

องค์ประกอบทางเคมีของใบแป๊ะท้าวใหญ่ *Croton oblongifolius* Roxb.

นาย สิทธิศักดิ์ อาชานินดี



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

ภาควิชาเคมี

บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2539

ISBN 974-635-733-6

ลิขสิทธิ์ของบัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

CHEMICAL CONSTITUENTS OF THE LEAF OF
Croton oblongifolius Roxb.



Mr. Sittisak Achayindee

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 974-635-733-6

Thesis Title Chemical constituents of the leaf of *Croton oblongifolius* Roxb.
By Mr. Sitthisak Achayindee
Department Chemistry
Thesis Advisor Associate Professor Sophon Roengsumran, Ph.D.
Thesis Co-advisor Mr. Chaovalit Mahatumaratana

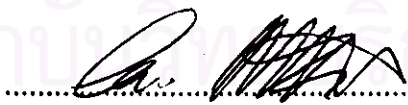
Accepted by the Graduate School, Chulalongkorn University in Partial Fulfillment of the Requirements for the Master's Degree.


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

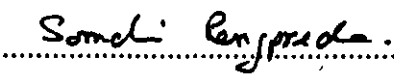
Thesis Committee

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

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

..... Thesis Co-advisor
(Mr. Chaovalit Mahatumaratana)

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

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

สิทธิศักดิ์ อาชาสินดี : องค์ประกอบทางเคมีของใบเปล้าใหญ่ *Croton oblongifolius* Roxb.
(CHEMICAL CONSTITUENTS OF THE LEAF OF *Croton oblongifolius* Roxb.)

อ.ที่ปรึกษา : รศ. ดร. ไสภณ เรืองสำราญ , อ.ที่ปรึกษาร่วม : คุณเชาวลิต มหาทุมะรัตน์,
78 หน้า. ISBN 974-635-733-6.

นำใบเปล้าใหญ่ที่แห้งและบดละเอียด มาสกัดด้วยเฮกเซน, ไดคลอโรมีเทน, เอทิลอะซิเตท และเมทานอลตามลำดับ นำสิ่งสกัดมาทำการแยกด้วยวิธีคอลัมน์โครมาโทกราฟี สามารถแยกสารได้เป็นของผสม 3 ชนิด และสารประกอบ 3 ชนิด ซึ่งสามารถพิสูจน์โครงสร้าง โดยอาศัยสมบัติทางกายภาพ, สมบัติทางเคมี และวิธีทางสเปกโทรสโกปี ดังนี้ ของผสมไฮโดรคาร์บอนไฮโดรเจน (C_{27-33}), ของผสมแอลกอฮอล์ไฮโดรเจน ($C_{28-29}, C_{31-32}, C_{34}$), ของผสมสเตอรอยด์ (stigmasterol, β -sitosterol), 6,10,14-trimethyl-2-pentadecanone ($C_{18}H_{36}O$), potassium chloride และ neo-crotocebraneic acid ($C_{20}H_{30}O_2$) ซึ่งเป็นสารใหม่

สถาบันวิทยบริการ

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาควิชาเคมี.....
สาขาวิชาเคมี.....
ปีการศึกษา 2539

ลายมือชื่อนิติ สิทธิศักดิ์ อาชาสินดี
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา รศ. ดร. ไสภณ เรืองสำราญ
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม คุณเชาวลิต มหาทุมะรัตน์

C725332 : MAJOR CHEMISTRY

KEY WORD: *Croton oblongifolius* / CHEMICAL CONSTITUENT

SIITHISAK ACHAYINDEE : CHEMICAL CONSTITUENTS OF THE LEAF OF *Croton*

oblongifolius Roxb. THESIS ADVISOR : ASSO. PROF. SOPHON ROENGSUMRAN, Ph.D.

THESIS COADVISOR : MR. CHAOVALIT MAHATUMARATANA. 78 pp. ISBN 974-635-733-6.

Dried and ground leaf of *Croton oblongifolius* Roxb. were extracted with hexane, dichloromethane, ethyl acetate and methanol respectively. The crude extracts were separated by column chromatography lead to the isolation of 3 mixtures and 3 compounds. The structure of all compounds were elucidated by physical property, chemical property and spectroscopic methods. They were a mixture of long chain hydrocarbons (C_{27-33}), a mixture of long chain alcohols (C_{28-29} , C_{31-32} , C_{34}), a mixture of steroids (stigmasterol, β -sitosterol), 6,10,14-trimethyl-2-pentadecanone ($C_{18}H_{36}O$), potassium chloride and a neo-crotocebranic acid ($C_{20}H_{30}O_2$).



