

องค์ประกอบทางเคมีจากกิ่งของ *Garcinia scorchedinii*

Chemical Constituents from Twigs of  
*Garcinia scorchedinii*

|   |
|---|
| พิเศษชุด คุณพูนิชวงศ์ ธรรมรงค์วัฒนา<br>อาจารย์ผู้สอนและอาจารย์ที่ปรึกษา<br>วิชาเอกภาษาไทย<br>นักศึกษา |
| NO.   |
| วันที่ ๒๐ พฤษภาคม ๒๕๔๓  |

วรรณฤทธิ์ แก้วนก

Wanrudee Kaewnok

|                |
|----------------|
| Order Key ๒๘๒๙ |
| BIB Key ๑๗๖๐๖๔ |

|                     |
|---------------------|
| เลขที่ ๐๔๑๙๕๖๖๓๐๔๐  |
| เลขทะเบียน ๙๗๔๓ ๑.๒ |
| ๒๐ พฤษภาคม ๒๕๔๓     |

วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมีอินทรีย์

มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

Master of Science Thesis in Organic Chemistry

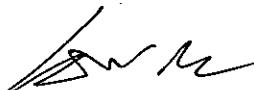
Prince of Songkla University

2543

ชื่อวิทยานิพนธ์ องค์ประกอบทางเคมีจากกิ่งของ *Garcinia scortechinii*  
ผู้เขียน นางสาววรรณฤที แก้วนก  
สาขาวิชา เคมีอินทรีย์  
ปีการศึกษา 2542

## คณะกรรมการที่ปรึกษา

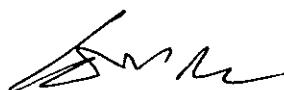
ดร.สุรัตน์ รุจิราภรณ์ ประธานกรรมการ  
(รองศาสตราจารย์ ดร.วชิรินทร์ รุกข์ไชยศิริกุล)

  
..... กรรมการ

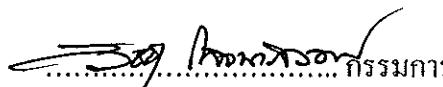
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.นิตติรชนก กะราลัย)

## คณะกรรมการสอบ

ดร.สุรัตน์ รุจิราภรณ์ ประธานกรรมการ  
(รองศาสตราจารย์ ดร.วชิรินทร์ รุกข์ไชยศิริกุล)

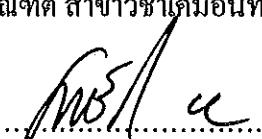
  
..... กรรมการ

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.นิตติรชนก กะราลัย)

  
..... กรรมการ  
(รองศาสตราจารย์ ดร.วิชชุ โลจนาภิวัฒน์)

  
..... กรรมการ  
(ดร.ภาคภูมิ พานิชยุปการนันท์)

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ อนุมัติให้นับวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วน  
หนึ่งของการศึกษา ตามหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมีอินทรีย์

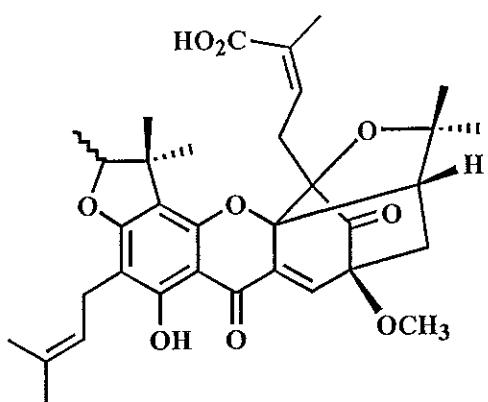
  
.....  
(รองศาสตราจารย์ ดร.นพรัตน์ บำรุงรักษ์)  
กฤษฎีบัณฑิตวิทยาลัย

|                 |  |
|-----------------|--|
| ชื่อวิทยานิพนธ์ | องค์ประกอบทางเคมีจากกิ่งของ <i>Garcinia scortechinii</i> |
| ผู้เขียน        | นางสาววรรษณี แก้วนก                                      |
| สาขาวิชา        | เคมีอินทรีย์   |
| ปีการศึกษา      | 2542   |

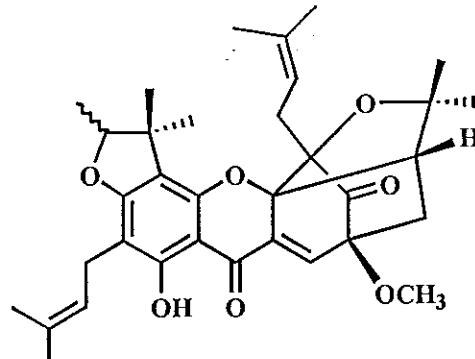
### บทคัดย่อ

ส่วนสักดิ์หยาบเมธานอลจากกิ่ง *Garcinia scortechinii* เมื่อนำมาแยกและทำให้บริสุทธิ์ด้วยวิธีการทางโคมาราฟี สามารถแยกสารได้ 11 สาร เป็นสารใหม่ 3 สาร ซึ่งเป็นสารประเภท caged polyprenylated xanthones ทั้งหมด [scortechinone A (WK3), scortechinone B (WK1) และ scortechinone C (WK5)] สารประเภท triterpene จำนวน 2 สาร [friedelin (WK2) และ WK6] สารประเภท steroid จำนวน 1 สาร [stigmasterol (WK4)] สารประเภท bisflavone จำนวน 4 สาร [GS1, GS3, GS4 และ GS5] และ GS2 ซึ่งไม่สามารถระบุประเภทของสารที่ແเนื่องอนได้

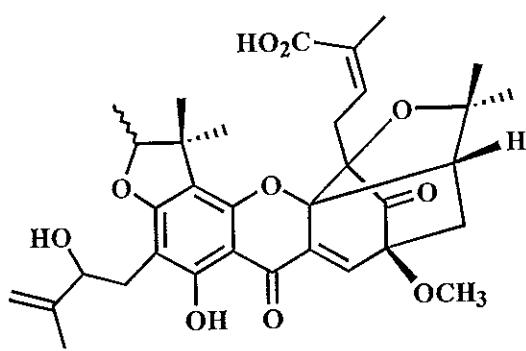
การวิเคราะห์โครงสร้างของ WK1 WK3 และ WK5 ใช้ข้อมูลทางスペกโทรสโคปี โดยเฉพาะ 1D และ 2D NMR สเปกโทรสโคปี ส่วนโครงสร้างของ WK2 WK4 WK6 GS1 และ GS4 ได้จากการเปรียบเทียบข้อมูล <sup>1</sup>H NMR สเปกตรัม และจุดหลอมเหลวกับสารที่ทราบโครงสร้างแล้ว WK6 GS1 และ GS4 ได้เสนอโครงสร้างที่มีความเป็นไปได้มากที่สุด ส่วน GS3 เนื่องจากข้อมูล <sup>1</sup>H NMR สเปกตรัม ไม่เพียงพอที่จะเสนอโครงสร้างที่เป็นไปได้ สำหรับ GS2 และ GS5 ถลายตัวเมื่อวางทึ้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง จึงไม่ทำการวิเคราะห์โครงสร้าง



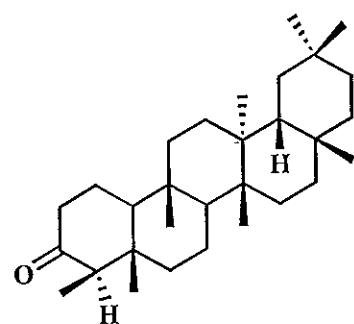
WK1



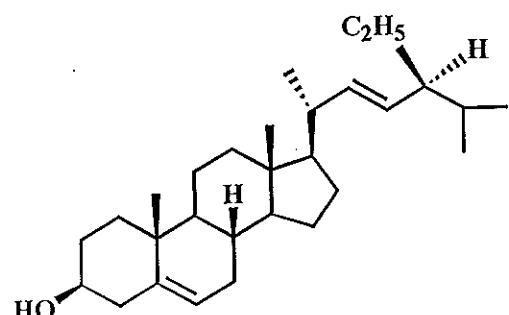
WK3



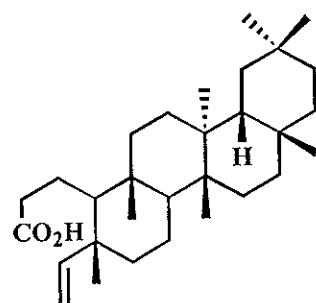
WK5



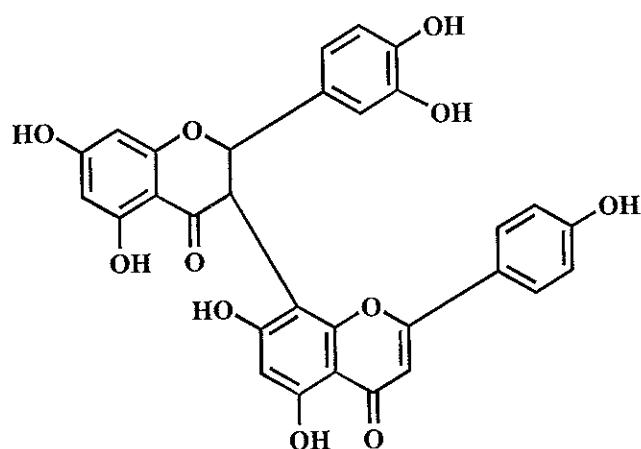
WK2



WK4

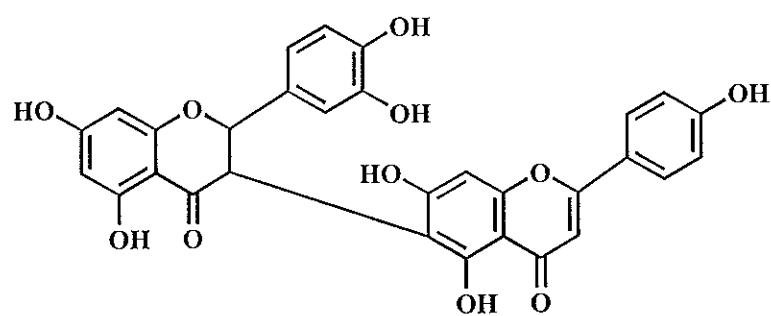


WK6



GS1

(4)



GS4

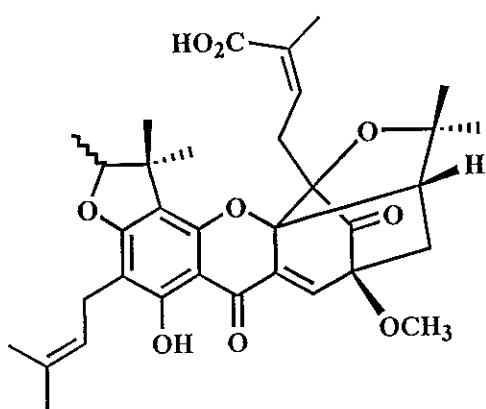
(5)

**Thesis Title**                   Chemical Constituents from Twigs of *Garcinia scorchedinii*  
**Author**                         Miss Wanrudee Kaewnok  
**Major Program**                 Organic Chemistry  
**Academic Year**                 1999

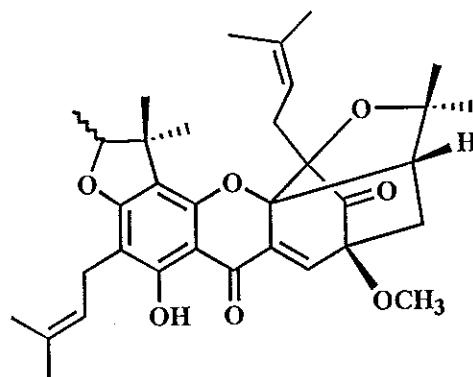
### Abstract

The methanol extract from twigs of *Garcinia scorchedinii*, upon chromatographic separation, yielded eleven compounds : three novel caged polyprenylated xanthones [*scorchedinone A* (WK3), *scorchedinone B* (WK1) and *scorchedinone C* (WK5)], two triterpenes [*friedelin* (WK2) and WK6], one steroid [*stigmasterol* (WK4)], four biflavones [GS1 GS3 GS4 and GS5] and one unidentified compound (GS2).

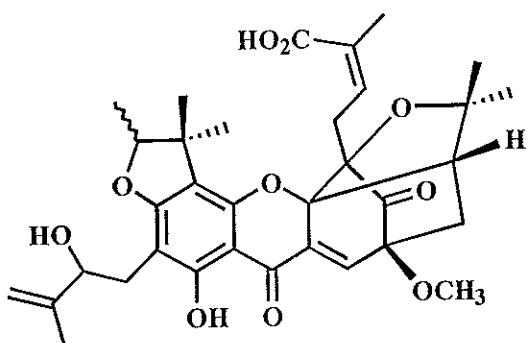
The structure of WK1, WK3 and WK5 was elucidated using 1D and 2D spectroscopic data. The structural analysis of WK2, WK4, WK6, GS1 and GS4 was accomplished by comparison of their <sup>1</sup>H NMR spectra and melting point with known compounds. The possible structures of WK6, GS1 and GS4 were therefore proposed. Unfortunately, the <sup>1</sup>H NMR data of GS3 were insufficient for its structure assignment while GS2 and GS5 remained unidentified because of their instability upon standing at room temperature.



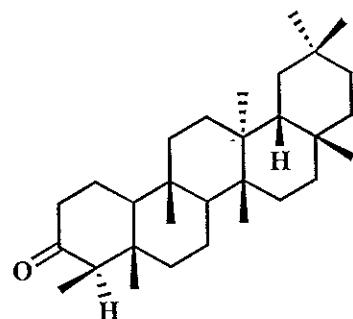
WK1



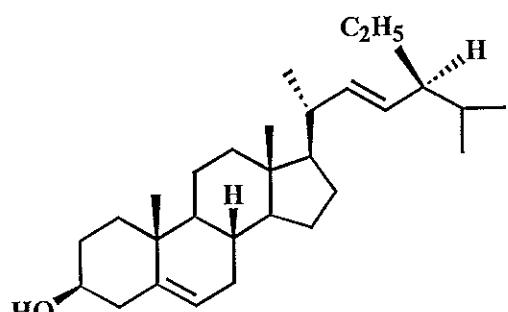
WK3



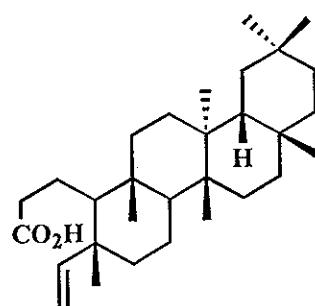
WK5



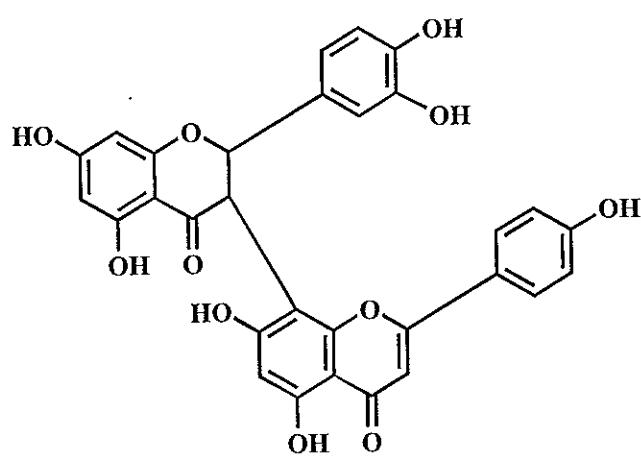
WK2



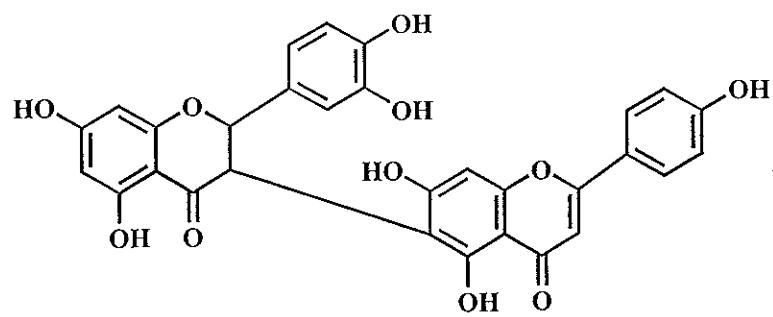
WK4



WK6



GS1



GS4

(8)

## กิตติกรรมประกาศ

ความสำเร็จของวิทยานิพนธ์เล่มนี้ได้รับความกรุณาเป็นอย่างสูงจาก รองศาสตราจารย์ ดร. วัชรินทร์ รุกข์ไชยศิริกุล อาจารย์ที่ปรึกษา ที่ได้ให้แนวคิด คำแนะนำ ในการทำวิจัยและการแก้ไขปัญหาต่างๆ ที่เกิดขึ้น ตลอดจนกรุณาสละเวลาในการตรวจพิจารณา แก้ไขข้อบกพร่องเพื่อให้วิทยานิพนธ์เล่มนี้มีความสมบูรณ์ถูกต้องมากที่สุด ผู้เขียนขอกราบขอบพระคุณเป็นอย่างสูง ขอขอบพระคุณผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. พัตรชนก กระดิษ ที่ปรึกษาร่วมที่ให้คำแนะนำในการทำวิทยานิพนธ์

ขอขอบพระคุณหัวหน้าภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ ที่ให้โอกาสผู้เขียนได้ใช้เครื่องมือของภาควิชาเคมี อาจารย์ภาควิชาเคมีทุกท่านที่ได้กรุณาให้ความรู้ และแนวทางในการศึกษา ตลอดจนเข้าหน้าที่ภาควิชาเคมีทุกท่านที่อำนวยความสะดวกด้านต่างๆ ทำให้งานวิจัยครั้งนี้ลุล่วงไปได้ด้วยดี ขอขอบคุณอาจารย์ประกาศ สว่างโฉต ภาควิชาชีววิทยา คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ และเข้าหน้าที่เขตภักษาพันธุ์สัตว์ป่านำตกลโนนงาช้างที่ กรุณาแนะนำและช่วยเหลือในการเก็บตัวอย่าง คุณบุญสิทธิ์ วัฒน์ไทย และคุณดุษฎี เล่งเขี้ยว ที่ช่วยบันทึกข้อมูลทางนิเวศลีร์เมกเนติกเรไซแนนซ์ รวมทั้งภาควิชาวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ ที่กรุณาให้ใช้เครื่องมือในการบันทึกอินฟราเรด สเปกตรัม ขอขอบพระคุณศาสตราจารย์ Dr. Walter Taylor แห่งมหาวิทยาลัยซิดนีย์ ประเทศออสเตรเลีย เป็นอย่างสูงที่ได้กรุณابันทึกสเปกตรัมต่างๆ ของสารและให้ข้อคิดเห็นเกี่ยวกับโครงสร้างของสาร และขอบคุณบันทึกวิทยาลัยที่ให้ทุนอุดหนุนการวิจัย

ขอขอบพระคุณคุณพ่อ คุณแม่ และครอบครัวที่ได้ให้กำลังใจและกำลังทรัพย์ในการศึกษา จนสำเร็จ ขอขอบคุณคุณอัมฤตาฯ หรรษรัตน์ และคุณสาวพร โภยสมบูรณ์ ตลอดจนผู้ร่วมห้องวิจัย ทุกท่านที่ช่วยเหลือและให้กำลังใจในการทำวิทยานิพนธ์

วรรณฤทธิ์ แก้วนก

## สารบัญ

หน้า

|   |      |
|---|------|
| บททัคย์อ  | (3)  |
| Abstract  | (6)  |
| กิตติกรรมประการ   | (9)  |
| สารบัญ  | (10) |
| รายการตาราง   | (12) |
| รายการภาพประกอบ   | (14) |
| บทที่   |      |
| 1 บทนำ  | 1    |
| บทนำต้นเรื่อง   | 1    |
| การตรวจเอกสารพืชสกุล <i>Garcinia</i>                        | 1    |
| โครงการสร้างของสารประกอบที่แยกได้จากพืชสกุล <i>Garcinia</i> | 13   |
| วัตถุประสงค์  | 48   |
| 2 วิธีการวิจัย  | 49   |
| เครื่องมือและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง                        | 49   |
| ขั้นตอนการสกัด  | 50   |
| วิธีการแยกสารให้บริสุทธิ์                                   | 50   |
| การศึกษาครั้งที่ 1  | 50   |
| การศึกษาส่วนละลายเอธิลอะซิเตท (ET.1)                        | 51   |
| การศึกษาส่วนละลายเมทานอล (ME)                               | 57   |
| การศึกษาครั้งที่ 2  | 70   |
| การศึกษาส่วนละลายเอธิลอะซิเตท (ET.1)                        | 70   |
| การศึกษาส่วนละลายเมทานอล (ME)                               | 83   |
| 3 สรุปและวิจารณ์ผลการทดลอง                                  | 95   |
| การวิเคราะห์โครงสร้างของ WK1                                | 95   |
| การวิเคราะห์โครงสร้างของ WK3                                | 106  |

## สารบัญ(ต่อ)

หน้า

|                              |     |
|------------------------------|-----|
| การวิเคราะห์โครงสร้างของ WK5 | 110 |
| การวิเคราะห์โครงสร้างของ WK2 | 114 |
| การวิเคราะห์โครงสร้างของ WK4 | 115 |
| การวิเคราะห์โครงสร้างของ WK6 | 117 |
| การวิเคราะห์โครงสร้างของ GS1 | 119 |
| การวิเคราะห์โครงสร้างของ GS4 | 125 |
| บรรณานุกรม                   | 181 |
| ประวัติผู้เขียน              | 186 |

## รายการตาราง

| ตาราง   | หน้า |
|---|------|
| 1 พีชสกุล <i>Garcinia</i> และสารประกอบที่พบ   | 2    |
| 2 การถักกิ่ง <i>Garcinia scortechinii</i> ด้วยตัวทำละลายเมธานอล                     | 50   |
| 3 สภาพการละลายของส่วนสกัดหมายเมธานอล  | 50   |
| 4 ส่วนต่างๆที่ได้จากการแยก ET.1 ด้วยวิธีคอกลัมน์โปรแกรมโพกราฟีแบบธรรมชาติ           | 52   |
| 5 ส่วนต่างๆที่ได้จากการแยก E7 ด้วยวิธีคอกลัมน์โปรแกรมโพกราฟีแบบธรรมชาติ             | 54   |
| 6 ส่วนต่างๆที่ได้จากการแยก ME ด้วยวิธีคอกลัมน์โปรแกรมโพกราฟีแบบรวดเร็ว              | 57   |
| 7 ส่วนต่างๆที่ได้จากการแยก D ด้วยวิธีคอกลัมน์โปรแกรมโพกราฟีแบบธรรมชาติ              | 58   |
| 8 ส่วนต่างๆที่ได้จากการแยก UA ด้วยวิธีโปรแกรมโพกราฟีแผ่นหนา                         | 60   |
| 9 ส่วนต่างๆที่ได้จากการแยก UA ด้วยวิธีคอกลัมน์โปรแกรมโพกราฟีแบบธรรมชาติ             | 61   |
| 10 ส่วนต่างๆที่ได้จากการแยก F ด้วยวิธีคอกลัมน์โปรแกรมโพกราฟี ใช้ซิลิกาเจลชนิด RP    | 62   |
| 11 ส่วนต่างๆที่ได้จากการแยก F ด้วยวิธีคอกลัมน์โปรแกรมโพกราฟี ใช้ซิลิกาเจลชนิด RP    | 63   |
| 12 ส่วนต่างๆที่ได้จากการแยก F ด้วยวิธีคอกลัมน์โปรแกรมโพกราฟี ใช้ซิลิกาเจลชนิด RP    | 65   |
| 13 ส่วนต่างๆที่ได้จากการแยก W3.1 รวมกับ W2 ด้วยวิธีคอกลัมน์โปรแกรมโพกราฟี           | 66   |
| <br>แบบธรรมชาติ   |      |
| 14 ส่วนต่างๆที่ได้จากการแยก W4 ด้วยวิธีคอกลัมน์โปรแกรมโพกราฟีแบบธรรมชาติ            | 68   |
| 15 ส่วนต่างๆที่ได้จากการแยก ET.1 ด้วยวิธีคอกลัมน์โปรแกรมโพกราฟีแบบธรรมชาติ          | 71   |
| 16 ส่วนต่างๆที่ได้จากการแยก T4.2 ด้วยวิธีคอกลัมน์โปรแกรมโพกราฟี ใช้ซิลิกาเจลชนิด RP | 77   |
| 17 ส่วนต่างๆที่ได้จากการแยก T7 ด้วยวิธีคอกลัมน์โปรแกรมโพกราฟีแบบธรรมชาติ            | 80   |
| 18 สภาพการละลายของ T11  | 82   |
| 19 ส่วนต่างๆที่ได้จากการแยก ME ด้วยวิธีคอกลัมน์โปรแกรมโพกราฟีแบบรวดเร็ว             | 83   |
| 20 สภาพการละลายของ me6  | 88   |
| 21 ส่วนต่างๆที่ได้จากการแยก me6 ด้วยวิธีคอกลัมน์โปรแกรมโพกราฟี ใช้ซิลิกาเจลชนิด RP  | 89   |
| 22 ส่วนต่างๆที่ได้จากการแยก me7 ด้วยวิธีคอกลัมน์โปรแกรมโพกราฟี ใช้ซิลิกาเจลชนิด RP  | 92   |
| 23 ข้อมูลจาก $^1\text{H}$ NMR สเปกตรัมของ WK1, WK3 และ WK5                          | 96   |

### รายการตาราง (ต่อ)

| ตาราง   | หน้า |
|---|------|
| 24 ตำแหน่งและชนิดของสารบอนของ WK1, WK3 และ WK5 ที่วิเคราะห์<br>ได้จากข้อมูลของ 1D สเปกตรัม ( $^{13}\text{C}$ และ DEPT) และ 2D สเปกตรัม<br>(HMQC และ HMBC) | 98   |
| 25 ข้อมูลบางส่วนจาก $^1\text{H}$ NMR สเปกตรัมของ WK1 และ morellin dimethyl acetal   | 103  |
| 26 ข้อมูล 2D HMBC ของ WK1   | 104  |
| 27 ข้อมูล 1D NOE ของ WK1  | 105  |
| 28 ข้อมูลจากการศึกษาด้วยเทคนิค decoupling   | 107  |
| 29 ข้อมูล 1D NOE ของ WK3  | 108  |
| 30 ข้อมูล 2D HMBC ของ WK3   | 109  |
| 31 ข้อมูล $^1\text{H}$ - $^1\text{H}$ COSY ของ WK5  | 111  |
| 32 ข้อมูล 1D NOE ของ WK5  | 112  |
| 33 ข้อมูล 2D HMBC ของ WK5   | 113  |
| 34 ข้อมูล $^1\text{H}$ NMR ของโครงสร้าง 9 และโครงสร้าง 10   | 123  |
| 35 ข้อมูล $^1\text{H}$ NMR ของ GS1 และ GS4  | 128  |

## รายการภาพประกอบ

| ภาพประกอบ  | หน้า |
|--|------|
| 3.1 แมสสเปกตรัมของ WK1   | 129  |
| 3.2 UV (MeOH) สเปกตรัมของ WK1  | 130  |
| 3.3 IR (KBr) สเปกตรัมของ WK1   | 131  |
| 3.4 $^1\text{H}$ NMR (400 MHz) ( $\text{CDCl}_3$ ) สเปกตรัมของ WK1     | 132  |
| 3.5 $^{13}\text{C}$ NMR (100 MHz) ( $\text{CDCl}_3$ ) สเปกตรัมของ WK1  | 133  |
| 3.6 DEPT $90^\circ$ (125 MHz) ( $\text{CDCl}_3$ ) สเปกตรัมของ WK1      | 134  |
| 3.7 1D NOE สเปกตรัมของ WK1 ฉายรังสีที่โปรตอน $\delta$ 5.67 ppm         | 135  |
| 3.8 1D NOE สเปกตรัมของ WK1 ฉายรังสีที่โปรตอน $\delta$ 5.20 ppm         | 136  |
| 3.9 1D NOE สเปกตรัมของ WK1 ฉายรังสีที่โปรตอน $\delta$ 2.33 ppm         | 137  |
| 3.10 1D NOE สเปกตรัมของ WK1 ฉายรังสีที่โปรตอน $\delta$ 1.37 ppm        | 138  |
| 3.11 $^1\text{H}$ - $^1\text{H}$ COSY สเปกตรัมของ WK1                  | 139  |
| 3.12 2D HMQC สเปกตรัมของ WK1   | 140  |
| 3.13 2D HMBC สเปกตรัมของ WK1   | 141  |
| 3.14 แมสสเปกตรัมของ WK3  | 142  |
| 3.15 UV (MeOH) สเปกตรัมของ WK3   | 143  |
| 3.16 IR (KBr) สเปกตรัมของ WK3  | 144  |
| 3.17 $^1\text{H}$ NMR (400 MHz) ( $\text{CDCl}_3$ ) สเปกตรัมของ WK3    | 145  |
| 3.18 $^{13}\text{C}$ NMR (100 MHz) ( $\text{CDCl}_3$ ) สเปกตรัมของ WK3 | 146  |
| 3.19 DEPT $135^\circ$ (100 MHz) ( $\text{CDCl}_3$ ) สเปกตรัมของ WK3    | 147  |
| 3.20 1D NOE สเปกตรัมของ WK3 ฉายรังสีที่โปรตอน $\delta$ 5.22 ppm        | 148  |
| 3.21 1D NOE สเปกตรัมของ WK3 ฉายรังสีที่โปรตอน $\delta$ 4.37 ppm        | 149  |
| 3.22 1D NOE สเปกตรัมของ WK3 ฉายรังสีที่โปรตอน $\delta$ 1.41 ppm        | 150  |
| 3.23 $^1\text{H}$ - $^1\text{H}$ COSY สเปกตรัมของ WK3                  | 151  |
| 3.24 2D HMQC สเปกตรัมของ WK3   | 152  |
| 3.25 2D HMBC สเปกตรัมของ WK3   | 153  |
| 3.26 แมสสเปกตรัมของ WK5  | 154  |

## รายการภาพประกอบ (ต่อ)

| ภาพประกอบ   | หน้า |
|---|------|
| 3.27 UV (MeOH) สเปกตรัมของ WK5  | 155  |
| 3.28 IR (neat) สเปกตรัมของ WK5  | 156  |
| 3.29 $^1\text{H}$ NMR (400 MHz) ( $\text{CDCl}_3$ ) สเปกตรัมของ WK5                   | 157  |
| 3.30 $^{13}\text{C}$ NMR (100 MHz) ( $\text{CDCl}_3$ ) สเปกตรัมของ WK5                | 158  |
| 3.31 DEPT 135 $^\circ$ (100 MHz) ( $\text{CDCl}_3$ ) สเปกตรัมของ WK5                  | 159  |
| 3.32 $^1\text{H}$ - $^1\text{H}$ COSY สเปกตรัมของ WK5                                 | 160  |
| 3.33 2D HMQC สเปกตรัมของ WK5  | 161  |
| 3.34 2D HMBC สเปกตรัมของ WK5  | 162  |
| 3.35 แมสสเปกตรัมของ WK2   | 163  |
| 3.36 IR (KBr) สเปกตรัมของ WK2   | 164  |
| 3.37 $^1\text{H}$ NMR (500 MHz) ( $\text{CDCl}_3$ ) สเปกตรัมของ WK2                   | 165  |
| 3.38 $^{13}\text{C}$ NMR (125 MHz) ( $\text{CDCl}_3$ ) สเปกตรัมของ WK2                | 166  |
| 3.39 แมสสเปกตรัมของ WK4   | 167  |
| 3.40 IR (KBr) สเปกตรัมของ WK4   | 168  |
| 3.41 $^1\text{H}$ NMR (500 MHz) ( $\text{CDCl}_3$ ) สเปกตรัมของ WK4                   | 169  |
| 3.42 $^{13}\text{C}$ NMR (125 MHz) ( $\text{CDCl}_3$ ) สเปกตรัมของ WK4                | 170  |
| 3.43 แมสสเปกตรัมของ WK6   | 171  |
| 3.44 IR (KBr) สเปกตรัมของ WK6   | 172  |
| 3.45 $^1\text{H}$ NMR (500 MHz) ( $\text{CDCl}_3$ ) สเปกตรัมของ WK6                   | 173  |
| 3.46 $^1\text{H}$ NMR (500 MHz) ( $\text{CD}_3\text{OD}$ ) สเปกตรัมของ GS1            | 174  |
| 3.47 $^1\text{H}$ NMR (500 MHz) ( $\text{CD}_3\text{OD}$ ) สเปกตรัมของ GS2            | 175  |
| 3.48 $^1\text{H}$ NMR (500 MHz) ( $\text{CD}_3\text{OD}$ ) สเปกตรัมของ GS3            | 176  |
| 3.49 UV (MeOH) สเปกตรัมของ GS4  | 177  |
| 3.50 IR (KBr) สเปกตรัมของ GS4   | 178  |
| 3.51 $^1\text{H}$ NMR (500 MHz) ( $\text{DMSO}-d_6 + \text{CDCl}_3$ ) สเปกตรัมของ GS4 | 179  |
| 3.52 $^1\text{H}$ NMR (500 MHz) ( $\text{CD}_3\text{OD}$ ) สเปกตรัมของ GS5            | 180  |

## บทที่ 1

### บทนำ

#### บทนำต้นเรื่อง

*Garcinia scorchedinii* เป็นพืชในวงศ์ Clusiaceae (Guttiferae) เป็นไม้ป่าประทบต้น ลำต้นยาวเรียวยาว สูงประมาณ 4 เมตร แต่งทรงครึ่งอาจสูงถึง 15 เมตร มีขนาดรอบลำต้น 75 เซนติเมตร เปลือกชั้นในมีน้ำยางสีเหลืองถึงสีเหลืองส้ม ในมีลักษณะเป็นรูปไข่ ฐานใบและปลายใบเรียว แผ่นใบบางมีขนาด  $(5 \times 2)-(13 \times 6)$  เซนติเมตร มีเส้นใบ 5-6 คู่ ใบแห้งมีสีน้ำตาลถึงสีเทาเรียบ ยอดออกเป็นช่อตามปุ่มรอบลำต้นและด้านหลังของใบ มีกลีบรองดอก 4 กลีบ และ กลีบดอก 4 กลีบ ซึ่งมีเฉพาะเกสรตัวผู้เรียงตัวเป็นวงกลมอยู่ชิดกับกลีบดอกด้านใน ผลมีลักษณะกลมผิวเรียบเส้นผ่าศูนย์กลาง 1.5 เซนติเมตร โดยที่ 1 ผล มีจำนวนพูมากกว่าหรือน้อยกว่า 4 หุบ ออกกระจายตามกิ่งและลำต้น ผลแห้งมีสีน้ำตาล ลักษณะโดยทั่วไปคล้ายคลึงกับ *Garcinia dumosa* และ *Garcinia urophylla* (Whitmore, 1973)

พืชชนิดนี้พบได้ทั่วไปแพร่มาหลายและประเทศที่มีลักษณะเป็นเนินเขาสูงประมาณ 700 เมตร

#### การตรวจสอบสารพืชสกุล *Garcinia*

จากการสำรวจเอกสารทางเคมีในปี ค.ศ. 1998 พืชสกุล *Garcinia* มีผู้ศึกษาแล้ว 46 ชนิด (อัมนา จันดา, 2541) ต่อมานมีผู้ศึกษาพืชสกุลนี้เพิ่มอีก 8 ชนิดในภายหลัง ได้แก่ *G. assigu* LANTB. *G. atroviridis* *G. dioica* *G. gaudichaudii* *G. griffithii* *G. lateriflora* *G. latissima* และ *G. purpurea* และรายละเอียดของส่วนที่นำมาศึกษาและสารที่แยกได้แสดงไว้ในตารางที่ 1 นอกเหนื่องนี้ยังได้รวมสารที่ไม่ได้รายงานไว้จากการสำรวจในปี ค.ศ. 1998 และสารที่แยกได้เพิ่มจากพืชที่ศึกษามาแล้วในตารางนี้ด้วย

ตาราง 1 พืชสกุล *Garcinia* และสารประกอบที่พบ

| ชื่อพันธุ์ไม้            | ส่วนที่ศึกษา                              | สารประกอบที่พบ   | โครงสร้าง   | เอกสารอ้างอิง              |
|--------------------------|---|--|---|----------------------------|
| <i>G. assigii</i> LANTB. | เปลือกต้น                                 | garcinisidone A<br>assiguxanthone-A<br>assiguxanthone-B<br>maclurin<br>1,3,6,7-tetra(OH)-8-(3-methylbut-2-enyl)xanthone<br>pancixanthone A<br>1,3,5-tri(OH)xanthone<br>1,5-di(OH)xanthone<br>toxyloxanthone B  | 6a<br>14.3a<br>14.3o<br>2b<br>14.3q<br>14.2aa<br>14.2e<br>14.1a<br>14.3cc | Ito, et al., 1997          |
| <i>G. atroviridis</i>    | เปลือกต้น                                 | atroviridin  | 14.3rr  | Kosin, et al., 1998        |
| <i>G. cambogia</i>       | ขา  | camboginol<br>cambogin   | 2f<br>2j  | Rama Rao, et al., 1980     |
| <i>G. conrauana</i>      | แก่นไม้<br>ใบ<br>เปลือกต้น<br>ผล<br>เมล็ด | morelloflavone<br>O-methylfukugetin<br>glucoside of morelloflavone<br>conrauanalactone<br>5,7-di(OH)chromone<br>eriodictyol<br>manniflavanone<br>3-(3",3"-dimethylallyl)-conrauanalactone<br>3-(3",3"-dimethylallyl)-conrauanalactone<br>5,7-di(OH)chromone<br>eriodictyol | 3o<br>3n<br>-<br>10c<br>5b<br>9d<br>3f<br>10d<br>10d<br>5b<br>9d          | Hussain and Waterman, 1982 |

ตาราง 1 (ต่อ)

| ชื่อพื้นถิ่น<br>ในไทย | ส่วนที่<br>ศึกษา | สารประกอบที่พบ   | โครง<br>สร้าง   | เอกสารอ้างอิง  |
|-----------------------|------------------|--|---|--|
| <i>G. cowa</i>        | เปลือกต้น        | 7-O-methylgarcinone E<br>cowanin<br>cowanol<br>cowaxanthone<br>$\beta$ -mangostin  | 14.3ii<br>14.3vv<br>14.3xx<br>14.3ss<br>14.3u                     | Likhitwitayawuid, <i>et al.</i> ,<br>1998                                |
| <i>G. densivenia</i>  | เปลือกต้น        | pyranojacareubin<br>morelloflavone<br>O-methylfukugetin  | 14.3j<br>3o<br>3n   | Waterman and Crichton,<br>1980   |
| <i>G. dioica</i>      | เปลือกต้น        | rubraxanthone<br>1,3,6-tri(OH)-8-(7-(OH)-3,7-di-(Me)-2,5-octadienyl)-7-(OMe)-xanthone<br>1,3,6-tri(OH)-8-(6,7-epoxy-3,7-di-(Me)-2-octenyl)-7-(OMe)-xanthone<br>1,3,7-tri(OH)-2,4-diisoprenyl-xanthone                        | 14.3tt<br>14.3jj<br>14.3kk<br>14.2t                               | Iinuma, <i>et al.</i> , 1996   |
| <i>G. dulcis</i>      | เปลือกต้น<br>ใบ  | euxanthone<br>garciniaxanthone<br>1-O-methylsympoxanthone<br>sympoxanthone<br>12b-hydroxy-des-D-garcigerrin A<br>I-4',I-5,II-5,I-7,II-7-penta(OH)-flavanone-(I-3,II-8)chromone<br>morelloflavone<br>GB-2a<br>volkensiflavone | 14.1b<br>14.3m<br>14.3k<br>14.3l<br>14.2h<br>5c<br>3o<br>3e<br>3j | Likhitwitayawuid, <i>et al.</i> ,<br>1998<br>Ansari and Rahmann,<br>1976 |

ตาราง 1 (ต่อ)

| ชื่อพืชที่ไม้          | ส่วนที่<br>ศึกษา | สารประกอบที่พบ  | โครง<br>สร้าง  | เอกสารอ้างอิง   |
|------------------------|------------------|---|--|---|
| <i>G. dulcis</i>       | ใบ<br>เปลือก莖    | amentoflavone<br>ugaxanthone<br>xanthone V1<br>1,3,7-tri(OH)-2-(3-methylbut-<br>2-enyl)xanthone<br>isoprenylxanthone<br>dulxanthone A<br>dulxanthone B<br>dulxanthone C<br>dulxanthone D<br>GB-1a<br>tolxyloxanthone B<br>gentisein<br>jacareubin | 3v<br>14.3e<br>14.3r<br>14.2y<br>14.3f<br>14.3b<br>14.3c<br>14.3d<br>14.3p<br>3d<br>14.3cc<br>14.2d<br>14.3s | Ansari and Rahmann, 1976<br>Ito, <i>et al.</i> , 1997 |
| <i>G. gaudichaudii</i> | ใบ               | gaudichaudione A<br>gaudichaudione B<br>gaudichaudione C<br>gaudichaudione D  | 14.4p<br>14.4r<br>14.4s<br>14.4q   | Cao, <i>et al.</i> , 1998                             |
| <i>G. griffithii</i>   | เปลือก莖          | griffipavixanthone  | 14.3hh   | Xu, <i>et al.</i> , 1998                              |
| <i>G. hanburyi</i>     | 芽                | gambogic acid<br>isomorellin<br>morellic acid<br>desoxymorellin<br>gambogin<br>morellin dimethyl acetal<br>isomorellin B<br>moreollic acid<br>gambogenic acid   | 14.4a<br>14.4b<br>14.4c<br>14.4d<br>14.4e<br>14.4f<br>14.4g<br>14.4h<br>14.4i                                | Asano, <i>et al.</i> , 1996                           |

ตาราง 1 (ต่อ)

| ชื่อพันธุ์ไม้         | ส่วนที่ศึกษา        | สารประกอบที่พบ   | โครงสร้าง  | เอกสารอ้างอิง  |
|-----------------------|---------------------|--|--|--|
| <i>G. hanburyi</i>    | ยาง                 | gambogenin<br>isogambogenin<br>desoxygambogenin<br>gambogenin dimethyl acetal<br>gambogellic acid<br>hanburin  | 14.4j<br>14.4k<br>14.4l<br>14.4m<br>14.4n<br>14.4o                   | Asano, <i>et al.</i> , 1996  |
| <i>G. kola</i>        | แก่นไม้<br>เม็ดคิ้ว | (+)-GB-1b<br>(-)-GB-1a<br>garcinianin<br>amentoflavone<br>(-)-GB-2a<br>3,8"-biapigenin<br>GB-1<br>GB-2<br>garcinal<br>garciocin acid<br>$\delta$ -tocotrienol<br>garcinianin | 3g<br>3h<br>3a<br>3v<br>3i<br>3p<br>3b<br>3c<br>4b<br>4a<br>4c<br>3a | Terashima, <i>et al.</i> , 1999<br>Terashima, <i>et al.</i> , 1997 |
| <i>G. lateriflora</i> | เปลือกต้น           | lateriflorone  | 10a  | Kosela, <i>et al.</i> , 1999                                       |
| <i>G. latissima</i>   | เปลือกต้น           | latisxanthone A<br>latisxanthone B<br>latisxanthone C<br>latisxanthone D<br>pyranojacareubin<br>isogarcinol<br>GB-1a<br>5-(OH)-7-(OMe)-2-pentylchromone                      | 14.3x<br>14.3y<br>14.3z<br>14.3aa<br>14.3j<br>2d<br>3d<br>5a         | Ito, <i>et al.</i> , 1997  |

ตาราง 1 (ต่อ)

| ชื่อพืชที่ไม้          | ส่วนที่ศึกษา         | สารประกอบที่พบ  | โครงสร้าง   | เอกสารอ้างอิง  |
|------------------------|----------------------|---|---|--|
| <i>G. livingstonei</i> | ผล<br>เปลือกราก      | guttiferone A<br>12b-hydroxy-des-D-garcigerrin A<br>6,11-di(OH)-3-(Me)-3-(4-methylpent-3-enyl)-3H,7H-pyrano[2,3-c]xanthen-7-one<br>6,11-di(OH)-2,2-di(Me)-pyrano-[3,2-c]-xanthen-7(2H)-one<br>1,4,5-tri(OH)-3-(3-methylbut-2-enyl)-9H-xanthen-9-one<br>1,3,5-tri(OH)-4-(3',7'-di(Me)octa-2',6'-dienyl)-9H-xanthen-9-one | 2k<br>14.2h<br>14.2v<br>14.2g<br>14.2u              | Gustafson, et al., 1992<br>Sordat Diserens, et al., 1992 |
| <i>G. lucida</i>       | เปลือกต้น            | 24R, 25 and 24S, 25-epoxy-31-nor-9 $\beta$ -19-cyclolanostan-3 $\beta$ -ol<br>31-nor-9 $\beta$ , 19-cyclolanost-24-en-3 $\beta$ -ol<br>9 $\beta$ , 19-cyclolanost-24-ene-3 $\beta$ , 30-diol  | 13c<br>13d<br>13e                                   | Nyemba, et al., 1990                                     |
| <i>G.mangostana</i> ✓  | น้ำมันหอม<br>ชาโคดอก | acetone<br>benzaldehyde<br>$\alpha$ -bisabolene<br>$\delta$ -cadinene<br>$\gamma$ -cadinene<br>$\alpha$ -copaene<br>ethylcyclohexane<br>furfural<br>5-methylfurfural<br>furfuryl methyl ketone<br>guaiene<br><i>n</i> -heptane  | -<br>-<br>-<br>-<br>-<br>-<br>-<br>-<br>-<br>-<br>- | Macleod and Pieris,<br>1982                              |

ตาราง 1 (ต่อ)

| ชื่อพืชไม้          | ส่วนที่ศึกษา       | สารประกอบที่พบ                          | โครงสร้าง | เอกสารอ้างอิง                     |
|---------------------|--------------------|---|-----------|-----------------------------------|
| <i>G.mangostana</i> | น้ำมันหอม<br>จากผล | <i>cis</i> - hex-3-enyl acetate         | -         | Macleod and Pieris,<br>1982       |
|                     |                    | <i>cis</i> - hex-3-en-1-ol              | -         |                                   |
|                     |                    | <i>trans</i> - hex-2-enal               | -         |                                   |
|                     |                    | hexanal                                 | -         |                                   |
|                     |                    | hexyl acetate                           | -         |                                   |
|                     |                    | dichloromethane                         | -         |                                   |
|                     |                    | nonanal                                 | -         |                                   |
|                     |                    | <i>n</i> -octane                        | -         |                                   |
|                     |                    | phenylacetaldehyde                      | -         |                                   |
|                     |                    | pyridine                                | -         |                                   |
|                     |                    | $\alpha$ -terpineol                     | -         |                                   |
|                     |                    | toluene                                 | -         |                                   |
|                     |                    | dimethylcyclohexane                     | -         |                                   |
|                     |                    | methylbutenol                           | -         |                                   |
|                     |                    | sesquiterpene                           | -         |                                   |
|                     |                    | valencene                               | -         |                                   |
|                     |                    | <i>m</i> -xylene                        | -         |                                   |
|                     |                    | <i>o</i> -xylene                        | -         |                                   |
|                     |                    | <i>p</i> -xylene                        | -         |                                   |
|                     | เมือก              | 1,7-di(OH)-2-isoprenyl-3-(OMe)-xanthone | 14.2x     | Sen, et al., 1981                 |
|                     |                    | <i>Garcinia mangostana</i> xanthone 1   | 14.3bb    |                                   |
|                     |                    | 1,5-di(OH)-2-isoprenyl-3-(OMe)-xanthone | 14.2w     |                                   |
|                     |                    | mangostin                               | 14.3t     |                                   |
|                     |                    | gartanin                                | 14.3mm    |                                   |
|                     |                    | mangostanol                             | 14.3gg    | Chairungsrielerd, et al.,<br>1996 |
|                     |                    | gartanin                                | 14.3mm    |                                   |

ตาราง 1 (ต่อ)

| ชื่อพืชที่ไม้        | ส่วนที่<br>ศึกษา | สารประกอบที่พบ   | โครง<br>สร้าง  | เอกสารอ้างอิง                        |
|----------------------|------------------|--|--|--------------------------------------|
| <i>G. mangostana</i> | เนื้อผล          | 1,7-di(OH)-3-(OMe)-2-( $\gamma,\gamma$ -dimethyl-allyl)xanthone<br>8-deoxygartanin<br>garcinone E<br>epicatechin<br>5,9-di(OH) -8-(OMe)-2,2-di(Me)-7-(3-methylbut-2-enyl)-2H,6H-pyranoside[3,2-b]xanthen-6-one<br>$\alpha$ -mangostin<br>$\gamma$ -mangostin | 14.2z<br>14.2r<br>14.3yy<br>8a<br>14.3ll<br>14.3v<br>14.3w | Chairungsrierd, <i>et al.</i> , 1996 |
|                      | ใบ               | 2-ethyl-3-methylmaleimide-N- $\beta$ -D-glucopyranoside  | 1a   | Krajewski, <i>et al.</i> , 1996      |
| <i>G. mannii</i>     | เปลือกคัน        | 3- $\alpha$ -(OH)-5-(heptadec-8'-enyl)-tetrahydrofuran-2-one<br>manniflavanone   | 10b<br>3f  | Hussain and Waterman, 1982           |
|                      | แก่นไม้          | GB-1<br>GB-2<br>sitosterol<br>stigmasterol<br>xanthochymol<br>manniflavanone   | 3b<br>3c<br>12c<br>12a<br>2g<br>3f                         | Crichton and Waterman, 1979          |
|                      | ใบ               | manniflavanone<br>GB-1<br>GB-2<br>GB-1a<br>manniflavanone<br>GB-1<br>GB-2  | 3f<br>3b<br>3c<br>3d<br>3f<br>3b<br>3c                     | Hussain and Waterman, 1982           |

ตาราง 1 (ต่อ)

| ชื่อพืชที่ไม้        | ส่วนที่ศึกษา    | สารประกอบที่พบ   | โครงสร้าง | เอกสารอ้างอิง              |
|----------------------|-----------------|--|-----------|----------------------------|
| <i>G. manii</i>      | ใบ              | xanthochymol   | 2g        | Hussain and Waterman, 1982 |
| <i>G. nervosa</i>    | ใบ<br>เปลือกต้น | irigenin   | 9a        | Ilyas, et al., 1994        |
|                      |                 | 7-methyltectorigenin   | 9b        |                            |
|                      |                 | nervosin   | 9c        |                            |
|                      |                 | nervosaxanthone  | 14.3ee    | Ampofo and Waterman, 1986  |
|                      |                 | sitosterol   | 12c       |                            |
|                      |                 | stigmasterol   | 12a       |                            |
| <i>G. opaca</i>      | ใบ              | 1,3,5-tri(OH)-6',6'-di(Me)pyrano-(2',3':6,7)-2-(3-methylbut-2-enyl)-4-(1,1-dimethylprop-2-enyl)xanthone                          | 14.3nn    | Goh, et al., 1992          |
|                      |                 | 4'',5''-dihydro-1,5-di(OH)-6',6'-di-(Me)pyrano(2',3':6,7)-2-(3-methylbut-2-enyl)-4'',4'',5''-tri(Me)-furano(2'',3'':3,4)xanthone | 14.3oo    |                            |
|                      |                 | friedelin  | 13a       |                            |
|                      |                 | taraxerol  | -         |                            |
|                      |                 | sitosterol   | 12c       |                            |
|                      |                 | macluraxanthone  | 14.3pp    |                            |
|                      |                 | 1,3,5-tri(OH)-6',6'-di(Me)pyrano-(2',3':6,7)-4-(1,1-di(Me)prop-2-enyl)-xanthone  | 14.3qq    |                            |
|                      |                 |  |           |                            |
|                      |                 |  |           |                            |
|                      |                 |  |           |                            |
| <i>G. ovalifolia</i> | ใบ              | guttiferone E  | 2l        | Guntafson, et al., 1992    |
|                      |                 | isoxanthochymol  | 2h        |                            |
| <i>G. pavifolia</i>  | เปลือกต้น       | griffipavixanthone   | 14.3hh    | Xu, et al., 1998           |
| <i>G. polyantha</i>  | เปลือกต้น       | isorheediaxanthone B   | 14.2cc    | Ampofo and Waterman, 1986  |
|                      |                 | xanthochymol   | 2g        |                            |
|                      |                 | isoxanthochymol  | 2h        |                            |

ตาราง 1 (ต่อ)

| ชื่อพื้นที่ใน<br>ส่วนที่<br>ศึกษา | สารประกอบที่พบ  | โครง<br>สร้าง                                      | เอกสารอ้างอิง              |
|-----------------------------------|---|--|----------------------------|
| <i>G. purpurea</i>                | เปลือกผล<br>garcinol<br>isogarcinol<br>vitexin<br>apigenin-7-O-(6'-methyl ester)-glucuronide<br>luteolin-7-O-(6'-methyl ester)-glucuronide            | 2e<br>2d<br>-<br>-<br>-                            | Iinuma, et al., 1996       |
| <i>G. pyrifera</i>                | เปลือกต้น<br>rubraxanthone<br>isocowanin<br>isocowanol<br>$\beta$ -sitosterol<br>stigmasterol<br>oleanolic aldehyde<br>$\beta$ -amyrin                | 14.3tt<br>14.3uu<br>14.3ww<br>12b<br>12a<br>-<br>- | Ampofo and Waterman, 1986  |
| <i>G. quadrifaria</i>             | เปลือกต้น<br>เมล็ด<br>1,3,5-tri(OH)-4,8-di(3',3'-dimethylallyl)xanthone<br>O-methylfukugetin<br>morelloflavone<br>O-methylfukugetin<br>morelloflavone | 14.2s<br>3n<br>3o<br>3n<br>3o                      | Waterman and Hussain, 1982 |
| <i>G. quaesita</i>                | เปลือกต้น<br>3- $\beta$ -acetoxy oleanolic acid<br>$\alpha$ -spinasterol<br>hermonionic acid<br>decarboxylated of hermonionic acid<br>quaesitol       | -<br>-<br>7b<br>7c<br>7a                           | Gunatilaka, et al., 1984   |
| <i>G. spicata</i>                 | ใบ<br>friedelin<br>$\beta$ -sitosterol<br>friedelian-3 $\beta$ -ol  | 13a<br>12b<br>13b                                  | Gunatilaka, et al., 1984   |

ตาราง 1 (ต่อ)

| ชื่อพื้นที่เมือง       | ส่วนที่<br>ศึกษา | สารประกอบที่พบ                              | โครง<br>สร้าง | เอกสารอ้างอิง   |
|------------------------|------------------|---|---------------|---|
| <i>G. spicata</i>      | ใบ               | GB-1  | 3b            | Gunatilaka, et al., 1984  |
|                        |                  | GB-1a                                       | 3d            |   |
|                        |                  | GB-2a                                       | 3e            |   |
|                        |                  | morelloflavone                              | 3o            |   |
| <i>G. staudtii</i>     | เปลือกต้น        | rheediaxanthone A<br>xanthochymol           | 14.2bb<br>2g  | Waterman and Hussain,<br>1982   |
| <i>G. subelliptica</i> | เนื้อไม้         | 4',6-di(OH)-2,3',4-tri(OMe)<br>benzophenone | 2c            | Minami, et al., 1994<br><br>Minami and Kuwayama,<br>et al., 1996<br><br>Minami and Takahashi,<br>et al., 1996 |
|                        |                  | garciniaxanthone A                          | 14.2j         |   |
|                        |                  | garciniaxanthone B                          | 14.2k         |   |
|                        |                  | garciniaxanthone C                          | 14.2l         |   |
|                        |                  | 1,2,5-tri(OH)xanthone                       | 14.2i         |   |
|                        |                  | 2,6-di(OH)-1,5-di(OMe)xanthone              | 14.3g         |   |
|                        |                  | 1,2-di(OH)-5,6-di(OMe)xanthone              | 14.3h         |   |
|                        |                  | 1,8-di(OH)-6-(OMe)xanthone                  | 14.2c         |   |
|                        |                  | 1,6-di(OH)-5-(OMe)xanthone                  | 14.2b         |   |
|                        |                  | 1,5-di(OH)xanthone                          | 14.1a         |   |
|                        |                  | globuxanthone                               | 14.2n         |   |
|                        |                  | garciniaxanthone D                          | 14.2o         |   |
|                        |                  | garciniaxanthone F                          | 14.2p         |   |
|                        |                  | garciniaxanthone G                          | 14.2m         |   |
|                        |                  | garciniaxanthone H                          | 14.3ff        |   |
|                        |                  | 1,4,5-tri(OH)xanthone                       | 14.2f         |   |
|                        |                  | sympoxanthone                               | 14.3l         |   |
|                        |                  | 1-O-methylsympoxanthone                     | 14.3k         |   |
|                        |                  | garciniaxanthone E                          | 14.3dd        |   |
|                        |                  | sympoxanthone                               | 14.3l         |   |
|                        |                  | 1-O-methylsympoxanthone                     | 14.3k         |   |

ตาราง 1 (ต่อ)

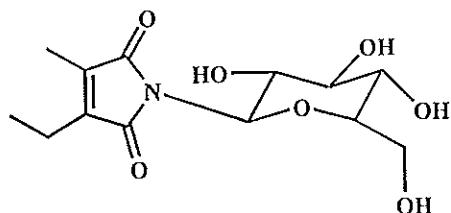
| ชื่อพันธุ์ไม้          | ส่วนที่<br>ศึกษา | สารประกอบที่พบ  | โครง<br>สร้าง | เอกสารอ้างอิง                                 |
|------------------------|------------------|---|---------------|---|
| <i>G. subelliptica</i> | เนื้อไม้         | 2,5-di(OH)-1-(OMe)xanthone  | 14.2a         | Minami and Takahashi,<br><i>et al.</i> , 1996 |
|                        |                  | 1,6-di(OMe)sympoxanthone  | 14.3n         | Minami, <i>et al.</i> , 1998                  |
|                        |                  | 2',3',6-tri(OH)-2,4-di(OMe)-<br>benzophenone                                | 2a            |   |
|                        |                  | garsubellin A   | 11d           | Fukuyama, <i>et al.</i> , 1998                |
|                        |                  | garsubellin B   | 11e           |   |
|                        |                  | garsubellin C   | 11a           |   |
|                        |                  | garsubellin D   | 11b           |   |
|                        |                  | garsubellin E   | 11c           |   |
|                        |                  | garciniaxanthone A  | 14.2j         | Fukuyama, <i>et al.</i> , 1991                |
|                        |                  | garciniaxanthone B  | 14.2k         |   |
|                        | เปลือกผล         | 12b-hydroxy-des-D-garcigerin A  | 14.2h         |   |
|                        |                  | globuxanthone   | 14.2n         |   |
|                        |                  | xanthochymol  | 2g            | Iinuma, <i>et al.</i> , 1996                  |
|                        |                  | isoxanthochymol   | 2h            |   |
|                        |                  | cycloanthochymol  | 2i            |   |
|                        |                  | podocarpusflavone A   | 3u            |   |
| <i>G. thwaitesii</i>   | เนื้อไม้         | II-3',I-4',II-4',I-5,II-5,I-7,II-7-hepta-<br>(OH)-[I-3,II-8]-biflavanone    | 3q            | Gunatilaka, <i>et al.</i> , 1983              |
|                        |                  | I-4',II-4',I-5,II-5,I-7,II-7-hexa-<br>(OH)-[I-3,II-8]-biflavanone           | 3r            |   |
|                        |                  | II-3,I-4',II-4',I-5,II-5,I-7,II-7-hepta-<br>(OH)-[I-3,II-8]-biflavanone     | 3s            |   |
|                        |                  | II-3,II-3',I-4',II-4',I-5,II-5,I-7,II-7-<br>octa(OH)-[I-3,II-8]-biflavanone | 3t            |   |
|                        |                  | $\beta$ -sitosterol   | 12b           |   |

ตาราง 1 (ต่อ)

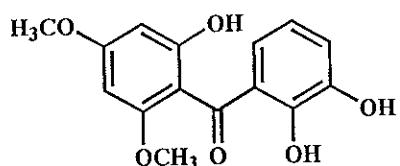
| ชื่อพื้นถิ่น<br>ไม้  | ส่วนที่<br>ศึกษา | สารประกอบที่พบ  | โครง<br>สร้าง     | เอกสารอ้างอิง            |
|----------------------|------------------|---|-------------------|--------------------------|
| <i>G. thwaitesii</i> | เปลือกต้น        | $\beta$ -amyrin<br>tirucallol<br>2,5-di(OH)-1,6-di(OMe)xanthone | -<br>13f<br>14.3i | Gunatilaka, et al., 1983 |

### โครงสร้างของสารประกอบที่แยกได้จากพืชสกุล *Garcinia*

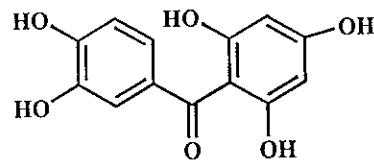
#### 1. Alkaloid

1a: 2-ethyl-3-methylmaleimide-*N*- $\beta$ -D-glucopyranoside

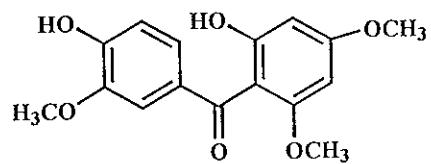
#### 2. Benzophenone



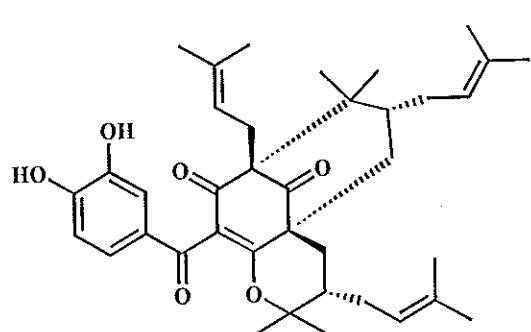
2a: 2',3',6-tri(OH)-2,4-di(OMe)benzophenone



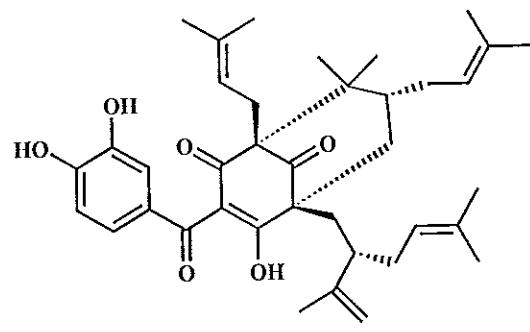
2b: maclurin



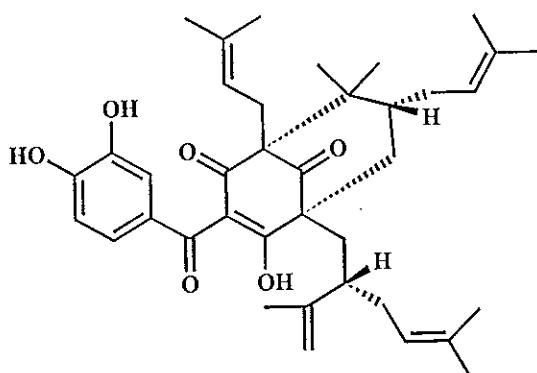
2c: 4',6-di(OH)-2,3',4-tri(OMe)benzophenone



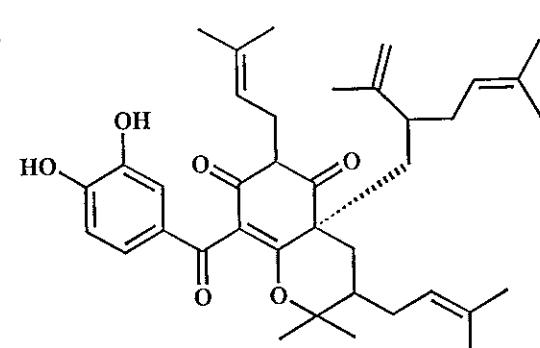
2d: isogarcinol



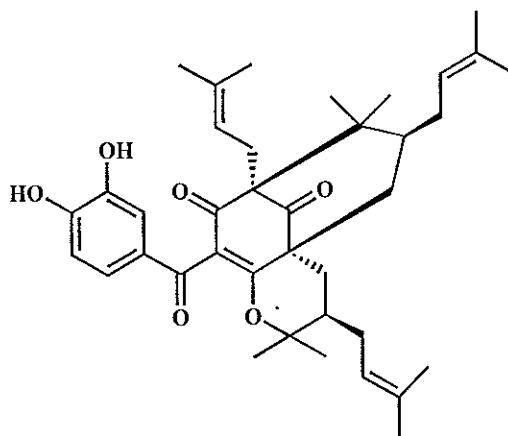
2e: garcinol



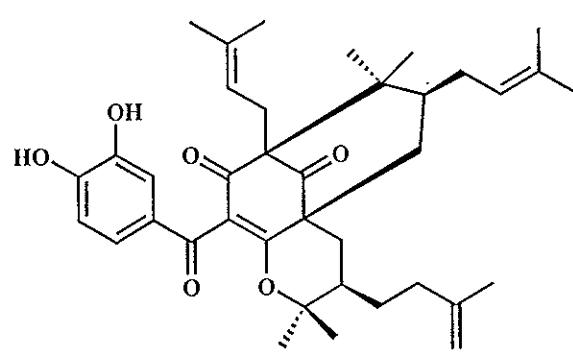
2f: camboginol



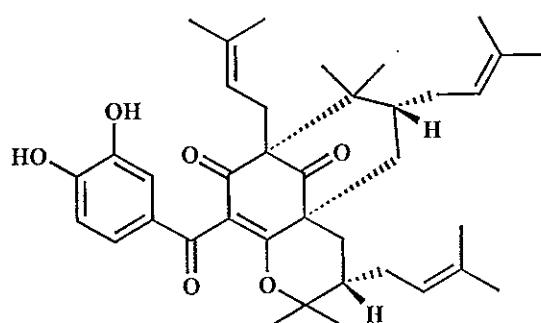
2g: xanthochymol



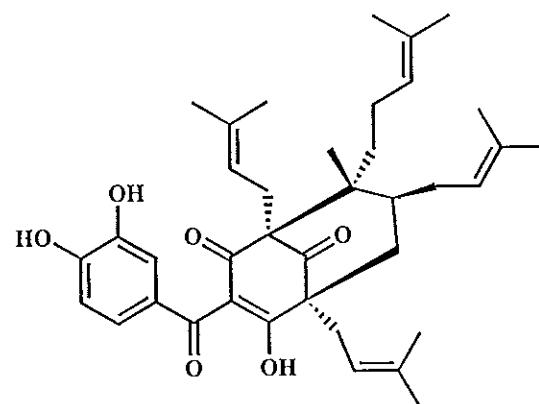
2h: isoxanthochymol



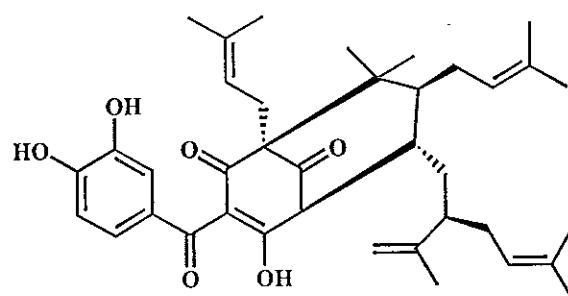
2i: cycloanthochymol



2j: cambogin



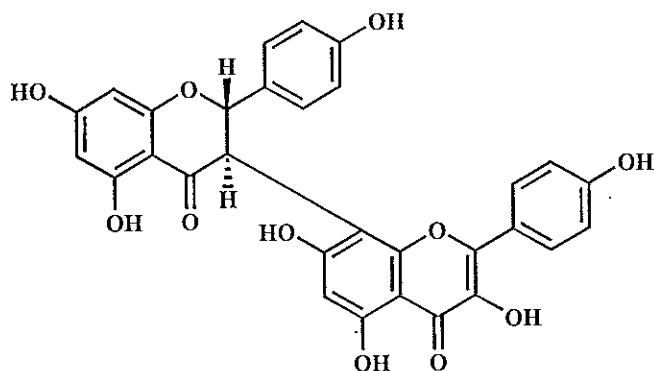
2k: guttiferone A



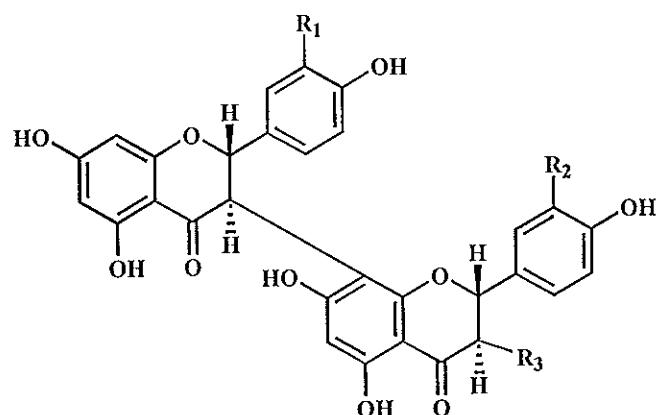
2l: guttiferone E

### 3. Biflavonoid

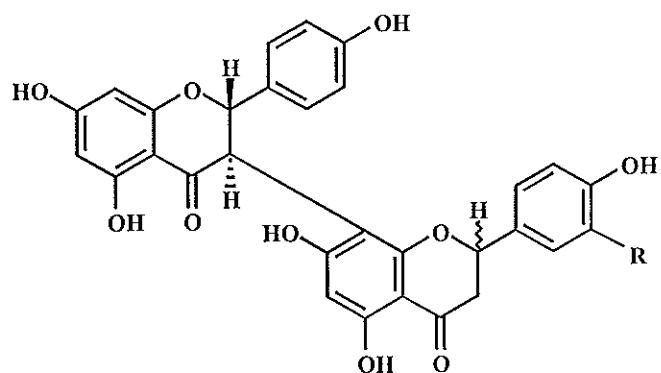
#### 3-8 linked biflavonoid



3a: garcinianin



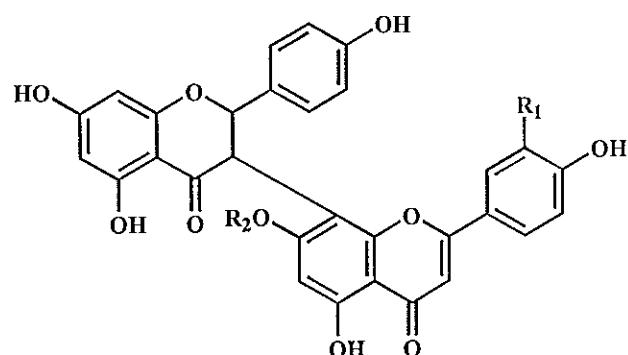
|     | R <sub>1</sub> | R <sub>2</sub> | R <sub>3</sub> |                  |
|-----|----------------|----------------|----------------|------------------|
| 3b: | H              | H              | OH             | : GB-1           |
| 3c: | H              | OH             | OH             | : GB-2           |
| 3d: | H              | H              | H              | : GB-1a          |
| 3e: | H              | OH             | H              | : GB-2a          |
| 3f: | OH             | OH             | OH             | : manniflavanone |



3g; R= H, H-2" $\beta$  : (+)-GB-1b

3h; R= H, H-2" $\alpha$  : (-)-GB-1a

3i; R= OH, H-2" $\beta$  : (-)-GB-2a



R<sub>1</sub>      R<sub>2</sub>

3j:      H      H      : volkensiflavone

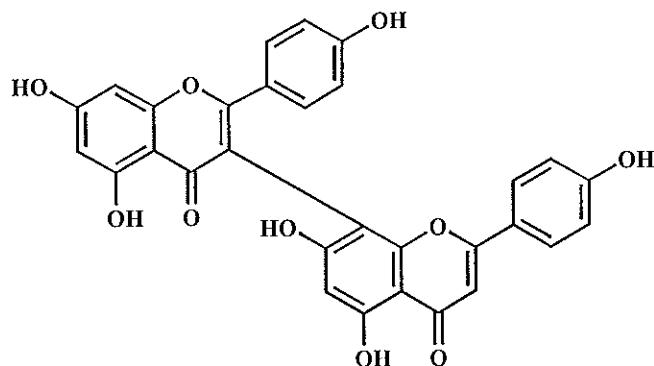
3k:      OH       $\beta$ -D-glucose      : fujikugeside

3l:      OH      H      : fukugetin

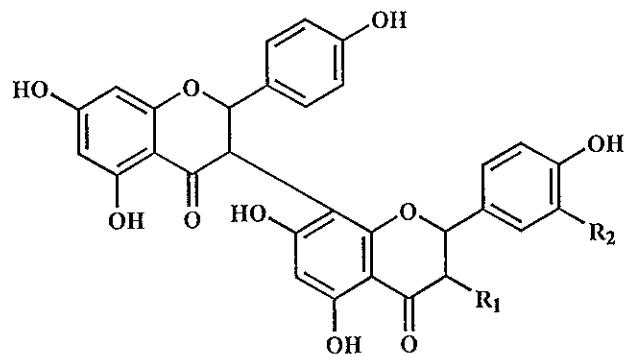
3m:      H       $\beta$ -D-glucose      : spicatiside

3n:      OCH<sub>3</sub>      H      : O-methylfukugetin

3o:      OH      H      : morelloflavone



3p: 3,8''-biapigenin



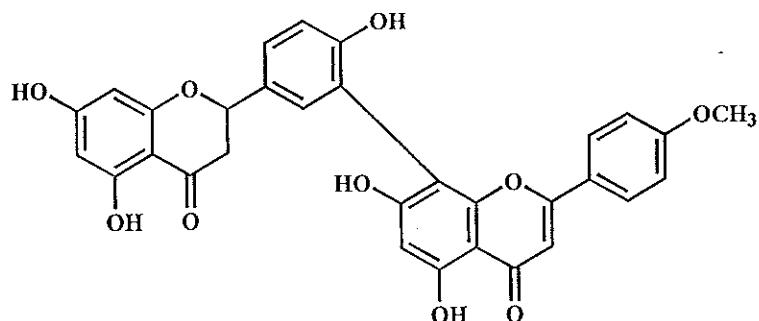
$R_1 \quad R_2$

3q: H      OH    : II-3',I-4',II-4',I-5,II-5,I-7,II-7-hepta(OH)-[I-3,II-8]-biflavanone

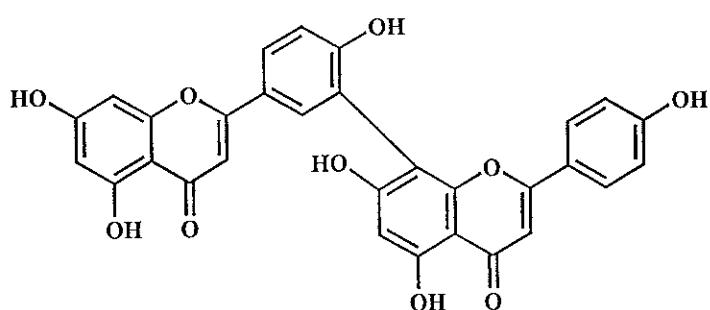
3r: H      H    : I-4',II-4',I-5,II-5,I-7,II-7-hexa(OH)-[I-3,II-8]-biflavanone

3s: OH      H    : II-3,I-4',II-4',I-5,II-5,I-7,II-7-hepta(OH)-[I-3,II-8]-biflavanone

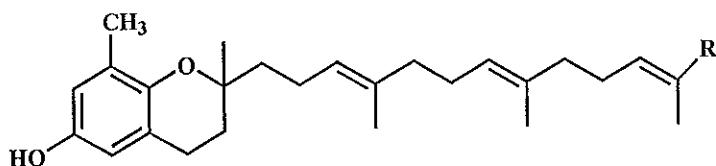
3t: OH      OH    : II-3,II-3',I-4',II-4',I-5,II-5,I-7,II-7-octa(OH)-[I-3,II-8]-biflavanone

**3'-8 linked biflavonoid**

3u: podocarpusflavone A



3v: amentoflavone

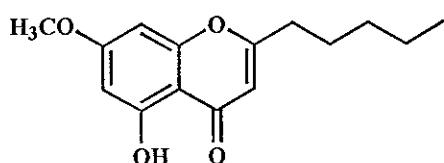
**4. Chromanol**

4a; R= COOH : garcinoic acid

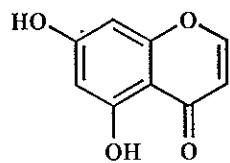
4b; R= CHO : garcinal

4c; R= Me :  $\delta$ -tocotrienol

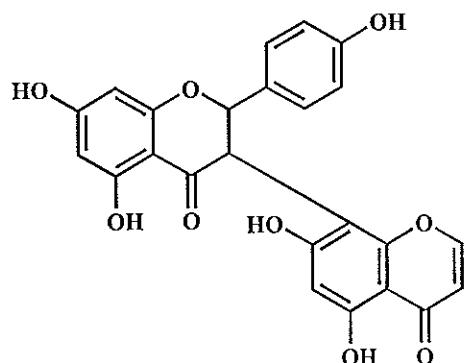
### 5. Chromone



5a: 5-(OH)-7-(OMe)-2-pentylchromone

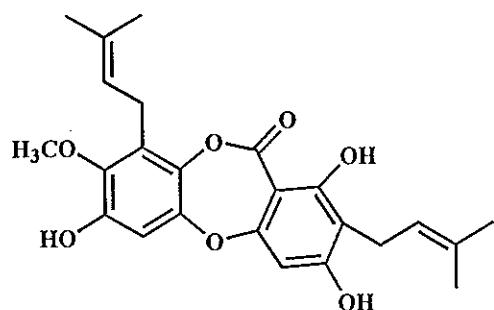


5b: 5,7-di(OH)chromone



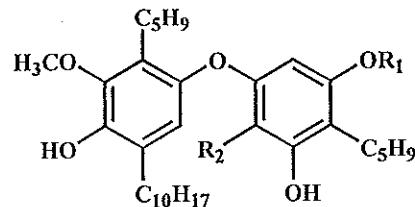
5c: I-4',I-5,II-5,I-7,II-7-penta(OH)flavanone-[I-3,II-8]-chromone

### 6. Depsidone



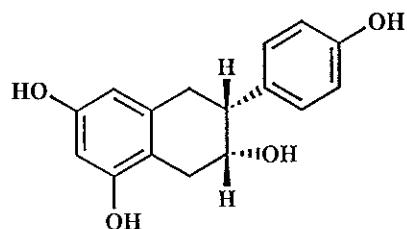
6a: garcinisidone A

**7. Diphenyl ether**



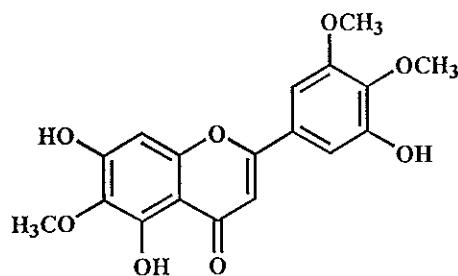
|     | R <sub>1</sub>  | R <sub>2</sub>    |                                     |
|-----|-----------------|-------------------|-------------------------------------|
| 7a: | H               | H                 | : quaesitol                         |
| 7b: | CH <sub>3</sub> | CO <sub>2</sub> H | : hermonionic acid                  |
| 7c: | CH <sub>3</sub> | H                 | : decarboxylate of hermonionic acid |

