

Study of the Chemical Constituents of Oldenlandia diffusa Linn.
and Acanthus ilicifolius Linn., Acanthus ebracteatus Vahl.



Mr. Anant Tangthongkum

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

Department of Chemistry

Graduate School

Chulalongkorn University

1978

การศึกษาสารประกอบทางอินทรีย์เคมีในมากดินน้ำค้างและต้น เหือกปลาหม้อ



นาย อันันต์ ตั้งทองคำ

006323

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

แผนกวิชาเคมี

บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

พ.ศ. 2521

Thesis Title : Study of the Chemical Constituents of Oldenlandia diffusa Linn. and Acanthus ilicifolius Linn.,
Acanthus ebracteatus Vahl.

By : Mr. Anant Tangthongkum

Department : Chemistry

Thesis Advisor : Assistance Professor Udom Kokpol, Ph.D.

Accepted by the Graduate School, Chulalongkorn University in
partial fulfillment of the requirements for the Master's degree.

Visid Prachabmoh. Dean of Graduate School
(Professor Visid Prachabmoh, Ph.D.)

Thesis Committee

Pirawan Bhantumnavin Chairman
(Associate Professor Pirawan Bhantumnavin, Ph.D.)

Padet Sidisunthorn Member
(Professor Padet Sidisunthorn, Ph.D.)

Suchata Jinachitra Member
(Assistance Professor Suchata Jinachitra, M. Phil.)

Udom Kokpol Member
(Assistance Professor Udom Kokpol, Ph.D.)

Copyright of the Graduate School, Chulalongkorn University.

หัวข้อวิทยานิพนธ์ : การศึกษาสารประกอบทางอินทรีย์เคมีในหมากดินน้ำค้างและต้นเหงือกปลาหม่อน

ชื่อนิสิต : นาย อันนท์ ตั้งทองคำ

อาจารย์ที่ปรึกษา : ผศ. ดร. อุดม ก้าวผล

แผนกวิชา : เคมี

ปีการศึกษา : 2520



บทคัดย่อ

การสกัดสารเคมีจากต้นหมากดินน้ำค้างตามวิธีของ Wall ส่วนที่สกัดด้วยปิโตรเลียมอิเทอร์ พบชีฟิง น้ำมัน myricyl alcohol และ stigmasterol ส่วนที่ละลายน้ำพับเกลือคลอไรด์ของโลหะโซเดียม, โป๊สเซียม, แมกนีเซียม และแมงกานิส เป็นส่วนใหญ่ กับเกลือคลอไรด์ของเหล็ก ทองแดง โคบล็อก สังกะสี แคลเซียม และตะกั่ว เล็กน้อย ส่วนที่ละลายน้ำกลอโรฟอร์ม (chloroform) พบว่ามีสารพาก flavonoid อยู่เล็กน้อย จากการหา antitumour activity ของสารที่สกัดได้จากแอลกอฮอล (alcohol) และส่วนที่ละลายน้ำกลอโรฟอร์ม (chloroform) พบว่าไม่มีผลต่อ P₃₈₈ lymphocytic leukemia

การสกัดสารเคมีจากต้นเหงือกปลาหม่อนตามวิธีของ Wall ส่วนที่สกัดด้วยปิโตรเลียมอิเทอร์ พบชีฟิง น้ำมัน myricyl alcohol และ stigmasterol ส่วนที่ละลายน้ำพับเกลือคลอไรด์ของโลหะโซเดียม โป๊สเซียม แมกนีเซียม แคลเซียม และแมงกานิส เป็นส่วนใหญ่ กับเกลือคลอไรด์ของเหล็ก ทองแดง โคบล็อก สังกะสี และตะกั่ว เล็กน้อย ส่วนที่ละลายน้ำมีเทนอล (methanol) พบว่ามี monosaccharide ของ glucose และ galactose สำหรับส่วนที่ละลายน้ำกลอโรฟอร์ม (chloroform) พบว่าเป็นสาร steroid หรือ triterpenoid มีจุดหลอมเหลา 292 °C (decompose)

Thesis Title : Study of the Chemical Constituents of Oldenlandia diffusa Linn. and Acanthus ilicifolius Linn.,
Acanthus ebracteatus Vahl.

Name : Mr. Anant Tangthongkum

Thesis Advisor : Assistance Professor Dr. Udom Kokpol

Department : Chemistry

Academic year : 1977

Abstract

The dry whole plant of Oldenlandia diffusa Linn. was extracted according to Wall's procedure. Wax, oil, myricyl alcohol and stigmasterol were isolated from the petroleum-ether crude extract. The aqueous fraction was mainly chloride salt of potassium, sodium, magnesium, manganese and traces amount of copper, cobalt, zinc, calcium, and lead. Traces amount of flavonoids was found in the chloroform soluble fraction. The ethanol crude extract and the chloroform soluble fraction had no significant autitumour activity against P₃₈₈ lymphocytic leukemia.

The dry whole plant of Acanthus ilicifolius Linn. and Acanthus ebracteatus Vahl. was extracted according to Wall's procedure. Wax, oil, myricyl alcohol and stigmasterol were isolated from the petroleum ether crude extract. The aqueous fraction was mainly chloride salt of sodium, potassium, magnesium, calcium, manganese and traces amount of iron, copper, cobalt, zinc and lead.

