

การแยกและหาสูตรโครงสร้างของอัลคา洛อลด้วยวิธีแบบเดียวกัน



นายล้มใจ เพ็งปริยา

005165

วิทยานิพนธ์นี้เป็นล้วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญา วิทยาศาสตร์ธรรมชาติ

ภาควิชาเคมี

บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

พ.ศ. 2523

005165 | 17674104

THE ISOLATION AND STRUCTURAL DETERMINATION OF  
ALKALOIDS FROM LEAVES OF  
GLYCOSMIS COCHINCHINENSIS

Mr. Somchai Pengprecha

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

Department of Chemistry

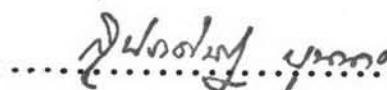
Graduate School

Chulalongkorn University

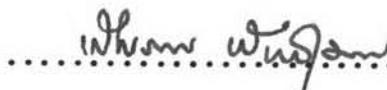
1980

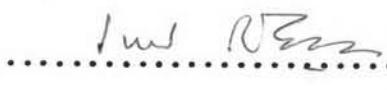
หัวข้อวิทยานิพนธ์ การแยกและหาสูตรโครงสร้างของอัลคาลอยด์จากใบเขยตาย  
 โดย นายสมใจ เพ็งประษา<sup>1</sup>  
 ภาควิชา เคมี  
 อาจารย์ที่ปรึกษา ค่าล่ตราการย์ ดร. เมธี ลิกิตสุนทร

บังกอกวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้นับวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นล่วงหนังของการ  
 ศึกษาตามหลักสูตรปริญญามหาบัณฑิต

  
 คณบดีบังกอกวิทยาลัย  
 (รองค่าล่ตราการย์ ดร. สุประดิษฐ์ บุนนาค)

คณะกรรมการลือบวิทยานิพนธ์

  
 ประธานกรรมการ  
 (รองค่าล่ตราการย์ ดร. พิรารักษ์ พึงธงนาวิน)

  
 กรรมการ  
 (ค่าล่ตราการย์ ดร. เสาร์ เอียงทอง)

  
 กรรมการ  
 (ผู้ช่วยค่าล่ตราการย์ ดร. โสมสก เรืองสาราย)

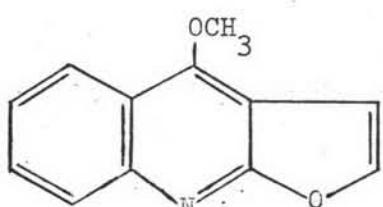
..... กรรมการ

หัวข้อวิทยานิพนธ์ การแยกและหาสูตรโครงสร้างของอัลคา洛ยด์จากใบเขยตาย  
 ผู้อภิสิทธิ์ นายล่ำไมค์ เพ็งปรีชา  
 อาจารย์ที่ปรึกษา ศาสตราจารย์ ดร. เมตติjs สิกธิลุนทร์  
 ภาควิชา เคมี  
 ปีการศึกษา 2523

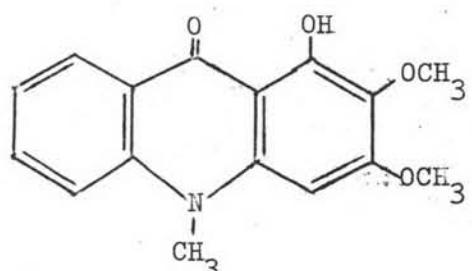
บกคดยอ



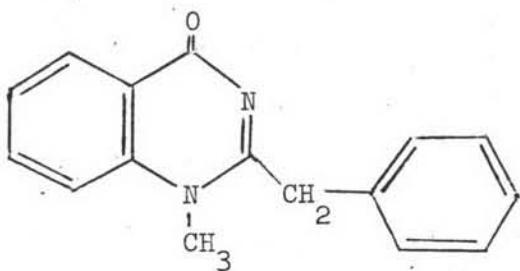
นำใบเขยตายล่ำมาลักกัดด้วย methyl alcohol จนกระหึ่งล่ารละลายที่ได้ไม่มีสี เมื่อ  
 ระเหยเอ้าท์ว่าล่ารละลายออกแล้วนำ crude ที่ได้มามักกัดต่อด้วย glacial acetic acid และ  
 กาวให้เสื่อจางด้วยน้ำ หลังจากนั้นนำล่ารละลายน้ำให้เป็นต่างเส้นก้อยด้วยล่ารละลาย  $\text{NH}_3$  เย็นข้น นำ  
 ล่ารละลายที่ได้มีมาลักกัดด้วย chloroform จะได้ crude extract ออกมा 0.5% โดย  
 นำเข้าหมักของใบเขยตายล่ำด้วยน้ำ crude extract มาแยกโดยวิธี column chromatography ใช้  
 silica gel และ alumina เป็น adsorbent ตามลำดับ elute column ด้วยล่ารละลาย  
 ผลมีระหว่าง chloroform : n-hexane และ methyl alcohol : chloroform ในอัตราล้วน  
 ต่าง ๆ จะแยกได้ล่าร 3 ชนิด ซึ่งประกอบด้วยล่าร A m.p.  $131 - 132^\circ$  (0.54%) B m.p.  
 $176 - 178^\circ$  (2.87%) และ C m.p.  $159 - 160^\circ$  (6.14%) จากการวิเคราะห์ทางแล้วจาก  
 น้ำหมักโน้มเลกุลของล่ารทั้ง 3 นี้ พบร่วม A มีสูตรโน้มเลกุล  $\text{C}_{12}\text{H}_{9}\text{O}_2\text{N}$  ล่าร B มีสูตรโน้มเลกุล  
 $\text{C}_{16}\text{H}_{15}\text{O}_4\text{N}$  และล่าร C มีสูตรโน้มเลกุล  $\text{C}_{16}\text{H}_{14}\text{ON}_2$  คาดค่า IR, UV, NMR, mass  
 spectra และปฏิกิริยาเคมีต่าง ๆ ของล่าร และคงให้เห็นอย่างชัดแจ้งว่าสูตรโครงสร้างของล่ารทั้ง  
 3 คือสูตร I, II และ III ตามลำดับ



I



II



III

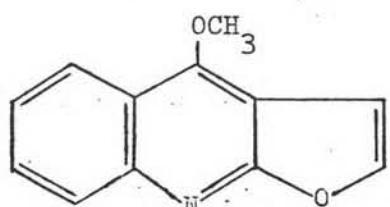
Thesis Title      The isolation and structural determination of alkaloids  
from leaves of Glycosmis cochininchinensis  
Name              Mr. Somchai Pengprecha  
Thesis Advisor    Professor Dr. Padet Sidisunthorn  
Department        Chemistry  
Academic Year    1980



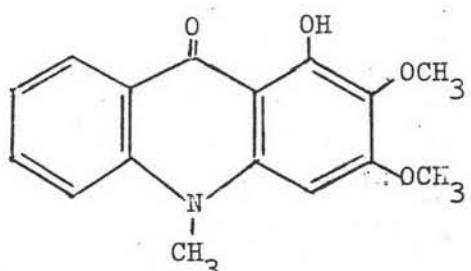
#### ABSTRACT

Fresh leaves of Glycosmis cochininchinensis was ground and extracted with cold methyl alcohol. After evaporation of the solvent, the crude product was extracted again with glacial acetic acid and dituted the acidic solution with water. Rendered this solution basic with aqueous ammonia, and then extracted again with several portions of fresh chloroform. Evaporation of the solvent gave a crude product (0.5 %); which was chromatographed on columns using silica gel and alumina as adsorbents successively. Elution with various mixtures of chloroform : n-hexane, methyl alcohol : chloroform followed by several recrystallisations of the products gave three crystalline compounds i.e. compound A m.p. 131-132° (0.54 %), compound B m.p. 176-178° (2.87 %) and compound C m.p. 159-160° (6.14 %)

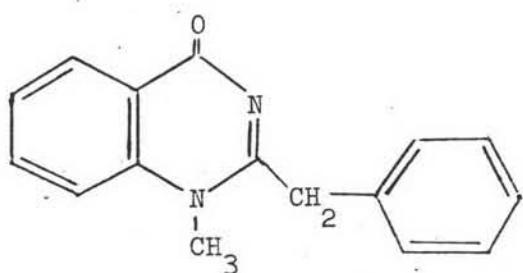
Elemental analysis and molecular weight determination of the three compounds indicated that A had the formula  $C_{12}H_9O_2N$ , B had the formula  $C_{16}H_{15}O_4N$  and C had the formula  $C_{16}H_{14}ON_2$ . Their IR, UV, NMR, mass spectral data and their chemical properties, convincingly indicated that the three compounds possessed the following structures i.e., I, II and III respectively.



I



II



III

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย .....	๙
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ .....	๑๓
กิติกรรมประจำคัม .....	๑๕
รายการตารางประกอบ .....	๑๖
รายการภาพประกอบ .....	๗
บทที่	
1. บทนำ .....	๑
2. การทดลอง .....	๒
การลักด็ต .....	๕
การแยกล่าร .....	๖
การทำให้ล่ารบริสุทธิ์ .....	๙
การตรวจสอบลักษณะของล่ารที่แยกได้ .....	๑๐
การเตรียมอนุพันธ์ต่าง ๆ ของล่าร .....	๓๒
3. สรุปและวิจารณ์ผลการทดลอง .....	๔๓
เอกสารอ้างอิง .....	๕๓
ประวัติการศึกษา .....	๕๕





กิติกรรมประจำปี

วิทยานิพนธ์นี้ผู้เขียนได้รับคำแนะนำช่วยเหลือ จาก ค่าลัตราชารย์ ดร. เพ็ทซ์ สีกอร์สุนกร  
ซึ่งเป็นอาจารย์ที่ปรึกษาโดยตรง ค่าลัตราชารย์ ดร. เทพ เรียมทอง ผู้ช่วยค่าลัตราชารย์ ดร. โลลกษ  
เรืองสาราย ผู้ช่วยค่าลัตราชารย์ ดร. พิพัฒน์ การเที่ยง ได้ให้คำแนะนำปรึกษาเกี่ยวกับการวิจัยต่าง ๆ,  
Dr. F.M. Dean แห่งมหาวิทยาลัย Liverpool ประเทศอังกฤษ และ Dr. R.A. Massy -  
Westropp แห่งมหาวิทยาลัย Adelaide ประเทศออสเตรเลีย ที่ให้ความช่วยเหลือในการทำ  
 $^{13}\text{C-NMR}$ ,  $^1\text{H-NMR}$  Mass spectra และ elemental analysis ของสารต่าง ๆ ที่แยกออก  
มาได้

ผู้เขียนขอร้าสึกในความกรุณาของทุกท่าน และขอขอบคุณเป็นอย่างสูง

### รายการตารางประกอบ

ตารางที่

หน้า

- 1 ผลของการแยก crude extract โดย column chromatography (silica gel)
- 2 ผลของการแยก crude extract โดย column chromatography (alumina)
- 3 IR absorption peaks ของส่วน A
- 4  $^1\text{H-NMR}$  absorption peaks ของส่วน A
- 5 IR absorption peaks ของส่วน B
- 6  $^1\text{H-NMR}$  absorption peaks ของส่วน B
- 7 IR absorption peaks ของส่วน C
- 8  $^1\text{H-NMR}$  absorption peaks ของส่วน C
- 9 IR absorption peaks ของ acetate ของส่วน B
- 10  $^1\text{H-NMR}$  absorption peaks ของ acetate ของส่วน B
- 11  $^1\text{H-NMR}$  absorption peaks ของ dihydro derivative ของส่วน C

### รายการภาพประกอบ

รูปที่

หน้า

- 1 UV spectrum ของสาร A
- 2 IR spectrum ของสาร A
- 3  $^1\text{H-NMR}$  spectrum ของสาร A
- 4 UV spectrum ของสาร B
- 5 IR spectrum ของสาร B
- 6  $^1\text{H-NMR}$  spectrum ของสาร B
- 7 UV spectrum ของสาร C
- 8 IR spectrum ของสาร C
- 9  $^1\text{H-NMR}$  spectrum ของสาร C
- 10 UV spectrum ของ acetate ของสาร B
- 11 IR spectrum ของ acetate ของสาร B
- 12  $^1\text{H-NMR}$  spectrum ของ acetate ของสาร B
- 13 UV spectrum ของ dihydro derivative ของสาร C
- 14  $^1\text{H-NMR}$  spectrum ของ dihydro derivative ของสาร C