**8. Flavane**

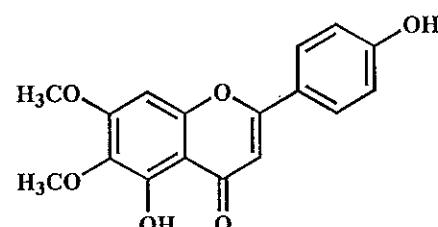


8a: (-)-epicatechin

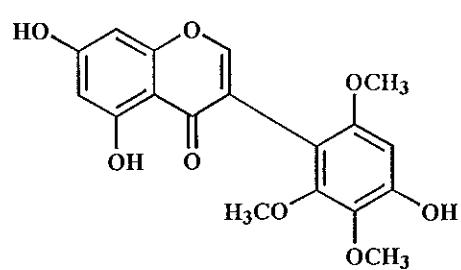
**9. Flavone**



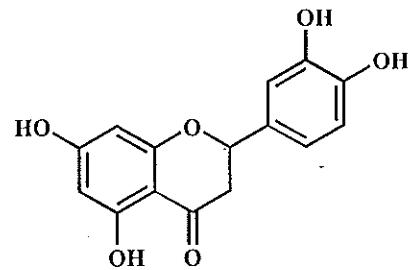
9a: irigenin



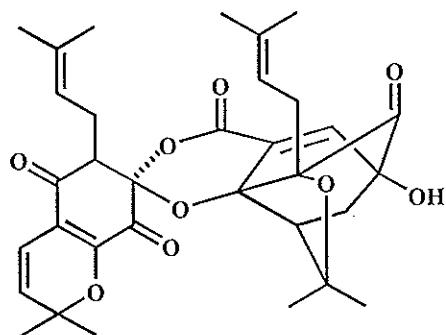
9b: 7-methyltectorigenin



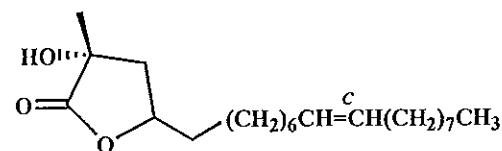
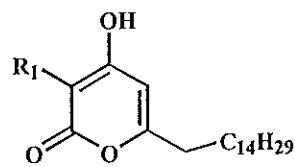
9c: nervosin



9d: eriodictyol

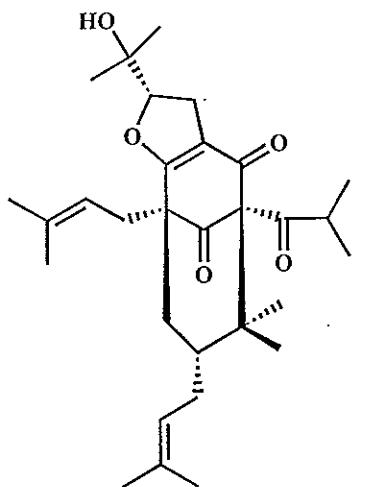
**10. Lactone**

10a: lateriflorone

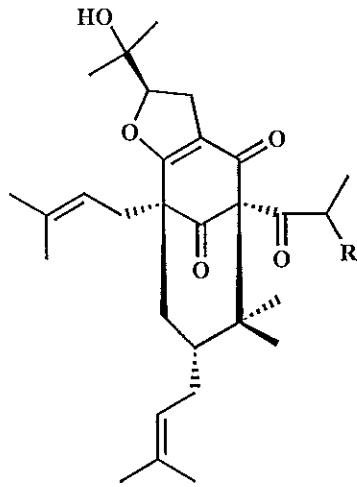
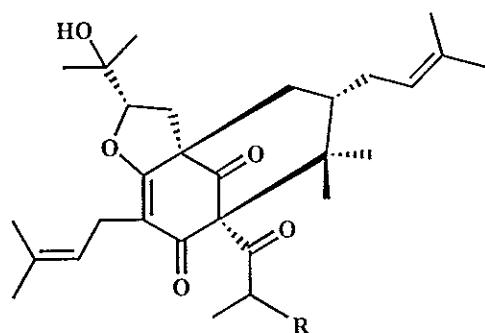
10b: 3- $\alpha$ -(OH)-5-(heptadec-8'-enyl)-  
tetrahydrofuran-2-oneR<sub>1</sub>

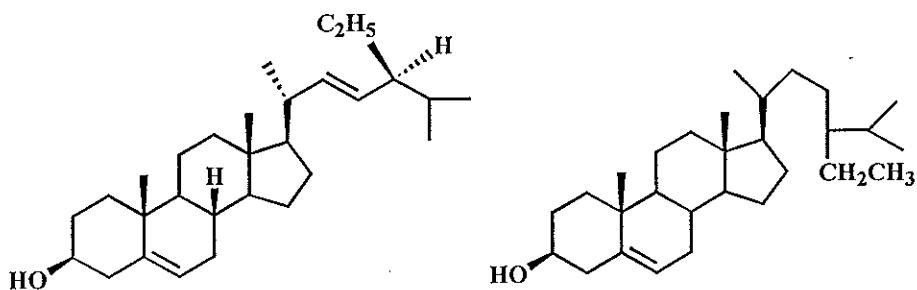
10c: H : conrauanalactone

10d: isoprenyl : 3-(3'',3''-dimethylallyl)conrauanalactone

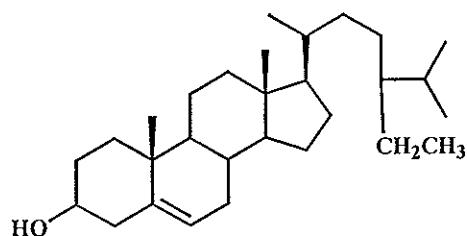
**11. Phloroglucinol**

11a: garsubellin C

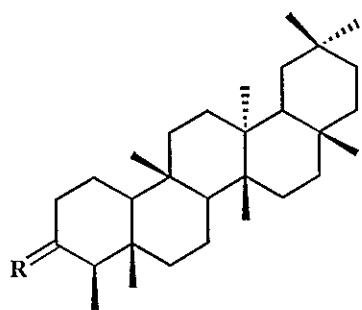
11b: R = CH<sub>3</sub> : garsubellin D11c: R = CH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub> : garsubellin E11d: R = CH<sub>3</sub> : garsubellin A11e: R = CH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub> : garsubellin B

**12. Steroid**

12a: stigmasterol

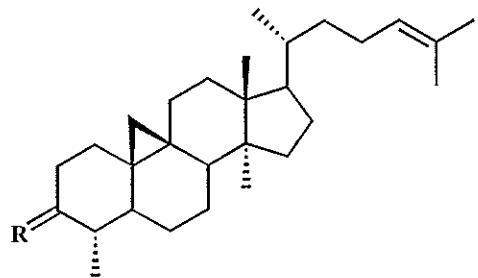
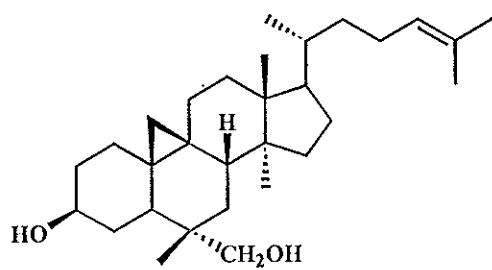
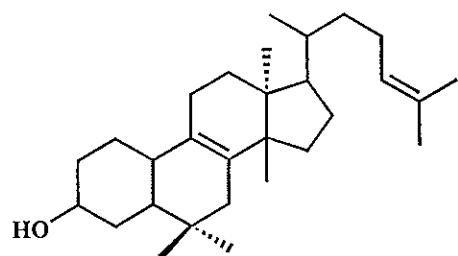
12b:  $\beta$ -sitosterol

12c: sitosterol

**13. Triterpene**

13a: R = O : friedelin

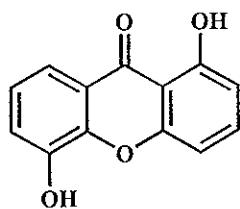
13b: R = H,  $\beta$ -OH : friedelan-3 $\beta$ -ol

13c: R = H,  $\beta$ -OH, 24,25-epoxide: 24*S*,25-epoxy-31-nor-9 $\beta$ ,19-cyclolanostan-3 $\beta$ -ol13d: R = H,  $\beta$ -OH: 31-nor-9 $\beta$ ,19-cyclolanost-24-ene-3 $\beta$ -ol13e: 9 $\beta$ -19-cyclolanost-24-ene-3 $\beta$ ,30-diol

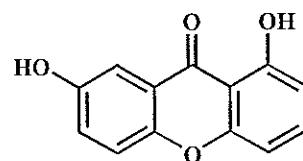
13f: tirucallol

## 14. Xanthone

### 14.1 dioxyxanthone

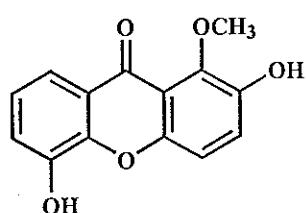


14.1a: 1,5-di(OH)xanthone

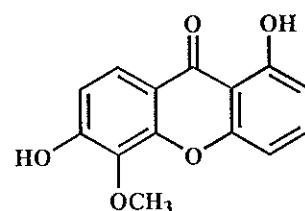


14.1b: euxanthone

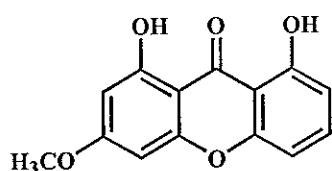
### 14.2 trioxyxanthone



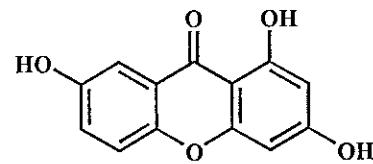
14.2a: 2,5-di(OH)-1-(OMe)xanthone



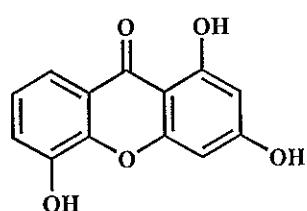
14.2b: 1,6-di(OH)-5-(OMe)xanthone



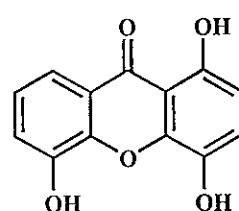
14.2c: 1,8-di(OH)-6-(OMe)xanthone



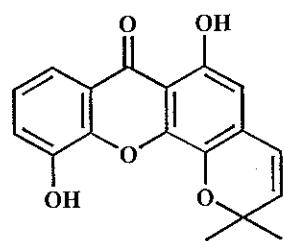
14.2d: gentisein



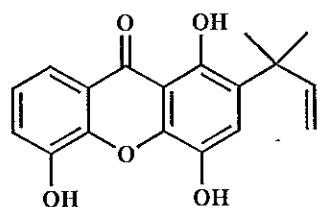
14.2e: 1,3,5-tri(OH)xanthone



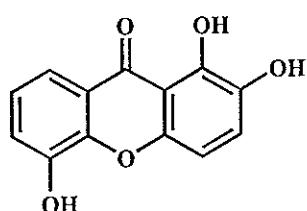
14.2f: 1,4,5-tri(OH)xanthone



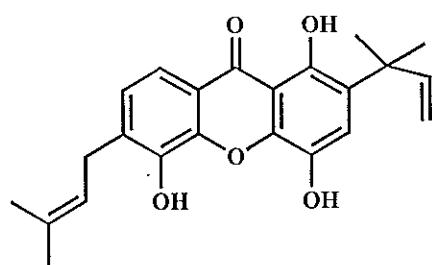
14.2g: 6,11-di(OH)-2,2-di(Me)-pyranoc[3,2-c]xanthene-7(2H)-one



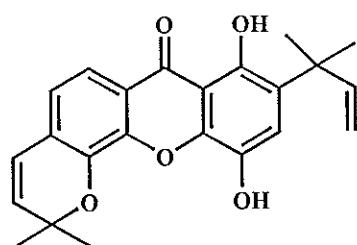
14.2h: 12b-hydroxy-des-D-garcigerin A



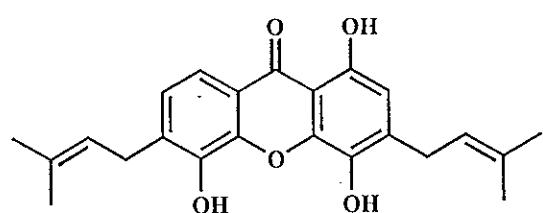
14.2i: 1,2,5-tri(OH)xanthone



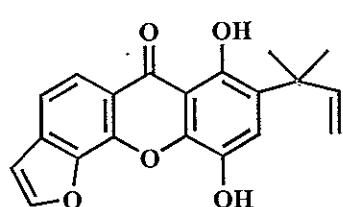
14.2j: garciniaxanthone A



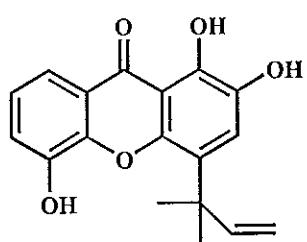
14.2k: garciniaxanthone B



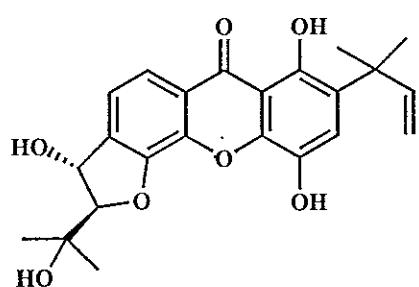
14.2l: garciniaxanthone C



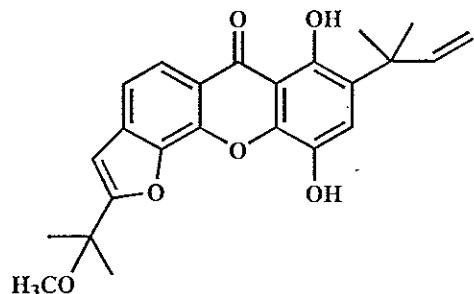
14.2m: garciniaxanthone G



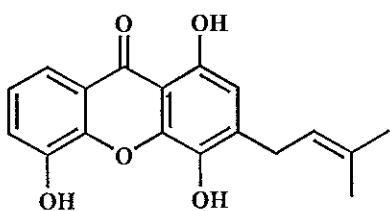
14.2n: globuxanthone



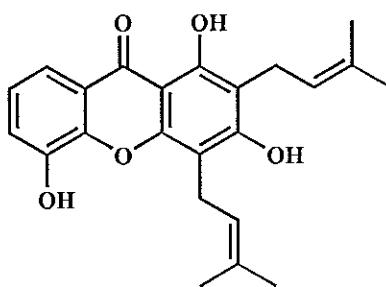
14.2o: garciniaxanthone D



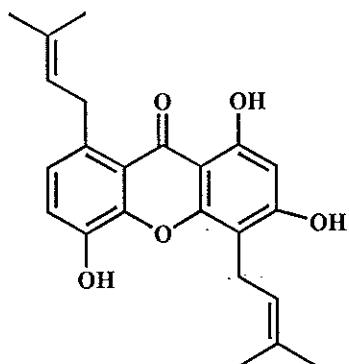
14.2p: garciniaxanthone F



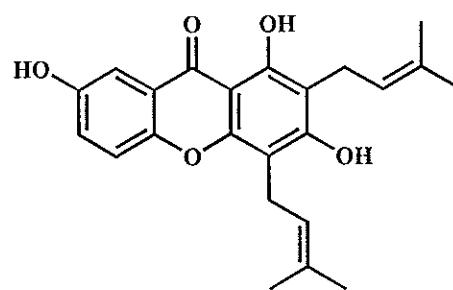
14.2q: 1,4,5-tri(OH)-3-(3-methylbut-2-enyl)-9H-xanthen-9-one



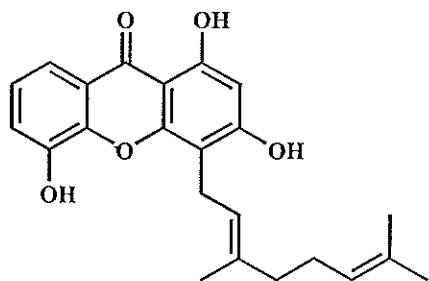
14.2r: 8-deoxygartanin



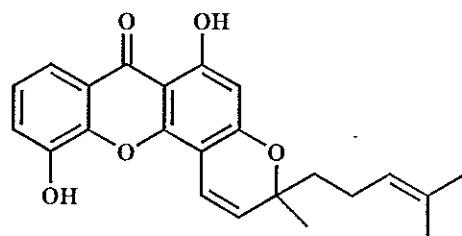
14.2s: 1,3,5-tri(OH)-4,8-di(3,3-dimethylallyl)xanthone



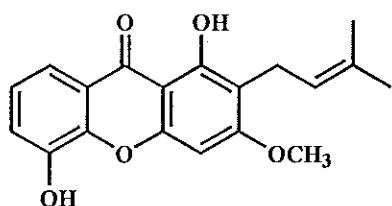
14.2t: 1,3,7-tri(OH)-2,4-diisoprenylxanthone



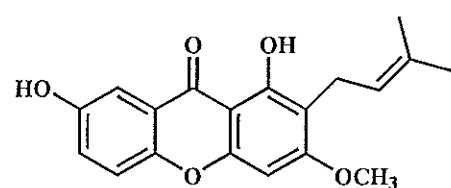
14.2u: 1,3,5-tri(OH)-4-(3',7'-di(Me)octa-2',6'-dienyl)-9H-xanthen-9-one



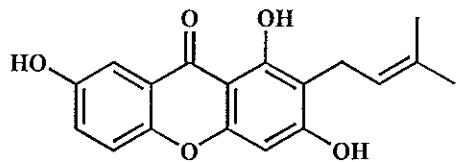
14.2v: 6,11-di(OH)-3-(Me)-3-(4-methylpent-3-enyl)-2H,7H-pyranos[2,3-c]xanthen-7-one



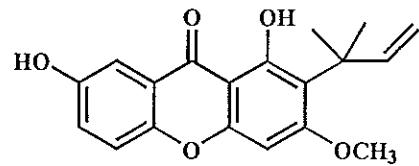
14.2w: 1,5-di(OH)-2-isoprenyl-3-(OMe)xanthone



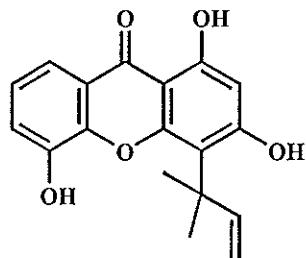
14.2x: 1,7-di(OH)-2-isoprenyl-3-(OMe)xanthone



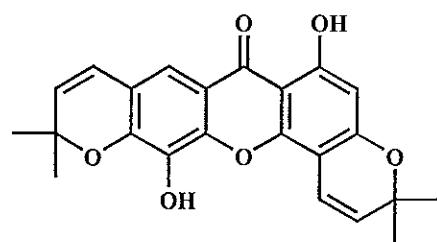
14.2y: 1,3,7-tri(OH)-2-(3-methylbut-2-enyl)-xanthone



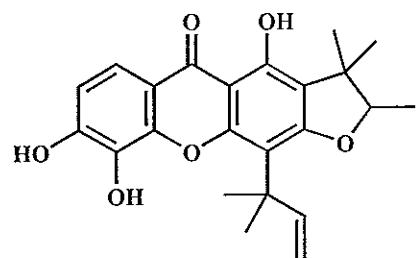
14.2z: 1,7-di(OH)-3-(OMe)-2-( $\gamma,\gamma$ -dimethylallyl)xanthone



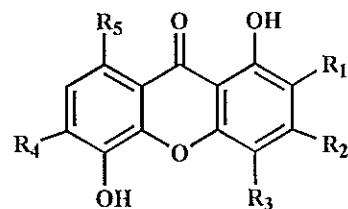
14.2aa: pancixanthone A



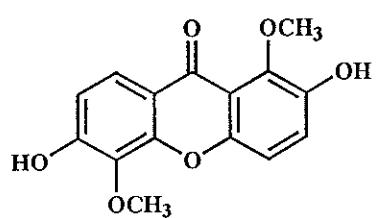
14.2bb: rheedioxanthone A



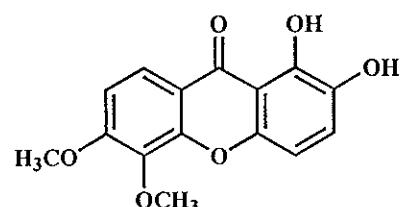
14.2cc: isorheediaxanthone B

**14.3 tetraoxoxyanthone**

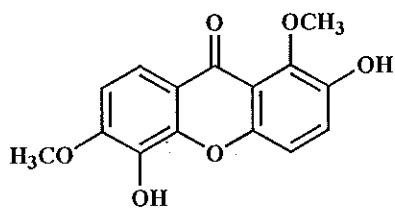
|        | R <sub>1</sub> | R <sub>2</sub>   | R <sub>3</sub> | R <sub>4</sub>   | R <sub>5</sub> |                     |
|--------|----------------|------------------|----------------|------------------|----------------|---------------------|
| 14.3a: | H              | OH               |                | OH               | H              | : assiguxanthone A  |
| 14.3b: | H              | OCH <sub>3</sub> | isoprenyl      | OH               | H              | : dulxanthone A     |
| 14.3c: | isoprenyl      | OCH <sub>3</sub> | isoprenyl      | OH               | H              | : dulxanthone B     |
| 14.3d: | H              | OCH <sub>3</sub> | isoprenyl      | OCH <sub>3</sub> | isoprenyl      | : dulxanthone C     |
| 14.3e: | H              | OH               | isoprenyl      | OH               | H              | : ugaxanthone       |
| 14.3f: | isoprenyl      | OH               | H              | OH               | H              | : isoprenylxanthone |



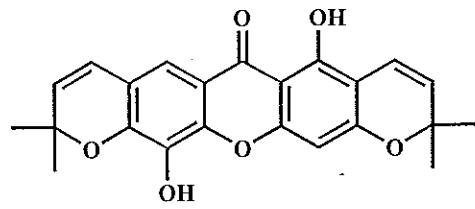
14.3g: 2,6-di(OH)-1,5-di(OMe)xanthone



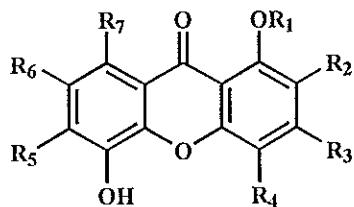
14.3h: 1,2-di(OH)-5,6-di(OMe)xanthone



14.3i: 2,5-di(OH)-1,6-di(OMe)xanthone



14.3j: pyranojacareubin



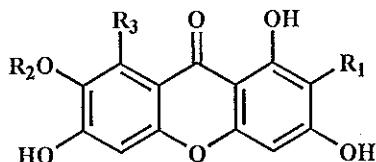
R<sub>1</sub>    R<sub>2</sub>    R<sub>3</sub>    R<sub>4</sub>    R<sub>5</sub>    R<sub>6</sub>    R<sub>7</sub>

14.3k: Me   OH   H     OH   H   H   : 1-O-methyl-symphoxanthone

14.3l: H   OH   H     OH   H   H   : symphoxanthone

14.3m: H   H   OH   H   OH   geranyl   isoprenyl   : garciniaxanthone

14.3n: Me   OH   H     OMe   H   H   : 1,6-di(OMe)-sympoxanthone

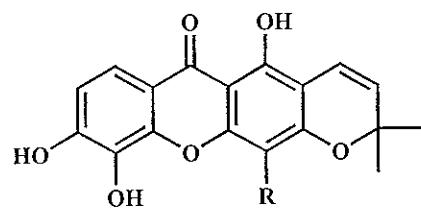


R<sub>1</sub>      R<sub>2</sub>      R<sub>3</sub>

14.3o: isoprenyl      H      H      : assiguxanthone B

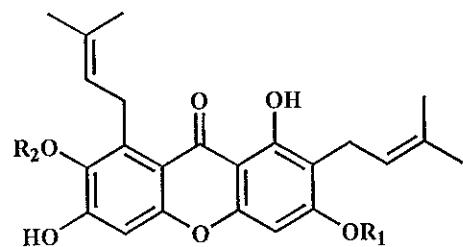
14.3p: H      Me      isoprenyl      : dulxanthone D

14.3q: H      H      isoprenyl      : 1,3,6,7-tetra(OH)-8-(3-methyl-but-2-enyl)xanthone



14.3r: R = isoprenyl : xanthone V1

14.3s: R = H : jacareubin



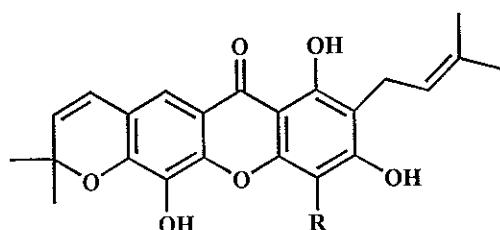
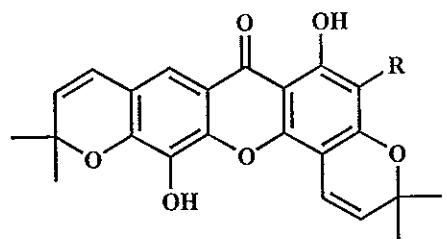
R<sub>1</sub>      R<sub>2</sub>

14.3t:    H      Me      : mangostin

14.3u:    Me      Me      :  $\beta$ -mangostin

14.3v:    H      Me      :  $\alpha$ -mangostin

14.3w:    H      H      :  $\gamma$ -mangostin

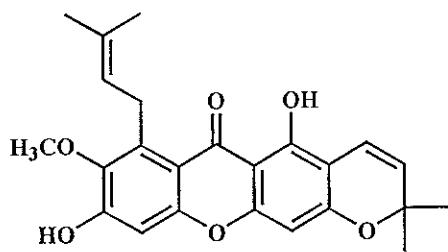
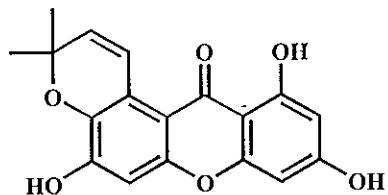


14.3x: R = isoprenyl : latisxanthone A

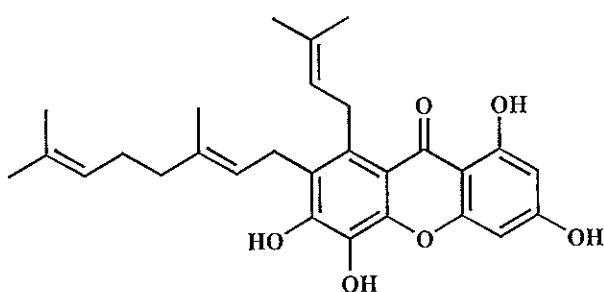
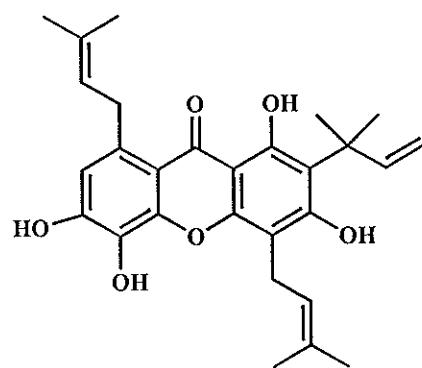
14.3z: R = isoprenyl : latisxanthone C

14.3y; R = : latisxanthone B

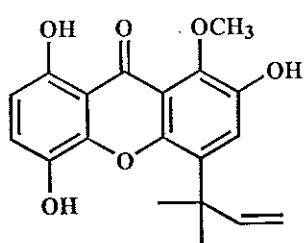
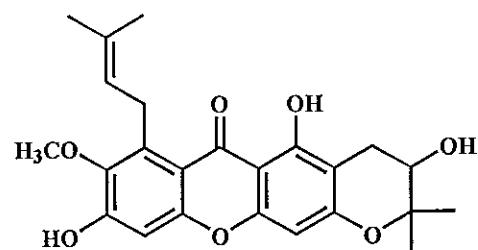
14.3aa: R = H : latisxanthone D

14.3bb: *garcinia mangostana* xanthone 1

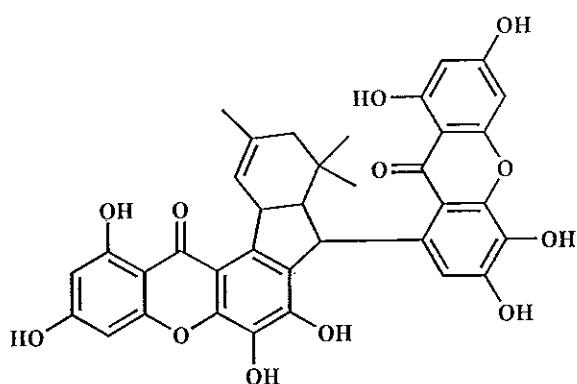
14.3cc: toxyloxanthone B

14.3dd: *garciniaxanthone E*

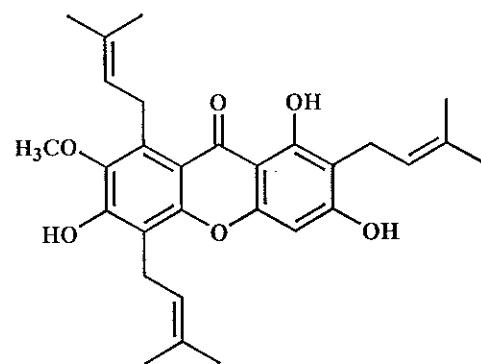
14.3ee: nervosaxanthone

14.3ff: *garciniaxanthone H*

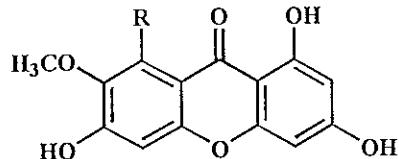
14.3gg: mangostanol



14.3hh: griffipavixanthone

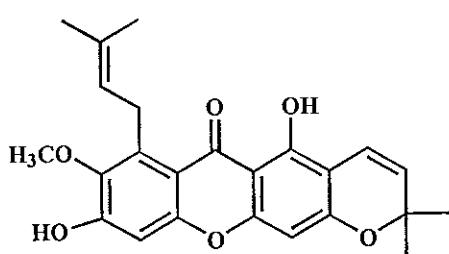


14.3ii: 7-O-methylgarcinone E

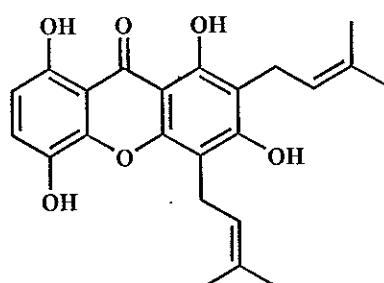


14.3jj:  $R = \text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}=\text{CH}-\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2\text{OH}$  : 1,3,6-tri(OH)-8-(7-(OH)-3,7-di(Me)-2,5-octadienyl)-7-(OMe)xanthone

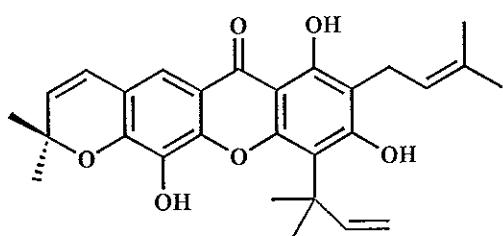
14.3kk:  $R = \text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}=\text{CH}-\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2\text{O}$  : 1,3,6-tri(OH)-8-(6,7-epoxy-3,7-di(Me)-2-octadienyl)-7-(OMe)xanthone



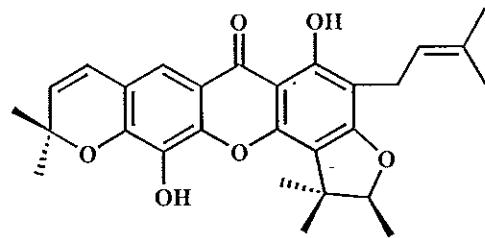
14.3ll: 5,9-di(OH)-8-(OMe)-2,2-di(Me)-7-(3-methylbut-2-enyl)-2H,6H-pyranono[3,2-b]xanthen-6-one



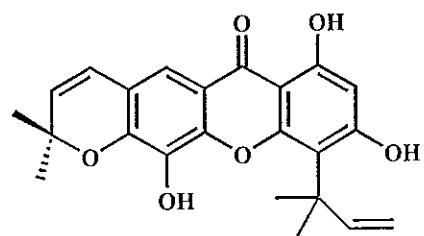
14.3mm: gartanin



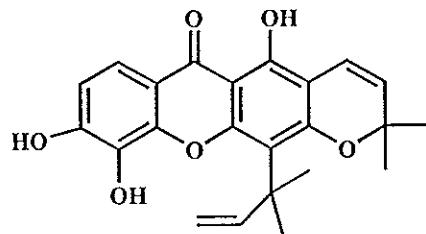
14.3nn: 1,3,5-tri(OH)-6',6'-di(Me)pyrano-(2',3':6,7)-2-(3-methylbut-2-enyl)-4-(1,1-di(Me)prop-2-enyl)xanthone



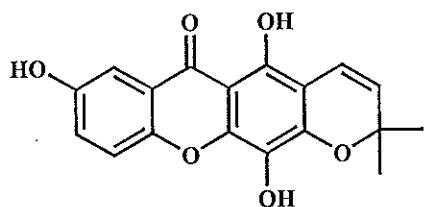
14.3oo: 4'',5''-dihydro-1,5-di(OH)-6',6'-di(Me)pyrano(2',3':6,7)-2-(3-methylbut-2-enyl)-4'',4'''-tri(Me)furan(2'',3'':3,4)xanthone



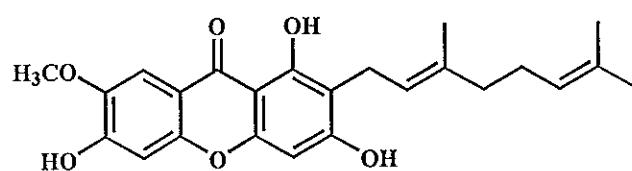
14.3pp: macluraxanthone



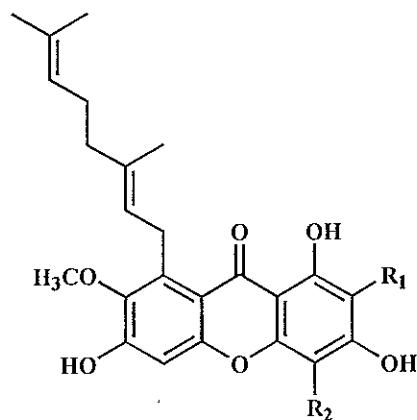
14.3qq: 1,3,5-tri(OH)-6',6'-di(Me)pyrano-(2',3':6,7)-4-[1,1-di(Me)prop-2-enyl]xanthone



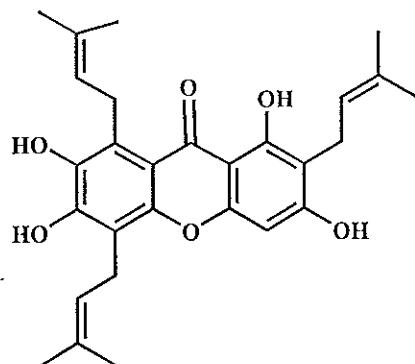
14.3rr: atroviridin



14.3ss: cowaxanthone

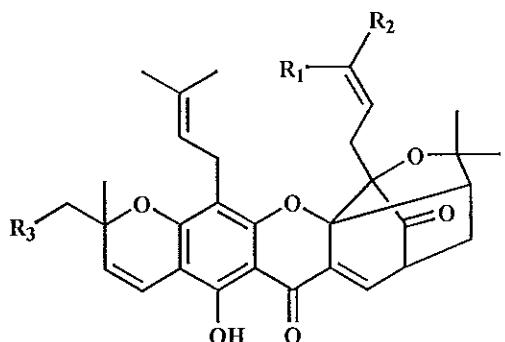


|         | R <sub>1</sub>                             | R <sub>2</sub>                             |                 |
|---------|--|--|-----------------|
| 14.3tt: | H  | H  | : rubraxanthone |
| 14.3uu: | H  | isoprenyl                                  | : isocowanin    |
| 14.3vv: | isoprenyl                                  | H  | : cowanin       |
| 14.3ww: | H  | CH <sub>2</sub> CH=C(Me)CH <sub>2</sub> OH | : isocowanol    |
| 14.3xx: | CH <sub>2</sub> CH=C(Me)CH <sub>2</sub> OH | H  | : cowanol       |



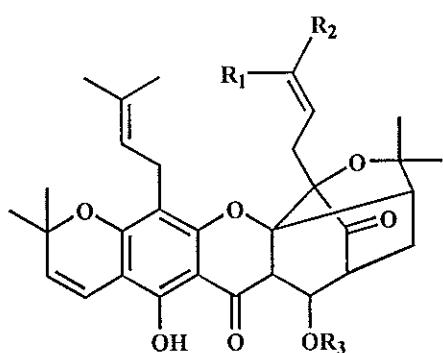
14.3yy: garcinone E

#### 14.4 caged polyprenylated xanthones



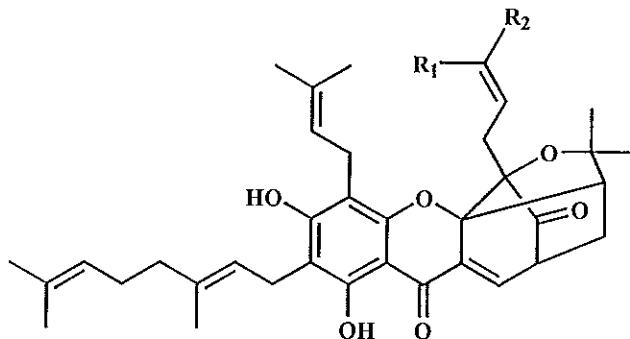
R<sub>1</sub>      R<sub>2</sub>      R<sub>3</sub>

- |        |                      |     |        |                            |
|--------|----------------------|-----|--------|----------------------------|
| 14.4a: | CO <sub>2</sub> H    | Me  | prenyl | : gambogic acid            |
| 14.4b: | Me                   | CHO | H      | : isomorellin              |
| 14.4c: | CO <sub>2</sub> H    | Me  | H      | : morelllic acid           |
| 14.4d: | Me                   | Me  | H      | : desoxymorellin           |
| 14.4e: | Me                   | Me  | prenyl | : gambogin                 |
| 14.4f: | CH(OMe) <sub>2</sub> | Me  | H      | : morellin dimethyl acetal |



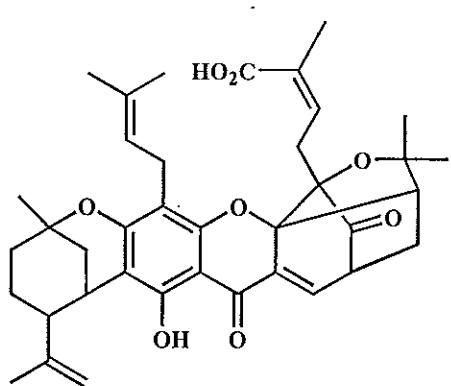
R<sub>1</sub>      R<sub>2</sub>      R<sub>3</sub>

- |        |                   |     |    |                  |
|--------|-------------------|-----|----|------------------|
| 14.4g: | Me                | CHO | Me | : isomorellin B  |
| 14.4h: | CO <sub>2</sub> H | Me  | Me | : morelllic acid |

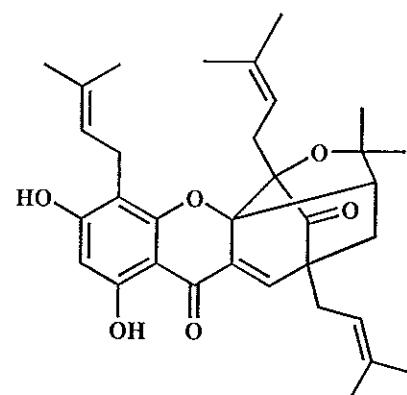


R<sub>1</sub>            R<sub>2</sub>

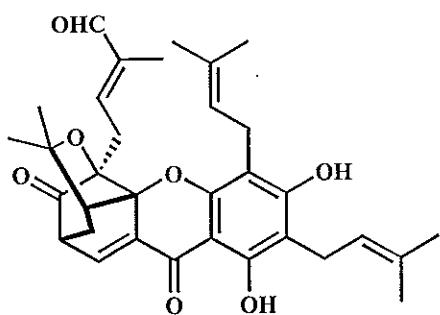
- |        |                      |     |                              |
|--------|----------------------|-----|------------------------------|
| 14.4i: | CO <sub>2</sub> H    | Me  | : gambogenic acid            |
| 14.4j: | CHO                  | Me  | : gambogenin                 |
| 14.4k: | Me                   | CHO | : isogambogenin              |
| 14.4l: | Me                   | Me  | : desoxygambogenin           |
| 14.4m: | CH(OMe) <sub>2</sub> | Me  | : gambogenin dimethyl acetal |



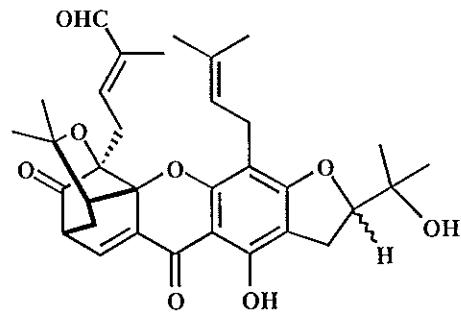
14.4n: gambogellic acid



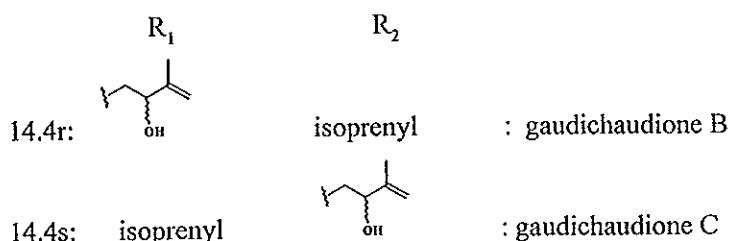
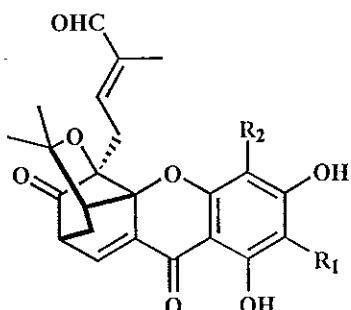
14.4o: hanburin



14.4p: gaudichaudione A



14.4q: gaudichaudione D



จากการวิเคราะห์โครงสร้างของสารประกอบที่แยกได้จากถั่ว *Garcinia scorchedinii* พบว่า สารองค์ประกอบส่วนใหญ่เป็นสารประเภท caged polyprenylated xanthones และ biflavone จึงได้รวบรวมข้อมูลทางเดียวกันของ caged polyprenylated xanthones และ biflavone ที่แยกได้จากพืชสกุล *Garcinia* มีดังนี้

### 1. Caged polyprenylated xanthones

จากรายงานการวิจัยที่ผ่านมาพบว่า ในปี ค.ศ. 1996 J. Asano และคณะได้รายงานผลการศึกษาสารเคมีที่แยกได้จากถั่วของ *Garcinia hanburyi* ซึ่งจัดเป็นสารประกอบประเภท caged polyprenylated xanthones โดยมีข้อมูลทางเดียวกันของสารบางสารดังนี้

### Gambogin (ของผงสมุนไพร diastereomeric isomers)

: ของหนึ่งคู่สีเหลือง

:  $[\alpha]^{27.0}_D -360^\circ$  ( $c = 0.1, \text{CHCl}_3$ )

: IR (KBr)  $\bar{\nu}$  (cm $^{-1}$ ) 3450, 2970, 2925, 2850, 1732, 1635, 1592, 1438, 1329, 1170, 1132

: UV  $\lambda_{\max}^{\text{EtOH}}$  (nm) ( $\log \varepsilon$ ) 362 (4.10), 292 (4.21), 283 (4.18)

:  $^1\text{H NMR}$  ( $\text{CDCl}_3$ ) ( $\delta$  ppm) 12.89 (*s*, 1H), 7.44 (*d*,  $J = 7.0$  Hz, 1H), 6.68 (*d*,  $J = 10.0$  Hz, 1H), 5.46/5.45 (*d*,  $J = 10.0$  Hz, 1H), 5.21 (*m*, 1H), 5.07 (*m*, 1H), 4.43 (*m*, 1H), 3.49 (*dd*,  $J = 7.0$  และ  $4.7$  Hz, 1H), 3.32 (*m*, 2H), 2.57 (*d*,  $J = 7.4$  Hz, 2H), 2.48 (*d*,  $J = 9.3$  Hz, 1H), 2.31 (*dd*,  $J = 13.6$  และ  $4.7$  Hz, 1H), 2.07 (*m*, 2H), 1.76 (*s*, 3H), 1.71 (*s*, 3H), 1.74-1.64 (*m*, 2H), 1.66 (*s*, 6H), 1.57 (*s*, 3H), 1.41/1.40 (*s*, 3H), 1.37 (*s*, 3H), 1.34 (*dd*,  $J = 13.6$  และ  $9.3$  Hz, 1H), 1.29 (*s*, 3H), 1.03 (*s*, 3H)

:  $^{13}\text{C NMR}$  ( $\text{CDCl}_3$ ) ( $\delta$  ppm) 203.59/203.56, 179.5, 160.9/160.8, 157.90, 157.5, 135.0, 133.8, 133.7, 132.0, 131.7, 124.8/124.7, 123.8/123.7, 122.3/122.2, 117.9, 116.1/116.0, 107.9/107.8, 102.6, 100.5, 90.5, 84.7/84.6, 83.2, 81.1/81.0, 49.2, 46.9, 41.9/41.8, 30.14/30.11, 29.1, 28.8, 27.40/27.30, 25.8, 25.7, 25.6, 25.5, 22.8/22.7, 21.6, 18.20, 17.7/17.6, 16.74/16.71

### Morellin dimethyl acetal

: ของหนึ่งคู่สีเหลือง

:  $[\alpha]^{24.0}_D -405^\circ$  ( $c = 0.1, \text{CHCl}_3$ )

: UV  $\lambda_{\max}^{\text{EtOH}}$  (nm) ( $\log \varepsilon$ ) 361 (3.88), 290 (3.97), 280 (4.00)

:  $^1\text{H NMR}$  ( $\text{CDCl}_3$ ) ( $\delta$  ppm) 12.85 (*s*, 1H), 7.50 (*d*,  $J = 6.8$  Hz, 1H), 6.64 (*d*,  $J = 9.9$  Hz, 1H), 5.51 (*d*,  $J = 9.9$  Hz, 1H), 5.17 (*m*, 1H), 5.07 (*m*, 1H), 4.48 (*s*, 1H), 3.49 (*dd*,  $J = 6.8$  และ  $4.4$  Hz, 1H), 3.30 (*d*,  $J = 7.2$  Hz, 2H), 3.10 (*s*, 3H), 3.04 (*s*, 3H), 2.62 (*d*,  $J = 7.3$  Hz, 2H), 2.51 (*d*,  $J = 9.5$  Hz, 1H), 2.33 (*dd*,  $J = 13.4$  และ  $4.4$  Hz, 1H), 1.77 (*s*, 3H), 1.71 (*s*, 3H), 1.67 (*s*, 3H), 1.47 (*s*, 3H), 1.45 (*d*,  $J = 1.4$  Hz, 3H), 1.42 (*s*, 3H), 1.36 (*dd*,  $J = 13.4$  และ  $9.5$  Hz, 1H), 1.29 (*s*, 3H)

:  $^{13}\text{C NMR}$  ( $\text{CDCl}_3$ ) ( $\delta$  ppm) 203.4, 179.2, 161.0, 157.7, 157.6, 135.1, 134.8, 133.6, 131.7, 126.0, 122.7, 122.1, 115.4, 108.0, 103.0, 101.3, 100.6, 90.7, 83.8, 83.4, 78.6, 53.6, 53.1, 49.2, 46.9, 30.0, 29.0, 28.8, 28.4, 27.5, 25.8, 25.4, 21.7, 18.3, 18.2

### Isomorellin B

: เป็นผง หลอมเหลวที่  $58-59^{\circ}\text{C}$

:  $[\alpha]_{\text{D}}^{24.0} -37^{\circ}$  ( $c = 0.1, \text{CHCl}_3$ )

: UV  $\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}}$  (nm) ( $\log \varepsilon$ ) 362 (3.66), 319 (4.16), 278 (4.55), 269 (4.54)

:  $^1\text{H NMR}$  ( $\text{CDCl}_3$ ) ( $\delta$  ppm) 11.75 (*s*, 1H), 9.54 (*s*, 1H), 6.97 (*m*, 1H), 6.62 (*d*,  $J = 9.9$  Hz, 1H), 5.53 (*d*,  $J = 9.9$  Hz, 1H), 4.97 (*m*, 1H), 4.37 (*dd*,  $J = 4.6$  และ  $1.1$  Hz, 1H), 3.33 (*s*, 3H), 3.31 (*dd*,  $J = 14.1$  และ  $7.6$  Hz, 1H), 3.19 (*dd*,  $J = 14.1$  และ  $5.7$  Hz, 1H), 3.08 (*d*,  $J = 1.1$  Hz, 1H), 3.06 (*dd*,  $J = 16.4$  และ  $7.5$  Hz, 1H), 2.92 (*dd*,  $J = 16.4$  และ  $6.2$  Hz, 1H), 2.91 (*dd*,  $J = 6.0$  และ  $4.6$  Hz, 1H), 2.55 (*d*,  $J = 8.5$  Hz, 1H), 2.00 (*dd*,  $J = 14.7$  และ  $6.0$  Hz, 1H), 1.76 (*s*, 6H), 1.64 (*s*, 3H), 1.47 (*s*, 3H), 1.41 (*dd*,  $J = 14.7$  และ  $8.5$  Hz, 1H), 1.40 (*s*, 3H), 1.37 (*s*, 3H), 1.16 (*s*, 3H)

### Moreollic acid

: เป็นผง หลอมเหลวที่  $97^{\circ}\text{C}$

:  $[\alpha]_{\text{D}}^{27.0} -31^{\circ}$  ( $c = 0.1, \text{CHCl}_3$ )

: UV  $\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}}$  (nm) ( $\log \varepsilon$ ) 365 (3.47), 318 (4.00), 277 (4.43), 267 (4.41)

:  $^1\text{H NMR}$  ( $\text{CDCl}_3$ ) ( $\delta$  ppm) 11.93 (*s*, 1H), 6.61 (*d*,  $J = 9.9$  Hz, 1H), 6.59 (*m*, 1H), 5.51 (*d*,  $J = 9.9$  Hz, 1H), 5.02 (*m*, 1H), 4.35 (*d*,  $J = 4.6$  Hz, 1H), 3.32 (*s*, 3H), 3.19 (*s*, 1H), 3.31-3.02 (*m*, 4H), 2.84 (*t*,  $J = 4.6$  Hz, 1H), 2.51 (*d*,  $J = 9.4$  Hz, 1H), 1.96 (*s*, 3H), 1.95 (*m*, 1H), 1.74 (*s*, 3H), 1.63 (*s*, 3H), 1.46 (*s*, 3H), 1.41 (*m*, 1H), 1.40 (*s*, 3H), 1.36 (*s*, 3H), 1.15 (*s*, 3H)

### Gambogenic acid

: ผงสีเหลือง หลอมเหลวที่  $77-78^{\circ}\text{C}$

:  $[\alpha]_{\text{D}}^{26.0} -246^{\circ}$  ( $c = 0.1, \text{CHCl}_3$ )

: UV  $\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}}$  (nm) ( $\log \varepsilon$ ) 360 (4.03)

:  $^1\text{H NMR}$  ( $\text{CDCl}_3$ ) ( $\delta$  ppm) 12.56 (*s*, 1H), 7.52 (*d*,  $J = 6.7$  Hz, 1H), 6.41 (*brs*, 1H), 5.83 (*m*, 1H), 5.17 (*m*, 1H), 5.05 (*m*, 1H), 5.03 (*m*, 1H), 3.48 (*dd*,  $J = 6.7$  และ  $4.6$  Hz, 1H), 3.36-3.13 (*m*, 5H), 2.88 (*dd*,  $J = 15.7$  และ  $5.6$  Hz, 1H), 2.48 (*d*,  $J = 9.1$  Hz, 1H), 2.31 (*dd*,  $J = 13.4$  และ  $4.6$  Hz, 1H), 2.16-1.96 (*m*, 4H), 1.74 (*s*, 3H), 1.70 (*s*, 3H), 1.67 (*s*, 3H), 1.65 (*s*, 9H), 1.56 (*s*, 3H), 1.36 (*dd*,  $J = 13.4$  และ  $9.1$  Hz, 1H), 1.27 (*s*, 3H)

:  $^{13}\text{C}$  NMR ( $\text{CDCl}_3$ ) ( $\delta$  ppm) 203.5, 179.1, 172.1, 163.5, 160.3, 155.9, 138.9, 138.1, 135.0, 133.6(2C), 131.7, 128.1, 123.8, 122.0, 121.4, 107.4, 106.4, 100.6, 90.4, 84.0, 83.7, 48.9, 46.9, 39.7, 29.8, 29.5, 28.9, 26.3, 25.6(2C), 25.2, 22.0, 21.0, 20.6, 17.9, 17.6, 16.1

### Gambogenin

: ของหนึ่งเดียว

:  $[\alpha]_{\text{D}}^{27.0} -440^{\circ}$  ( $c = 0.1, \text{CHCl}_3$ )

: UV  $\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}}$  (nm) ( $\log \varepsilon$ ) 362 (4.22)

:  $^1\text{H}$  NMR ( $\text{CDCl}_3$ ) ( $\delta$  ppm) 12.80 (*s*, 1H), 9.71 (*s*, 1H), 7.54 (*d*,  $J = 7.0$  Hz, 1H), 6.64 (*s*, 1H), 6.03 (*dd*,  $J = 9.8$  และ 6.4 Hz, 1H), 5.27 (*m*, 1H), 5.18 (*m*, 1H), 5.07 (*m*, 1H), 3.54 (*dd*,  $J = 7.0$  และ 4.5 Hz, 1H), 3.41-3.24 (*m*, 4H), 3.13 (*dd*,  $J = 14.3$  และ 9.8 Hz, 1H), 2.87 (*dd*,  $J = 14.3$  และ 6.4 Hz, 1H), 2.54 (*d*,  $J = 9.4$  Hz, 1H), 2.36 (*dd*,  $J = 13.4$  และ 4.5 Hz, 1H), 2.16-2.01 (*m*, 4H), 1.82 (*s*, 3H), 1.76 (*s*, 3H), 1.71 (*s*, 6H), 1.68 (*s*, 3H), 1.60 (*s*, 3H), 1.51 (*s*, 3H), 1.41 (*dd*,  $J = 13.4$  9.4 Hz, 1H), 1.30 (*s*, 3H)

:  $^{13}\text{C}$  NMR ( $\text{CDCl}_3$ ) ( $\delta$  ppm) 202.9, 189.4, 179.1, 163.9, 160.3, 155.8, 140.1, 139.8, 137.7, 135.2, 133.8, 133.6, 132.1, 123.7, 121.8, 121.2, 107.6, 106.9, 100.6, 90.3, 84.0, 83.9, 49.0, 47.0, 39.7, 29.9, 29.0, 26.9, 26.3, 25.7(2C), 25.4, 22.0, 21.2, 18.1, 17.7, 16.5, 16.3

### Isogambogenin

: ของหนึ่งเดียว

:  $[\alpha]_{\text{D}}^{24.0} -425^{\circ}$  ( $c = 0.1, \text{CHCl}_3$ )

: UV  $\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}}$  (nm) ( $\log \varepsilon$ ) 361 (4.19)

:  $^1\text{H}$  NMR ( $\text{CDCl}_3$ ) ( $\delta$  ppm) 12.82 (*s*, 1H), 9.24 (*s*, 1H), 7.56 (*d*,  $J = 6.8$  Hz, 1H), 6.57 (*brs*, 1H), 6.36 (*m*, 1H), 5.22 (*m*, 1H), 5.12 (*m*, 1H), 5.06 (*m*, 1H), 3.52 (*dd*,  $J = 6.8$  และ 4.6 Hz, 1H), 3.36 (*d*,  $J = 7.2$  Hz, 2H), 3.31 (*d*,  $J = 7.1$  Hz, 2H), 2.68 (*d*,  $J = 7.2$  Hz, 2H), 2.54 (*d*,  $J = 9.3$  Hz, 1H), 2.35 (*dd*,  $J = 13.4$  และ 4.6 Hz, 1H), 2.15-2.04 (*m*, 4H), 1.80 (*s*, 3H), 1.74 (*s*, 3H), 1.71 (*s*, 3H), 1.69 (*s*, 3H), 1.67 (*s*, 3H), 1.56 (*s*, 6H), 1.40 (*dd*,  $J = 13.4$  และ 9.3 Hz, 1H), 1.31 (*s*, 3H)

:<sup>13</sup>C NMR (CDCl<sub>3</sub>) ( $\delta$  ppm) 203.2, 194.5, 179.0, 163.9, 160.4, 155.9, 146.5, 140.3, 139.9, 135.7, 134.0, 133.5, 132.1, 123.7, 121.7, 121.1, 107.5, 106.7, 100.6, 90.6, 83.9, 83.3, 49.0, 46.9, 39.7, 30.0, 29.1, 28.9, 26.3, 25.8, 25.7, 25.3, 22.1, 21.2, 18.1, 17.7, 16.3, 8.7

### Desoxygambogenin

: ของหนึ่งคู่สีเหลือง

:  $[\alpha]_D^{26.0} -152^{\circ}$  (c = 0.1, CHCl<sub>3</sub>)

: UV  $\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}}$  (nm) (log ε) 358 (4.10)

:<sup>1</sup>H NMR (CDCl<sub>3</sub>) ( $\delta$  ppm) 12.96 (s, 1H), 7.45 (d,  $J$  = 6.9 Hz, 1H), 6.47 (s, 1H), 5.22 (m, 2H), 5.06 (m, 1H), 4.43 (m, 1H), 3.49 (dd,  $J$  = 6.9 และ 4.5 Hz, 1H), 3.38 (d,  $J$  = 6.8 Hz, 4H), 2.56 (d,  $J$  = 7.1 Hz, 2H), 2.46 (d,  $J$  = 9.1 Hz, 1H), 2.33 (dd,  $J$  = 13.3 และ 4.5 Hz, 1H), 2.15-2.02 (m, 4H), 1.82 (s, 3H), 1.78 (s, 3H), 1.72 (s, 3H), 1.69 (s, 6H), 1.60 (s, 3H), 1.36 (s, 3H), 1.34 (dd,  $J$  = 13.3 และ 9.1 Hz, 1H), 1.28 (s, 3H), 1.01 (s, 3H)

:<sup>13</sup>C NMR (CDCl<sub>3</sub>) ( $\delta$  ppm) 203.6, 179.7, 163.1, 160.2, 156.3, 139.2, 135.0, 134.0, 133.9, 133.8, 132.0, 123.8, 121.9, 121.4, 117.8, 107.2, 106.4, 100.8, 90.3, 84.6, 83.2, 49.1, 47.0, 39.7, 30.1, 29.1, 28.9, 26.4, 25.8, 25.7, 25.6, 25.5, 22.1, 21.2, 18.1, 17.7, 16.8, 16.3

### Gambogenin dimethyl acetal

: ของหนึ่งคู่สีเหลือง

:  $[\alpha]_D^{27.0} -295^{\circ}$  (c = 0.1, CHCl<sub>3</sub>)

: UV  $\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}}$  (nm) (log ε) 358 (4.01), 277 (3.73), 263 (3.73)

:<sup>1</sup>H NMR (CDCl<sub>3</sub>) ( $\delta$  ppm) 12.89 (s, 1H), 7.50 (d,  $J$  = 6.8 Hz, 1H), 6.52 (s, 1H), 5.24 (m, 1H), 5.19 (m, 1H), 5.05 (m, 1H), 5.00 (m, 1H), 4.51 (s, 1H), 3.48 (dd,  $J$  = 6.8 และ 4.5 Hz, 1H), 3.38 (d,  $J$  = 6.8 Hz, 4H), 3.10 (s, 3H), 3.03 (s, 3H), 2.61 (d,  $J$  = 7.1 Hz, 2H), 2.48 (d,  $J$  = 9.1 Hz, 1H), 2.32 (dd,  $J$  = 13.6 และ 4.5 Hz, 1H), 2.15-2.03 (m, 4H), 1.81 (s, 3H), 1.77 (s, 3H), 1.71 (s, 3H), 1.68 (s, 6H), 1.59 (s, 3H), 1.44 (s, 3H), 1.35 (dd,  $J$  = 13.6 และ 9.1 Hz, 1H), 1.28 (s, 3H)

:<sup>13</sup>C NMR (CDCl<sub>3</sub>) ( $\delta$  ppm) 203.4, 179.4, 163.5, 160.4, 156.1, 139.4, 135.3, 134.8, 133.9, 133.6, 132.0, 123.7, 122.7, 122.0, 121.3, 107.1, 106.5, 101.3, 100.8, 90.4, 83.8, 83.3, 53.7, 52.9, 49.2, 46.9, 39.8, 30.0, 29.0, 27.6, 26.3, 25.8, 25.7, 25.5, 22.1, 21.2, 18.3, 18.1, 17.7, 16.2

### Gambogellic acid

: ผงสีเหลือง หลอมเหลวที่  $116\text{-}117^{\circ}\text{C}$

:  $[\alpha]_{\text{D}}^{27.0} -349^{\circ}$  ( $c = 0.1, \text{CHCl}_3$ )

: UV  $\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}}$  (nm) ( $\log \varepsilon$ ) 358 (4.25)

:  $^1\text{H NMR}$  ( $\text{CDCl}_3$ ) ( $\delta$  ppm) 12.65 (*s*, 1H), 7.49 (*d*,  $J = 6.9$  Hz, 1H), 6.03 (*m*, 1H), 5.06 (*m*, 1H), 4.54 (*brs*, 1H), 4.21 (*brs*, 1H), 3.46 (*dd*,  $J = 6.9$  และ  $4.6$  Hz, 1H), 3.42 (*brs*, 1H), 3.26 (*dd*,  $J = 14.1$  และ  $7.9$  Hz, 1H), 3.12 (*dd*,  $J = 14.1$  และ  $5.3$  Hz, 1H), 2.99 (*d*,  $J = 7.3$  Hz, 2H), 2.53 (*d*,  $J = 9.2$  Hz, 1H), 2.30 (*dd*,  $J = 13.2$  และ  $4.6$  Hz, 1H), 2.09 (*d*,  $J = 12.2$  Hz, 1H), 1.95-1.24 (*m*, 7H), 1.84 (*s*, 3H), 1.72 (*s*, 3H), 1.71 (*s*, 6H), 1.65 (*s*, 3H), 1.32 (*s*, 3H), 1.29 (*s*, 3H)

:  $^{13}\text{C NMR}$  ( $\text{CDCl}_3$ ) ( $\delta$  ppm) 203.8, 178.5, 171.6, 164.4, 160.8, 155.3, 147.9, 138.2, 134.3, 133.9, 131.1, 127.8, 122.4, 108.6, 106.2, 104.1, 99.6, 90.4, 84.3, 83.9, 77.0, 48.9, 48.1, 46.7, 39.3, 36.5, 29.9, 29.1, 28.9, 28.8, 28.4, 25.8, 25.2, 23.0, 22.8, 21.8, 20.8, 18.2

### Hanburin

: ผงสีเหลือง หลอมเหลวที่  $176^{\circ}\text{C}$

:  $[\alpha]_{\text{D}}^{24.0} -199^{\circ}$  ( $c = 0.1, \text{CHCl}_3$ )

: UV  $\lambda_{\text{max}}^{\text{EtOH}}$  (nm) ( $\log \varepsilon$ ) 358 (3.87), 279 (3.50), 267 (3.57)

:  $^1\text{H NMR}$  ( $\text{CDCl}_3$ ) ( $\delta$  ppm) 12.63 (*s*, 1H), 7.23 (*s*, 1H), 6.19 (*brs*, 1H), 6.04 (*s*, 1H), 5.24 (*m*, 2H), 4.41 (*m*, 1H), 3.42 (*d*,  $J = 6.6$  Hz, 2H), 2.67-2.41 (*m*, 5H), 2.01 (*d*,  $J = 13.0$  Hz, 1H), 1.81 (*s*, 3H), 1.75 (*s*, 6H), 1.71 (*s*, 3H), 1.66 (*s*, 3H), 1.42 (*dd*,  $J = 13.0$  และ  $9.7$  Hz, 1H), 1.37 (*s*, 3H), 1.23 (*s*, 3H), 1.04 (*s*, 3H)

:  $^{13}\text{C NMR}$  ( $\text{CDCl}_3$ ) ( $\delta$  ppm) 204.2, 179.7, 164.2, 163.3, 158.2, 137.9, 135.7, 135.5, 134.9, 133.2, 121.3, 118.4, 117.9, 105.7, 101.1, 97.0, 90.4, 84.9, 83.2, 53.3, 50.7, 31.1, 30.2, 29.1, 29.0, 28.8, 26.0, 25.8, 25.5, 22.1, 18.1, 18.0, 16.8

ในปี ค.ศ. 1998 Cao และคณะได้รายงานผลการศึกษาสารเคมีที่แยกได้จากใบของ *Garcinia gaudichaudii* ซึ่งจัดเป็นสารประกอบประเภท caged polyprenylated xanthones โดยมีชื่อ บูลทางสเปกโกรสโกปีของสารดังนี้

### Gaudichaudione A

: นำมันสีเหลือง

:  $[\alpha]_D -517.7^\circ$  ( $c = 0.12$ ,  $\text{CHCl}_3$ )

: UV  $\lambda_{\max}^{\text{EtOH}}$  (nm) ( $\log \varepsilon$ ) 356 (4.28), 338 (4.23)

: IR (KBr)  $\bar{\nu}_{\max}$  ( $\text{cm}^{-1}$ ) 3454, 1733, 1687, 1650

:  $^1\text{H NMR}$  ( $\text{CDCl}_3$ ) ( $\delta$  ppm) 12.80 (*s*, 1H), 9.23 (*s*, 1H), 7.57 (*d*,  $J = 7.1$  Hz, 1H), 6.57 (*s*, 1H), 6.38 (*tq*,  $J = 7.1$  และ 1.3, 1H), 5.22 (*tm*,  $J = 7.1$  และ 1.2 Hz, 1H), 5.12 (*tm*,  $J = 6.6$  และ 1.2 Hz, 1H), 3.53 (*dd*,  $J = 7.1$  และ 4.6 Hz, 1H), 3.33 (*m*, 2H), 2.68 (*m*, 2H), 2.55 (*d*,  $J = 9.5$  Hz, 1H), 2.36 (*dd*,  $J = 13.4$  และ 4.6 Hz, 1H), 1.82 (*s*, 3H), 1.77 (*s*, 6H), 1.71 (*s*, 6H), 1.41 (*dd*,  $J = 13.4$  และ 9.5 Hz, 1H), 1.32 (*s*, 3H), 1.31 (*brs*, 3H)

:  $^{13}\text{C NMR}$  ( $\text{CDCl}_3$ ) ( $\delta$  ppm) 203.1, 194.5, 180.0, 163.7, 160.5, 155.8, 146.6, 140.2, 135.7, 134.4, 133.4, 121.6, 121.2, 107.9, 106.3, 100.8, 90.6, 83.9, 83.3, 48.9, 46.9, 29.9, 29.1, 28.9, 25.8, 25.7, 25.3, 22.1, 21.2, 18.0, 17.9, 8.6

### Gaudichaudione B

:  $[\alpha]_D -446.2^\circ$  ( $c = 0.676$ ,  $\text{CHCl}_3$ )

: UV  $\lambda_{\max}^{\text{EtOH}}$  (nm) ( $\log \varepsilon$ ) 356 (4.25), 334 (4.16)

: IR (KBr)  $\bar{\nu}_{\max}$  ( $\text{cm}^{-1}$ ) 3447, 1745, 1691, 1640

:  $^1\text{H NMR}$  ( $\text{CDCl}_3$ ) ( $\delta$  ppm) 12.83 (*s*, 1H), 9.15 (*s*, 1H), 7.55 (*d*,  $J = 6.8$  Hz, 1H), 6.45 (*m*, 1H), 5.10 (*m*, 1H), 5.04 (*brs*, 1H), 4.88 (*brs*, 1H), 4.28 (*m*, 1H), 3.52 (*dd*,  $J = 6.8$  และ 4.7 Hz, 1H), 3.37 (*dd*,  $J = 14.8$  และ 7.6 Hz, 1H), 3.24 (*dd*,  $J = 14.8$  และ 5.4 Hz, 1H), 3.11 (*dd*,  $J = 15.0$  และ 1.9 Hz, 1H), 2.76 (*dd*,  $J = 16.2$  และ 6.7 Hz, 1H), 2.66 (*dd*,  $J = 15.0$  และ 9.2 Hz, 1H), 2.59 (*d*,  $J = 9.4$  Hz, 1H), 2.57 (*dd*,  $J = 16.2$  และ 7.8 Hz, 1H), 2.35 (*dd*,  $J = 13.5$  และ 4.7 Hz, 1H), 1.85 (*s*, 3H), 1.74 (*s*, 6H), 1.66 (*s*, 3H), 1.43 (*dd*,  $J = 13.5$  และ 9.4 Hz, 1H), 1.31 (*s*, 3H), 1.26 (*brs*, 3H)

:  $^{13}\text{C NMR}$  ( $\text{CDCl}_3$ ) ( $\delta$  ppm) 203.4, 194.8, 178.8, 165.4, 160.9, 156.4, 146.9, 146.6, 139.9, 135.4, 133.8, 132.5, 122.2, 110.5, 108.4, 106.9, 100.4, 90.5, 84.0, 83.7, 77.5, 49.1, 46.9, 29.9, 29.1, 28.8, 28.4, 25.7, 25.1, 22.3, 18.5, 18.1, 8.7

**Gaudichaudione C**

:  $[\alpha]_D -438.5^\circ$  ( $c = 0.203$ ,  $\text{CHCl}_3$ )

: UV  $\lambda_{\max}^{\text{EtOH}}$  (nm) ( $\log \varepsilon$ ) 356 (4.17), 338 (4.11)

: IR (KBr)  $\bar{V}_{\max}$  ( $\text{cm}^{-1}$ ) 3450, 1745, 1691, 1625

$^1\text{H NMR}$  ( $\text{CDCl}_3$ ) ( $\delta$  ppm) 12.78 (*s*, 1H), 9.23 (*s*, 1H), 7.57 (*d*,  $J = 6.9$  Hz, 1H), 6.37 (*tm*,  $J = 7.0$  Hz, 1H), 5.22 (*tm*,  $J = 7.0$  Hz, 1H), 4.91 (*brs*, 1H), 4.89 (*brs*, 1H), 4.32 (*m*, 1H), 3.52 (*dd*,  $J = 6.9$  และ  $4.7$  Hz, 1H), 3.32 (*m*, 2H), 3.07 (*dd*,  $J = 6.9$  และ  $1.8$  Hz, 1H), 2.77 (*dd*,  $J = 14.9$  และ  $10.3$  Hz, 1H), 2.62 (*d*,  $J = 7.0$  Hz, 2H), 2.51 (*d*,  $J = 9.5$  Hz, 1H), 2.33 (*dd*,  $J = 13.2$  และ  $4.7$  Hz, 1H), 1.86 (*s*, 3H), 1.78 (*s*, 3H), 1.70 (*s*, 3H), 1.61 (*s*, 3H), 1.40 (*dd*,  $J = 13.2$  และ  $9.5$  Hz, 1H), 1.32 (*s*, 3H), 1.28 (*s*, 3H)

$^{13}\text{C NMR}$  ( $\text{CDCl}_3$ ) ( $\delta$  ppm) 203.1, 194.4, 178.8, 165.1, 161.5, 156.0, 146.3, 146.1, 140.4, 135.6, 133.4, 132.5, 122.1, 113.3, 110.9, 104.3, 100.6, 90.8, 83.8, 83.2, 78.4, 49.1, 46.9, 30.8, 29.1, 29.0, 28.7, 25.8, 25.3, 21.5, 17.9, 17.0, 8.7

**Gaudichaudione D**

:  $[\alpha]_D -335.8^\circ$  ( $c = 0.522$ ,  $\text{CHCl}_3$ )

: UV  $\lambda_{\max}^{\text{EtOH}}$  (nm) ( $\log \varepsilon$ ) 358 (4.12), 336 (4.04)

: IR (KBr)  $\bar{V}_{\max}$  ( $\text{cm}^{-1}$ ) 3474, 1741, 1690, 1663

$^1\text{H NMR}$  ( $\text{CDCl}_3$ ) ( $\delta$  ppm) 12.56 (*s*, 1H), 9.22 (*s*, 1H), 7.56 (*d*,  $J = 6.8$  Hz, 1H), 6.39 (*m*, 1H), 5.15 (*m*, 1H), 4.96 (*dd*,  $J = 9.5$  และ  $7.8$  Hz, 1H), 3.52 (*dd*,  $J = 6.8$  และ  $4.6$  Hz, 1H), 3.24 (*d*,  $J = 9.1$  Hz, 2H), 3.13 (*dd*,  $J = 15.4$  และ  $9.5$  Hz, 1H), 3.02 (*dd*,  $J = 15.4$  และ  $7.8$  Hz, 1H), 2.73 (*dd*,  $J = 16.8$  และ  $7.6$  Hz, 1H), 2.64 (*dd*,  $J = 16.8$  และ  $6.8$  Hz, 1H), 2.56 (*d*,  $J = 9.4$  Hz, 1H), 2.36 (*dd*,  $J = 13.4$  และ  $4.6$  Hz, 1H), 1.72 (*s*, 6H), 1.66 (*s*, 3H), 1.41 (*dd*,  $J = 13.4$  และ  $9.5$  Hz, 1H), 1.32 (*s*, 9H), 1.19 (*s*, 3H)

$^{13}\text{C NMR}$  ( $\text{CDCl}_3$ ) ( $\delta$  ppm) 203.2, 194.5, 179.3, 168.4, 158.1, 157.8, 146.6, 140.2, 135.5, 133.6, 132.6, 121.5, 106.1, 103.7, 101.2, 91.9, 90.9, 84.0, 83.3, 71.9, 49.1, 46.9, 30.2, 29.0, 28.9, 26.7, 25.7, 25.6, 25.2, 23.9, 22.3, 18.0, 8.7

## 2. Biflavone

จากการตรวจสารพีชสกุล *Garcinia* พบว่ามีการแยกสารประเภท biflavone ได้หลายสารจาก *G. conrauana* *G. densivenia* *G. dulcis* *G. kola* *G. manntii* *G. quadrifaria* *G. spicata* *G. subelliptica* และ *G. thwaitesii* (ตาราง 1) ในที่นี่จะรายงานข้อมูลทางสเปกโตรสโคปีของ biflavone ที่มีโครงสร้างใกล้เคียงกับสารที่แยกได้จาก *G. scortechinii*

### Morelloflavone (Waterman and Crichton, 1980)

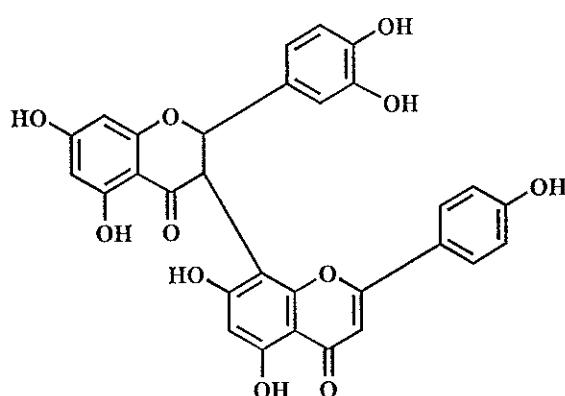
: พลักสีเหลือง หลอมเหลวที่  $285^{\circ}\text{C}$

: UV  $\lambda_{\max}^{\text{NaOH}}$  (nm) 412, 326, 285, 272, 245

: IR  $\bar{\nu}_{\max}$  ( $\text{cm}^{-1}$ ) 3400, 1655, 1620, 1525, 1375, 1260, 1170

:  $^1\text{H NMR}$  (DMSO- $d_6$ ) ( $\delta$  ppm) 12.90 (*s*, 1H), 12.15 (*s*, 1H), 7.72 (*d*,  $J = 2$  Hz, 1H), 7.19 (*dd*,  $J = 9$  และ 2 Hz, 1H), 7.08 (*d*,  $J = 9$  Hz, 2H), 6.80 (*d*,  $J = 9$  Hz, 1H), 6.50 (*d*,  $J = 9$  Hz, 2H), 6.43 (*s*, 1H), 6.20 (*s*, 1H), 5.97 (*s*, 2H), 5.73, 4.86 (ABq,  $J = 12$  Hz, 2H)

:  $^{13}\text{C NMR}$  (DMSO- $d_6$ ) ( $\delta$  ppm) 197.2, 183.1, 165.8, 165.6, 164.9, 164.2, 162.4, 158.4, 150.0, 146.3, 129.8, 123.5, 120.7, 116.5, 115.5, 114.2, 103.9, 103.8, 103.0, 101.6, 99.6, 97.2, 96.1, 82.3, 50.1



I-5,II-5,I-7,II-7,I-3',I-4',II-4'-heptahydroxy-[I-3,II-8]-flavanonylflavone

**I-5,II-5,I-7,II-7,I-3',I-4',II-4'-heptahydroxy-[I-3,II-8]-flavanonylflavone**

(Babu, 1988)

: ผลึกสีเหลือง หลอมเหลวที่  $232\text{-}234^{\circ}\text{C}$

: UV  $\lambda_{\max}^{\text{NaOH}}$  (nm) 320, 265, 255

: IR (KBr)  $\bar{V}_{\max}$  ( $\text{cm}^{-1}$ ) 3300, 1745, 1640, 1610, 1510, 1460, 1380, 1260, 1160, 1030, 835

:  $^1\text{H}$  NMR (DMSO- $d_6$ ) ( $\delta$  ppm) 13.20 (*s*, 1H), 12.20 (*s*, 1H), 11.18 (*s*, 1H), 10.79 (*s*, 1H), 9.83 (*s*, 1H), 9.50 (*s*, 1H), 9.27 (*s*, 1H), 7.37 (*m*, 2H), 7.08 (*d*,  $J = 8.0$  Hz, 2H), 6.84 (*d*,  $J = 8.0$  Hz, 1H), 6.53 (*s*, 1H), 6.32 (*d*,  $J = 8.0$  Hz, 2H), 6.17 (*s*, 1H), 5.91 (*s*, 2H), 5.64 (*d*,  $J = 12.0$  Hz, 1H), 4.83 (*d*,  $J = 12.0$  Hz, 1H)

