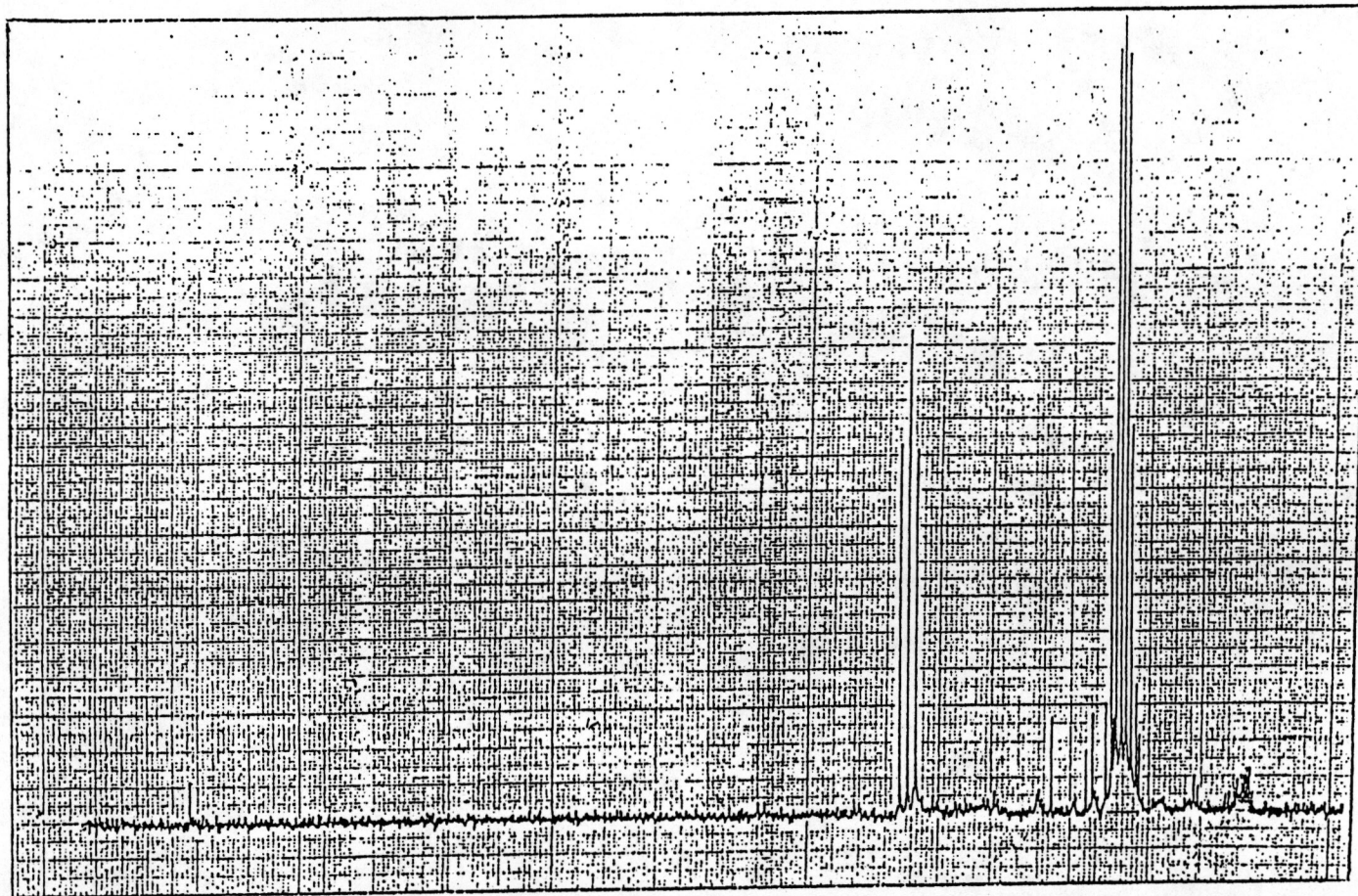


รูปที่ 33

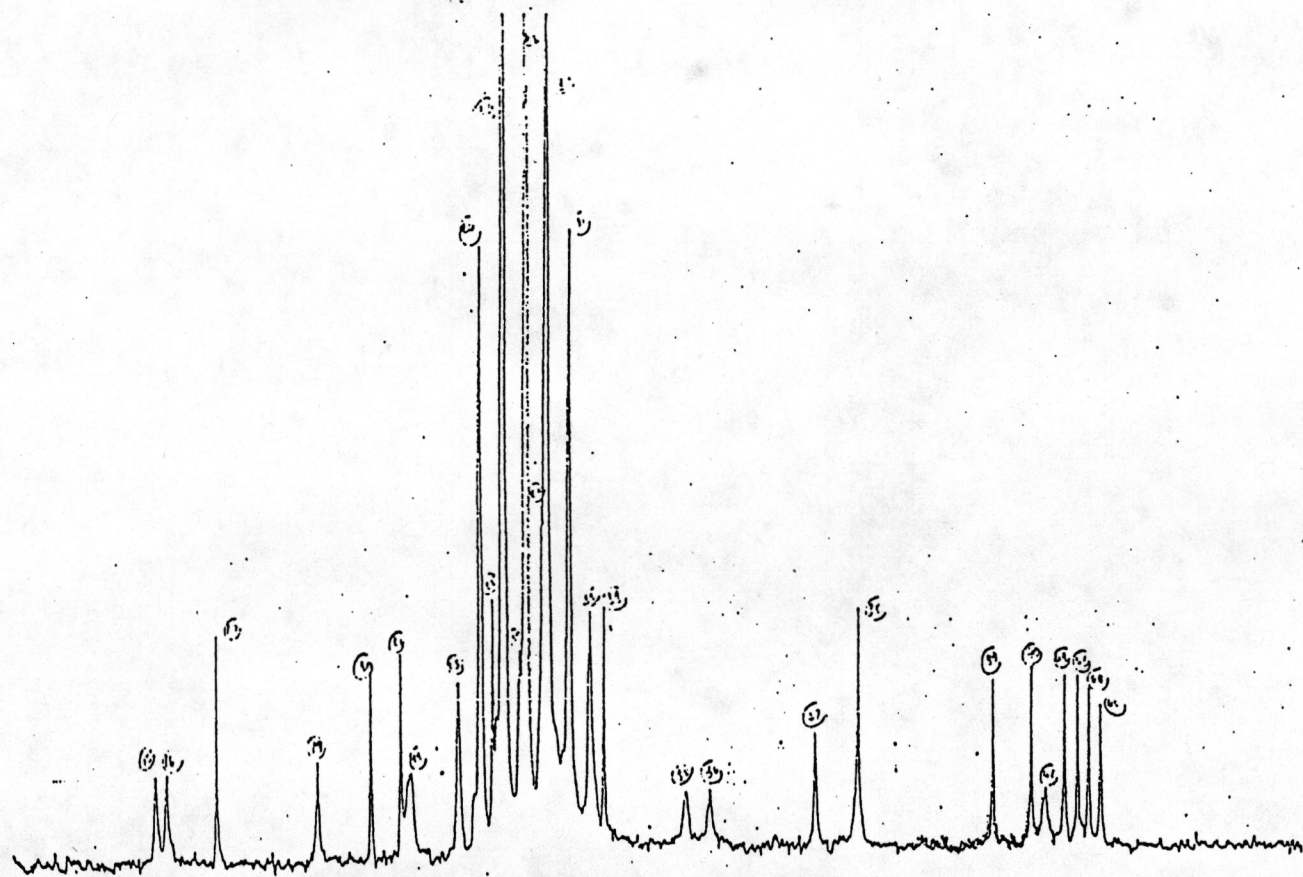
คาร์บอน-13 นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมของสาร
 60 ก. คาดว่าเป็น glycoside



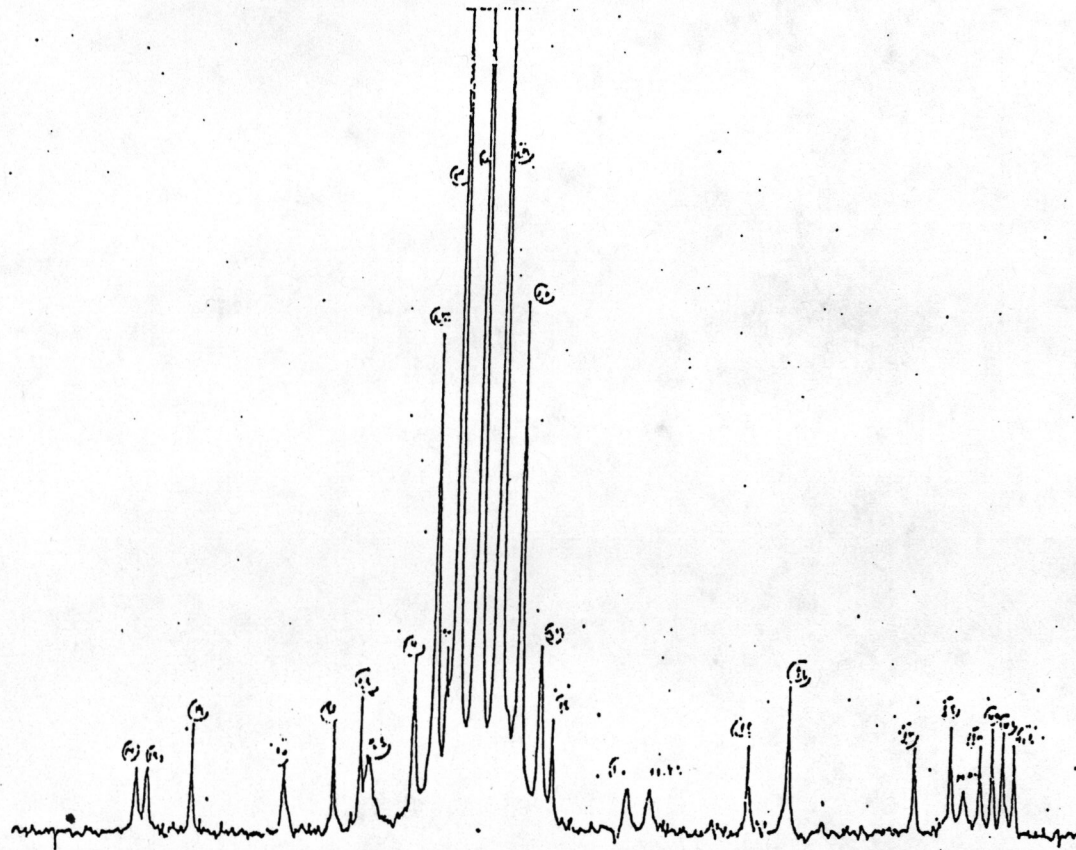
รูปที่ 34 คาร์บอน-13 นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมของสาร
60 ก คาดว่าเป็น glycoside



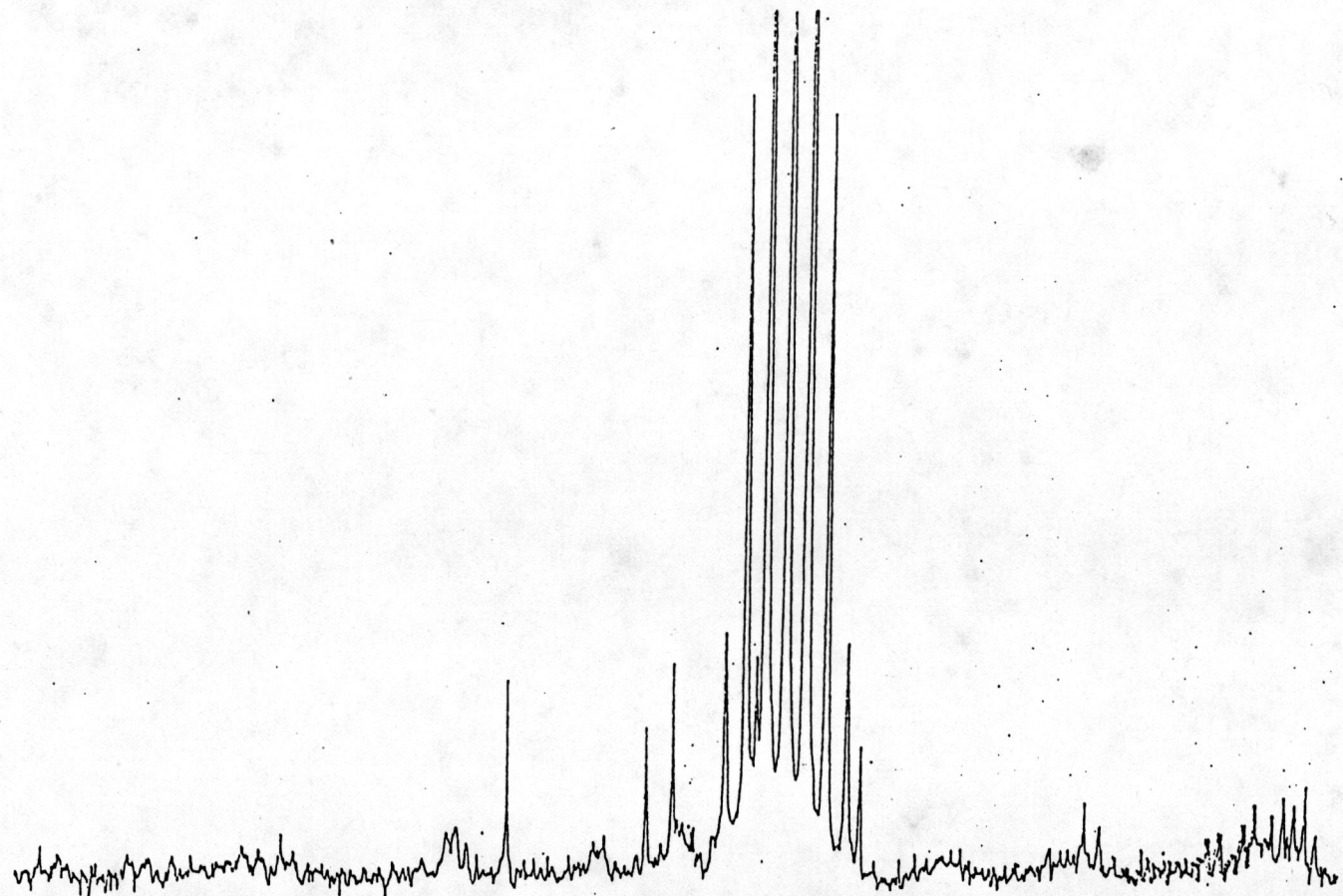
รูปที่ 35 คาร์บอน-13 นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมของสาร
60 ก คากัวเป็น glycoside



