

การแยกและหาสูตรโครงสร้างของอัลคาลอยด์จากต้นหมามือเหล็ก



นาย ส้มยงค์ ศิริดาราร

004198

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญา ศึกษาคำสั่งกรมหาบัณฑิต

ภาควิชาเคมี

บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

พ.ศ. 2525

THE ISOLATION AND STRUCTURAL DETERMINATION OF ALKALOIDS FROM  
STEMS OF STRYCHNOS ROBORANS

Mr. Somyot Saridara

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

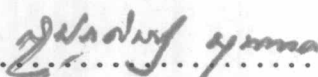
Department of Chemistry  
Graduate School  
Chulalongkorn University

1982

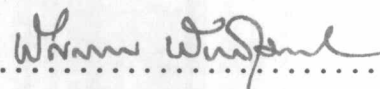
หัวข้อวิทยานิพนธ์      การแยกและหาสูตร โครงสร้างของ อัลคาสอยด์จากต้นพญามือเหล็ก  
โดย                              นาย ส้มยงค์ ศิริตารา  
ภาควิชา                              เคมี  
อาจารย์ที่ปรึกษา              คำลัดราจารย์ ดร. เเผด็จ สิทธิสุนทร

---

บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้บัณฑิตวิทยาลัยฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการ  
ศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

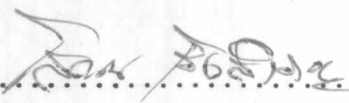
 ..... คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย  
(รองศาสตราจารย์ ดร. สุประติษฐ์ บุณนาค)

คณะกรรมการวิทยานิพนธ์

 ..... ประธานกรรมการ  
(รองศาสตราจารย์ ดร. พิศมัย พิณนามาวิณ)

 ..... กรรมการ  
(ศาสตราจารย์ ดร. เทพ เชียงทอง)

 ..... กรรมการ  
(ศาสตราจารย์ ดร. เเผด็จ สิทธิสุนทร)

 ..... กรรมการ  
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. โสภณ เรืองสำราญ)

ลิขสิทธิ์ของบัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

หัวข้อวิทยานิพนธ์      การแยกและหาสูตรโครงสร้างของอัลคาลอยด์จากต้นพญามือเหล็ก  
ชื่อ                              นาย ส้มยศ ศรัทธารา  
อาจารย์ที่ปรึกษา        คำสตราจารย์ ดร.เพด็จ สิริสุนทร  
ภาควิชา                      เคมี  
ปีการศึกษา                2524



บทคัดย่อ

นำลำต้นพญามือเหล็กมาบดให้ละเอียดแล้วสกัดด้วย methanol จนกระทั่งสารละลายที่ได้ไม่มีสี ระเหยเอาตัวทำละลายออก นำ crude ที่ได้มาสกัดต่อด้วย 10 % กรดไฮโดรคลอริก หลังจากนั้นทำสารละลายให้เป็นค่าเล็กน้อยด้วยสารละลายแอมโมเนียเข้มข้น นำสารละลายที่ได้มาสกัดต่อด้วย trichloromethane ได้ crude product 0.35 % จากน้ำหนักของลำต้นพญามือเหล็กแห้ง นำ crude product มาแยกโดยวิธี column chromatography ใช้ silica gel เป็น adsorbent แล้ว elute column ด้วยสารละลายผสมระหว่าง hexane กับ trichloromethane และ trichloromethane กับ methanol ในอัตราส่วนต่าง ๆ แยกได้สาร A มี m.p. 176 - 178<sup>o</sup> (0.27 % ของ crude product)

จากค่า IR, UV, <sup>1</sup>H NMR, mass spectrum, mixed m.p., T.L.C., ผลจากการวิเคราะห์ธาตุและจากปฏิกิริยาเคมีของสารนี้แสดงว่าสาร A คือ brucine

crude ที่เหลือจากการสกัดด้วย 10 % กรดไฮโดรคลอริกนำมาแยกโดยวิธี column chromatography ใช้ silica gel เป็น adsorbent elute column ด้วยสารละลายผสมอย่างเดียวกับการแยกอัลคาลอยด์ ได้สาร B มี m.p. 138 - 139<sup>o</sup> (0.18 % ของ crude product)

จากค่า IR, <sup>1</sup>H NMR, mixed m.p., T.L.C. และจากปฏิกิริยาเคมีของสารนี้แสดงว่าสาร B คือ  $\beta$ -sitosterol

นอกจากนี้ได้นำลำต้นโทงเทงมาสกัดด้วย trichloromethane นำ crude ที่ได้ (0.97 % ของโทงเทงแห้ง) มาแยกโดยวิธี column chromatography ใช้ alumina

เป็น adsorbent แล้ว elute column ด้วยสารละลายผสมระหว่าง hexane กับ trichloromethane และ trichloromethane กับ methanol ในอัตราส่วนต่าง ๆ ได้สาร 4 ชนิด ประกอบด้วยสาร C m.p. 68 - 70° (0.82 % ของ crude product) สาร D m.p. 138 - 139° (1.32 %) สาร E m.p. 97 - 99° และสาร F m.p. 233 - 234° (0.07 %)

จากค่า IR, mass spectrum, <sup>1</sup>H NMR, G.L.C. , T.L.C. และปฏิกิริยาเคมีต่าง ๆ ของสารเหล่านี้แสดงว่าสาร C คือ dotriacontane สาร D คือ β-sitosterol ส่วนสาร E และ F นั้นมีปริมาณน้อยมากไม่เพียงพอที่จะหาสูตรโครงสร้างได้จาก IR spectrum ของสาร F แสดงว่ามี carbonyl group และเมื่อทดสอบสาร F กับ Liebermann - Burchard และ alkaloid reagents ต่าง ๆ แสดงว่าสาร F ไม่ใช่ steroids หรือ alkaloids



The IR,  $^1\text{H}$  NMR, mixed m.p., T.L.C. and chemical properties of this compound indicated that B was  $\beta$ -sitosterol.

In addition, the stems of Physalis minima were extracted with trichloromethane, and the crude product (0.97 % of dried Physalis minima) was chromatographed on alumina and eluted with mixtures of hexane and trichloromethane, trichloromethane and methanol in various proportions followed by several recrystallisations of the products to give a compound C, m.p. 68 - 70 $^\circ$  (0.80 %), D, m.p. 138 - 139 $^\circ$ , E, m.p. 97 - 99 $^\circ$  and F, m.p. 233 - 234 $^\circ$ .

The IR,  $^1\text{H}$  NMR, mass spectrum, G.L.C. ., T.L.C and chemical properties of compound C and D indicated that C was dotriacontane, D was  $\beta$ -sitosterol. The structure of compounds E and F were not elucidated because the quantities of these products were not sufficient. IR spectrum of F indicated a carbonyl group and it gave negative tests for Liebermann-Burchard and alkaloid reagents .

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์นี้ผู้เขียนได้รับคำแนะนำช่วยเหลือจาก คำลัดตราจารย์ ดร.เผด็จ ลิทธิสุนทร+ ซึ่ง  
 เป็นอาจารย์ที่ปรึกษา คำลัดตราจารย์ ดร.เทพ เชียงทอง ผู้ช่วยคำลัดตราจารย์ ดร.โสมณ เรืองล้ำราษฎร์  
 อาจารย์อมร เพียรลัม ผู้ช่วยคำลัดตราจารย์ ดร.วิจิตร ภารเทียง ได้ให้คำแนะนำปรึกษาเกี่ยวกับการ  
 วิจัยต่าง ๆ Dr. F.M. Dean แห่งมหาวิทยาลัย Liverpool ประเทศอังกฤษได้ให้ความช่วยเหลือใน  
 การทำ <sup>1</sup>H NMR, mass spectrum และ elemental analysis ของสารที่แยกออกมาได้

ผู้เขียนขอรำลึกในความกรุณาของทุกท่าน และขอขอบคุณเป็นอย่างสูง





สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย .....	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ .....	ค
กิตติกรรมประกาศ .....	จ
รายการตารางประกอบ .....	ข
รายการ spectra ของสารต่าง ๆ .....	ฉ
บทที่ 1 บทนำ	
บทที่ 2	
2.1 เทคนิคต่าง ๆ ที่ใช้ในการทดลอง .....	2
2.2 reagents ที่ใช้ในการทดสอบอัลคาลอยด์ .....	2
2.3 solvents ที่ใช้ในการทดลอง .....	3
2.4 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง .....	4
2.5 วิธีสกัด .....	4
2.6 การแยกสารบริสุทธิ์ออกจาก crude extract .....	5
2.7 การทำสารให้บริสุทธิ์ .....	5
2.8 การตรวจสอบลักษณะของสารที่แยกได้ .....	8
บทที่ 3 วิเคราะห์และสรุปผลการทดลอง	
บทที่ 4 ภาคผนวก	
การแยกและหาสูตรโครงสร้างของสารต่าง ๆ จากลำดับของโทงเทง	
4.1 บทนำ .....	27
4.2 เทคนิคต่าง ๆ ที่ใช้ในการทดลอง .....	33
4.3 วิธีสกัด .....	34
4.4 การแยกสารบริสุทธิ์ออกจาก crude extract .....	34



สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
4.5 การทำสำเนาให้บริสุทธิ์ .....	34
4.6 การตรวจสอบลักษณะของสำเนาที่แยกได้ .....	38
4.7 วิจารณ์และสรุปผลการทดลอง .....	43
เอกสารอ้างอิง .....	45
ประวัติการศึกษา .....	47

## รายการตารางประกอบ

## ตารางที่

1.	การแยกสารออกจาก crude ที่ได้จากการสกัดพญาเสือเหล็กโดยวิธี column chromatography .....	7
2.	IR absorption peaks ของสาร m.p. 176 - 178 <sup>o</sup> .....	11
3.	<sup>1</sup> H NMR absorption peaks ของสาร m.p. 176 - 178 <sup>o</sup> .....	12
4.	IR absorption peaks ของสาร m.p. 138 - 139 <sup>o</sup> .....	15
5.	<sup>1</sup> H NMR absorption peaks ของ methyl iodide derivative ของสาร m.p. 176 -178 <sup>o</sup> .....	19
6.	IR absorption peaks ของ acetate ของสาร m.p. 138 - 139 <sup>o</sup> .....	22
7.	ปริมาณ crude ของโทงเทงที่ได้จากการสกัดด้วย trichloromethane .....	36
8.	การแยกสารออกจาก crude ที่ได้จากการสกัดโทงเทงด้วย trichloromethane โดยวิธี column chromatography .....	37
9.	IR absorption peaks ของสาร m.p. 68 - 70 <sup>o</sup> .....	40
10.	<sup>1</sup> H NMR absorption peaks ของสาร m.p. 68 - 70 <sup>o</sup> .....	41

## รายการ spectra ของสารต่าง ๆ

รูปที่	หน้า
1. UV spectrum ของสาร m.p. 176 - 178 <sup>o</sup> .....	9
2. IR spectrum ของสาร m.p. 176 - 178 <sup>o</sup> .....	10
3. <sup>1</sup> H NMR spectrum ของสาร m.p. 176 - 178 <sup>o</sup> .....	10
4. IR spectrum ของสาร m.p. 138 - 139 <sup>o</sup> .....	14
5. <sup>1</sup> H NMR spectrum ของสาร m.p. 138 - 139 <sup>o</sup> .....	14
6. IR spectrum ของ methyl iodide derivative ของสาร m.p. 176 - 178 <sup>o</sup> .	17
7. <sup>1</sup> H NMR spectrum ของ methyl iodide derivative ของสาร m.p. 176 - 178 <sup>o</sup> .....	17
8. <sup>1</sup> H NMR ของ methyl iodide derivative ของสาร m.p. 176 - 178 <sup>o</sup> เมื่อใส่ D <sub>2</sub> O .....	18
9. IR spectrum ของ acetate ของสาร m.p. 138 - 139 <sup>o</sup> .....	21
10. <sup>1</sup> H NMR spectrum ของ acetate ของสาร m.p. 138 - 139 <sup>o</sup> .....	21
11. IR spectrum ของสาร m.p. 68 - 70 <sup>o</sup> .....	39
12. <sup>1</sup> H NMR spectrum ของสาร m.p. 68 - 70 <sup>o</sup> .....	39
13. IR spectrum ของสาร m.p. 233 - 234 <sup>o</sup> .....	42
14. <sup>1</sup> H NMR spectrum ของสาร m.p. 233 - 234 <sup>o</sup> .....	42