:  $^{13}\text{C}$  NMR (DMSO- $d_6$ ) ( $\delta$  ppm) 196.04, 181.56, 168.44, 163.73, 163.47, 162.78, 161.57, 160.46, 157.28, 155.20, 145.61, 145.58, 128.35, 128.32, 128.10, 121.08, 119.18, 116.08, 114.39 (2C), 113.26, 103.14, 102.21, 101.46, 100.49, 98.96, 96.14, 95.21, 80.88, 48.29

### วัตถุประสงค์

เพื่อศึกษาองค์ประกอบทางเคมีของกิ่ง *Garcinia scorchedii* และคาดว่าสามารถแยกผลิตต์ กับตัวรรนชาติสารใหม่ ซึ่งอาจมีประโยชน์ทางเภสัชวิทยา

## บทที่ 2

### วิธีการวิจัย

#### เครื่องมือและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

Infrared spectra : บันทึกด้วยเครื่อง FT-IR spectrometer FTS165 มีหน่วยเป็น wave number ( $\text{cm}^{-1}$ )

Proton nuclear magnetic resonance spectra ( $^1\text{H NMR}$ ) : บันทึกด้วยเครื่อง FTNMR, Varian UNITY INOVA ที่ 500 MHz และ Bruker AMX 400 โดยใช้ Tetramethylsilane (TMS) เป็นสารอ้างอิง บอกรสัญญาณโดยแทนด้วยสัญญาณของ chemical shift parameter ( $\delta$ , ppm) ลักษณะของสัญญาณแทนด้วย *s* (singlet) *d* (doublet) *t* (triplet) *q* (quartet) *m* (multiplet) *br* (broad) *dd* (doublet of doublet) *ddd* (quartet of doublet of doublet) *ddd* (doublet of doublet of doublet) *ht* (heptet of triplet) *mdd* (multiplet of doublet of doublet) *brs* (broad singlet) และ *qu* (quintet) เป็นต้น

Ultraviolet spectra : บันทึกด้วยเครื่อง UV-160A spectrophotometer (SHIMADZU) มีหน่วยความยาวคลื่นเป็นนาโนเมตร และบันทึกค่า  $\lambda_{\max}$

จุดหลอมเหลว : วัดด้วยเครื่อง melting point Electrothermal 9100 มีหน่วยเป็นองศาเซลเซียส ( $^{\circ}\text{C}$ )

โภรมาโทกราฟี : คอลัมน์โภรมาโทกราฟีแบบรุ่นเร็ว โภรมาโทกราฟีแผ่นบาง และ โภรมาโทกราฟีแผ่นหนา ใช้ชิลิกาเจลชนิด 60 GF<sub>254</sub> หรือ reverse phase C-18 เป็นตัวคุณภาพ คอลัมน์โภรมาโทกราฟีแบบธรรมชาติใช้ชิลิกาเจล (Merck) ชนิด 100(70-230 Mesh ASTM) หรือ reverse phase silica gel C-18

เครื่องระเหยภายในตัว : ใช้เครื่อง Buchi -Rotavapor ภายใต้ความดันของปั๊มน้ำ

ตัวทำละลาย : ทำให้บริสุทธิ์ด้วยการกลั่นและเก็บที่จุดเดือดของตัวทำละลายนั้นๆ ยกเว้น ปิโตรเลียมอีเชอร์ และเอธิลอะซิเตท ใช้ชนิด AR

### ขั้นตอนการสกัด

นำกิ่ง *Garcinia scortechinii* มาตัดเป็นชิ้นเล็กๆ ได้น้ำหนัก 860 กรัม หลังจากนั้นนำมาสกัดเย็นด้วยตัวทำละลายอินทรี คือ เมราโนล ระหว่างตัวทำละลายอินทรีของจากส่วนสกัดได้ส่วนสกัดหมาย (crude extract) ดังแสดงในตาราง 2

ตาราง 2 การสกัดกิ่ง *Garcinia scortechinii* ด้วยตัวทำละลายเมราโนล

| จำนวนครั้งในการสกัด | ปริมาตรตัวทำละลาย (ลิตร) | ระยะเวลา (วัน) | น้ำหนักส่วนสกัดหมาย (กรัม) |
|---------------------|--------------------------|----------------|----------------------------|
| 1                   | 7                        | 5              | 39.50                      |
| 2                   | 6                        | 15             | 18.62                      |
| 3                   | 6                        | 33             | 10.43                      |

### วิธีการแยกสารให้บริสุทธิ์

นำส่วนสกัดหมายเมราโนล มาทำการศึกษาทึบหมุด 2 ครั้ง โดยการศึกษาครั้งที่ 1 ใช้ส่วนสกัดหมายเมราโนลปริมาณไม่นานนัก เพื่อทำการสำรวจหาองค์ประกอบต่างๆเบื้องต้น และแยกสารที่เป็นองค์ประกอบหลักให้บริสุทธิ์ ส่วนการศึกษาครั้งที่ 2 เป็นการศึกษาเพื่อเพิ่มปริมาณสารบริสุทธิ์ และแยกสารบางสารที่ไม่สามารถแยกให้บริสุทธิ์ได้จากการศึกษาครั้งที่ 1

### การศึกษาครั้งที่ 1

นำส่วนสกัดหมายมาทดสอบสภาพการละลาย ได้ผลดังตาราง 3

ตาราง 3 สภาพการละลายของส่วนสกัดหมายเมราโนล

| ตัวทำละลาย                                  | สภาพการละลายที่อยู่ภูมิทั่วไป  |
|---|--|
| ปีโตรเลียมอีเชอร์ ไดคลอโรเมเทน เอธิลอะซิเตท | + สารละลายสีเหลือง ตะกอนสีน้ำตาล<br>+ สารละลายสีเหลือง ตะกอนสีเหลือง<br>+ สารละลายสีเหลือง ตะกอนสีเหลือง |

### ตาราง 3 (ต่อ)

| ตัวทำลาย                   | สภาพการละลายที่อุณหภูมิห้อง    |
|----------------------------|--------------------------------|
| เมธานอล<br>น้ำ             | ++ สารละลายสีขาว ตะกอนสีขาว    |
| 10% กรดไฮโดรคลอริก         | ++ สารละลายสีขาว ตะกอนสีน้ำตาล |
| 10% โซเดียมไฮดรอกไซด์      | ++ สารละลายสีขาว ตะกอนสีน้ำตาล |
| 10% โซเดียมไฮดรอกไซด์นอเนต | ++ สารละลายสีขาว ตะกอนสีน้ำตาล |

++ ละลายได้ปานกลาง + ละลายได้น้อย

จากผลการทดสอบสภาพการละลายข้างต้น เมื่อนำตะกอนสีเหลืองที่ไม่ละลายในเอชิลอะซิเตกนมาละลายด้วยเมธานอล พบร้าได้สารละลายสีเหลือง และตะกอนสีขาว ตรวจสอบสารละลายเอชิลอะซิเตกเบรเยนเทียบกับสารละลายเมธานอลบนโปรแกรมโทกราฟีแพ่นบาน พบร้าโปรแกรมนี้มีลักษณะแตกต่างกัน จึงอาจศึกษาบันทึกในการละลายดังกล่าว แยกส่วนสกัดของเมธานอล น้ำหนัก 10 กรัม ออกเป็น 2 ส่วน คือส่วน ET.1 เป็นส่วนละลายเอชิลอะซิเตก และส่วน ME เป็นส่วนละลายเมธานอล ส่วนตะกอนสีขาวที่ไม่ละลายเมธานอล นำมาทดสอบสภาพการละลาย พบร้าไม่ละลายในตัวทำละลายอินทรีและน้ำ จึงไม่ศึกษาต่อ

### การศึกษาส่วนละลายเอชิลอะซิเตก (ET.1)

หลังจากการเหยียบตัวทำละลายออกแล้ว ได้สารเป็นของเหลวสีเขียวเหลือง น้ำหนัก 1.02 กรัม ตรวจสอบทางโปรแกรมโทกราฟีแพ่นบาน ใช้ 5% เมธานอลในไคคลอโรเมเทนเป็นตัวเคลื่อนที่ ลักษณะ โปรแกรมโทแกร์มประกอบด้วยสารหลักจำนวน 4 สาร หนึ่งเป็นสีเหลืองด้วยตาเปล่า 2 สาร ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.51 และ 0.88 เห็นได้แสงอัคคราไวโอด็อก 2 สาร ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.48 และ 0.19 ลักษณะ โปรแกรมโทแกร์มเห็นการแยกคีพอสมควร คาดว่าจะแยกสารออกมากให้บริสุทธิ์ได้ จึงนำสารทั้งหมดมาแยกโดยคลัมป์ โปรแกรมโทกราฟีแบบธรรมชาติ เริ่มจะด้วยไคคลอโรเมเทนแล้วเพิ่มขึ้นถึงเมธานอล ได้ทั้งหมด 13 ส่วน ตรวจสอบแต่ละส่วนบนโปรแกรมโทกราฟีแพ่นบาน รวมส่วนที่มีโปรแกรมโทแกร์มเหมือนกัน ได้ 10 ส่วน ดังแสดงในตาราง 4

ตาราง 4 ส่วนต่างๆที่ได้จากการแยก ET.I ด้วยวิธีคอลัมน์โปรแกรมภาษาไฟเบนชรรนดา

| ส่วนที่ | หน่วยกสาร (กรัม) | ลักษณะสาร            |
|---------|------------------|----------------------|
| E1      | 0.043            | ของหนีดสีเหลืองเขียว |
| E2      | 0.061            | ของหนีดสีเหลืองเขียว |
| E3      | 0.034            | ของหนีดสีเหลืองเขียว |
| E4      | 0.037            | ของหนีดสีเขียว       |
| E5      | 0.060            | ของหนีดสีเหลืองเขียว |
| E6      | 0.075            | ของหนีดสีเหลืองเขียว |
| E7      | 0.105            | ของหนีดสีเหลือง      |
| E8      | 0.166            | ของหนีดสีน้ำตาล      |
| E9      | 0.160            | ของแข็งสีเหลือง      |
| E10     | 0.184            | ของหนีดสีน้ำตาล      |

E1 ลักษณะโปรแกรมในตัวเกลื่อนที่ 80% ไดคลอโรมีเทนในปีโตรเลียมอีเธอร์ มีสารหลัก 1 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.82 บันทึกผลทางโปรดอนนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ พบว่ามีสัญญาณเฉพาะที่สานานสูง ไม่มีสัญญาณของอะโรมาติกโปรดอน จึงไม่ศึกษาต่อ

E2 ลักษณะโปรแกรมในตัวเกลื่อนที่ 80% ไดคลอโรมีเทนในปีโตรเลียมอีเธอร์ มีสารหลัก 1 สาร เห็นด้วยตาเปล่าเป็นสีเหลือง ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.42 คาดว่าสามารถแยกให้บริสุทธิ์ได้ จึงนำมาแยกด้วยโปรแกรมภาษาไฟเบนหนา ในตัวเกลื่อนที่ 80% ไดคลอโรมีเทนในปีโตรเลียมอีเธอร์ แยกสารได้ 1 แคน เป็นของหนีดสีเหลือง น้ำหนัก 0.011 กรัม ให้รหัสเป็น E2.1 ลักษณะโปรแกรมในตัวเกลื่อนที่ 80% ไดคลอโรมีเทนในปีโตรเลียมอีเธอร์ มีสารหลัก 2 สาร เห็นเป็นสีเหลืองด้วยตาเปล่า 1 สาร ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.42 และอีก 1 สาร เห็นเป็นสีน้ำเงินในสารละลายกรดอะซิติก ที่ประกอบด้วย อะนิชลัดไฮค์ และกรคชัลฟูริก (ASA) ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.35 ทั้งสองสารมีการแยกกันชัดเจน แต่ไม่ได้นำมาแยกต่อ เพราะสารมีปริมาณไม่นานนัก

E3 ลักษณะโภคภัยในตัวเคลื่อนที่ 80% ได้คลอโรมีเทนในปี ไตรสีนีชอร์ส มี หลายสาร แยกกันไม่ชัดเจน ยากต่อการทำให้บริสุทธิ์

E4 ลักษณะโภคภัยในตัวเคลื่อนที่ ได้คลอโรมีเทน (3 ครั้ง) มีสารหลัก 2 สาร เห็นด้วยตาเปล่าเป็นสีเขียว ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.26 และ 0.35 คาดว่าสามารถแยกสารให้บริสุทธิ์ได้ จึงนำมาแยกด้วยโภคภัยกราฟเเพ่นหนาในตัวเคลื่อนที่ ได้คลอโรมีเทน (3 ครั้ง) แยกสารได้ 3 แบบ

แบบที่ 1 เป็นของแข็งสีเขียว น้ำหนัก 0.019 กรัม ลักษณะโภคภัยในตัวเคลื่อนที่ ได้คลอโรมีเทน มีสารหลัก 2 สาร เห็นด้วยตาเปล่าเป็นสีเขียว ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.35 และ 0.29 จากการบันทึกผลทางไปรษณณีย์แมกเนติกเรโซแนนซ์ พบว่ามีสัญญาณเฉพาะที่สنانมสูง ไม่มีสัญญาณของอะโรมาติกโปรดตอน จึงไม่ศึกษาต่อ

แบบที่ 2 เป็นของเหลวสีเขียวอ่อน น้ำหนัก 0.025 กรัม ลักษณะโภคภัยในตัวเคลื่อนที่ ได้คลอโรมีเทน ประกอบด้วยหลายสารและไม่มีสารหลัก สารมีปริมาณน้อย จึงไม่ศึกษาต่อ

แบบที่ 3 เป็นของเหลวสีเขียวเข้ม น้ำหนัก 0.015 กรัม ลักษณะโภคภัยในตัวเคลื่อนที่ ได้คลอโรมีเทน ไม่มีการแยกของสาร ยากต่อการแยกให้บริสุทธิ์ จึงไม่ศึกษาต่อ

E5 ลักษณะโภคภัยในตัวเคลื่อนที่ 2% เมธานอลในไดคลอโรมีเทน ประกอบด้วยสารหลัก 3 สาร เห็นด้วยตาเปล่าเป็นสีเหลือง 1 สาร ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.20 เห็นได้แสงขัตตราไวโอลেต 2 สาร ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.19 และ 0.13 คาดว่าสามารถแยกสารให้บริสุทธิ์ได้ จึงนำมาแยกด้วยโภคภัยกราฟเเพ่นหนา ในตัวเคลื่อนที่ 2% เมธานอลในไดคลอโรมีเทน (3 ครั้ง) แยกได้ 2 แบบ

แบบที่ 1 เป็นของแข็งสีเหลือง น้ำหนัก 0.047 กรัม บันทึกผลทางไปรษณณีย์แมกเนติกเรโซแนนซ์ พบว่ามีสัญญาณเฉพาะที่สنانมสูง ลักษณะโภคภัยในตัวเคลื่อนที่ 2% เมธานอลในไดคลอโรมีเทน (2 ครั้ง) มีสารหลัก 2 สารอยู่ติดกัน เห็นด้วยตาเปล่าเป็นสีเหลือง ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.20 และ 0.15

แบบที่ 2 เป็นของแข็งสีน้ำตาลเหลือง น้ำหนัก 0.021 กรัม จากลักษณะโภคภัยในตัวเคลื่อนที่ 2% เมธานอลในไดคลอโรมีเทน (2 ครั้ง) ไม่เห็นการแยกของสาร และไม่สามารถหาระบบทัวเคลื่อนที่ ที่สามารถแยกสารให้บริสุทธิ์ได้

E6 ลักษณะโภคภัยในตัวเคลื่อนที่ 10% เมธานอลในไดคลอโรมีเทน มีสารหลัก เห็นด้วยตาเปล่าเป็นสีเหลือง เหมือนส่วน E7 จึงศึกษาในส่วน E7

E7 ลักษณะโคมนาไฟแกรมในตัวเกลือนที่ 10%เมธานอลในไคลอโรเมเทน มีสารหลัก 2 สาร เห็นด้วยตาเปล่าเป็นสีเหลือง 1 สาร ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.52 และเห็นได้แสง อัลตราไวโอเลต 1 สาร ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.40 คาดว่าสามารถแยกสารให้บริสุทธ์ได้ จึงนำมาแยกโดยวิธีกอัลมน์โคมนาไฟกราฟีแบบธรรมชาติ เริ่มช่วงวัยไคลอโรเมเทน เพิ่มขึ้นจนถึงเมรา นอล ได้ทั้งหมด 8 ส่วน ตรวจสอบแต่ละส่วนบนโคมนาไฟเพ็นบาน รวมส่วนที่มีลักษณะ โคมนาไฟแกรมเหมือนกันเข้าด้วยกันได้ 3 ส่วน ดังแสดงในตาราง 5

ตาราง 5 ส่วนต่างๆ ที่ได้จากการแยก E7 ด้วยวิธีกอัลมน์โคมนาไฟกราฟีแบบธรรมชาติ

| ส่วนที่ | น้ำหนักสาร (กรัม) | ลักษณะสาร      |
|---------|-------------------|----------------|
| E7.1    | 0.033             | ของนีดสีเหลือง |
| E7.2    | 0.060             | ของนีดสีเหลือง |
| E7.3    | 0.038             | ผลึกสีเหลือง   |

E7.1 และ E7.2 ลักษณะโคมนาไฟแกรมในตัวเกลือนที่ 10%เมธานอลในไคลอโรเมเทน มีสารหลักเหมือนส่วน E7.3 จึงศึกษาในส่วน E7.3

E7.3 หลอมเหลวที่ 162-163°C ลักษณะโคมนาไฟแกรมในตัวเกลือนที่ 10%เมธานอลใน ไคลอโรเมเทน มีสาร 1 สาร เห็นด้วยตาเปล่าเป็นสีเหลือง ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.52 ให้รหัส เป็น WK1

UV  $\lambda_{\text{max}}$  (nm) (MeOH) ( $\log \varepsilon$ ) 366 (3.42)

$[\alpha]^{29}_{\text{D}} = -157.9^{\circ}$  ( $c = 9.5 \times 10^{-5} \text{ g}/100 \text{ cm}^3$ , MeOH)

IR (KBr)  $\bar{\nu}_{\text{cm}^{-1}}$  3600-2500 (O-H stretching) 2928 (C-H stretching)

1745, 1692, 1644 (C=O stretching)

$^1\text{H NMR}$  ( $\text{CDCl}_3$ ) ( $\delta$  ppm) (400 MHz) 13.10 (*s*, 1H), 7.56 (*d*,  $J = 1.2 \text{ Hz}$ , 1H), 5.67 (*qdd*,  $J = 9.6, 4.5$  และ 1.5 Hz, 1H), 5.20 (*ht*,  $J = 7.2$  และ 1.5 Hz, 1H), 4.46 (*q*,  $J = 6.6 \text{ Hz}$ , 1H), 3.52 (*s*, 3H), 3.27 (*dd*,  $J = 16.0$  และ 9.6 Hz, 1H), 3.17 (*md*,  $J = 14.4$  และ 7.2 Hz, 1H), 3.11 (*md*,  $J = 14.4$  และ 7.2 Hz, 1H), 2.83 (*qdd*,  $J = 16.0, 4.5$  และ 2.0 Hz, 1H), 2.60 (*d*,

|  |   |
|--|---|
|  | $J = 9.2 \text{ Hz}, 1\text{H}), 2.33 (d, J = 13.2 \text{ Hz}, 1\text{H}), 1.72 (s, 9\text{H}), 1.68$   |
|  | $(dd, J = 13.2 \text{ และ } 9.2 \text{ Hz}, 1\text{H}), 1.65 (d, J = 1.5 \text{ Hz}, 3\text{H}), 1.37$  |
|  | $(s, 6\text{H}), 1.28 (s, 3\text{H}), 1.23 (d, J = 6.6 \text{ Hz}, 3\text{H})$  |
| $^{13}\text{C NMR} (\text{CDCl}_3) (\delta \text{ppm})$<br>(100 MHz) | 202.30, 177.60, 170.67, 167.08, 163.46, 154.07, 136.99, 135.09,<br>132.38, 132.05, 128.68, 121.69, 112.30, 105.81, 101.27, 91.40,<br>89.38, 84.93, 83.77, 83.71, 53.88, 49.75, 43.50, 30.93, 30.54,<br>29.91, 28.79, 28.09, 25.66, 21.35, 20.57, 19.95, 17.72, 15.81  |
| MS ( $m/z$ ) (%)   | 592 (38), 565 (31), 564 (77), 537 (28), 495 (27), 437 (38), 383<br>(22), 381 (59), 371 (27), 339 (21), 289 (21), 287 (21), 277 (26),<br>273 (21), 233 (31), 217 (29), 177 (25), 149 (15), 135 (18), 121<br>(39), 109 (20), 91 (25), 77 (17), 69 (45), 67 (20), 55 (34), 53<br>(37), 44 (20), 43 (100), 41 (74), 39 (28), 28 (67), 18 (34) |
| HRMS ( $m/z$ ) (%)   | 592.26838 (50.67)   |

E8 ลักษณะโคมไฟแกรมในตัวเคลื่อนที่ 5%เมธานอลในไคลคลอโรมีเทน มีสารหลัก 1 สาร เห็นด้วยตาเปล่าเป็นสีเหลือง ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.66 เมื่อเทียบกับ E7.2 จึงนำ E8 รวมกับ E7.2 สารเป็นของหนึ่งเดียวกัน น้ำหนัก 0.244 กรัม นำมาแยกด้วยโคมไฟกราฟิแผ่นหนา ในตัวเคลื่อนที่ 5%เมธานอลในไคลคลอโรมีเทน แยกสารได้ 2 แบบ

แบบที่ 1 (E8.1) เป็นครามสีเหลืองน้ำหนัก 0.035 กรัม ลักษณะโคมไฟแกรมในตัวเคลื่อนที่ 5%เมธานอลในไคลคลอโรมีเทน มีสารหลัก 1 สาร เห็นด้วยตาเปล่าเป็นสีเหลือง ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.66 บันทึกผลทางนิวเคลียร์แมกнетิกเรโซแนนซ์ พบว่า  $^1\text{H}$  NMR สเปกตรัม มีลักษณะคล้ายกับ WK1

แบบที่ 2 (E8.2) เป็นของแข็งสีเหลือง น้ำหนัก 0.030 กรัม ลักษณะโคมไฟแกรมในตัวเคลื่อนที่ 5%เมธานอลในไคลคลอโรมีเทน มีสารหลักเห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต แต่ไม่มีการแยกของสารชัดเจน

E9 ลักษณะโคมไฟแกรมในตัวเคลื่อนที่ 10%เมธานอลในไคลคลอโรมีเทน มีสารหลัก 1 สาร เห็นด้วยตาเปล่าเป็นสีเหลือง เมื่อเทียบกับ E8 จึงศึกษาในส่วน E8

E10 ลักษณะโคมไฟแกรมในตัวเคลื่อนที่ 15%เมธานอลในไคลคลอโรมีเทน มีสารหลัก 1 สาร ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.30 คาดว่าสามารถแยกสารให้บริสุทธิ์

ได้ จึงนำมาแยกด้วยวิธีคอกัลน์ โครโนไท格ราฟีแบบชรอมดำเนินชั้วๆ ไดคลอโรเมทีน เก็บขึ้วจนถึงเม็ดขนาด ได้ทั้งหมด 10 ส่วน ตรวจสอบแต่ละส่วนบน โครโนไท格ราฟีเพื่อบันทึก รวมส่วนที่มีโกรโนไทแกรมเหมือนกันเข้าด้วยกันได้ 2 ส่วน

E10.1 เป็นคราบสีน้ำตาล น้ำหนัก 0.072 กรัม ลักษณะ โกรโนไทแกรมในตัวเคลื่อนที่ 15% เม็ดขนาดในไดคลอโรเมทีน ไม่มีสารหลัก จึงไม่ศึกษาต่อ

E10.2 เป็นของเหลวผิดพสมของเจ็งสีน้ำตาล น้ำหนัก 0.136 กรัม ลักษณะ โกรโนไทแกรมในตัวเคลื่อนที่ 15% เม็ดขนาดในไดคลอโรเมทีน มีสารหลัก 1 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.30 นำมาแยกด้วยวิธี โกรโนไท格ราฟีเพื่อบันทึก โกรโนไทแกรมในตัวเคลื่อนที่ 15% เม็ดขนาดในไดคลอโรเมทีน ได้ 2 แบบ

แบบที่ 1 เป็นของเจ็งสีน้ำตาล น้ำหนัก 0.017 กรัม หลอมเหลวที่ 241-242°C ลักษณะ โกรโนไทแกรมในตัวเคลื่อนที่ 10% เม็ดขนาดในไดคลอโรเมทีน (2 ครั้ง) มีสาร 1 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต และเมื่อว่าง โกรโนไท格ราฟีเพื่อบันทึกทั้งไวโอเลต สารดังกล่าวจะเห็นด้วยตาเปล่าเป็นสีน้ำตาล ที่ค่าคงที่เคลื่อนที่ 0.23 ให้รหัสเป็น GS1 นำไปบันทึกผลทางโปรดอน นิวเคลียร์แมกเนติกเรซูโนนซ์ ได้ผลดังนี้

|  |   |
|--|---|
| <sup>1</sup> H NMR (CD <sub>3</sub> OD) ( $\delta$ ppm)<br>(500 MHz) | 7.36 (s, 1H), 7.28 (d, $J$ = 8.0 Hz, 1H), 7.24 (s, 0.33H),<br>7.13 (d, $J$ = 10.0 Hz, 2H), 7.12-7.04 (m, 2H), 6.92 (d,<br>$J$ = 8.0 Hz, 1H), 6.66 (d, $J$ = 8 Hz, 0.8H), 6.58 (d, $J$ =<br>8.0 Hz, 0.33H), 6.54 (s, 0.33H), 6.44 (d, $J$ = 10.0 Hz,<br>2H), 6.40 (s, 1H), 6.28 (s, 1H), 6.08 (d, $J$ = 8.0 Hz,<br>0.8H), 6.01 (s, 1H), 5.85 (s, 1H), 5.76 (d, $J$ = 10.0 Hz,<br>1H), 5.66 (d, $J$ = 10.0 Hz, 0.33H), 5.00 (d, $J$ = 10.0 Hz,<br>0.33 H) |
|--|---|

แบบที่ 2 เป็นคราบสีน้ำตาล น้ำหนัก 0.046 กรัม ลักษณะ โกรโนไทแกรมในตัวเคลื่อนที่ 10% เม็ดขนาดในไดคลอโรเมทีน ไม่มีสารหลัก จึงไม่ศึกษาต่อ

### **การศึกษาส่วนลดละลายเมมชานอล (ME)**

ส่วนสัดหยานที่ลดละลายในเมมชานอล เป็นของหนีดสีน้ำตาล น้ำหนัก 7.647 กรัม นำสารมาแยกตัววิธีคอลัมน์โปรแกรมโพกราฟีแบบรวดเร็ว เริ่มชะล้าง 100% ไคลอโรมีเทน เพิ่มขั้วจนถึงเมมชานอล ได้ทั้งหมด 25 ส่วน ตรวจสอบผลทางโปรแกรมโพกราฟีแผ่นบาง รวมส่วนที่มีโปรแกรมโพกราฟเนื้องอกันได้ 6 ส่วน ดังตาราง 6

ตาราง 6 ส่วนต่างๆที่ได้จากการแยก ME ด้วยวิธีคอลัมน์โปรแกรมโพกราฟีแบบรวดเร็ว

| ส่วนที่ | น้ำหนักสาร(กรัม) | ลักษณะสาร         |
|---------|------------------|-------------------|
| A       | 0.058            | ของหนีดสีเหลือง   |
| B       | 0.184            | ของหนีดสีน้ำตาล   |
| C       | 0.128            | ของหนีดสีน้ำตาล   |
| D       | 0.187            | ของหนีดสีเหลือง   |
| E       | 0.256            | ของเหลืองสีเหลือง |
| F       | 5.588            | ของหนีดสีน้ำตาล   |

A ลักษณะโปรแกรมในตัวเคลื่อนที่ 5% เอชิโละซีเตทในไคลอโรมีสารหลัก 2 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต 1 สาร ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.82 เห็นเป็นสีเหลืองคั่วyla เปลา 1 สาร ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.37 ระหว่างสารทั้งสองมีสารที่ไม่แยกจากกันได้แสงอัลตราไวโอเลต ซึ่งยากต่อการแยกสารทั้งสองให้บริสุทธิ์

B ลักษณะโปรแกรมในตัวเคลื่อนที่ 10% เอชิโละซีเตทในไคลอโรมีแทนไม่มีสารหลัก บันทึกผลทางโปรแกรมนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ มีสัญญาณเฉพาะที่สานานสูงและไม่มีสัญญาณอะโรเมติกโปรแกรม จึงไม่ศึกษาต่อ

C เมื่อวางทึ้งไว้สารจะแยกเป็น 2 ส่วน คือ ส่วนที่เป็นของเหลือง (C1) และส่วนที่เป็นของเหลืองสีเขียวเหลือง (C2)

C1 น้ำหนัก 0.068 กรัม ลักษณะโคมนาไฟแกรมในตัวเคลื่อนที่ 5%เมธานอลในไคลคลอโรเมทีน มีสารหลัก 1 สาร เห็นเป็นสีเหลืองคัวยาเปล่า ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.47 คาดว่าสามารถแยกให้บริสุทธิ์ได้ จึงนำมาแยกคัววิธีโคมนาไฟแบบหนา ในตัวเคลื่อนที่ 5%เมธานอลในไคลคลอโรเมทีน แยกได้ 2 แผน

แผนที่ 1 เป็นคราบสีเหลือง น้ำหนัก 0.001 กรัม ลักษณะโคมนาไฟแกรม ในตัวเคลื่อนที่ 5%เมธานอลในไคลคลอโรเมทีน มีสารหลัก 1 สาร เห็นเป็นสีเหลืองคัวยาเปล่าในตำแหน่งเดียวกับ WK1

แผนที่ 2 เป็นคราบสีเหลือง น้ำหนัก 0.005 กรัม ลักษณะโคมนาไฟแกรม ในตัวเคลื่อนที่ 5%เมธานอลในไคลคลอโรเมทีน มีสารหลัก 1 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลตในตำแหน่งเดียวกับ E8.2

C2 น้ำหนัก 0.060 กรัม ลักษณะโคมนาไฟแกรม ในตัวเคลื่อนที่ 5%เมธานอลในไคลคลอโรเมทีน มีสารหลักเหมือน C1 จึงศึกษาในส่วน C1

D ลักษณะโคมนาไฟแกรม ในตัวเคลื่อนที่ 2%เมธานอลในไคลคลอโรเมทีน (2 กรัม) มีสารหลัก 1 สาร เห็นคัวยาเปล่าเป็นสีเหลือง ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.19 คาดว่าสามารถแยกสารออกมายังไบร์ทฟิล์มได้ จึงนำสารมาแยกคัววิธีโดยล้มน้ำโคมนาไฟแบบธรรมดาก่อนและคัวไคลคลอโรเมทีน เพิ่มขั้นตอนถึงเมธานอล ได้ทั้งหมด 20 ส่วน ตรวจสอบแต่ละส่วนบนโคมนาไฟแบบหนา รวมส่วนที่มีลักษณะโคมนาไฟแกรมเหมือนกันได้ 4 ส่วน ดังแสดงในตาราง 7

ตาราง 7 ส่วนต่างๆที่ได้จากการแยก D ด้วยวิธีโดยล้มน้ำโคมนาไฟแบบธรรมดาก่อน

| ส่วนที่ | น้ำหนักสาร (กรัม) | ลักษณะสาร         |
|---------|-------------------|-------------------|
| D1      | 0.016             | คราบสีเหลืองเขียว |
| D2      | 0.067             | ของน้ำดีสีเขียว   |
| D3      | 0.047             | ของแข็งสีเหลือง   |
| D4      | 0.076             | ของน้ำดีสีเหลือง  |

**D1** จากการบันทึกผลทางไปรตตอนนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ พบว่ามีสัญญาณเฉพาะที่สานานสูง จึงนำไปทดสอบ Liebermann Burchard พบร้าชั้นคลอโรฟอร์มนีสีแดง คาดว่าเป็นสารประเกท triterpenoid

**D2** ลักษณะโคมาราโทแกรมในตัวเคลื่อนที่ไดคลอโรเมเทน (2 ครั้ง) มีสารประมาณ 5 สาร และไม่มีสารหลัก จึงไม่คีกษณาต่อ

**D3** ลักษณะโคมาราโทแกรมในตัวเคลื่อนที่ 2% เมทานอลในไดคลอโรเมเทน (2 ครั้ง) มีสารหลัก 1 สาร เห็นด้วยตาเปล่าเป็นสีเหลือง ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.19 ผลทางไปรตตอนนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ คล้ายกับ E7.3 นำ D3 มาทำปฏิกิริยาอะซิทิลเดชันโดยใช้อะซิทิกแองไฮดรอไรด์ และพิริดิน จนที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 72 ชั่วโมง หลังจากเสร็จสิ้นปฏิกิริยา ได้สาร 2 ส่วน ส่วนแรกได้จากการสกัดสารละลายชั้นน้ำด้วยเอธิลอะซิเตท (EtOAc.1) เมื่อนำสารละลายชั้นเอธิลอะซิเตทมาล้างด้วยสารละลาย 10% โซเดียมไฮโดรเจนคาร์บอนเนต พบร้าชั้นสารละลายโซเดียมไฮโดรเจนคาร์บอนเนตมีสีเหลือง จึงนำมาทำให้เป็นกรดด้วย 10% กรดไฮดรคลอริก และสกัดด้วยเอธิลอะซิเตทอีกครั้งหนึ่ง ได้สารละลายเอธิลอะซิเตทเป็นส่วนที่สอง (EtOAc.2)

EtOAc.1 เป็นครานสีเหลือง น้ำหนัก 0.014 กรัม ลักษณะโคมาราโทแกรมในตัวเคลื่อนที่ 5% เมทานอลในไดคลอโรเมเทน มี 2 สารอยู่ติดกัน เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต 1 สาร และเห็นด้วยตาเปล่า 1 สาร ยากต่อการแยกให้บริสุทธิ์ และเมื่อนำไปบันทึกผลทางไปรตตอนนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ พบว่าสัญญาณส่วนใหญ่ปรากฏที่สานานสูง

EtOAc.2 เป็นครานสีเหลือง น้ำหนัก 0.017 กรัม ลักษณะโคอมาราโทแกรมในตัวเคลื่อนที่ 5% เมทานอลในไดคลอโรเมเทน มีสาร 4 สาร เห็นด้วยตาเปล่าเป็นสีเหลือง มีการแยกของสารไม่ชัดเจน

จากข้อมูลข้างต้นแสดงว่าการทำปฏิกิริยาอะซิทิลเดชันไม่ช่วยในการแยกสาร D3 ให้บริสุทธิ์

**D4** ลักษณะโคอมาราโทแกรมในตัวเคลื่อนที่ 5% เมทานอลในไดคลอโรเมเทน และผลทางไปรตตอนนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ เมื่อนอกับ E7.3 จึงคีกษาในส่วน E7.3

E นำสารมาตกลดีโดยใช้เมทานอลและคลอโรฟอร์มแต่ไม่สามารถตกลดีได้ ลักษณะโคอมาราโทแกรมในตัวเคลื่อนที่ 2% เมทานอลในไดคลอโรเมเทน (2 ครั้ง) มีสาร 1 สาร เห็นด้วยตาเปล่าเป็นสีเหลืองเมื่อกับ E7.3

F ลักษณะโคอมาราโทแกรมในโคอมาราโทกราฟี่แผ่นบาง ไม่สามารถระบบทัวเคลื่อนที่ในการแยกสารได้ เพราะสารมีขั้วสูง จึงใช้วิธีการ 2 วิธี ที่คาดว่าจะแยกสารให้บริสุทธิ์ได้

วิธีที่ 1 นำสารน้ำหนัก 0.530 กรัม มาทำปฏิกิริยาอะซิทิเลชันโดยใช้อะเซติกแองไฮด์ริดและพิริคิน คนที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 72 ชั่วโมง หลังจากเสร็จสิ้นปฏิกิริยา ได้สารลักษณะเป็นของเหลวสีน้ำตาล น้ำหนัก 0.522 กรัม ให้รหัส UA นำ UA มาตรวจสอบบนโกรนาโทกราฟีแผ่นบาง ลักษณะโกรนาโทแกรมในตัวเคลื่อนที่ 0.5% เมรานอลในคลอโรฟอร์ม (2 ครั้ง) มีการแยกไม่ชัดเจน แต่เห็นสารเป็นช่วง ๆ คาดว่ามีสารจำนวน 5 สาร เมื่อเปรียบเทียบลักษณะโกรนาโทแกรมกับสารตั้งต้น สรุปว่าเกิดปฏิกิริยาอะซิทิเลชันสมบูรณ์ นำ UA มาแยกด้วยวิธีโกรนาโทกราฟีแผ่นหนาในตัวเคลื่อนที่ 0.5% เมรานอลในคลอโรฟอร์ม (2 ครั้ง) แยกได้ทั้งหมด 4 ส่วน ดังแสดงในตาราง 8

ตาราง 8 ส่วนต่างๆที่ได้จากการแยก UA ด้วยวิธีโกรนาโทกราฟีแผ่นหนา

| ส่วนที่ | น้ำหนักสาร (กรัม) | ลักษณะสาร       |
|---------|-------------------|-----------------|
| UA1     | 0.003             | กรานสีขาว       |
| UA2     | 0.006             | ของเหลวไม่มีสี  |
| UA3     | 0.017             | ของเหลวสีเหลือง |
| UA4     | 0.027             | ของเหลวสีเหลือง |

นำส่วน UA1-UA4 มาตรวจสอบบนโกรนาโทกราฟีแผ่นบางในตัวเคลื่อนที่ 0.5% เมราโนอลในคลอโรฟอร์ม พบร่วมกับการแยกของสารดีขึ้นกว่าก่อนนำมาแยกด้วยโกรนาโทกราฟีแผ่นหนามาก โดยแต่ละส่วนมีลักษณะโกรนาโทแกรม ดังนี้

UA1 มีสารหลัก 2 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลตที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.55 และ 0.20

UA2 มีสารหลัก 2 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลตที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.46 และ 0.12

UA3 มีสารหลัก 2 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลตที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.41 และ 0.12

UA4 มีสารหลัก 2 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลตที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.29 และ 0.15

ถึงแม้แต่ละส่วนจะมีการแยกของสารชั้ดเจน แต่ไม่ได้ศึกษาต่อ เพราะสารแต่ละส่วนมีปริมาณน้อยมาก จะเห็นว่าเมื่อเปรียบเทียบน้ำหนักสาร UA ตอนก่อนนำมาแยกด้วยวิธีโกรมาโทกราฟีแผ่นหนา (0.210 กรัม) กับน้ำหนักหลังนำมาแยก (0.052 กรัม) พบว่าน้ำหนักของสารหายไปมาก แสดงว่าวิธีโกรมาโทกราฟีแผ่นหนาไม่เหมาะสมกับการแยกสาร UA จึงลองนำ UA น้ำหนัก 0.432 กรัม มาแยกด้วยวิธีคอลัมน์โกรมาโทกราฟีธรรมด้า ระหว่าง 0.5% เมธานอลในคลอโรฟอร์ม เพื่อขึ้นต้นดึง methane แยกได้ 4 ส่วน ดังแสดงในตาราง 9

ตาราง 9 ส่วนต่างๆที่ได้จากการแยก UA ด้วยวิธีคอลัมน์โกรมาโทกราฟีแบบธรรมด้า

| ส่วนที่ | น้ำหนักสาร (กรัม) | ลักษณะสาร       |
|---------|-------------------|-----------------|
| A1      | 0.127             | ของเหลวใสน้ำตาล |
| A2      | 0.120             | ของเหลวใสน้ำตาล |
| A3      | 0.139             | ของเหลวใสน้ำตาล |
| A4      | 0.117             | ของเหลวใสน้ำตาล |

A1 ลักษณะโกรมาโทแกรมในตัวเคลื่อนที่ 0.5% เมธานอลในคลอโรฟอร์ม มีสารหลักประมาณ 2 สาร แต่มีการแยกไม่ชัดเจน จึงไม่ศึกษาต่อ

A2 ลักษณะโกรมาโทแกรมในตัวเคลื่อนที่ 0.5% เมธานอลในคลอโรฟอร์ม มีสารหลักประมาณ 2 สาร ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.28 และ 0.21 สารทั้งสองอยู่ติดกันมากต่อการทำให้บริสุทธิ์

A3 และ A4 โกรมาโทแกรมมีลักษณะเป็นทางยาวไม่เห็นการแยกของสาร ในตัวเคลื่อนที่ 1% เมธานอลในคลอโรฟอร์ม (3 ครั้ง) ยากต่อการแยกให้บริสุทธิ์

จากข้อมูลที่นำ UA มาแยกด้วยวิธีคอลัมน์โกรมาโทกราฟีและวิธีโกรมาโทกราฟีแผ่นหนา พบว่าการทำปฏิกิริยาอะซิทิเลชันไม่ได้ช่วยในการแยก F ให้บริสุทธิ์

วิธีที่ 2 นำ F มาตรวจสอบโกรมาโทกราฟีแผ่นบางแบบ reverse phase silica gel C-18 (RP) ในตัวเคลื่อนที่ 20% น้ำในเมธานอล พบร่วมสารประมาณ 7 สาร และมีการแยกชัดเจนพอสมควร ทำการแยก F ด้วย RP ดังนี้

ครั้งที่ 1 นำสาร F น้ำหนัก 0.350 กรัม มาแยกด้วยวิธีคอลัมน์โปรแกรมโทกราฟี โดยใช้ RP เป็นตัวอยู่กับที่ อะลูมิเนียม 50% นำในเมทานอล ลดขั้วจนถึงเมทานอล ได้ 30 ส่วน ตรวจสอบแต่ละส่วนบนโปรแกรมโทกราฟีแผ่นบาง RP เป็นตัวอยู่กับที่ รวมส่วนที่มีลักษณะโปรแกรมเหมือนกันได้ 4 ส่วน ดังแสดงในตาราง 10

ตาราง 10 ส่วนต่างๆที่ได้จากการแยก F ด้วยวิธีคอลัมน์โปรแกรมโทกราฟีใช้ชิลิกาเจลชนิด RP

| ส่วนที่ | น้ำหนักสาร (กรัม) | ลักษณะสาร                  |
|---------|-------------------|----------------------------|
| U1      | 0.062             | ของเหลวใสอมของแข็งสีน้ำตาล |
| U2      | 0.184             | ของแข็งสีน้ำตาล            |
| U3      | 0.037             | ของเหลวใสอมของแข็งสีน้ำตาล |
| U4      | 0.066             | คราบสีน้ำตาล               |

U1 ลักษณะโปรแกรมในตัวเคลื่อนที่ 16.7% นำในเมทานอล มีสารหลัก 1 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอลেตที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.88 จากการบันทึกผลทางไปร่องนิวเคลียร์ แมกนีติกเรโซแนนซ์ คาดว่าโครงสร้างเป็นพวกลิโกลิโคไซด์ เนื่องจาก แสดงสัญญาณในช่วง 3.00-5.00 ppm ซึ่งเป็นสัญญาณไปร่องของพวgn้ำตาล

U2 ลักษณะโปรแกรมในตัวเคลื่อนที่ 20% นำในเมทานอล (2 ครั้ง) มีสารหลัก 3 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอลেต 1 สาร ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.65 และเห็นด้วยตาเปล่าเป็นสีน้ำตาลจำนวน 2 สาร ใกล้ baseline คาดว่าสามารถแยกสารเหล่านี้ออกจากกันได้ จึงนำสารมาแยกด้วยวิธีคอลัมน์โปรแกรมโทกราฟีแบบธรรมชาติ อะลูมิเนียม 25% เมทานอลในคลอร์ฟอร์ม ตามด้วยเมทานอล แยกได้ 1 ส่วน นำไปแยกอีกรั้งด้วยวิธีคอลัมน์โปรแกรมโทกราฟี RP อะลูมิเนียม แยกได้ 1 ส่วน เป็นของแข็งคราบสีน้ำตาล น้ำหนัก 0.081 กรัม มีลักษณะโปรแกรมในตัวเคลื่อนที่เมทานอล มีสารหลัก 1 สาร เห็นด้วยตาเปล่าเป็นสีน้ำตาล ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.38 นำสารมาทำปฏิกิริยาอะซิทิเลชัน โดยใช้อะซิทิกแอลกอฮอล์ ไอไดรค์ และพิริดิน คุณที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 72 ชั่วโมง หลังจากสินสุดปฏิกิริยาเติมน้ำลงในปฏิกิริยาแล้วสกัดด้วยบีวิธานอล เนื่องจากถ้าใช้ตัวทำละลายอินทรีย์ที่มีขั้วต่ำกว่าไม่สามารถสกัดสารออกมากนักน้ำ หลังการสกัดแยกได้ 2 ส่วน คือ ส่วนตะกอนที่ไม่ละลายในน้ำบีวิธานอล (US2.1) และส่วนละลายบีวิธานอล (UL2.1)

US2.1 เป็นของแข็งสีน้ำตาล น้ำหนัก 0.081 กรัม มีลักษณะ โครโนไทแกรนในตัว เคลื่อนที่ 10%เมชานอลในไคลอโรเมเทน มีสารหลัก 2 สารอยู่ติดกัน เห็นได้แสง อัลตราไวโอเลต ยกต่อการแยกให้บริสุทธิ์

UL2.1 เป็นของเหลวสีน้ำตาล น้ำหนัก 0.041 กรัม มีลักษณะ โครโนไทแกรนในตัว เคลื่อนที่ 10%เมชานอลในไคลอโรเมเทน มีสารหลัก 2 สารอยู่ติดกัน เห็นในสารละลายกรดฟอส ไฟโนลิกบดิก ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.89 และ 0.80 ยกต่อการแยกสารให้บริสุทธิ์

**U3** จากผลการบันทึกทางไปรษณีย์แมกเนติกเร โ Poulenz คาดว่า โครงสร้างเป็น พวกลิโอลิไซด์ ลักษณะ โครโนไทแกรนในตัวเคลื่อนที่ 20%เมชานอลในคลอโรฟอร์ม (8 ครั้ง) มีสารหลัก 2 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.43 และ 0.25 คาดว่า สามารถแยกให้บริสุทธิ์ได้ จึงนำสารมาแยกด้วยวิธีคัลมน์โครโนไทราฟีแบบธรรมชาติ ชะลวย 20%เมชานอลในคลอโรฟอร์ม เพิ่มขั้วจนถึงเมชานอล ได้ 30 ส่วน เมื่อตรวจสอบแต่ละส่วนบน โครโนไทราฟีแผ่นบาง พบว่าแต่ละส่วนไม่ปรากฏสาร จึงไม่ศึกษาต่อ

**U4** ลักษณะ โครโนไทแกรนในตัวเคลื่อนที่ 100% เมชานอล บน โครโนไทแกรนแผ่นบาง ชนิด RP ไม่มีการแยกของสารซัคเจน ยกต่อการแยกให้บริสุทธิ์

ครั้งที่ 2 นำสาร F น้ำหนัก 0.510 กรัม มาแยกด้วยวิธีคัลมน์ โครโนไทราฟี ใช้ RP เป็นตัวอัลกอที่ ชะลวย 50%น้ำในเมชานอล ลดขั้วจนถึงเมชานอล ได้ 15 ส่วน ตรวจสอบ แต่ละส่วนบน โครโนไทราฟีแผ่นบาง RP รวมส่วนที่มี โครโนไทแกรนเหมือนกัน ได้ 5 ส่วนคั่ง แสดงในตาราง 11

ตาราง 11 ส่วนต่างๆที่ได้จากการแยก F ด้วยวิธีคัลมน์ โครโนไทราฟีใช้ชิลิกาเจลชนิด RP

| ส่วนที่ | น้ำหนักสาร (กรัม) | ลักษณะสาร       |
|---------|-------------------|-----------------|
| V1      | 0.187             | ของเหลวสีน้ำตาล |
| V2      | 0.203             | ของเหลวสีน้ำตาล |
| V3      | 0.049             | ของเหลวสีน้ำตาล |
| V4      | 0.022             | ของเหลวสีน้ำตาล |
| V5      | 0.058             | ของเหลวสีน้ำตาล |

V1 ลักษณะโภคภาระในตัวเคลื่อนที่ 50% เมธานอลในคลอโรฟอร์ม ไม่มีการแยกของสารชัดเจน ยกเว้นการแยกให้บริสุทธิ์ได้

V2 ลักษณะโภคภาระในตัวเคลื่อนที่ 20% เมธานอลในคลอโรฟอร์ม มีสารหลัก 1 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.41 คาดว่าสามารถแยกให้บริสุทธิ์ได้ นำมาแยกด้วยวิธีคอลัมน์โภคภาระไฟแบบธรรมชาติ ด้วย 20% เมธานอลในคลอโรฟอร์ม ตามค่าวิ่ง เมธานอล ได้ 2 ส่วน

V2.1 เป็นของเหลวสีน้ำตาล น้ำหนัก 0.046 กรัม ลักษณะโภคภาระในตัวเคลื่อนที่ 10% เมธานอลในคลอโรฟอร์ม (2 ครั้ง) มีสารหลัก 4 สาร มี 1 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต และเมื่อวางโภคภาระไฟแผ่นบางทึบไว้สารดังกล่าวจะเห็นเป็นสีน้ำตาลด้วยตาเปล่า ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.23 (เหมือนกับสาร GS1) อีก 3 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.19, 0.21 และ 0.27 สารทั้ง 4 สารมีการแยกชัดเจนพอสมควร แต่มีปริมาณน้อย

V2.2 ของเหลวสีน้ำตาล น้ำหนัก 0.106 กรัม นำมาแยกด้วยวิธีคอลัมน์โภคภาระไฟ RP ได้ 1 ส่วน เป็นของเหลวสีน้ำตาล น้ำหนัก 0.099 กรัม ลักษณะโภคภาระในตัวเคลื่อนที่เมธานอล ได้แสงอัลตราไวโอเลต ไม่เห็นการแยกของสารชัดเจน ยกเว้นการแยกให้บริสุทธิ์

V3 ลักษณะโภคภาระในตัวเคลื่อนที่ 15% เมธานอลในคลอโรฟอร์ม มีสารหลักเหมือน W4 จึงศึกษาในส่วน W4 ที่จะกล่าวในลำดับถัดไป

V4 ลักษณะโภคภาระในตัวเคลื่อนที่ 10% เมธานอลในคลอโรฟอร์ม(2 ครั้ง) มีสารหลัก 1 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต เมื่อวางโภคภาระไฟแผ่นบางทึบไว้ สารหลักดังกล่าวจะกลایเป็นสีเหลืองเห็นด้วยตาเปล่า ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.36 เหมือนกับสารหลักในส่วน I6 ที่จะกล่าวต่อไป

V5 ลักษณะโภคภาระในตัวเคลื่อนที่ 10% เมธานอลในคลอโรฟอร์ม มี 4 สาร และไม่มีสารหลัก จึงไม่ศึกษาต่อ

เนื่องจากสารที่แยกได้ในแต่ละส่วนมีปริมาณไม่นานัก จึงนำสาร F หนัก 3.125 กรัม มาแยกด้วยคอลัมน์โภคภาระไฟใช้ RP เป็นตัวอยู่กับที่ ชั้นด้วย 50% น้ำในเมธานอล ได้ 18 ส่วน ตรวจสอบแต่ละส่วนบนโภคภาระไฟแผ่นบาง รวมส่วนที่มีลักษณะโภคภาระเหมือนกันเข้าด้วยกันได้ 5 ส่วน ดังแสดงในตาราง 12

ตาราง 12 ส่วนต่างๆที่ได้จากการแยก F ด้วยวิธีคอลัมน์ โคมนาโพกราฟใช้ชิลิกอนอลนิด RP

| ส่วนที่ | น้ำหนักสาร (กรัม) | ลักษณะสาร                  |
|---------|-------------------|----------------------------|
| W1      | 0.160             | ของแข็งสีน้ำตาล            |
| W2      | 0.665             | ของแข็งผสมของน้ำดีสีน้ำตาล |
| W3      | 1.135             | ของน้ำดีสีน้ำตาล           |
| W4      | 0.695             | ของแข็งผสมของน้ำดีสีน้ำตาล |
| W5      | 0.118             | ของแข็งผสมครามสีเขียว      |

W1 ลักษณะ โคมนาโพกราฟในตัวเคลื่อนที่ 50% เมธานอลในคลอร์ฟอร์ม ไม่เห็นการแยก ของสาร

W2 ลักษณะ โคมนาโพกราฟในตัวเคลื่อนที่ 10% เมธานอลในคลอร์ฟอร์ม มีสารหลัก 1 สาร เห็นเป็นสีเหลืองด้วยตาเปล่า ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.15 เหมือนกับสารหลักในส่วน W3.1 ซึ่งจะกล่าวถึงในลำดับถัดไป

W3 ลักษณะ โคอมนาโพกราฟในตัวเคลื่อนที่ 20% เมธานอลในคลอร์ฟอร์ม มีสารหลัก 2 สาร เห็นเป็นสีเหลืองด้วยตาเปล่า ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.52 และ 0.32 และยังมีสารบางส่วนอยู่ ที่ baseline คาดว่าสามารถแยกสารหลัก 2 สาร ออกจากสารที่ baseline ได้ จึงนำมาแยกด้วย คอลัมน์ โคมนาโพกราฟใช้แบบธรรมชาติ ช่วย 20% เมธานอลในคลอร์ฟอร์ม ตามด้วย เมธานอล แยกได้ 2 ส่วน

ส่วนที่ 1 (W3.1) เป็นของแข็งผสมของน้ำดีสีน้ำตาล น้ำหนัก 0.575 กรัม ลักษณะ โคอมนาโพกราฟในตัวเคลื่อนที่ 10% เมธานอลในคลอร์ฟอร์ม มีสารหลัก 1 สาร เห็นด้วย ตาเปล่าเป็นสีเหลือง ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.28 ซึ่งสารหลักคั่งกล่าวเหมือนกับสารหลักในส่วน W2 จึงรวมกับ W2 แล้วนำมาแยกด้วยวิธีคอลัมน์ โคอมนาโพกราฟใช้แบบธรรมชาติ ช่วย 5% เมธานอลในคลอร์ฟอร์ม เพิ่มขั้นตอน แยกได้ 6 ส่วน ดังแสดงในตาราง 13

ตาราง 13 ส่วนต่างๆที่ได้จากการแยก W3.1 รวมกับ W2 ด้วยวิธีคอลัมน์โปรแกรมโพกราฟิแบบ

ธรรมดा

| ส่วนที่ | น้ำหนักสาร (กรัม) | ลักษณะสาร        |
|---------|-------------------|------------------|
| I1      | 0.007             | ของหนึ่งไม่มีสี  |
| I2      | 0.015             | คราบสีน้ำตาล     |
| I3      | 0.012             | ของหนึ่คสีน้ำตาล |
| I4      | 0.061             | ของหนึ่ดสีน้ำตาล |
| I5      | 0.065             | ของหนึ่คสีน้ำตาล |
| I6      | 0.872             | ของหนึ่คสีน้ำตาล |

I1 ลักษณะโปรแกรมโพกราฟในตัวเคลื่อนที่ 10%เมธานอลในคลอโรฟอร์ม มีสาร 3 สาร แต่ไม่มีสารหลัก

I2 ลักษณะโปรแกรมโพกราฟในตัวเคลื่อนที่ 20%เมธานอลในคลอโรฟอร์ม (3 ครั้ง) มีสารหลัก 2 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต และเห็นเป็นสีเหลืองด้วยตาเปล่า ซ้อนทับกัน ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.33 จากข้อมูลโปรแกรมสรุปได้ว่าสารหลักที่เห็นเป็นสีเหลืองด้วยตาเปล่า เป็นสารเดียวกับ GS1 แต่สารมีปริมาณน้อย

I3 ลักษณะโปรแกรมในตัวเคลื่อนที่ 20%เมธานอลในคลอโรฟอร์ม (3 ครั้ง) มีสารประมาณ 3 สาร แต่ไม่มีสารหลัก จึงไม่ศึกษาต่อ

I4 ลักษณะโปรแกรมในตัวเคลื่อนที่ 20%เมธานอลในคลอโรฟอร์ม (3 ครั้ง) เมื่อวางโปรแกรมโพกราฟแผ่นบางทึ่งไว มีสารหลัก 1 สาร เห็นเป็นสีเหลืองด้วยตาเปล่า ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.18 คาดว่าสามารถแยกสารให้บริสุทธิ์ได้ จึงนำมาแยกด้วยวิธีคอลัมน์โปรแกรมโพกราฟิแบบธรรมด้า ขณะด้วย 20%เมธานอลในคลอโรฟอร์ม เมื่อทดสอบแต่ละส่วนที่แยกได้บนโปรแกรมโพกราฟแผ่นบาง พบว่าแต่ละส่วนไม่ปราศจากสาร จึงไม่ศึกษาต่อ

I5 ลักษณะโปรแกรมในตัวเคลื่อนที่ 20%เมธานอลในคลอโรฟอร์ม (3 ครั้ง) มีสารหลัก 1 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.46 ซึ่งเหมือนกับสารหลักในส่วน V4 จึงรวม I5 กับ V4 เข้าด้วยกัน นำมาแยกสารหลักดังกล่าวให้บริสุทธิ์ ด้วยวิธีคอลัมน์โปรแกรมโพกราฟิแบบธรรมด้า ขณะด้วย 10%เมธานอลในคลอโรฟอร์ม แยกได้ 11 ส่วน ทดสอบแต่ละ

ส่วนบนโครโนไทกราฟีแผ่นบาง รวมส่วนที่มีลักษณะโครโนไทแกรนเหมือนกันเข้าด้วยกัน ได้ 2 ส่วน

ส่วนที่ 1 เป็นคราบสีเหลือง น้ำหนัก 0.005 กรัม ลักษณะโครโนไทแกรนในตัวเคลื่อนที่ 20%เมธานอลในคลอโรฟอร์ม มีสารหลัก 1 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต เมื่อว่างโครโนไทกราฟีแผ่นบางทึ่งไว้ สารหลักดังกล่าวจะกลอยเป็นสีเหลืองเห็นด้วยตาเปล่า ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.38 ซึ่งเหมือนกับสารหลักในส่วนที่ 1 ของ S1 ที่แยกได้จากส่วน W4

ส่วนที่ 2 เป็นของเหลวสีเหลือง น้ำหนัก 0.004 กรัม ลักษณะโครโนไทแกรนในตัวเคลื่อนที่ 20%เมธานอลในคลอโรฟอร์ม มีสารหลัก 2 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.38 และ 0.21 ระหว่างสารทั้งสองเห็นสารเป็นพืคได้แสงอัลตราไวโอเลต จึงไม่สามารถแยกสารหลักทั้งสองออกจากกันได้

I6 ลักษณะโครโนไทแกรนในตัวเคลื่อนที่ 20%เมธานอลในคลอโรฟอร์ม (3 ครั้ง) ไม่มีการแยกของสาร และไม่สามารถหาระบบทัวเคลื่อนที่ที่เหมาะสมในการแยกได้

ส่วนที่ 2 (W3.2) เป็นของแข็งผอมของเหลวสีน้ำตาล น้ำหนัก 0.493 กรัม ลักษณะโครโนไทแกรนในตัวเคลื่อนที่ 20%เมธานอลในคลอโรฟอร์ม (3 ครั้ง) มีสารหลัก 1 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.24 คาดว่านาจะแยกสารให้บริสุทธิ์ได้ จึงนำมาแยกด้วยวิธีคลัมน์โครโนไทกราฟี ชี้ด้วย 20%เมธานอลในคลอโรฟอร์ม เพื่อขึ้นจนถึง เมธานอล แยกได้ 1 ส่วน คือ AN1 เป็นของเหลวสีเหลือง น้ำหนัก 0.113 กรัม นำมาตรวจสอบโครโนไทกราฟีแผ่นบาง RP ลักษณะโครโนไทแกรนในตัวเคลื่อนที่ 50%น้ำในเมธานอล มีสารหลัก 3 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.77, 0.48 และ 0.18 ซึ่งมีการแยกออกจากกันอย่างชัดเจน จึงนำมาแยกด้วยวิธีคลัมน์โครโนไทกราฟีแบบธรรมชาติ RP ชี้ด้วย 50%น้ำในเมธานอล แยกได้ 3 ส่วน นำทั้ง 3 ส่วนมาทดสอบโครโนไทกราฟีแผ่นบางพบว่าทั้ง 3 ส่วนมีสารหลักเหมือนกัน จึงรวมทั้ง 3 ส่วนเข้าด้วยกันเป็นของแข็งสีเหลือง น้ำหนัก 0.022 กรัม ลักษณะโครโนไทแกรน ในตัวเคลื่อนที่ 10%เมธานอลในคลอโรฟอร์ม มีสารหลัก 2 สารเห็นเป็นสีเหลืองด้วยตาเปล่าและเห็นได้แสงอัลตราไวโอเลตซ้อนทับกันที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.39 ให้รหัสเป็น N1 เนื่องจากสารหลัก 2 สารซึ่งนับกันอยู่ ยากต่อการหาระบบทัวเคลื่อนที่ในการแยก จึงลองแยกโดยอาศัยสมบัติการละลายของสาร โดยนำ N1 มาละลายด้วยเอธิลอะซิเตท พบว่าสารละลายได้บางส่วน ได้สารละลายสีเหลืองและตะกอนสีน้ำตาล นำตะกอนสีน้ำตาลมาละลายเมธานอลพบว่าละลายได้หมด จึงแยกสาร N1 ได้ 2 ส่วน คือ ส่วนที่ละลายเอธิลอะซิเตทและส่วนละลายเมธานอล นำทั้ง 2 ส่วนมาตรวจสอบโครโนไทกราฟีแผ่นบางในตัวเคลื่อนที่ 10%เมธานอลในคลอโรฟอร์ม ส่วนละลายเมธานอลมี

สารออยู่ที่ baseline และส่วนคละลายเออริโลซิเตฟมีสารหลัก 1 สารเห็นได้แสงอัลตราไวโอลูตที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.23 และยังมีสารบางส่วนอยู่ที่ baseline พบว่าสารหลักในส่วนคละลายเออริโลซิเตฟ เป็นสารเดียวกับ GS1

W4 ลักษณะโคมนาไฟแกรนในตัวเคลื่อนที่ 20%เมรานอลในกลอไฟอร์ม มีสารหลัก 2 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอลูต ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.71 และ 0.41 นำสารมาแยกด้วยวิธีโคมนาไฟกราฟีแบบธรรมชาต ชะล้างกลอไฟอร์ม เพิ่มขั้นถึงเมรานอล แยกได้ 4 ส่วน ดังแสดงในตาราง 14

ตาราง 14 ส่วนต่างๆที่ได้จากการแยก W4 ด้วยวิธีคอกลัมน์โคมนาไฟกราฟีแบบธรรมชาต

| ส่วนที่ | น้ำหนักสาร (กรัม) | ลักษณะสาร           |
|---------|-------------------|---------------------|
| S1      | 0.042             | ของหนืดสีเหลือง     |
| S2      | 0.066             | ของหนืดสีเหลือง     |
| S3      | 0.013             | ของหนืดสีเหลืองอ่อน |
| S4      | 0.294             | ของหนืดสีน้ำตาล     |

S1 ตรวจสอบบนโคมนาไฟแผ่นบาง RP ในตัวเคลื่อนที่ เมรานอล ลักษณะโคมนาไฟแกรน มีสารหลัก 1 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอลูต ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.75 คาดว่าสามารถแยกสารให้บริสุทธิ์ได้ จึงนำมาแยกด้วยวิธีคอกลัมน์โคมนาไฟกราฟี ด้วย RP ชะล้าง 40% น้ำในเมรานอล ตามด้วย เมรานอล แยกได้ 2 ส่วน

ส่วนที่ 1 เป็นของหนืดสีเหลือง น้ำหนัก 0.013 กรัม ลักษณะโคมนาไฟแกรนในตัวเคลื่อนที่ 20%เมรานอลในกลอไฟอร์ม มีสารหลัก 1 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอลูต และเมื่อวางโคมนาไฟแผ่นบางทึบไว้ สารดังกล่าวจะเปลี่ยนเป็นสีเหลืองเห็นด้วยตาเปล่า ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.41 ซึ่งเหมือนกับสารหลักในส่วนที่ 1 ที่แยกได้จาก I5

ส่วนที่ 2 เป็นของหนืดสีน้ำตาล น้ำหนัก 0.050 กรัม ลักษณะโคมนาไฟแกรนในตัวเคลื่อนที่ 20%เมรานอลในกลอไฟอร์ม มีสารประมาณ 2 สาร และไม่มีสารหลัก จึงไม่ทำการศึกษาต่อ

S2 ลักษณะโภคภาระในตัวเคลื่อนที่ 10%เมธานอลในคลอโรฟอร์ม มีสารหลัก 2 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.55 และ 0.11 นำมายแยกด้วยวิธีโภคภาระไฟเผาบนา ในตัวเคลื่อนที่ 10%เมธานอลในคลอโรฟอร์ม (2 ครั้ง) แยกได้ 5 แบบ

แบบที่ 1 เป็นครามสีเหลืองอ่อน น้ำหนัก 0.002 กรัม ลักษณะโภคภาระในตัวเคลื่อนที่ 5%เมธานอลในคลอโรฟอร์ม มีสารหลัก 1 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.45 แต่สารมีปริมาณน้อย

แบบที่ 2 เป็นครามสีเหลืองอ่อน น้ำหนัก 0.002 กรัม ลักษณะโภคภาระในตัวเคลื่อนที่ 5%เมธานอลในคลอโรฟอร์ม มีสารหลัก 1 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.27 แต่สารมีปริมาณน้อย

แบบที่ 3 เป็นครามสีเหลือง น้ำหนัก 0.002 กรัม ลักษณะโภคภาระในตัวเคลื่อนที่ 5%เมธานอลในคลอโรฟอร์ม มีสารหลัก 1 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.24 แต่สารมีปริมาณน้อย

แบบที่ 4 เป็นครามสีเหลือง น้ำหนัก 0.004 กรัม ลักษณะโภคภาระในตัวเคลื่อนที่ 5%เมธานอลในคลอโรฟอร์ม มีสารหลัก 1 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.19 เมื่อวางทิ้งไว้สารจะตกหลัก เป็นผลึกรูปเข็มสีเหลือง น้ำหนัก 0.003 กรัม สารมีปริมาณน้อย

แบบที่ 5 เป็นของเหลวสีเหลือง น้ำหนัก 0.012 กรัม ลักษณะโภคภาระในตัวเคลื่อนที่ 5%เมธานอลในคลอโรฟอร์ม มีสารหลัก 2 สาร อยู่ติดกันที่ baseline ยกต่อการทำให้บริสุทธิ์

S3 ลักษณะโภคภาระในตัวเคลื่อนที่ 10%เมธานอลในคลอโรฟอร์ม (2 ครั้ง) มีสารหลัก 1 สารเห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.13 ให้สารหลักเห็นเป็นทางยาวจนถึง baseline ยกต่อการแยกให้บริสุทธิ์

S4 ลักษณะโภคภาระในตัวเคลื่อนที่ 10%เมธานอลในคลอโรฟอร์ม มีสารหลัก 1 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.52 นำมายแยกให้บริสุทธิ์ด้วยวิธีคลอสัมบ์ โภคภาระไฟแบบธรรมชาติ ช่วยคลอโรฟอร์ม เพิ่มขั้ววนดึง เมธานอล แยกได้ 2 ส่วน

ส่วนที่ 1 เป็นของเหลวสีเหลือง น้ำหนัก 0.021 กรัม ลักษณะโภคภาระในตัวเคลื่อนที่ 10%เมธานอลในคลอโรฟอร์ม มีสารหลัก 1 สารเห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต และใน ASA ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.14 ซึ่งเหมือนกับแบบที่ 1 ที่ได้จากการแยก S1 และแบบที่ 1 ที่ได้จากการแยก I5 จึงนำทั้ง 3 ส่วนมารวมกันและนำมาแยกให้บริสุทธิ์ด้วยวิธีคลอสัมบ์ โภคภาระไฟ

แผ่นหนา ในตัวเคลื่อนที่ 20% เมธานอลในคลอโรฟอร์ม (3 ครั้ง) แยกได้ 1 ส่วน เป็นของแข็งสีเหลือง น้ำหนัก 0.009 กรัม ลักษณะ โครมาโทแกรมในตัวเคลื่อนที่ 20% เมธานอลในคลอโรฟอร์ม มีสารหลัก 1 สารเท่านั้นได้แสดงอัตราไวโอดेट และใน ASA ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.28 ตำแหน่งเดียวกับ GS1

ส่วนที่ 2 เป็นของเหลวสีน้ำตาล น้ำหนัก 0.056 กรัม ลักษณะ โครมาโทแกรมในตัวเคลื่อนที่ 10% เมธานอลในคลอโรฟอร์ม ไม่มีการแยกของสาร

W5 ลักษณะ โครมาโทแกรมในตัวเคลื่อนที่เมธานอลบน โครมาโทแกรมแผ่นบางชนิด RP ไม่มีสารหลัก จึงไม่ศึกษาต่อ

### การศึกษาครั้งที่ 2

นำส่วนสกัดขยายเมธานอล น้ำหนัก 60.00 กรัม มาแยกออกเป็น 2 ส่วน โดยอาศัยการละลาย ได้ส่วนละลายเอธิลอะซิเตทเป็นของเหลวสีเขียว น้ำหนัก 10.50 กรัม (ET.1) และส่วนละลายเมธานอลเป็นของเหลวสีน้ำตาล น้ำหนัก 46.27 กรัม (ME)

#### การศึกษาส่วนละลายเอธิลอะซิเตท (ET.1)

ET.1 นำมายแยกด้วยวิธี kolmán โครมาโทกราฟ ชะลวย 1% เมธานอลในไคคลอโรมีเทน เพิ่มขั้นถึงเมธานอล แยกได้ 26 ส่วน ตรวจสอบแต่ละส่วนบน โครมาโทกราฟแผ่นบาง รวมส่วนที่มีลักษณะ โครมาโทแกรมเหมือนกันเข้าด้วยกัน ได้ 11 ส่วน ดังตาราง 15

ตาราง 15 ส่วนต่างๆที่แยกได้จาก ET.1 ด้วยวิธีคอลัมน์โปรแกรมโพกราฟแบบธรรมชาติ

| ส่วนที่ | น้ำหนักสาร (กรัม) | ลักษณะสาร                       |
|---------|-------------------|---------------------------------|
| T1      | 0.157             | ของหนึ่ดสีเหลือง                |
| T2      | 0.270             | ของแข็งสีเหลือง                 |
| T3      | 0.345             | ของหนึ่ดสีเหลือง                |
| T4      | 0.345             | ของหนึ่ดสีเขียวเหลือง           |
| T5      | 0.553             | ของหนึ่ดสีเขียว                 |
| T6      | 2.489             | ของหนึ่ดสีเขียว                 |
| T7      | 1.432             | ของหนึ่ดสีเขียว                 |
| T8      | 0.067             | ของหนึ่ดสีเขียว                 |
| T9      | 0.281             | ของหนึ่ดสีเขียวเหลือง           |
| T10     | 0.699             | ของแข็งผสมของหนึ่ดสีเขียว       |
| T11     | 0.555             | ของแข็งผสมของหนึ่ดสีเขียวเหลือง |

T1 เมื่อวางทิ้งไว้สารจะตกผลึก ล้างหลักด้วยเมทานอล แยกได้ 2 ส่วน

ส่วนผลึก เป็นของแข็งลักษณะรีสีขาว น้ำหนัก 0.003 กรัม ทดลองเหวที่ 247-248 °C ลักษณะ โปรแกรมโพกราฟในตัวเคลื่อนที่ 80% ไดคลอโรเมเทนในปิโตรเลียมอีเทอร์ มีสาร 1 สาร เท่านั้น เป็นสีม่วงใน ASA ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.52 ให้รหัส WK2

$$[\alpha]_{\text{D}}^{29} = +17^0 \quad (\text{c} = 9.5 \times 10^{-3} \text{ g}/100 \text{ cm}^3, \text{MeOH})$$

IR (KBr)  $\bar{\nu}_{\text{cm}^{-1}}$  2928, 2870 (C-H stretching), 1716 (C=O stretching)

$^1\text{H}$  NMR ( $\text{CDCl}_3$ ) ( $\delta$  ppm) (500 MHz) 2.40 (*ddd*,  $J = 13.6, 4.8$  และ  $1.6$  Hz, 1H), 2.30 (*dd*,  $J = 12.8$  และ  $6.4$  Hz, 1H), 2.25 (*q*,  $J = 7.2$  Hz, 1H), 2.00-1.94 (*m*, 1H), 1.78 (*md*,  $J = 12.8$  Hz, 1H), 1.69 (*dq*,  $J = 12.8$  และ  $1.6$  Hz, 1H), 1.60-1.20 (*m*, 20H), 1.18 (*s*, 3H), 1.06 (*s*, 3H), 1.02 (*s*, 3H), 1.01 (*s*, 3H), 0.96 (*s*, 3H), 0.89 (*d*,  $J = 7.2$  Hz, 3H), 0.87 (*s*, 3H), 0.73 (*s*, 3H)

|  |   |
|--|---|
| <sup>13</sup> C NMR (CDCl <sub>3</sub> ) ( $\delta$ ppm) | 59.54, 58.27, 53.15, 42.86, 42.17, 41.55, 41.34, 39.74,   |
| (125 MHz)  | 39.28, 38.34, 37.49, 36.06, 35.67, 35.38, 35.04, 32.82,   |
|  | 32.46, 32.18, 31.80, 30.53, 30.03, 28.19, 22.30, 20.27,   |
|  | 18.67, 18.27, 17.96, 14.68, 6.82  |
| MS ( <i>m/z</i> ) (%)                                    | 426 (22), 411 (15), 341 (7), 302 (26), 273 (47), 246 (29),<br>231 (40), 218 (48), 205 (56), 193 (30), 191 (50), 179<br>(54), 163 (58), 161 (49), 149 (50), 137 (62), 135 (55), 124<br>(60), 123 (75), 121 (62), 119 (47), 111 (60), 109 (73), 108<br>(46), 107 (64), 97 (60), 96 (73), 95 (76), 93 (64), 91 (56),<br>83 (72), 82 (71), 81 (80), 79 (64), 69 (91), 68 (64), 67<br>(77), 57 (69), 55 (100), 53 (66), 43 (89), 41 (88), 39 (47),<br>29 (77), 28 (64) |

ส่วนสารคละถ่าย เมื่อระเบยตัวทำละลายออกไಡ้ของหนึ่ดสีเหลือง น้ำหนัก 0.063 กรัม  
ลักษณะ โครโนมาโทแกรมในตัวเคลื่อนที่ 80 % ไดคลอโรเมทีนในปีโตรเลียมอีเธอร์ มีสารหลัก 3 สาร  
เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต ไม่มีการแยกของสาร

T2 ลักษณะ โครโนมาโทแกรมในตัวเคลื่อนที่ 80 % ไดคลอโรเมทีนในปีโตรเลียมอีiéndoร์ มีสาร  
หลัก 2 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.56 และ 0.44 มีการแยกของสารไม่  
ชัดเจน เมื่อวางทึ้งไว้สารจะตกผลึก ล้างผลึกด้วยเมธานอล แยกได้ 2 ส่วน

ส่วนผิวถิก เป็นผงสีขาว น้ำหนัก 0.002 กรัม ลักษณะ โครโนมาโทแกรมในตัวเคลื่อนที่  
80% ไดคลอโรเมทีนในปีโตรเลียมอีiéndoร์ มีสาร 1 สาร เห็นใน ASA เป็นสีม่วง ที่ค่าคงที่การเคลื่อน  
ที่ 0.52 เป็นสารเดียวกับ WK2

ส่วนสารคละถ่าย เมื่อระเบยตัวทำละลายออกไಡ้ของหนึ่ดสีเหลือง น้ำหนัก 0.15 กรัม  
ลักษณะ โครโนมาโทแกรมในตัวเคลื่อนที่ 80% ไดคลอโรเมทีนในปีโตรเลียมอีiéndoร์ ไม่มีสารหลัก

T3 ลักษณะ โครโนมาโทแกรมในตัวเคลื่อนที่ 80% ไดคลอโรเมทีนในปีโตรเลียมอีiéndoร์ มีสาร  
หลัก 1 สาร เห็นด้วยตาเปล่าเป็นสีเหลือง ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.44 แต่บังมีส่วนหัวและส่วนหาง  
เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต นำ T3 มาแยกด้วยวิธีคลัมน์ โครโนมาโทกราฟีแบบธรรมชาต ชะคั่ง 80%  
ไดคลอโรเมทีนในปีโตรเลียมอีiéndoร์ แยกได้ 16 ส่วน ตรวจสอบแต่ละส่วนบน โครโนมาโทกราฟีเพื่อ  
น้ำ รวมส่วนที่มีลักษณะ โครโนมาโทแกรมเหมือนกันเข้าด้วยกันได้ 4 ส่วน

T3.1 เป็นของหนีดสีเหลือง น้ำหนัก 0.045 กรัม ลักษณะ โครโนไทแกรนบัน โครโนไทกราฟีแผ่นบาง RP ในตัวเคลื่อนที่เมชานอล ประกอบด้วยสารหลายสาร มีสารประมาณ 3 สาร อยู่ติดกัน เห็นเป็นสีม่วงใน ASA และมีสารที่ไม่แยกจากกันอยู่ใกล้ baseline เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต ไม่สามารถระบบทัวเคลื่อนที่ในการแยกสารได้ จึงไม่ศึกษาต่อ

T3.2 เป็นของหนีดสีเหลือง น้ำหนัก 0.029 กรัม ลักษณะ โครโนไทแกรนบัน โครโนไทกราฟีแผ่นบาง RP ในตัวเคลื่อนที่เมชานอล มีสารประมาณ 5 สาร เห็นเป็นสีม่วงใน ASA 4 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต 1 สาร แต่มีการแยกของสารไม่ชัดเจน ประกอบกับสารมีปริมาณไม่มากนัก จึงไม่ศึกษาต่อ

T3.3 เป็นของหนีดสีเหลือง น้ำหนัก 0.060 กรัม ลักษณะ โครโนไทแกรนบัน โครโนไทกราฟีแผ่นบาง RP ในตัวเคลื่อนที่ เมชานอล มีสารหลัก 2 สาร เห็นเป็นสีเหลืองด้วยตาเปล่า 1 สาร ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.50 เห็นเป็นสีม่วงใน ASA 1 สาร ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.22 คาดว่าสารแรกแยกทั้ง 2 สารให้บริสุทธิ์ได้ นำมาแยกด้วยคอลัมน์โครโนไทกราฟี RP จะด้วย 100% เมชานอล แยกได้ 3 ส่วน

ส่วนที่ 1 เป็นของหนีดสีเหลือง น้ำหนัก 0.007 กรัม ลักษณะ โครโนไทแกรน ในตัวเคลื่อนที่ 80% ไดคลอโรมีเทนในปิโตรเลียมอีเชอร์ มีสารหลัก 2 สาร เห็นด้วยตาเปล่าเป็นสีเหลืองเข้ม 1 สารและสีเหลืองอ่อน 1 สารอยู่ติดกัน ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.21 พบว่าสารดังกล่าว เป็นสารเดียวกับ WK3 ซึ่งแยกได้จาก T3.4