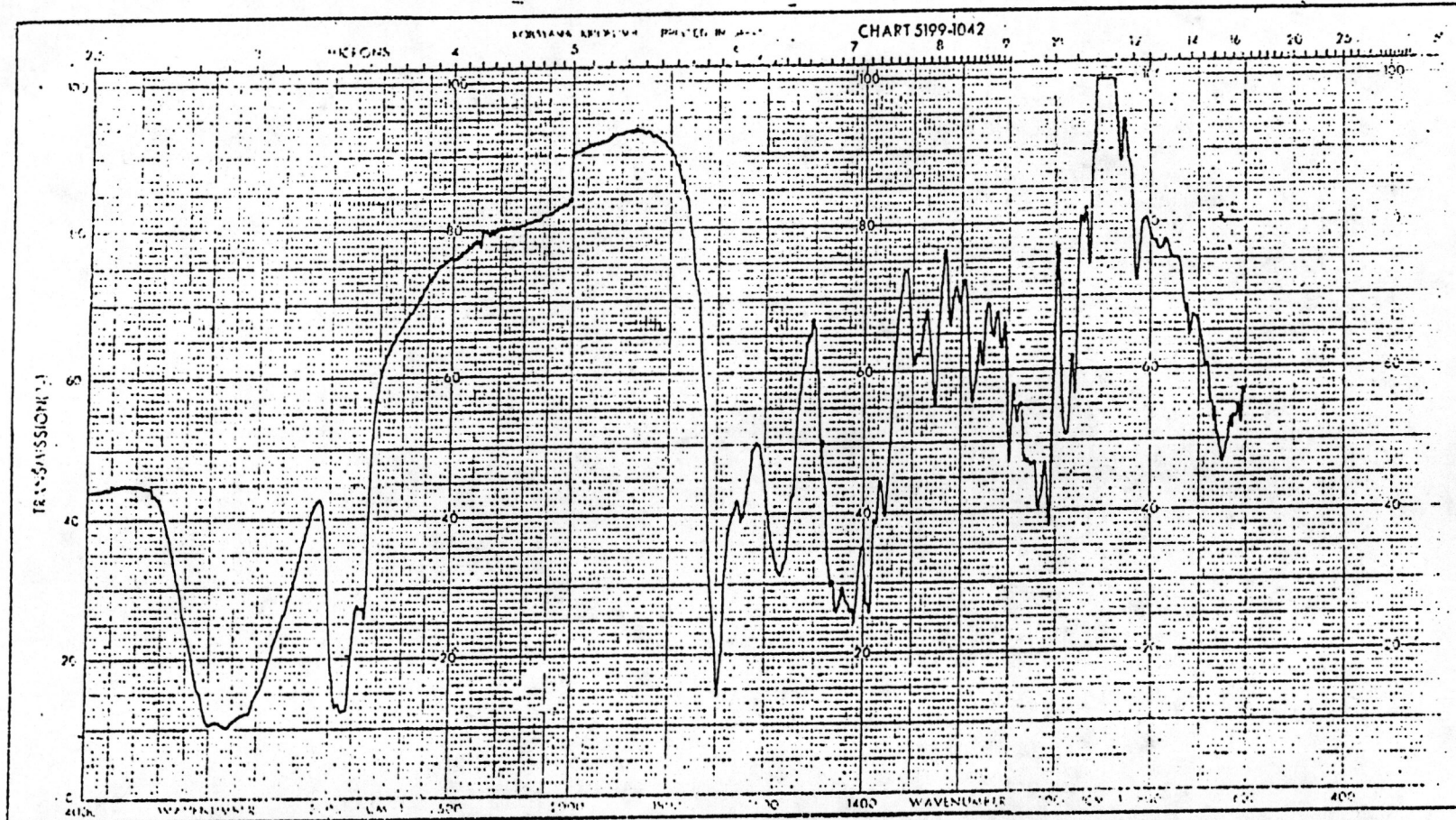
รูปที่ 36 คาร์บอน-13 นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมของสาร 60 มก
คาดว่าเป็น glycoside



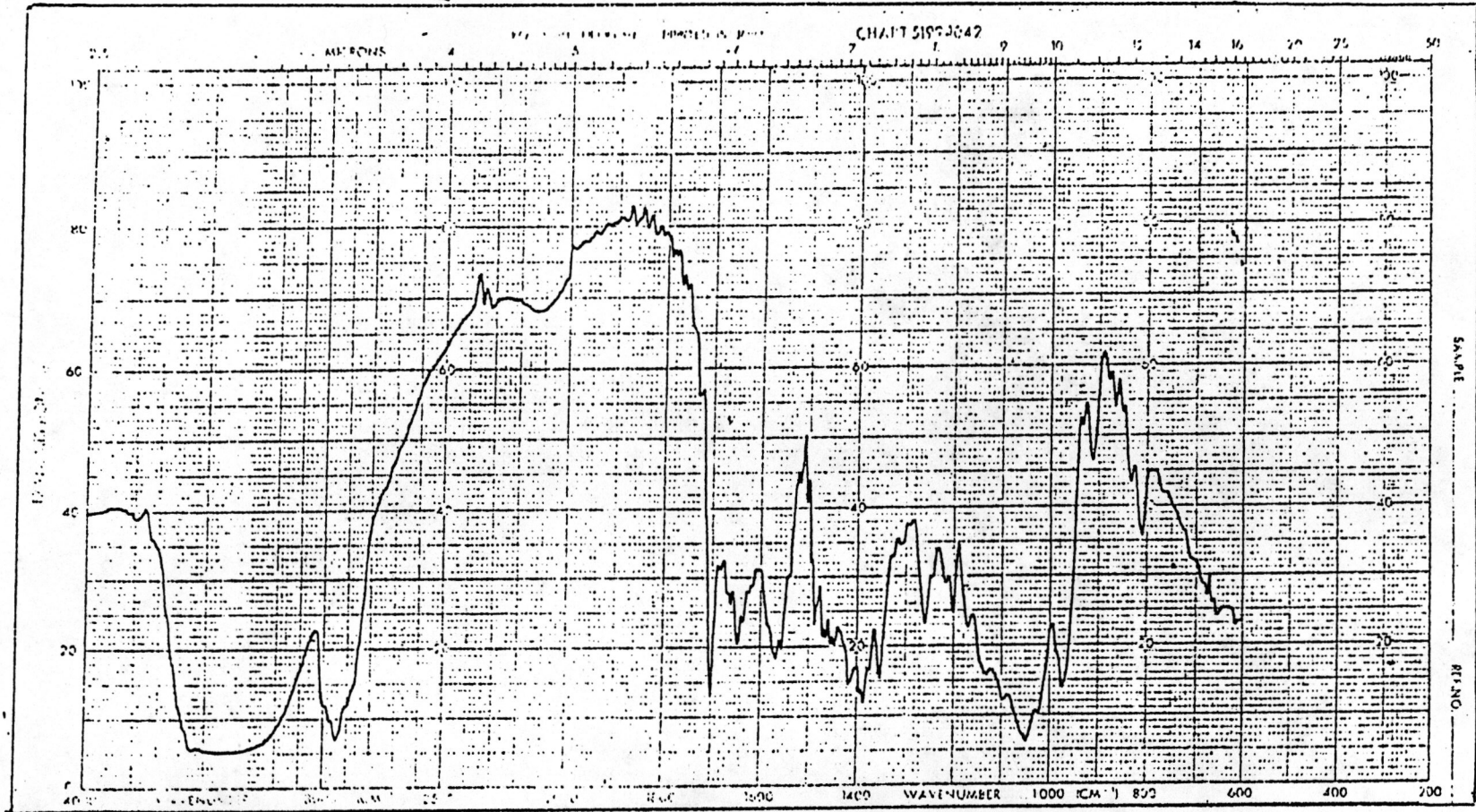
รูปที่ 37 คาร์บอน -13 นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมของสาร
60 ก คากวาเป็น glycoside



รูปที่ 38 คาร์บอน-13 นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกตรัมของสาร 60 ก
คาดว่าเป็น glycoside



รูปที่ 39 อินฟราเรดสเปกตรัมของ 44 ก



รูปที่ 40 แสดงอินฟราเรดสเปกตรัมของ 84 ก