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาควิชา _____ เคมี _____

สาขาวิชา _____ เคมี _____

ปีการศึกษา _____ 2539 _____

ลายมือชื่อนิสิต _____ สิทธิศักดิ์ อ่างนิลดี _____

ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา _____ สนิท สนิท _____

ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม _____ สนิท สนิท _____



ACKNOWLEDGEMENT

The author would like to express his deepest gratitude and appreciation to his major advisor, Associate Professor Dr. Sophon Roengsumran and co-advisor, Mr. Chaovalit Mahatumaratana, for their kindness, guidance and encouragements throughout this graduate research. He would like to express his appreciation to all of staff members, Associate Professor Dr. Siri Varothai, Assistant Professor Dr. Amorn Petsom and Assistant Professor Dr. Somchai Pengprecha for their guidance and constructive suggestions. His special thanks go to Assistant Professor Dr. Varaporn Leepipatpiboon and Dr. Tirayut Vilaivan for their helpfulness. His sincere thanks are extended to The Shell Company of Thailand Limited for the support of his study leave, to the Graduate School and Department of Chemistry, Faculty of Science, Chulalongkorn University for the financial support and to the Scientific and Technology Research Equipment Centre, Chulalongkorn University for the sample analysis service. Moreover, he would also like to express his deepest gratitude to his parents for their great love and finally his thanks to all of his friends for their friendship and help during his graduate 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

CHAPTER

I INTRODUCTION	1
Botanical Aspects of <i>Croton oblongifolius</i> Roxb.	2
Research studies in Chemical Constituents of <i>Croton oblongifolius</i> Roxb. ..	4
II EXPERIMENTS AND RESULTS	10
Plant Materials	10
Instruments and Equipments	10
Chemical Reagents	11
Physical Separation Techniques	12
Extraction	12
Isolation of the Chemical Constituents of the leaf of <i>Croton oblongifolius</i> Roxb.	15
1. Separation of Fraction.I	15
2. Separation of Fraction.II	16
3. Separation of Fraction.III	18
4. Separation of Fraction.IV	19

	Page
Purification and Properties of the Eluted Compounds	
by Column Chromatography	20
1. Purification and properties of Mixture <u>1</u>	20
2. Purification and properties of Compound <u>2</u>	20
3. Purification and properties of Mixture <u>3</u>	21
4. Purification and properties of Mixture <u>4</u>	21
5. Purification and properties of Compound <u>5</u>	22
6. Purification and properties of Compound <u>6</u>	23
III DISCUSSION	24
Structural Elucidation of the Isolated Compounds from the leaf	
of <i>Croton oblongifolius</i> Roxb.	24
1. Structural Elucidation of Mixture <u>1</u>	24
2. Structural Elucidation of Compound <u>2</u>	27
3. Structural Elucidation of Mixture <u>3</u>	28
4. Structural Elucidation of Mixture <u>4</u>	30
5. Structural Elucidation of Compound <u>5</u>	32
6. Structural Elucidation of Compound <u>6</u>	46
IV CONCLUSION	47
Future work	49
REFERENCES	50
APPENDIX	52
VITA	78

LIST OF TABLES

Table	Page
1 The Chemical Constituents of <i>Croton oblongifolius</i> Roxb.	5
2 The various extracts of the leaf of <i>Croton oblongifolius</i> Roxb.	13
3 The result of separation of Fraction.I by column chromatography	16
4 The result of separation of Fraction.II by column chromatography	17
5 The result of separation of Fraction.III by column chromatography	18
6 The result of separation of Fraction.IV by column chromatography	19
7 The result of the inorganic ion tests of Compound 6	23
8 The IR Absorption Band Assignments of Mixture 1	24
9 Retention Time of Standard Long Chain Aliphatic Hydrocarbons and Mixture 1	25
10 Various types of Long Chain Aliphatic Hydrocarbons is founded in Mixture 1	26
11 The IR Absorption Band Assignments of Compound 2	27
12 The IR Absorption Band Assignments of Mixture 3	28
13 Retention Time of Standard Long Chain Aliphatic Alcohols and Mixture 3 .	29
14 Various types of Long Chain Aliphatic Alcohols is founded in Mixture 3	29
15 The IR Absorption Band Assignments of Mixture 4	30
16 Retention Time of Standard Steroids and Mixture 4	31
17 Various types of Steroids is founded in Mixture 4	31
18 The IR Absorption Band Assignments of Compound 5	32
19 Comparison the ¹ H-NMR spectral data of Compound 5 with Isoneocembrene-A	34
20 Comparison the ¹³ C-NMR spectral data of Compound 5 with Isoneocembrene-A	35

Table	Page
21 ^1H attached to ^{13}C -NMR spectral data, HMQC, of Compound 5	37
22 The HMQC and HMBC data of Compound 5	43