ส่วนที่ 2 เป็นของหนีดสีเหลือง น้ำหนัก 0.006 กรัม ลักษณะ โครโนไทแกรน ในตัวเคลื่อนที่ 80% ไดคลอโรมีเทนในปิโตรเลียมอีเชอร์ มีสารหลัก 2 สาร เห็นเป็นสีเหลืองด้วยตาเปล่า 1 สาร ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.20 ซึ่งเหมือนกับสารหลักในส่วนที่ 1 และเห็นสีม่วงใน ASA 1 สาร ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.28 เมื่ອอนกับสารหลักในส่วนที่ 3

ส่วนที่ 3 เป็นของหนีดสีเหลือง น้ำหนัก 0.011 กรัม ลักษณะ โครโนไทแกรน ในตัวเคลื่อนที่ 80% ไดคลอโรมีเทนในปิโตรเลียมอีเชอร์ มีสารหลัก 1 สาร เห็นเป็นสีม่วงใน ASA แต่สารมีปริมาณน้อย จึงไม่ศึกษาต่อ

T3.4 ลักษณะ โครโนไทแกรนบัน โครโนไทกราฟีแผ่นบาง RP ในตัวเคลื่อนที่เมชานอล มีสารหลัก 2 สาร เห็นเป็นสีเหลืองด้วยตาเปล่า ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.20 และ 0.06 ทั้งสองสารมีการแยกกันชัดเจนจึงนำมาแยกด้วยวิธีคอลัมน์โครโนไทกราฟี โดยใช้ RP เป็นตัวอչุกันที่จะด้วยเมชานอล แยกได้ 3 ส่วน

ส่วนที่ 1 เป็นของหนึดสีเหลือง น้ำหนัก 0.044 กรัม ลักษณะ โคลามาโทแกรนในตัวเคลื่อนที่ 80% ไคลอโรมีเทนในบิโตรเดียมอีเซอร์ มีสารหลัก 2 สาร อยู่ติดกันเห็นใน ASA ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.51 และ 0.46 ยากต่อการแยกให้บริสุทธิ์ จึงไม่นำมาศึกษาต่อ

ส่วนที่ 2 เมื่อวางสารทึ้งไว้สารจะตกผลึก แยกออกได้ 2 ส่วน

ส่วนผลึก เป็นผลึกสีเหลือง น้ำหนัก 0.002 กรัม หลอมเหลวที่ 153-155°C ลักษณะ โคลามาโทแกรนในตัวเคลื่อนที่ 80% ไคลอโรมีเทนในบิโตรเดียมอีเซอร์ มีสาร 1 สาร เห็นด้วยตาเปล่าเป็นสีเหลือง ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.44 ให้รหัส WK3

UV  $\lambda_{\text{max}}$ (nm) (MeOH) ( $\log \varepsilon$ ) 363 (3.30)

$[\alpha]^{29}_{\text{D}} = +18^0$  ( $c = 2.8 \times 10^{-2}$  g/100 cm<sup>3</sup>, MeOH)

IR (KBr)  $\bar{\nu}_{\text{cm}^{-1}}$  3500 (O-H stretching) 2991, 2933 (C-H stretching) 1748, 1636 (C=O stretching)

<sup>1</sup>H NMR (CDCl<sub>3</sub>) ( $\delta$  ppm) 13.15 (*s*, 1H), 7.49 (*d*, *J* = 1.3 Hz, 1H), 5.22 (*ht*, *J* = 7.2 และ 1.4 Hz, 1H), 4.37 (*q*, *J* = 6.6 Hz, 1H), 4.37 (*md*, *J* = 10.5 Hz, 1H), 3.62 (*s*, 3H), 3.22 (*qdd*, *J* = 7.2, 3.2 และ 0.8 Hz, 2H), 2.69 (*qdd*, *J* = 14.4, 4.5 และ 1.5 Hz, 1H), 2.55 (*dd*, *J* = 14.4 และ 10.5 Hz, 1H), 2.55 (*d*, *J* = 9.6 Hz, 1H), 2.34 (*d*, *J* = 12.8 Hz, 1H), 1.75 (*d*, *J* = 1.2 Hz, 3H), 1.71 (*s*, 3H) 1.68 (*d*, *J* = 1.8 Hz, 3H), 1.65 (*dd*, *J* = 12.8 และ 9.6 Hz, 1H), 1.58 (*s*, 3H), 1.41 (*d*, *J* = 6.6 Hz, 3H), 1.36 (*d*, *J* = 1.5 Hz, 3H), 1.29 (*s*, 3H), 1.16 (*s*, 3H), 1.07 (*d*, *J* = 1.4 Hz, 3H)

<sup>13</sup>C NMR (CDCl<sub>3</sub>) ( $\delta$  ppm) 202.26, 178.23, 166.87, 163.26, 153.82, 135.59, 133.96, 132.38,

(100 MHz) 131.98, 121.75, 117.17, 113.03, 105.77, 101.39, 90.61, 89.30, 84.90, 84.19, 83.23, 53.94, 49.94, 43.47, 30.78, 30.85, 28.97, 28.93, 25.70, 25.47, 24.06, 21.42, 21.07, 17.73, 16.87, 13.57

MS (*m/z*) (%) 562 (0.4), 550 (3), 535 (68), 534 (100), 533 (27), 465 (54), 437 (27), 381 (35), 339 (9), 247 (20), 245 (26), 203 (16), 121 (13), 69 (47), 43 (26), 41 (47), 28 (26), 18 (29)

ส่วนสารละอาย เมื่อระเหยตัวทำละลายออก ได้ของหนึดสีเหลือง น้ำหนัก 0.047 กรัม ลักษณะ โคลามาโทแกรนในตัวเคลื่อนที่ 50 % ไคลอโรมีเทนในบิโตรเดียมอีเซอร์ มีสาร

หลัก 1 สาร เห็นเป็นสีเหลืองด้วยตาเปล่า ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.20 และขังประกอบด้วยสารตัวอื่นด้วย นำมาแยกด้วยวิธีโปรแกรมโพกราฟแฟ่นหนา ในตัวเกลือนที่ 50 % ไดคลอโรมีเทนในปีโตรเลียมอิเชอร์ แยกได้ 1 แบบ ไดสารเป็นของน้ำดีสีเหลืองน้ำหนัก 0.036 กรัม ลักษณะ โปรแกรมโพกราฟในตัวเกลือนที่ไดคลอโรมีเทน มีสารหลัก 1 สาร เห็นเป็นสีเหลืองด้วยตาเปล่า มีค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.28 แต่ยังมีสารอื่นที่เห็นเป็นสีขาวใน ASA ปนอยู่ด้วย จึงนำมาแยกด้วยโปรแกรมโพกราฟแฟ่นบางอีกครั้ง ในตัวเกลือนที่ไดคลอโรมีเทน แยกได้ 1 แบบ เป็นของน้ำดีสีเหลืองน้ำหนัก 0.026 กรัม ลักษณะ โปรแกรมบันโปรแกรมโพกราฟแฟ่นบาง RP ในตัวเกลือนที่เมรานอล มีสารหลัก 2 สาร เห็นด้วยตาเปล่าเป็นสีเหลืองเข้มและเหลืองอ่อนซ้อนกันที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.40 นำมาแยกด้วย คลัมน์โปรแกรมโพกราฟใช้ RP เป็นตัวอยู่กับที่ และวิธีโปรแกรมโพกราฟแฟ่นบาง RP เพื่อแยกสารสีเหลืองเข้มและสีเหลืองอ่อนออกจากกัน แต่ไม่สามารถแยกสารสีเหลืองเข้มและสารสีเหลืองอ่อนออกจากกันได้ จากการตรวจสอบโปรแกรมโพกราฟแฟ่นบาง พนว่าเป็นสารเดียวกัน WK3

ส่วนที่ 3 เป็นของน้ำดีสีเหลือง น้ำหนัก 0.022 กรัม ลักษณะ โปรแกรมโพกราฟในตัวเกลือนที่ 80% ไดคลอโรมีเทนในปีโตรเลียมอิเชอร์ ไม่มีสารหลักและไม่มีการแยกของสารได้แสงอัลตราไวโอเลต จึงไม่ศึกษาต่อ

T4 ลักษณะ โปรแกรมในตัวเกลือนที่ 80% ไดคลอโรมีเทนในปีโตรเลียมอิเชอร์ มีสารหลัก 1 สาร เห็นใต้แสงอัลตราไวโอเลต ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.29 เมื่อวางทึ่งไว้สารตกผลึกแยกได้ 2 ส่วน

ส่วนที่ 4 เป็นแผ่นสีขาวน้ำหนัก 0.018 กรัม หลอมเหลวที่ 155-156°C ลักษณะ โปรแกรมโพกราฟในตัวเกลือนที่ 80% ไดคลอโรมีเทนในปีโตรเลียมอิเชอร์ มีสาร 1 สาร เห็นเป็นสีน้ำเงินใน ASA ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.20 ให้รหัส WK4

$$[\alpha]^{29}_D = -31^\circ (c = 1.6 \times 10^{-2} \text{ g}/100 \text{ cm}^3, \text{ MeOH})$$

IR (KBr)  $\bar{\nu}_{\text{cm}^{-1}}$  3341 (O-H stretching), 2958, 2936, 2868 (C-H stretching)

$^1\text{H NMR}$  ( $\text{CDCl}_3$ ) ( $\delta$  ppm) 5.35 (*m*, 1H), 5.15 (*dd*,  $J = 12.3$  และ  $6.7$  Hz, 1H), 5.03 (*dd*,  $J = 12.3$  และ  $6.7$  Hz, 1H), 3.56-3.48 (*m*, 1H), 2.29 (*ddd*,  $J = 12.3$ , 6.0 และ 2.1 Hz, 1H), 2.24 (*qd*,  $J = 10.8$  และ 2.1 Hz, 1H), 2.09-1.94 (*m*, 3H), 1.88-1.80 (*m*, 2H), 1.75-1.66 (*m*, 1H), 1.60-1.39 (*m*, 11H), 1.31-1.04 (*m*, 5H), 1.02 (*d*,  $J = 6.7$  Hz, 3H), 1.01 (*s*, 3H), 1.00-0.90 (*m*, 2H), 0.85 (*d*,  $J = 6.7$  Hz, 3H), 0.81 (*t*,  $J = 7.1$  Hz, 3H), 0.80 (*d*,  $J = 6.5$  Hz, 3H), 0.70 (*s*, 3H)

|  |   |
|--|---|
| <sup>13</sup> C NMR (CDCl <sub>3</sub> ) ( $\delta$ ppm) | 140.79, 138.33, 129.34, 121.72, 71.83, 56.91, 56.02, 51.27, 50.22,  |
| (125 MHz)  | 42.36, 42.26, 40.49, 39.74, 37.31, 36.55, 31.95, 31.95, 31.91, 31.71,   |
|  | 28.92, 25.42, 24.40, 21.24, 21.11, 21.08, 19.42, 19.01, 12.26, 12.08  |
| MS ( <i>m/z</i> ) (%)                                    | 412 (33), 351 (22), 300 (21), 271 (37), 255 (50), 213 (33), 163 (30),<br>161 (37), 159 (53), 151 (29), 147 (47), 145 (52), 135 (39), 133 (56),<br>131 (37), 123 (49), 121 (46), 119 (49), 109 (50), 107 (60), 105 (58),<br>97 (65), 95 (65), 93 (61), 91 (64), 83 (76), 81 (74), 79 (64), 69 (80),<br>67 (66), 57 (64), 55 (91), 43 (100), 41 (85), 29 (66), 28 (74), 27 (50) |

ส่วนสารละลาย เมื่อระเหยเอต้าวทำละลายออก ได้ของหนีดสีเหลือง น้ำหนัก 0.50 กรัม ลักษณะ โครโนไทแกรนในตัวเคลื่อนที่ 80% ไดคลอโรเมเทนในบิโตรเลียมอีเชอร์ มีสารหลัก 1 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.29 คาดว่าสามารถแยกให้บริสุทธิ์ได้ จึงนำมาแยกด้วยวิธีคอลัมน์โครโนไทกราฟี อะดีวาย 80% ไดคลอโรเมเทนในบิโตรเลียมอีเชอร์ แยกได้ 2 ส่วน

T4.1 เป็นของหนีดสีเหลือง น้ำหนัก 0.12 กรัม ลักษณะ โครโนไทแกรนในตัวเคลื่อนที่ 80% ไดคลอโรเมเทนในบิโตรเลียมอีเชอร์ มีสารหลัก 2 สาร เห็นเป็นสีเหลืองคั่วยตาแปล่า 1 สาร ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.41 และเห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต 1 สาร ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.29 นำสารมาแยกด้วยวิธีโครโนไทกราฟีแผ่นหนา ในตัวเคลื่อนที่ 80% ไดคลอโรเมเทนในบิโตรเลียมอีเชอร์ แยกได้ 2 แบบ

แบบที่ 1 เป็นของหนีดสีเหลือง น้ำหนัก 0.012 กรัม ลักษณะ โครโนไทแกรนบนโครโนไทกราฟีแผ่นบาง RP ในตัวเคลื่อนที่เมธานอล มีสารประมาณ 2 สาร แต่ไม่มีสารหลัก ประกอบกับสารมีน้ำหนักไม่นานนัก จึงไม่ศึกษาต่อ

แบบที่ 2 เป็นของหนีดสีเหลือง น้ำหนัก 0.078 กรัม ลักษณะ โครโนไทแกรนบนโครโนไทกราฟีแผ่นบาง RP ในตัวเคลื่อนที่เมธานอล มีสารหลัก 3 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต และเห็นเป็นสีน้ำเงินใน ASA 1 สาร ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.52 เห็นเป็นสีม่วงใน ASA 1 สาร ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.36 และอีก 1 สารเห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.20 สารทั้ง 3 สารมีการแยกกันอย่างชัดเจน จึงนำสารมาแยกด้วยวิธีคอลัมน์โครโนไทกราฟี โดยใช้ชิลิกาเจลชนิด RP อะดีวายเมธานอล แยกได้ 2 ส่วน

ส่วนที่ 1 เป็นของหนึ่งคีลิลิอง น้ำหนัก 0.038 กรัม ลักษณะ โคลร์มาโทแกรมบนโคลร์มาโทกราฟี่แผ่นบาง RP ในตัวเคลื่อนที่เมธานอล มีสารหลัก 2 สาร เห็นได้ แสงอัลตราไวโอเลต และสีน้ำเงินใน ASA 1 สาร ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.52 และอีก 1 สาร เห็นเป็น สีม่วงใน ASA ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.36 ซึ่งมีสารหลักเหมือนกับส่วน L1, L2 และ L3 ซึ่งเป็นส่วน ที่แยกได้จาก T4.2

ส่วนที่ 2 เป็นของเหลวเหลืองอ่อน น้ำหนัก 0.026 กรัม ลักษณะ โคลร์มาโทแกรมบนโคลร์มาโทกราฟี่แผ่นบาง RP ในตัวเคลื่อนที่เมธานอล ไม่มีสารหลัก จึงไม่ศึกษา ต่อ

T4.2 เป็นของหนึ่งคีลิลิอง น้ำหนัก 0.098 กรัม ลักษณะ โคลร์มาโทแกรมบน โคลร์มาโทกราฟี่แผ่นบาง RP ในตัวเคลื่อนที่เมธานอล มีสารหลัก 1 สาร เห็นได้ แสงอัลตราไวโอเลต และสีม่วงใน ASA ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.62 นำสารทั้งหมดมาแยกด้วยคอลัมน์โคลร์มาโทกราฟี่ใช้ ชิลิกาเจลชนิด RP จะด้วยเมธานอล แยกได้ 5 ส่วน ดังตาราง 16

ตาราง 16 ส่วนต่างๆ ที่ได้จากการแยก T4.2 ด้วยวิธีคอลัมน์โคลร์มาโทกราฟี่ ใช้ชิลิกาเจลชนิด RP

| ส่วนที่ | น้ำหนักสาร (กรัม) | ลักษณะสาร        |
|---------|-------------------|------------------|
| L1      | 0.100             | ของหนึ่งคีลิลิอง |
| L2      | 0.017             | ของหนึ่งคีลิลิอง |
| L3      | 0.040             | ของหนึ่งคีลิลิอง |
| L4      | 0.017             | ของหนึ่งคีลิลิอง |
| L5      | 0.009             | ของหนึ่งคีลิลิอง |

L1, L2 และ L3 ลักษณะ โคลร์มาโทแกรมในตัวเคลื่อนที่ได้คลอโรเมเทน มีสารหลัก 2 สาร เห็นได้ แสงอัลตราไวโอเลต และสีม่วงใน ASA ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.36 แต่พบว่า ยังมีอีก 1 สาร ปรากฏช้อนอยู่กับสารดังกล่าว เห็นเป็นสีชมพูใน ASA ได้นำสารมาแยกทั้งโคลร์มาโทกราฟี่และ โคลร์มาโทกราฟี่แผ่นหนา เพื่อแยกสารทั้งสองออกจากกัน แต่พบว่า ไม่สามารถแยกสาร ออกจากกัน ได้

L4 และ L5 ลักษณะ โภรนาโทแกรนในตัวเคลื่อนที่ไคลอโรมีเทน ไม่มีสารหลัก จึงไม่คีกษาต่อ

T5 ลักษณะ โภรนาโทแกรนในตัวเคลื่อนที่ 80% ไคลอโรมีเทน ในปี โทรเดียมอิเชอร์ มีสารประมาณ 4 สาร แต่ไม่มีสารหลัก จึงไม่คีกษาต่อ

T6 ลักษณะ โภรนาโทแกรนในตัวเคลื่อนที่ 5% เมธานอลในไคลอโรมีเทน มีสารหลัก 4 สาร เห็นเป็นสีเหลืองด้วยตาเปล่า 1 สาร ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.58 เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต 1 สาร ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.44 คาดว่าสามารถแยกสารหลักออกมาได้ จึงนำมายแยกด้วยวิธีคอลัมน์ โภรนาโทกราฟี เริ่มจะด้วยไคลอโรมีเทน เพิ่มขั้นถึง 5% เมธานอลในไคลอโรมีเทน แยกได้ 4 ส่วน

ส่วนที่ 1 เป็นของน้ำดีสีเขียว น้ำหนัก 0.543 กรัม ลักษณะ โภรนาโทแกรนในตัวเคลื่อนที่ 5% เมธานอลในไคลอโรมีเทน มีการแยกของสาร ไม่ชัดเจน และไม่มีสารหลัก จึงไม่คีกษาต่อ

ส่วนที่ 2 เป็นของน้ำดีผสนของเพิงสีเขียวเหลือง น้ำหนัก 0.991 กรัม ลักษณะ โภรนาโทแกรนในตัวเคลื่อนที่ 5% เมธานอลในไคลอโรมีเทน มีสารหลัก 2 สาร เห็นเป็นสีเหลืองด้วยตาเปล่าที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.58 และเห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต 1 สาร ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.44 นำมาแยกด้วยวิธีคอลัมน์ โภรนาโทกราฟี เริ่มจะด้วยไคลอโรมีเทนเพิ่มขั้นถึง 5% เมธานอลในไคลอโรมีเทน แยกได้ 2 ส่วน

ส่วนที่ 2.1 เป็นของน้ำดีสีเขียว น้ำหนัก 0.366 กรัม ลักษณะ โภรนาโทแกรนบน โภรนาโทกราฟีแผ่นบางชนิด RP ในตัวเคลื่อนที่ 40% เมธานอลในน้ำ ไม่มีการแยกของสาร จึงไม่คีกษาต่อ

ส่วนที่ 2.2 เป็นของน้ำดีสีเหลือง น้ำหนัก 0.320 กรัม ตรวจสอบบน โภรนาโทกราฟี แผ่นบาง ชนิด RP ลักษณะ โภรนาโทแกรน มีสารหลัก 1 สารเห็นเป็นสีเหลืองด้วยตาเปล่า ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.58 ในตัวเคลื่อนที่ 5% เมธานอลในไคลอโรมีเทน นำมาแยกด้วยวิธีคอลัมน์ โภรนาโทกราฟีโดยใช้ชิลิกาเจลชนิด RP จะด้วย 40% เมธานอลในน้ำ แยกได้ 2 ส่วน

ส่วนที่ 2.2-1 เป็นของน้ำดีสีเหลือง น้ำหนักสาร 0.126 กรัม ลักษณะ โภรนาโทแกรนในตัวเคลื่อนที่ 5% เมธานอลในไคลอโรมีเทน มีสารหลัก 1 สาร เห็นเป็นสีเหลืองด้วยตาเปล่า ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.58 คาดว่าสามารถแยกให้บริสุทธ์ได้ นำสารมาแยกด้วยวิธี โภรนาโทกราฟี แผ่นหนาในตัวเคลื่อนที่ 2% เมธานอลในไคลอโรมีเทน แยกได้ 4 แทน

ແຄນທີ 1 ເປັນຂອງໜຶ່ນສື່ເຫຼືອງ ນໍ້າໜັກ 0.009 ກຣັມ ລັກຍະໂຄຣນາໂຖແກຣນໃນຕັວເຄລື່ອນທີ 2%ເນັ້ນອລິໄດ້ຄລອໂຣມີເຫັນ ມີສາຣ 1 ສາຮ ເກື່ນເປັນສື່ເຫຼືອງດ້ວຍຕາປ່າແລະເກື່ນເປັນສົມຈຳໃນ ASA ທີ່ຄ່າຄອງທີ່ການເຄລື່ອນທີ 0.45 ໃຫ້ຮັສ WK5

UV  $\lambda_{\text{max}}$  (nm) (MeOH) ( $\log \varepsilon$ ) 365 (3.91)

$[\alpha]_{\text{D}}^{29} = -286^{\circ}$  ( $c = 1.4 \times 10^{-2}$  g/100 cm<sup>3</sup>, MeOH)

IR (neat)  $\bar{\nu}_{\text{cm}^{-1}}$  3504-2500 (O-H stretching) 2940, 2852 (C-H stretching) 1744, 1694, 1624 (C=O stretching)

<sup>1</sup>H NMR (CDCl<sub>3</sub>)( $\delta$  ppm) (400 MHz) 13.15 (*s*, 1H), 7.51 (*d*, *J* = 1.4 Hz, 1H), 5.20 (*qdd*, *J* = 11.4, 3.4 ແລະ 1.4 Hz, 1H), 5.07 (*m*, 1H), 4.92 (*m*, 1H), 4.56 (*q*, *J* = 6.6 Hz, 1H), 4.32 (*dd*, *J* = 11.0 ແລະ 3.2 Hz, 1H), 3.81 (*dd*, *J* = 15.2 ແລະ 11.4 Hz, 1H), 3.65 (*s*, 3H), 2.98 (*dd*, *J* = 14.0 ແລະ 3.2 Hz, 1H), 2.73 (*md*, *J* = 15.2 Hz, 1H), 2.64 (*dd*, *J* = 14.0 ແລະ 11.0 Hz, 1H), 2.64 (*d*, *J* = 9.0 Hz, 1H), 2.35 (*d*, *J* = 13.0 Hz, 1H), 1.87 (*d*, *J* = 0.6 Hz, 3H), 1.70 (*dd*, *J* = 13.0 ແລະ 9.0 Hz, 1H), 1.71 (*s*, 3H), 1.65 (*d*, *J* = 2.5 Hz, 3H), 1.56 (*s*, 3H), 1.45 (*d*, *J* = 6.6 Hz, 3H), 1.37 (*s*, 3H), 1.29 (*s*, 3H)

<sup>13</sup>C NMR (CDCl<sub>3</sub>)( $\delta$  ppm) (100 MHz) 203.20, 179.00, 167.71, 166.65, 163.83, 155.49, 146.84, 135.65, 134.79, 132.50, 129.58, 112.50, 110.31, 101.66, 101.38, 92.43, 89.20, 85.15, 84.35, 83.46, 73.72, 53.82, 49.74, 43.94, 30.81, 30.42, 29.07, 28.88, 28.80, 28.66, 21.11, 19.28, 18.66, 16.77

MS (*m/z*) (%) MS (*m/z*) (%) 608 (2.3), 580 (28), 538 (60), 537 (100), 510 (38), 509 (89), 383 (20), 371 (17), 277 (23), 233 (46), 207 (14), 191 (16), 177 (29), 149 (18), 135 (21), 109 (32), 99 (16), 95 (17), 91 (19), 83 (22), 71 (38), 69 (52), 67 (21), 57 (44), 55 (59), 53 (24), 44 (38), 43 (95), 41 (76), 39 (26), 29 (20), 28 (73), 27 (23), 18 (77)

แบบที่ 2, แบบที่ 3 และ แบบที่ 4 ตรวจสอบบน โครโนมาโทกราฟีแผ่นบางในตัวเคลื่อนที่ 2% เมธานอลในไคลคลอโรเมเทน ลักษณะโครโนมาโทแกรมไม่มีการแยกของสาร ประกอบกับมีปริมาณสารไม่นักนัก จึงไม่คึณ化ต่อ

ส่วนที่ 2.2-2 เป็นของหนึดผสมของเป็นสีเหลือง น้ำหนัก 0.140 กรัม ลักษณะโครโนมาโทแกรมในตัวเคลื่อนที่ 5% เมธานอลในไคลคลอโรเมเทน มีสารหลัก 1 สาร มีลักษณะขาวรีเห็นด้วยตาเปล่าเป็นสีเหลือง ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.45 นำมาแยกด้วยคอลัมน์โครโนมาโทกราฟีใช้ชีดิกาเจลชนิด RP จะด้วย 20% น้ำในเมธานอล แยกสารได้ 2 ส่วน เมื่อทดสอบทึ้งสองส่วนบนโครโนมาโทกราฟีแผ่นบางในตัวเคลื่อนที่ 5% เมธานอลในไคลคลอโรเมเทน พบร่วมมีลักษณะโครโนมาโทแกรมเหมือนกัน คือ มีสารที่เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต 1 สาร ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ต่ำกว่าสารหลักที่เห็นด้วยตาเปล่าเป็นสีเหลืองซึ่งมีการแยกชัดเจน จึงนำหั้งสองส่วนมารวมกันได้สารลักษณะเป็นของหนึดสีเหลือง น้ำหนัก 0.132 กรัม นำมาแยกด้วยโครโนมาโทกราฟีแผ่นหนาในตัวเคลื่อนที่ 5% เมธานอลในไคลคลอโรเมเทน แยกได้ 1 แบบ ลักษณะเป็นของหนึดสีเหลือง น้ำหนัก 0.090 กรัม จากข้อมูลทางโปรดอนนิวเคลียร์แมกнетิกเรโซแนนซ์ พบร่วมเป็นสารเดียวกับ WK1

T7 ลักษณะโครโนมาโทแกรมในตัวเคลื่อนที่ 5% เมธานอลในไคลคลอโรเมเทน มีสารหลัก 4 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.26, 0.24, 0.19 และ 0.09 นำมาแยกด้วยคอลัมน์โครโนมาโทกราฟีเริ่มจะด้วยไคลคลอโรเมเทน เพิ่มขึ้นถึงเมธานอล แยกได้ 5 ส่วน ดังแสดงในตาราง 17

ตาราง 17 ส่วนต่างๆ ที่ได้จากการแยก T7 ด้วยวิธีคอลัมน์โครโนมาโทกราฟีแบบธรรมด้า

| ส่วนที่ | น้ำหนักสาร (กรัม) | ลักษณะสาร            |
|---------|-------------------|----------------------|
| T7.1    | 0.494             | ของหนึดสีเขียว       |
| T7.2    | 0.238             | ของหนึดสีเขียวเหลือง |
| T7.3    | 0.143             | ของหนึดสีเขียว       |
| T7.4    | 0.120             | ของหนึดสีเขียว       |
| T7.5    | 0.110             | ของหนึดสีน้ำตาล      |

ตรวจสอบแต่ละส่วนบนโครโนไทกราฟี่แผ่นบาง พบว่า ไม่มีส่วนใดบริสุทธิ์ และไม่สามารถหาระบบทั่วเกลื่อนที่ในการแยกสารได้ในขณะนี้

T8 ลักษณะ โครโนไทแกรมในตัวเกลื่อนที่ 10%เมธานอลในไคลอโรมีเทน มีสารหลัก 1 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.30 นำมาแยกด้วยcoldmั่น์โครโนไทกราฟี่ เริ่นจะด้วยไคลอโรมีเทน เพิ่มขึ้นจนถึงเมธานอล แยกได้ 2 ส่วน

ส่วนที่ 1 เป็นครานสีเหลืองเขียว น้ำหนัก 0.005 กรัม ลักษณะ โครโนไทแกรมในตัวเกลื่อนที่ 10%เมธานอลในไคลอโรมีเทน มีสารหลัก 1 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.30 เนื่องจากสารมีปริมาณไม่มากนัก จึงไม่แยกต่อ

ส่วนที่ 2 เป็นของเหลวสีเขียวเหลือง น้ำหนัก 0.010 กรัม ลักษณะ โครโนไทแกรมในตัวเกลื่อนที่ 10%เมธานอลในไคลอโรมีเทน ไม่มีสารหลัก จึงไม่ศึกษาต่อ

T9 ลักษณะ โครโนไทแกรมในตัวเกลื่อนที่ 10%เมธานอลในไคลอโรมีเทน มีสารหลัก 1 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.30 นำสารมาแยกด้วยcoldmั่น์โครโนไทกราฟี่ ใช้ชิลิกาเจลชนิด RP ชะตัว 20%นำในเมธานอล แยกได้ 2 ส่วน

ส่วนที่ 1 เป็นของเหลวสีน้ำตาล น้ำหนัก 0.033 กรัม ลักษณะ โครโนไทแกรมในตัวเกลื่อนที่ 10%เมธานอลในไคลอโรมีเทน มีสารหลัก 1 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต และสีส้ม ใน ASA ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.30 นำมาแยกด้วยโครโนไทกราฟี่แผ่นหนาในตัวเกลื่อนที่ 10%เมธานอลในไคลอโรมีเทน แยกได้ 2 แบบ

แบบที่ 1 เป็นของเหลวสีเหลืองอ่อน น้ำหนัก 0.005 กรัม ลักษณะ โครโนไทแกรมในตัวเกลื่อนที่ 10%เมธานอลในไคลอโรมีเทน มีสาร 1 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต และเห็นเป็นสีส้มใน ASA ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.30 บันทึกทางโปรแกรมนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ พบว่าเป็นสารเดียวกับ GS1

แบบที่ 2 เป็นของเหลวสีเหลือง น้ำหนัก 0.005 กรัม ลักษณะ โครโนไทแกรมในตัวเกลื่อนที่ 10%เมธานอลในไคลอโรมีเทน มีสารหลัก 1 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต และสีส้มใน ASA ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.28 สารมีปริมาณไม่มากนัก จึงไม่แยกต่อ

ส่วนที่ 2 เป็นของเหลวสีน้ำตาล น้ำหนัก 0.006 กรัม ลักษณะ โครโนไทแกรมในตัวเกลื่อนที่ 10%เมธานอลในไคลอโรมีเทน มีสารหลักเหมือนกับส่วนที่ 1 จึงศึกษาในส่วนที่ 1

T10 ลักษณะ โครโนไทแกรมในตัวเกลื่อนที่ 10%เมธานอลในไคลอโรมีเทน มีสารหลัก 1 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต และสีส้มใน ASA ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.25 นำมาแยกด้วย

กอัลมน์โกรมาโทกราฟี เริ่มชาด้วย 10%เมชานอลในไคลคลอโรมีเทนเพิ่มขึ้นถึงเมชานอล แยกได้ 2 ส่วน

ส่วนที่ 1 เป็นของแข็งสีเหลืองผสมของหนีดสีน้ำตาล น้ำหนัก 0.487 กรัม ลักษณะ โกรมาโทแกรมในตัวเคลื่อนที่ 15%เมชานอลในไคลคลอโรมีเทน มีสารหลัก 1 สาร เห็นได้แสง อัลตราไวโอเลตและสีส้มใน ASA ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.35 นำมาแยกคัวกอัลมน์โกรมาโทกราฟี ชาด้วย 10%เมชานอลในไคลคลอโรมีเทน แยกได้ 2 ส่วน

ส่วนที่ 1 เป็นของหนีดสีเหลือง น้ำหนัก 0.031 กรัม ลักษณะ โกรมาโทแกรมใน ตัวเคลื่อนที่ 15%เมชานอลในไคลคลอโรมีเทน มีสารหลักหนึ่งในส่วนที่ 2 จึงศึกษาในส่วนที่ 2

ส่วนที่ 2 เป็นของหนีดสีเหลือง น้ำหนัก 0.172 กรัม ลักษณะ โกรมาโทแกรมใน ตัวเคลื่อนที่ 15%เมชานอลในไคลคลอโรมีเทน มีสารหลัก 1 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต และสี ส้มใน ASA ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.35 นำมาแยกคัว โกรมาโทกราฟีແเน่นหนา ในตัวเคลื่อนที่ 15%เมชานอลในไคลคลอโรมีเทน แยกได้ 1 แบบ เป็นของหนีดสีเหลือง น้ำหนัก 0.039 กรัม ลักษณะ โกรมาโทแกรมในตัวเคลื่อนที่ 15%เมชานอลในไคลคลอโรมีเทน มีสาร 1 สาร เห็นได้แสง อัลตราไวโอเลต และสีส้มใน ASA ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.35 บันทึกผลทางโปรดอนนิวเคลียร์ แมกเนติกเรโซโนนซ์ พบว่าเป็นสารเดียวกับ GS1

ส่วนที่ 2 เป็นของหนีดสีน้ำตาล น้ำหนัก 0.480 กรัม ลักษณะ โกรมาโทแกรมในตัว เคลื่อนที่ 15%เมชานอลในไคลคลอโรมีเทน ไม่มีสารหลัก จึงไม่ศึกษาต่อ

T11 ลักษณะ โกรมาโทแกรมในตัวเคลื่อนที่ 10%เมชานอลในไคลคลอโรมีเทน ไม่มีการแยก ของสาร จึงนำสารมาทดสอบการละลาย ได้ผลดังตาราง 18

ตาราง 18 สภาพการละลายของ T11

| ตัวทำละลาย        | สภาพการละลายที่อุณหภูมิห้อง      |
|-------------------|----------------------------------|
| ปิโตรเลียมอีเชอร์ | -                                |
| ไคลคลอโรมีเทน     | + สารละลายสีเหลืองอ่อน ตะกอนสีดำ |
| เอธิโลอะซิเตท     | ++ สารละลายสีเหลือง ตะกอนสีดำ    |
| อะซิโไทน          | ++ สารละลายสีเหลือง ตะกอนสีดำ    |
| เมชานอล           | +++ สารละลายสีน้ำตาล             |

ตาราง 18 (ต่อ)

| ตัวทำละลาย                  | สภาพการละลายที่อุณหภูมิห้อง      |
|-----------------------------|----------------------------------|
| น้ำ                         | ++ สารละลายสีเหลือง ตะกอนสีดำ    |
| 10%กรดไฮโดรคลอริก           | + สารละลายสีเหลืองอ่อน ตะกอนสีดำ |
| 10%โซเดียมไฮโดรเจนคาร์บอเนต | ++ สารละลายสีเหลือง ตะกอนสีดำ    |

++ ละลายได้ดี ++ ละลายได้ปานกลาง + ละลายได้น้อย - ไม่ละลาย

จากผลการทดสอบการละลาย พบว่าการละลายในตัวทำละลายต่างๆ “ไม่สามารถแยกสาร” ได้ และเนื่องจากโครงสร้างโปรแกรมในระบบตัวเกลือนที่หลากหลาย ไม่มีการแยกของสาร จึง “ไม่ศึกษาต่อ”

### การศึกษาส่วนละลายเมธานอล (ME)

ส่วนละลายเมธานอล (ME) เป็นของเหลวสีน้ำตาล น้ำหนัก 40.0 กรัม นำสารทั้งหมดมาแยก ด้วยวิธีคอลัมน์ “โครงสร้างโปรแกรม” แบบรวดเร็ว ใช้คอลอโรมีเทน เพิ่มขั้นเรื่อยๆ จนถึงเมธานอล แยกได้ 9 ส่วน ดังตาราง 19

ตาราง 19 ส่วนต่างๆที่ได้จากการแยก ME ด้วยวิธีคอลัมน์ “โครงสร้างโปรแกรม” แบบรวดเร็ว

| ส่วนที่ | น้ำหนักสาร (กรัม) | ลักษณะสาร            |
|---------|-------------------|----------------------|
| me1     | 0.39              | ของเหลวสีเหลือง      |
| me2     | 0.26              | ของเหลวสีเขียวเหลือง |
| me3     | 0.45              | ของเหลวสีเขียว       |
| me4     | 0.22              | ของเหลวสีเขียว       |
| me5     | 1.50              | ของเหลวสีเขียว       |
| me6     | 1.96              | ของเหลวสีเขียวเหลือง |

ตาราง 19 (ต่อ)

| ส่วนที่ | น้ำหนักสาร (กรัม) | ลักษณะสาร                 |
|---------|-------------------|---------------------------|
| me7     | 6.54              | ของหนีดสีเขียวเหลือง      |
| me8     | 12.48             | ของหนีดผสมของแข็งสีน้ำตาล |
| me9     | 14.93             | ของหนีดผสมของแข็งสีน้ำตาล |

me1 ตรวจสอบบนโครโนไทกราฟิแผ่นบางชนิด RP ลักษณะโครโนไทแกรน ในตัวเคลื่อนที่เมธานอล มีสารหลัก 1 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.46 นำสารทั้งหมดมาแยกด้วยวิธีคอลัมน์โครโนไทกราฟิ ใช้ชีลิกานเจลชนิด RP จะด้วยเมธานอล แยกได้ 2 ส่วน แต่เมื่อตรวจสอบทั้ง 2 ส่วนบนโครโนไทกราฟิแผ่นบางในตัวเคลื่อนที่ 20% ไดคลอโรเมเทนในปีโตรเลียมอีเชอร์ พบร่วมกับไม่มีการแยกของสาร เห็นเป็นทางขาวได้แสงอัลตราไวโอเลต และใน ASA จึงไม่สนใจศึกษาต่อ

me2 ลักษณะโครโนไทแกรนในตัวเคลื่อนที่ 30% ไดคลอโรเมเทนในปีโตรเลียมอีเชอร์ มีสารหลัก 2 สาร เห็นเป็นสีเหลืองด้วยตาเปล่า 1 สาร ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.75 และเห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต 1 สาร ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.42 นำมาแยกด้วยคอลัมน์โครโนไทกราฟิ และจะด้วย 10% ไดคลอโรเมเทนในปีโตรเลียมอีเชอร์ แยกได้ 3 ส่วน

ส่วนที่ 1 เป็นของหนีดสีเหลือง น้ำหนัก 0.065 กรัม ลักษณะโครโนไทแกรนในตัวเคลื่อนที่ปีโตรเลียมอีเชอร์ ไม่มีสารหลัก

ส่วนที่ 2 เป็นของหนีดสีเหลือง น้ำหนัก 0.103 กรัม ลักษณะโครโนไทแกรนในตัวเคลื่อนที่ปีโตรเลียมอีเชอร์ มีสารหลัก 2 สาร เห็นด้วยตาเปล่าเป็นสีเหลือง 1 สาร ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.33 และเห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต 1 สาร ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.24 นำมาแยกด้วยโครโนไทกราฟิแผ่นหนาในตัวเคลื่อนที่ 20% ไดคลอโรเมเทนในปีโตรเลียมอีเชอร์ แยกได้ 3 แบบ

แบบที่ 1 เป็นของหนีดสีเหลืองจัด น้ำหนัก 0.009 กรัม ลักษณะโครโนไทแกรนในตัวเคลื่อนที่ปีโตรเลียมอีเชอร์ ไม่มีสารหลัก

แบบที่ 2 เป็นของหนีดสีเหลือง น้ำหนัก 0.030 กรัม ลักษณะโครโนไทแกรนในตัวเคลื่อนที่ปีโตรเลียมอีเชอร์ มีสารหลัก 2 สาร เห็นด้วยตาเปล่าเป็นสีเหลือง 1 สาร ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.33 และเห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต 1 สาร ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.24 นำมาแยกด้วยโครโนไทกราฟิแผ่นบางชนิด RP ในตัวเคลื่อนที่เมธานอล แยกสารได้ 2 แบบ

แบบที่ 1 เป็นของหนึดสีเหลืองอ่อน น้ำหนัก 0.007 กรัม ลักษณะ โครโน โทแกรนบัน โครโน โทกราฟีแผ่นบางชนิด RP ในตัวเคลื่อนที่เมธานอล มีสาร 1 สาร เห็นได้แสง อัลตราไวโอลูตและมีสีม่วงใน ASA ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.50 ให้รหัส GS2 บันทึกผลทาง โปรดอนนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ ได้ผลดังนี้ แต่เมื่อทิ้งไว้สารเกิดการสลายตัว

<sup>1</sup>H NMR (CD<sub>3</sub>OD)(δ ppm) 5.99 (d, *J* = 15.9 Hz, 1H), 5.43 (dd, *J* = 15.9 และ 9.8 Hz, 1H), 5.27 (s, 1H), 5.00 (s, 1H), 4.91 (s, 1H), 4.84 (s, 1H), 3.77 (dd, *J* = 11.2 และ 3.7 Hz, 1H), 2.64 -2.60 (m, 1H), 2.42 (dt, *J* = 12.1 และ 4.0 Hz, 1H), 2.20 (ddd, *J* = 13.5, 5.4 และ 2.7 Hz, 1H), 2.10-2.00 (m, 2H), 1.82-1.78 (m, 1H), 1.74-1.62 (m, 5H), 1.52-1.46 (m, 4H), 0.89 (d, *J* = 6.0 Hz, 3H), 0.82 (d, *J* = 6.0 Hz, 3H)

แบบที่ 2 เป็นของหนึดสีเหลือง น้ำหนัก 0.019 กรัม ลักษณะ โครโน โท แกรนบัน โครโน โทกราฟีแผ่นบางชนิด RP ในตัวเคลื่อนที่เมธานอล มีสาร 1 สาร เห็นเป็นสีเหลือง ด้วยตาเปล่าที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.38 เป็นสารเดียวกับ WK3

แบบที่ 3 เป็นของหนึดสีน้ำตาล น้ำหนัก 0.004 กรัม ลักษณะ โครโน โทแกรนในตัว เคลื่อนที่ปีโตรเลียมอีเทอร์ ไม่มีสารหลัก

ส่วนที่ 3 เป็นของหนึดสีเหลืองเขียว น้ำหนัก 0.028 กรัม ลักษณะ โครโน โทแกรนในตัว เคลื่อนที่ปีโตรเลียมอีเทอร์ ไม่มีสารหลัก

me3 ลักษณะ โครโน โน้ตกรานบัน โครโน โทกราฟีแผ่นบางชนิด RP คาดว่ามีสารหลักไม่น้อย กว่า 3 สาร แยกกันเป็นช่วง จึงลองนำมาแยกด้วยวิธีคอลัมน์ โครโน โทกราฟีใช้ชีลิกาเจลชนิด RP จะ ด้วยเมธานอล แยกได้ 5 ส่วน

ส่วนที่ 1 ถึง ส่วนที่ 4 ผลการตรวจสอบแผ่น โครโน โทกราฟีแผ่นบาง ในตัวเคลื่อนที่ 2%เมธานอลในไคลอโรมีเทน ลักษณะ โครโน โทแกรน ไม่มีการแยกของสาร ซึ่งหากต้องการแยก ให้บริสุทธิ์

ส่วนที่ 5 เป็นของหนึดสีเขียว น้ำหนัก 0.070 กรัม นำสารทั้งหมดมาทกผลึกด้วย เมธานอล ได้ผลลัพธ์สีขาว น้ำหนัก 0.003 กรัม หลอมเหลวที่ 104-107°C ลักษณะ โครโน โทแกรนใน ตัวเคลื่อนที่ 2%เมธานอลในไคลอโรมีเทน มีสาร 1 สาร เห็นเป็นสีม่วงใน ASA ที่ค่าคงที่การ เคลื่อนที่ 0.45 ให้รหัส WK6

|  |  |
|--|--|
| $[\alpha]_{D}^{29} = -117^0$   | (c = $2.1 \times 10^{-1}$ g/100 cm <sup>3</sup> , MeOH + CHCl <sub>3</sub> )   |
| IR (KBr) $\bar{V}_{\text{cm}^{-1}}$                                  | 3523-2500 (O-H stretching), 2944, 2840 (C-H stretching), 1713<br>(C=O stretching)  |
| <sup>1</sup> H NMR (CDCl <sub>3</sub> ) ( $\delta$ ppm)<br>(500 MHz) | 5.62 (dd, J = 18.2 และ 7.8 Hz, 1H), 4.92 (d, J = 7.8 Hz, 1H), 4.90<br>(d, J = 18.2 Hz, 1H), 2.50-2.35 (brm, 2H), 1.60-1.27 (m, 20H), 1.26<br>(s, 3H), 1.21 (d, J = 5.7 Hz, 1H), 1.18 (s, 3H), 1.02 (s, 3H), 0.99 (brs,<br>6H), 0.95 (s, 3H), 0.89 (s, 3H)  |
| MS ( <i>m/z</i> ) (%)  | 442 (1), 427 (4), 385 (5), 317 (0.8), 275 (3), 273 (7), 205 (51), 191<br>(21), 177 (13), 163 (24), 149 (32), 137 (41), 133 (66), 123 (60), 121<br>(52), 119 (31), 111 (30), 109 (70), 107 (55), 95 (85), 93 (59), 81<br>(89), 79 (55), 69 (99), 67 (77), 55 (100), 53 (35), 45 (27), 43 (77), 41<br>(97), 29 (50), 28 (35) |

me4 ลักษณะโคมไฟแกรนบันโคมไฟแผ่นบางชนิด RP ในตัวเคลื่อนที่เมธานอล มีสารหลักประมาณ 4 สาร นำสารทึ้งหมาแยกด้วยกอัลัมน์โคมไฟใช้ชิลิกาเจลชนิด RP ซึ่งด้วยเมธานอล แยกได้ 5 ส่วน

ส่วนที่ 1 ถึง ส่วนที่ 4 ลักษณะโคมไฟแกรนในตัวเคลื่อนที่ 5%เมธานอลในไคลอโรเมเทน ไม่มีการแยกของสาร และไม่มีสารหลัก ยากต่อการทำให้บริสุทธิ์

ส่วนที่ 5 เป็นของแข็งสีขาวผสมของหนีดสีเขียว น้ำหนัก 0.030กรัม ลักษณะโคมไฟแกรนในตัวเคลื่อนที่ 5%เมธานอลในไคลอโรเมเทนมีสารหลัก 1 สาร เห็นเป็นสีม่วงใน ASA นำสารทึ้งหมาแยกผลึกด้วยเมธานอล ได้ผลึกเป็นแผ่นสีขาว น้ำหนัก 0.002 กรัม ลักษณะโคมไฟแกรนในตัวเคลื่อนที่ 2%เมธานอลในไคลอโรเมเทน มีสาร 1 สาร เห็นเป็นสีม่วงใน ASA ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.45 เป็นสารเดียวกับ WK6

me5 ลักษณะโคมไฟแกรนในตัวเคลื่อนที่ 40%ไคลอโรเมเทนในปีโตรเลียมอีเธอร์ มีสารหลักประมาณ 3 สาร เห็นเป็นสีเหลืองด้วยตาเปล่า 1 สาร ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.62 เห็นได้แสงอัลตราไวโอลেต จำนวน 2 สาร ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.39 และ 0.29 นำมาแยกด้วยวิธีกอัลัมน์โคมไฟจะด้วย 40%ไคลอโรเมเทนในปีโตรเลียมอีเธอร์ เพิ่มขึ้นเรื่อยๆ จนถึง 50%เมธานอลในไคลอโรเมเทน แยกได้ 5 ส่วน

ส่วนที่ 1 เป็นของหนีดสีเขียว น้ำหนัก 0.03 กรัม ลักษณะ โครมาโทแกรนในตัวเคลื่อนที่ 5% เมธานอลใน ไคลอโรเมเทน ไม่มีการแยกของสาร และไม่มีสารหลัก

ส่วนที่ 2 และ ส่วนที่ 3 เป็นของแข็งสีเขียวเหลือง น้ำหนัก 0.44 กรัม และ 0.28 กรัม ตามลำดับ ลักษณะ โครมาโทแกรนในตัวเคลื่อนที่ 5% เมธานอลใน ไคลอโรเมเทน มีสารหลัก 1 สาร เห็นคุณภาพเป็นสีเหลือง ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.45 ซึ่งเป็นสารเดียวกับ WK1

ส่วนที่ 4 เป็นของแข็งสีน้ำตาล น้ำหนัก 0.048 กรัม ลักษณะ โครมาโทแกรน ในตัวเคลื่อนที่ 5% เมธานอลใน ไคลอโรเมเทน ไม่มีการแยกของสาร และไม่มีสารหลัก

ส่วนที่ 5 เป็นของหนีดสีน้ำตาล น้ำหนัก 0.411 กรัม ลักษณะ โครมาโทแกรนในตัวเคลื่อนที่ 5% เมธานอลใน ไคลอโรเมเทน มีสารประมาณ 5 สารอยู่ติดกันเห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต นำสารทั้งหมดแยกคุณภาพล้วนๆ โครมาโทกราฟใช้ชิลิกาเจลชนิด RP จะคุ้ง 20% น้ำในเมธานอล เพิ่มขั้นถึงเมธานอล แยกได้ 3 ส่วน

ส่วนที่ 5.1 เป็นของหนีดสีน้ำตาลคำ น้ำหนัก 0.047 กรัม ลักษณะ โครมาโทแกรนในตัวเคลื่อนที่ 10% เมธานอลใน ไคลอโรเมเทน มีสารหลัก 1 สารเห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.21 นำมาแยกคุ้ง โครมาโทกราฟเพ่นหนาในตัวเคลื่อนที่ 10% เมธานอลใน ไคลอโรเมเทน (2 ครั้ง) แยกได้ 2 แบบ

แบบที่ 1 เป็นของแข็งสีเหลือง น้ำหนัก 0.002 กรัม ลดอุณหภูมิ 229°C ลักษณะ โครมาโทแกรนในตัวเคลื่อนที่ 10% เมธานอลใน ไคลอโรเมเทน มีสาร 1 สารเห็นได้แสงอัลตราไวโอเลตและเห็นเป็นสีส้มใน ASA ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.35 ให้รหัส GS3

<sup>1</sup>H NMR (CD<sub>3</sub>OD) ( $\delta$  ppm) (500 MHz) 7.72 (*d*,  $J$  = 9.5 Hz, 1H), 7.60 (*d*,  $J$  = 9.5 Hz, 1H), 7.06 (*d*,  $J$  = 7.1 Hz, 2H), 6.95 (*d*,  $J$  = 7.1 Hz, 1H), 6.70 (*d*,  $J$  = 7.1 Hz, 1H), 6.63 (*d*,  $J$  = 7.1 Hz, 1H), 6.57 (*s*, 0.5H), 6.44 (*d*,  $J$  = 7.1 Hz, 1H); 6.42 (*s*, 0.5H), 6.27 (*s*, 0.5H), 6.06 (*d*,  $J$  = 7.1 Hz, 1H), 6.01-5.98 (*m*, 1.5H), 5.77 (*s*, 0.5H), 5.59 (*d*,  $J$  = 9.5 Hz, 0.5H)

แบบที่ 2 เป็นกรานสีเหลือง น้ำหนัก 0.001 กรัม ลักษณะ โครมาโทแกรนในตัวเคลื่อนที่ 10% เมธานอลใน ไคลอโรเมเทน มีสาร 1 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลตและเห็นเป็นสีส้มใน ASA ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.30 ให้รหัส meA บันทึกผลทางโปรดอนนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์พบว่าเป็นสารเดียวกับ GS1

ส่วนที่ 5.2 เป็นของแข็งสีน้ำตาล น้ำหนัก 0.108 กรัม ลักษณะโครงมาโทแกรนในตัวเคลื่อนที่ 10%เมธานอลในไคคลอโรเมเทน มีสารหลัก 2 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.42 และ 0.30 นำมาแยกโครงมาโทกราฟิแผ่นหนา ในตัวเคลื่อนที่ 10%เมธานอลในไคคลอโรเมเทน แยกได้ 3 ແຜ

แบบที่ 1 เป็นคราบสีเหลืองอ่อน น้ำหนัก 0.003 กรัม ลักษณะโครงมาโทแกรนในตัวเคลื่อนที่ 10%เมธานอลในไคคลอโรเมเทน มีสาร 1 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลตที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.42 ให้รหัส meB

แบบที่ 2 เป็นคราบสีเหลือง น้ำหนัก 0.004 กรัม ลักษณะโครงมาโทแกรนเปรียบเทียบกับ GS3 ในตัวเคลื่อนที่ 10%เมธานอลในไคคลอโรเมเทน ประกอบด้วยสาร 1 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต และสีส้มใน ASA ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.35 เหมือนกับ GS3

แบบที่ 3 เป็นคราบสีเหลือง น้ำหนัก 0.003 กรัม ลักษณะโครงมาโทแกรนเปรียบเทียบกับ meA ในตัวเคลื่อนที่ 10%เมธานอลในไคคลอโรเมเทน ประกอบด้วยสาร 1 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต และสีส้มใน ASA ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.30 เหมือนกับ meA

ส่วนที่ 5.3 เป็นของแข็งสีเหลืองผสมของแข็งสีน้ำตาล น้ำหนัก 0.038 กรัม ลักษณะโครงมาโทแกรนในตัวเคลื่อนที่ 10%เมธานอลในไคคลอโรเมเทน มีสารหลัก 1 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลตที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.42 นำมาแยกด้วยโครงมาโทกราฟิแผ่นหนาในตัวเคลื่อนที่ 10%เมธานอลในไคคลอโรเมเทน ได้ 1 ແຜ เป็นคราบสีเหลือง น้ำหนัก 0.002 กรัม ลักษณะโครงมาโทแกรนเปรียบเทียบกับ meB ในตัวเคลื่อนที่ 10%เมธานอลในไคคลอโรเมเทน ประกอบด้วยสาร 1 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลตที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.42 เหมือนกับ meB

me6 ลักษณะโครงมาโทแกรนในตัวเคลื่อนที่ 20%เมธานอลในไคคลอโรเมเทน ไม่มีการแยกของสารจึงนำสารมาทดสอบสภาพการละลายได้ผลดังตาราง 20

#### ตาราง 20 สภาพการละลายของ me6

| ตัวทำละลาย        | สภาพการละลายที่อุณหภูมิห้อง        |
|-------------------|------------------------------------|
| ปีโตรเลียมอีเชอร์ | -                                  |
| ไคคลอโรเมเทน      | ++ สารละลายสีเหลือง ประกอบสีน้ำตาล |
| คลอโรฟอร์ม        | ++ สารละลายสีเหลือง ประกอบสีน้ำตาล |
| เอธิลอะซิเตท      | ++ สารละลายสีเหลือง ประกอบสีน้ำตาล |

ตาราง 20 (ต่อ)

| ตัวทำละลาย           | สภาพการละลายที่อุณหภูมิห้อง          |
|----------------------|--------------------------------------|
| เมธานอล              | +++ สารละลายสีเขียวเหลือง            |
| อะซิโทัน             | +++ สารละลายสีเขียวเหลือง            |
| น้ำ                  | + สารละลายสีเหลืองอ่อน ตะกอนสีน้ำตาล |
| 10%กรดไฮdroคลอริก    | + สารละลายสีเหลืองอ่อน ตะกอนสีน้ำตาล |
| 10%โซเดียมไฮดรอกไซด์ | +++ สารละลายสีน้ำตาล                 |

+++ ละลายได้ดี    ++ ละลายได้ปานกลาง    + ละลายได้น้อย    - ไม่ละลาย

จากสภาพการละลายของ *me6* สามารถใช้เอชิลอะซิเตทในการแยกสารออกเป็น 2 ส่วน โดยนำสารมาละลายเอชิลอะซิเตทได้สารละลายสีเขียวเหลือง (*me6*) และตะกอนสีน้ำตาล (*mem6*) ซึ่งละลายได้ดีในเมธานอล

*me6* เป็นของเหลวสีน้ำตาล น้ำหนัก 2.027 กรัม ลักษณะโครงการไทยแกรนบันโครงการไฟฟ้าพลังงานน้ำ RP ในตัวเคลื่อนที่ 50% น้ำในเมธานอล มีสารประมวล 3 สาร เห็นได้แสง อัตราไฟฟ้าโดยเฉลี่ย นำสารมาแยกด้วยคอเลมน์โครงการไฟฟ้าชีลิกาเจลชนิด RP จะด้วย 50% น้ำใน เมธานอล ลดขั้นตอนถึงเมธานอล แยกได้ 8 ส่วน ดังตาราง 21

ตาราง 21 ส่วนต่างๆที่ได้จากการแยก *me6* ด้วยวิธีคอเลมน์โครงการไฟฟ้าชีลิกาเจลชนิด RP

| ส่วนที่ | น้ำหนักสาร (กรัม) | ลักษณะสาร                 |
|---------|-------------------|---------------------------|
| me6.1   | 0.109             | ของเหลวสีน้ำตาล           |
| me6.2   | 0.057             | ของเหลวสีน้ำตาล           |
| me6.3   | 0.057             | ของเหลวสีน้ำตาล           |
| me6.4   | 0.165             | ของแข็งผสมของเหลวสีน้ำตาล |
| me6.5   | 0.131             | ของแข็งผสมของเหลวสีน้ำตาล |
| me6.6   | 0.205             | ของแข็งผสมของเหลวสีน้ำตาล |

ตาราง 21 (ต่อ)

| ส่วนที่ | น้ำหนักสาร (กรัม) | ลักษณะสาร            |
|---------|-------------------|----------------------|
| me6.7   | 0.119             | ของหนีดสีเขียวเหลือง |
| me6.8   | 0.185             | ของหนีดสีเขียว       |

me6.1 , me6.2 และ me6.3 ลักษณะ โคมไฟแกรม ในตัวเคลื่อนที่ 10%เมชานอลในไคลอโรเมเทน ไม่มีการแยกของสาร จึงไม่ศึกษาต่อ

me6.4 ลักษณะ โคมไฟแกรม ในตัวเคลื่อนที่ 10%เมชานอลในไคลอโรเมเทน มีสารหลัก 1 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต และเห็นเป็นสีเหลืองด้วยตาเปล่า ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.16 เมื่อวางทึบไว้สารจะตกผลึกด้วยเมชานอล แยกได้ 2 ส่วน

ส่วนผลึก เป็นของแข็งสีเหลือง น้ำหนัก 0.012 กรัม ลักษณะ โคมไฟแกรม ในตัวเคลื่อนที่ 20%เมชานอลในคลอโรฟอร์ม มีสารหลัก 1 สารเห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต เห็นด้วยตาเปล่าเป็นสีเหลืองและเห็นเป็นสีส้มใน ASA ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.52 เมื่อนอกจากสารหลักในส่วนสารละลาย จึงศึกษาในส่วนสารละลาย

ส่วนสารละลาย เมื่อระเหยตัวทำละลายออกได้ของหนีดสีน้ำตาล น้ำหนัก 0.145 กรัม ลักษณะ โคมไฟแกรม ในตัวเคลื่อนที่ 20%เมชานอลในเบนซิน มีสารหลัก 2 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต เห็นด้วยตาเปล่าเป็นสีเหลือง และเห็นเป็นสีส้มใน ASA 1 สาร ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.37 และเห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต 1 สาร ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.45 ซึ่งมีการแยกชัดเจนพอสมควร นำมาแยกด้วยโคมไฟกราฟิเพ่นหนา ในตัวเคลื่อนที่ 20%เมชานอลในเบนซิน แยกได้ 2 แบบ

แยกที่ 1 เป็นของหนีดสีเหลือง น้ำหนัก 0.007 กรัม ลักษณะ โคมไฟแกรม ในตัวเคลื่อนที่ 20%เมชานอลในเบนซิน มีสารหลัก 1 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.45 สารมีปริมาณน้อย

แยกที่ 2 เป็นของแข็งสีเหลือง น้ำหนัก 0.026 กรัม ทดลองเหววที่ 295-298°C ลักษณะ โคมไฟแกรม ในตัวเคลื่อนที่ 20%เมชานอลในเบนซิน มีสาร 1 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต เห็นด้วยตาเปล่าเป็นสีเหลือง และเห็นเป็นสีส้มใน ASA ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.37 ให้รหัส GS4

UV  $\lambda_{\text{max}}$ (nm) (MeOH) ( $\log \varepsilon$ ) 346 (3.96), 288 (4.12), 224 (4.23)

IR (KBr)  $\nu_{\text{cm}^{-1}}$  3357, 3269 (O-H stretching) 1648 (C=O stretching)

$^1\text{H}$  NMR (DMSO- $d_6$ +CDCl $_3$ ) ( $\delta$ ppm) 12.85 (brs, 1H), 12.23 (brs, 1H), 7.38 (d,  $J$ = 2.9 Hz, 1H), 7.18 (dd,  $J$ = 8.9 และ 2.9 Hz, 1H), 7.16 (d,  $J$ = 8.9 Hz, 2H), 7.06 (d,  $J$ = 8.9 Hz, 0.7H), 7.02 (d,  $J$ = 8.9 Hz, 0.6H), 6.98 (d,  $J$ = 8.9 Hz, 1H), 6.68 (d,  $J$ = 8.9 Hz, 0.6H), 6.64 (d,  $J$ = 8.9 Hz, 0.7H), 6.50 (d,  $J$ = 8.9 Hz, 2H), 6.46 (d,  $J$ = 8.9 Hz, 0.4H), 6.36 (s, 1H), 6.34 (s, 1H), 6.16 (s, 0.4H), 6.08 (s, 0.4H), 6.04 (d,  $J$ = 2.3 Hz, 1H), 6.02 (d,  $J$ = 2.3 Hz, 1H), 5.84 (d,  $J$ = 11.8 Hz, 1H), 5.66 (d,  $J$ = 11.8 Hz, 0.4H), 4.98 (d,  $J$ = 11.8 Hz, 0.4H), 4.82 (d,  $J$ = 11.8 Hz, 1H)

me6.5 ลักษณะ โครโนไทแกรนในตัวเคลื่อนที่ 10%เมธานอลในไคลอโรมีเทน มีสารหลัก 2 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอลेट ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.41 และ 0.29 สารทั้งสองมีการแยกจากกันอย่างชัดเจน จึงนำมาแยกด้วยโครโนไทกราฟิแผ่นหนา ในตัวเคลื่อนที่ 10%เมธานอลในไคลอโรมีเทน แยกได้ 2 แบบ

แบบที่ 1 เป็นคราบสีเหลือง น้ำหนัก 0.012 กรัม ลักษณะ โครโนไทแกรนในตัวเคลื่อนที่ 10%เมธานอลในไคลอโรมีเทน มีสาร 1 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอลेट ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.42 บันทึกผลทางโปรดตันนิวเคลียร์แมกнетิกเรโซแนนซ์ มีสัญญาณของอะโรมาติกโปรดตัน แต่คาดว่าจะมีสารผสมกันมากกว่า 1 สาร

แบบที่ 2 เป็นของแข็งสีเหลือง น้ำหนัก 0.025 กรัม ลักษณะ โครโนไทแกรนในตัวเคลื่อนที่ 10%เมธานอลในไคลอโรมีเทน มีสาร 1 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอลेट ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.35 บันทึกผลทางนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ พบร่วมเป็นสารเดียวกับ GS3

me6.6 ลักษณะ โครโนไทแกรนในตัวเคลื่อนที่ 10%เมธานอลในไคลอโรมีเทน ไม่มีสารหลัก จึงไม่ศึกษาต่อ

me6.7 และ me6.8 ลักษณะ โครโนไทแกรนในตัวเคลื่อนที่ 10%เมธานอลในไคลอโรมีเทน มีสารหลัก 1 สาร เห็นเป็นสีเหลืองล้ำๆเปล่า ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.73 ซึ่งเป็นสารเดียวกับ WK1

mem6 เป็นของหนีดสีน้ำตาล น้ำหนัก 2.026 กรัม ลักษณะโภคภัยในตัวเคลื่อนที่ 50% น้ำในเมรานอล ไม่มีการแยกของสาร

me7 ลักษณะโภคภัยในตัวเคลื่อนที่ 50% น้ำในเมรานอล มีสารปริมาณ 3 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต นำมาแยกคัวยคอลัมน์โภคภัยใช้ชิลิกาเจลชนิด RP อะคิว 50% น้ำในเมรานอล ลดขั้วจนถึงเมรานอล แยกได้ 5 ส่วน ดังตาราง 22

ตาราง 22 ส่วนต่างๆ ที่ได้จากการแยก me7 ด้วยวิธีคอลัมน์โภคภัยใช้ชิลิกาเจลชนิด RP

| ส่วนที่ | น้ำหนักสาร (กรัม) | ลักษณะสาร       |
|---------|-------------------|-----------------|
| me7.1   | 3.206             | ของหนีดสีน้ำตาล |
| me7.2   | 0.195             | ของหนีดสีน้ำตาล |
| me7.3   | 0.695             | ของหนีดสีน้ำตาล |
| me7.4   | 0.823             | ของหนีดสีน้ำตาล |
| me7.5   | 0.239             | ของหนีดสีน้ำตาล |

me7.1 ลักษณะโภคภัยในตัวเคลื่อนที่ 25% เมรานอลในไคลอโรมีเทน มีสารหลัก 1 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.86 แยกคัวยคอลัมน์โภคภัย อะคิว 25% เมรานอลในไคลอโรมีเทน เพิ่มขั้วจนถึงเมรานอล แยกได้ 5 ส่วน

ส่วนที่ 1 เป็นของหนีดสีน้ำตาล น้ำหนัก 0.037 กรัม ลักษณะโภคภัยในตัวเคลื่อนที่ 20% เมรานอลในไคลอโรมีเทน มีสารหลัก 2 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต แต่เนื่องจากสารมีปริมาณไม่มากนัก จึงไม่นำมาแยกต่อ

ส่วนที่ 2 และ ส่วนที่ 3 เป็นของหนีดสีน้ำตาล น้ำหนัก 0.444 กรัม และ 0.685 กรัม ตามลำดับ ลักษณะโภคภัยในตัวเคลื่อนที่ 20% เมรานอลในไคลอโรมีเทน ไม่มีการแยกของสาร จึงไม่ศึกษาต่อ

ส่วนที่ 4 เป็นของหนีดสีน้ำตาล น้ำหนัก 0.981 กรัม ลักษณะโภคภัยในตัวเคลื่อนที่ 20% เมรานอลในไคลอโรมีเทน มีสารหลัก 1 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต และสีส้ม ใน ASA ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.13 นำมาแยกคัวยคอลัมน์โภคภัย อะคิว 20% เมรานอลในไคลอโรมีเทน เพิ่มขั้วจนถึงเมรานอล แยกได้ 2 ส่วน

ส่วนที่ 4.1 เป็นของหนีดสีน้ำตาล น้ำหนัก 0.286 กรัม ลักษณะโครโนไทแกรนในตัวเคลื่อนที่ 30% เมธานอลในไคลอโรเมเทน มีสารหลัก 1 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต และสีส้มใน ASA ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.26 และมีสารบางส่วนที่ baseline คาดว่าสามารถแยกสารหลักให้บริสุทธิ์ได้จึงนำมาแยกด้วยคอลัมน์โครโนไทกราฟิ ใช้ชีลิกาเซลชันนิค RP จะด้วย 50% น้ำในเมธานอล แยกสารได้เป็นของแข็งสีน้ำตาล น้ำหนัก 0.163 กรัม ลักษณะโครโนไทแกรนในตัวเคลื่อนที่ 25% เมธานอลในไคลอโรเมเทน ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.67 บันทึกผลทางโปรดตอนนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ ให้รหัส GS5 แต่เมื่อทิ้งไว้สารเกิดการสลายตัว

<sup>1</sup>H NMR (CD<sub>3</sub>OD) ( $\delta$  ppm) 7.33 (s, 1H), 7.28 (d,  $J$  = 9.4 Hz, 1H), 7.24 (s, 1H), 7.19 (d,  $J$  = 9.4 Hz, 2H), 7.10 (d,  $J$  = 9.4 Hz, 1H), 6.89 (d,  $J$  = 9.4 Hz, 1H), 6.85 (s, 0.7H), 6.68 (d,  $J$  = 9.4 Hz, 0.7H), 6.44 (s, 1H), 6.37 (d,  $J$  = 9.4 Hz, 2H), 5.98 (s, 1H), 5.95 (s, 1H), 5.85 (d,  $J$  = 11.8 Hz, 1H)

ส่วนที่ 4.2 เป็นของหนีดสีน้ำตาล น้ำหนัก 0.086 กรัม ลักษณะโครโนไทแกรนในตัวเคลื่อนที่ 30% เมธานอลในไคลอโรเมเทน มีสารหลักเหมือนส่วนที่ 4.1

ส่วนที่ 5 เป็นของหนีดสีน้ำตาล น้ำหนัก 0.199 กรัม ลักษณะโครโนไทแกรนในตัวเคลื่อนที่ 20% เมธานอลในไคลอโรเมเทน ไม่มีสารหลัก

me7.2 ลักษณะโครโนไทแกรนในตัวเคลื่อนที่ 10% เมธานอลในไคลอโรเมเทน มีสารหลัก 1 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.33 ตรงกับสารหลักในส่วน me7.3 ซึ่งมีปริมาณสารมากกว่า จึงศึกษาในส่วน me7.3

me7.3 ลักษณะโครโนไทแกรนในตัวเคลื่อนที่ 10% เมธานอลในไคลอโรเมเทน มีสารหลัก 1 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.33 นำมาแยกด้วยคอลัมน์โครโนไทกราฟิ จะด้วย 10% เมธานอลในคลอโรฟอร์ม แยกได้ 5 ส่วน

ส่วนที่ 1 เป็นคราบสีน้ำตาล น้ำหนัก 0.003 กรัม ลักษณะโครโนไทแกรนในตัวเคลื่อนที่ 15% เมธานอลในไคลอโรเมเทน มีสาร 1 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.25 สารมีปริมาณน้อย จึงไม่ศึกษาต่อ

ส่วนที่ 2 เป็นคราบสีน้ำตาล น้ำหนัก 0.003 กรัม ลักษณะโคมไฟแกรนในตัวเคลื่อนที่ 15% เมชานอลในไคลคลอโรเมทีน มีสารหลัก 2 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.17 และ 0.15 สารมีปริมาณน้อย จึงไม่ศึกษาต่อ

ส่วนที่ 3 เป็นคราบสีน้ำตาล น้ำหนัก 0.020 กรัม ลักษณะโคมไฟแกรนในตัวเคลื่อนที่ 15% เมชานอลในไคลคลอโรเมทีน มีสารหลัก 1 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.12 นำมาแยกด้วยโคมไฟกราฟีแฟ่นบางชนิด RP ในตัวเคลื่อนที่ 25% น้ำในเมชานอล แยกสารได้เป็นคราบสีเหลือง น้ำหนัก 0.010 กรัม ลักษณะโคมไฟแกรนในตัวเคลื่อนที่ 15% เมชานอลในไคลคลอโรเมทีน มีสาร 1 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.10 เป็นสารเดียวกับที่แยกได้จากส่วนที่ 4

ส่วนที่ 4 เป็นของเหลวสีน้ำตาล น้ำหนัก 0.057 กรัม ลักษณะโคมไฟแกรนในตัวเคลื่อนที่ 15% เมชานอลในไคลคลอโรเมทีน มีสารหลัก 2 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.12 และ 0.08 นำมาแยกด้วยโคมไฟกราฟีแฟ่นหนาในตัวเคลื่อนที่ 15% เมชานอลในไคลคลอโรเมทีน แยกได้ 2 แบบ

แบบที่ 1 เป็นคราบสีเหลือง น้ำหนัก 0.007 กรัม ลักษณะโคมไฟแกรนในตัวเคลื่อนที่ 15% เมชานอลในไคลคลอโรเมทีน มีสารหลัก 1 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.10 บันทึกผลทางประตอนนิวเคลียร์แมกнетิกเรโซแนนซ์ พบว่าเป็นสารเดียวกับ GS1

แบบที่ 2 เป็นคราบสีเหลือง น้ำหนัก 0.006 กรัม ลักษณะโคมไฟแกรนในตัวเคลื่อนที่ 15% เมชานอลในไคลคลอโรเมทีน มีสารหลัก 1 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.06

ส่วนที่ 5 เป็นของเหลวสีน้ำตาลเข้ม น้ำหนัก 0.350 กรัม ลักษณะโคมไฟแกรนในตัวเคลื่อนที่ 15% เมชานอลในไคลคลอโรเมทีน มีสารหลัก 1 สาร เห็นได้แสงอัลตราไวโอเลต ที่ค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.12 เหมือนกับส่วนที่ 3

me7.4 และ me7.5 ลักษณะโคมไฟแกรนในตัวเคลื่อนที่ 10% เมชานอลในไคลคลอโรเมทีน ไม่มีการแยกของสาร

me8 และ me9 เพื่อตรวจสอบโคมไฟกราฟีแฟ่นบางโดยใช้ระบบตัวเคลื่อนที่ท้ายระบบ ไม่สามารถหาระบบทัวเคลื่อนที่ในการแยกสารได้ ประกอบกับลักษณะโคมไฟแกรนมีสารหลักเหมือนกับ me7 จึงศึกษาในส่วน me7

### บทที่ 3

#### สรุปและวิจารณ์ผลการทดลอง

การศึกษาองค์ประกอบทางเคมีของกิ่ง *Garcinia scortechinii* หลังการแยกและทำให้บริสุทธิ์ด้วยวิธีการทางโคมไฟกราฟฟิ สามารถแยกสารได้จำนวน 11 สาร จำแนกเป็นสารประเภท xanthone จำนวน 3 สาร (WK1, WK3 และ WK5) สารประเภท triterpene จำนวน 2 สาร (WK2 และ WK6) สารประเภท steroid จำนวน 1 สาร (WK4) สารประเภท biflavone จำนวน 4 สาร (GS1, GS3, GS4 และ GS5) และ GS2 ซึ่งไม่สามารถระบุประเภทของสารที่แน่นอนได้ จากการวิเคราะห์โครงสร้างพบว่า xanthone WK1 WK3 และ WK5 เป็นสารใหม่ 3 สาร ให้ชื่อเป็น scortechinone B, scortechinone A และ scortechinone C ตามลำดับ ซึ่งวิเคราะห์โครงสร้างโดยใช้ข้อมูลทางスペกโทรสโคปี โดยเฉพาะ 1D และ 2D NMR สเปกโทรสโคปี ส่วนโครงสร้างของ WK2 WK4 WK6 GS1 และ GS4 ได้จากการเปรียบเทียบข้อมูล <sup>1</sup>H NMR สเปกตรัม และจุดหลอมเหลว กับสารที่ทราบโครงสร้างแล้ว WK2 และ WK4 เป็น friedelin และ stigmasterol ตามลำดับ สำหรับ WK6 GS1 และ GS4 ได้นำเสนอเป็นโครงสร้างที่มีความเป็นไปได้มากที่สุด ส่วน biflavone GS3 เนพาะข้อมูล <sup>1</sup>H NMR สเปกตรัม ไม่เพียงพอที่จะเสนอโครงสร้างที่เป็นไปได้ จึงไม่ทำการวิเคราะห์โครงสร้างไว้ โครงสร้าง WK6 GS1 GS3 และ GS4 จึงต้องใช้ข้อมูลทางスペกโทรสโคปีอื่นๆ โดยเฉพาะ 2D NMR สเปกโทรสโคปีในการยืนยันโครงสร้างที่นำเสนอด้วยวิเคราะห์โครงสร้างที่ถูกต้องต่อไป สำหรับ GS2 และ biflavone GS5 ถ่ายตัวเมื่อวางทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง

#### การวิเคราะห์โครงสร้างของ WK1

WK1 เป็นของแข็งสีเหลือง หลอมเหลวที่ 162-163°C และคงค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.52 ในตัวเคลื่อนที่ 10% เมื่อรานอลในไนคลอยด์โรเมทีน

แมสสเปกตรัม (ภาพประกอบ 3.1) และคงมวลอย่างละเอียดเป็น 592.26838 ซึ่งสอดคล้องกับสูตรโมเลกุล  $C_{34}H_{40}O_9$

IR สเปกตรัม (ภาพประกอบ 3.3) และคงแฉบการคุณค่าคงที่ 3600-2500, 1745, 1692 และ  $1644\text{ cm}^{-1}$  ซึ่งแสดงว่ามีหมู่ไฮดรอกซิลของกรดคาร์บอชีดิก หมู่คาร์บอนิลของกีโนนอีมตัว หมู่คาร์บอนิลของ  $\alpha,\beta$ -unsaturated carboxylic acid และหมู่ chelated ortho-hydroxyl carbonyl ตามลำดับ (Karthika, 1963) ข้อมูล <sup>13</sup>C NMR สเปกตรัม ซึ่งแสดงสัญญาณของการบอนด์คาร์บอนจำนวน

3 คาร์บอน ที่  $\delta$  202.30, 177.60 และ 170.67 สนับสนุนข้อสรุปเกี่ยวกับหมู่ฟังก์ชันคาร์บอนนิลจาก IR สเปกตรัม

UV สเปกตรัม (ภาพประกอบ 3.2) แสดงแผลการดูดกลืนที่ 366 nm แสดงว่า WK1 มีพันธะคู่ช่องตอนจุ่นเกตักัน

จากค่า chemical shift coupling constant ตลอดจน integral line ใน  $^1\text{H}$  NMR สเปกตรัม (ภาพประกอบ 3.4) (ตาราง 23) สามารถจำแนกสัญญาณของโปรตอนที่ปรากฏได้ดังนี้ hydroxyl proton ที่เกิดพันธะไไซโคลเจนกับหมู่การ์บอนิลที่  $\delta$  13.10 (*s*, 1H) olefinic methine proton จำนวน 3 โปรตอน ( $\delta$  7.56, *d*,  $J$  = 1.2 Hz ;  $\delta$  5.67, *qdd*,  $J$  = 9.6, 4.5 และ 1.5 Hz และ  $\delta$  5.20, *ht*,  $J$  = 7.2 และ 1.5 Hz) methoxy proton จำนวน 1 หมู่ ( $\delta$  3.52, *s*) oxymethine proton จำนวน 1 โปรตอน ( $\delta$  4.46, *q*,  $J$  = 6.6 Hz) methine proton จำนวน 1 โปรตอน ( $\delta$  2.60, *d*,  $J$  = 9.2 Hz) methylene proton จำนวน 3 หมู่ ( $\delta$  3.27, *dd*,  $J$  = 16.0 และ 9.6 Hz, 1H และ  $\delta$  2.83, *qdd*,  $J$  = 16.0, 4.5 และ 2.0 Hz, 1H ;  $\delta$  3.17, *mdd*,  $J$  = 14.4 และ 7.2 Hz, 1H และ  $\delta$  3.11, *mdd*,  $J$  = 14.4 และ 7.2 Hz, 1H ;  $\delta$  2.33, *d*,  $J$  = 13.2 Hz, 1H และ  $\delta$  1.68, *dd*,  $J$  = 13.2 และ 9.2 Hz, 1H) vinylic methyl proton จำนวน 3 หมู่ ( $\delta$  1.72, *s*, 6H และ  $\delta$  1.65, *d*,  $J$  = 1.5 Hz, 3H)  $3^\circ$ methyl proton จำนวน 4 หมู่ ( $\delta$  1.72, *s*, 3H ;  $\delta$  1.37, *s*, 6H, และ  $\delta$  1.28, *s*, 3H) และ  $2^\circ$ methyl proton จำนวน 1 หมู่ ( $\delta$  1.23, *d*,  $J$  = 6.6 Hz, 3H)

ตาราง 23 ข้อมูลจาก  $^1\text{H}$  NMR สเปกตรัมของ WK1, WK3 และ WK5

| ตำแหน่ง H   | WK1 ( $\delta_{\text{H}}$ )  | WK3 ( $\delta_{\text{H}}$ )   | WK5 ( $\delta_{\text{H}}$ )   |
|-------------|--|---|---|
| 6-OH        | 13.10 ( <i>s</i> , 1H)   | 13.15 ( <i>s</i> , 1H)  | 13.15 ( <i>s</i> , 1H)  |
| 4           | 7.56 ( <i>d</i> , $J$ = 1.2 Hz, 1H)  | 7.49 ( <i>d</i> , $J$ = 1.3 Hz, 1H)   | 7.51 ( <i>d</i> , $J$ = 1.4 Hz, 1H)   |
| 14 $\beta$  | 2.33 ( <i>d</i> , $J$ = 13.2 Hz, 1H)   | 2.34 ( <i>d</i> , $J$ = 12.8 Hz, 1H)  | 2.35 ( <i>d</i> , $J$ = 13.0 Hz, 1H)  |
| 14 $\alpha$ | 1.68 ( <i>dd</i> , $J$ = 13.2 และ 9.2 Hz, 1H)  | 1.65 ( <i>dd</i> , $J$ = 12.8 และ 9.6 Hz, 1H)   | 1.70 ( <i>dd</i> , $J$ = 13.0 และ 9.0 Hz, 1H)   |
| 15          | 2.60 ( <i>d</i> , $J$ = 9.2 Hz, 1H)  | 2.55 ( <i>d</i> , $J$ = 9.6 Hz, 1H)   | 2.64 ( <i>d</i> , $J$ = 9.0 Hz, 1H)   |
| 17          | 1.72 ( <i>s</i> , 3H)  | 1.71 ( <i>s</i> , 3H)   | 1.71 ( <i>s</i> , 3H)   |
| 18          | 1.28 ( <i>s</i> , 3H)  | 1.29 ( <i>s</i> , 3H)   | 1.29 ( <i>s</i> , 3H)   |
| 19          | 2.83 ( <i>qdd</i> , $J$ = 16.0, 4.5 และ 2.0 Hz, 1H)<br>3.27 ( <i>dd</i> , $J$ = 16.0 และ 9.6 Hz, 1H) | 2.55 ( <i>dd</i> , $J$ = 14.4 และ 10.5 Hz, 1H)<br>2.69 ( <i>qdd</i> , $J$ = 14.4, 4.5 และ 1.5 Hz, 1H) | 2.73 ( <i>md</i> , $J$ = 15.2 Hz, 1H)<br>3.81 ( <i>dd</i> , $J$ = 15.2 และ 11.4 Hz, 1H) |

ตาราง 23 (ต่อ)

| ตำแหน่ง H | WK1 ( $\delta_H$ )   | WK3 ( $\delta_H$ )                        | WK5 ( $\delta_H$ )  |
|-----------|--|---|---|
| 20        | 5.67 (qdd, $J = 9.6, 4.5$ และ 1.5 Hz, 1H)                                      | 4.37 (md, $J = 10.5$ Hz, 1H)              | 5.20 (qdd, $J = 11.4, 3.4$ และ 1.4 Hz, 1H)                                    |
| 22        | 1.72 (s, 3H)   | 1.07 (d, $J = 1.4$ Hz, 3H)                | 1.65 (d, $J = 2.5$ Hz, 3H)  |
| 23        | -  | 1.36 (d, $J = 1.5$ Hz, 3H)                | -   |
| 25        | 4.46 (q, $J = 6.6$ Hz, 1H)   | 4.37 (q, $J = 6.6$ Hz, 1H)                | 4.56 (q, $J = 6.6$ Hz, 1H)  |
| 26        | 1.37 (s, 3H)   | 1.16 (s, 3H)                              | 1.56 (s, 3H)  |
| 27        | 1.37 (s, 3H)   | 1.58 (s, 3H)                              | 1.37 (s, 3H)  |
| 28        | 1.23 (d, $J = 6.6$ Hz, 3H)   | 1.41 (d, $J = 6.6$ Hz, 3H)                | 1.45 (d, $J = 6.6$ Hz, 3H)  |
| 29        | 3.17 (mdd, $J = 14.4$ และ 7.2 Hz, 1H)<br>3.11 (mdd, $J = 14.4$ และ 7.2 Hz, 1H) | 3.22 (qdd, $J = 7.2, 3.2$ และ 0.8 Hz, 2H) | 2.98 (dd, $J = 14.0$ และ 3.2 Hz, 1H)<br>2.64 (dd, $J = 14.0$ และ 11.0 Hz, 1H) |
| 30        | 5.20 (ht, $J = 7.2$ และ 1.5 Hz, 1H)  | 5.22 (ht, $J = 7.2$ และ 1.4 Hz, 1H)       | 4.32 (dd, $J = 11.0$ และ 3.2 Hz, 1H)  |
| 32        | 1.72 (s, 3H)   | 1.75 (d, $J = 1.2$ Hz, 3H)                | 5.07 (m, 1H)<br>4.92 (m, 1H)  |
| 33        | 1.65 (d, $J = 1.5$ Hz, 3H)   | 1.68 (d, $J = 1.8$ Hz, 3H)                | 1.87 (d, $J = 0.6$ Hz, 3H)  |
| 34        | 3.52 (s, 3H)   | 3.62 (s, 3H)                              | 3.65 (s, 3H)  |

$^{13}\text{C}$  NMR สเปกตรัม (ภาพประกอบ 3.5) (ตาราง 24) และจำนวนคาร์บอนทั้งหมด 34 คาร์บอน ข้อมูล DEPT (ภาพประกอบ 3.6) (ตาราง 24) ชี้ว่ามี quaternary carbon 17 คาร์บอน ซึ่งได้แก่  $sp^3$  คาร์บอน 5 คาร์บอนที่  $\delta$  89.38, 84.93, 83.77, 83.71 และ 43.50 และ  $sp^2$  คาร์บอน 12 คาร์บอน ที่  $\delta$  202.30, 177.60, 170.67, 167.08, 163.46, 154.07, 132.38, 132.05, 128.68, 112.30, 105.81 และ 101.27 ซึ่งเป็นคาร์บอนดิคาร์บอน 3 คาร์บอน ( $\delta$  202.30, 177.60, 170.67) methine carbon จำนวน 5 คาร์บอน ซึ่งจำแนกเป็น  $sp^2$  คาร์บอน 3 คาร์บอน ที่  $\delta$  136.99, 135.09 และ 121.69 และ  $sp^3$  คาร์บอน 2 คาร์บอน ที่  $\delta$  91.40 และ 49.75 methylene carbon จำนวน 3 คาร์บอน ที่เป็น  $sp^3$  คาร์บอนทั้งหมด ที่  $\delta$  30.54, 29.91 และ 21.35 และ methyl carbon 9 คาร์บอน ที่  $\delta$  53.88, 30.93, 28.79, 28.09, 25.66, 20.57, 19.95, 17.72 และ 15.81.

ตาราง 24 ตำแหน่งและชนิดของการบันทุณของ WK1, WK3 และ WK5 ที่วิเคราะห์ได้จากข้อมูล  
ของ 1D สเปกตัม ( $^{13}\text{C}$  และ DEPT) และ 2D สเปกตัม (HMQC และ HMBC)

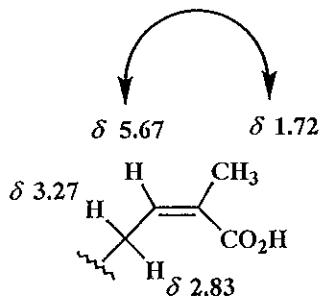
| ตำแหน่ง C | ชนิดของการบันทุณ | WK1 ( $\delta_{\text{C}}$ ) | WK3 ( $\delta_{\text{C}}$ ) | WK5 ( $\delta_{\text{C}}$ ) |
|-----------|------------------|-----------------------------|-----------------------------|-----------------------------|
| 1         | C                | 83.77                       | 84.19                       | 84.35                       |
| 2         | C                | 202.30                      | 202.26                      | 203.20                      |
| 3         | C                | 84.93                       | 84.90                       | 85.15                       |
| 4         | CH               | 135.09                      | 133.96                      | 134.79                      |
| 5         | C                | 177.60                      | 178.23                      | 179.00                      |
| 6         | C                | 163.46                      | 163.26                      | 163.83                      |
| 7         | C                | 105.81                      | 105.77                      | 101.66                      |
| 8         | C                | 167.08                      | 166.87                      | 167.71                      |
| 9         | C                | 112.30                      | 113.03                      | 112.50                      |
| 10        | C                | 154.07                      | 153.82                      | 155.49                      |
| 11        | C                | 89.38                       | 89.30                       | 89.20                       |
| 12        | C                | 132.38                      | 132.38                      | 132.50                      |
| 13        | C                | 101.27                      | 101.39                      | 101.38                      |
| 14        | $\text{CH}_2$    | 30.54                       | 30.85                       | 30.42                       |
| 15        | CH               | 49.75                       | 49.94                       | 49.74                       |
| 16        | C                | 83.71                       | 83.23                       | 83.46                       |
| 17        | $\text{CH}_3$    | 28.79                       | 28.97                       | 28.88                       |
| 18        | $\text{CH}_3$    | 30.93                       | 30.78                       | 30.81                       |
| 19        | $\text{CH}_2$    | 29.91                       | 28.93                       | 29.07                       |
| 20        | CH               | 136.99                      | 117.17                      | 135.65                      |
| 21        | C                | 128.68                      | 135.59                      | 129.58                      |
| 22        | $\text{CH}_3$    | 20.57                       | 25.47                       | 21.11                       |
| 23        | C                | 170.67                      | -                           | 166.65                      |
|           | $\text{CH}_3$    | -                           | 16.87                       | -                           |
| 24        | C                | 43.50                       | 43.47                       | 43.94                       |

ตาราง 24 (ต่อ)

| ตำแหน่ง C | ชนิดของสารบอน | WK1 ( $\delta_c$ ) | WK3 ( $\delta_c$ ) | WK5 ( $\delta_c$ ) |
|-----------|---------------|--------------------|--------------------|--------------------|
| 25        | CH            | 91.40              | 90.61              | 92.43              |
| 26        | $\text{CH}_3$ | 28.09              | 21.07              | 19.28              |
| 27        | $\text{CH}_3$ | 19.95              | 24.06              | 28.66              |
| 28        | $\text{CH}_3$ | 15.81              | 13.57              | 16.77              |
| 29        | $\text{CH}_2$ | 21.35              | 21.42              | 28.80              |
| 30        | CH            | 121.69             | 121.75             | 73.72              |
| 31        | C             | 132.05             | 131.98             | 146.84             |
| 32        | $\text{CH}_3$ | 17.72              | 17.73              | -                  |
|           | $\text{CH}_2$ | -                  | -                  | 110.31             |
| 33        | $\text{CH}_3$ | 25.66              | 25.70              | 18.66              |
| 34        | $\text{CH}_3$ | 53.88              | 53.94              | 53.82              |

การศึกษาด้วยเทคนิค decoupling ทำให้สามารถวิเคราะห์หน่วยโครงสร้างได้จำนวน 4 หน่วย ดังนี้

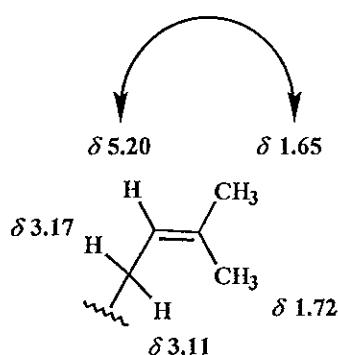
1. เมื่อขยายรังสีไอโอลิฟินิกโปรตอนที่  $\delta$  5.67 ( $qdd, J = 9.6, 4.5$  และ  $1.5$  Hz, 1H) ทำให้โปรตอนที่  $\delta$  3.27 ( $dd, J = 16.0$  และ  $9.6$  Hz, 1H) และ  $\delta$  2.83 ( $qdd, J = 16.0, 4.5$  และ  $2.0$  Hz, 1H) เปลี่ยนเป็น doublet ( $J = 16.0$  Hz) และ quartet of doublet ( $J = 16.0$  และ  $2.0$  Hz) ตามลำดับ แสดงว่า โปรตอนที่  $\delta$  3.27 และ 2.83 คู่กับโปรตอนที่  $\delta$  5.67 แบบ vicinal coupling ( $^3J_{\text{H,H}}$ ) ด้วยค่าคงที่ของการคู่กวน 9.6 และ 4.5 Hz ตามลำดับ นอกจากนี้เมื่อขยายรังสีที่เมธิลิโปรตอนที่  $\delta$  1.72 (s, 3H) จะทำให้โปรตอนที่  $\delta$  5.67 และ 2.83 เปลี่ยนเป็น doublet of doublet ทั้งคู่ ค่าวิกาค่างที่การคู่กวน 2 ชุด คือ 9.6, 4.5 Hz และ 16.0, 4.5 Hz ตามลำดับ แสดงว่าเมธิลิโปรตอนเกิดการคู่กวนแบบ allylic coupling ( $^4J_{\text{H,H}}$ ) กับไอโอลิฟินิกโปรตอนด้วยค่าคงที่ของการคู่กวน 1.5 Hz และคู่กวนกับโปรตอนที่  $\delta$  2.83 ด้วยค่าคงที่ของการคู่กวน 2.0 Hz ( $^5J_{\text{H,H}}$ ) ข้อมูลนี้แสดงว่า โปรตอนที่  $\delta$  3.27 และ 2.83 คู่กวนกัน ด้วยค่าคงที่ของการคู่กวน 16.0 Hz ดังนั้น โปรตอนทั้งสองเป็น methylene proton ซึ่งเป็น nonequivalent ข้อมูล  $^1\text{H}-^1\text{H}$  COSY (ภาพประกอบ 3.11) บีบีนการคู่กวนของโปรตอนเหล่านี้ จากข้อมูลนี้สรุปได้ว่า WK1 ประกอบด้วยหน่วยโครงสร้าง 1 ต่อไปนี้



### หน่วยโครงสร้าง 1

สเตอโริโอดิเมทีฟิโนเมติกที่พันธะคู่ของหน่วยโครงสร้างนี้วิเคราะห์ได้จากข้อมูล 1D NOE (ตาราง 27) ว่าเป็น Z เมื่อจากเมื่อโอลิฟินิกโปรตอน ( $\delta$  5.67) ถูกขยายรังสี (ภาพประกอบ 3.7) ทำให้สัญญาณของเมธิลโปรตอนที่  $\delta$  1.72 มีความเข้มมากขึ้น ดังนั้นโปรตอนทั้งสองชนิดควรอยู่ด้านเดียวกันของพันธะคู่

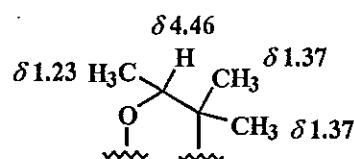
2. เมื่อขยายรังสีโอลิฟินิกโปรตอนที่  $\delta$  5.20 ( $ht, J = 7.2$  และ  $1.5$  Hz, 1H) มีผลทำให้สัญญาณที่  $\delta$  3.17 ( $mdd, J = 14.4$  และ  $7.2$  Hz, 1H) และ  $3.11$  ( $mdd, J = 14.4$  และ  $7.2$  Hz, 1H) ทั้งสองสัญญาณเปลี่ยนเป็น *multiplet of doublet* คือค่าคงที่การคู่คุณ  $14.4$  Hz เท่ากัน แสดงว่าโปรตอนที่  $\delta$  3.17 และ  $3.11$  เกิดการคู่คุณแบบ geminal coupling ( $^2J_{H,H}$ ) คือค่าคงที่การคู่คุณ  $14.4$  Hz ดังนั้นโปรตอนทั้งสองอยู่บนอะตอมคาร์บอนเดียวกัน และคู่คุณกับโอลิฟินิกโปรตอน ( $\delta$  5.20) คือค่า  $^3J_{H,H} 7.2$  Hz นอกจากนี้สัญญาณของเมธิลโปรตอนที่  $\delta$  1.65 ( $d, J = 1.5$  Hz, 3H) เปลี่ยนเป็น *singlet* ซึ่งว่าโอลิฟินิกโปรตอนนี้เกิดการคู่คุณกับเมธิลโปรตอนคือค่า  $^4J_{H,H}$  เท่ากับ  $1.5$  Hz เมื่อขยายรังสีเมธิลโปรตอนที่  $\delta$  1.72 ( $s, 9H$ ) ทำให้สัญญาณของโอลิฟินิกโปรตอนที่  $\delta$  5.20 มีความซับซ้อนน้อยลง โดยเปลี่ยนจาก *heptet of triplet* ไปเป็น *quartet of triplet* คือค่าคงที่การคู่คุณ  $7.2$  และ  $1.5$  Hz แสดงว่าโอลิฟินิกโปรตอนนี้เกิดการคู่คุณแบบ allylic กับโปรตอนที่  $\delta$  1.72 คือค่า  $^4J_{H,H} 1.5$  Hz เช่นกัน จากข้อมูลเหล่านี้ซึ่งมีหน่วยโครงสร้าง 2 ในโครงสร้างของ WK1



### หน่วยโครงสร้าง 2

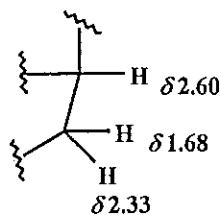
หน่วยโครงสร้างที่เสนอได้รับการยืนยันด้วยข้อมูล  $^1\text{H}$ - $^1\text{H}$  COSY (ภาพประกอบ 3.11) แสดงการคู่ควរระหว่าง ไอโอลิฟินิกโปรตอนที่  $\delta$  5.20 กับโปรตอนที่  $\delta$  3.17, 3.11, 1.72 และ 1.65 ppm นอกจากนี้ข้อมูล 1D NOE (ตาราง 27) แสดงให้เห็นว่าเมื่อฉายแสงที่ไอโอลิฟินิกโปรตอน ( $\delta$  5.20) (ภาพประกอบ 3.8) ทำให้สัญญาณของ nonequivalent methylene proton ทั้งคู่ และเมธิลโปรตอนที่  $\delta$  1.65 ppm มีความเข้มมากขึ้น ดังนั้นหมู่เมธิลที่ให้สัญญาณที่  $\delta$  1.65 ppm ควรอยู่ด้านเดียวกับไอโอลิฟินิกโปรตอน

3. เมื่อฉายรังสีเมธิลโปรตอนที่  $\delta$  1.23 ( $d, J = 6.6 \text{ Hz}, 3\text{H}$ ) ทำให้สัญญาณของเมธีนโปรตอนที่  $\delta$  4.46 ( $q, J = 6.6 \text{ Hz}, 1\text{H}$ ) เปลี่ยนตัวไปเป็น singlet ดังนั้นสัญญาณเมธีนโปรตอนที่  $\delta$  4.46 เป็นโปรตอนที่อยู่บนคาร์บอนที่ต่อกับอะตอนออกซิเจน ยืนยันได้จากข้อมูล 2D HMQC (ภาพประกอบ 3.12) ซึ่งแสดงว่าเป็นโปรตอนที่อยู่บนคาร์บอนที่  $\delta$  91.40 ppm ข้อมูล 2D HMBC (ภาพประกอบ 3.13)(ตาราง 26) แสดงความสัมพันธ์ระหว่างเมธีนโปรตอนกับเมธิลโปรตอนจำนวน 2 หมู่ที่  $\delta$  1.37 ( $s, 6\text{H}$ ) ที่อยู่บนอะตอนคาร์บอนที่  $\delta$  28.09 และ 19.95 ppm (จากข้อมูล 2D HMQC) ตามลำดับ ดังนั้น WK1 ประกอบด้วยหน่วยโครงสร้าง 3 ดังต่อไปนี้



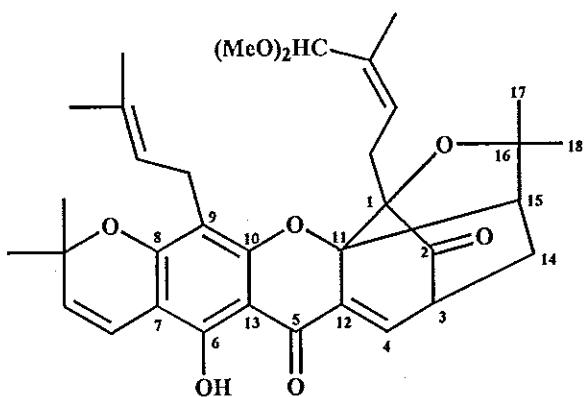
### หน่วยโครงสร้าง 3

4. เมื่อ化รังสีเมธิน โปรตอนที่  $\delta$  1.68 ( $dd, J = 13.2$  และ  $9.2$  Hz, 1H) ทำให้สัญญาณที่  $\delta$  2.60 ( $d, J = 9.2$  Hz, 1H) และ 2.33 ( $d, J = 13.2$  Hz, 1H) เปลี่ยนจาก *doublet* เป็น *singlet* ทั้งคู่แสดงว่าเมธิน โปรตอนนี้เกิดการคู่ความกับ โปรตอนที่  $\delta$  2.60 ด้วยค่าคงที่การคู่ความ 9.2 Hz ซึ่งชี้ว่านเป็น vicinal coupling และคู่ความกับ โปรตอนที่  $\delta$  2.33 แบบ geminal coupling ด้วยค่า  $^2J_{\text{H,H}}$  13.2 Hz จากข้อมูลนี้ชี้ว่ามีหน่วยโครงสร้าง 4 ในโนมแอกุลของ WK1



หน่วยโครงสร้าง 4

จากการศึกษาการวิจัยที่ผ่านมาพบว่าเดบการดูดกลืนใน UV สเปกตรัมของ WK1 ( $\lambda_{\max}$  366 nm) มีค่าใกล้เคียงกับสาร morellin dimethyl acetal ( $\lambda_{\max}$  361 nm) (Asano *et al.*, 1996) ดังนั้นคาดว่า WK1 น่าจะมีโครงสร้างหลักเหมือนกับ morellin dimethyl acetal ซึ่งมีโครงสร้างดังนี้



1

ตาราง 25 ข้อมูลบางส่วนจาก  $^1\text{H}$  NMR สเปกตรัมของ WK1 และ morellin dimethyl acetal

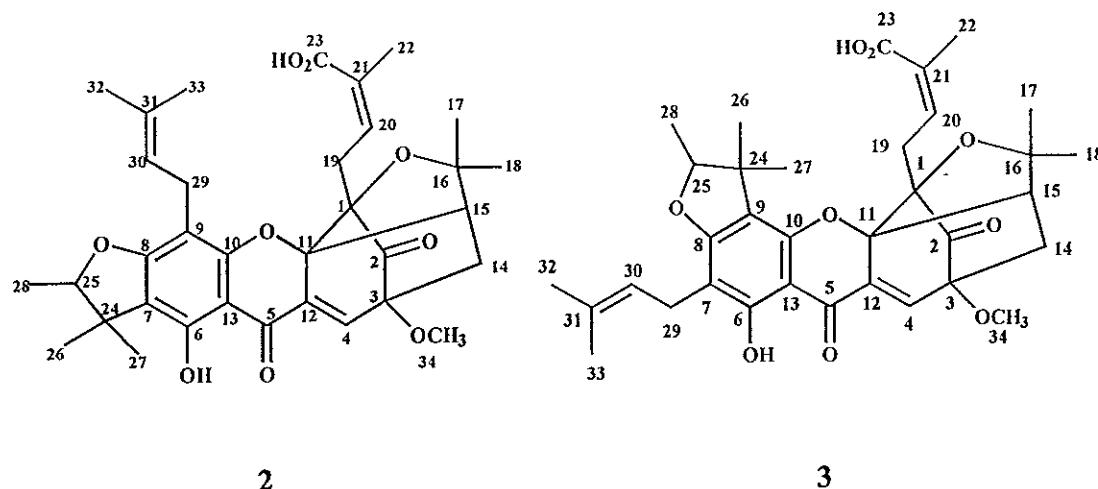
| ตำแหน่ง โปรตอน | WK1 ( $\text{CDCl}_3$ )   | Morellin dimethyl acetal ( $\text{CDCl}_3$ )                                     |
|----------------|---|--|
| 3              | -   | 3.49 (dd, $J = 6.8$ และ $4.4$ Hz, 1H)  |
| 4              | 7.56 (d, $J = 1.2$ Hz, 1H)  | 7.50 (d, $J = 6.8$ Hz, 1H)   |
| 6-OH           | 13.10 (s, 1H)   | 12.85 (s, 1H)  |
| 14             | 2.33 (d, $J = 13.2$ Hz, 1H)<br>1.68 (dd, $J = 13.2$ และ $9.2$ Hz, 1H) | 2.33 (dd, $J = 13.4$ และ $4.4$ Hz, 1H)<br>1.36 (dd, $J = 13.4$ และ $9.5$ Hz, 1H) |
| 15             | 2.60 (d, $J = 9.2$ Hz, 1H)  | 2.51 (d, $J = 9.5$ Hz, 1H)   |
| 17             | 1.72 (s, 3H)  | 1.71 (s, 3H)   |
| 18             | 1.28 (s, 3H)  | 1.29 (s, 3H)   |
| OMe            | 3.52 (s, 3H)  | 3.10 (s, 3H) และ 3.04 (s, 3H)  |

เมื่อเปรียบเทียบข้อมูล  $^1\text{H}$  NMR สเปกตรัม ของสารทั้งสอง พนว่า H-14, H-15, Me-17 และ Me-18 ใน WK1 และ morellin dimethyl acetal มี splitting pattern และตำแหน่งของสัญญาณคล้ายกันดังตาราง 25 ดังนั้นโปรตอนในหน่วยโครงสร้าง 4 คือ H-14 และ H-15 ใน morellin dimethyl acetal นอกจากนี้ H-4 ของสารทั้งสองให้สัญญาณที่ตำแหน่งใกล้เคียงกันมาก และมี multiplicity เป็น doublet แต่มีค่าคงที่การคู่ควนต่างกันโดย H-4 ใน morellin dimethyl acetal มีค่าคงที่การคู่ควน  $6.8$  Hz ซึ่งเป็นค่าคงที่การคู่ควนแบบ vicinal ( $^3J_{\text{H,H}}$ ) กับ H-3 แต่ใน WK1 มีค่าคงที่การคู่ควนเท่ากับ  $1.2$  Hz ซึ่งเป็นค่าคงที่การคู่ควนระยะไกล และงว่า C-3 ของ WK1 ไม่มีโปรตอนเกะอยู่ เนื่องจาก WK1 แสดงสัญญาณของ methoxy proton ที่  $\delta 3.52$  จึงคาดว่าหมู่ methoxyl อยู่ที่ตำแหน่งนี้ จากข้อมูล 2D HMBC (ภาพประกอบ 3.13) (ตาราง 26) พนว่า มีความสัมพันธ์ของ methoxy proton กับ C-3 ( $\delta 84.93$ ) โอลิฟินิกโปรตอน (H-4) และความสัมพันธ์กับคาร์บอนนี้ด้วย โปรตอน H-14 ทั้งสองแสดงความสัมพันธ์กับคาร์บอนนิลคาร์บอน (C-2,  $\delta 202.30$ ) และเมธิลีนโปรตอนที่  $\delta 3.27$  และ  $2.83$  ในหน่วยโครงสร้าง 1 มีความสัมพันธ์กับคาร์บอนที่  $\delta 202.30$  ซึ่งเป็นคาร์บอนนิลคาร์บอนของคีโนน (C-2) และงว่าหน่วยโครงสร้าง 1 ต่ออยู่ที่ C-1 ดังนั้นข้อมูลจาก 2D HMBC ยืนยันว่า WK1 มีโครงสร้างด้านขวามีอักษรกับ morellin dimethyl acetal แต่มีหมู่ methoxyl แทนที่ H-3 ใน morellin dimethyl acetal และมีหน่วยโครงสร้าง 1 ต่ออยู่กับ C-1

ตาราง 26 ข้อมูล 2D HMBC ของ WK1

| $\delta_{\text{H}} (\text{C}_n)$ | $\delta_{\text{C}} (\text{C}_n)$  |
|----------------------------------|---|
| 13.10 (6)                        | 177.60 (5), 167.08 (8), 163.46 (6), 105.81 (7), 101.27 (13)                                     |
| 7.56 (4)                         | 202.30 (2), 177.60 (5), 89.38 (11), 84.93 (3), 83.77 (1), 83.71 (16),<br>49.75 (15), 30.54 (14) |
| 5.67 (20)                        | 83.77 (1), 83.71 (16), 20.57 (22)   |
| 5.20 (30)                        | 25.66 (33), 21.35 (29), 17.72 (32)  |
| 4.46 (25)                        | 167.08 (8), 112.30 (9), 43.50 (24), 28.09 (26), 19.95 (27), 15.81 (28)                          |
| 3.52 (34)                        | 84.93 (3)   |
| 3.27 (19)                        | 202.30 (2), 136.99 (20), 128.68 (21), 89.38 (11), 83.77 (1), 83.71 (16)                         |
| 3.17, 3.11<br>(29)               | 167.08 (8), 163.46 (6), 132.05 (31), 121.69 (30), 105.81 (7), 25.66<br>(33), 17.72 (32)         |
| 2.83 (19)                        | 202.30 (2), 128.68 (21), 89.38 (11)   |
| 2.60 (15)                        | 89.38 (11), 84.93 (3), 83.77 (1), 83.71 (16), 30.54 (14)  |
| 2.33 (14 $\beta$ )               | 202.30 (2), 135.09 (4), 89.38 (11), 84.93 (3), 83.77 (1), 83.71 (16),<br>49.75 (15)             |
| 1.72 (22)                        | 170.67 (23), 136.99 (20), 128.68 (21), 83.77 (1)  |
| 1.68 (14 $\alpha$ )              | 202.30 (2), 135.09 (4), 84.93 (3), 49.75 (15)   |
| 1.65 (33)                        | 132.05 (31), 17.72 (32)   |
| 1.37 (26, 27)                    | 154.07 (10), 112.30 (9), 91.40 (25), 43.50 (24), 28.09 (26), 19.95 (27),<br>15.81 (28)          |
| 1.28 (18)                        | 83.77 (1), 83.71 (16), 49.75 (15), 30.93 (18)   |
| 1.23 (28)                        | 91.40 (25), 43.50 (24)  |

จากการวิเคราะห์รูปที่ 2 และ 3 ควรอยู่บนวงแหวนชั้ยมีอัลตราไวเดซิฟชีวสังเคราะห์ สารประกอบ xanthone ส่วนใหญ่จะมีอะตอนออกซิเจนที่ตำแหน่ง 6 และ 8 โดยที่ตำแหน่ง 6 จะมีหมุ่ไอครอคิล ซึ่งอะตอนไฮโดรเจน ( $\delta$  13.10) เกิดปฏิกิริยาต่อกันกับหมุ่คาร์บอนิล (C-5) ดังนั้นโครงสร้างที่เป็นไปได้ของ WK1 มี 2 โครงสร้าง ดังแสดง



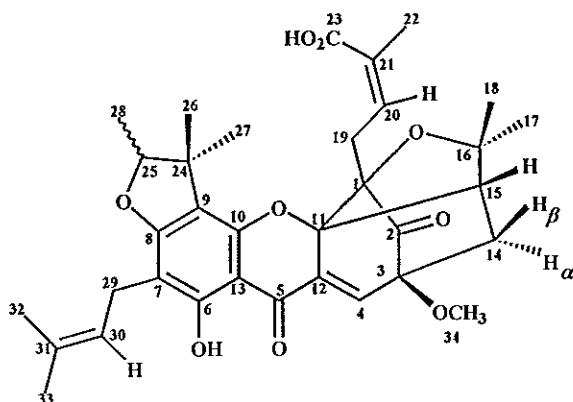
ตาราง 27 ข้อมูล 1D NOE ของ WK1

| $\delta_{\text{H}} (\text{C}_n)$   | $\delta_{\text{H}} (\text{C}_n)$  |
|------------------------------------|---|
| 5.67 (20)                          | 7.56 (4), 2.83 (19), 1.72 (22)  |
| 5.20 (30)                          | 3.11 (29), 3.17 (29), 1.65 (33)   |
| 4.46 (25)                          | 1.37 (26, 27), 1.23 (28)  |
| 3.52 (34)                          | 7.56 (4), 2.33 (14 $\beta$ )  |
| 2.60 (15)                          | 1.72 (17)   |
| 2.33 (14 $\beta$ )                 | 3.52 (34), 2.60 (15), 1.68 (14 $\alpha$ ), 1.28 (18)  |
| 1.72 (17), 1.72 (22),<br>1.72 (32) | 7.56 (4), 5.67 (20), 3.11 (29), 3.17 (29), 2.60 (15), 2.33 (14 $\beta$ ),<br>1.37 (26, 27), 1.28 (18) |
| 1.65 (33)                          | 7.56 (4), 5.20 (30), 2.60 (15), 2.33 (14 $\beta$ )  |
| 1.37 (26, 27)                      | 4.46 (25), 3.27 (19), 2.83 (19), 2.60 (15), 2.33 (14 $\beta$ ), 1.72 (22)                             |
| 1.28 (18)                          | 2.33 (14 $\beta$ ), 1.72 (17)   |
| 1.23 (28)                          | 4.46 (25)   |

พิจารณาข้อมูล 1D NOE (ตาราง 27) พบว่าเมื่อถ่ายรังสีที่เมธิลโปรดอน ( $\delta$  1.37) (ภาพประกอบ 3.10) ตำแหน่ง 26/27 ของหน่วยโครงสร้าง 3 มีผลต่อความเข้มของเมธิลโปรดอน ( $\delta$  1.72) ตำแหน่ง 22 และมีผลต่อ H-19 ที่  $\delta$  2.83 ของหน่วยโครงสร้าง 1 ดังนั้นหน่วยโครงสร้าง 3 ควรอยู่ด้านเดียวกับหน่วยโครงสร้าง 1 ซึ่งเป็นผลให้หน่วยโครงสร้าง 2 (หมู่ isoprenyl) ต่อที่ C-7 ดังนั้น

WK1 ควรมีโครงสร้าง 3 ข้อสรุปนี้ได้รับการยืนยันด้วยข้อมูล HMBC โดย chelated hydroxy proton [ $\delta$  13.10 อยู่บน C-6 ( $\delta$  163.46)] มีความสัมพันธ์แบบ  $^4J$  กับ C-5 ( $\delta$  177.60) และ C-8 ( $\delta$  167.08) ขณะเดียวกัน C-8 และ C-6 มีความสัมพันธ์แบบ  $^3J$  กับ H-29 ของหน่วยโครงสร้าง 2.

สำหรับสเตอโริโอดิเมสันพัทธ์ของ C-14, C-15 และ C-16 ของ WK1 เป็นดังแสดง การวิเคราะห์ใช้ข้อมูล NOE ที่แสดงให้เห็นว่า H-15 ( $\delta$  2.60), H-14 $\alpha$  ( $\delta$  1.68), Me-18 ( $\delta$  1.28) และ เมธอกซิโพรตอน ( $\delta$  3.52) ได้รับผลกระทบจากการที่ H-14 $\beta$  ( $\delta$  2.33) ถูกทำบั่งตี (ภาพประกอบ 3.9) แสดงว่า H-14 $\beta$ , H-15, Me-18 และหมู่เมธอกซิเป็น *cis*



3

### การวิเคราะห์โครงสร้างของ WK3

WK3 เป็นผลึกสีเหลือง หลอมเหลวที่ 153-155°C แสดงค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.44 ในตัวเคลื่อนที่ 80% ไดคลอโรเมเทนในปิโตรเลียมอีเธอร์

แมสสเปกตรัม (ภาพประกอบ 3.14) แสดงมวลโมเลกุล 562 ซึ่งสอดคล้องกับสูตรโมเลกุล C<sub>34</sub>H<sub>42</sub>O<sub>7</sub>

IR สเปกตรัม (ภาพประกอบ 3.16) แสดงการถูกกลืนของหมู่คาร์บอนิลของคีโนนอินตัวและหมู่ chelated ortho-hydroxyl carbonyl ที่ 1748 และ 1636 cm<sup>-1</sup> ตามลำดับ แต่ไม่แสดงແນບการยืดของพันธะ C=O ของหมู่คาร์บอนิกซิลที่ 1694 cm<sup>-1</sup> แสดงว่า WK3 ไม่มีหมู่คาร์บอนิกซิล ข้อสรุปนี้ได้รับการยืนยันจาก <sup>13</sup>C NMR สเปกตรัม (ภาพประกอบ 3.18) ที่แสดงสัญญาณของคาร์บอนิกซิล คาร์บอนเฉพาะของหมู่คีโนนอินตัวและไม่อินตัวที่  $\delta$  202.26 และ 178.23 ตามลำดับ

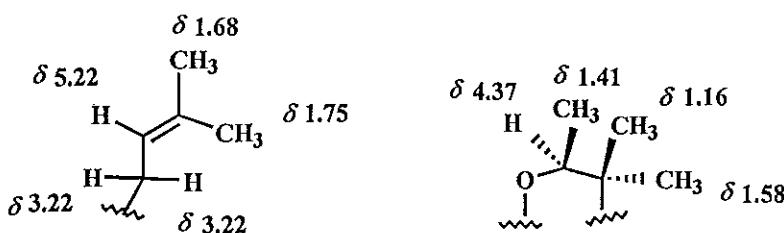
UV สเปกตรัม (ภาพประกอบ 3.15) แสดงແນບการถูกกลืนแสงที่ 363 nm ซึ่งใกล้เคียงกับใน WK1 มาก จึงคาดว่ามี chromophore เหนืออกับ WK1 เพื่อเปรียบเทียบข้อมูล <sup>1</sup>H NMR

スペクトurm กับ WK1 พบว่า WK3 ให้สัญญาณ methyl proton ชนิดที่เป็น vinylic methyl หากกว่า 1 หมู่ และเนื่องจากข้อมูล IR สเปกตurm และ  $^{13}\text{C}$  NMR สเปกตurm ที่ชี้ว่าไม่มีหมู่คาร์บอคซิล จึงคาดว่า vinylic methyl group ที่เพิ่มขึ้นนี้มาแทนที่หมู่คาร์บอคซิลในโครงสร้างของ WK1 ข้อสันนิษฐานนี้ได้รับการยืนยันจากการศึกษาด้วยเทคนิค decoupling (ตาราง 28)

ตาราง 28 ข้อมูลจากการศึกษาด้วยเทคนิค decoupling

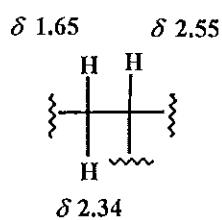
| $^1\text{H}$ ที่สูญเสียแสง | $^1\text{H}$ ที่ได้รับผลกระทบจากการถ่ายแสง<br>(multiplicity ที่เปลี่ยนไป)   |
|----------------------------|---|
| 5.22 (H-30)                | 3.22 ( <i>qd</i> , $J = 3.2$ และ $0.8$ Hz) (H-29)   |
| 4.37 (H-25)                | 2.69 ( <i>qd</i> , $J = 14.4$ และ $1.5$ Hz) (H-19)<br>2.55 ( <i>d</i> , $J = 14.4$ Hz) (H-19)<br>1.41 ( <i>s</i> ) (H-28) |
| 2.69 (H-19)                | 4.37 ( <i>m</i> ) (H-25)<br>2.55 ( <i>d</i> , $J = 10.5$ Hz) (H-19)   |
| 2.34 (H-14 $\beta$ )       | 1.65 ( <i>d</i> , $J = 9.6$ Hz) (H-14 $\alpha$ )  |
| 1.65 (H-14 $\alpha$ )      | 2.34 ( <i>s</i> ) (H-14 $\beta$ )<br>2.55 ( <i>s</i> ) (H-15)   |

จากข้อมูล decoupling นี้สรุปได้ว่า WK3 ประกอบด้วยหน่วยโครงสร้างย่อย 3 หน่วยโครงสร้าง (2, 3 และ 4) ที่เหมือนกับ WK1 และ หน่วยโครงสร้าง (5) ซึ่งแทนที่หน่วยโครงสร้าง 1 ใน WK1

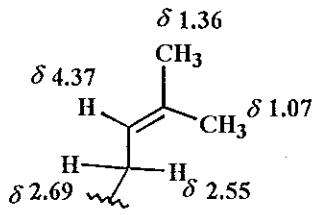


หน่วยโครงสร้าง 2

หน่วยโครงสร้าง 3



หน่วยโครงสร้าง 4



หน่วยโครงสร้าง 5

สำหรับหน่วยโครงสร้าง 2, 3 และ 5 ค่า chemical shift และการขัดตัวของหมู่เมธิลได้จากข้อมูล NOE (ตาราง 29) เมื่อถ่ายรังสีที่โลลิฟินิกโปรตอน δ 5.22 และ 4.37 (ภาพประกอบ 3.20 และ 3.21 ตามลำดับ) ทำให้ความเข้มของสัญญาณของหมู่เมธิลที่ δ 1.68 และ 1.36 เพิ่มขึ้น ตามลำดับแสดงว่าหมู่เมธิลที่ δ 1.68 และ 1.36 อยู่ด้านเดียวกันกับโลลิฟินิกโปรตอนในหน่วยโครงสร้าง 2 และ 5 ส่วนถ่ายรังสีหมู่เมธิลที่ δ 1.41 (ภาพประกอบ 3.22) ส่งผลต่อหมู่เมธิลที่ δ 1.16 เท่านั้น ขณะที่หมู่เมธิลที่ δ 1.58 ได้รับผลเมื่อถ่ายรังสีที่ δ 4.37 ถูกถ่ายรังสี จากข้อมูลนี้สรุปว่าหมู่เมธิลที่ δ 1.58 เป็น *cis* กับออกซิเจนในโปรตอนและอยู่บนอะตอมคาร์บอนเดียวกันกับหมู่เมธิลที่ δ 1.16

ตาราง 29 ข้อมูล 1D NOE ของ WK3

| $\delta_{\text{H}} (\text{C}_n)$ | $\delta_{\text{H}} (\text{C}_n)$                               |
|----------------------------------|--|
| 5.22 (30)                        | 1.68 (33), 3.22 (29)   |
| 4.37 (20,25)                     | 1.36 (23), 2.55 (19), 1.58 (27), 1.41 (28)                     |
| 3.62 (34)                        | 7.49 (4), 2.34 (14 $\beta$ )                                   |
| 3.22 (29)                        | 5.22 (30), 1.75 (32)   |
| 2.69 (19)                        | 2.55 (19)  |
| 2.34 (14 $\beta$ )               | 1.65 (14 $\alpha$ ), 1.29 (18)                                 |
| 1.75 (32)                        | 3.22 (29)  |
| 1.71 (17)                        | 2.55 (15), 2.34 (14 $\beta$ ), 1.58 (27), 1.29 (18), 1.16 (26) |
| 1.68 (33)                        | 5.22 (30)  |
| 1.65 (14 $\alpha$ )              | 2.55 (15), 2.34 (14 $\beta$ )                                  |

ตาราง 29 (ต่อ)

| $\delta_{\text{H}}(\text{C}_n)$ | $\delta_{\text{H}}(\text{C}_n)$          |
|---------------------------------|--|
| 1.58 (27)                       | 4.37 (20), 1.16 (26), 1.07 (22)          |
| 1.41 (28)                       | 4.37 (20), 1.16 (26)                     |
| 1.36 (23)                       | 4.37 (25), 1.07 (22)                     |
| 1.29 (18)                       | 2.55 (15), 2.34 (14 $\beta$ ), 1.71 (17) |
| 1.16 (26)                       | 1.71 (17), 1.58 (27), 1.41 (28)          |
| 1.07 (22)                       | 2.55 (15), 1.58 (27), 1.36 (23)          |

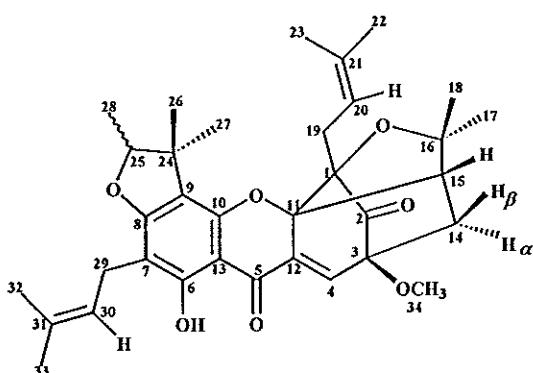
ตาราง 30 ข้อมูล 2D HMBC ของ WK3

| $\delta_{\text{H}}(\text{C}_n)$ | $\delta_{\text{C}}(\text{C}_n)$  |
|---------------------------------|--|
| 13.15 (6)                       | 178.23 (5), 166.87 (8), 163.26 (6), 105.77 (7), 101.39 (13)                                      |
| 7.49 (4)                        | 202.26 (2), 178.23 (5), 132.38 (12), 89.30 (11), 84.90 (3), 84.19 (1),<br>49.94 (15), 30.85 (14) |
| 5.22 (30)                       | 121.75 (30), 25.70 (33), 21.42 (29), 17.73 (32)  |
| 4.37 (20, 25)                   | 43.47 (24), 25.47 (22), 24.06 (27), 21.07 (26), 16.87 (23), 13.57 (28)                           |
| 3.62 (34)                       | 84.90 (3)  |
| 3.22 (29)                       | 166.87 (8), 163.26 (6), 131.98 (31), 121.75 (30), 105.77 (7)                                     |
| 2.69 (19)                       | 202.26 (2), 135.59 (21), 117.17 (20), 89.30 (11), 84.19 (1), 49.94 (15)                          |
| 2.55 (15, 19)                   | 202.26 (2), 89.30 (11), 84.90 (3), 84.19 (1), 30.78 (18)   |
| 2.34 (14 $\beta$ )              | 202.26 (2), 133.96 (4), 89.30 (11), 84.90 (3), 83.23 (16), 49.94 (15)                            |
| 1.75 (32)                       | 131.98 (31), 121.75 (30), 105.77 (7), 25.70 (33)   |
| 1.71 (17)                       | 83.23 (16), 49.94 (15), 28.93 (19)   |
| 1.58 (27)                       | 113.03 (9), 90.61 (25), 43.47 (24), 21.07 (26)   |
| 1.41 (28)                       | 90.61 (25), 43.47 (24), 21.07 (26)   |

ตาราง 30 (ต่อ)

| $\delta_{\text{H}}(\text{C}_n)$ | $\delta_{\text{C}}(\text{C}_n)$                            |
|---------------------------------|--|
| 1.36 (23)                       | 135.59 (21), 117.17 (20), 84.19 (1), 16.87 (23)            |
| 1.29 (18)                       | 83.23 (16), 49.94 (15), 30.78 (18)                         |
| 1.16 (26)                       | 113.03 (9), 90.61 (25), 43.47 (24), 24.06 (27), 13.57 (28) |
| 1.07 (22)                       | 135.59 (21), 117.17 (20), 84.19 (1), 25.47 (22)            |

จากการที่ WK3 มี chromophore เหมือนกับ WK1 และให้หน่วยย่อยของโครงสร้างที่แตกต่างกันเพียงหน่วยโครงสร้างเดียว จึงสรุปว่า WK3 มีโครงสร้างแตกต่างเฉพาะ โครงสร้าง isoprenyl group ที่ต่อที่ C-1 ข้อมูล 2D HMBC (ภาพประกอบ 3.25) (ตาราง 30) ยืนยันข้อสรุปนี้ว่าถูกต้อง ดังนั้น WK3 มีโครงสร้างดังนี้



4

#### การวิเคราะห์โครงสร้างของ WK5

WK5 เป็นของเหลวใสเหลือง แสดงค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.45 ในตัวเคลื่อนที่ 2% เมธานอลในไดคลอโรเมเทน

IR สเปกตรัม (ภาพประกอบ 3.28) แสดงแบบการดูดกลืนชั่นเดียวกับ WK1 ซึ่งแสดงแทนการยึดของหมุนไอครอกซิลของกรดcarboxylic acid ที่ 3504-2500 cm<sup>-1</sup> และการยึดของพันธะ C=O ของหมู่ carboxylic acid ที่ 1744 cm<sup>-1</sup> หมู่ carboxylic acid ที่ 1694 cm<sup>-1</sup> และหมู่ carboxylic acid chelated ortho-hydroxyl carbonyl ที่ 1624 cm<sup>-1</sup> ยืนยันด้วยข้อมูล <sup>13</sup>C NMR สเปกตรัม (ภาพประกอบ 3.30) ซึ่งแสดงสัญญาณของการรับอนิลิคการบอนที่ δ 203.20, 166.65 และ 179.00 ตามลำดับ

แม่สสเปกตรัม (ภาพประกอบ 3.26) แสดงมวลโนมเลกุล 608 ซึ่งสอดคล้องกับสูตรโครงสร้าง  $C_{34}H_{40}O_{10}$

UV สเปกตรัม (ภาพประกอบ 3.27) แสดงแบบการดูดกลืนแสงที่  $\lambda_{max}$  ใกล้เคียงกับ WK1 ที่ 365 nm ดังนั้น WK5 ควรมี chromophore เมม่อน WK1

$^1H$  NMR สเปกตรัม (ภาพประกอบ 3.29) แสดงสัญญาณคล้ายกับ WK1 สัญญาณส่วนที่แตกต่างกัน WK1 แสดง vinyl methine proton จำนวน 2 โปรตอน ( $\delta$  5.67, *qdd*, *J* = 9.6, 4.5 และ 1.5 Hz และ  $\delta$  5.20, *ht*, *J* = 7.2 และ 1.5 Hz) ขณะที่ WK5 ให้สัญญาณของโอลิฟินิกโปรตอนชนิดนี้จำนวนเพียง 1 โปรตอน ( $\delta$  5.20, *qdd*, *J* = 11.4, 3.4 และ 1.4 Hz) และให้สัญญาณของ vinyl methylene proton ที่  $\delta$  5.07 (*m*, 1H) และ 4.92 (*m*, 1H) ซึ่งจาก 2D HMQC ยืนยันว่า โปรตอนทั้งสองอยู่บนโครงรับอนตัวเดียวกัน ( $\delta$  110.31) และสัญญาณ oxymethine proton เพิ่มจาก WK1 อีก 1 โปรตอน ที่  $\delta$  4.32 (*dd*, *J* = 11.0 และ 3.2 Hz) นอกจากนี้ WK5 แสดงสัญญาณของ vinyl methyl group 2 หมู่ ( $\delta$  1.87 และ  $\delta$  1.65) ขณะที่ WK1 แสดงสัญญาณโปรตอนชนิดนี้จำนวน 3 หมู่

จากค่าคงที่ของกรู๊ฟวบที่ได้จาก  $^1H$  NMR สเปกตรัม (ตาราง 23) และผลของการกรู๊ฟวบที่วิเคราะห์ได้จาก  $^1H$ - $^1H$  COSY (ภาพประกอบ 3.32) (ตาราง 31) ทำให้ได้หน่วยโครงสร้าง 3 หน่วย (1, 3 และ 4) เมม่อนใน WK1 และได้หน่วยของโครงสร้างที่แตกต่าง กือ หน่วยโครงสร้าง 6

ตาราง 31 ข้อมูล  $^1H$ - $^1H$  COSY ของ WK5

| entry | $\delta_H(C_n)$ | $\delta_H(C_n)$                 | หน่วยโครงสร้าง |
|-------|-----------------|---------------------------------|----------------|
| 1     | 5.20 (20)       | 3.81 (19), 2.73 (19), 1.65 (22) | 1              |
|       | 3.81 (19)       | 5.20 (20), 2.73 (19)            |                |
|       | 2.73 (19)       | 3.81 (19), 1.65 (22), 5.20 (20) |                |
|       | 1.65 (22)       | 5.20 (20), 2.73 (19)            |                |
| 2     | 4.56 (25)       | 1.45 (28)                       | 3              |
|       | 1.45 (28)       | 4.56 (25)                       |                |
| 3     | 2.64 (15)       | 1.70 (14), 1.29 (18)            | 4              |
|       | 2.35 (14)       | 1.70 (14), 1.29 (18), 7.51 (4)  |                |
|       | 1.71 (17)       | 1.29 (18), 2.35 (14), 2.64 (15) |                |
| 4     | 5.07 (32)       | 4.92 (32), 4.32 (30), 1.87 (33) | 6              |

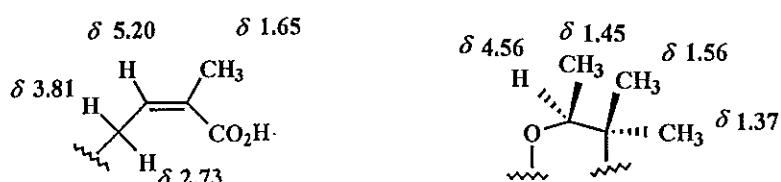
ตาราง 31 (ต่อ)

| entry | $\delta_{\text{H}}(\text{C}_n)$ | $\delta_{\text{H}}(\text{C}_n)$                       | หน่วยโครงส์ร้าง |
|-------|---------------------------------|---|-----------------|
| 4     | 4.92 (32)                       | 5.07 (32), 4.32 (30), 1.87 (33)                       | 6               |
|       | 4.32 (30)                       | 5.07 (32), 4.92 (32), 2.98 (29), 2.64 (29), 1.87 (33) |                 |

ตาราง 32 ข้อมูล 1D NOE ของ WK5

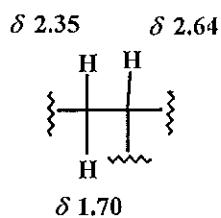
| $\delta_{\text{H}}(\text{C}_n)$ | $\delta_{\text{H}}(\text{C}_n)$            |
|---------------------------------|--|
| 1.87 (33)                       | 4.92 (32), 4.32 (30), 2.98 (29), 2.64 (29) |
| 1.71 (17)                       | 2.64 (15), 2.35 (14), 1.37 (27), 1.29 (18) |
| 1.65 (22)                       | 5.20 (20), 3.81 (19)                       |
| 1.56 (26)                       | 4.56 (25), 3.81 (19), 1.71 (17), 1.45 (28) |
| 1.45 (28)                       | 4.56 (25), 1.56 (26)                       |
| 1.37 (27)                       | 4.56 (25), 2.64 (15), 1.71 (17), 1.56 (26) |
| 1.29 (18)                       | 2.64 (15), 2.35 (14), 1.71 (17)            |

ข้อมูล 1D NOE (ตาราง 32) ชี้ให้เห็นว่าพันธะคู่ของหน่วยโครงส์ร้าง 1 มี configuration เป็น Z เนื่องใน WK1 นอกจากนี้ข้อมูลเหล่านี้ยังช่วยในการระบุตำแหน่งโปรตอนในหน่วยโครงส์ร้างดังแสดง

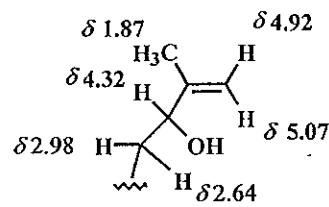


หน่วยโครงส์ร้าง 1

หน่วยโครงส์ร้าง 3



หน่วยโครงสร้าง 4

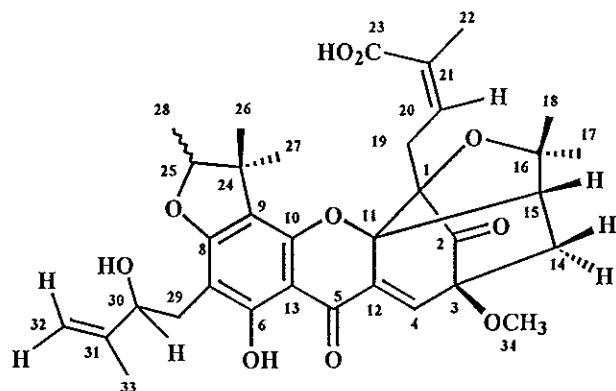


หน่วยโครงสร้าง 6

ตาราง 33 ข้อมูล 2D HMBC ของ WK5

| $\delta_{\text{H}}(\text{C}_n)$ | $\delta_{\text{C}}(\text{C}_n)$   |
|---------------------------------|---|
| 7.51 (4)                        | 203.20 (2), 132.50 (12), 89.20 (11), 84.35 (1), 49.74 (15)                              |
| 5.07 (32)                       | 146.84 (31), 73.72 (30), 18.66 (33)   |
| 4.92 (32)                       | 73.72 (30), 18.66 (33)  |
| 4.56 (25)                       | 167.71 (8), 112.50 (9), 28.80 (29), 16.77 (28)  |
| 4.32 (30)                       | 146.84 (31), 110.31 (32)  |
| 3.81 (19)                       | 203.20 (2), 135.65 (20), 129.58 (21), 89.20 (11), 84.35 (1)                             |
| 3.65 (34)                       | 85.15 (3)   |
| 2.98 (29)                       | 167.71 (8), 163.83 (6), 101.66 (7), 73.72 (30)  |
| 2.64 (15, 29)                   | 167.71 (8), 163.83 (6), 146.84 (31), 101.66 (7), 85.15 (3), 84.35 (1),<br>73.72 (30)    |
| 1.87 (33)                       | 146.84 (31), 110.31 (32), 73.72 (30)  |
| 1.71 (17)                       | 203.20 (2), 83.46 (16), 49.74 (15), 29.07 (19)  |
| 1.65 (22)                       | 166.65 (23), 135.65 (20), 129.58 (21), 89.20 (11), 85.15 (3), 83.46 (16),<br>49.74 (15) |
| 1.56 (26)                       | 112.50 (9), 92.43 (25), 43.94 (24), 28.80 (29), 16.77 (28)                              |
| 1.45 (28)                       | 92.43 (25), 43.94 (24)  |
| 1.37 (27)                       | 112.50 (9), 92.43 (25), 43.94 (24), 19.28 (26)  |
| 1.29 (18)                       | 83.46 (16), 49.74 (15), 30.81 (18)  |

จากข้อมูล 2D HMBC (ภาพประกอบ 3.34) (ตาราง 33) ชี้ว่าหน่วยโครงสร้าง 1 อู่ที่ C-1 เนื่องจาก H-19 ( $\delta$  3.81) แสดงความสัมพันธ์แบบ  $^2J$  กับ C-1 ( $\delta$  84.35) และแบบ  $^3J$  กับ C-2 ( $\delta$  203.20) ขณะที่หน่วยโครงสร้าง 6 จะต่อเข้ากับ C-7 โดยผลเนื่องจากความสัมพันธ์แบบ  $^2J$  ระหว่าง H-29 ( $\delta$  2.98 และ 2.64) กับ C-7 ( $\delta$  101.66) และแบบ  $^3J$  ระหว่าง H-29 กับ C-6 ( $\delta$  163.83) และ C-8 ( $\delta$  167.71) ดังนั้น WK5 จึงมีโครงสร้างดังแสดง



5

### การวิเคราะห์โครงสร้างของ WK2

WK2 เป็นของแข็งสีขาว หลอมเหลวที่ 247-248°C และแสดงค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.52 ในตัวเกลือที่ 80% ไคลอโรเมเทนในปิโตรเลียมอิเชอร์

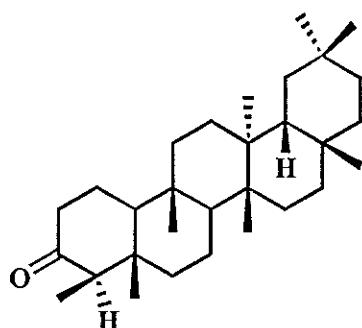
IR สเปกตรัม (ภาพประกอบ 3.36) แสดงแผนการซึ่ดของ C-H ที่ 2928 และ 2870  $\text{cm}^{-1}$  และหนู่កาร์บอนิลอีนตัวที่ 1716  $\text{cm}^{-1}$  และแสดงสัญญาณใน  $^1\text{H}$   $^{13}\text{C}$  NMR สเปกตรัม (ภาพประกอบ 3.37 และ 3.38 ตามลำดับ) และแมสสเปกตรัม (ภาพประกอบ 3.35) ดังนี้

$^1\text{H}$  NMR ( $\text{CDCl}_3$ ) ( $\delta$  ppm) (500 MHz)

|   |
|---|
| 2.40 ( <i>ddd</i> , $J = 13.6, 4.8$ และ $1.6 \text{ Hz}$ , 1H), 2.30 ( <i>dd</i> , $J = 12.8$ และ $6.4 \text{ Hz}$ , 1H), 2.25 ( <i>q</i> , $J = 7.2 \text{ Hz}$ , 1H),                                       |
| 2.00-1.94 ( <i>m</i> , 1H), 1.78 ( <i>md</i> , $J = 12.8 \text{ Hz}$ , 1H), 1.69 ( <i>dq</i> , $J = 12.8$ และ $1.6 \text{ Hz}$ , 1H), 1.60-1.20 ( <i>m</i> , 20H),  |
| 1.18 ( <i>s</i> , 3H), 1.06 ( <i>s</i> , 3H), 1.02 ( <i>s</i> , 3H), 1.01 ( <i>s</i> , 3H), 0.96 ( <i>s</i> , 3H), 0.89 ( <i>d</i> , $J = 7.2 \text{ Hz}$ , 3H), 0.87 ( <i>s</i> , 3H), 0.73 ( <i>s</i> , 3H) |

|  |   |
|--|---|
| <sup>13</sup> C NMR (CDCl <sub>3</sub> ) ( $\delta$ ppm) | 59.54, 58.27, 53.15, 42.86, 42.17, 41.55, 41.34, 39.74,   |
| (125 MHz)  | 39.28, 38.34, 37.49, 36.06, 35.67, 35.38, 35.04, 32.82,   |
|  | 32.46, 32.18, 31.80, 30.53, 30.03, 28.19, 22.30, 20.27,   |
|  | 18.67, 18.27, 17.96, 14.68, 6.82  |
| MS ( <i>m/z</i> ) (%)                                    | 426 (22), 411 (15), 341 (7), 302 (26), 273 (47), 246 (29),<br>231 (40), 218 (48), 205 (56), 193 (30), 191 (50), 179<br>(54), 163 (58), 161 (49), 149 (50), 137 (62), 135 (55), 124<br>(60), 123 (75), 121 (62), 119 (47), 111 (60), 109 (73), 108<br>(46), 107 (64), 97 (60), 96 (73), 95 (76), 93 (64), 91 (56),<br>83 (72), 82 (71), 81 (80), 79 (64), 69 (91), 68 (64), 67 (77),<br>57 (69), 55 (100), 53 (66), 43 (89), 41 (88), 39 (47), 29<br>(77), 28 (64) |

เมื่อเปรียบเทียบข้อมูล <sup>1</sup>H NMR สเปกตรัมกับ Friedelin (6)(จุดหลอมเหลว 268°C) พบว่าสารทั้งสองให้ <sup>1</sup>H NMR สเปกตรัมที่เหมือนกันทุกประการถึงแม้ว่าจุดหลอมเหลวต่างกัน จึงสรุปว่า WK2 เป็น Friedelin ซึ่งมีโครงสร้างดังนี้



6

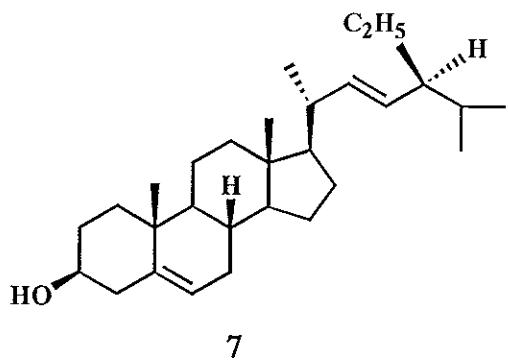
#### การวิเคราะห์โครงสร้างของ WK4

WK4 เป็นของแข็งสีขาว หลอมเหลวที่ 155-156°C และแสดงค่าคงที่การเคลื่อนที่ 0.20 ในตัวเดลี่อนที่ 80% ไดคลอโรเมเทนในปิโตรเลียมอีเชอร์

IR スペクトル (ガラス器皿中 3.40) แสดงแผนกรีดของหมู่ไฮดรอกซิลที่  $3341\text{ cm}^{-1}$  และหมู่ C-H ที่  $2958, 2936$  และ  $2868\text{ cm}^{-1}$  และแสดงสัญญาณใน  $^1\text{H}$   $^{13}\text{C}$  NMR スペクトรัม (ガラฟประกอบ 3.41 และ 3.42 ตามลำดับ) และ แม่สเปกตรัม (ガラฟประกอบ 3.39) ดังนี้

|   |   |
|---|---|
| $^1\text{H}$ NMR ( $\text{CDCl}_3$ ) ( $\delta$ ppm)    | 5.35 ( <i>m</i> , 1H), 5.15 ( <i>dd</i> , $J = 12.3$ และ $6.7\text{ Hz}$ , 1H), 5.03 ( <i>dd</i> , $J = 12.3$ และ $6.7\text{ Hz}$ , 1H), 3.56-3.48 ( <i>m</i> , 1H), 2.29 ( <i>ddd</i> , $J = 12.3, 6.0$ และ $2.1\text{ Hz}$ , 1H), 2.24 ( <i>qd</i> , $J = 10.8$ และ $2.1\text{ Hz}$ , 1H), 2.09-1.94 ( <i>m</i> , 3H), 1.88 -1.80 ( <i>m</i> , 2H), 1.75-1.66 ( <i>m</i> , 1H), 1.60-1.39 ( <i>m</i> , 11H), 1.31-1.04 ( <i>m</i> , 5H), 1.02 ( <i>d</i> , $J = 6.7\text{ Hz}$ , 3H), 1.01 ( <i>s</i> , 3H), 1.00-0.90 ( <i>m</i> , 2H), 0.85 ( <i>d</i> , $J = 6.7\text{ Hz}$ , 3H), 0.81 ( <i>t</i> , $J = 7.1\text{ Hz}$ , 3H), 0.80 ( <i>d</i> , $J = 6.5\text{ Hz}$ , 3H), 0.70 ( <i>s</i> , 3H) |
| $^{13}\text{C}$ NMR ( $\text{CDCl}_3$ ) ( $\delta$ ppm) | 140.79, 138.33, 129.34, 121.72, 71.83, 56.91, 56.02, 51.27, 50.22, 42.36, 42.26, 40.49, 39.74, 37.31, 36.55, 31.95, 31.95, 31.91, 31.71, 28.92, 25.42, 24.40, 21.24, 21.11, 21.08, 19.42, 19.01, 12.26, 12.08   |
| MS ( <i>m/z</i> ) (%)                                   | 412 (33), 351 (22), 300 (21), 271 (37), 255 (50), 213 (33), 163 (30), 161 (37), 159 (53), 151 (29), 147 (47), 145 (52), 135 (39), 133 (56), 131 (37), 123 (49), 121 (46), 119 (49), 109 (50), 107 (60), 105 (58), 97 (65), 95 (65), 93 (61), 91 (64), 83 (76), 81 (74), 79 (64), 69 (80), 67 (66), 57 (64), 55 (91), 43 (100), 41 (85), 29 (66), 28 (74), 27 (50)   |

จากการเปรียบเทียบข้อมูล  $^1\text{H}$  NMR スペクトรัม และจุดหลอมเหลวกับ Stigmasterol (จุดหลอมเหลว  $156^\circ\text{C}$ ) พบว่า WK4 เป็น Stigmasterol (7) เนื่องจากให้ข้อมูลスペกตรัม และจุดหลอมเหลวเหมือนกัน



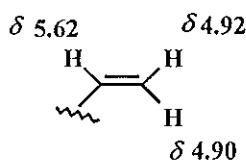
### การวิเคราะห์โครงสร้างของ WK6

WK6 เป็นผลึกสีขาว หลอมเหลวที่  $104\text{-}107\text{ }^{\circ}\text{C}$  แสดงค่าคงที่การเคลื่อนที่  $0.45$  ในตัวเคลื่อนที่  $2\%$  เมธานอลในไคลอโรเมเทน

MS (*m/z*) (%)      442 (1), 427 (4), 385 (5), 317 (0.8), 275 (3), 273 (7), 205 (51),  
 191 (21), 177 (13), 163 (24), 149 (32), 137 (41), 133 (66), 123 (60),  
 121 (52), 119 (31), 111 (30), 109 (70), 107 (55), 95 (85), 93 (59), 81  
 (89), 79 (55), 69 (99), 67 (77), 55 (100), 53 (35), 45 (27), 43 (77), 41  
 (97), 29 (50), 28 (35)

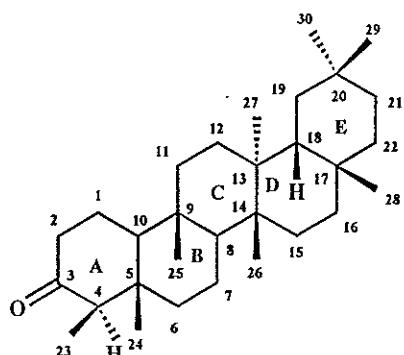
IR สเปกตรัม (ภาพประกอบ 3.44) แสดงแอบการดูดกลืนแสงที่  $3523\text{-}2500$  และ  $1713\text{ cm}^{-1}$  ซึ่งแสดงว่ามีหมู่คาร์บอซิล ข้อสรุปนี้ได้รับการสนับสนุนจากข้อมูล MS สเปกตรัม ซึ่งแสดงไฮอนบอย *m/z* 45 ซึ่งเป็นแคตไอโอนของหมู่ COOH

จากแมสสเปกตรัม (ภาพประกอบ 3.43) ไฮอนบอยอนโนเดกตูลที่ค่า *m/z* 442 ซึ่งสอดคล้องกับสูตร โนเดกตูล  $C_{30}H_{50}O_2$  เมื่อพิจารณาไฮอนบอยเปรียบเทียบกับ Friedelin พบว่า แสดงค่าไฮอนบอยที่ *m/z* 273 และ 205 เหมือนกัน แต่ WK6 มีมวลมากกว่า Friedelin 16 หน่วยมวล ดังนั้นคาดว่า WK6 มีโครงสร้างบางส่วนเหมือน Friedelin เมื่อเปรียบเทียบข้อมูล  $^1\text{H}$  NMR สเปกตรัม (ภาพประกอบ 3.45) พบว่าแสดงสัญญาณส่วนใหญ่คล้ายกับ Friedelin สัญญาณส่วนที่แตกต่างคือ WK6 แสดงสัญญาณของอะลิฟนิกโปรตอนที่  $\delta 5.62$  (*dd*,  $J = 18.2$  และ  $7.8\text{ Hz}$ , 1H);  $\delta 4.92$  (*d*,  $J = 7.8\text{ Hz}$ , 1H) และ  $\delta 4.90$  (*d*,  $J = 18.2\text{ Hz}$ , 1H) ซึ่งเมื่อพิจารณาค่าคงที่การคู่ควบพบว่า อะลิฟนิกโปรตอนที่  $\delta 5.62$  คู่ควบกับอะลิฟนิกโปรตอนที่  $\delta 4.90$  ด้วยค่า  $^3J_{\text{H,H}} 18.2\text{ Hz}$  แสดงว่าโปรตอนทั้งสองต้องอยู่ในลักษณะที่เป็น *trans* บนพื้นจะคู่ นอกจากนี้อะลิฟนิกโปรตอนที่  $\delta 5.62$  ซึ่งคู่ควบกับอะลิฟนิกโปรตอนที่  $\delta 4.92$  ด้วยค่า  $^3J_{\text{H,H}} 7.8\text{ Hz}$  แสดงว่าโปรตอนทั้งสองต้องอยู่ในลักษณะที่เป็น *cis* บนพื้นจะคู่ จากข้อมูลนี้สรุปว่า WK6 ประกอบด้วยหน่วยโครงสร้าง 7 ดังนี้



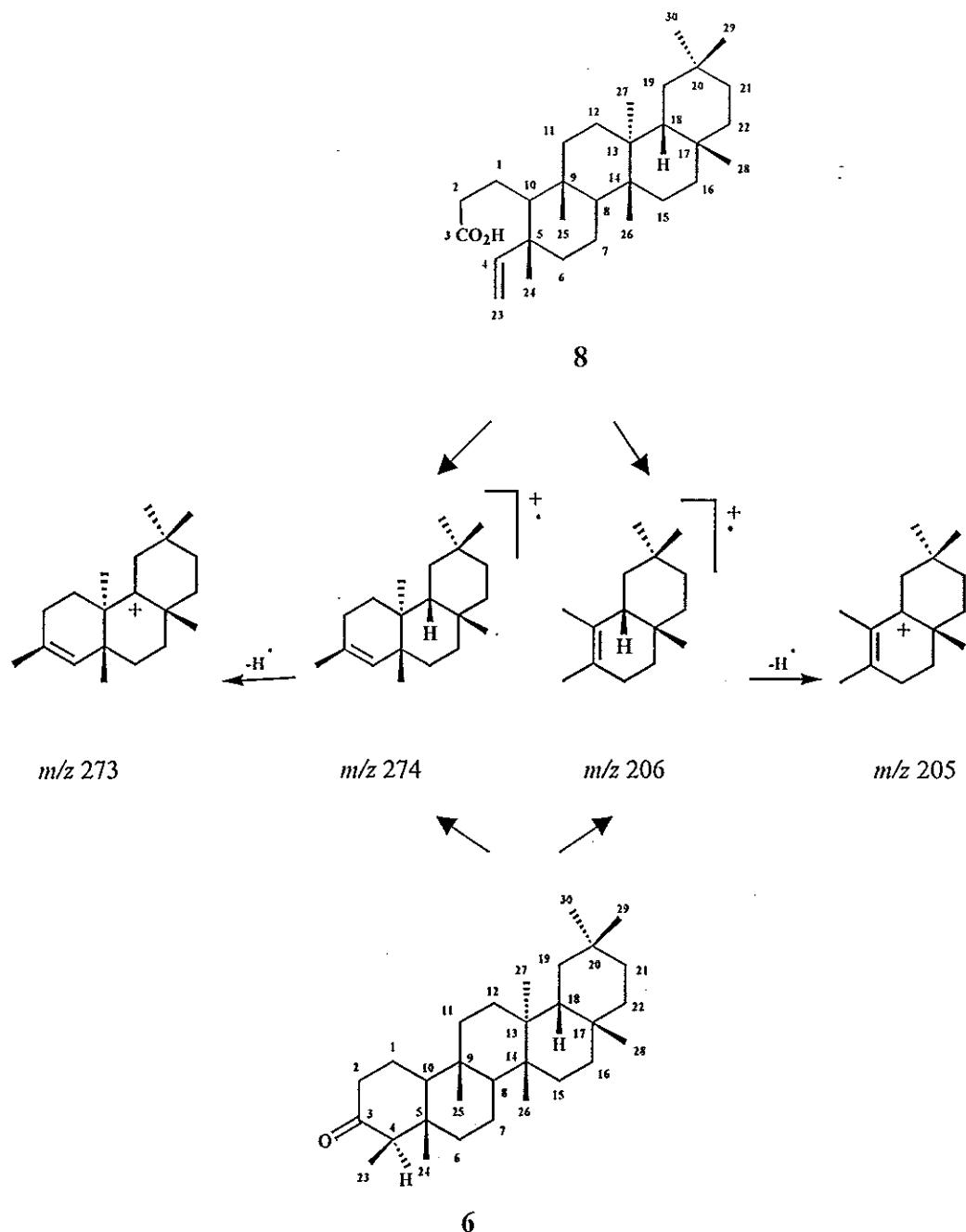
### หน่วยโครงสร้าง 7

นอกจากนี้ WK6 ยังแสดงสัญญาณของหมู่เมธิลน้อยกว่าใน Friedelin 1 หมู่ โดยแสดงสัญญาณของ  $3^\circ$  methyl proton เมื่อเทียบกับ WK6 [WK6 แสดงสัญญาณที่  $\delta$  1.26 (3H), 1.18 (3H), 1.02 (3H), 0.99 (6H), 0.95 (3H), 0.89 (3H); Friedelin แสดงสัญญาณที่  $\delta$  1.18 (3H), 1.06 (3H), 1.02 (3H), 1.01 (3H), 0.96 (3H), 0.87 (3H), 0.73 (3H)] และ WK6 ไม่แสดงสัญญาณของ  $2^\circ$  methyl proton ( $\delta$  0.89, *d*, *J* = 7.2 Hz) (Me-23) และเมธีนโปรตอน (H-4) ที่  $\delta$  2.25, *q*, *J* = 7.2 Hz ที่แสดงใน Friedelin (6)



6

ดังนั้นคาดว่า ใน WK6 มีส่วนของโครงสร้างแตกต่างจาก Friedelin เนื่องจากโครงสร้าง WK6 จึงแตกหักระหว่าง C-3 และ C-4 ให้ส่วนโครงสร้าง 7 แทนที่ Me-23 และ H-4 ใน Friedelin นอกจากนี้ หมู่คาร์บอนิลที่ C-3 ของ Friedelin เปลี่ยนเป็นหมู่ COOH ซึ่งยืนยันด้วย  $^1\text{H}$  NMR スペkturm ที่ให้สัญญาณของเมธิลีนโปรตอนที่ต่ออยู่กับหมู่คาร์บօกซิล ( $\text{CH}_2\text{COOH}$ ) ที่  $\delta$  2.35-2.50 (*m*, 2H) ประกอบกับข้อมูลจาก IR スペkturm ซึ่งแสดงว่ามีหมู่คาร์บօกซิลอยู่ในโครงสร้าง จากข้อมูลทั้งหมดคาดว่า WK6 มีโครงสร้าง (8) ซึ่งสามารถแตกตัวให้ไอออนย่อยที่ *m/z* 273 และ 205 เมื่อเทียบกับ Friedelin

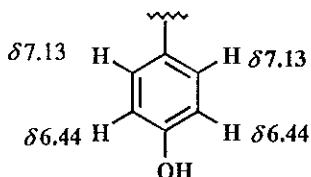


### การวิเคราะห์โครงสร้างของ GS1

GS1 เป็นของแข็งสีน้ำตาล หลอมเหลวที่  $241\text{-}242^\circ\text{C}$  และคงค่าคงที่การเคลื่อนที่  $0.23$  ในตัวเคลื่อนที่  $10\%$  เมรานอลใน ไคคลอโรเมเทน ( $2$  ครั้ง)

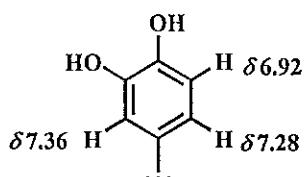
หากค่า chemical shift coupling constant และ multiplicity ใน  $^1\text{H NMR}$  สเปกตรัม (ภาพประกอบ  $3.46$ ) สามารถจำแนกไปร่องได้  $5$  ชุด

1. พิจารณาค่า coupling constant ของโปรตอนที่  $\delta$  7.13 ( $d, J = 10.0 \text{ Hz}, 2\text{H}$ ) และโปรตอนที่  $\delta$  6.44 ( $d, J = 10.0 \text{ Hz}, 2\text{H}$ ) จะได้ว่า โปรตอนที่  $\delta$  7.13 คู่ความแบบ *ortho coupling* กับโปรตอนที่  $\delta$  6.44 ด้วยค่าคงที่การคู่ความ 10.0 Hz จากข้อมูลนี้แสดงว่า GS1 ประกอบด้วยหน่วยโครงสร้าง 8 ดังนี้



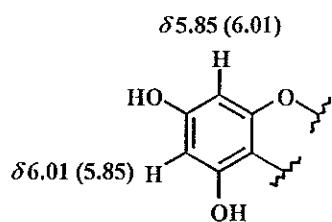
หน่วยโครงสร้าง 8

2. พิจารณาโปรตอนที่  $\delta$  7.36 ( $s, 1\text{H}$ );  $\delta$  7.28 ( $d, J = 8.0 \text{ Hz}, 1\text{H}$ ) และ  $\delta$  6.92 ( $d, J = 8.0 \text{ Hz}, 1\text{H}$ ) จะได้ว่า โปรตอนที่  $\delta$  7.28 และ  $\delta$  6.92 คู่ความกันแบบ *ortho coupling* ด้วยค่าคงที่การคู่ความ 8.0 Hz และ  $\delta$  7.36 ปรากฏสัญญาณเป็น *singlet* และแสดงว่าไม่มีโปรตอนซ้ำกันเดียว คาดว่า โปรตอนนี้อยู่ตำแหน่ง *meta* กับ โปรตอนที่  $\delta$  7.28 ดังแสดงในหน่วยโครงสร้าง 9



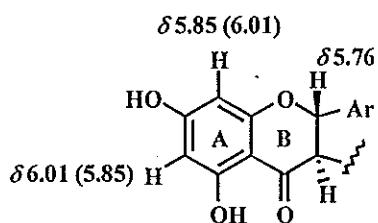
หน่วยโครงสร้าง 9

3. พิจารณาค่า chemical shift ของโปรตอนที่  $\delta$  6.01 ( $s, 1\text{H}$ ) และ  $\delta$  5.85 ( $s, 1\text{H}$ ) เป็นสัญญาณของอะโรมาติกโปรตอนที่ไม่มีโปรตอนซ้ำกันเดียว คาดว่า โปรตอนทั้งสองอยู่ในตำแหน่ง *meta* กัน ดังหน่วยโครงสร้าง 10



หน่วยโครงสร้าง 10

4. สัญญาณโปรตอนที่  $\delta$  5.76 ( $d, J = 10.0$  Hz, 1H) จาก multiplicity พบว่า โปรตอนที่  $\delta$  5.76 ต้องมีโปรตอนข้างเคียง 1 โปรตอน แต่ใน  $^1\text{H}$  NMR ไม่แสดงสัญญาณของโปรตอนข้างเคียง เพราะสัญญาณถูกบังด้วยพิกน้ำ พิจารณาค่าคงที่การคู่ควน พบว่าเป็นการคู่ควนกันแบบ *diaxial trans* ใน flavanone (Ansari and Rahman, 1976) และคาดว่าหน่วยโครงสร้าง 10 เป็นส่วนของวงแหวน A ของ flavanone หน่วยโครงสร้าง 11



หน่วยโครงสร้าง 11

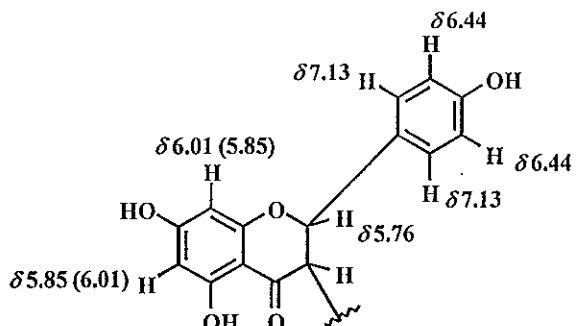
5. สัญญาณของโปรตอนที่  $\delta$  6.40 ( $s, 1\text{H}$ ) และ  $\delta$  6.28 ( $s, 1\text{H}$ ) เป็นสัญญาณของอะโรมาติก หรือ ออเลฟินิก โปรตอนซึ่งไม่มีโปรตอนข้างเคียง

เมื่อพิจารณาค่า chemical shift ของโปรตอนในหน่วยโครงสร้าง 8, 9 และ 10 พบว่าปรากฏสัญญาณที่สنانสูงกว่าอะโรมาติก โปรตอนปกติ แสดงว่ามีหมู่ที่ให้อิเล็กตรอนกับวงแหวนซึ่งชั่งหมู่ที่เป็นไปได้น่าจะเป็นหมู่ไฮดรอกซิล

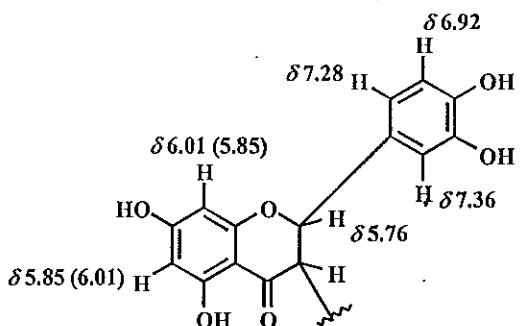
จากข้อมูลทั้งหมดคาดว่าโครงสร้างหลักของ GS1 เป็นสารประเภท biflavone ซึ่งเกิดจากการเชื่อมกันระหว่าง flavanone และ flavone จากหน่วยโครงสร้าง 11 พบว่า flavanone จะเชื่อมต่อ กับ flavone ที่ตำแหน่ง 1-3 ดังนั้นวงแหวนอะโรมาติกที่ต่อที่ 1-2 อาจเป็นหน่วยโครงสร้าง 8 หรือ 9

ซึ่งจะให้หน่วยโครงสร้าง 12 และ 13 ตามลำดับ ดังนั้นส่วนของ flavone อาจมีหน่วยโครงสร้างที่ 14

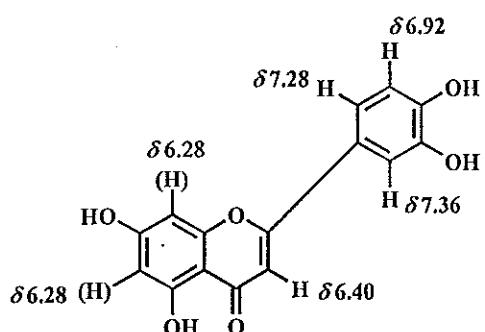
หรือ 15



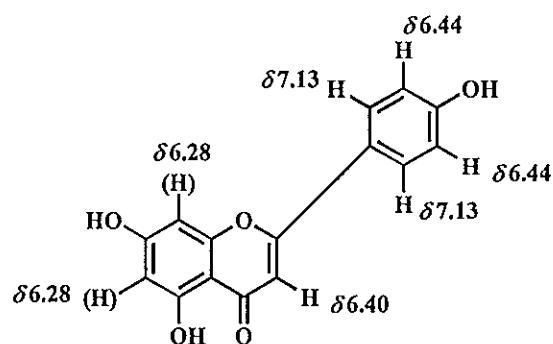
หน่วยโครงสร้าง 12



หน่วยโครงสร้าง 13

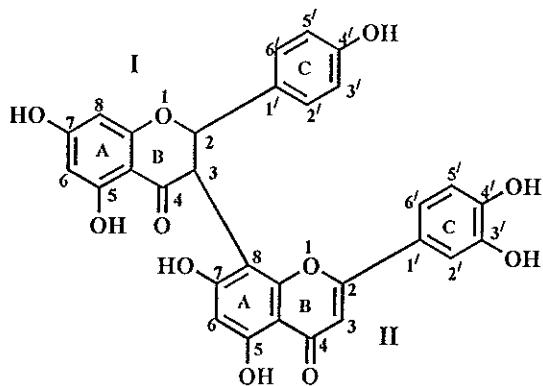


หน่วยโครงสร้าง 14

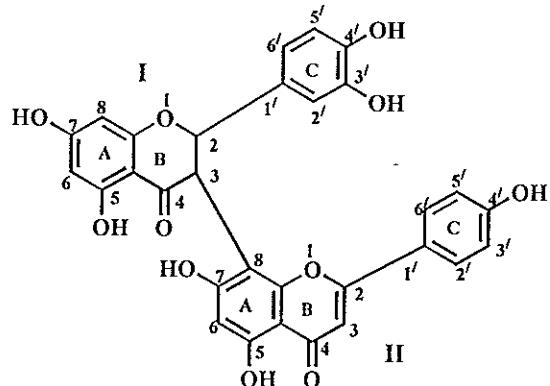


หน่วยโครงสร้าง 15

จากการเปรียบเทียบตำแหน่งของสัญญาณไปต่อเนื่องของหน่วยโครงสร้าง 12 และ 13 กับ biflavone 2 สารที่ทราบโครงสร้างแล้ว คือ morelloflavone (9) (Waterman and Crichton, 1980) และ I-5, II-5, I-7, II-7, I-3', I-4', II-4'-heptahydroxy-[I-3,II-8]-flavanonylflavone (Babu, *et al.*, 1988) (10) ซึ่งมีโครงสร้างและข้อมูลจาก <sup>1</sup>H NMR สเปกตรัม (ตาราง 34) ดังนี้



9



10

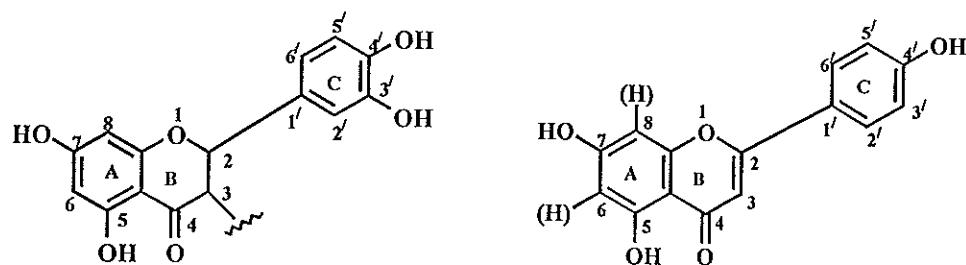
ตาราง 34 ข้อมูล  $^1\text{H}$  NMR ของโครงสร้าง 9 และโครงสร้าง 10

| ตำแหน่ง H  | 9 ( $\delta$ ppm)( $d_6$ -DMSO)            | ตำแหน่ง H    | 10 ( $\delta$ ppm)( $d_6$ -DMSO) |
|------------|--|--------------|----------------------------------|
| I-2        | 5.73 ( <i>d</i> , $J = 12.0$ Hz)           | I-2          | 5.64 ( <i>d</i> , $J = 12.0$ Hz) |
| I-3        | 4.86 ( <i>d</i> , $J = 12.0$ Hz)           | I-3          | 4.83 ( <i>d</i> , $J = 12.0$ Hz) |
| I-6        | 5.97 ( <i>s</i> )                          | I-6          | 5.91 ( <i>s</i> )                |
| I-8        | 5.97 ( <i>s</i> )                          | I-8          | 5.91 ( <i>s</i> )                |
| I-2', I-6' | 7.08 ( <i>d</i> , $J = 9.0$ Hz)            | I-2', I-6'   | 7.37 ( <i>m</i> )                |
| I-3', I-5' | 6.50 ( <i>d</i> , $J = 9.0$ Hz)            | I-5'         | 6.84 ( <i>d</i> , $J = 8.0$ Hz)  |
| II-3       | 6.43 ( <i>s</i> )                          | II-3         | 6.53 ( <i>s</i> )                |
| II-6       | 6.20 ( <i>s</i> )                          | II-6         | 6.17 ( <i>s</i> )                |
| II-2'      | 7.72 ( <i>d</i> , $J = 2.0$ Hz)            | II-2', II-6' | 7.08 ( <i>d</i> , $J = 8.0$ Hz)  |
| II-5'      | 6.80 ( <i>d</i> , $J = 9.0$ Hz)            | II-3', II-5' | 6.32 ( <i>d</i> , $J = 8.0$ Hz)  |
| II-6'      | 7.19 ( <i>dd</i> , $J = 9.0$ และ $2.0$ Hz) |              |                                  |

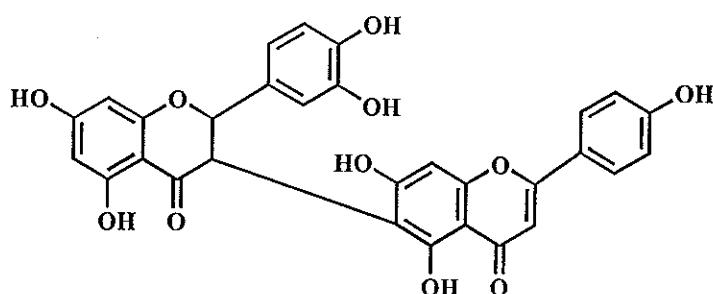
โครงสร้างของสาร 9 และสาร 10 แตกต่างที่การสลับตำแหน่งของวงเหวน C ในส่วนที่ I และส่วนที่ II เมื่อพิจารณาค่า chemical shift ของโปรตอนบน *p*-hydroxyphenyl substituent ซึ่งต่ออยู่ในส่วน I ของสาร 9 พบว่าในตำแหน่ง I-5' ( $\delta$  6.50) และ I-6' ( $\delta$  7.08) มีความแตกต่างกัน 0.58

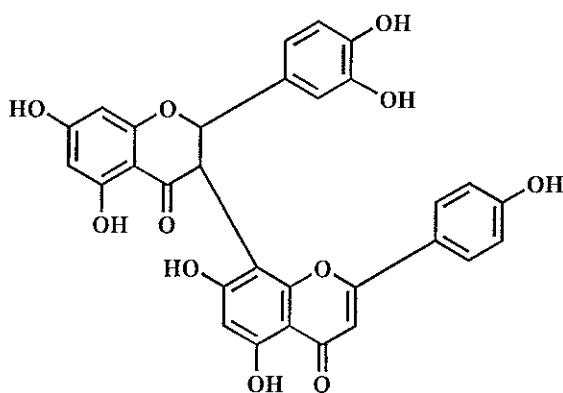
ppm ซึ่งผลต่างจะน้อยกว่า ในกรณีที่ *p*-hydroxyphenyl substituent ต่อในส่วนที่ II ของสาร 10 ซึ่งผลต่างของค่า chemical shift ของโปรตอนที่ตำแหน่งดังกล่าว เท่ากับ 0.76 ppm และเมื่อพิจารณาในกรณีที่ 3,4-dihydroxyphenyl substituent ต่อในส่วน II ของสาร 9 ผลต่างของค่า chemical shift ของโปรตอนดังกล่าวเท่ากับ 0.53 ppm แต่ในกรณีที่ 3,4-dihydroxyphenyl substituent ต่อในส่วน I ของสาร 10 ค่า chemical shift ของโปรตอนที่ตำแหน่ง I-2' ( $\delta$  7.37) และ I-6' ( $\delta$  7.37) มีค่าเท่ากัน

เมื่อพิจารณาใน GS1 ในส่วน *p*-hydroxyphenyl substituent ค่า chemical shift ที่ตำแหน่ง 5' ( $\delta$  6.44) และตำแหน่ง 6' ( $\delta$  7.13) มีผลต่างเท่ากับ 0.69 ppm และส่วน 3,4-dihydroxyphenyl substituent ค่า chemical shift ที่ตำแหน่ง 2' ( $\delta$  7.36) และตำแหน่ง 6' ( $\delta$  7.28) มีผลต่างเท่ากับ 0.08 จะได้ว่าผลต่างของค่า chemical shift ของโปรตอนที่พิจารณาทั้งส่วน *p*-hydroxyphenyl substituent และส่วน 3,4-dihydroxyphenyl substituent ใกล้เคียงกัน สาร 10 มากกว่า สาร 9 จากข้อมูลนี้สรุปว่า GS1 อาจมีหน่วยของ flavanone เป็นหน่วยโครงสร้างที่ 13 และ flavone เป็นหน่วยโครงสร้างที่ 15



คังนั้นโครงสร้างของ GS1 ที่เป็นไปได้มี 2 โครงสร้าง คือ โครงสร้าง 11 หรือ โครงสร้าง 12 ขึ้นอยู่กับว่า flavanone จะต่อที่ II-6 หรือ II-8 ของ flavone





เมื่อพิจารณาจุดหลอมเหลวของ GS1 ( $241\text{-}242^{\circ}\text{C}$ ) พบว่าไกส์เตียงกับจุดหลอมเหลวของสาร 12 ( $232\text{-}234^{\circ}\text{C}$ ) (Babu, *et al.*, 1988) ดังนั้นคาดว่า GS1 คือ I-5, II-5, I-7, II-7, I-3', I-4', II-4'-heptahydroxy-[I-3,II-8]-flavanonylflavone

#### การวิเคราะห์โครงสร้างของ GS4

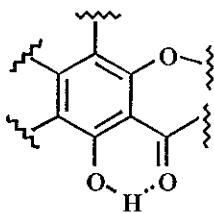
GS4 เป็นของแข็งสีเหลืองหลอมเหลวที่  $295\text{-}298^{\circ}\text{C}$  และคงที่การเกลือนที่ 0.37 ในตัวเคลื่อนที่ 20% เมธานอลในเบนซิน

IR สเปktรัม (ภาพประกอบ 3.50) แสดงแอบการบีดของหมู่ไฮดรอกซิลที่  $3357$  และ  $3269\text{ cm}^{-1}$  และหมู่คาร์บอนิลที่  $1648\text{ cm}^{-1}$

UV สเปktรัม (ภาพประกอบ 3.49) แสดงแอบการดูดกลืนที่  $346$ ,  $288$  และ  $224\text{ nm}$  และว่ามีระบบคอนจูเกชันของโครงสร้าง flavone

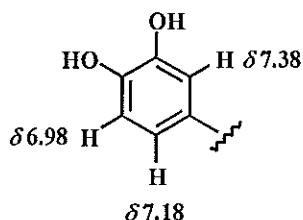
จากค่า chemical shift coupling constant และ multiplicity ใน  $^1\text{H NMR}$  สเปktรัม (ภาพประกอบ 3.51) สามารถจำแนกโปรตอนได้ 6 ชุด

1. สัญญาณที่  $\delta 12.85$  (*brs*, 1H) และ  $\delta 12.23$  (*brs*, 1H) และว่ามี hydroxy proton ที่เกิดพันธะไฮดรอกซิกับหมู่คาร์บอนิล ในหน่วยโครงสร้างที่ 16 จำนวน 2 หน่วยโครงสร้างของสารประเภท flavone



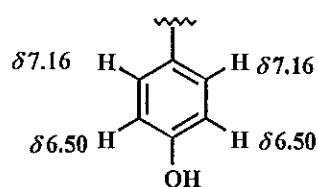
หน่วยโครงสร้าง 16

2. พิจารณาโปรตอนที่  $\delta$  7.38 ( $d, J = 2.9 \text{ Hz}, 1\text{H}$ ); 7.18 ( $dd, J = 8.9 \text{ และ } 2.9 \text{ Hz}, 1\text{H}$ ) และ 6.98 ( $d, J = 8.9 \text{ Hz}, 1\text{H}$ ) จากค่า coupling constant ได้ว่าโปรตอนที่  $\delta$  7.18 คู่ความแบบ *ortho* coupling กับโปรตอนที่  $\delta$  6.98 ด้วยค่าคงที่การคูpler 8.9 Hz และคู่ความแบบ *meta* coupling กับโปรตอนที่  $\delta$  7.38 ด้วยค่าคงที่การคูpler 2.9 Hz จากข้อมูลเหล่านี้ได้ว่า GS4 ประกอบด้วยหน่วยโครงสร้าง 17 ดังนี้



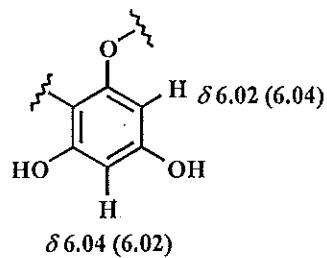
หน่วยโครงสร้าง 17

3. พิจารณาค่า coupling constant ของโปรตอนที่  $\delta$  7.16 ( $d, J = 8.9 \text{ Hz}, 2\text{H}$ ) และ  $\delta$  6.50 ( $d, J = 8.9 \text{ Hz}, 2\text{H}$ ) จะได้ว่าโปรตอนที่  $\delta$  7.16 คู่ความแบบ *ortho* coupling กับโปรตอนที่  $\delta$  6.50 ด้วยค่าคงที่การคูpler 8.9 Hz จากข้อมูลเหล่านี้ได้ว่า GS4 ประกอบด้วยหน่วยโครงสร้าง 18 ดังนี้



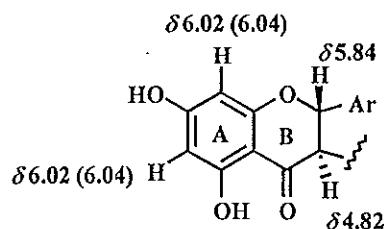
หน่วยโครงสร้าง 18

4. พิจารณาค่า coupling constant ของโปรตอนที่  $\delta$  6.04 ( $d, J = 2.3$  Hz, 1H) และ  $\delta$  6.02 ( $d, J = 2.3$  Hz, 1H) ได้ว่า โปรตอนที่  $\delta$  6.04 คู่ความแบบ *meta* coupling กับ โปรตอนที่  $\delta$  6.02 ด้วยค่าคงที่การคู่ความ 2.3 Hz และคงว่ามีหน่วยโครงสร้าง 19 ประกอบในโครงสร้างของ GS4



หน่วยโครงสร้าง 19

5. สัญญาณโปรตอนที่  $\delta$  5.84 ( $d, J = 11.8$  Hz, 1H) และ  $\delta$  4.82 ( $d, J = 11.8$  Hz, 1H) เป็นสัญญาณของอะลิฟติกโปรตอนที่คู่ความกันแบบ *diaxial trans* ใน flavanone (Ansari and Rahman, 1976) และหน่วยโครงสร้าง 19 เป็นส่วนของวงแหวน A ของ flavanone หน่วยโครงสร้าง 20



หน่วยโครงสร้าง 20

6. สัญญาณของโปรตอนที่  $\delta$  6.36 ( $s, 1H$ ) และ  $\delta$  6.34 ( $s, 1H$ ) เป็นสัญญาณของอะโรมาติกหรืออะลิฟติกโปรตอนซึ่งไม่มีโปรตอนข้างเคียง

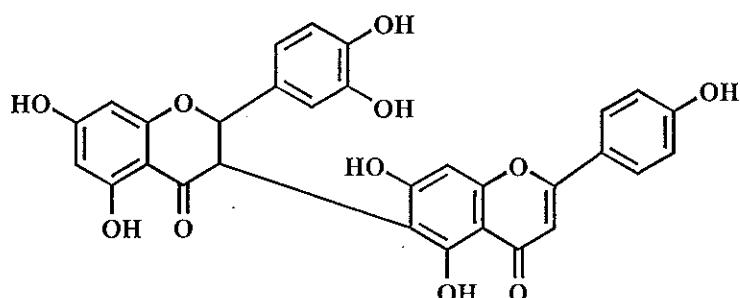
จากข้อมูลที่กล่าวมาข้างต้นคาดว่า GS4 เป็นสารประเกท biflavone เช่นเดียวกับ GS1 จึงนำข้อมูล  $^1\text{H}$  NMRスペクトรัม มาเปรียบเทียบกัน ดังแสดงในตาราง 35

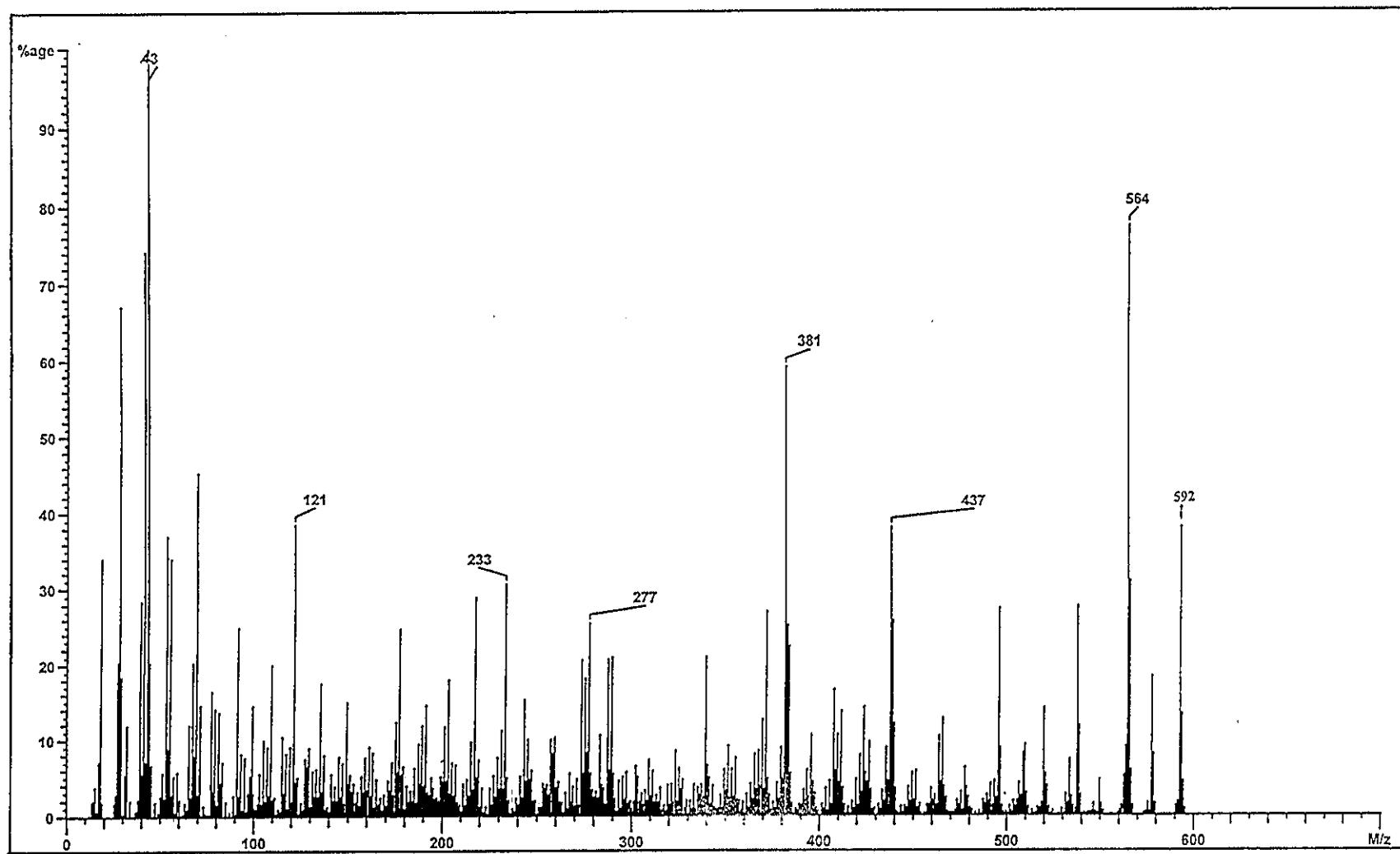
ตาราง 35 ข้อมูล  $^1\text{H}$  NMR ของ GS1 และ GS4

| ตำแหน่ง H    | GS1 ( $\delta$ ppm)(CD <sub>3</sub> OD) | GS4 ( $\delta$ ppm)( $d_6$ -DMSO+CDCl <sub>3</sub> ) |
|--------------|---|--|
| I-2          | 5.76 ( <i>d</i> , $J=10.0$ Hz)          | 5.84 ( <i>d</i> , $J=11.8$ Hz)                       |
| I-3          | *                                       | 4.82 ( <i>d</i> , $J=11.8$ Hz)                       |
| I-6          | 6.01 หรือ 5.85 ( <i>s</i> )             | 6.02 หรือ 6.04 ( <i>d</i> , $J=2.3$ Hz)              |
| I-8          | 5.85 หรือ 6.01 ( <i>s</i> )             | 6.04 หรือ 6.02 ( <i>d</i> , $J=2.3$ Hz)              |
| I-2'         | 7.36 ( <i>s</i> )                       | 7.38 ( <i>d</i> , $J=2.9$ Hz)                        |
| I-5'         | 6.92 ( <i>d</i> , $J=8.0$ Hz)           | 6.98 ( <i>d</i> , $J=8.9$ Hz)                        |
| I-6'         | 7.28 ( <i>d</i> , $J=8.0$ Hz)           | 7.18 ( <i>dd</i> , $J=8.9$ และ $2.9$ Hz)             |
| II-3         | 6.40 ( <i>s</i> )                       | 6.34 ( <i>s</i> )                                    |
| II-6         | 6.28 ( <i>s</i> )                       | 6.36 ( <i>s</i> )                                    |
| II-2', II-6' | 7.13 ( <i>d</i> , $J=10.0$ Hz)          | 7.16 ( <i>d</i> , $J=8.9$ Hz)                        |
| II-3', II-5' | 6.44 ( <i>d</i> , $J=10.0$ Hz)          | 6.50 ( <i>d</i> , $J=8.9$ Hz)                        |

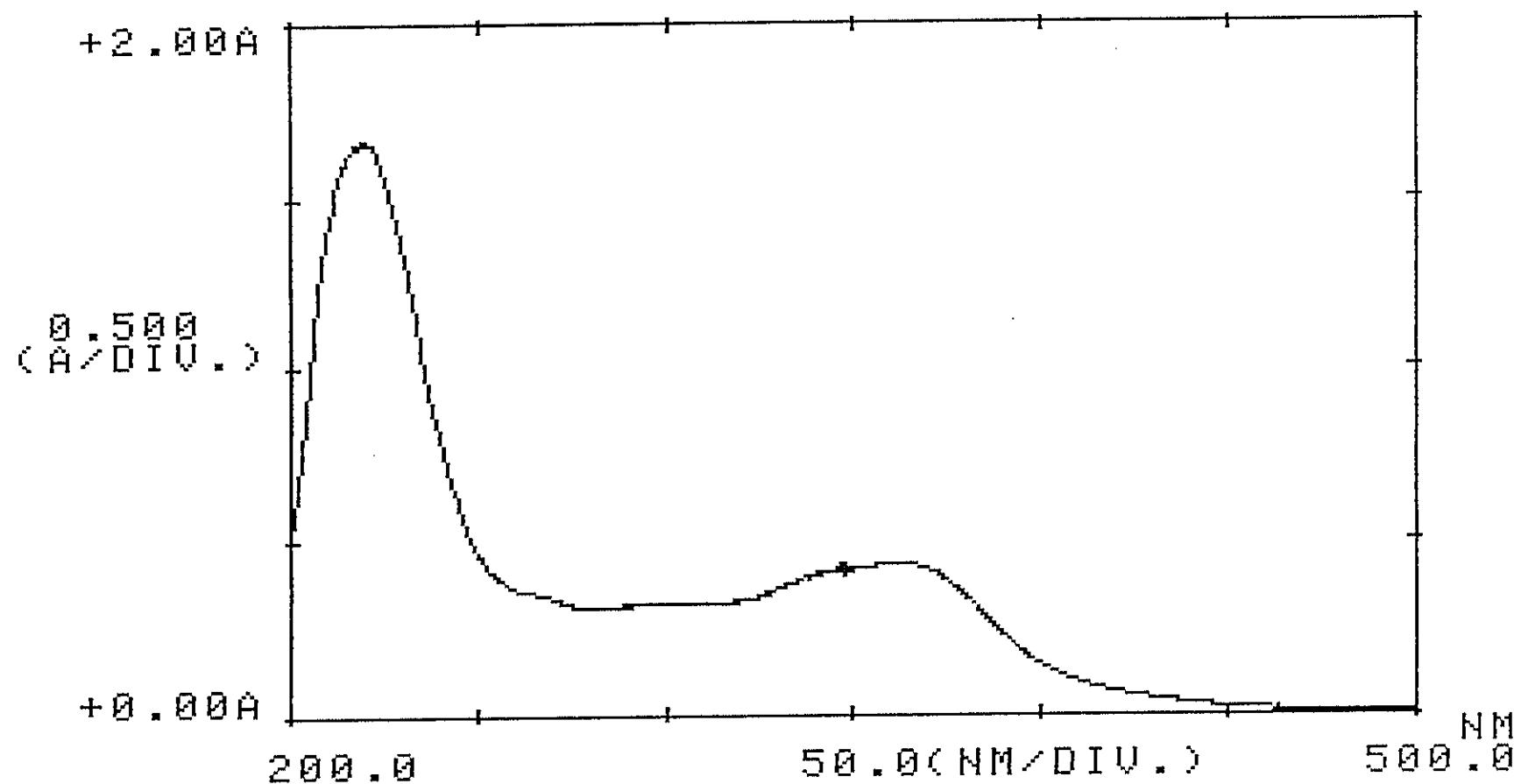
\* ถูกบังคับวิธีการของน้ำ

จากการเปรียบเทียบข้อมูล  $^1\text{H}$  NMR กับ GS1 (ตาราง 35) พบว่ามีค่า chemical shift และ multiplicity ใกล้เคียงกันมาก แสดงว่า GS4 น่าจะมีหน่วย flavanone และ flavone เมื่อเทียบกับ GS1 แต่ทั้งสองหน่วยไม่น่าจะเชื่อมต่อกันแบบเดียวกับ GS1 เนื่องจากจุดหลอมเหลวของ GS4 (295 - 298°C) ต่างกับ GS1 (241-242°C) มาก ดังนั้นคาดว่า GS4 เป็นสารใหม่ซึ่งมีโครงสร้าง 11 ต้องอาศัยข้อมูลทางスペกตรโพรโนเม็ต์เพิ่มเติมเช่น 2D NMR สเปกตรัมต่างๆ ในการสรุปโครงสร้างที่ถูกต้องต่อไป

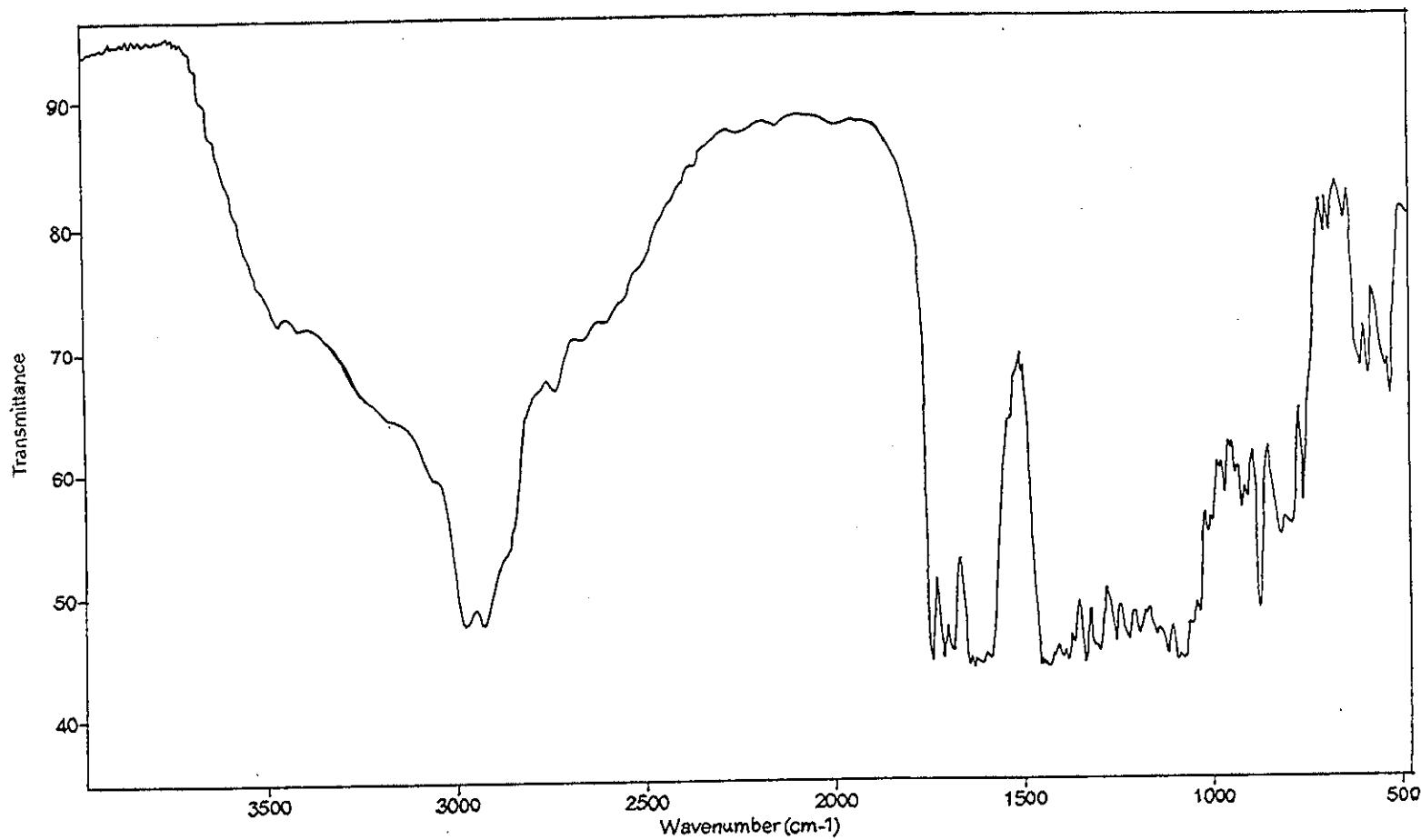




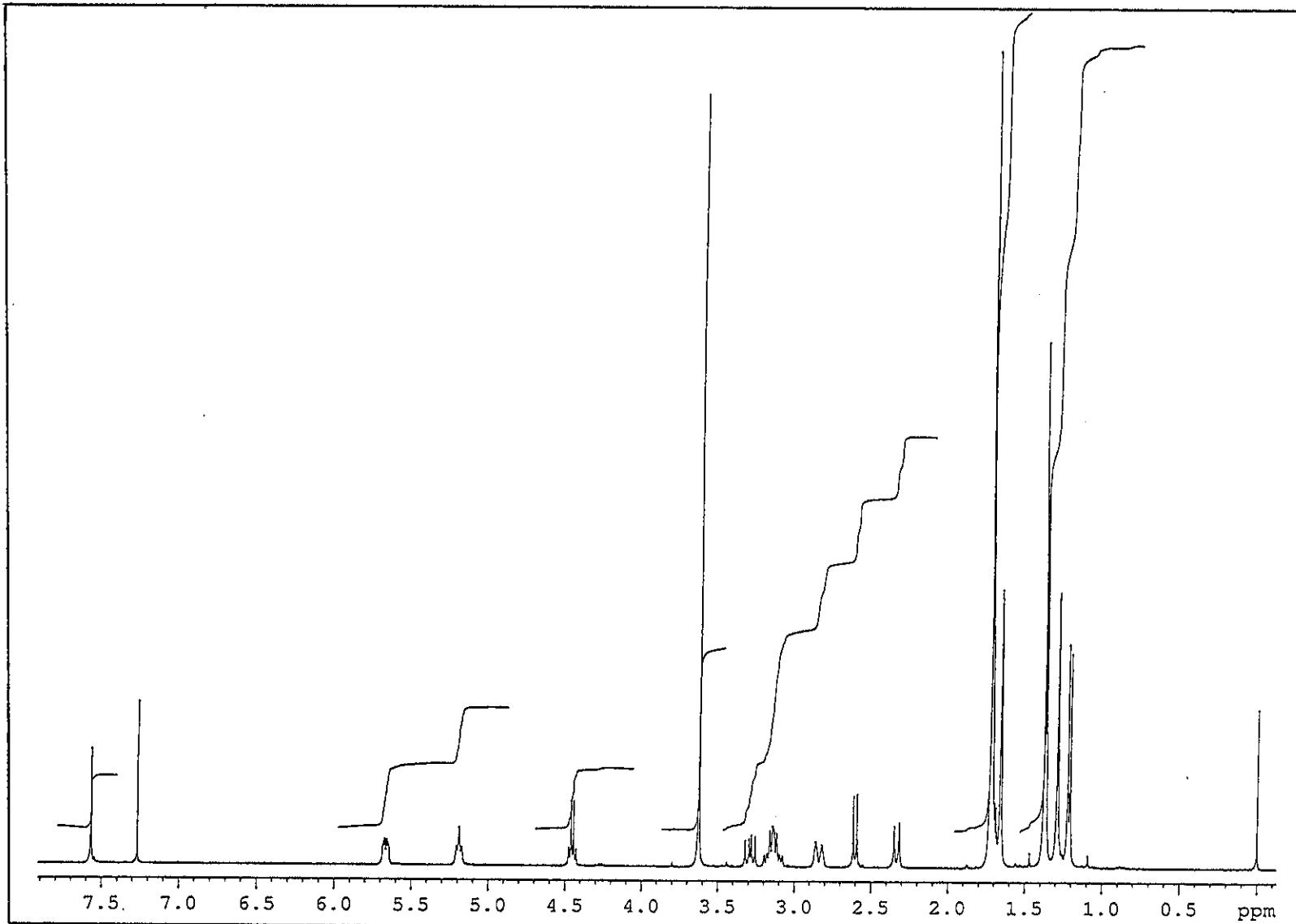
ภาพประกอน 3.1 แมมสสเปกตรัมของ WK1



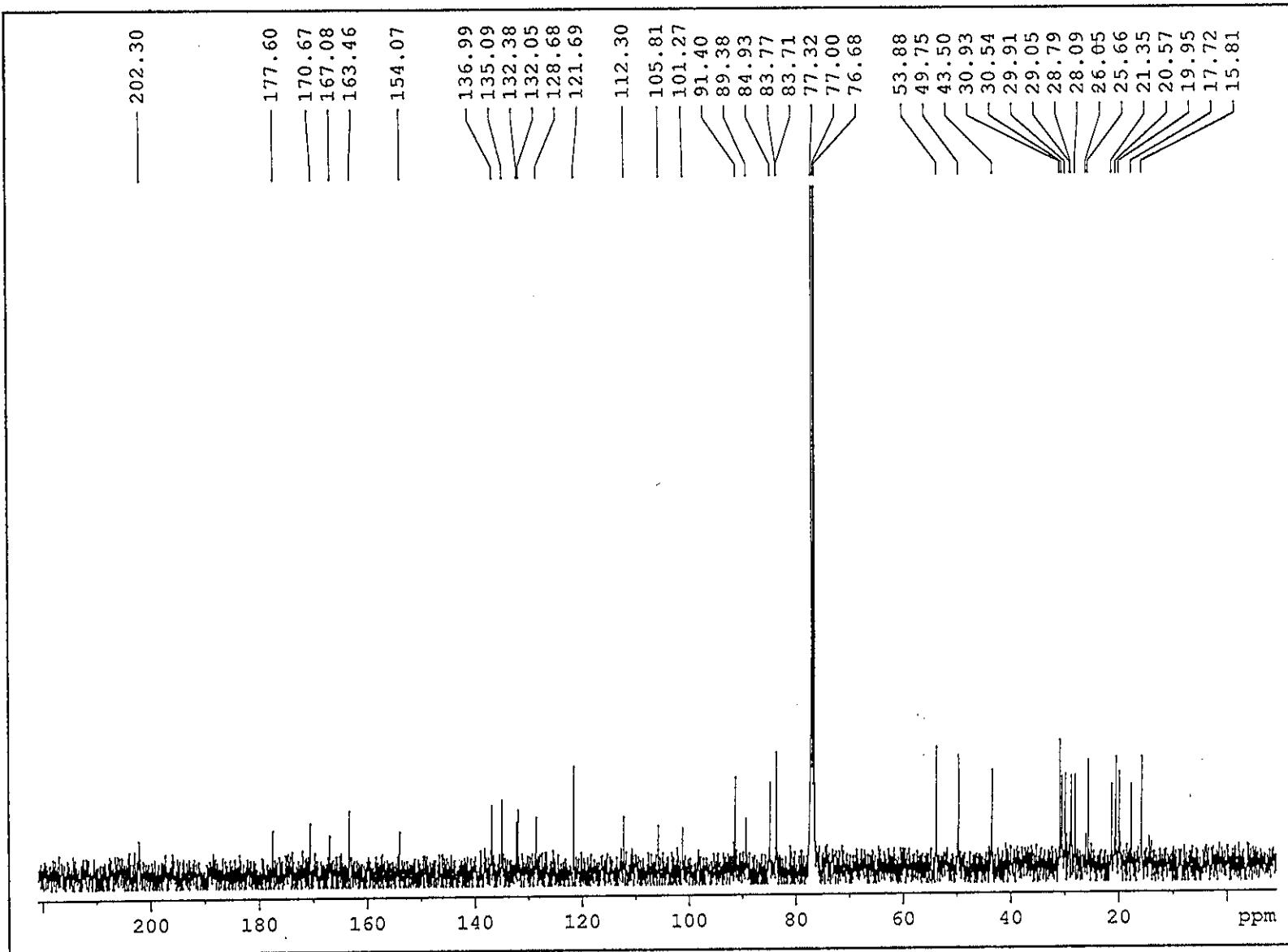
ภาพประกอบ 3.2 UV (MeOH) สายปักษ์รัมของ WK1



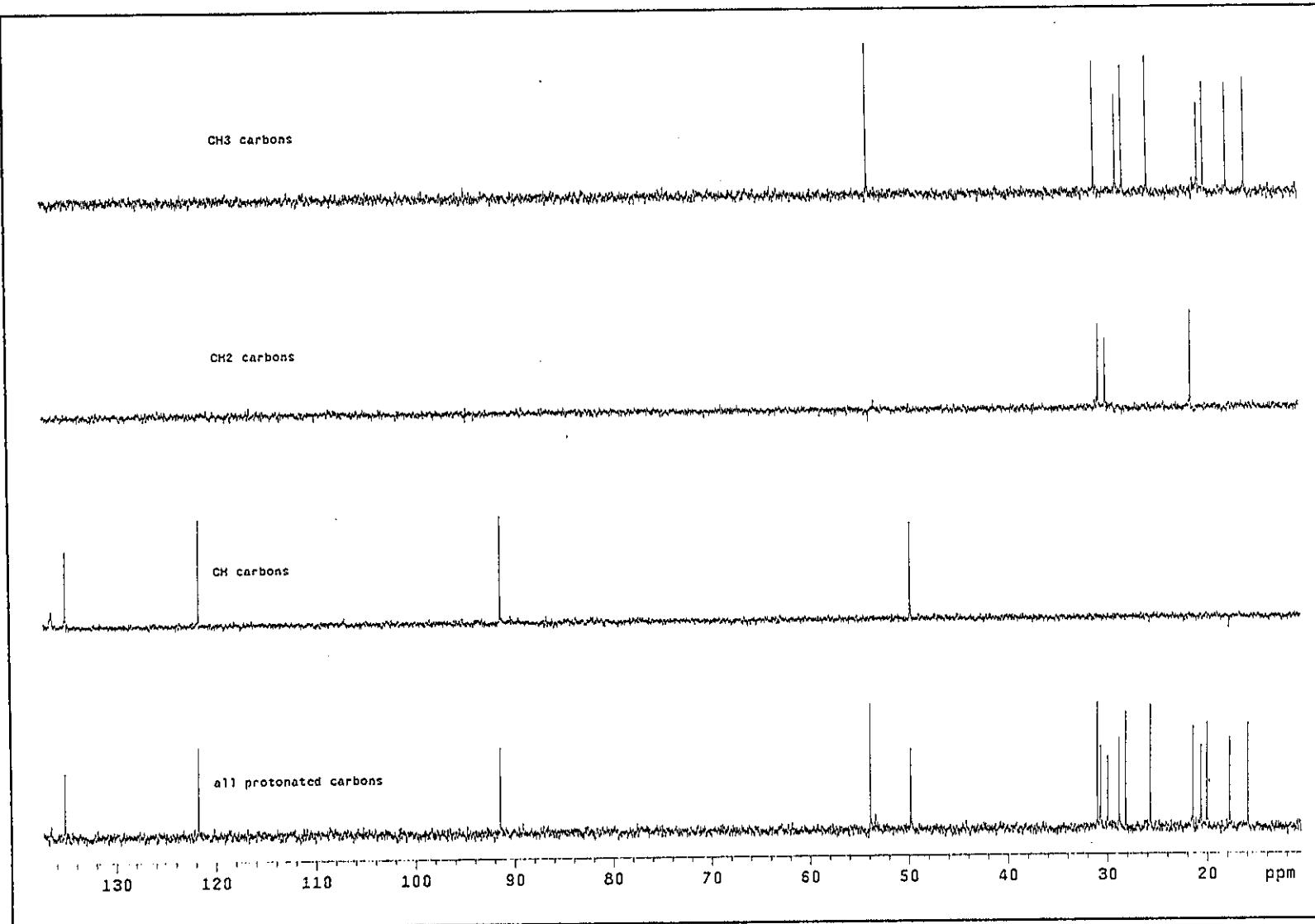
ภาพประกอน 3.3 IR (KBr) สารประกอบของ WK1



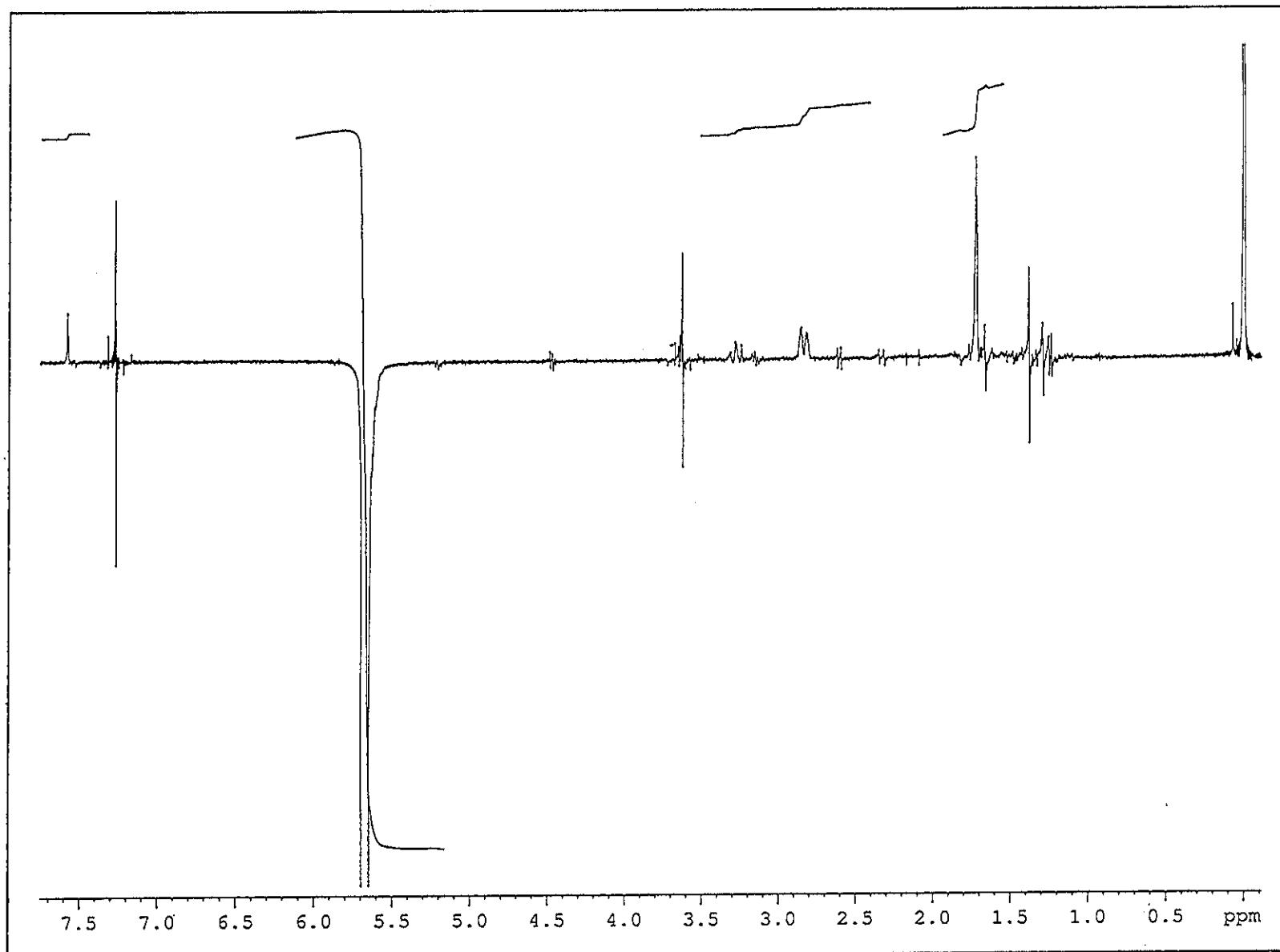
ภาพประกอน 3.4  $^1\text{H}$  NMR (400 MHz) ( $\text{CDCl}_3$ ) สเปกตรัมของ WK1



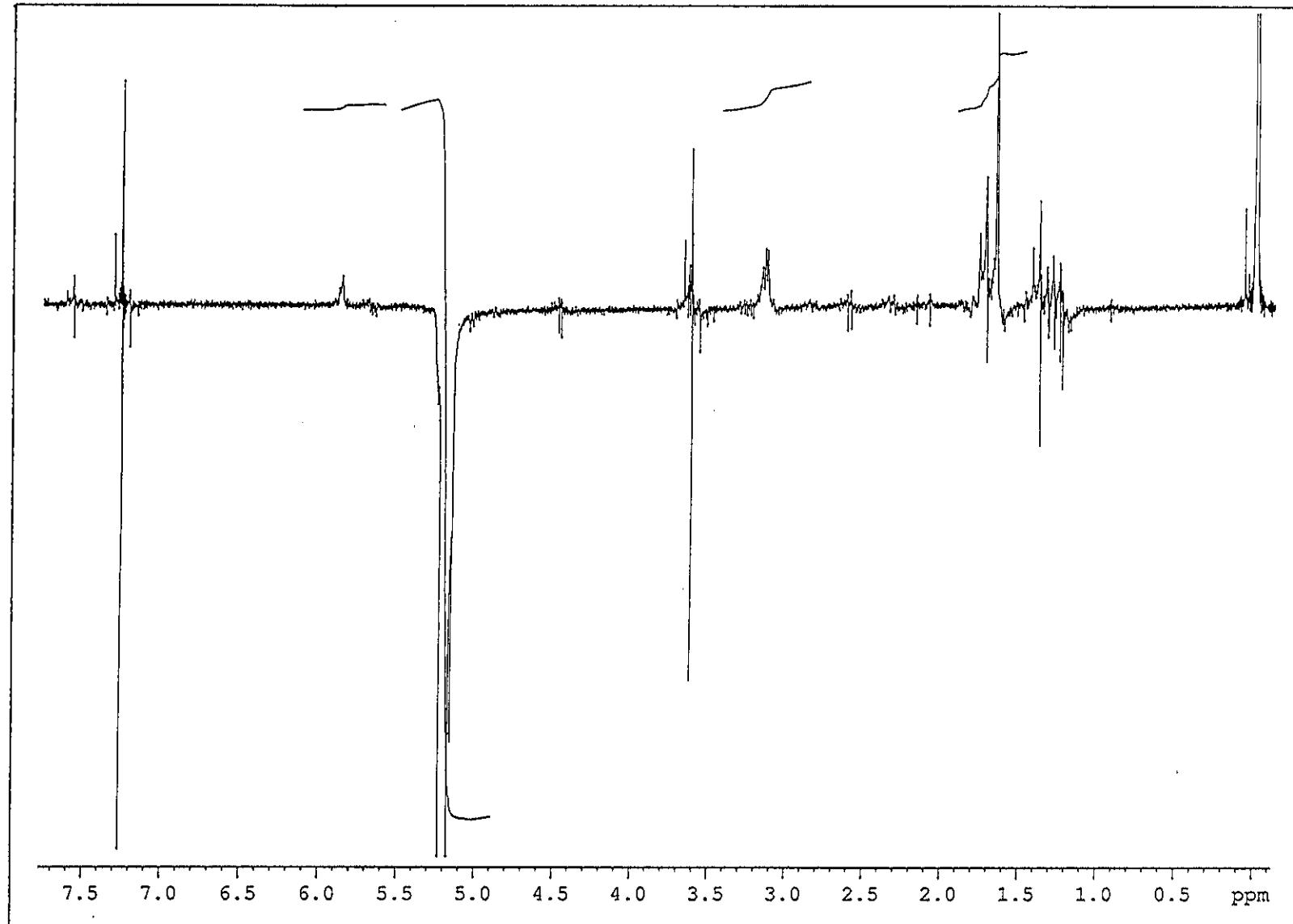
ภาพประกอน 3.5  $^{13}\text{C}$  NMR (100 MHz) ( $\text{CDCl}_3$ ) สำปักครั้งของ WK1



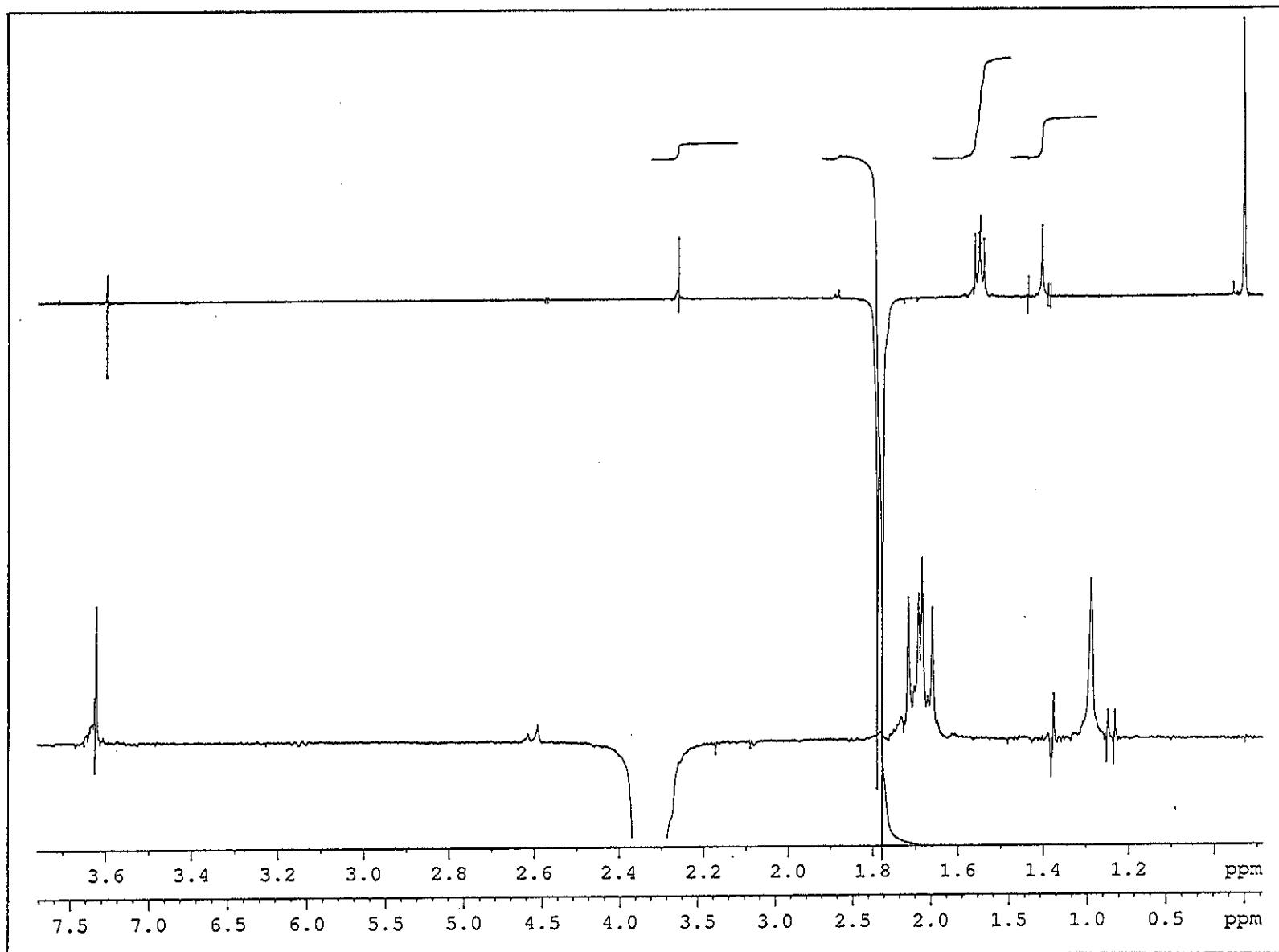
ภาพประกอบ 3.6 DEPT 90° (125 MHz) ( $\text{CDCl}_3$ ) สเปกตรัมของ WK1



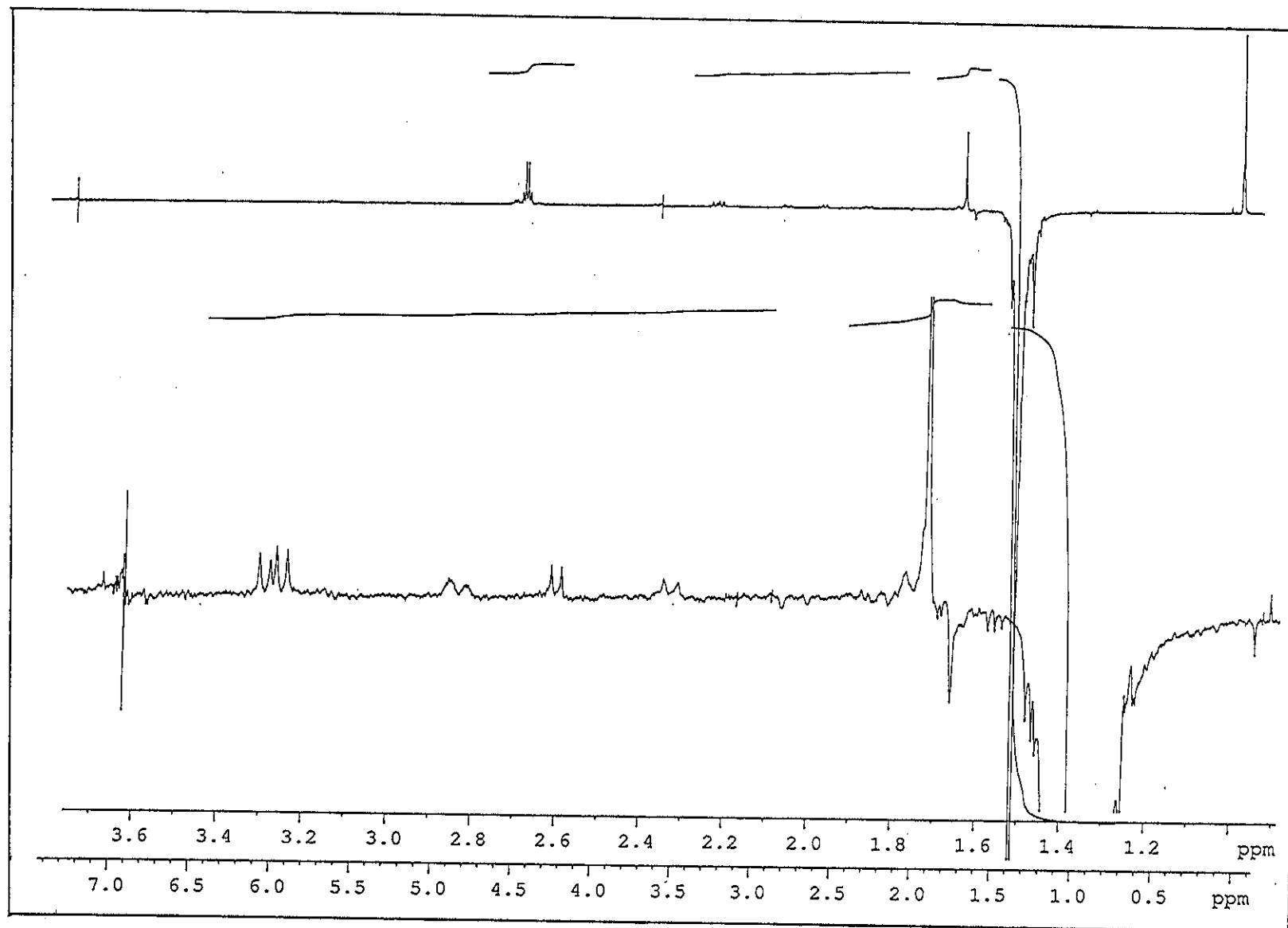
ภาพประกอน 3.7 1D NOE สเปกตรัมของ WK1 ด้วยรังสีท่อประตอน  $\delta$  5.67 ppm



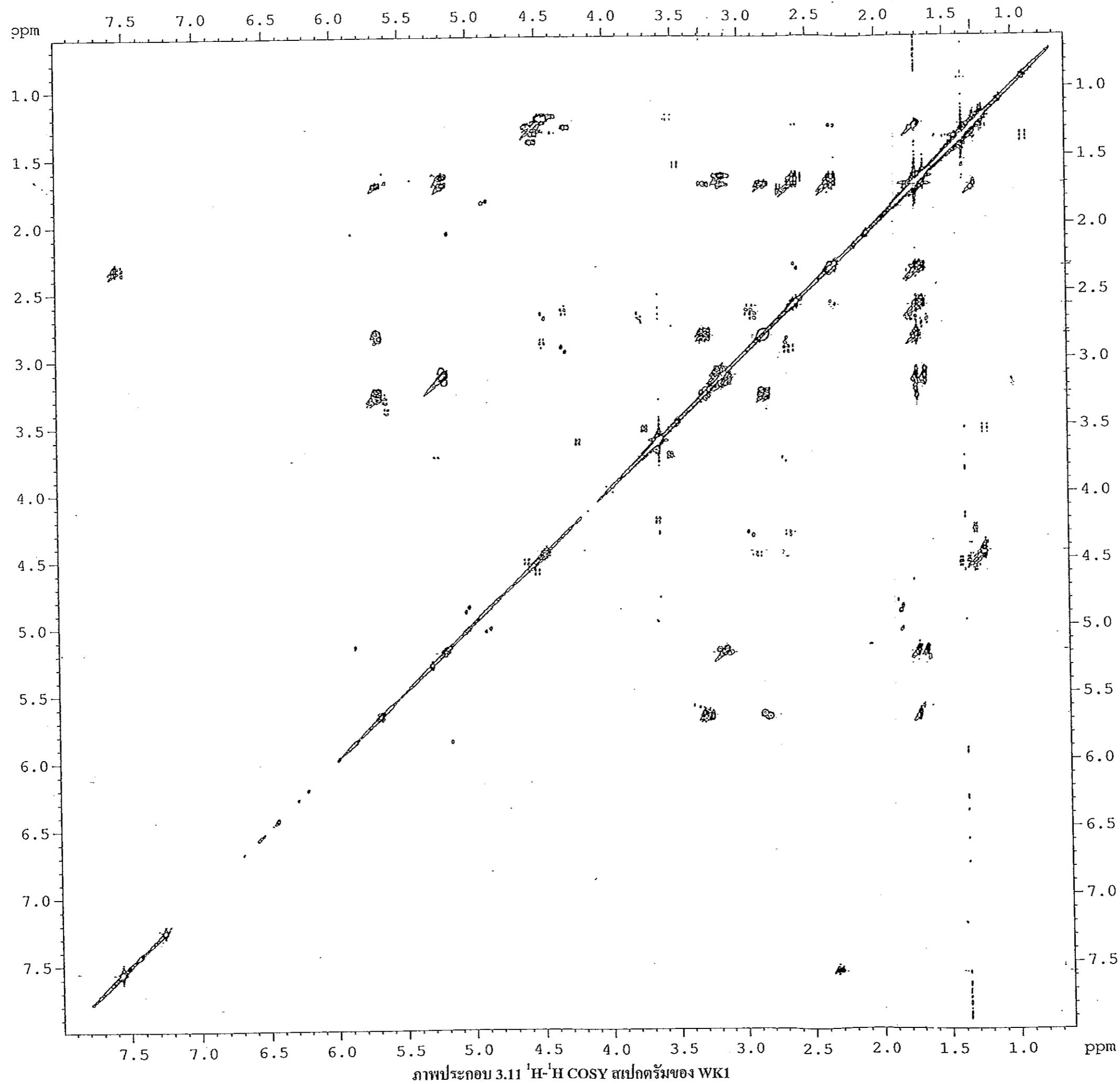
ภาพประกอน 3.8 1D NOE สเปกตรัมของ WK1 จายรังสีที่ปีกต่อน ง 5.20 ppm

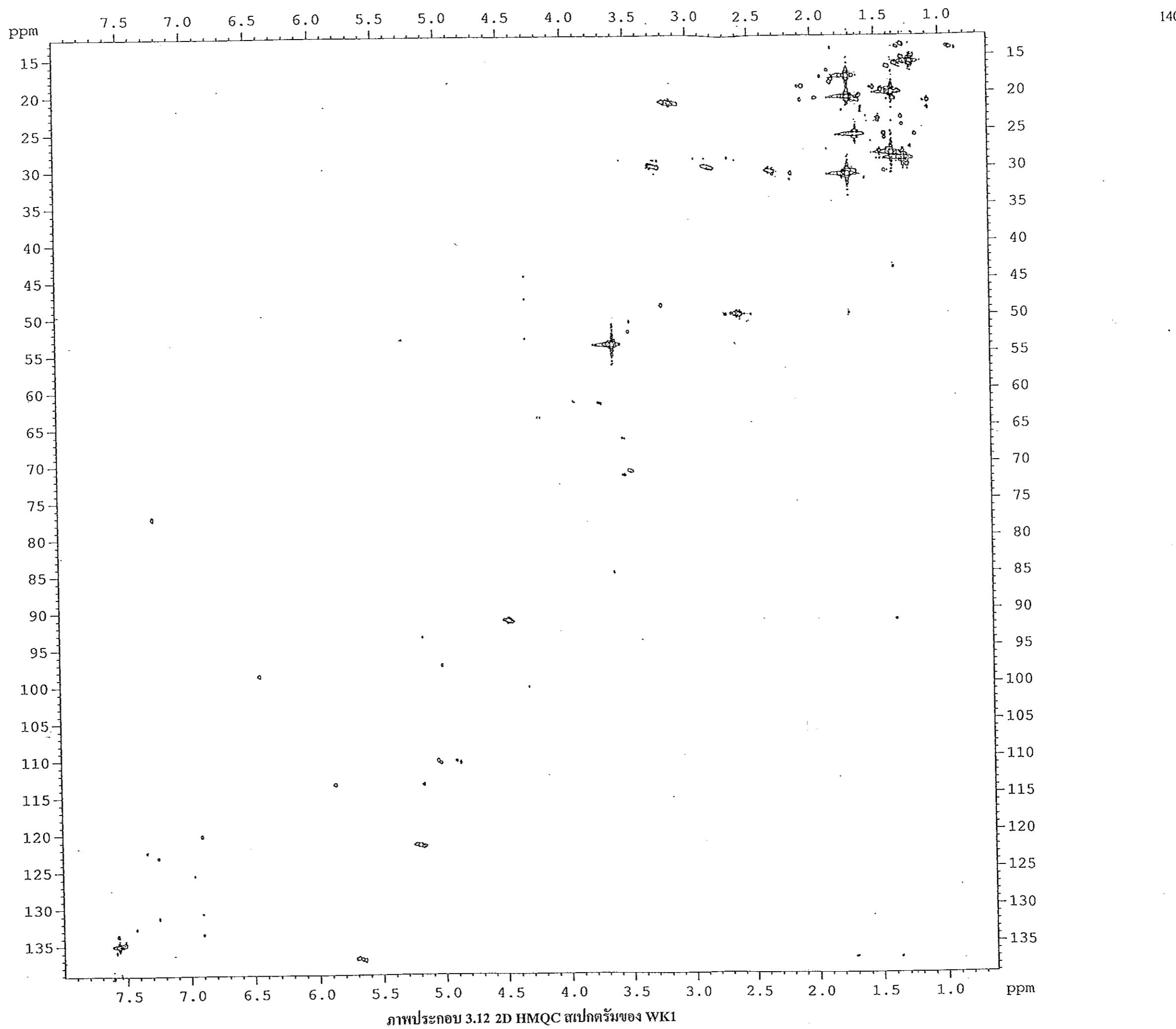


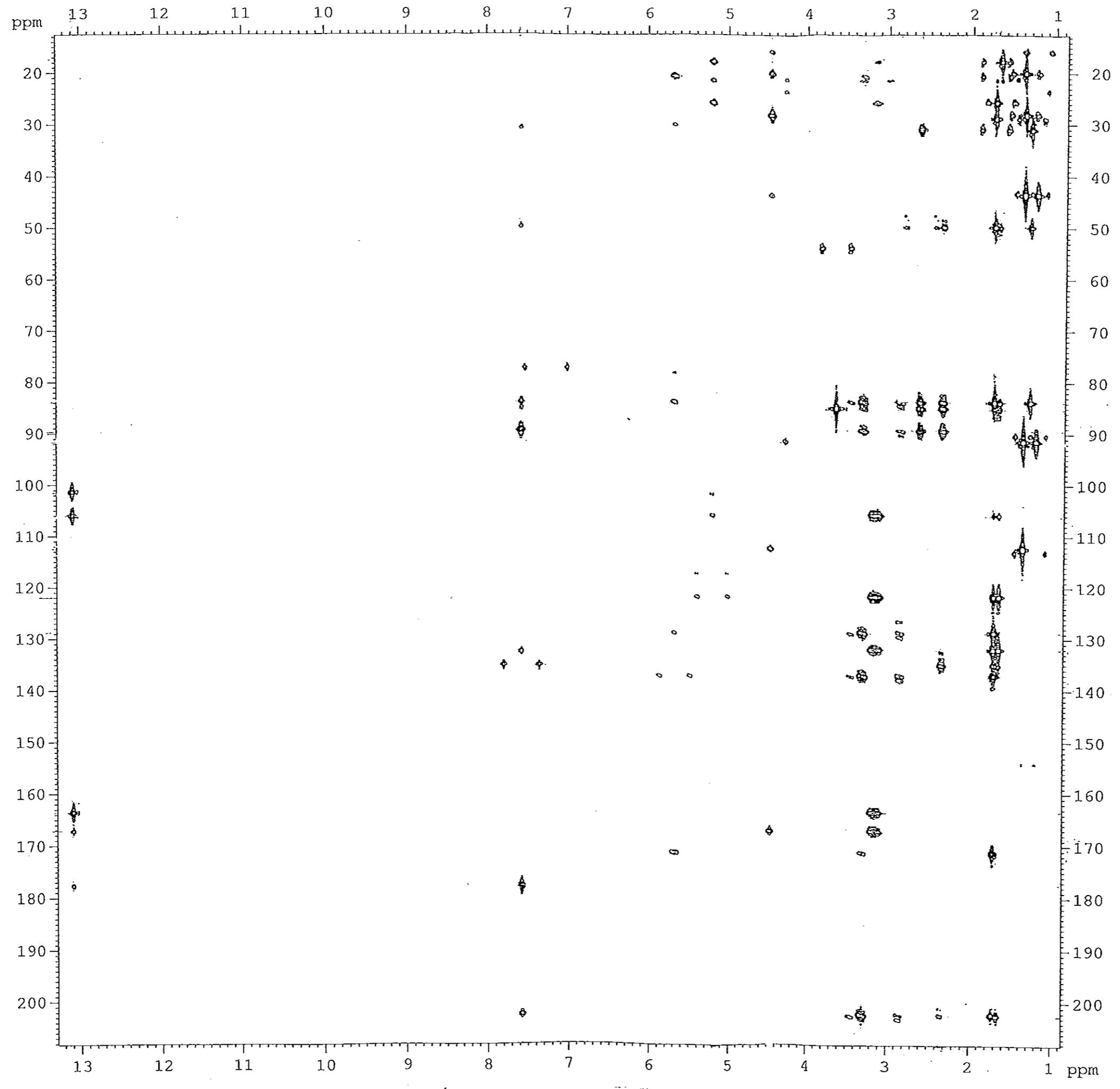
ภาพประกอบ 3.9 1D NOE สเปกตรัมของ WK1 ด้วยรังสีที่ปอร์ตัน  $\delta$  2.33 ppm



ภาพประกอน 3.10 1D NOE สเปกตรัมของ WK1 ขยายรังสีที่ไปรดอน  $\delta$  1.37 ppm

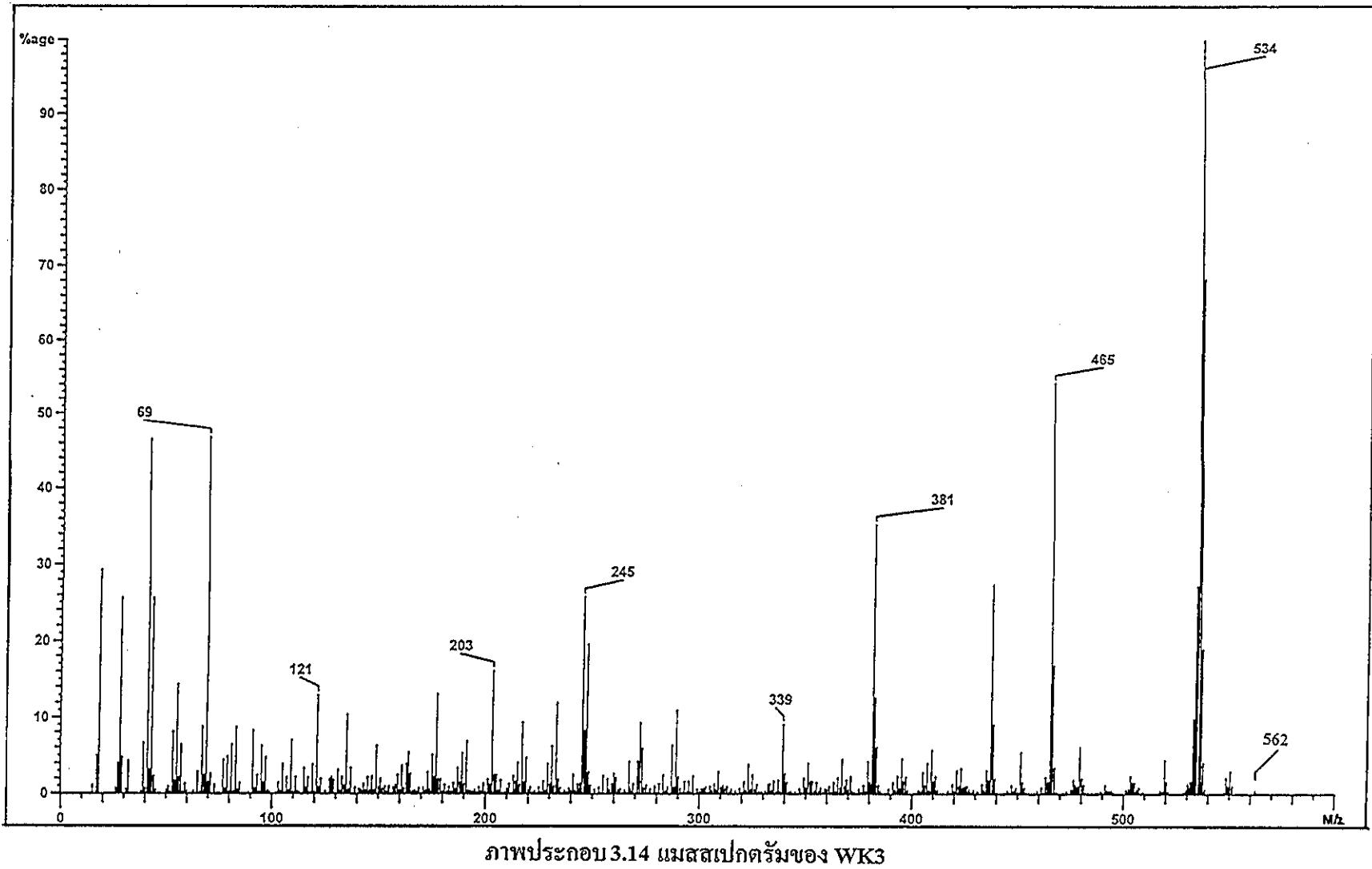




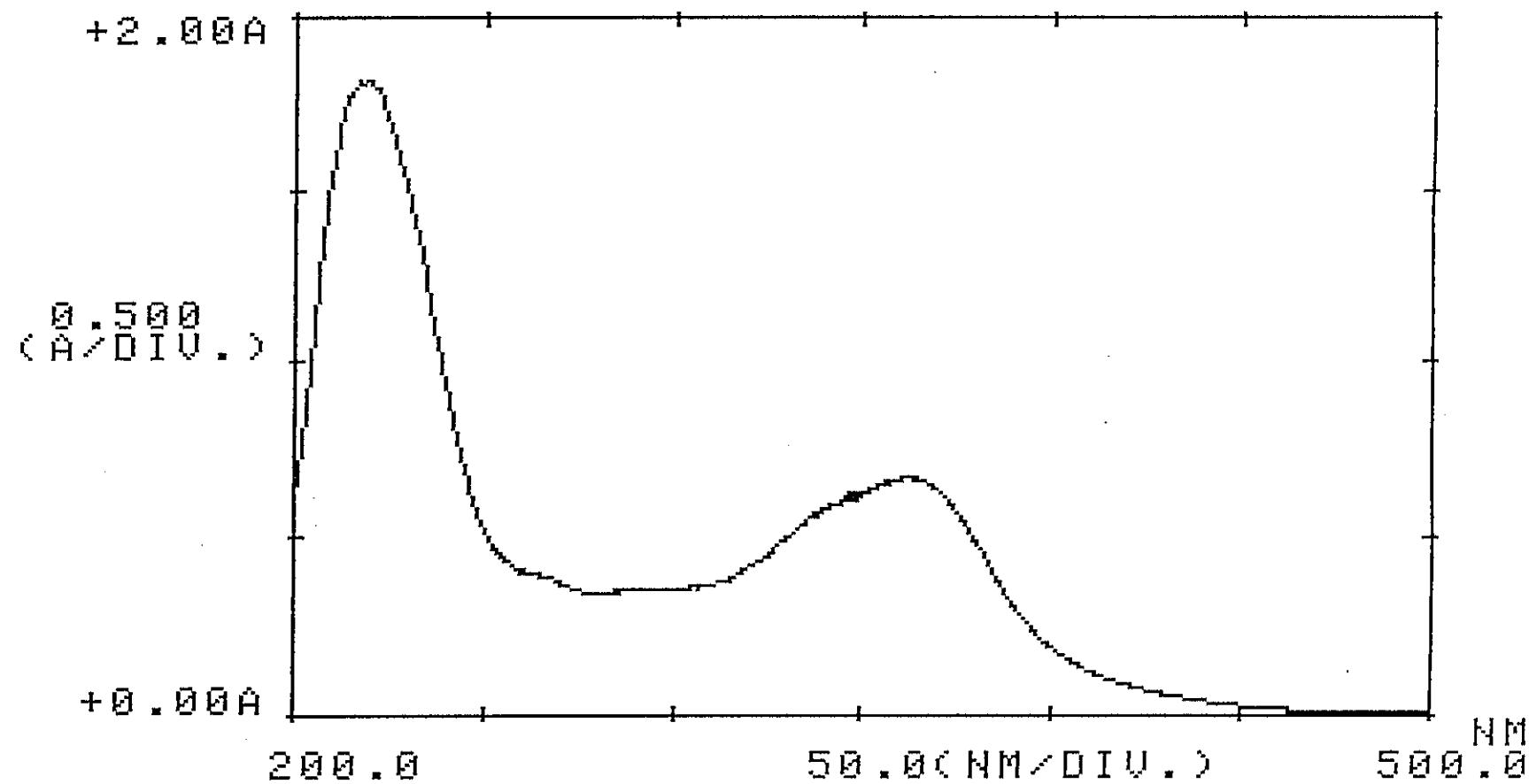


ภาพประกอน 3.13 2D HMBC สารคุณค่า WK1

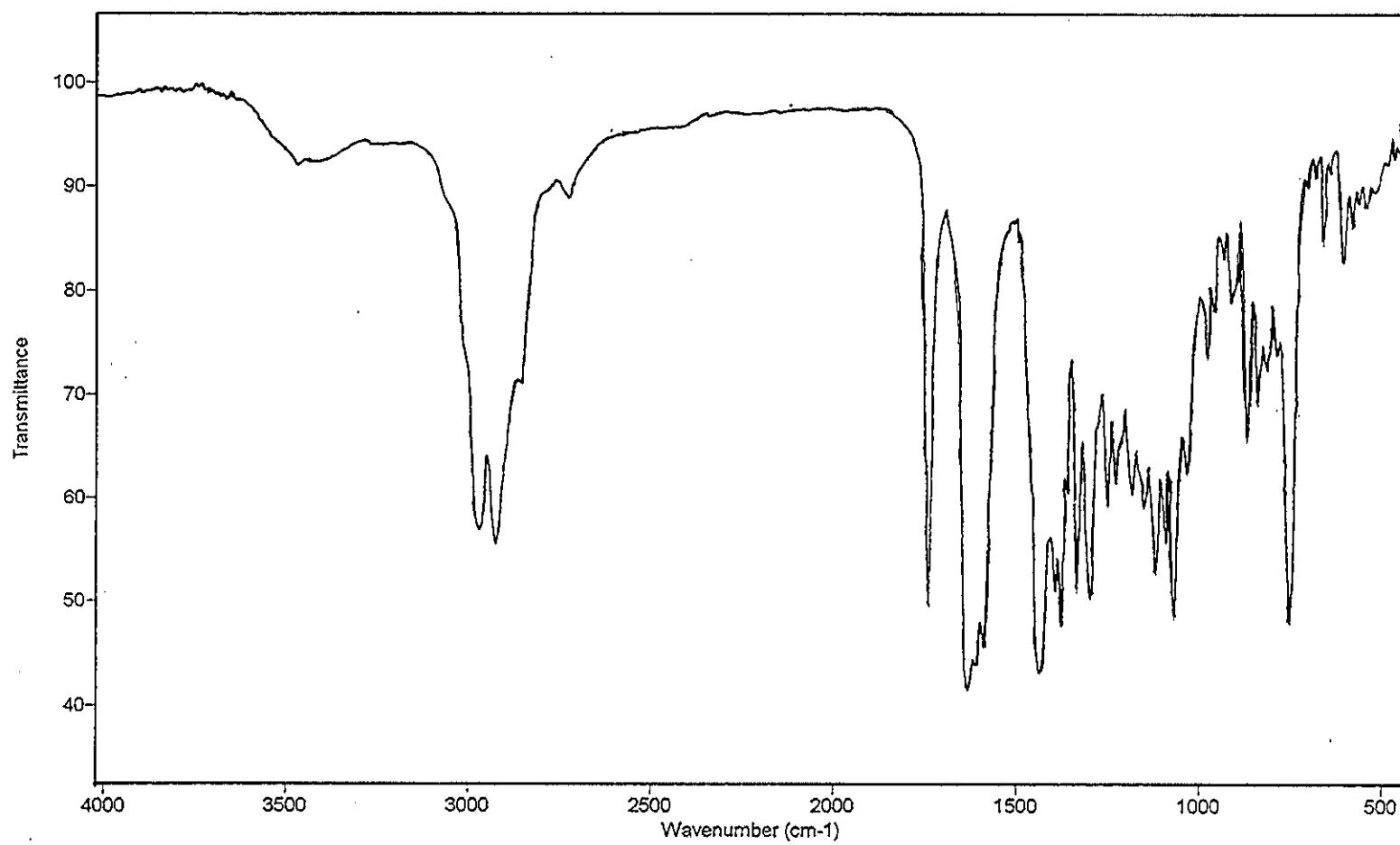
141



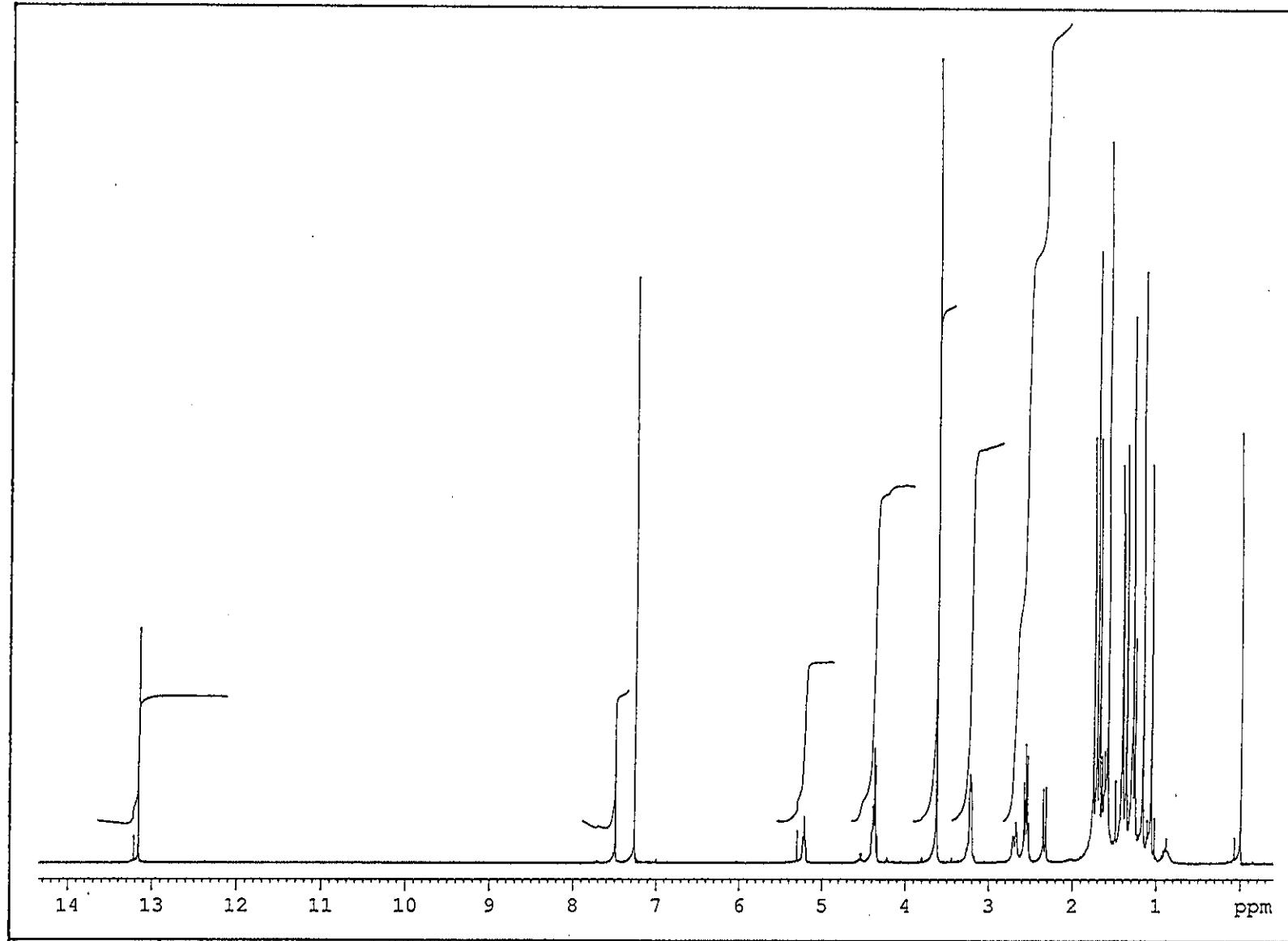
ภาพประกอน 3.14 แมสสเปกตรัมของ WK3



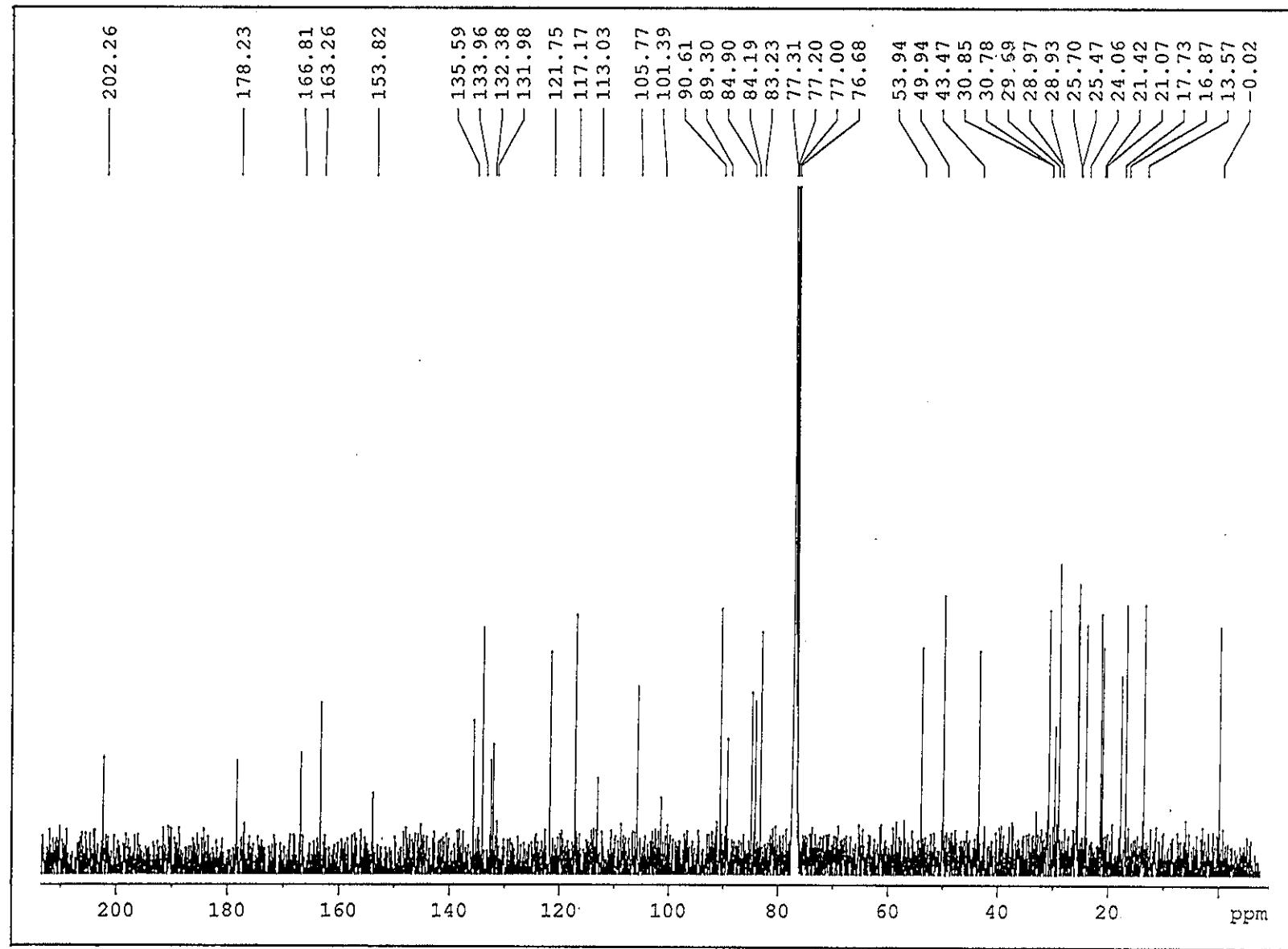
ภาพประกอบ 3.15 UV (MeOH) สเปกตรัมของ WK3



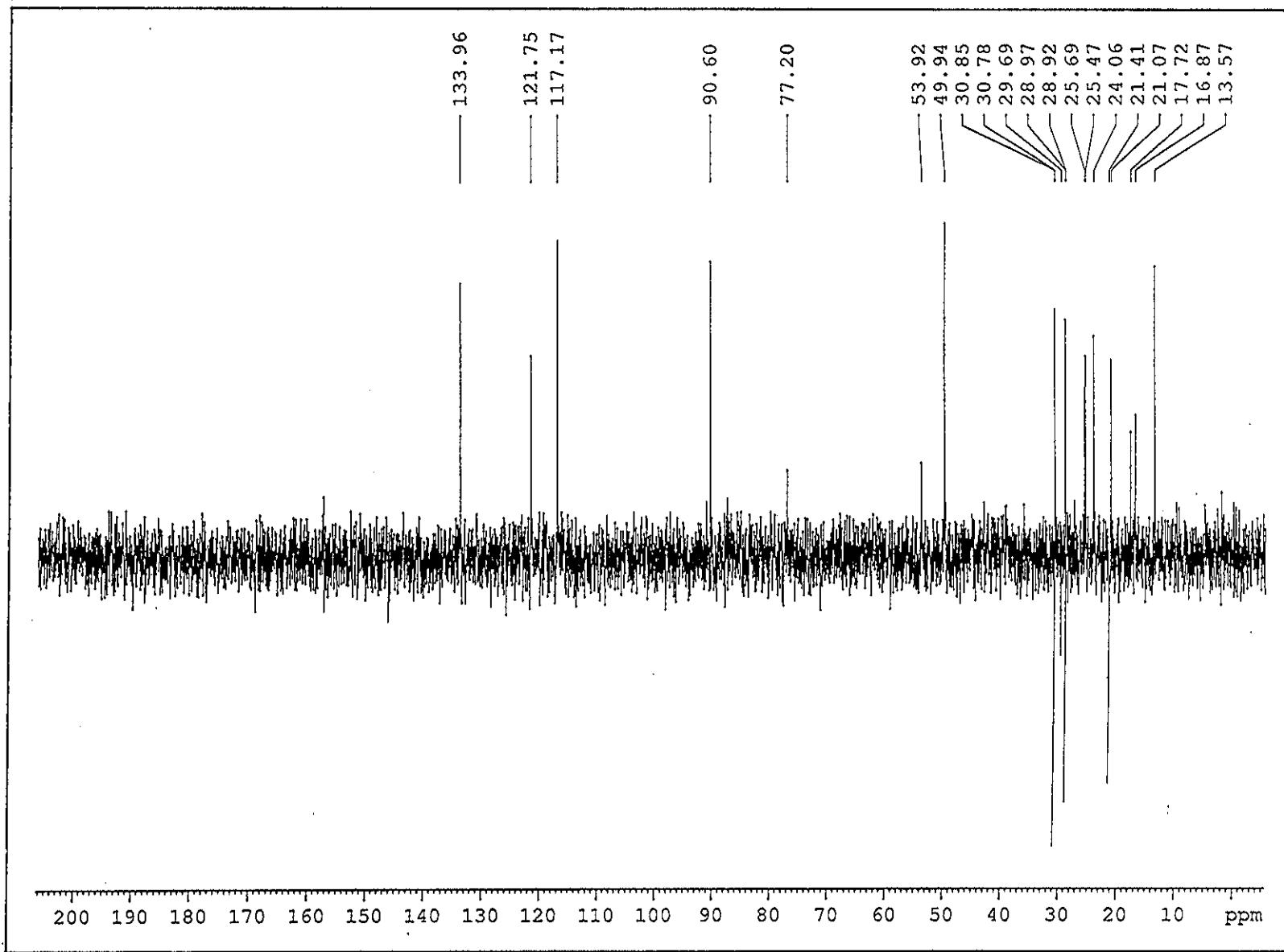
ภาพประกอน 3.16 IR (KBr) สารกตรัมของ WK3



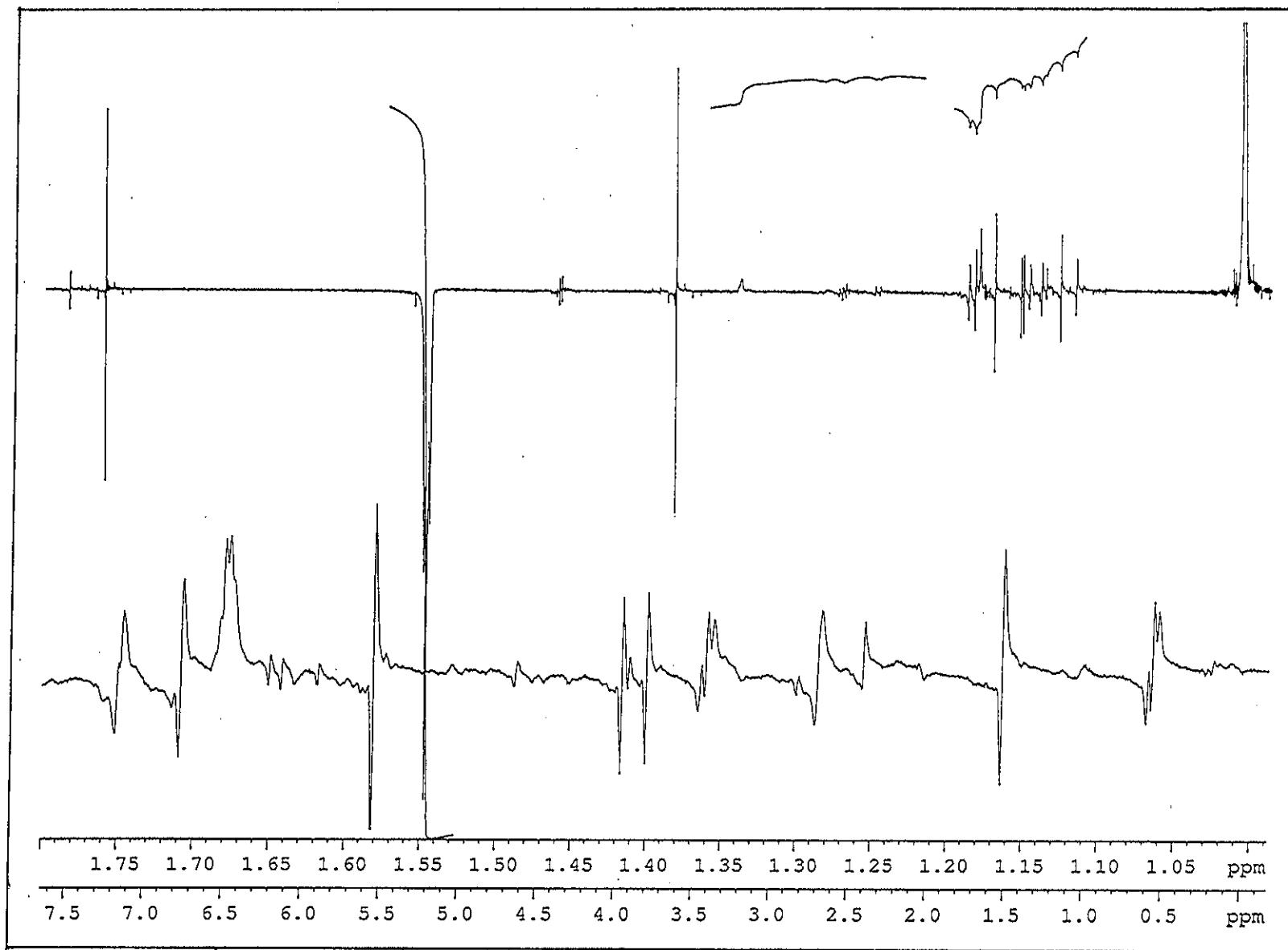
ภาพประกอน  $3.17^1\text{H}$  NMR (400 MHz) ( $\text{CDCl}_3$ ) สเปกตรัมของ WK3



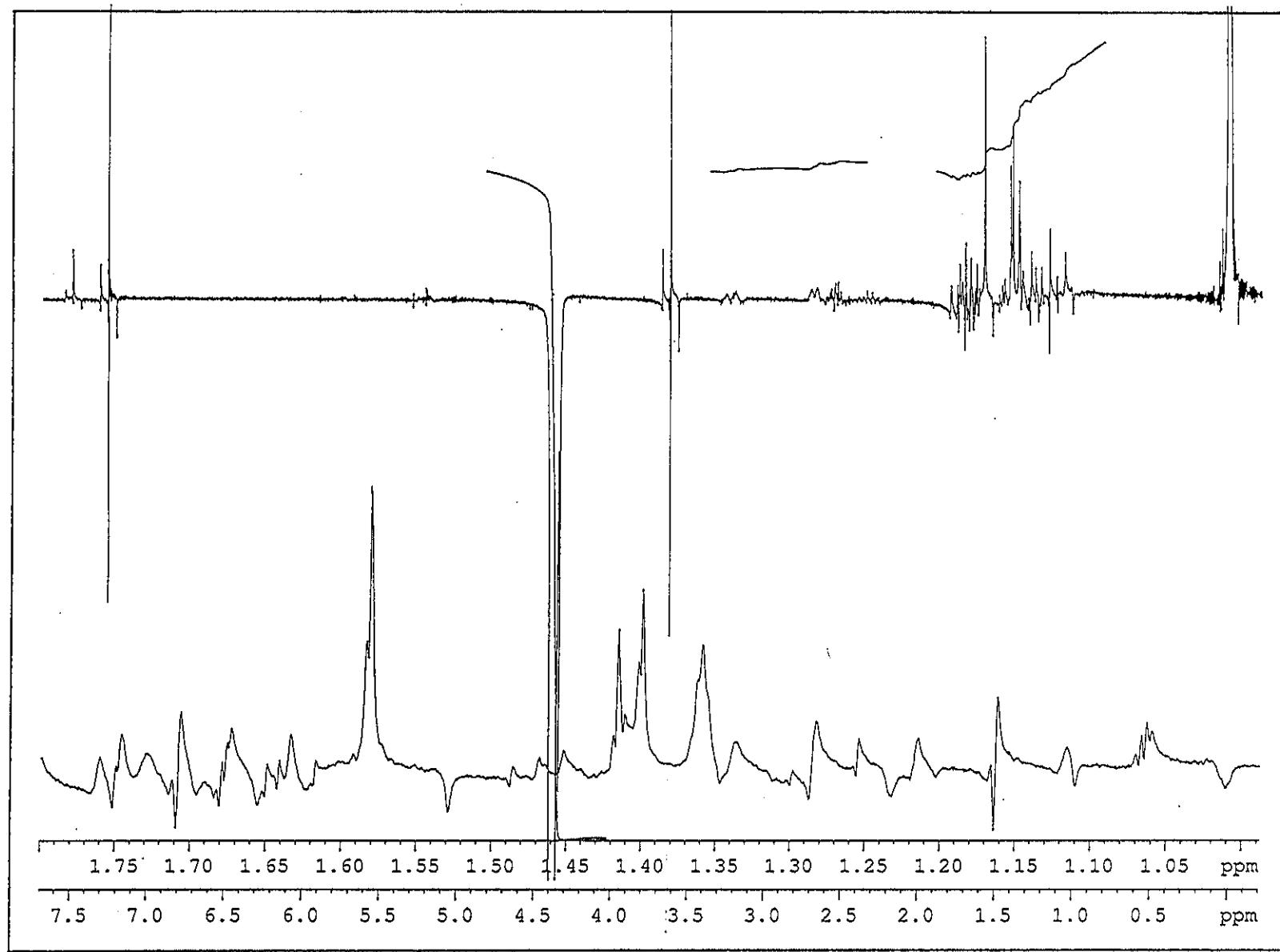
ภาพประกอน  $^{13}\text{C}$  NMR (100 MHz) ( $\text{CDCl}_3$ ) спектรัมของ WK3



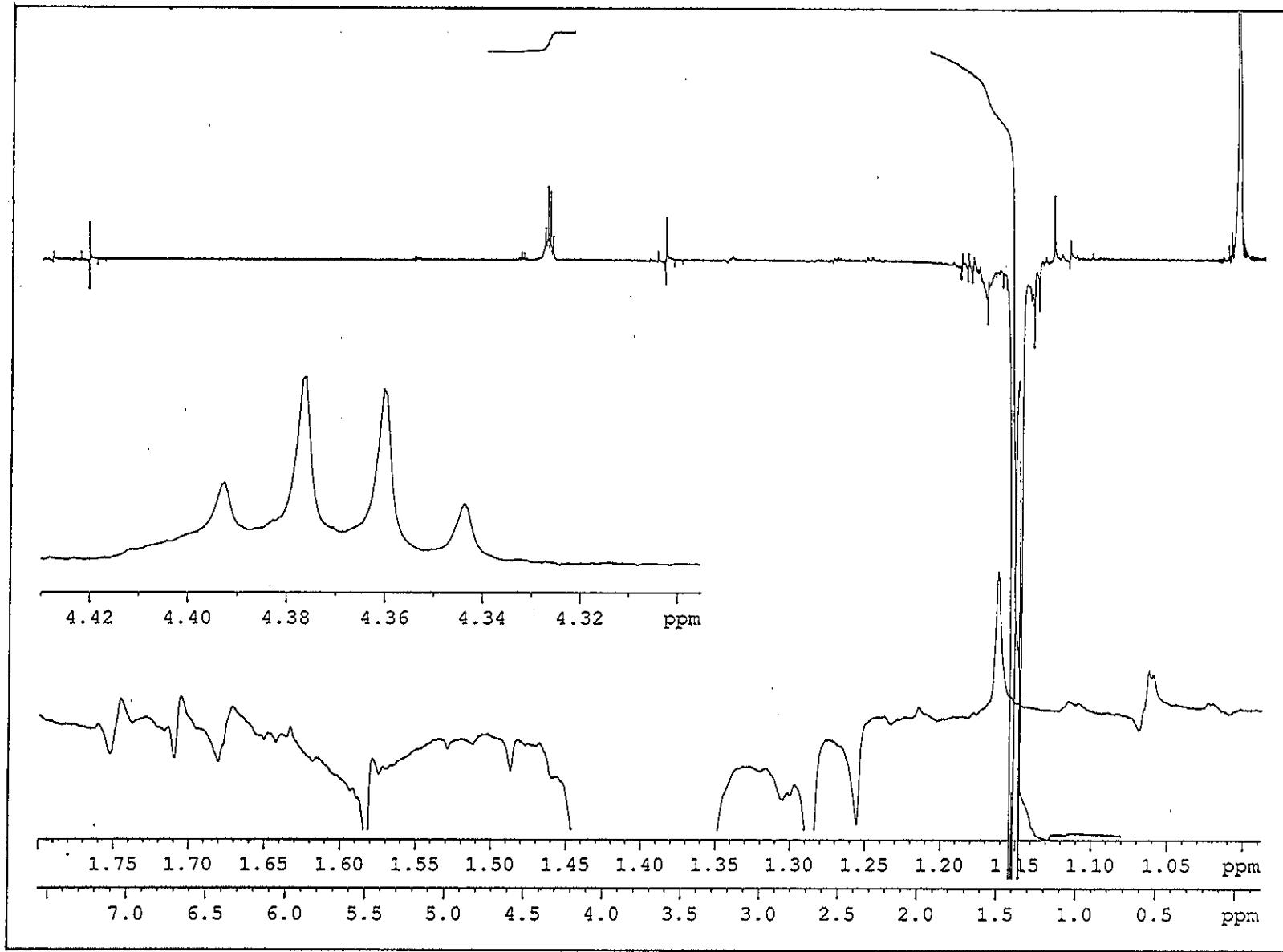
ภาพประกอน 3.19 DEPT 135° (100 MHz) ( $\text{CDCl}_3$ ) สเปกตรัมของ WK3



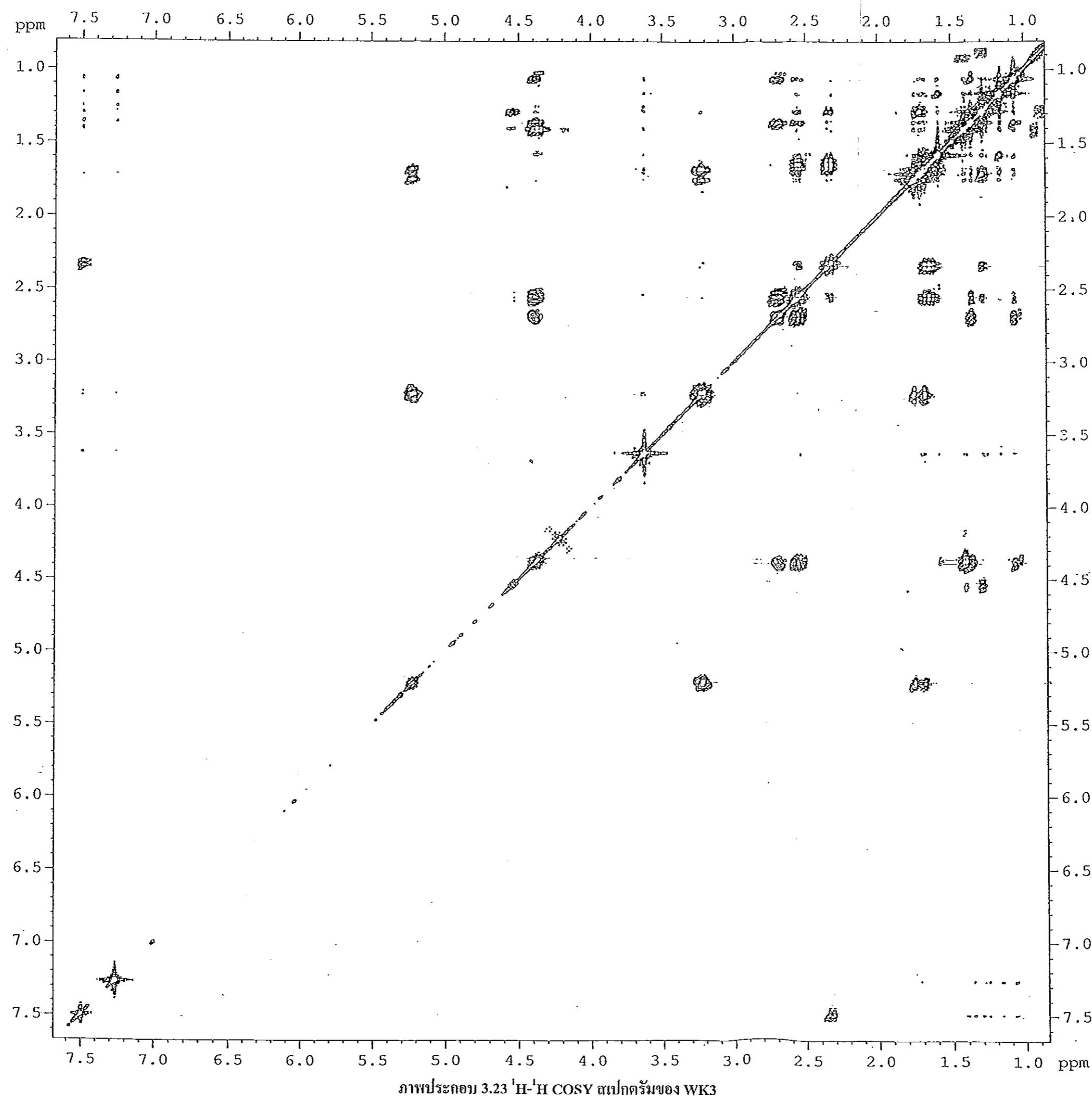
ภาพประกอบ 3.20 1D NOE สเปกตรัมของ WK3 ฉายรังสีที่โปรตอน  $\delta$  5.22 ppm

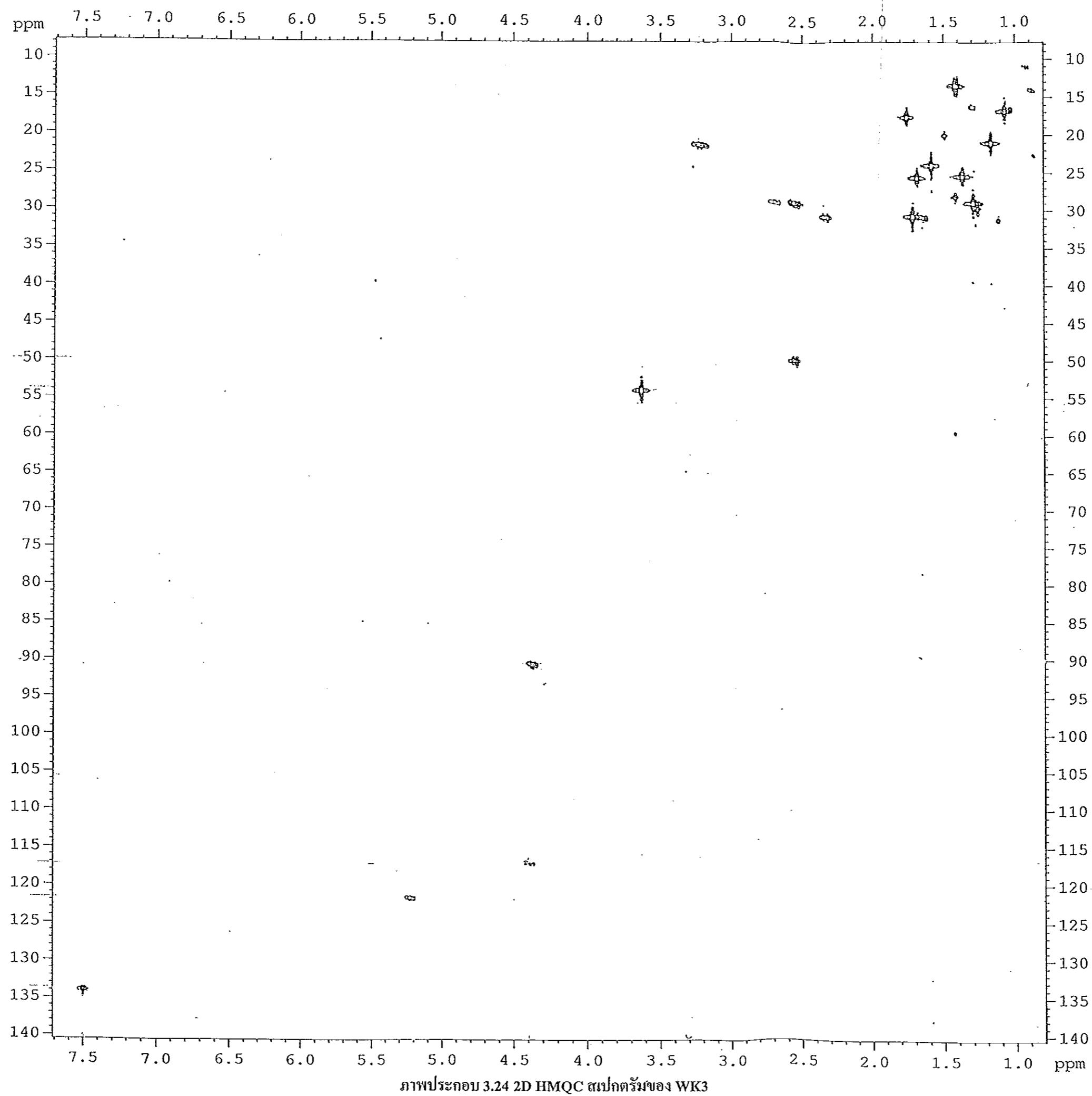


ภาพประกอน 3.21 1D NOE สเปกตรัมของ WK3 ฉายรังสีที่โปรตอน  $\delta$  4.37 ppm

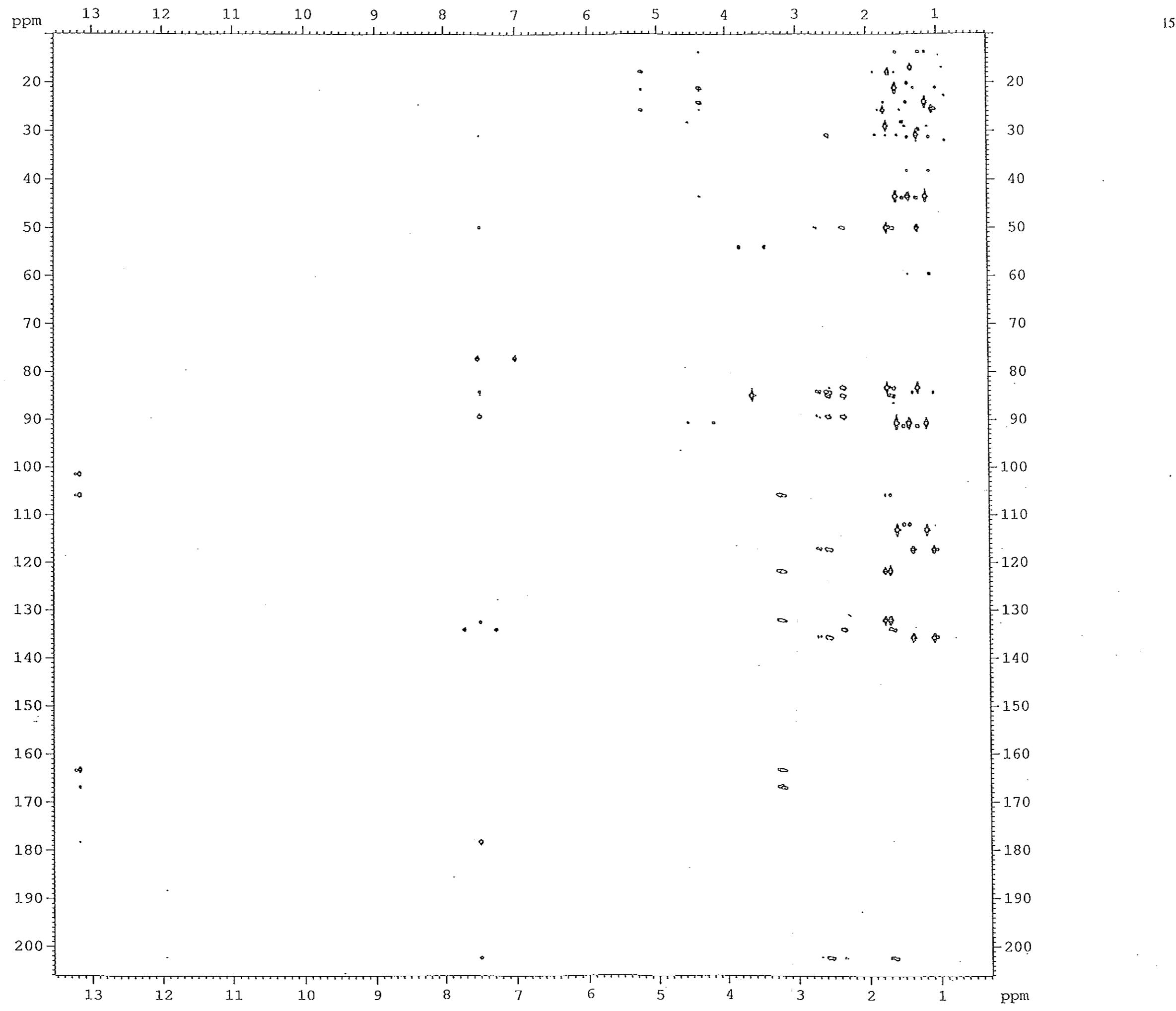


ภาพประกอน 3.22 1D NOE สเปกตรัมของ WK3 จายรังสีที่ป์รตตอน  $\delta$  1.41 ppm

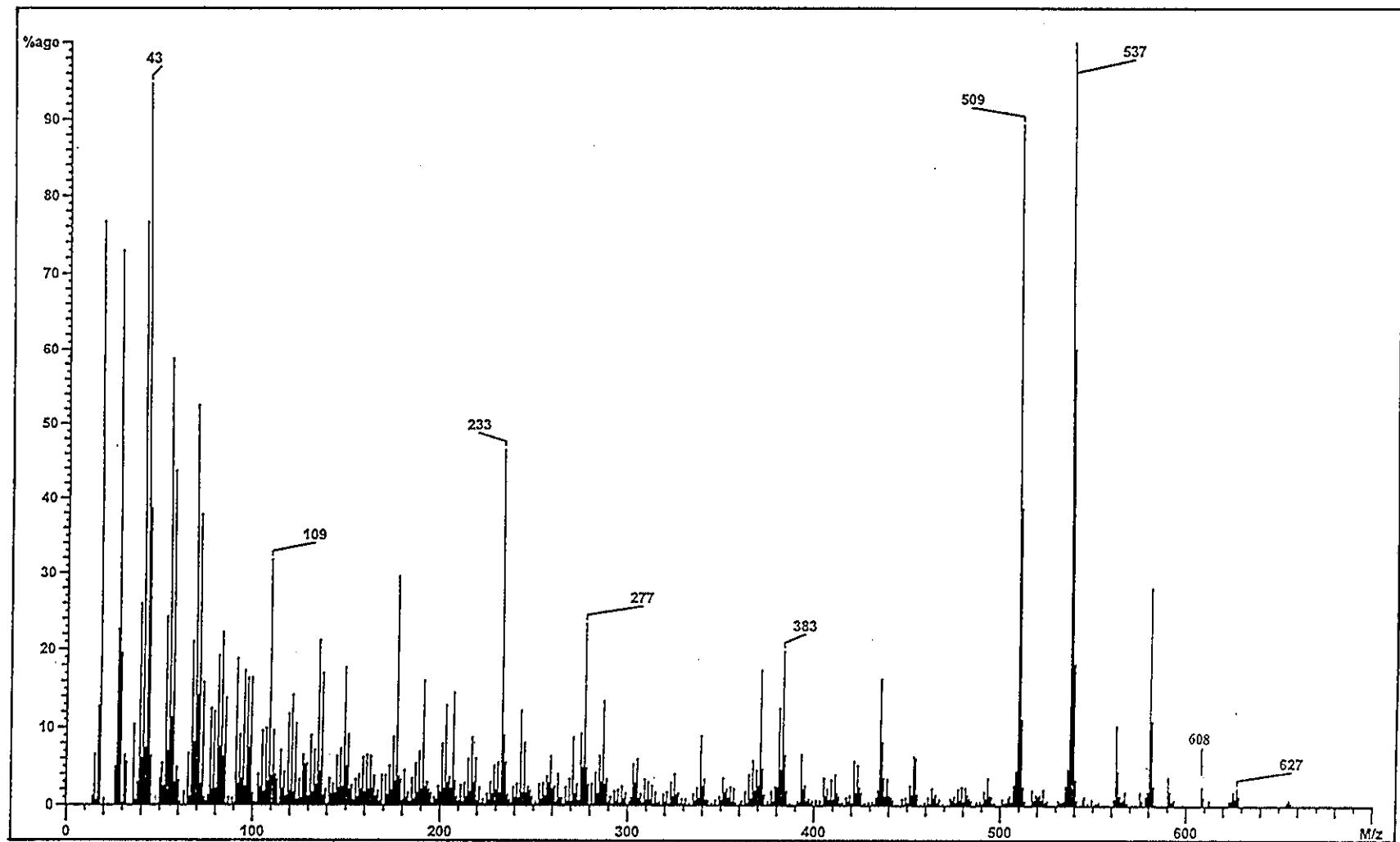
ภาพประกอน  $3.23 \text{ } ^1\text{H}$ - $^1\text{H}$  COSY แบบตัวรัมของ WK3



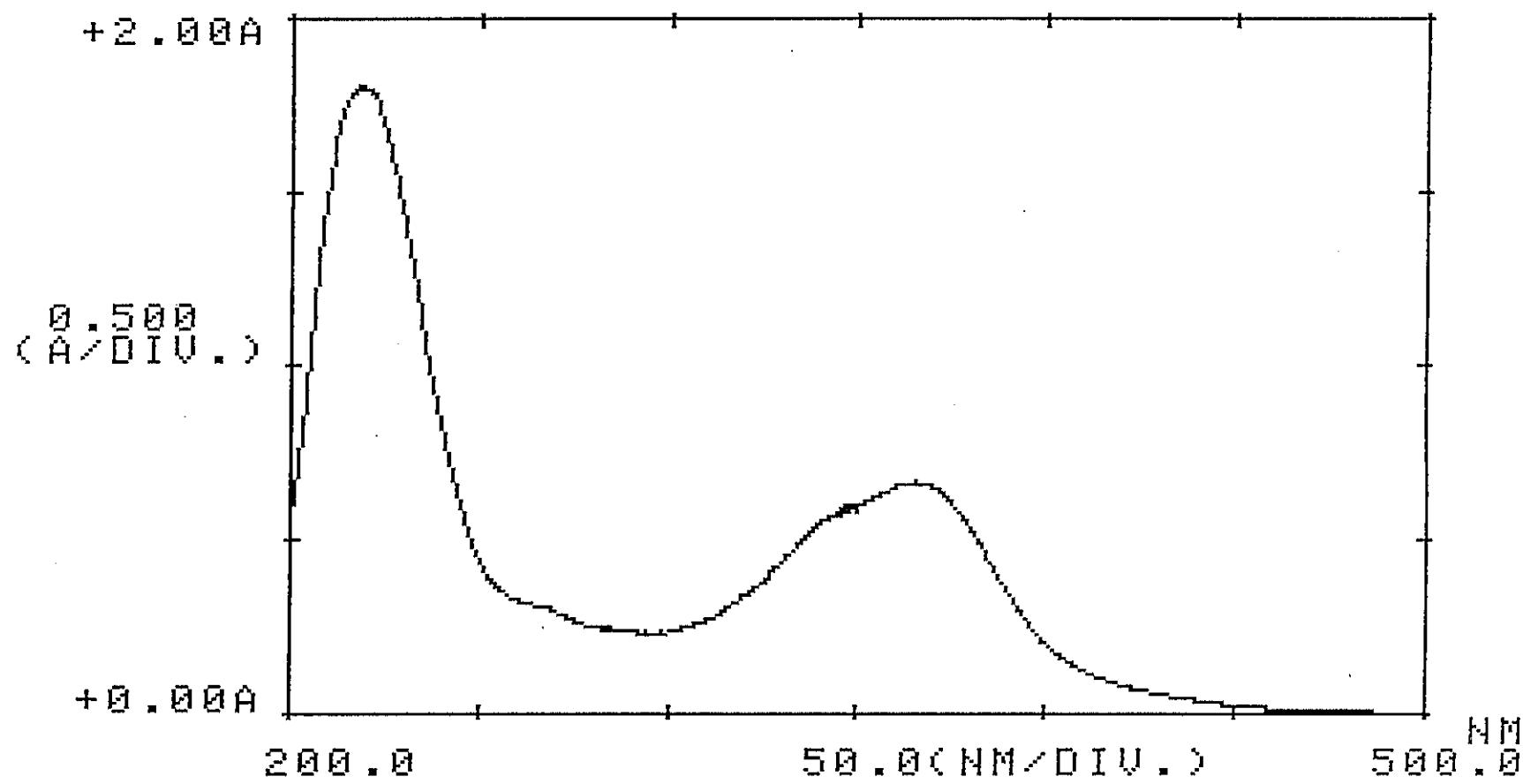
ภาพประกอน 3.24 2D HMQC สมบัติรัมของ WK3



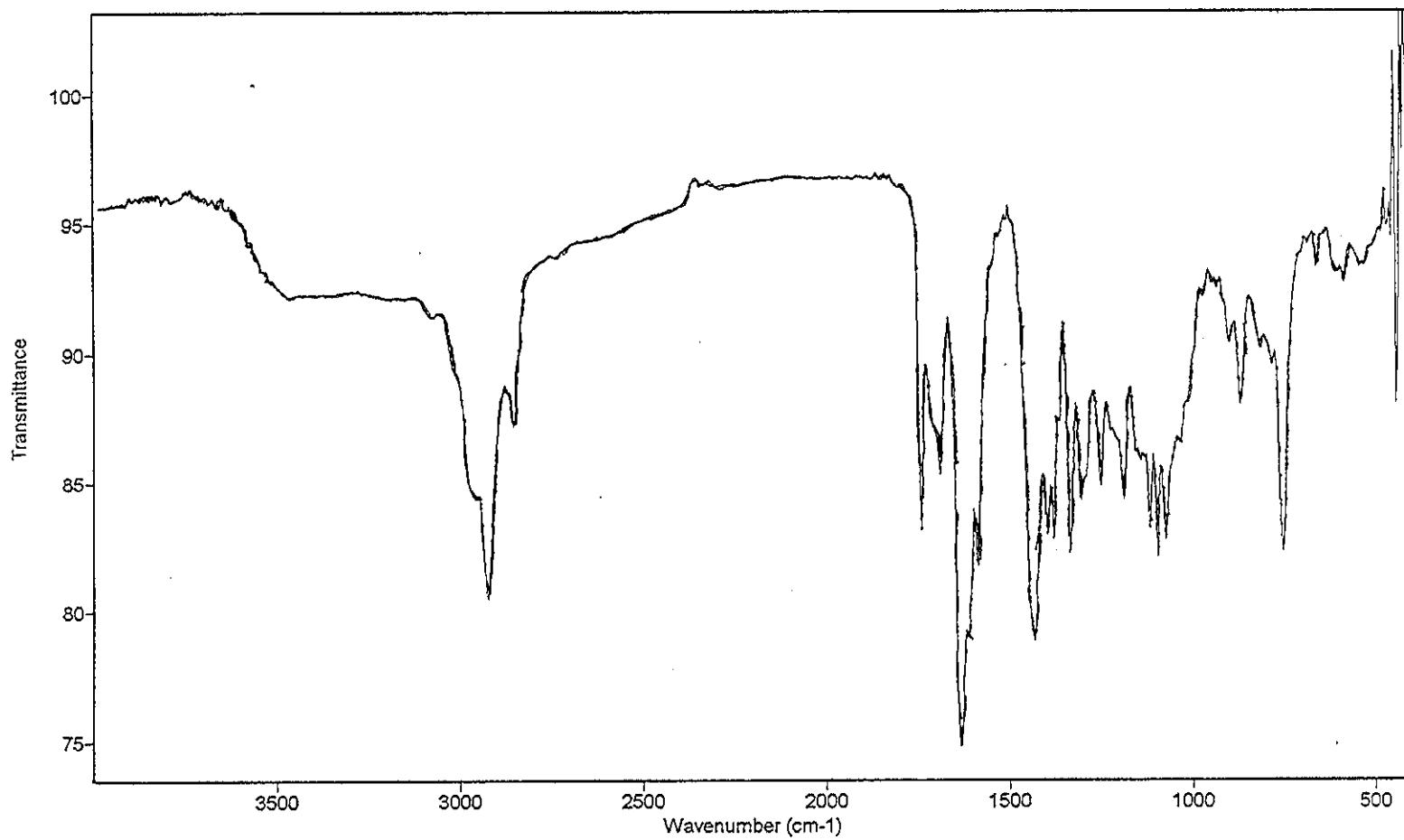
ภาพประกอน 3.25 2D HMBC สำนักวิจัย WK3



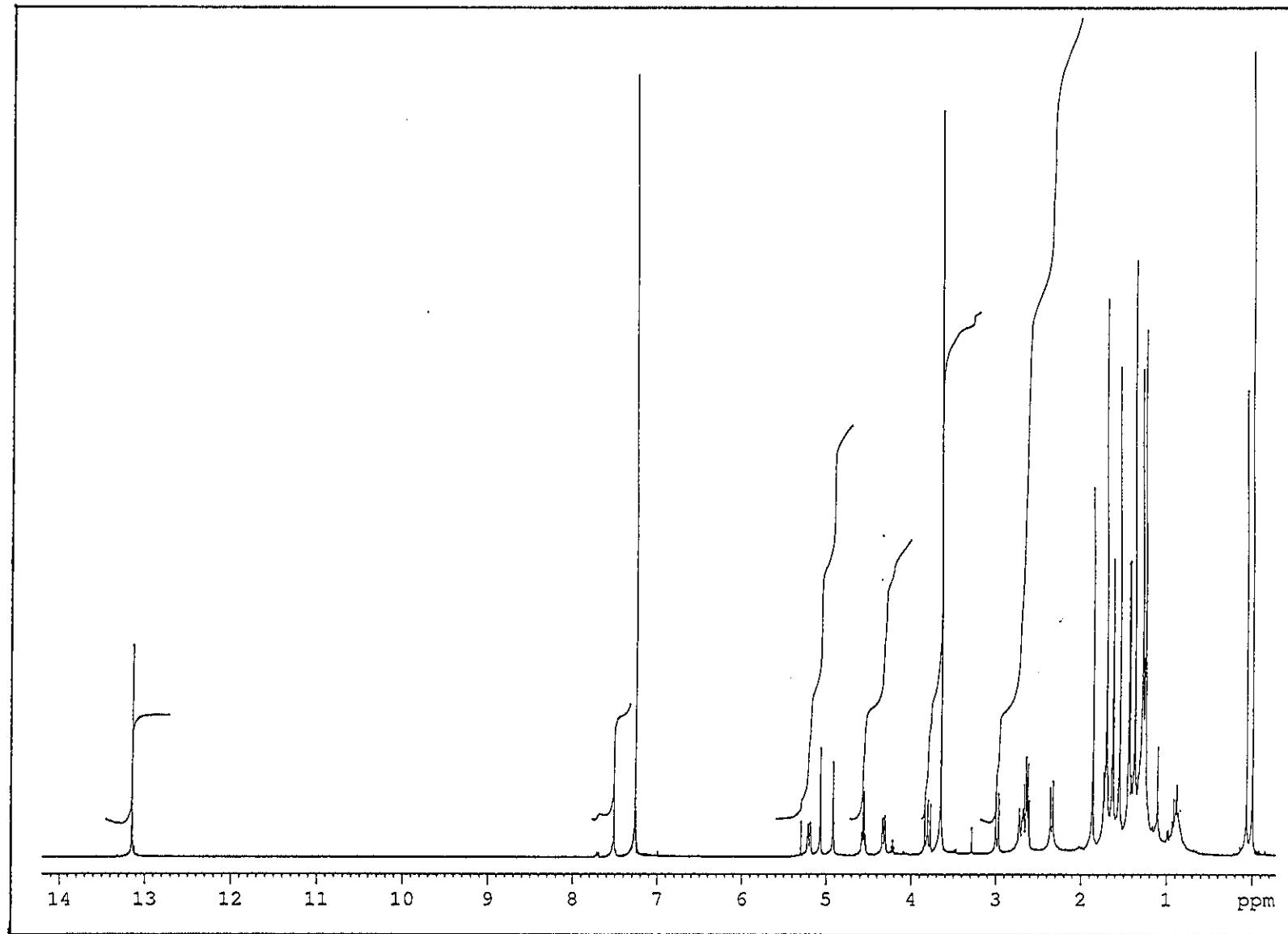
ภาพประกอบ 3.26 แมสสเปกตรัมของ WK5



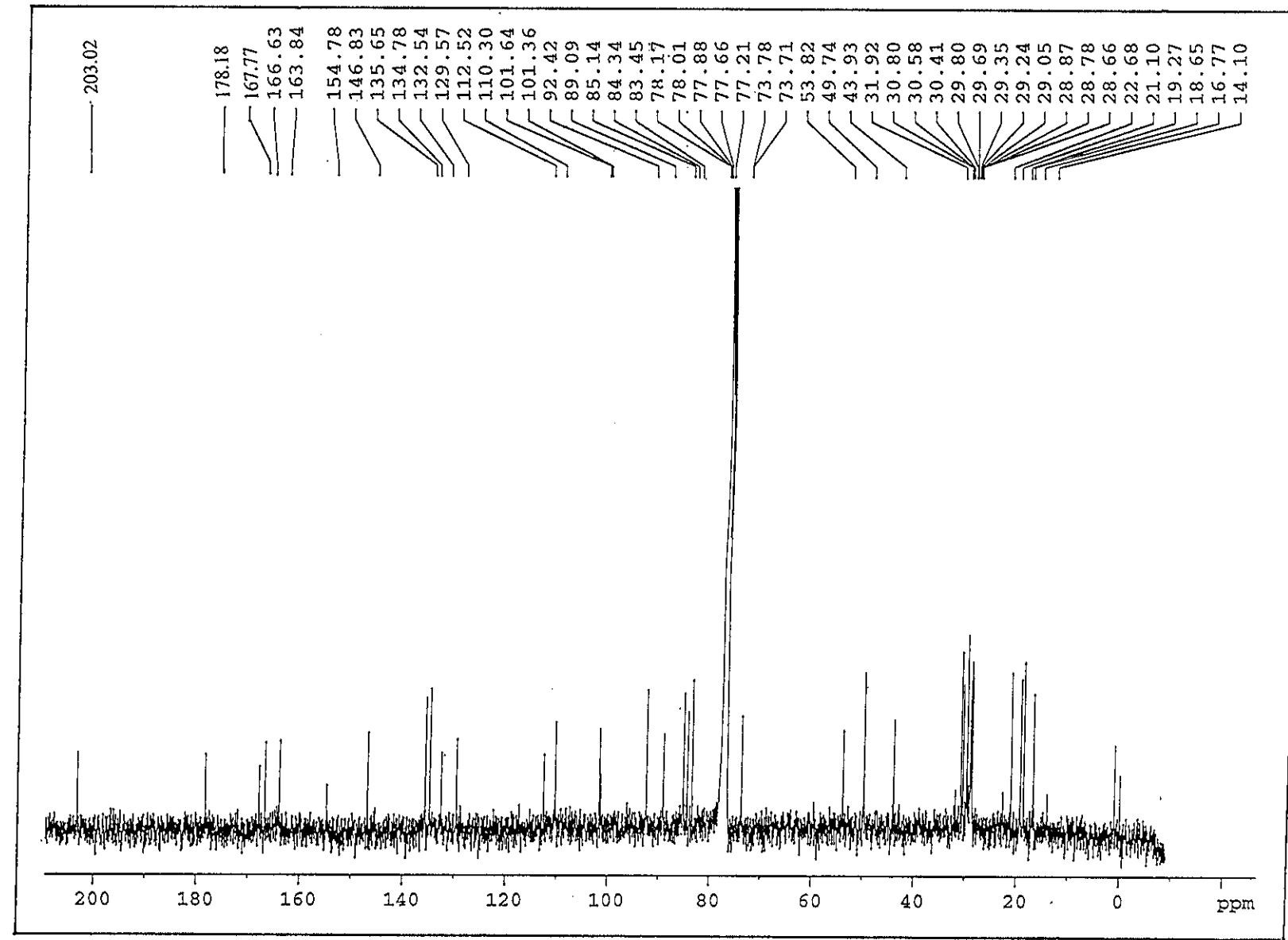
ภาพประกอน 3.27 UV (MeOH) สเปกตรัมของ WK5



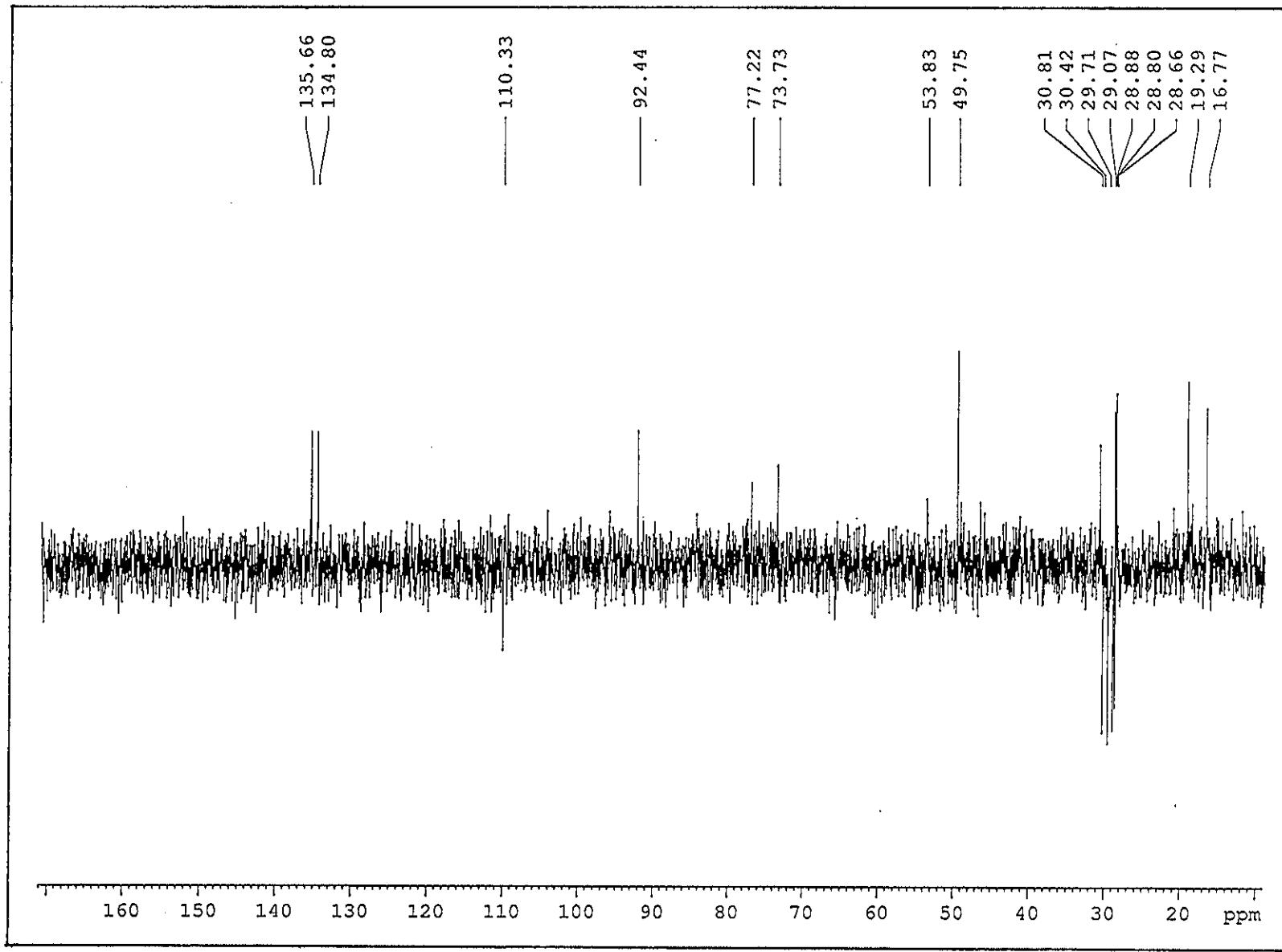
ภาพประกอบ 3.28 IR (neat) สเปกตรัมของ WK5



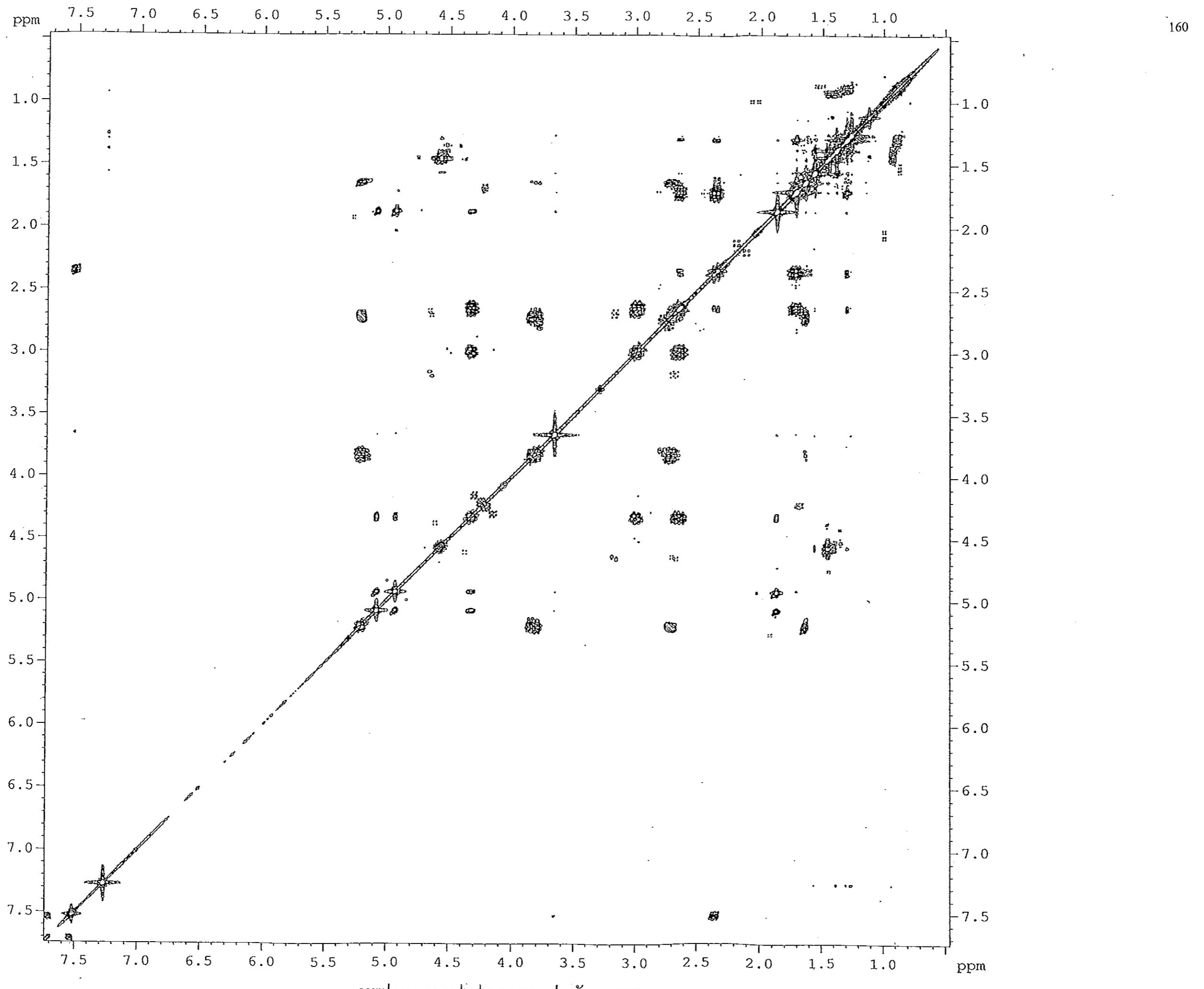
ภาพประกอน 3.29  $^1\text{H}$  NMR (400 MHz) ( $\text{CDCl}_3$ ) สเปกตรัมของ WK5

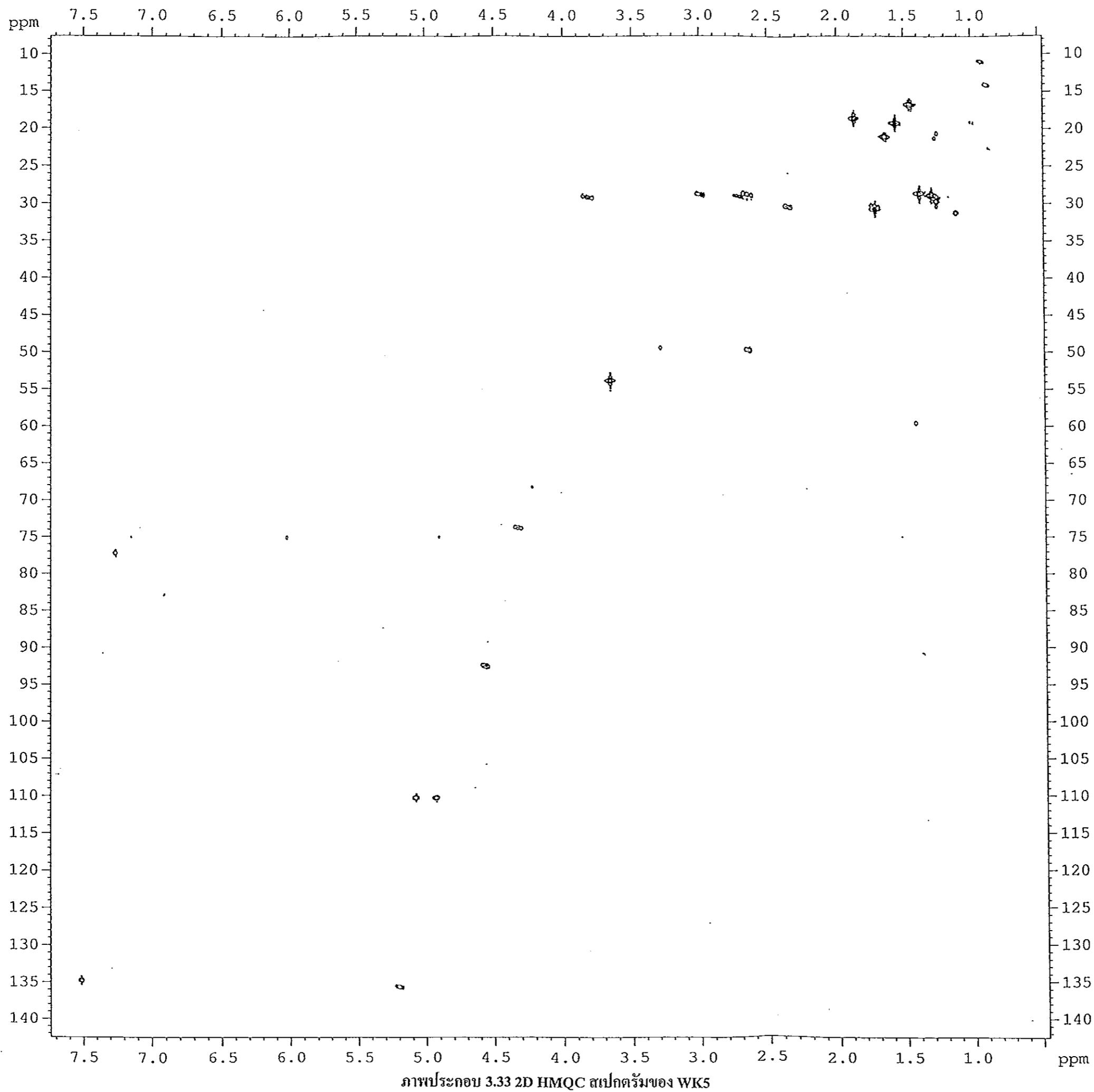


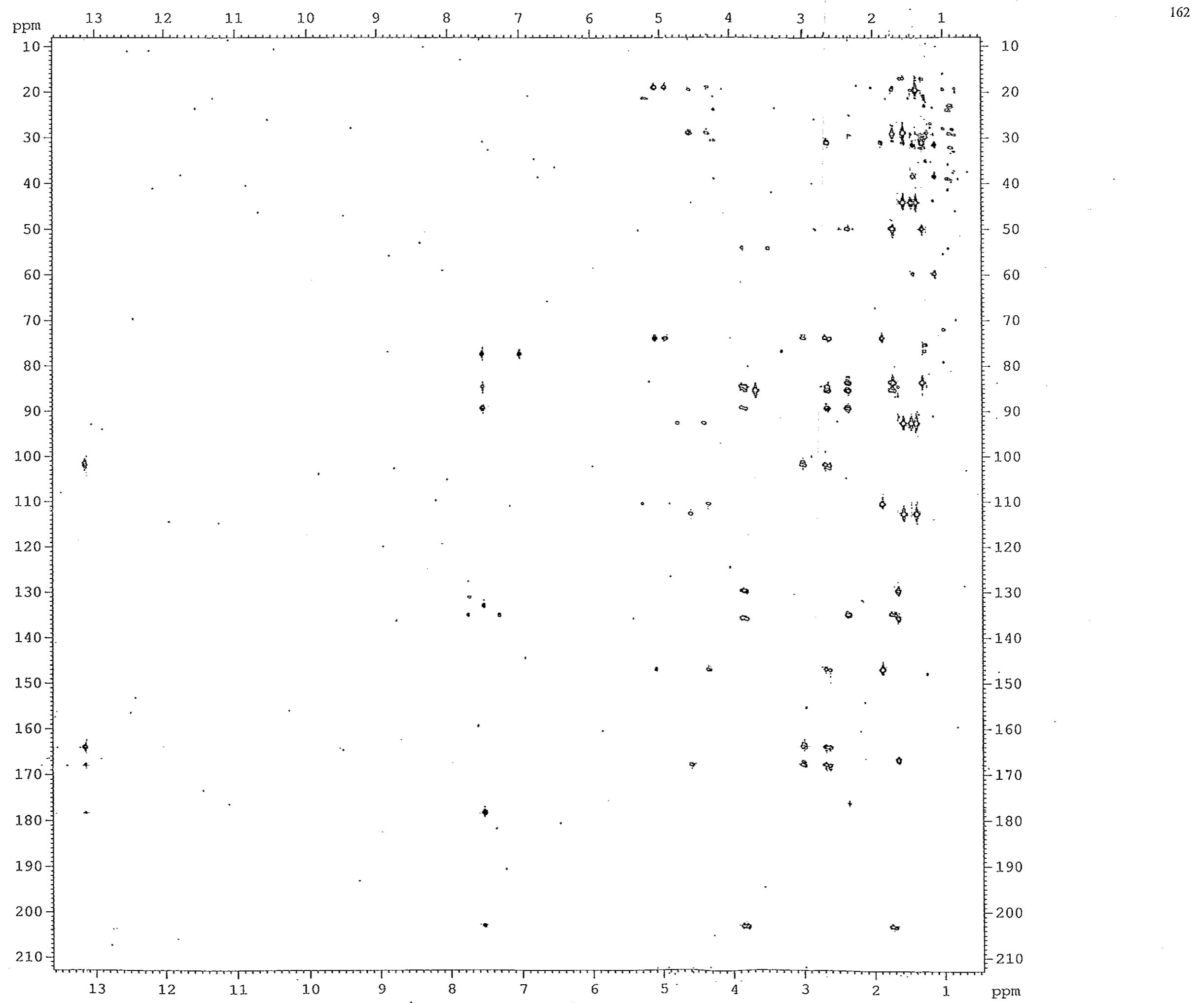
ภาพประกอน  $^{13}\text{C}$  NMR (100 MHz) ( $\text{CDCl}_3$ ) สเปกตรัมของ WK5



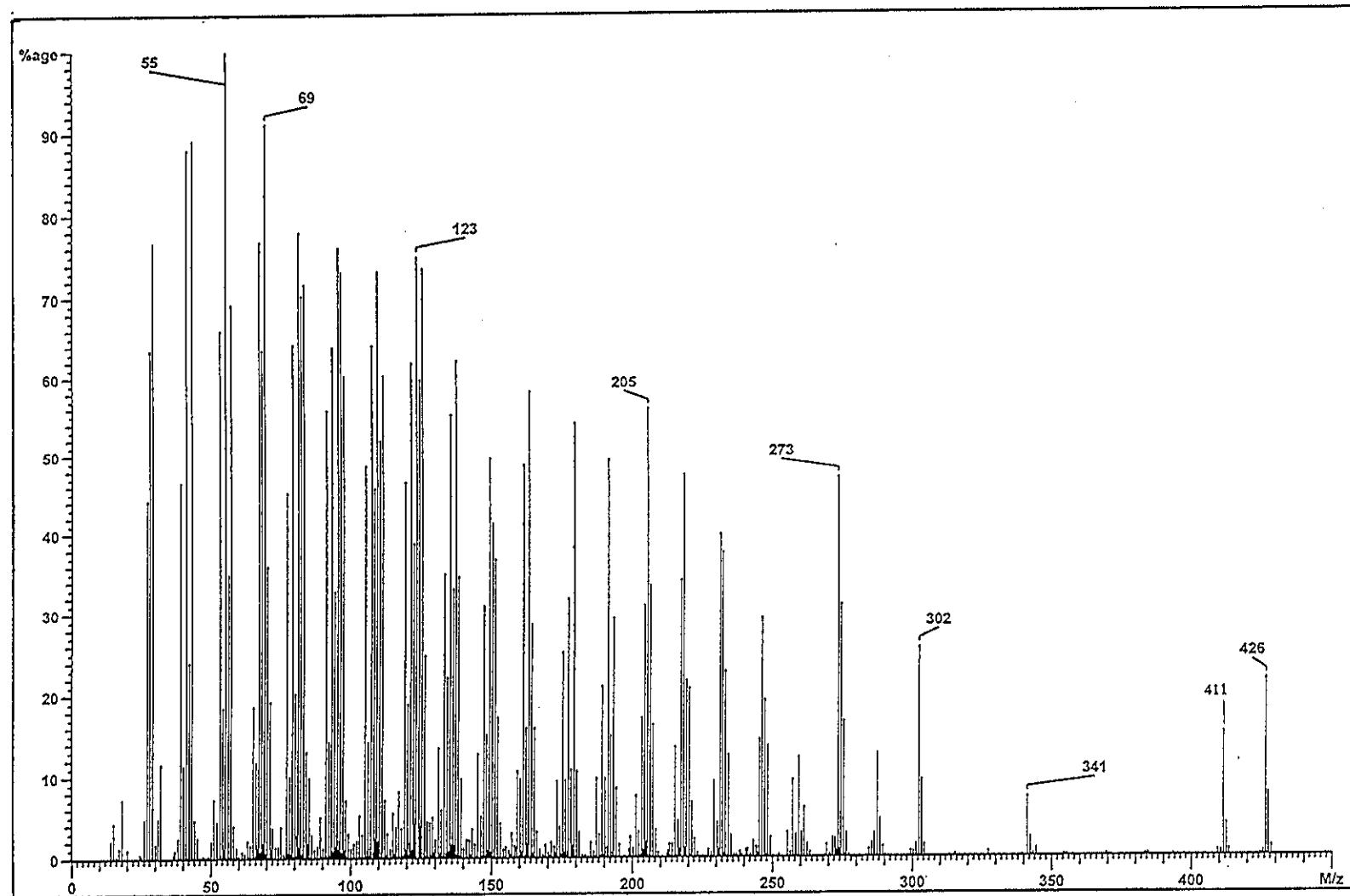
ภาพประกอบ 3.31 DEPT 135° (100 MHz) ( $\text{CDCl}_3$ ) สมปกรณ์ของ WK5



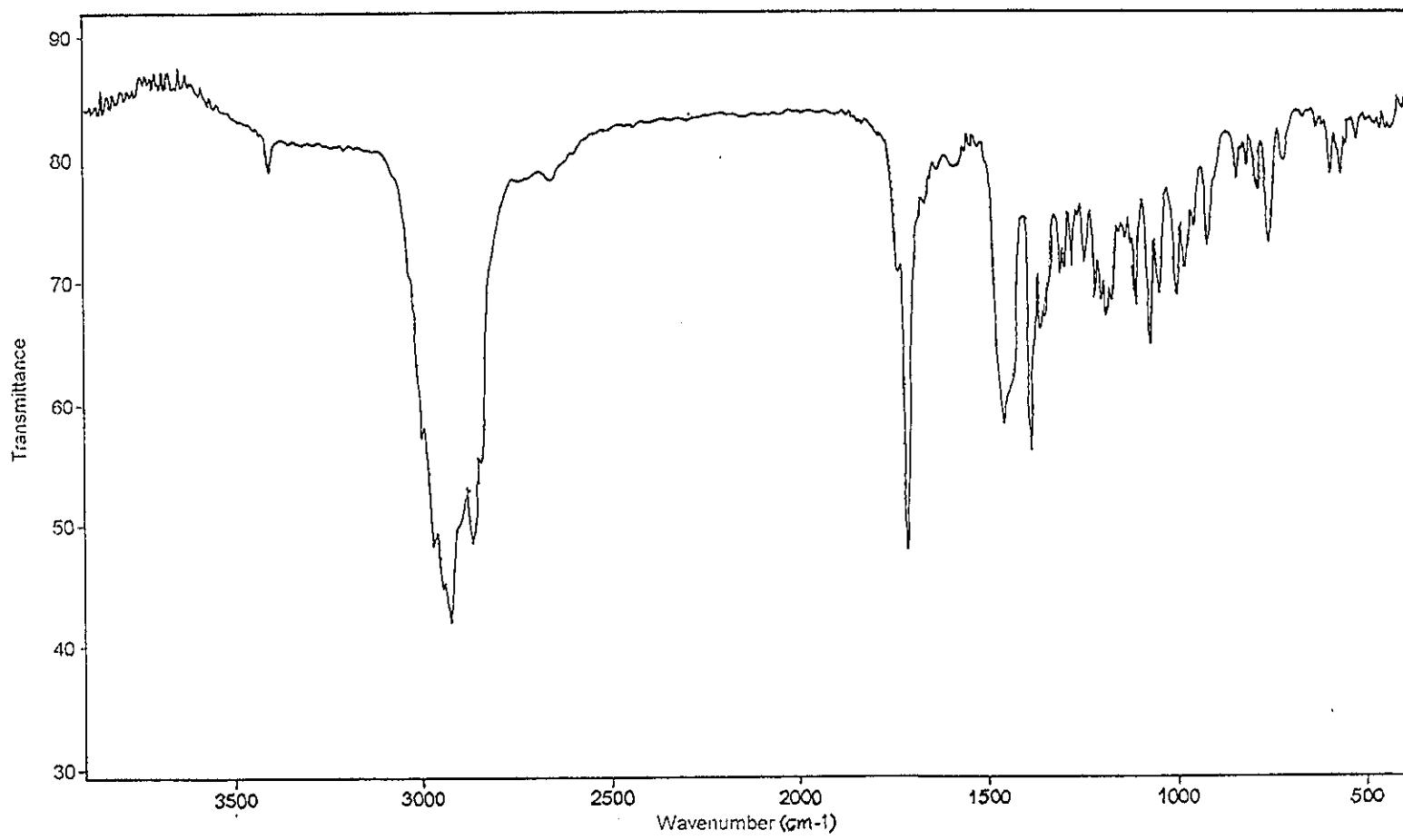




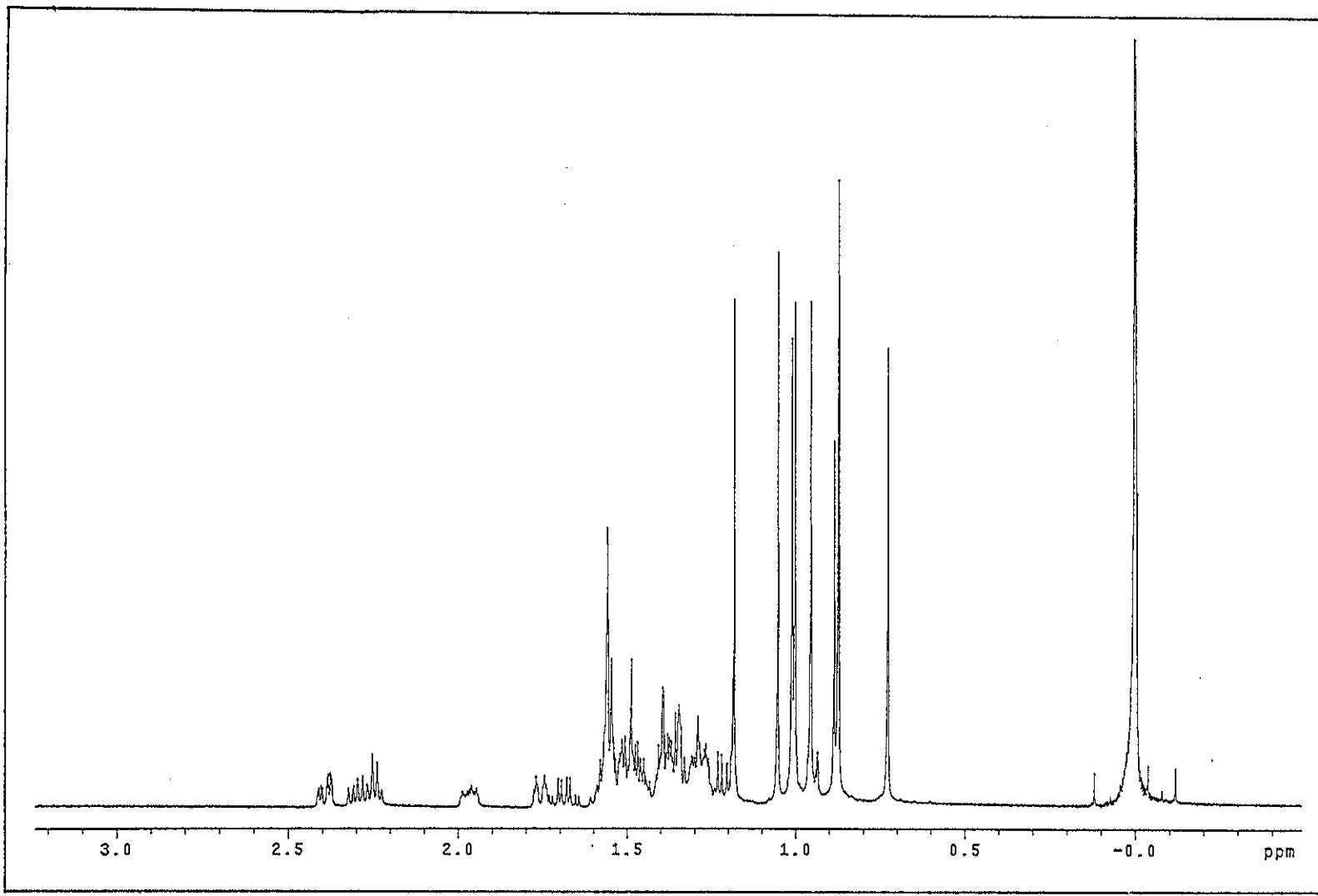
ภาพประจักษณ์ 3.34 2D HMBC แบบกรัมของ WK5



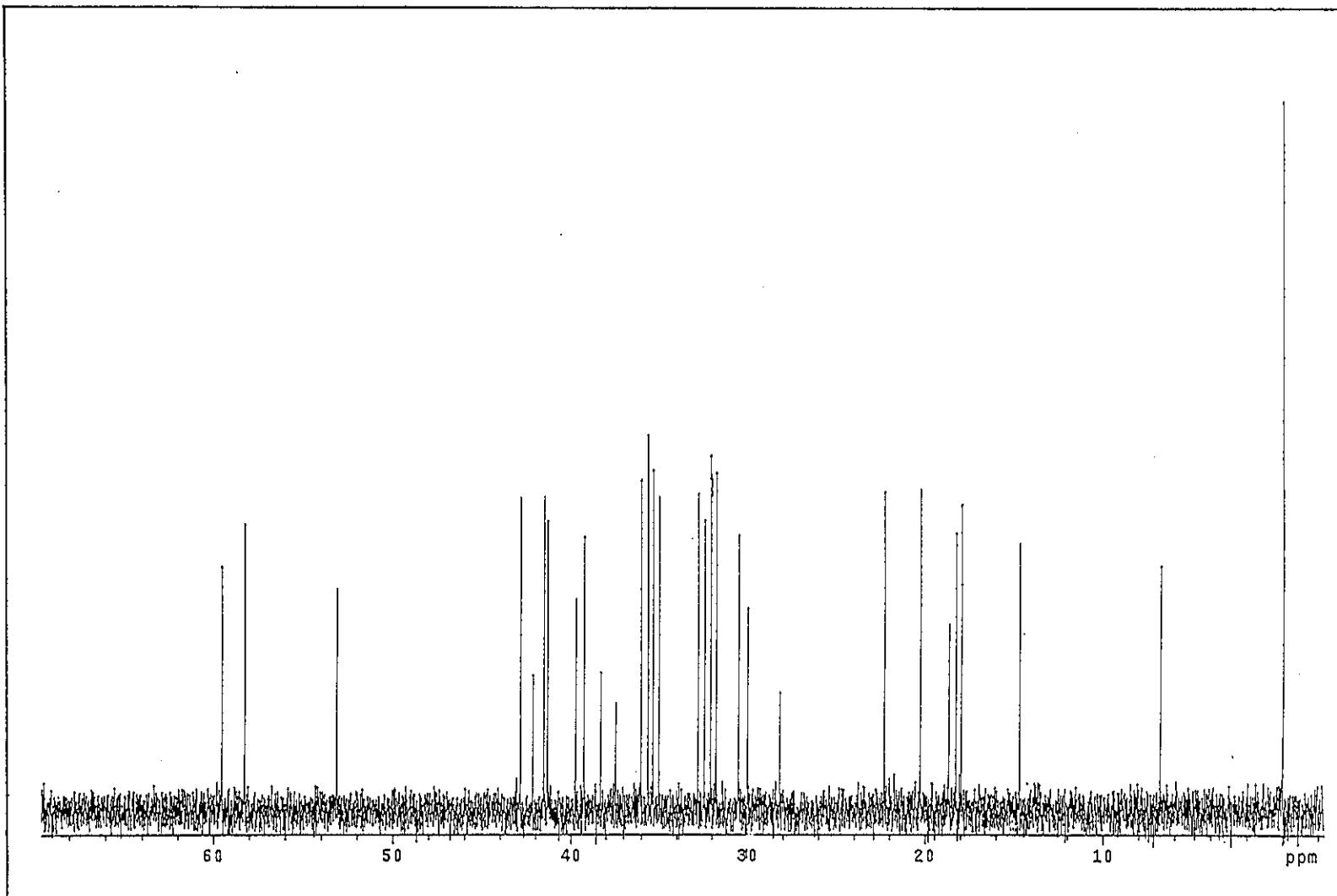
ภาพประกอน 3.35 แมสสเปกตรัมของ WK2



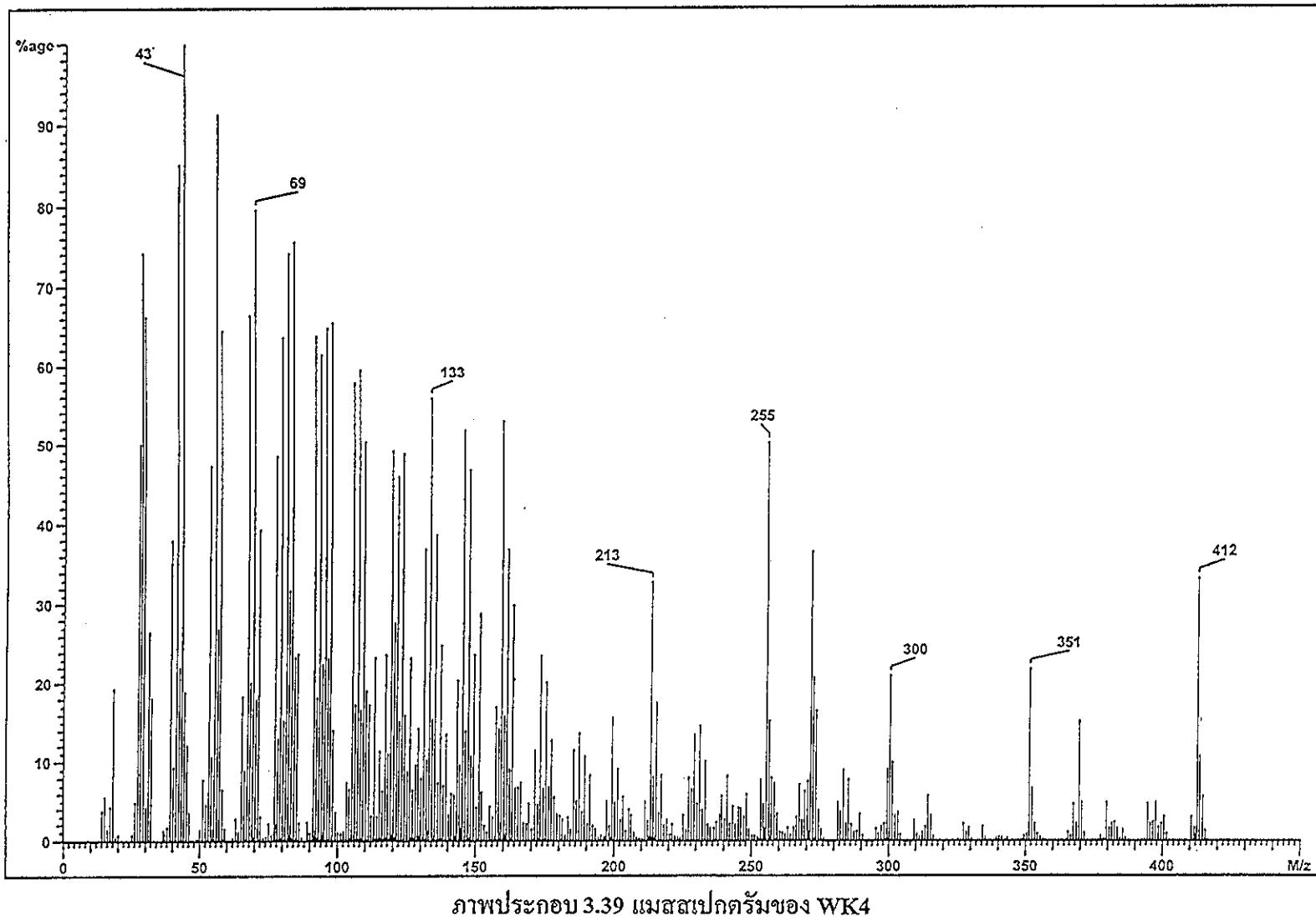
ภาพประกอน 3.36 IR (KBr) สเปกตรัมของ WK2

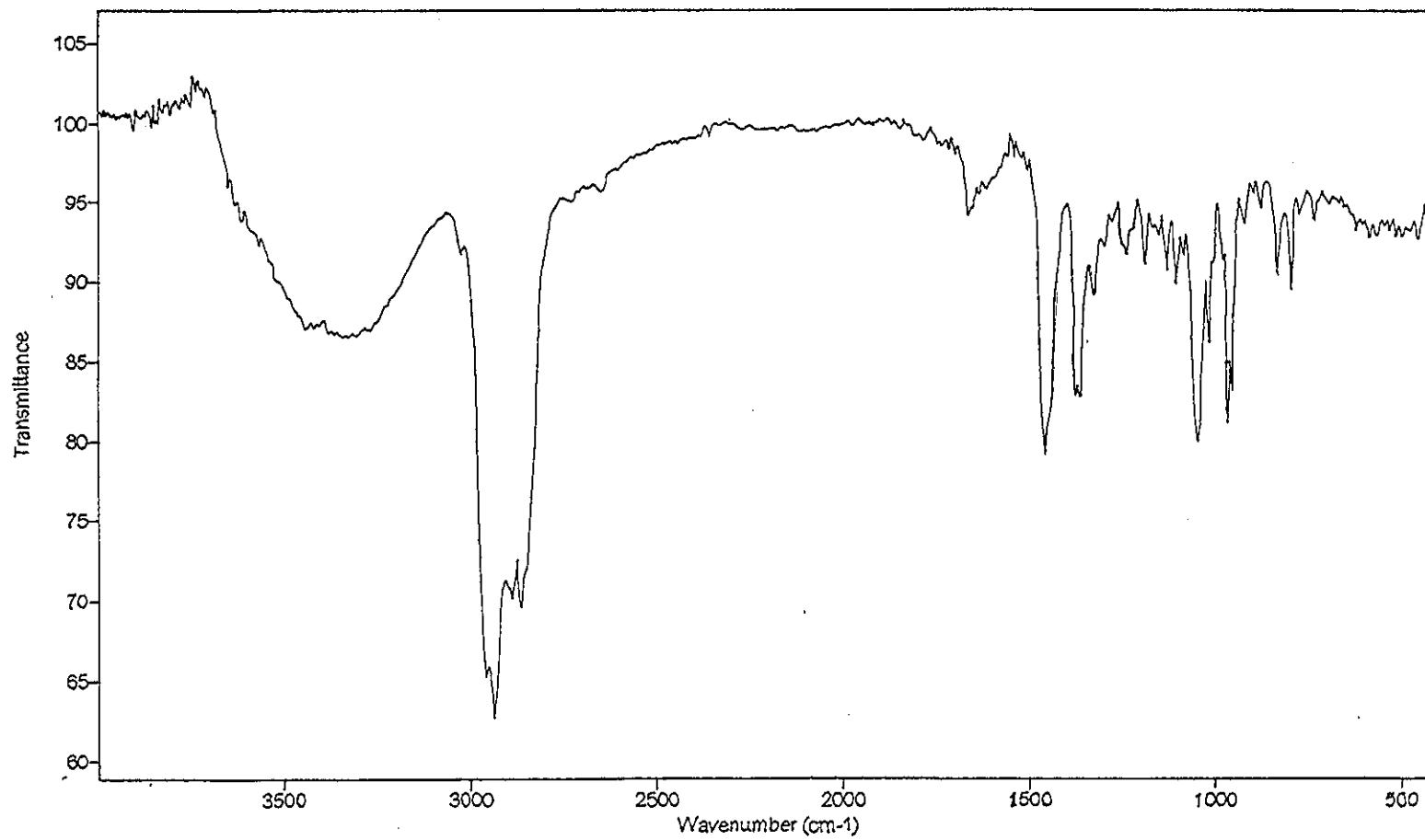


ภาพประกอบ  $^1\text{H}$  NMR (500 MHz) ( $\text{CDCl}_3$ ) спектรัมของ WK2

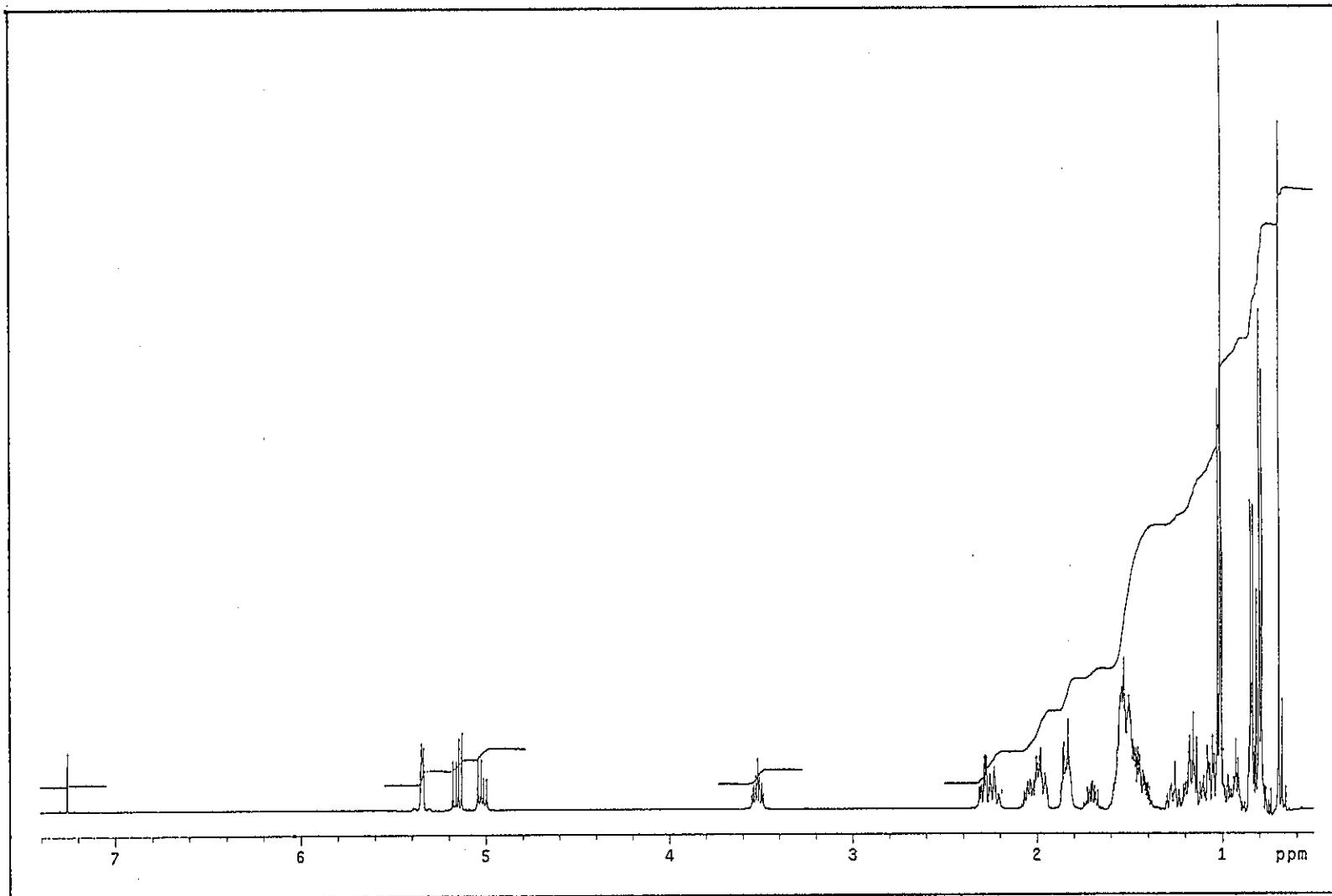


ภาพประกอน  $3.38\text{ }^{13}\text{C}$  NMR (125 MHz) ( $\text{CDCl}_3$ ) สเปกตรัมของ WK2

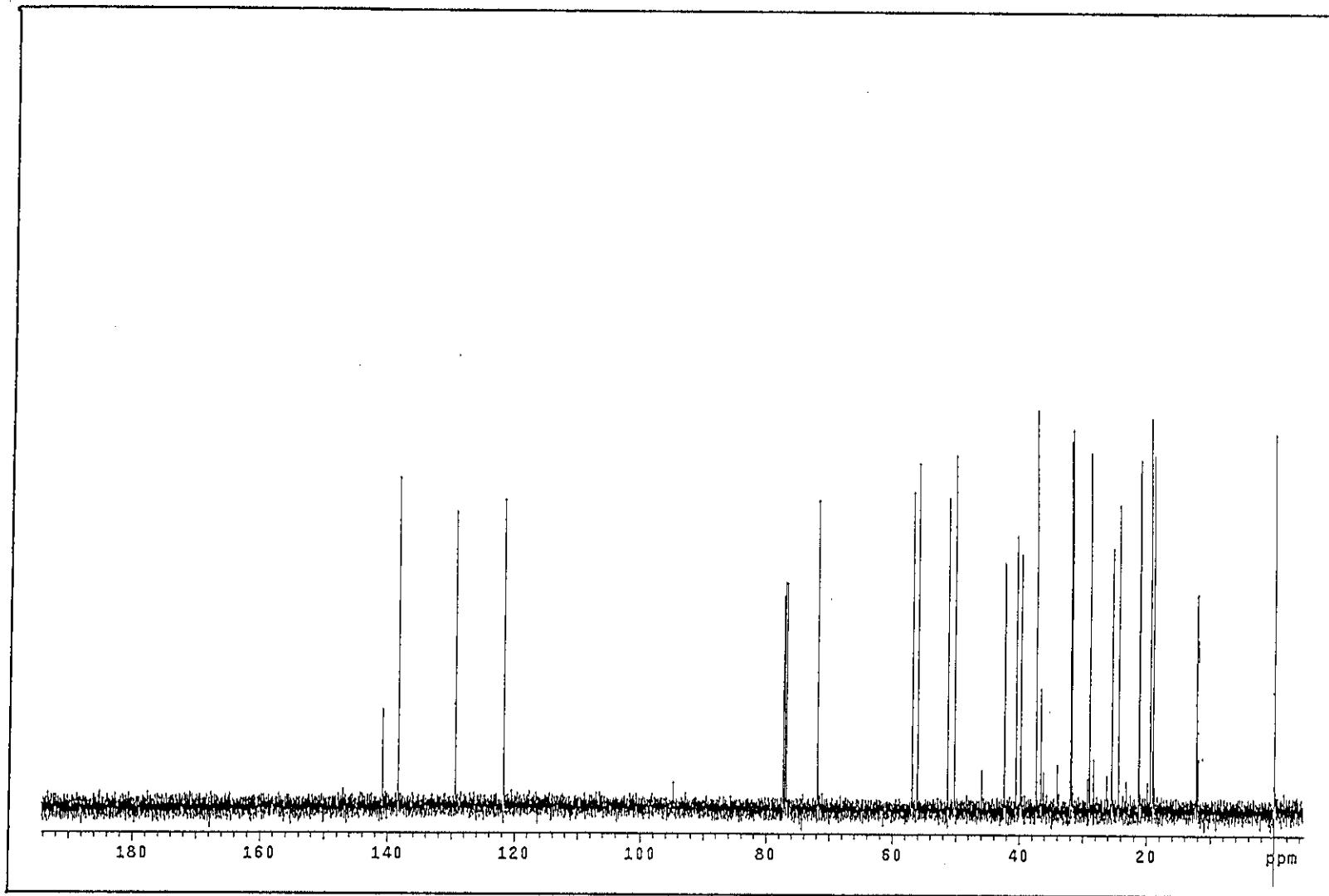




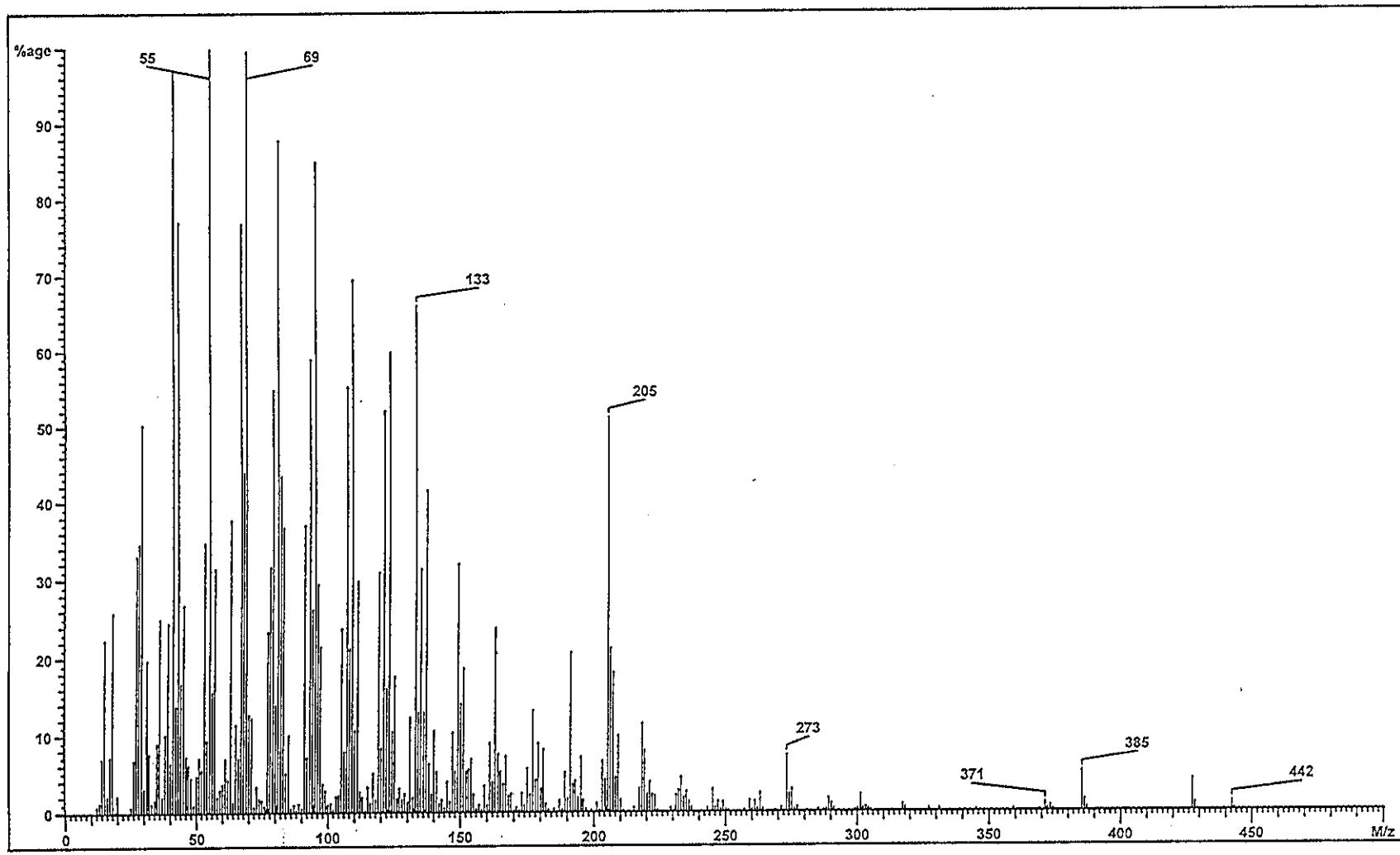
ภาพประกอบ 3.40 IR (KBr) สเปกตรัมของ WK4



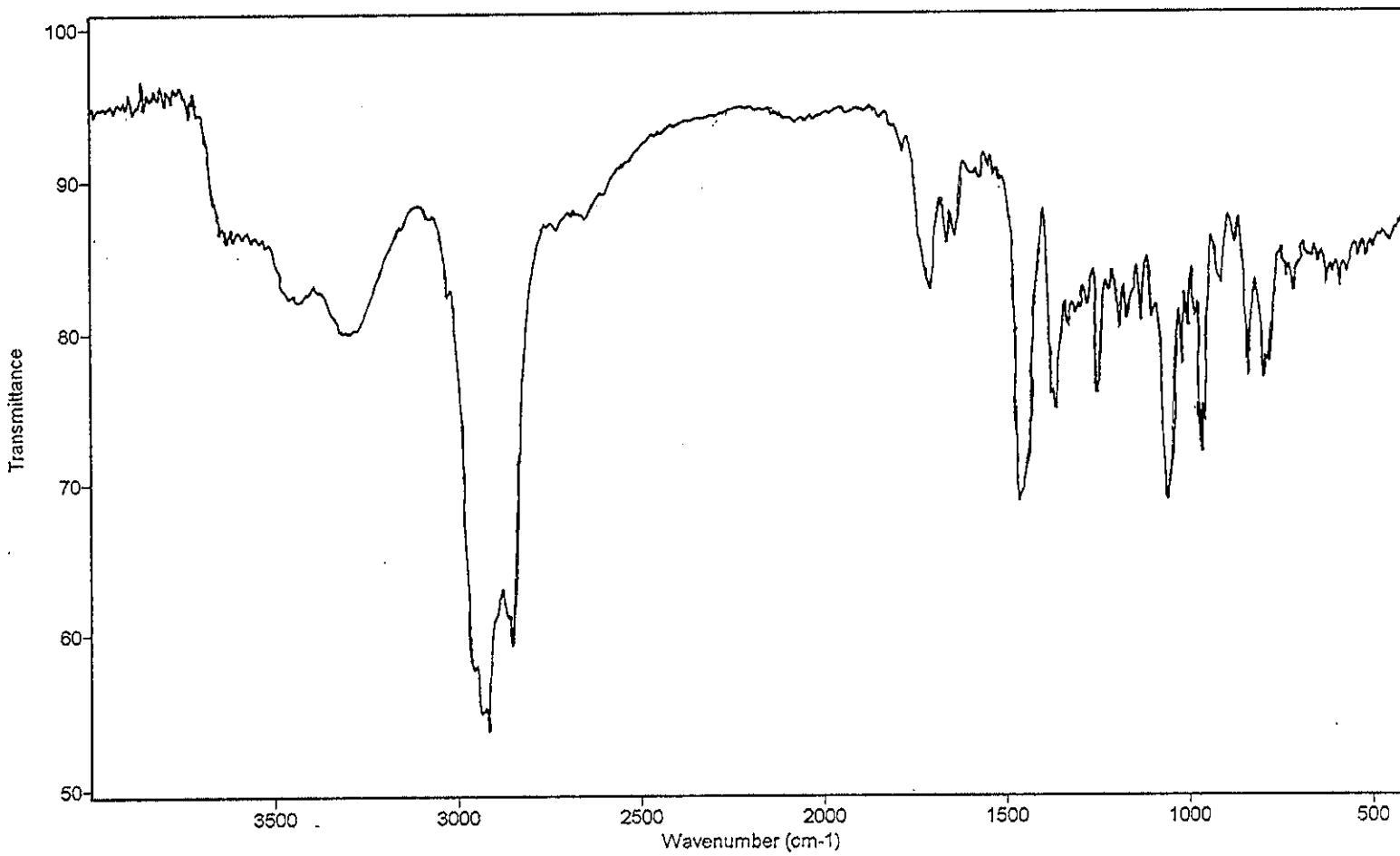
ภาพประกอบ 3.41  $^1\text{H}$  NMR (500 MHz) ( $\text{CDCl}_3$ ) สำปักต้มของ WK4



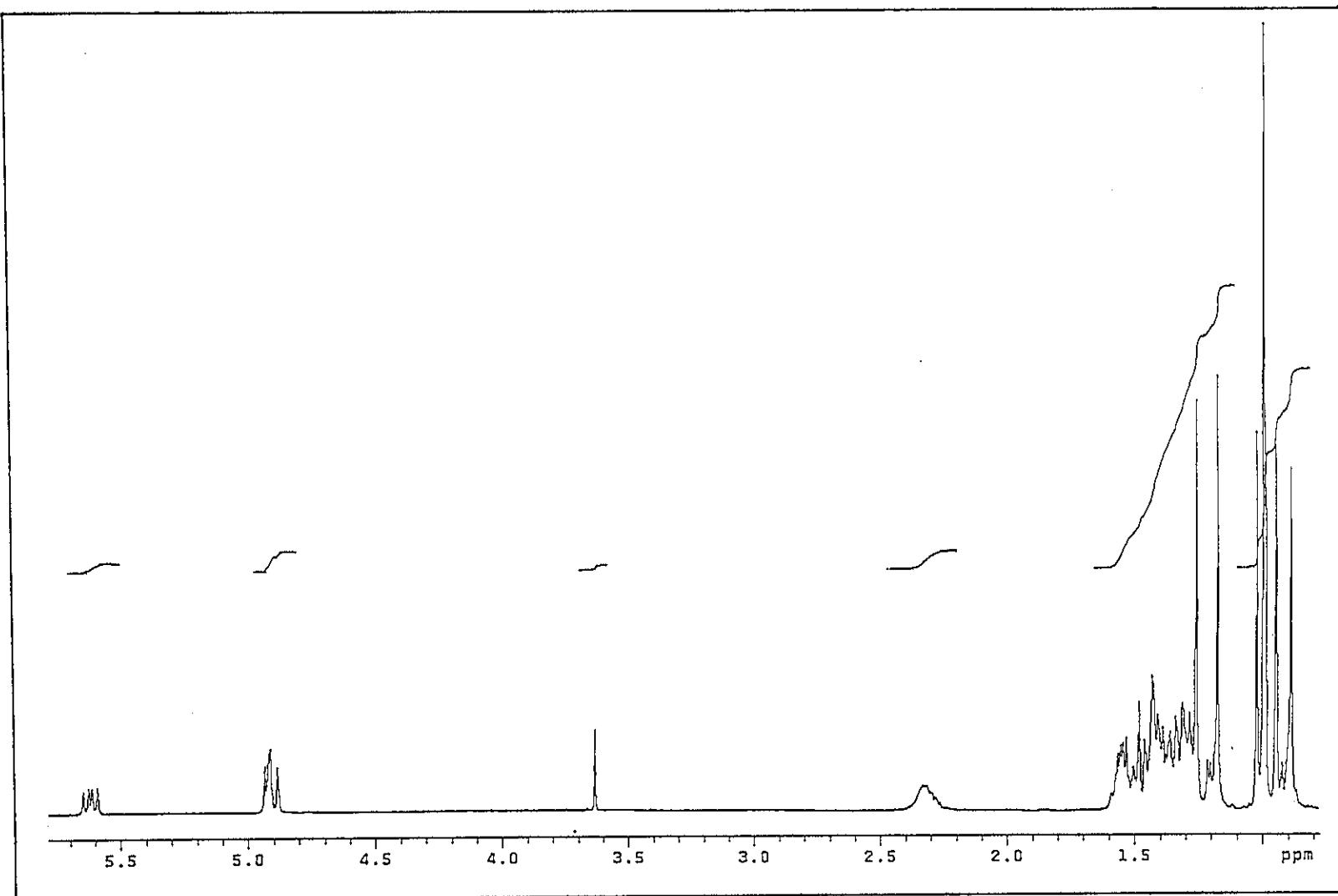
ภาพประกอน  $3.42$   $^{13}\text{C}$  NMR (125 MHz) ( $\text{CDCl}_3$ ) สำนักต้มของ WK4



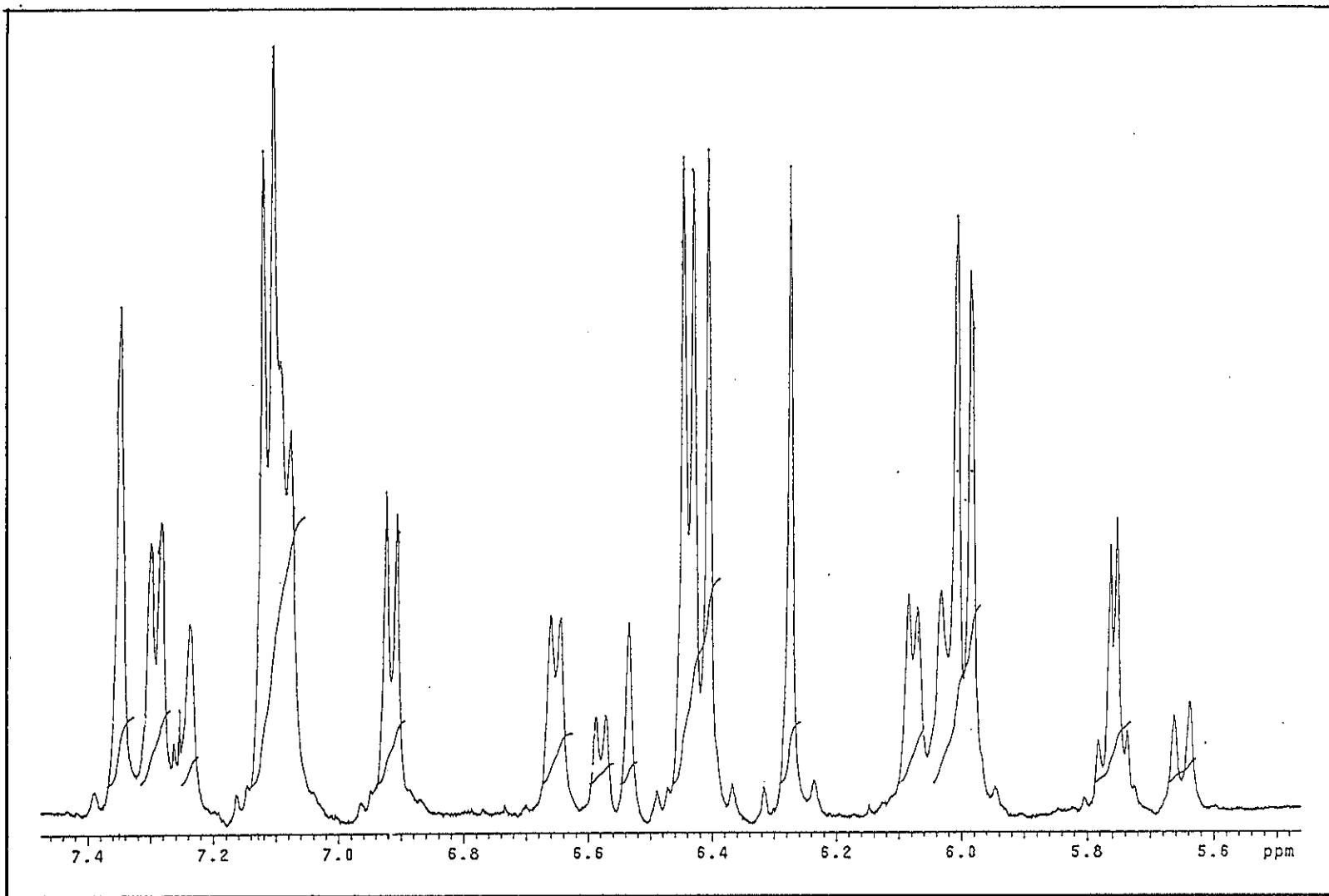
ภาพประกอน 3.43 แมสสเปกตรัมของ WK6



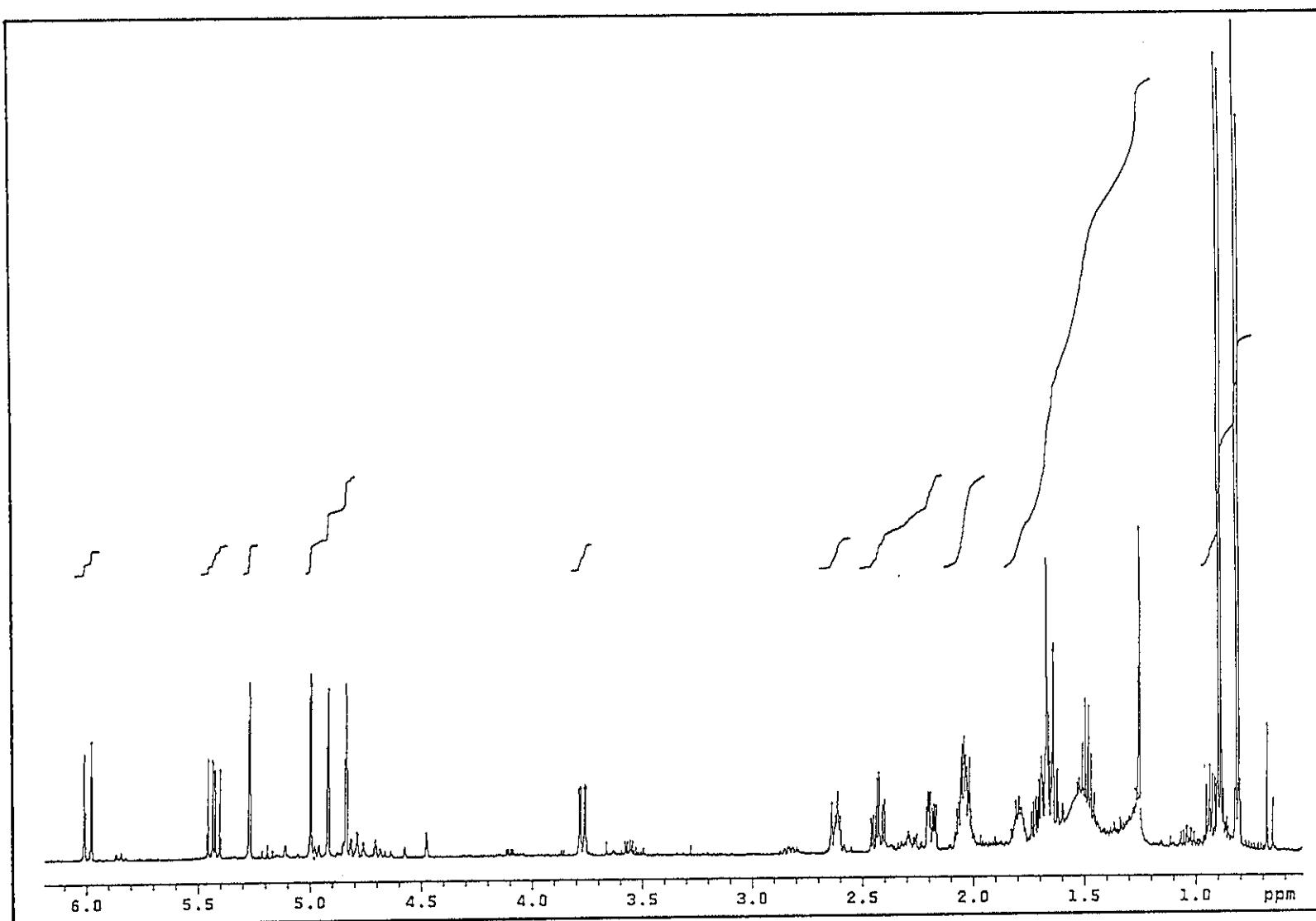
ภาพประกอน 3.44 IR (KBr) สเปกตรัมของ WK6



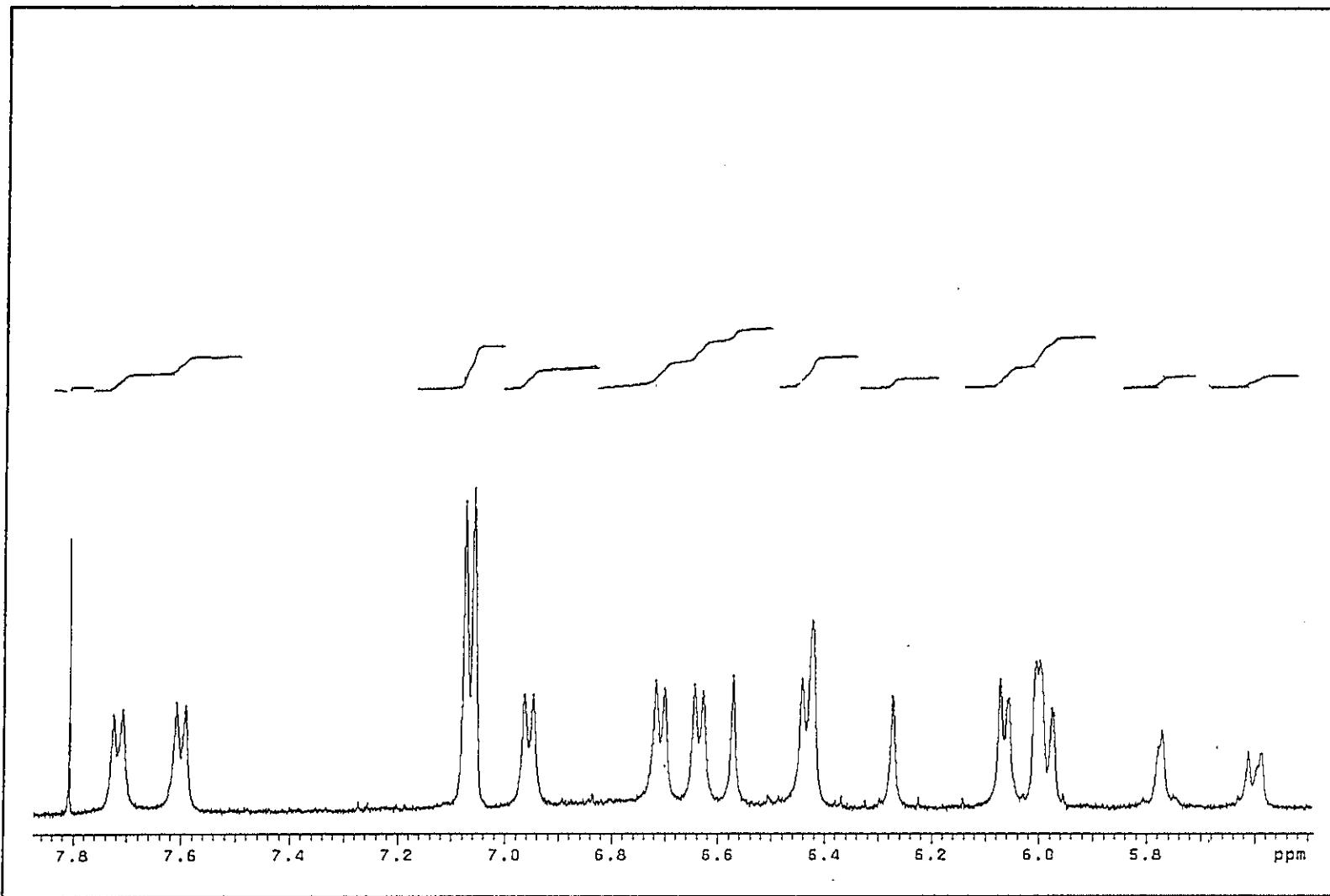
ภาพประกอบ 3.45  $^1\text{H}$  NMR (500 MHz) ( $\text{CDCl}_3$ ) спектرومของ WK6



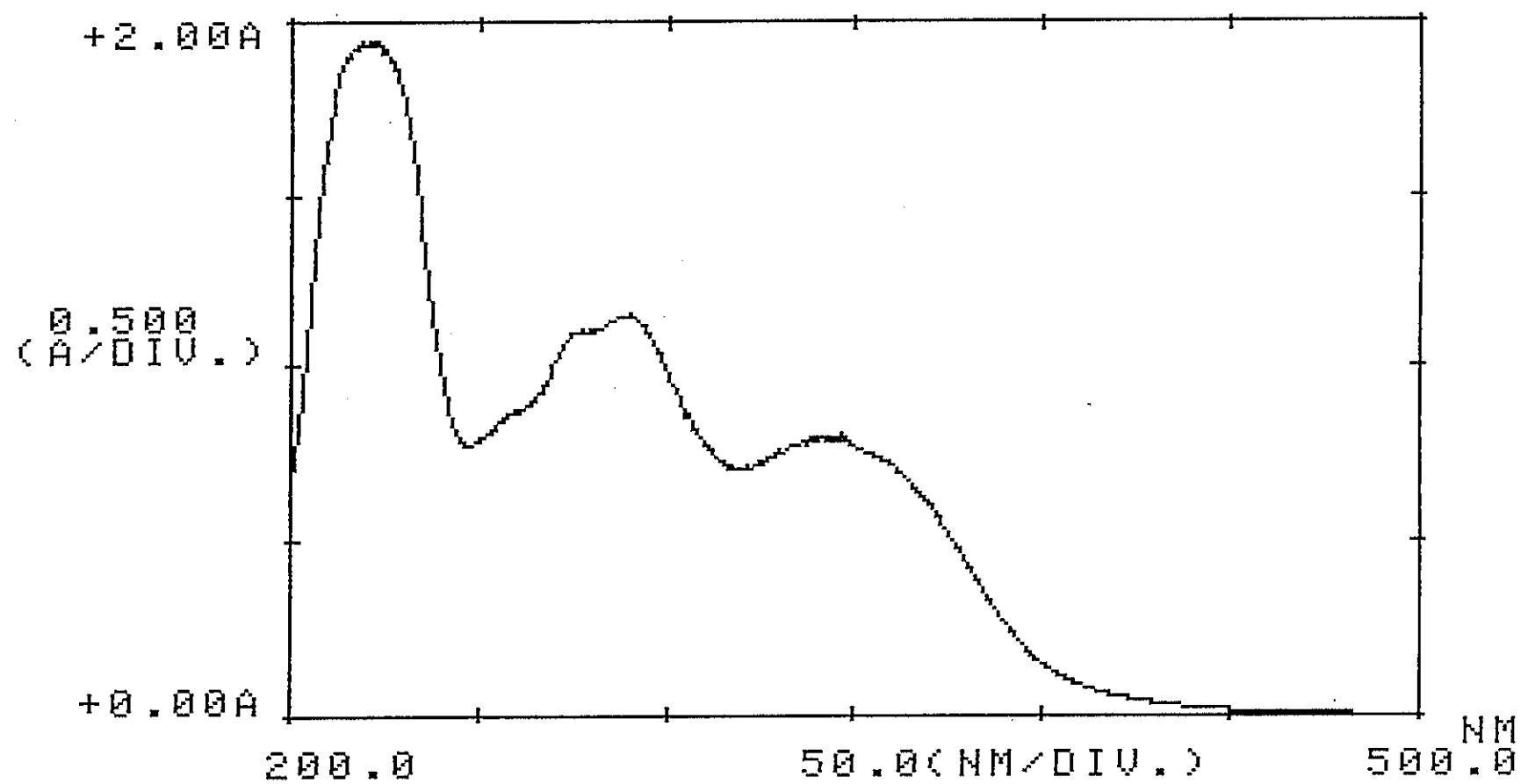
ภาพประกอบ  $3.46 \text{ } ^1\text{H}$  NMR (500 MHz) ( $\text{CD}_3\text{OD}$ ) спектรัมของ GS1



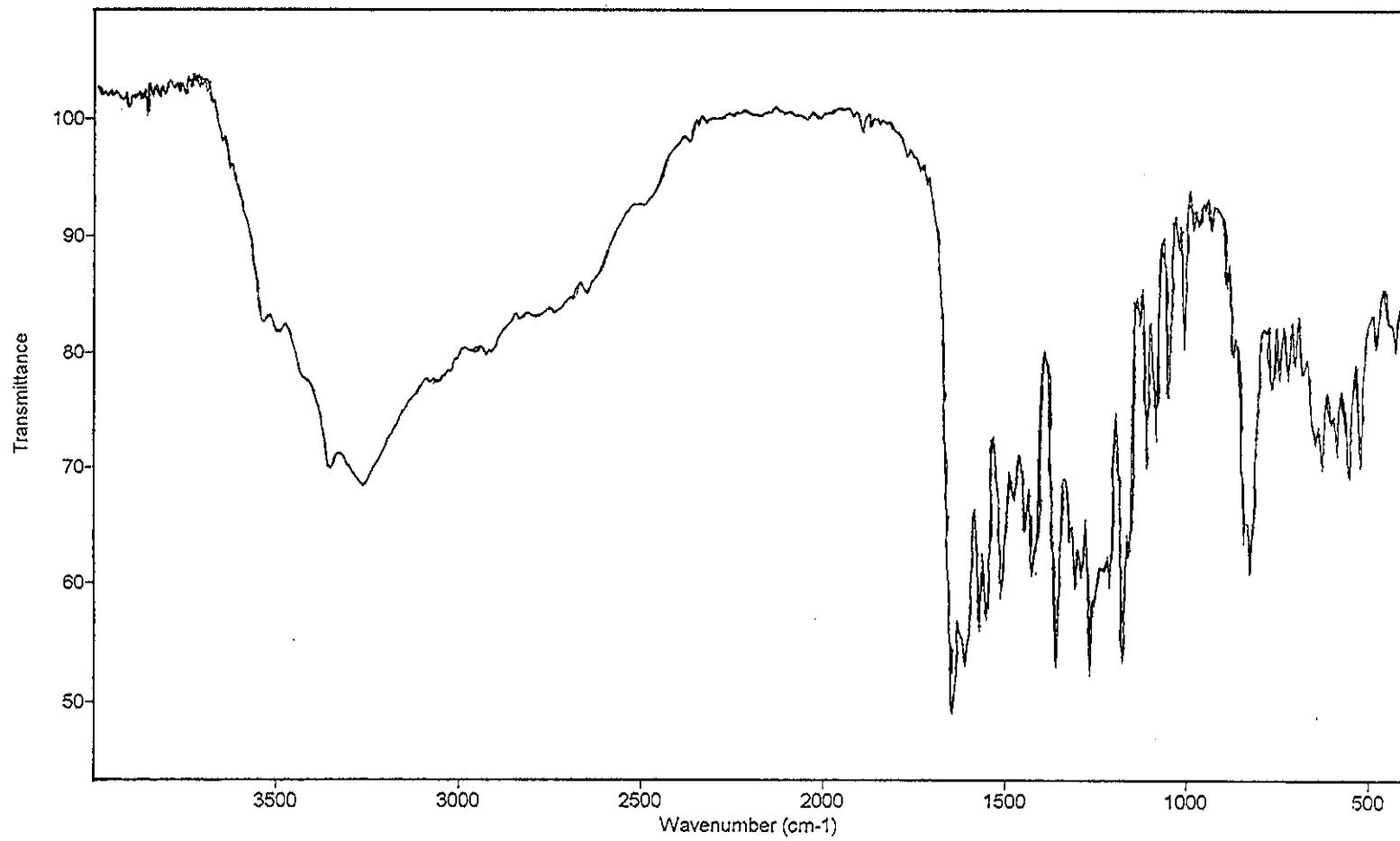
ภาพประกอน  $3.47 ^1\text{H}$  NMR (500 MHz) ( $\text{CD}_3\text{OD}$ ) สะปึกครั้มของ GS2



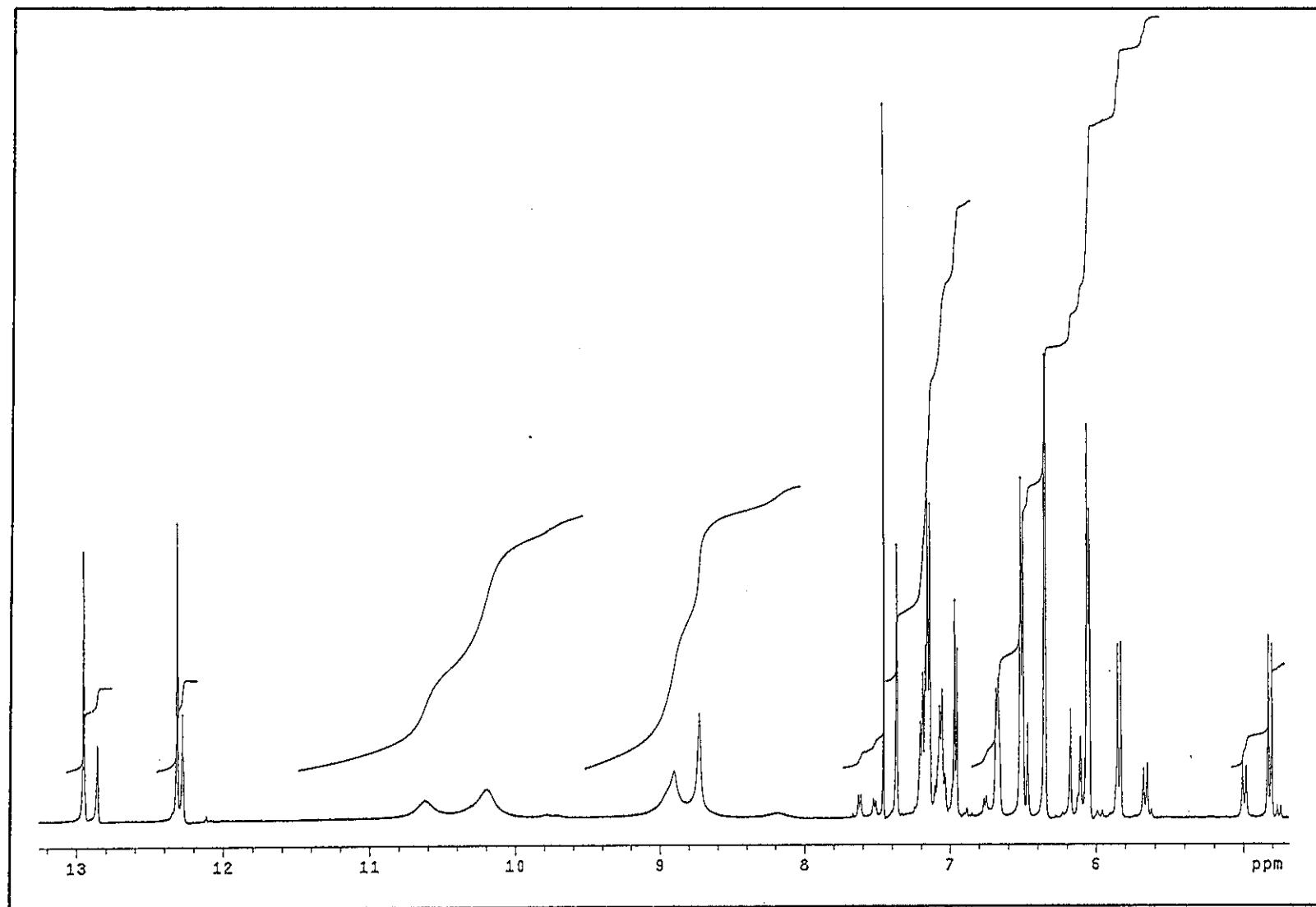
ภาพประกอน  $^1\text{H}$  NMR (500 MHz) ( $\text{CD}_3\text{OD}$ ) спектรัมของ GS3



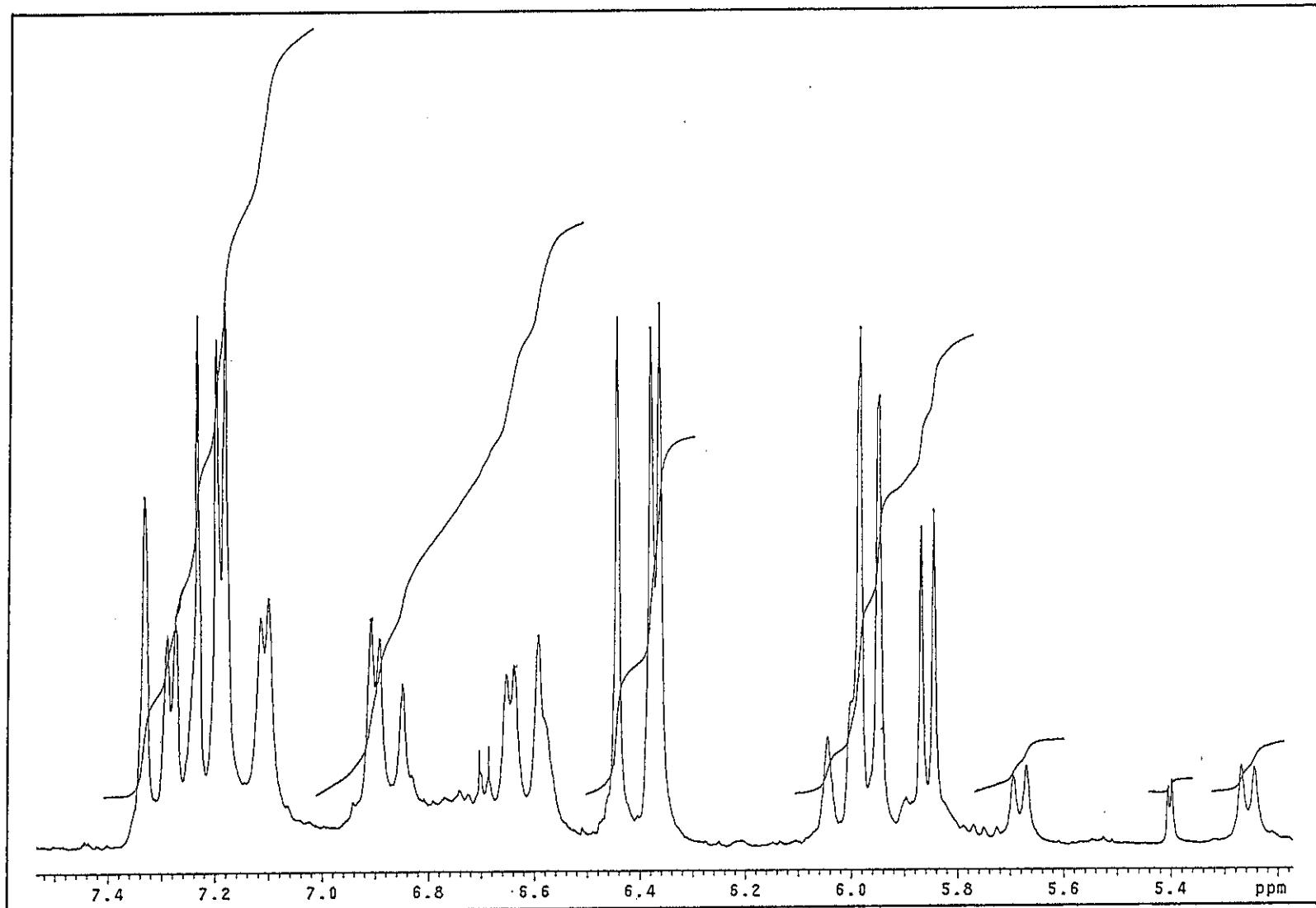
ภาพประกอน 3.49 UV (MeOH) สารกครัมของ GS4



ภาพประกอบ 3.50 IR (KBr) สำเพ็กตัรัมของ GS4



ภาพประกอน 3.51  $^1\text{H}$  NMR (500 MHz) ( $\text{DMSO}-d_6+\text{CDCl}_3$ ) สเปกตรัมของ GS4



## บรรณานุกรม

อัชman anaed, 2541. “องค์ประกอบทางเคมีจากเปลือกผลava (*Garcinia hombroniana* Pierre)”,  
วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมีอินทรีย์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์  
(สำเนา)

Ampofo, S.A. and Waterman, P.G. 1986. “Xanthones from Three *Garcinia* Species”,  
*Phytochemistry*. 25(10), 2351-2355.

Ansari, W.H. ; Rahman, W. ; Barraclough, D. ; Maynard, R. and Scheinmann . 1976.  
“Biflavonoids and Flavone-Chromone from the Leaves of *Garcinia dulcis* (Roxb.) Kurz”,  
*J.Chem.Soc.Perkin.Trans I.* 13, 1458-1463.

Asano, J. ; Chiba, K. ; Tada, M. and Yoshii, T. 1996. “Cytotoxic Xanthones from *Garcinia hanburyi*”,  
*Phytochemistry*. 41(3), 815-820.

Babu, V. ; Mashhood, S. ; Sultana, S. and Ilyas, M. 1988. “A Biflavonoid from *Garcinia nervosa*”,  
*Phytochemistry*. 27(10), 3332-3335.

Cao, G.S. ; Wu, H.X. ; Sim, Y.K. ; Tan, B.K.H. ; Perir, J.T. ; Wong, W.H. ; Hew, N.F. and Goh,  
S.H. 1998. “Cytotoxic Caged Tetraprenylated Xanthonoids from *Garcinia gaudichaudii* (Guttiferae)”,  
*Tetrahedron lett.* 39, 3353-3356.

Chairungsrierd, N. ; Takeuchi, K. ; Ohizumi, Y. ; Nozoe, S. and Ohta, T. 1996. “Mangostanol, a  
Prenyl Xanthone from *Garcinia mangostana*”,  
*Phytochemistry*. 43(5), 1099-1102.

Crichton, E.G. and Waterman, P.G. 1979. “Manniflavanone, a New 3,8-Linked Flavanone Dimer  
from the Stem Bark of *Garcinia manni*”,  
*Phytochemistry*. 18, 1553-1557.

- Diserens, I.S. ; Rogers, C. ; Sordat, B. and Hostettmann, K. 1992. "Prenylated Xanthones from *Garcinia livingstonei*", *Phytochemistry*. 31(1), 313-316.
- Fukuyama, Y. ; Kamiyama, A. ; Mima, Y. and Kodama, M. 1991. "Prenylated Xanthones from *Garcinia subelliptica*", *Phytochemistry*. 30(10), 3433-3436.
- Fukuyama, Y. ; Minami, H. and Kuwayama, A. 1998. "Garsubellins, Polyisoprenylated Phloroglucinol Derivatives from *Garcinia subelliptica*", *Phytochemistry*. 49(3), 853-857.
- Goh, S.H. ; Jantan, I. ; Gray, A.I. and Waterman, P.G. 1992. "Prenylated Xanthones from *Garcinia opaca*", *Phytochemistry*. 31(4), 1383-1386.
- Gunatilaka, A.A.L. ; Jasmin De Silva, A.M.Y. ; Soheeswaran, S. ; Balasubramaniam, S. and Wazeer, M.I.M. 1984. "Terpenoid and Biflavonoid Constituents of *Calophyllum calaba* and *Garcinia spicata* from Srilanka", *Phytochemistry*. 23(2), 323-328.
- Gunatilaka, A.A.L. ; Saryani, H.T.B. ; Soheeswaran, S. and Waight, E.S. 1983. "2,5-Dihydroxy-1,6-Dimethoxyxanthone and Biflavonoids of *Garcinia thwaitesii*", *Phytochemistry*. 22 (1), 233-235.
- Gustafson, K. R. ; Blunt, J. W. ; Munro, M.H.G. ; Fuller, R. W. ; McKee, T. C. ; Cardellina II, J.H. ; McMahon, J.B. ; Cragg, G.M. and Boyd, M.R. 1992. "The Guttiferones, HIV-Inhibitory Benzophenones from *Sympmania globulifera*, *Garcinia livingstonei*, *Garcinia ovalifolia* and *Clusia rosea*", *Tetrahedron lett.* 48(46), 10093-10102.
- Hussain, R.A. and Waterman, P.G. 1982. "Lactones, Flavonoids and Benzophenones from *Garcinia conrauana* and *Garcinia mannii*", *Phytochemistry*. 21(6), 1393-1396.

Iinuma, M. ; Tosa, H. ; Tanaka, T. and Riswan, S. 1996. "Three New Xanthones from the Bark of *Garcinia dioica*", *Chem. Pharm. Bull.* 44(1), 232-234.

Iinuma, M. ; Tosa, H. ; Tanaka, T. ; Tanamaru, S. ; Asai, F. ; Kobayashi, Y. ; Miyauchi, K.I. and Shimano, R. 1996. "Antibacterial Activity of some *Garcinia* Benzophenone Derivatives against Methicillin-Resistant *Staphylococcus aureus*", *Biol. Pharm. Bull.* 19(2), 311-314.

Ilyas, N. ; Kamil, M. ; Parveen, M. and Khan, M.S. 1994. "Isoflavones from *Garcinia nervosa*", *Phytochemistry*. 36(3), 807-809.

Ito, C. ; Miyamoto, Y. ; Nakayama, M. ; Kawai, Y. ; Sundar Rao, K. and Furukawa, H. 1997. "A Novel Depsidone and some New Xanthones from *Garcinia* species", *Chem. Pharm. Bull.* 45(9), 1403-1413.

Kartha, G. ; Ramachandran, G.N. ; Bhat, H.B. ; Nair, M. ; Rahavan, V.K.V. and Venkataraman, K. 1963. "The Constitution of Morellin", *Tetrahedron Lett.* 7, 459-472.

Kosela, S. ; Cao, G.S. ; Wu, H.X. ; Vittal, J.J. ; Sukri, T. ; Masdianto ; Goh, H.S. and Sim, Y.K. 1999. "Lateriflorone, a Cytotoxic Spiroxalactone with a Novel Skeleton, from *Garcinia lateriflora* Bl.", *Tetrahedron lett.* 40, 157-160.

Kosin, J. ; Ruangrungsi, N. ; Ito, C. and Furukawa, H. 1998. "A Xanthone from *Garcinia atroviridis*", *Phytochemistry*. 47(6), 1167-1168.

Krajewski, D. ; Toth, G. and Schreier, P. 1996. "2-Ethyl-3-Methylmaleimide-*N*- $\beta$ -D-Glucopyranoside from the Leaves of Mangosteen (*Garcinia mangostana*)", *Phytochemistry*. 43(1), 141-143.

Likhitwitayawuid, K. ; Phadungcharoen, T. and Krungkrai, J. 1998. "Antimalarial Xanthones from *Garcinia cowa*", *Planta Med.* 64, 70-72.

- Likhitwitayawuid, K. ; Chanmahasathien, W. ; Ruangrungsi, N. and Krungkrai, J. 1998. "Xanthone with Antimalarial Activity from *Garcinia dulcis*", *Planta. Med.* 64, 281-282.
- Maoleod, A.J. and Pieris, N.M. 1982. "Volatile Flavour Components of Mangosteen, *Garcinia mangostana*", *Phytochemistry*. 21(1), 117-119.
- Minami, H. ; Kinoshita, M. ; Fukuyama, Y. ; Kodama, M. ; Yoshizawa, T. ; Sugiura, M. ; Nakagawa, K. and Tago, H. 1994. "Antioxidant Xanthones from *Garcinia subelliptica*", *Phytochemistry*. 36(2), 501-506.
- Minami, H. ; Kuwayama, A. ; Yoshizawa, T. and Fukuyama, Y. 1996. "Novel Prenylated Xanthones with Antioxidant Property from the Wood of *Garcinia subelliptica*", *Chem. Pharm. Bull.* 44(11), 2103-2106.
- Minami, H. ; Takahashi, E. ; Kodama, M. and Fukuyama, Y. 1996. "Three Xanthones from *Garcinia subelliptica*", *Phytochemistry*. 41(2), 629-633.
- Minami, H. ; Hamaguchi, K. ; Kubo, M. and Fukuyama, Y. 1998. "A Benzophenone and a Xanthone from *Garcinia subelliptica*", *Phytochemistry*. 49(6), 1783-1785.
- Nyemba, A.M. ; Mpomdo, T.N. ; Connolly, J. D. and Rycroft, D.S. 1990. "Cycloartane Derivatives from *Garcinia lucida*", *Phytochemistry*. 29(3), 994-997.
- Rama Rao, A.V. ; Venkatswamy, G. and Pendse, A.D. 1980. "Camboginol and Cambogin", *Tetrahedron Lett.* 21, 1975-1978.
- Sen, A.K. ; Sarkar, K.K. ; Majumder, P.C. and Banerji, M. 1981. "Minor Xanthones of *Garcinia mangostana*", *Phytochemistry*. 20, 183-185.

Terashima, K. ; Kondo, Y. ; Aqil, M. ; Waziri, M. and Niwa, M. 1999. "A Study of Biflavanones from the Stem of *Garcinia kola* (Guttiferae)", *Heterocycles*. 50(1), 283-290.

Terashima, K. ; Shimamura, T. ; Tanabayashi, M. ; Aqil, M. ; Akinmiyi, J.A. and Niwa, M. 1997. "Constituents of the Seeds of *Garcinia kola*: Two New Antioxidants, Garcinoic Acid and Garcinol", *Heterocycles*. 45(8), 1559-1566.

Waterman, P.G. and Crichton, E.G. 1980. "Xanthones and Biflavanoids from *Garcinia densivenia* Stem Bark", *Phytochemistry*. 19, 2723-2726.

Waterman, P.G. and Hussain, R.A. 1982. "Major Xanthones from *Garcinia quadrifaria* and *Garcinia staudtii* Stem Barks", *Phytochemistry*. 21(8), 2099-2101.

Whitmore, M.A. 1973. "Tree Flora of Malaya", Malaysia : Forest department ministry of primary industries.

Xu, J.Y. ; Cao, G.S. ; Wu, H.X. ; Lai, H.Y. ; Tan, B.H.K. ; Pereira, J.T. ; Goh, S.H. ; Venkatraman, G. ; Harrison, L.J. and Sim, K.Y. 1998. "Griffipavixanthone, a Novel Cytotoxic Bixanthone from *Garcinia griffithii* and *G. pavifolia*", *Tetrahedron lett.* 39, 9103-9106.

## ประวัติผู้เขียน

ชื่อ นางสาววรรณฤศี แก้วนก

วัน เดือน ปีเกิด 17 กรกฎาคม 2517

วุฒิการศึกษา

| วุฒิ  | ชื่อสถาบัน        | ปีที่สำเร็จการศึกษา |
|---|-------------------|---------------------|
| วิทยาศาสตรบัณฑิต                                  | มหาวิทยาลัยทักษิณ | 2540                |
| สาขาวิชาเคมี                                      |                   |                     |
| ทุนการศึกษา (ที่ได้รับในระหว่างการศึกษา)          |                   |                     |
| ทุนโครงการผลิตและพัฒนาอาจารย์ของมหาวิทยาลัยทักษิณ |                   |                     |