A monosaccharide of glucose and galactose was found in the methanol soluble fraction and from the chloroform soluble fraction a steroid or triterpenoid, m.p. 292° C (decompose), was isolated.



ACKNOWLEDGEMENT

I wish to express my sincere appreciation to Dr. Udom Kokpol, my major professor, for his kindness, valuable guidance, and constant encouragement during the course of this work. I am deeply grateful to my committee members, Dr. Pirawan Bhantumnavin, Dr. Padet Sidisunthorn, Archarn Suchata Jinachitra, and Dr. Udom Kokpol for their valuable constructive criticism and helpful suggestions.

Thank is also expressed to Dr. Dep Shiengthong who has kindly helped with suggestions during this course of study and also thank to Mrs. Churairat Rugwatin for valuable spectral data.

This work was made possible by a grant from Faculty of Science, Chulalongkorn University.

CONTENTS

	Page
ABSTRACT (IN THAI)	iv
ABSTRACT	v
ACKNOWLEDGEMENT	vii
LIST OF TABLE	xii
LIST OF SCHEME	xii
LIST OF CHART	xii
GLOSSARY OF ABBREVIATIONS	xiii
 CHAPTER	
I. INTRODUCTION	1
<u>Oldenlandia Linn.</u>	3
<u>Acanthus Linn.</u>	4
II. DISCUSSION AND RESULT OF <u>O. diffusa</u>	6
Criteria for Activity	6
Examination of <u>O. diffusa</u>	8
Compound I	9
IR spectrum	10
Compound I Acetate	10
IR spectrum	10
Compound I Benzoate	11
IR spectrum	11



	Page
Conclusion of Compound I	12
Compound II	13
IR spectrum	13
NMR spectrum	14
MS spectrum	15
Compound II Acetate	16
IR spectrum	16
NMR spectrum	17
MS spectrum	17
Hydrogenation of Compound II	18
IR spectrum	18
NMR spectrum	18
MS spectrum	19
Conclusion of Compound II	19
III. DISCUSSION AND RESULT OF <u>A. ilicifolius</u> &	
<u>A. ebracteatus</u>	26
Compound C	28
Compound C Acetate	29
Conclusion of Compound C	29
IV. EXPERIMENTAL OF <u>O. diffusa</u>	31
General	31
Physical Separation	32
Colour Tests	32

	Page
Extraction and Separation	35
Compound I	38
Spectroscopic data	38
Preparation of Compound I Acetate	40
Spectroscopic data	40
Preparation of Compound I Benzoate	40
Spectroscopic data	41
Compound II	41
Spectroscopic data	41
Preparation of Compound II Acetate	43
Spectroscopic data	43
Hydrogenation of Compound II	44
Spectroscopic data	45
The Chloroform Fraction of <u>O. diffusa</u>	46
V. EXPERIMENTAL OF <u>A. ilicifolius</u> & <u>A. ebracteatus</u>	48
Compound A	49
Spectroscopic data	49
Preparation of Compound A Acetate	49
Spectroscopic data	50
Preparation of Compound A Benzoate	50
Spectroscopic data	50
Compound B	51
Spectroscopic data	51

	Page
Preparation of Compound B Acetate	52
Spectroscopic data	52
Hydrogenation of Compound B	53
Spectroscopic data	53
The Chloroform Fraction of <u>A. ilicifolius</u> & <u>A. ebracteatus</u>	54
Compound C	54
Spectroscopic data	55
Preparation of Compound C Acetate	57
Spectroscopic data	57
The Formation of Osazone of Methanol Soluble Fraction	58
The Formation of Acetate of Methanol Soluble Fraction	59
REFERENCES	61
FIGURE OF SPECTRUM	67
VITA	75

LIST OF TABLES

TABLE	Page
I Activity of the Constituents of <u>O. diffusa</u>	8
II Crude Petroleum ether Extraction	37
III Column Chromatography of the Light Petroleum ether Extract	39
IV Column Chromatography of the Crude Chloroform Soluble Extract	56

LIST OF SCHEMES

SCHEME		
I	21
II	22
III	23
IV	24

LIST OF CHART

CHART		
I	Procedure for Extraction of <u>O. diffusa</u>	36

GLOSSARY OF ABBREVIATIONS

C	centigrade (celcius)
cm ⁻¹	wave numbers (infrared)
ED ₅₀	dose that inhibits growth to 50% of the control growth.
g.	gram (s)
IR	Infrared
NMR	nuclear magnetic resonance
MS	mass spectrum
m/e	mass to charge ratio.
M ⁺	molecular ion in mass spectrum
mg.	milligram (s)
cm ³	cubic centimetre (s)
dm ³	cubic decimetre (s)
m.p.	melting point
MW	molecular weight
NCI	National Cancer Institute, Bethesda, MD 20014
%T/C	ratio of tumour weight of survival times of treated animals to control animals, expressed as percent.
R _f	ratio of displacement of compound to displacement of solvent front (TLC)
O.	<u>Oldenlandia</u>
A.	<u>Acanthus</u>
TLC	thin layer chromatography.
P.E.	petroleum ether