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

LIST OF FIGURES

Figure	Page
1 <i>Croton oblongifolius</i> Roxb.	3
2 The Chemical Constituents of <i>Croton oblongifolius</i> Roxb.	6
3 The IR spectrum of Mixture 1	53
4 The Gas Chromatogram of Standard Long Chain Aliphatic Hydrocarbons ..	54
5 The Gas Chromatogram of Mixture 1	55
6 The Calibration Curve of Standard Long Chain Aliphatic Hydrocarbons	56
7 The IR spectrum of Compound 2	57
8 The EI-Mass spectrum of Compound 2	58
9 The EI-Mass spectrum of Compound 2 compared with 6,10,14-trimethyl- 2-pentadecanone	59
10 The CI-Mass spectrum of Compound 2	60
11 The IR spectrum of Mixture 3	61
12 The Gas Chromatogram of Standard Long Chain Aliphatic Alcohols	62
13 The Gas Chromatogram of Mixture 3	63
14 The Calibration Curve of Standard Long Chain Aliphatic Alcohols	64
15 The IR spectrum of Mixture 4	65
16 The Gas Chromatogram of Standard Steroids	66
17 The Gas Chromatogram of Mixture 4	67
18 The EI-Mass spectrum of Mixture 4	68
19 The IR spectrum of Compound 5	69
20 The ¹ H-NMR spectrum of Compound 5	70
21 The ¹³ C-NMR spectrum of Compound 5	71
22 The DEPT-90 and DEPT-135 ¹³ C-NMR spectrum of Compound 5	72
23 The EI-Mass spectrum of Compound 5	73

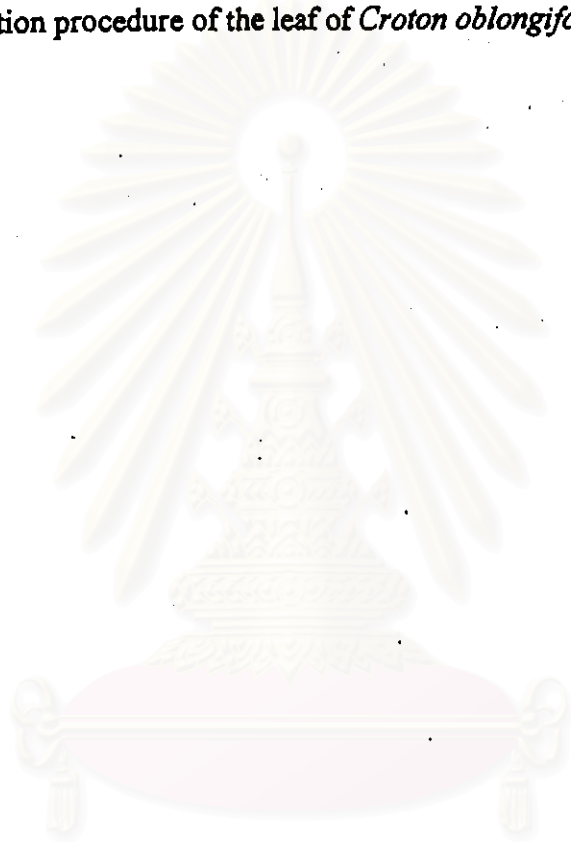
Figure	Page
24 The HMQC NMR spectrum of Compound <u>5</u>	74
25 The HMBC NMR spectrum of Compound <u>5</u>	75
26 The COSY NMR spectrum of Compound <u>5</u>	76
27 The NOESY NMR spectrum of Compound <u>5</u>	77
28 The Chemical Constituents of the leaf of <i>Croton oblongifolius</i> Roxb.	48



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

LIST OF SCHEMES

Scheme	Page
1 The extraction procedure of the leaf of <i>Croton oblongifolius</i> Roxb.	14



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

LIST OF ABBREVIATIONS

C.	<i>Croton</i>
pp.	page
Fig.	Figure
g	gram
wt	weight
%	percent
MW	molecular weight
m.p.	melting point
temp.	temperature
°C	degree Celsius
mL	milliliter
min.	minute
R _t	retention time in chromatography
R _f	rate of flow in chromatography
ν max	the wavelength at maximum absorption (IR)
cm. ⁻¹	unit of wave number (IR)
br	broad (IR)
s	strong (IR)
m	medium (IR)
w	weak (IR)
EI	electron impact (MS)
CI	chemical ionization (MS)
eV	electron-volt (MS)
m/e	mass to charge ratio (MS)
M ⁺	molecular ion (MS)
MH ⁺	quasimolecular ion (MS)

Hz.	Hertz (NMR)
δ	chemical shift (NMR)
ppm.	part per million (NMR)
J	coupling constant (NMR)
s	singlet (NMR)
d	doublet (NMR)
t	triplet (NMR)
q	quartet (NMR)
m	multiplet (NMR)
HMBC	Heteronuclear Multiple Bond Correlation (NMR)
HMQC	Heteronuclear Multiple Quantum Correlation (NMR)
COSY	COrelated SpectroscopY (NMR)
NOESY	Nuclear Overhauser Enhancement SpectroscopY (NMR)

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย