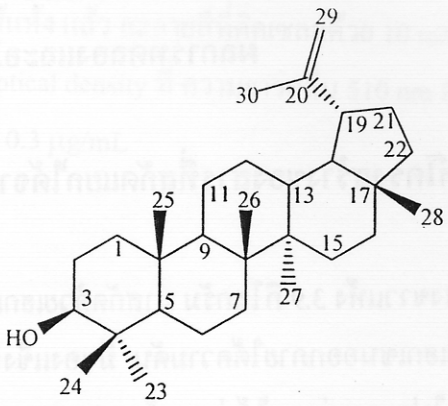
บทที่ 3
ผลการทดลองและอภิปรายผล

3.1 การวิเคราะห์โครงสร้างของสารที่สกัดแยกได้จากใบของโปรงขาว (*C. decandra*)

นำใบโปรงขาวแห้ง 3.9 กิโลกรัม มาสกัดด้วยเฮกเซน เมทิลีนคลอไรด์ และอะซีโตน ตามลำดับ ระหว่างการระเหยเฮกเซนออกภายใต้ความดัน มีของแข็งสีขาวปนเขียวตกออกมา ซึ่งได้กรอง และนำสารละลายเฮกเซนไประเหยต่อจนได้ส่วนสกัดหยาบเฮกเซน เมื่อนำทั้ง 2 ส่วนนี้ไปทำการแยกโดยวิธีโครมาโทกราฟีและ/หรือตกผลึก แยกสารบริสุทธิ์ซึ่งเป็นสารประเภทไตรเทอร์พีน ได้จำนวน 19 สาร คือ **PTH1-PTH19** เป็นสารใหม่จำนวน 3 สาร คือ **PTH13 PTH14** และ **PTH15** สารประเภทสเตอรอยด์จำนวน 2 สาร คือ **PTH20** และ **PTH21** ส่วนสกัดหยาบเมทิลีนคลอไรด์ เมื่อทำให้บริสุทธิ์ แยกสารบริสุทธิ์ประเภทไตรเทอร์พีนได้ 1 สาร คือ **PTM1** สารประเภท นอร์เซสควิเทอร์พีน (nor-sesquiterpene) 2 สาร คือ **PTM2** และ **PTM3** และสารประเภทลิกแนน 1 สาร คือ **PTM4**

วิเคราะห์โครงสร้างสารโดยใช้ข้อมูล 1D และ2D NMR ซึ่งรวมทั้ง ^{13}C NMR, DEPT 135°, DEPT 90°, HMQC และ HMBC นอกจากนั้นยังยืนยันโครงสร้างของสาร **PTH9** ด้วยข้อมูลเอกซเรย์

3.1.1 สาร **PTH1**



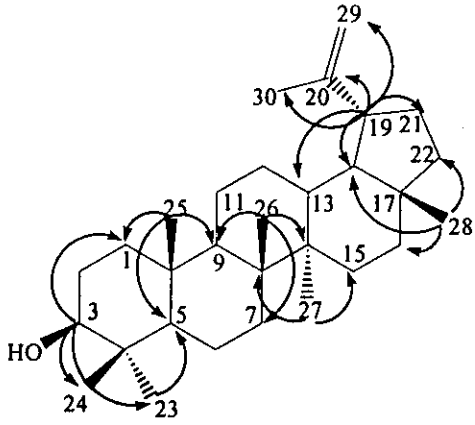
สาร **PTH1** เป็นของแข็งสีขาว จุดหลอมเหลว 209-211°C มีค่าสเปซิฟิกโรเตชัน $[\alpha]_D^{28}$: +25.0° (c = 0.200, $CHCl_3$) ข้อมูล IR แสดงแถบดูดกลืนของหมู่ไฮดรอกซิล (OH) ที่ 3343 cm^{-1} และพันธะคู่ที่ 1638 cm^{-1} (ภาพประกอบที่ 1) สารนี้ให้สีม่วงกับ vanillin-sulfuric acid แสดงว่าเป็นสารประเภทไตรเทอร์พีน

ข้อมูล ^{13}C NMR (ตารางที่ 2 ภาพประกอบที่ 3) แสดง 30 สัญญาณ ของ 30 คาร์บอน ซึ่งใช้ข้อมูลประกอบจาก DEPT-90° และ DEPT-135° สเปกตรัม เป็นสัญญาณของ 7 เมทิล (δ 14.6, 15.4, 16.0, 16.1, 18.0, 19.3 and 28.0) 11 เมทิลีน(δ 18.3, 20.9, 25.2, 27.4, 27.5, 29.9, 34.3, 35.6, 38.7, 40.0 และ 109.3) 6 เมไทน์ (δ 38.1, 48.0, 48.3, 50.5, 55.3 และ 79.0) และ 6 ควอเตอร์นารีคาร์บอน (δ37.2, 38.9,40.8, 42.8, 43.0 และ 151.0)

ข้อมูล ^1H NMR (ตารางที่ 2 ภาพประกอบที่ 2) แสดงลักษณะเฉพาะของ lupane triterpenoids เป็นสัญญาณของ 7 เมทิล ซิงเกลต ที่ δ0.76, 0.79, 0.83, 0.94, 0.97 และ 1.03 ซึ่งรวมทั้ง ไวนิลิกเมทิลที่ δ 1.68 โปรตอน 2 ตัว ของหมู่ไอโซโพรพินิล (isopropenyl) ที่ δ4.68 (1H, *d*, *J* = 2.1 Hz) และ 4.56 (1H, *m*) และสัญญาณของ Hβ-19 ที่ δ 2.38 (*m*) สัญญาณของออกซีเมทิลีนโปรตอนปรากฏที่ δ 3.19 (1H, *dd*, *J* = 10.8, 5.1 Hz, H-3) ลักษณะการแตกของสัญญาณของ H-3 แบบดัพเลตดัพเลต และมีค่าคงที่การคู่ควบ *Jax-ax* = 10.8 Hz และ *Jax-eq* = 5.1 Hz บ่งชี้ว่า H-3 อยู่ตำแหน่งแอลฟา (α)

ยืนยันตำแหน่งของหมู่ไฮดรอกซิลที่ C-3 ด้วยข้อมูล HMBC (ภาพประกอบที่ 4) ซึ่งออกซีเมไทน์โปรตอนที่ δ 3.19 (H-3) แสดงความสัมพันธ์กับ C-1 (δ 38.7) C-4 (δ 38.9), C-23 (δ 28.0) และ C-24 (δ 15.4). เมไทน์โปรตอน H-19 (δ 2.38) แสดงความสัมพันธ์กับ C-18 (δ 48.3), C-20 (δ 151.0), C-21 (δ 29.9), C-29 (δ 109.3) และ C-30 (δ 19.3) จากข้อมูลทางสเปกโทรสโกปี และจากการเปรียบเทียบข้อมูล ^1H และ ^{13}C NMR กับข้อมูลของ Lupeol ที่เคยมีรายงานแล้ว (Reynolds *et al.*, 1986)

(ตารางที่ 3 และ 4 ตามลำดับ) แสดงว่า **PTH1** คือ Lupeol [จุดหลอมเหลว 212-214°C และ $[\alpha]_D$ = +23.0° (c = 0.5, EtOH)]



รูปที่ 3 แสดง HMBC ของ **PTH1**

ตารางที่ 2 ข้อมูล ^{1}H NMR ^{13}C NMR และ HMBC ของสาร **PTH1** ($CDCl_3$)

ตำแหน่ง	δ_C (ppm)		δ_H (ppm)	HMBC
1	38.7	CH_2	0.91 (*m*)[a]	
2	27.4	CH_2	1.56 (*m*)[a]	
3	79.0	CH	3.19 (*dd*, *J* = 10.8, 5.1 Hz)	1, 4, 23, 24
4	38.9	C		
5	55.3	CH	0.69 (*m*)[a]	
6	18.3	CH_2	1.40 (*m*), 1.55 (*m*)[a]	
7	34.3	CH_2	1.40 (*m*)[a]	
8	40.8	C		
9	50.5	CH	1.28 (*m*)[a]	
10	37.2	C		
11	20.9	CH_2	1.22 (*m*), 1.45 (*m*)[a]	
12	25.2	CH_2	1.08 (*m*)[a]	
13	38.1	CH	1.67 (*m*)[a]	
14	42.8	C		

ตารางที่ 2 (ต่อ)

ตำแหน่ง	δ_C (ppm)		δ_H (ppm)	HMBC
15	27.5	CH_2	1.56 (*m*)[a]	
16	35.6	CH_2	1.51 (*m*)[a]	
17	43.0	C	-	
18	48.3	CH	1.38 (*m*)[a]	
19	48.0	CH	2.38 (*dt*, *J* = 11.1, 5.7 Hz)	13, 18, 20, 21, 29, 30
20	151.0	C	-	
21	29.9	CH_2	1.94 (*m*)[a]	
22	40.0	CH_2	1.20 (*m*), 1.40 (*m*)[a]	
23	28.0	CH_3	0.97 (*s*)	3, 4, 5, 24
24	15.4	CH_3	0.76 (*s*)	3, 4, 5, 23
25	16.1	CH_3	0.83 (*s*)	1, 5, 9
26	16.0	CH_3	1.03 (*s*)	7, 8, 9, 14
27	14.6	CH_3	0.94 (*s*)	8, 14, 15
28	18.0	CH_3	0.79 (*s*)	16, 17, 18, 22
29	109.3	CH_2	4.56 (*m*), 4.68 (*d*, *J* = 2.1 Hz)	19, 30
30	19.3	CH_3	1.68 (*s*)	19, 20, 29

[a] ข้อมูลจาก HMQC

ตารางที่ 3 เปรียบเทียบข้อมูล ^{1}H NMR ของ Lupeol และสาร **PTH1** ($CDCl_3$)

ตำแหน่ง	Lupeol, δ_H (ppm)	สาร PTH1, δ_H (ppm)
1	0.91(*t*), 1.68 (*d*)	0.91 (*m*)[a]
2	1.54 (*q*), 1.61 (*d*)	1.56 (*m*)[a]
3	3.18 (*dd*)	3.19 (*dd*, *J* = 10.8, 5.1 Hz)
5	0.69 (*d*)	0.69 (*m*)[a]
6	1.39 (*q*), 1.54 (*d*)	1.40 (*m*), 1.55 (*m*)[a]
7	1.41 (*m*)	1.40 (*m*)[a]
9	1.28 (*d*)	1.28 (*m*)[a]

ตารางที่ 3 (ต่อ)

ตำแหน่ง	Lupeol, δ_H (ppm)	สาร PTH1, δ_H (ppm)
11	1.25 (*q*), 1.42 (*d*)	1.22 (*m*), 1.45 (*m*)[a]
12	1.07 (*q*), 1.68(*d*)	1.08 (*m*)[a]
13	1.67 (*t*)	1.67 (*m*)[a]
15	1.01 (*d*), 1.71 (*t*)	1.56 (*m*)[a]
16	1.38 (*t*), 1.49 (*d*)	1.51 (*m*)[a]
18	1.37 (*t*)	1.38 (*m*)[a]
19	2.39 (*m*)	2.38 (*dt*, J = 11.1, 5.7 Hz)
21	1.33 (*m*), 1.93 (*m*)	1.94 (*m*)[a]
22	1.20 (*m*), 1.42 (*m*)	1.20 (*m*), 1.40 (*m*)[a]
23	0.98 (*s*)	0.97 (*s*)
24	0.77 (*s*)	0.76 (*s*)
25	0.84 (*s*)	0.83 (*s*)
26	1.04 (*s*)	1.03 (*s*)
27	0.97 (*s*)	0.94 (*s*)
28	0.79 (*s*)	0.79 (*s*)
29	4.56 (*m*), 4.69 (*m*)	4.56 (*m*), 4.68 (*d*, J = 2.1 Hz)
30	1.69 (*s*)	1.68 (*s*)

[a] ข้อมูลจาก HMQC

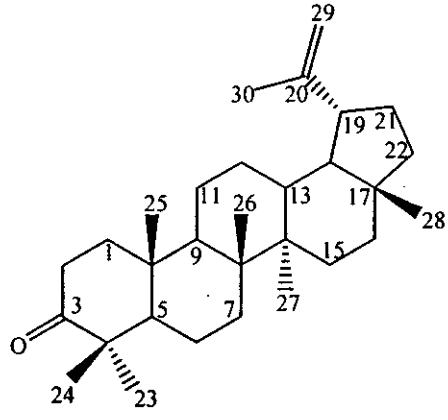
ตารางที่ 4 เปรียบเทียบข้อมูล ^{13}C NMR ของ Lupeol และสาร **PTH1** ($CDCl_3$)

ตำแหน่ง	Lupeol, δ_C (ppm)	สาร PTH1, δ_C (ppm)
1	38.7	38.7
2	27.4	27.4
3	79.0	79.0
4	38.8	38.9
5	55.3	55.3
6	18.3	18.3

ตารางที่ 4 (ต่อ)

ตำแหน่ง	Lupeol, δ_C (ppm)	สาร PTH1, δ_C (ppm)
7	34.2	34.3
8	40.8	40.8
9	50.4	50.5
10	37.1	37.2
11	20.9	20.9
12	25.1	25.2
13	38.0	38.1
14	42.8	42.8
15	27.4	27.5
16	35.5	35.6
17	43.0	43.0
18	48.2	48.3
19	47.9	48.0
20	150.9	151.0
21	29.8	29.9
22	40.0	40.0
23	28.0	28.0
24	15.4	15.4
25	16.1	16.1
26	16.0	16.0
27	14.5	14.6
28	18.0	18.0
29	109.3	109.3
30	19.3	19.3

3.1.2 สาร **PTH2**



สาร **PTH2** เป็นของแข็งสีขาว จุดหลอมเหลว 163-165°C, $[\alpha]_D^{28}$: +50.0° (c = 0.100, $CHCl_3$) ข้อมูล IR แสดงแถบดูดกลืนของหมู่คาร์บอนิลที่ 1704 cm^{-1} (ภาพประกอบที่ 5) การทดสอบกับ vanillin- sulfuric acid ให้สีม่วงแสดงว่าเป็นไตรเทอร์พีน

ข้อมูล ^1H และ ^{13}C NMR (ตารางที่ 5 ภาพประกอบที่ 6 และ 7) คล้ายกับ **PTH1** แต่มีข้อแตกต่างคือสัญญาณของออกซีเมไทน์โปรตอน H-3 ที่ δ 3.19 (*dd*, J = 10.8, 5.1 Hz) หายไป และสัญญาณของเมทิลีนโปรตอน H-2 ปรากฏที่สนามต่ำลง δ 2.49 (*m*) เมื่อเปรียบเทียบกับสัญญาณของ **PTH1** ซึ่งปรากฏที่ δ 1.56 (*m*) ข้อมูล ^{13}C NMR ของสาร **PTH2** แสดงสัญญาณของหมู่คาร์บอนิลที่ δ 217.0 ซึ่งเป็นสัญญาณของ C-3 และไม่ปรากฏสัญญาณของออกซีเมไทน์คาร์บอน ยืนยันตำแหน่งของหมู่คาร์บอนิลด้วยข้อมูล HMBC (ตารางที่ 5) โดยโปรตอน 3H-24 (δ 1.02) และ 3H-23 (δ 1.07) แสดงความสัมพันธ์กับ C-3 (δ 217.0), C-4 (δ 46.3) และ C-5 (δ 54.3) จากการเปรียบเทียบข้อมูล ^{13}C NMR กับข้อมูลของ Lupenone (Razdan *et al.*, 1988) (ตารางที่ 7) ที่เคยรายงานแล้ว ยืนยันได้ว่าสาร **PTH2** คือ Lupenone [จุดหลอมเหลว 168-170°C, $[\alpha]_D$ = +61.0° ($CHCl_3$)]

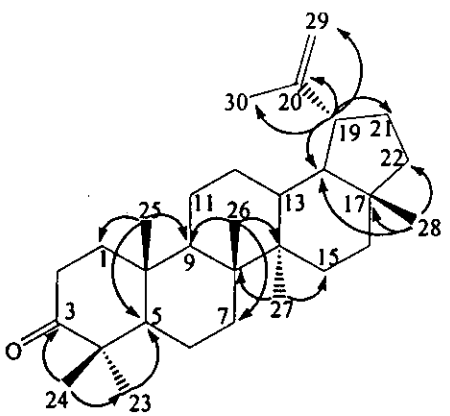
ตารางที่ 5 ข้อมูล ^{1}H NMR, ^{13}C NMR และ HMBC ของสาร **PTH2** ($CDCl_3$)

ตำแหน่ง	δ_C (ppm)		δ_H (ppm)	HMBC
1	38.6	CH_2	1.90 (*m*)[a]	
2	33.1	CH_2	2.49 (*m*)[a]	
3	217.0	C	-	
4	46.3	C	-	
5	54.3	CH	1.32 (*m*)[a]	
6	18.7	CH_2	1.45 (*m*)[a]	
7	32.6	CH_2	0.87 (*m*), 1.45 (*m*)[a]	
8	39.8	C	-	
9	48.8	CH	1.38 (*m*)[a]	
10	35.9	C	-	
11	20.5	CH_2	1.30 (*m*)[a]	
12	24.2	CH_2	1.68 (*m*)[a]	
13	37.2	CH	1.68 (*m*)[a]	
14	41.9	C	-	
15	26.4	CH_2	0.82 (*m*)[a]	
16	34.5	CH_2	1.37 (*m*), 1.50 (*m*)[a]	
17	42.0	C	-	
18	47.3	CH	1.38 (*m*)[a]	
19	47.0	CH	2.40 (*m*)	18, 20, 21. 29, 30
20	149.8	C	-	
21	28.8	CH_2	1.26 (*m*), 1.92 (*m*)[a]	
22	39.0	CH2	1.19 (*m*), 1.41 (*m*)[a]	
23	25.7	CH_3	1.07 (*s*)	3, 4, 5. 24
24	20.0	CH_3	1.02 (*s*)	3, 4, 5. 23
25	15.0	CH_3	0.93 (*s*)	5, 9, 10
26	14.8	CH_3	1.07 (*s*)	7, 8, 9, 14
27	13.5	CH_3	0.96 (*s*)	14, 15

ตารางที่ 5 (ต่อ)

ตำแหน่ง	δ_C (ppm)		δ_H (ppm)	HMBC
28	17.0	CH_3	0.80 (*s*)	17, 18, 22
29	108.1	CH_2	4.57 (*m*), 4.69 (*d*, *J* = 2.1 Hz)	19, 30
30	18.3	CH_3	1.68 (*s*)	19, 20, 29

[a] ข้อมูลจาก HMQC



รูปที่ 4 แสดงข้อมูล HMBC ของ **PTH2**

ตารางที่ 6 เปรียบเทียบข้อมูล ^{1}H NMR ของสาร **PTH1** และสาร **PTH2** ($CDCl_3$)

ตำแหน่ง	สาร PTH1, δ_H (ppm)	สาร PTH2, δ_H (ppm)
1	0.91 (*m*)[a]	1.90 (*m*)[a]
2	1.56 (*m*)[a]	2.49 (*m*)[a]
3	3.19 (*dd*, *J* = 10.8, 5.1 Hz)	-
5	0.69 (*m*)	1.32 (*m*)
6	1.40 (*m*), 1.55 (*m*)[a]	1.45 (*m*)[a]
7	1.40 (*m*)[a]	0.87 (*m*), 1.45 (*m*)[a]
9	1.28 (*m*)[a]	1.38 (*m*)[a]
11	1.22 (*m*), 1.45 (*m*)[a]	1.30 (*m*)[a]
12	1.08 (*m*)[a]	1.68 (*m*)[a]
13	1.67 (*m*)[a]	1.68 (*m*)[a]

ตารางที่ 6 (ต่อ)

ตำแหน่ง	สาร PTH1, δ_H (ppm)	สาร PTH2, δ_H (ppm)
15	1.56 (*m*)[a]	0.82 (*m*)[a]
16	1.51 (*m*)[a]	1.37 (*m*), 1.50 (*m*)[a]
18	1.38 (*m*)[a]	1.38 (*m*)[a]
19	2.38 (*dt*, *J* = 11.1, 5.7 Hz)	2.40 (*m*)
21	1.94 (*m*)[a]	1.26 (*m*), 1.92 (*m*)[a]
22	1.20 (*m*), 1.40 (*m*)[a]	1.19 (*m*), 1.41 (*m*)[a]
23	0.97 (*s*)	1.07 (*s*)
24	0.76 (*s*)	1.02 (*s*)
25	0.83 (*s*)	0.93 (*s*)
26	1.03 (*s*)	1.07 (*s*)
27	0.94 (*s*)	0.96 (*s*)
28	0.79 (*s*)	0.80 (*s*)
29	4.56 (*m*), 4.68 (*d*, *J* = 2.1 Hz)	4.57 (*m*), 4.69 (*d*, *J* = 2.1 Hz)
30	1.68 (*s*)	1.68 (*s*)

[a] ข้อมูลจาก HMQC

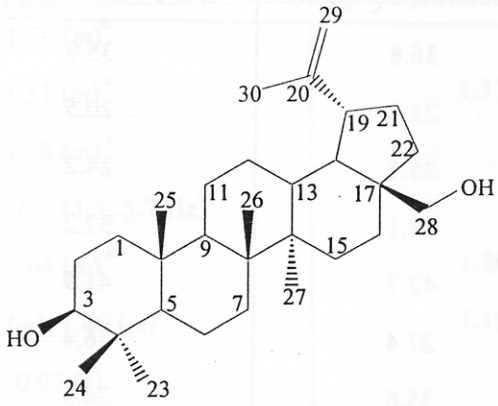
ตารางที่ 7 เปรียบเทียบข้อมูล ^{13}C NMR ของ Lupenone สาร **PTH1** และสาร **PTH2** ($CDCl_3$)

ตำแหน่ง	Lupenone, δ_C (ppm)	สาร PTH2, δ_C (ppm)	สาร PTH1, δ_C (ppm)
1	39.6	38.6	38.7
2	34.1	33.1	27.4
3	217.9	217.0	79.0
4	47.2	46.3	38.9
5	55.8	54.3	55.3
6	19.6	18.7	18.3
7	33.5	32.6	34.3
8	40.7	39.8	40.8
9	49.7	48.8	50.5

ตารางที่ 7 (ต่อ)

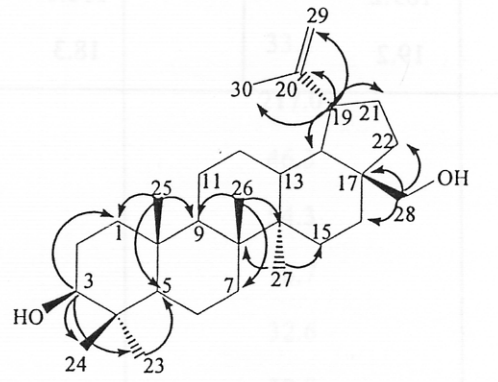
ตำแหน่ง	Lupenone, δ_C (ppm)	สาร PTH2, δ_C (ppm)	สาร PTH1, δ_C (ppm)
10	36.8	35.9	37.2
11	21.4	20.5	20.9
12	25.1	24.2	25.2
13	38.1	37.2	38.1
14	42.7	41.9	42.8
15	27.4	26.4	27.5
16	35.6	34.5	35.6
17	42.7	42.0	43.0
18	48.2	47.3	48.3
19	47.8	47.0	48.0
20	150.5	149.8	151.0
21	29.8	28.8	29.9
22	39.9	39.0	40.0
23	26.6	25.7	28.0
24	21.0	20.0	15.4
25	15.8	15.0	16.1
26	15.4	14.8	16.0
27	14.4	13.5	14.6
28	18.0	17.0	18.0
29	109.2	108.1	109.3
30	19.2	18.3	19.3

3.1.3 สาร **PTH3**



สาร **PTH3** เป็นของแข็งสีขาว มีจุดหลอมเหลว 230-231°C, $[\alpha]_D^{28}$: +16.7° (*c* = 0.150, $CHCl_3$) ให้สีม่วงกับ vanillin-sulfuric acid แสดงข้อมูล IR เหมือนกับ **PTH1**

การเปรียบเทียบข้อมูล ^1H และ ^{13}C NMR (ตารางที่ 9 และ 10 ตามลำดับ) ของสาร **PTH3** (ตารางที่ 8 ภาพประกอบที่ 8 และ 9) และ **PTH1** พบว่าคล้ายกัน มีข้อแตกต่างคือ **PTH3** แสดงสัญญาณเมทิลเป็นซิงเกลตหกสัญญาณ ที่ δ 0.76, 0.82, 0.97, 0.98, 1.02 และ 1.68 และยังปรากฏสัญญาณของ AB system ของออกซีเมทิลีนโปรตอนที่ δ3.80 (1H, *dd*, *J* = 10.8, 1.5 Hz) และ 3.33 (1H, *d*, *J* = 10.8 Hz) ซึ่งไม่พบสัญญาณนี้ใน **PTH1** จากข้อมูล HMBC (ตารางที่ 8) ออกซีเมทิลีนโปรตอน (2H-28) แสดงความสัมพันธ์กับ C-16 (δ 29.2), C-17 (δ 47.8) และ C-22 (δ 34.0), แสดงว่าออกซีเมทิลีนโปรตอนต่ออยู่กับ C-28 (δ 60.6) เมื่อเปรียบเทียบข้อมูลทางสเปกโทรสโกปีกับข้อมูลที่มีรายงานแล้ว (Tinto *et. al.*, 1992) พบว่าสาร **PTH3** คือ Betulin (ตารางที่ 9 และ 10) [จุดหลอมเหลว 236-238°C, $[\alpha]_D$ = 24.0° (c = 0.075, pyridine)]



รูปที่ 5 แสดงข้อมูล HMBC ของสาร **PTH3**

ตารางที่ 8 ข้อมูล ^{1}H NMR, ^{13}C NMR และ HMBC ของสาร **PTH3** ($CDCl_3$)

ตำแหน่ง	δ_C (ppm)		δ_H (ppm)	HMBC
1	38.7	CH_2	0.90 (*m*), 1.70 (*m*)[a]	
2	27.4	CH_2	1.59 (*m*)[a]	
3	79.0	CH	3.19 (*dd*, *J* = 10.8, 5.1 Hz)	1, 4, 23, 24
4	38.9	C	-	
5	55.3	CH	0.68 (*m*)[a]	
6	18.3	CH_2	1.41 (*m*)[a]	
7	34.2	CH_2	1.04 (*m*), 1.40 (*m*)[a]	
8	40.9	C	-	
9	50.4	CH	1.27 (*m*)[a]	
10	37.2	C	-	
11	20.8	CH_2	1.28 (*m*), 1.46 (*m*)[a]	
12	25.2	CH_2	1.68 (*m*)[a]	
13	37.3	CH	1.67 (*m*)[a]	
14	42.7	C	-	
15	27.0	CH_2	1.11 (*m*), 1.66 (*m*)[a]	
16	29.2	CH_2	1.20 (*m*), 1.98 (*m*)[a]	
17	47.5	C	-	
18	48.8	CH	1.60 (*m*)[a]	
19	47.5	CH	2.38 (*dt*, *J* = 10.5, 5.7 Hz)	13, 18, 20, 21, 29, 30
20	150.5	C	-	
21	29.8	CH_2	1.91 (*m*)[a]	
22	34.0	CH_2	1.80 (*m*), 1.88 (*m*)[a]	
23	28.0	CH_3	0.97 (*s*)	3, 4, 5, 24
24	15.4	CH_3	0.76 (*s*)	3, 4, 5, 23
25	16.1	CH_3	0.82 (*s*)	1, 5, 9
26	16.0	CH_3	1.02 (*s*)	7, 8, 9, 14

ตารางที่ 8 (ต่อ)

ตำแหน่ง	δ_C (ppm)		δ_H (ppm)	HMBC
27	14.8	CH_3	0.98 (*s*)	8, 13, 14, 15
28	60.6	CH_2	3.33 (*d*, *J* = 10.8 Hz), 3.80 (*dd*, *J* = 10.8, 1.5 Hz)	16, 17, 22
29	109.7	CH_2	4.68 (*d*, *J* = 2.1 Hz), 4.58 (*m*)	19, 20, 30
30	19.1	CH_3	1.68 (*s*)	19, 20, 29

[a] ข้อมูลจาก HMQC

ตารางที่ 9 เปรียบเทียบข้อมูล ^{1}H NMR ของ Betulin สาร **PTH1** และ สาร **PTH3** ($CDCl_3$)

ตำแหน่ง	Betulin, δ_H (ppm)	สาร PTH1, δ_H (ppm)	สาร PTH3, δ_C (ppm)
1	0.89, 1.65	0.91 (*m*)[a]	0.90 (*m*), 1.70 (*m*)[a]
2	1.58	1.56 (*m*)[a]	1.59 (*m*)[a]
3	3.18	3.19 (*dd*, *J* = 10.8, 5.1 Hz)	3.19 (*dd*, *J* = 10.8, 5.1 Hz)
5	0.67	0.69 (*m*)[a]	0.68 (*m*)[a]
6	1.38, 1.52	1.40 (*m*), 1.55 (*m*)[a]	1.41 (*m*)[a]
7	1.39	1.40 (*m*)[a]	1.04 (*m*), 1.40 (*m*)[a]
9	1.27	1.28 (*m*)[a]	1.27 (*m*)[a]
11	1.19, 1.41	1.22 (*m*), 1.45 (*m*)[a]	1.28 (*m*), 1.46 (*m*)[a]
12	1.03, 1.63	1.08 (*m*)[a]	1.68 (*m*)[a]
13	1.64	1.67 (*m*)[a]	1.67 (*m*)[a]
15	1.04, 1.70	1.56 (*m*)[a]	1.11 (*m*), 1.66 (*m*)[a]
16	1.20, 1.93	1.51 (*m*)[a]	1.20 (*m*), 1.98 (*m*)[a]
18	1.57	1.38 (*m*)[a]	1.60 (*m*)[a]
19	2.38	2.38 (*dt*, *J* = 11.1, 5.7 Hz)	2.38 (*dt*, *J* = 10.5, 5.7 Hz)
21	1.40, 1.95	1.94 (*m*)[a]	1.91 (*m*)[a]
22	1.02, 1.86	1.20 (*m*), 1.40 (*m*)[a]	1.80 (*m*), 1.88 (*m*)[a]

ตารางที่ 9 (ต่อ)

ตำแหน่ง	Betulin, δ_H (ppm)	สาร PTH1, δ_H (ppm)	สาร PTH3, δ_C (ppm)
23	0.96	0.97 (*s*)	0.97 (*s*)
24	0.76	0.76 (*s*)	0.76 (*s*)
25	0.82	0.83 (*s*)	0.82 (*s*)
26	1.02	1.03 (*s*)	1.02 (*s*)
27	0.98	0.94 (*s*)	0.98 (*s*)
28	3.31, 3.77	0.79 (*s*)	3.33 (*d*, *J* = 10.8 Hz), 3.80 (*dd*, *J* = 10.8, 1.5 Hz)
29	4.58, 4.68	4.56 (*m*), 4.68 (*d*, *J* = 2.1 Hz)	4.58 (*m*), 4.68 (*d*, *J* = 2.1 Hz)
30	1.68	1.68 (*s*)	1.68 (*s*)

[a] ข้อมูลจาก HMQC

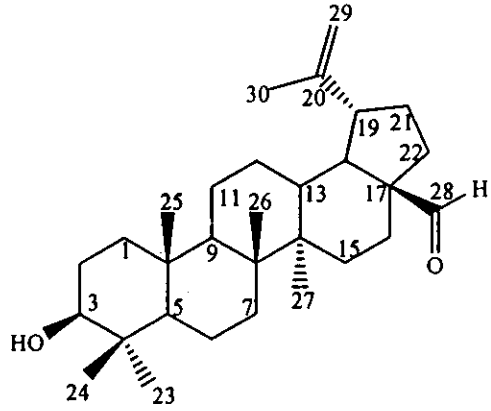
ตารางที่ 10 เปรียบเทียบข้อมูล ^{13}C NMR ของ Betulin สาร PTH1 และ สาร PTH3 ($CDCl_3$)

ตำแหน่ง	Betulin, δ_C (ppm)	สาร PTH1, δ_C (ppm)	สาร PTH3, δ_C (ppm)
1	38.8	38.7	38.7
2	27.2	27.4	27.4
3	78.9	79.0	79.0
4	38.9	38.9	38.9
5	55.3	55.3	55.3
6	18.3	18.3	18.3
7	34.3	34.3	34.2
8	40.9	40.8	40.9
9	50.4	50.5	50.4
10	37.2	37.2	37.2
11	20.9	20.9	20.8
12	25.3	25.2	25.2
13	27.3	38.1	37.3

ตารางที่ 10 (ต่อ)

ตำแหน่ง	Betulin, δ_C (ppm)	สาร PTH1, δ_C (ppm)	สาร PTH3, δ_C (ppm)
14	42.7	42.8	42.7
15	27.0	27.5	27.0
16	29.2	35.6	29.2
17	47.8	43.0	47.5
18	48.8	48.3	48.8
19	47.8	48.0	47.5
20	150.6	151.0	150.5
21	29.8	29.9	29.8
22	34.0	40.0	34.0
23	28.0	28.0	28.0
24	15.4	15.4	15.4
25	16.1	16.1	16.1
26	16.0	16.0	16.0
27	14.8	14.6	14.8
28	60.2	18.0	60.6
29	109.6	109.3	109.7
30	19.1	19.3	19.1

3.1.4 สาร **PTH4**



สาร PTH4 เป็นของหนืดไม่มีสี ให้สีม่วงกับ vanillin-sulfuric acid สารนี้ไม่เสถียร สลายตัวง่าย จึงไม่มีข้อมูลค่าสเปซิฟิกโรเตชัน

ข้อมูล ^{1}H และ ^{13}C NMR ของ **PTH4** (ตารางที่ 11 ภาพประกอบที่ 10 และ 11) คล้ายกับ **PTH1** (ตารางที่ 12 และ 13) แต่ **PTH4** แสดงสัญญาณเมทิลซิงเกลตพียง 6 สัญญาณ ที่ δ 0.75, 0.82, 0.92, 0.96, 0.98 และ1.70 นอกจากนั้นยังแสดงสัญญาณของแอลดีไฮด์โปรตอนที่ δ 9.68 (1H, *d*, *J* = 1.5 Hz) พบว่าสัญญาณของเมไทน์โปรตอน H-19 ที่ δ 2.86 ปรากฏที่สนามต่ำกว่า **PTH1** (δ 2.38) ข้อมูล HMBC (ตารางที่ 11) แสดงว่าหมู่ แอลดีไฮด์ต่ออยู่ที่ตำแหน่ง C-28 (δ 206.7) เนื่องจาก H-28 (δ 9.68) แสดงความสัมพันธ์กับ C-17 (δ 59.3) และ C-18 (δ 48.1) จากการเปรียบเทียบข้อมูลทางสเปกโทรสโกปีกับข้อมูลที่มีรายงานแล้ว (Macias *et al.*, 1994) (ตารางที่ 12 และ 13) พบว่าสาร **PTH4** คือ Betulinaldehyde

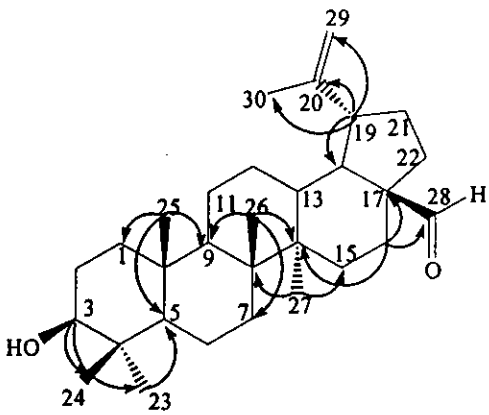
ตารางที่ 11 ข้อมูล ^{1}H NMR, ^{13}C NMR และ HMBC ของสาร **PTH4** ($CDCl_3$)

ตำแหน่ง	δ_C (ppm)		δ_H (ppm)	HMBC
1	38.7	CH_2	1.67 (*m*), 2.04 (*m*)[a]	
2	27.4	CH_2	1.58 (*m*), 1.66 (*m*)[a]	
3	79.0	CH	3.18 (*dd*, *J* = 10.8, 5.1 Hz)[a]	23, 24
4	38.8	C	-	
5	55.3	CH	0.67 (*m*)[a]	
6	18.3	CH_2	1.40 (*m*), 1.55 (*m*)[a]	
7	34.3	CH_2	1.38 (*m*), 1.44 (*m*)[a]	
8	40.8	C	-	
9	50.5	CH	1.26 (*m*)[a]	
10	37.2	C	-	
11	20.7	CH_2	1.27 (*m*), 1.46 (*m*)[a]	
12	25.2	CH_2	1.75 (*m*)[a]	
13	38.7	CH	0.93 (*m*)[a]	
14	42.6	C	-	
15	29.3	CH_2	1.46 (*m*)[a]	
16	28.8	CH_2	1.17 (*m*), 2.12 (*m*)[a]	14, 17, 18, 28
17	59.3	C	-	
18	48.1	CH	1.73 (*m*)[a]	
19	47.5	CH	2.86 (*dt*, *J* = 10.8, 5.7 Hz)	18, 21, 30
20	149.7	C	-	
21	29.9	CH_2	1.26 (*m*), 1.89 (*m*)[a]	
22	33.2	CH_2	1.34 (*m*), 1.80 (*m*)[a]	
23	28.0	CH_3	0.96 (*s*)	3, 4, 5, 24
24	15.3	CH_3	0.75 (*s*)	3, 4, 5, 23
25	16.1	CH_3	0.82 (*s*)	1, 5, 9, 10
26	15.9	CH_3	0.92 (*s*)	7, 8, 9, 14
27	14.3	CH_3	0.98 (*s*)	8, 14, 15

ตารางที่ 11 (ต่อ)

ตำแหน่ง	δ_C (ppm)		δ_H (ppm)	HMBC
28	206.7	CH	9.68 (*d*, *J* = 1.5 Hz)	17, 18
29	110.2	CH_2	4.63 (*m*), 4.76 (*m*)	19, 30
30	19.0	CH_3	1.70 (*s*)	19, 20, 29

[a] ข้อมูลจาก HMQC



รูปที่ 6 ข้อมูล HMBC ของสาร **PTH4**

ตารางที่ 12 เปรียบเทียบข้อมูล ^{1}H NMR ของ Betulinaldehyde สาร **PTH1** และสาร **PTH4** ($CDCl_3$)

ตำแหน่ง	**Betulinaldehyde,** δ_H **(ppm)**	สาร **PTH1,** δ_H **(ppm)**	สาร **PTH4,** δ_H **(ppm)**
1	0.90, 1.65	0.91 (*m*)[a]	1.67 (*m*), 2.04 (*m*)[a]
2	1.54, 1.59	1.56 (*m*)[a]	1.58 (*m*), 1.66 (*m*)[a]
3	3.17	3.19	3.18
	(*dd*, *J* = 11.1, 5.0 Hz)	(*dd*, *J* = 10.8, 5.1 Hz)	(*dd*, *J* = 10.8, 5.1 Hz)
5	0.67	0.69 (*m*)[a]	0.67 (*m*)[a]
6	1.36, 1.49	1.40 (*m*), 1.55 (*m*)[a]	1.40 (*m*), 1.55 (*m*)[a]
7	-	1.40 (*m*)[a]	1.38 (*m*), 1.44 (*m*)[a]

ตารางที่ 12 (ต่อ)

ตำแหน่ง	Betulinaldehyde, δ_H (ppm)	สาร PTH1, δ_H (ppm)	สาร PTH4, δ_H (ppm)
9	1.16	1.28 (*m*)[a]	1.26 (*m*)[a]
11	1.24, 1.42	1.22 (*m*), 1.45 (*m*)[a]	1.27 (*m*), 1.46 (*m*)[a]
12	1.02, 1.74	1.08 (*m*)[a]	1.75 (*m*)[a]
13	2.01	1.67 (*m*)[a]	0.93 (*m*)[a]
15	1.17	1.56 (*m*)[a]	1.46 (*m*)[a]
16	1.42, 2.06	1.51 (*m*)[a]	1.17 (*m*), 2.12 (*m*)[a]
18	1.71	1.38 (*m*)[a]	1.73 (*m*)[a]
19	2.85	2.38 (*dt*, J = 11.1, 5.7 Hz)	2.86 (*dt*, J = 10.8, 5.7 Hz)
21	1.45, 1.87	1.94 (*m*)[a]	1.26 (*m*), 1.89 (*m*)[a]
22	1.33, 1.74	1.20 (*m*), 1.40 (*m*)[a]	1.34 (*m*), 1.80 (*m*)[a]
23	0.95	0.97 (*s*)	0.96 (*s*)
24	0.74	0.76 (*s*)	0.75 (*s*)
25	0.80	0.83 (*s*)	0.82 (*s*)
26	0.90	1.03 (*s*)	0.92 (*s*)
27	0.96	0.94 (*s*)	0.98 (*s*)
28	9.66 (*d*)	0.79 (*s*)	9.68 (*d*, J = 1.5 Hz)
29	4.62, 4.74	4.56 (*m*), 4.68 (*d*, J = 2.1 Hz)	4.63 (*m*), 4.76 (*m*)
30	1.68	1.68 (*s*)	1.70 (*s*)

[a] ข้อมูลจาก HMQC

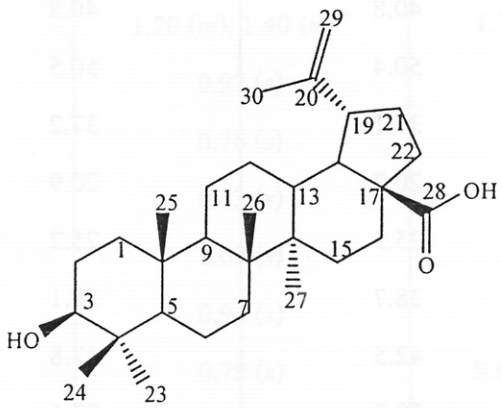
ตารางที่ 13 เปรียบเทียบข้อมูล ^{13}C NMR ของ Betulinaldehyde สาร **PTH1** และสาร **PTH4** ($CDCl_3$)

ตำแหน่ง	**Betulinaldehyde,** δ_C **(ppm)**	สาร **PTH1,** δ_C **(ppm)**	สาร **PTH4,** δ_C **(ppm)**
1	38.7	38.7	38.7
2	27.3	27.4	27.4
3	78.9	79.0	79.0
4	38.8	38.9	38.8
5	55.5	55.3	55.3
6	18.2	18.3	18.3
7	34.3	34.3	34.3
8	40.8	40.8	40.8
9	50.4	50.5	50.5
10	37.1	37.2	37.2
11	20.7	20.9	20.7
12	25.5	25.2	25.2
13	38.7	38.1	38.7
14	42.5	42.8	42.6
15	29.2	27.5	29.3
16	28.8	35.6	28.8
17	59.3	43.0	59.3
18	48.0	48.3	48.1
19	47.5	48.0	47.5
20	149.7	151.0	149.7
21	29.8	29.9	29.9
22	33.2	40.0	33.2
23	27.9	28.0	28.0
24	15.4	15.4	15.3
25	15.9	16.1	16.1

ตารางที่ 13 (ต่อ)

ตำแหน่ง	Betulinaldehyde, δ_C (ppm)	สาร PTH1, δ_C (ppm)	สาร PTH4, δ_C (ppm)
26	16.1	16.0	16.0
27	14.2	14.6	14.3
28	205.6	18.0	206.7
29	110.1	109.3	110.2
30	19.0	19.3	19.0

3.1.5 สาร **PTH5**



สาร **PTH5** เป็นของแข็งสีขาว จุดหลอมเหลว 279-280°C, $[\alpha]_D^{28}$: +15.0° (c = 0.100, $CHCl_3$) สารนี้ให้สีม่วงกับ vanillin-sulfuric acid ข้อมูล IR แสดงแถบการดูดกลืนของหมู่ไฮดรอกซิลที่ 3415 cm^{-1} และหมู่คาร์บอนิลที่ 1686 cm^{-1} (ภาพประกอบที่ 12)

ข้อมูล ^1H และ ^{13}C NMR ของ **PTH5** (ตารางที่ 14 ภาพประกอบที่ 13 และ 14) คล้ายกับ **PTH4** มีข้อแตกต่างคือไม่พบสัญญาณของแอลดีไฮด์โปรตอนที่ δ 9.68 (H-28) ใน **PTH5** และไม่พบสัญญาณของแอลดีไฮด์คาร์บอนที่ δ206.7 แต่พบสัญญาณของคาร์บอกซิล คาร์บอนที่ δ 179.1 ข้อมูลนี้บ่งชี้ว่ามีหมู่คาร์บอกซิลที่ตำแหน่ง 28 ยืนยันตำแหน่งของหมู่คาร์บอกซิลด้วยข้อมูล HMBC (ตารางที่ 14 รูปที่ 7) โดยเมทิลีนโปรตอนที่ δ 1.83 (1H, *m*, H-22a) และ 1.41 (1H, *m*, H-22b) แสดงความสัมพันธ์กับ C-17 (δ 56.1) และ C-28 (δ 179.1) จากข้อมูลทางสเปกโทรสโกปี และเปรียบเทียบกับข้อมูลที่มีการ

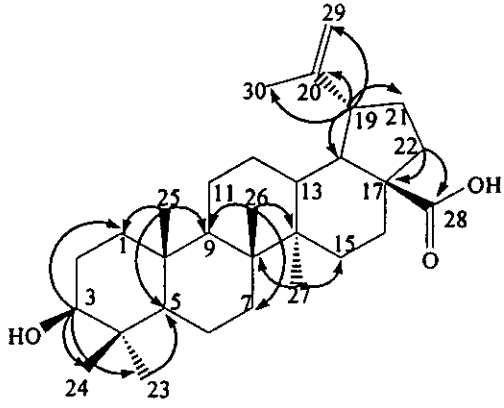
รายงานแล้วของ betulinic acid (Macias *et al.*, 1994) (ตารางที่ 15 และ 16) สาร **PTH5** คือ betulinic acid [จุดหลอมเหลว 273-275°C, $[\alpha]_D^{28}$: +6.8° (*c* = 2.0, pyridine)]

ตารางที่ 14 ข้อมูล ^{1}H NMR, ^{13}C NMR และ HMBC ของสาร **PTH5** ($CDCl_3$)

ตำแหน่ง	δ_C (ppm)		δ_H (ppm)	HMBC
1	38.7	CH_2	0.88 (*m*), 1.65 (*m*)[a]	
2	26.9	CH_2	1.57 (*m*), 1.61 (*m*)[a]	
3	78.7	CH	3.19 (*dd*, *J* = 10.8, 5.4 Hz)	4, 23, 24
4	38.7	C	-	
5	55.3	CH	0.69 (*m*)[a]	4, 6, 7, 9
6	18.2	CH_2	1.36 (*m*), 1.51 (*m*)[a]	
7	34.2	CH_2	1.38 (*m*)[a]	
8	40.6	C	-	
9	50.5	CH	1.26 (*m*)[a]	
10	37.1	C	-	
11	20.8	CH_2	1.23 (*m*), 1.43 (*m*)[a]	
12	25.4	CH_2	1.69 (*m*)[a]	
13	38.2	CH	2.22 (*m*)[a]	
14	42.3	C	-	
15	29.6	CH_2	1.15 (*m*), 1.51 (*m*)[a]	
16	32.2	CH_2	1.40 (*m*), 2.25 (*m*)[a]	
17	56.1	C	-	
18	49.1	CH	1.58 (*m*)[a]	
19	46.9	CH	3.01 (*m*)[a]	18, 20, 21, 29, 30
20	150.7	C	-	
21	30.5	CH_2	1.42 (*m*), 1.91 (*m*)[a]	
22	37.1	CH_2	1.41 (*m*), 1.93 (*m*)[a]	17, 18, 28
23	27.6	CH_3	0.97 (*s*)	3, 4, 5, 24
24	15.2	CH_3	0.75 (*s*)	3, 4, 5, 23

ตารางที่ 14 (ต่อ)

ตำแหน่ง	δ_C (ppm)		δ_H (ppm)	HMBC
25	15.9	CH_3	0.82 (*s*)	1, 5, 9, 10
26	15.6	CH_3	0.94 (*s*)	7, 8, 9, 14
27	14.5	CH_3	0.98 (*s*)	8, 13, 14, 15
28	179.1	C	-	
29	109.3	CH_2	4.61 (*br s*), 4.74 (*br s*)	19, 30
30	19.1	CH_3	1.69 (*s*)	19, 20, 29



รูปที่ 7 ข้อมูล HMBC ของสาร **PTH5**

ตารางที่ 15 เปรียบเทียบข้อมูล ^{1}H NMR ของ Betulinic acid สาร **PTH4** และสาร **PTH5** ($CDCl_3$)

ตำแหน่ง	**Betulinic acid, δ_H (ppm),**	สาร **PTH4, δ_H (ppm)**	สาร **PTH5, δ_H (ppm)**
1	0.95, 1.70	0.91 (*m*), 1.67 (*m*)[a]	0.88 (*m*), 1.65 (*m*)[a]
2	1.57, 1.62	1.58 (*m*), 1.66 (*m*)[a]	1.57 (*m*), 1.61 (*m*)[a]
3	3.13 (*dd*, *J* = 11.5, 4.9 Hz)	3.18 (*dd*, *J* = 10.8, 5.1 Hz)	3.19 (*dd*, *J* = 10.8, 5.4 Hz)
5	0.71	0.67 (*m*)[a]	0.69 (*m*)[a]
6	1.45, 1.55	1.40 (*m*), 1.55 (*m*)[a]	1.36 (*m*), 1.51 (*m*)[a]
7	1.42	1.38 (*m*), 1.44 (*m*)[a]	1.38 (*m*)[a]
9	1.33	1.26 (*m*)[a]	1.26 (*m*)[a]
11	1.25, 1.45	1.27 (*m*), 1.46 (*m*)[a]	1.23 (*m*), 1.43 (*m*)[a]
12	1.07, 1.73	1.75 (*m*)[a]	1.69 (*m*)[a]
13	2.30	2.03 (*m*)[a]	2.22 (*m*)[a]
15	1.18, 1.53	1.46 (*m*)[a]	1.15 (*m*), 1.51 (*m*)[a]
16	1.43, 2.23	1.17 (*m*), 2.12 (*m*)[a]	1.40 (*m*), 2.25 (*m*)[a]
18	1.63	1.73 (*m*)[a]	1.58 (*m*)[a]
19	3.02	2.86 (*dt*, *J* = 10.8, 5.7 Hz)	3.01 (*m*)
21	1.40, 1.93	1.26 (*m*), 1.89 (*m*)[a]	1.42 (*m*), 1.91 (*m*)[a]
22	1.43, 1.91	1.34 (*m*), 1.80 (*m*)[a]	1.41 (*m*), 1.93 (*m*)[a]
23	0.95	0.96 (*s*)	0.97 (*s*)
24	0.75	0.75 (*s*)	0.75 (*s*)
25	0.86	0.82 (*s*)	0.82 (*s*)
26	0.97	0.92 (*s*)	0.94 (*s*)
27	1.01	0.98 (*s*)	0.98 (*s*)

ตารางที่ 15 (ต่อ)

ตำแหน่ง	Betulinic acid, δ_H (ppm)	สาร PTH4, δ_H (ppm)	สาร PTH5, δ_H (ppm)
28	-	9.68 (*d*, *J* = 1.5 Hz)	-
29	4.59 (*dd*, *J* = 2.2, 1.0 Hz), 4.71 (*d*, *J* = 2.2 Hz)	4.63 (*m*), 4.76 (*m*)	4.61 (*br s*), 4.74 (*br s*)
30	1.69 (*d*, *J* = 1.0 Hz)	1.70 (*s*)	1.69 (*s*)

[a] ข้อมูลจาก HMQC

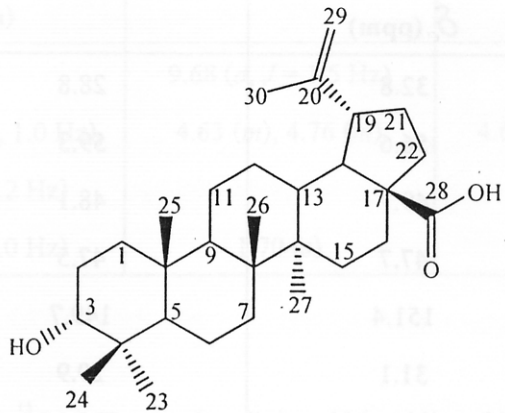
ตารางที่ 16 เปรียบเทียบข้อมูล ^{13}C NMR ของ Betulinic acid (pyridine-d_5) สาร **PTH4** และสาร **PTH5** ($CDCl_3$+CD_3OD)

ตำแหน่ง	Betulinic acid, δ_C (ppm)	สาร PTH4, δ_C (ppm)	สาร PTH5, δ_C (ppm)
1	38.5	38.7	38.7
2	28.2	27.4	26.9
3	78.1	79.0	78.7
4	39.4	38.8	38.7
5	55.9	55.3	55.3
6	18.7	18.3	18.2
7	34.7	34.3	34.2
8	41.0	40.8	40.6
9	50.9	50.5	50.5
10	37.5	37.2	37.1
11	21.1	20.7	20.8
12	26.0	25.2	25.4
13	39.2	38.7	38.2
14	42.8	42.6	42.3
15	30.2	29.3	29.6

ตารางที่ 16 (ต่อ)

ตำแหน่ง	Betulinic acid, δ_C (ppm)	สาร PTH4, δ_C (ppm)	สาร PTH5, δ_C (ppm)
16	32.8	28.8	32.2
17	56.6	59.3	56.1
18	49.7	48.1	49.1
19	47.7	47.5	46.9
20	151.4	149.7	150.7
21	31.1	29.9	30.5
22	37.4	33.2	37.1
23	28.5	28.0	27.6
24	16.2	15.3	15.2
25	16.3	16.1	15.9
26	16.2	16.0	15.6
27	14.8	14.3	14.5
28	179.0	206.7	179.1
29	110.0	110.2	109.3
30	19.4	19.0	19.1

1.6 สาร **PTH6**



สาร **PTH6** เป็นของแข็งสีขาว จุดหลอมเหลว 266-270°C, $[\alpha]_D^{28}$: -10.0° (c = 0.050, $CHCl_3$) สารนี้ให้สีม่วงกับ vanillin-sulfuric acid ข้อมูล IR คล้ายกับ **PTH5**

ข้อมูล ^1H และ ^{13}C NMR (ตารางที่ 17 ภาพประกอบที่ 15 และ 16) ของ **PTH6** คล้ายกับ **PTH5** (ตารางที่ 18 และ 19) แต่ลักษณะการแตกของสัญญาณของ H-3 ของ **PTH6** ที่ δ 3.38 เป็นทริพเลต (J = 2.7 Hz) แทนที่จะเป็น ดัพเลตดัพเลต (J = 10.8, 5.4 Hz) ดังที่พบใน **PTH5** ลักษณะการแตกของสัญญาณและค่าคงที่การคู่ควบที่มีค่าน้อยของ H-3 สอดคล้องกับรูปแบบการคู่ควบของ H-3 และ H-2 แบบ equatorial-equatorial และ equatorial-axial ซึ่งแสดงว่า H-3 อยู่ในตำแหน่ง equatorial ยืนยันตำแหน่งของหมู่ไฮดรอกซิลที่ C-3 ด้วยข้อมูล HMBC (ตารางที่ 17 รูปที่ 8) ซึ่งออกซีเมไทน์โปรตอนของ H-3 ที่ δ 3.38 แสดงความสัมพันธ์กับ C-1 (δ 33.2) และ C-5 (δ 49.0) จากข้อมูลทางสเปกโทรสโกปี และเปรียบเทียบกับข้อมูลที่มีการรายงานแล้ว (Sung *et al.*, 1991) (ตารางที่ 18 และ 19) สาร **PTH6** คือ 3-*epi*-betulinic acid ซึ่งเป็น epimer ของ betulinic acid **(PTH5)** [จุดหลอมเหลว 277-281°C, $[\alpha]_D^{28}$: -12.0° (c = 1.285, $CHCl_3$)]

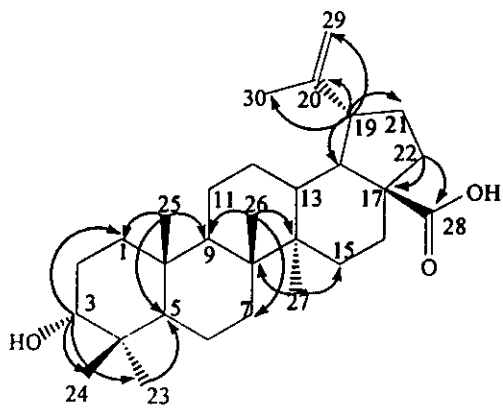
ตารางที่ 17 ข้อมูล ^{1}H NMR ^{13}C NMR และ HMBC ของสาร **PTH6** ($CDCl_3$ + CD_3OD)

ตำแหน่ง	δ_C (ppm)		δ_H (ppm)	HMBC
1	33.2	CH_2	1.18 (*m*)[a]	
2	25.5	CH_2	1.02 (*m*), 1.68 (*m*)[a]	
3	76.2	CH	3.38 (*t*, *J* = 2.7 Hz)[a]	1, 5,23, 24
4	37.5	C	-	
5	49.0	CH	1.18 (*m*)[a]	
6	18.2	CH_2	1.34 (*m*), 1.38 (*m*)[a]	
7	34.1	CH_2	1.30 (*m*)[a]	
8	40.8	C	-	
9	50.3	CH	1.40 (*m*)[a]	
10	37.3	C	-	
11	20.7	CH_2	1.42 (*m*)[a]	
12	25.3	CH_2	1.52 (*m*), 1.82 (*m*)[a]	
13	38.2	CH	2.21 (*m*)[a]	26, 27
14	42.5	C	-	
15	29.6	CH_2	1.14 (*m*)[a]	
16	32.2	CH_2	2.24 (*m*)[a]	
17	56.2	C	-	
18	49.2	CH	1.57 (*m*)[a]	
19	47.0	CH	3.00 (*m*)	
20	150.7	C	-	
21	30.6	CH_2	1.93 (*m*)[a]	17, 18, 19, 28
22	37.1	CH_2	1.95 (*m*)[a]	17, 18, 28
23	28.2	CH_3	0.93 (*s*)	3, 4, 5, 24
24	22.1	CH_3	0.82 (*s*)	3, 4, 5, 23
25	15.9	CH_3	0.94 (*s*)	1, 5, 9
26	15.9	CH_3	0.83 (*s*)	7, 8, 9, 14
27	14.7	CH_3	0.99 (*s*)	8, 13, 14, 15

ตารางที่ 17 (ต่อ)

ตำแหน่ง	δ_C (ppm)		δ_H (ppm)	HMBC
28	179.2	C	-	
29	109.5	CH_2	4.73 (*d*, *J* = 1.8 Hz), 4.60 (*m*)	19, 20, 30
30	19.3	CH_3	1.69 (*s*)	19, 20, 29

[a] ข้อมูลจาก HMQC



รูปที่ 8 ข้อมูล HMBC ของสาร PTH6

ตารางที่ 18 เปรียบเทียบข้อมูล ^{1}H NMR ของ 3-*epi*-betulinic acid ($CDCl_3$) สาร **PTH5** ($CDCl_3$) และสาร **PTH6** ($CDCl_3$+ CD_3OD)

ตำแหน่ง	3-*epi*-betulinic acid, δ_H (ppm)	สาร PTH5, δ_H (ppm)	สาร PTH6, δ_C (ppm)
1	-	0.87 (*m*), 1.65 (*m*)[a]	1.18 (*m*)[a]
2	-	1.57 (*m*), 1.61 (m)[a]	1.02 (*m*), 1.68 (*m*)[a]
3	3.39 (*t*, *J* = 2.7 Hz)	3.19 (*dd*, *J* = 10.8, 5.4 Hz)	3.38 (*t*, *J* = 2.7 Hz)
5	-	0.69 (*m*)[a]	1.18 (*m*)[a]
6	-	1.36 (*m*), 1.51 (*m*)[a]	1.34 (*m*), 1.38 (*m*)[a]
7	-	1.38 (*m*)[a]	1.30 (*m*)[a]
9	-	1.26 (*m*)[a]	1.40 (*m*)[a]
11	-	1.23 (m), 1.43 (*m*)[a]	1.42 (*m*)[a]
12	-	1.67 (*m*)[a]	1.52 (*m*), 1.82 (*m*)[a]
13	-	2.20 (*m*)[a]	2.21 (*m*)[a]
15	-	1.15 (*m*), 1.51 (*m*)[a]	1.14 (*m*)[a]
16	-	1.40 (m), 2.25 (*m*)[a]	2.24 (*m*)[a]
18	-	1.58 (*m*)[a]	1.57 (*m*)[a]
19	3.00 (*dt*, *J* = 11.0, 4.5 Hz)	3.01 (*m*)	3.00 (*m*)
21	-	1.42 (m), 1.91 (*m*)[a]	1.93 (*m*)[a]
22	-	1.41 (*m*), 1.93 (*m*)[a]	1.95 (*m*)[a]
23	0.92 (*s*)	0.97 (*s*)	0.93 (*s*)
24	0.80 (*s*)	0.75 (*s*)	0.82 (*s*)
25	0.92 (*s*)	0.82 (*s*)	0.94 (*s*)
26	0.81 (*s*)	0.94 (*s*)	0.83 (*s*)
27	0.98 (*s*)	0.98 (*s*)	0.99 (*s*)

ตารางที่ 18 (ต่อ)

ตำแหน่ง	3-*epi*-betulinic acid, δ_H (ppm)	สาร PTH5, δ_H (ppm)	สาร PTH6, δ_C (ppm)
29	4.59 (*m*), 4.72 (*m*)	4.61 (*br s*), 4.74 (*br s*)	4.60 (*m*), 4.73 (*d*, *J* = 1.8 Hz)
30	1.68 (*s*)	1.69 (*s*)	1.69 (*s*)

[a] ข้อมูลจาก HMQC

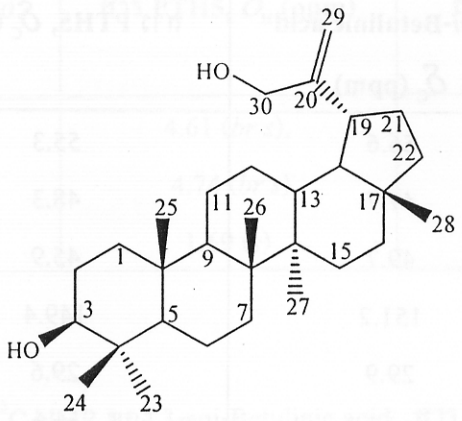
ตารางที่ 19 เปรียบเทียบข้อมูล ^{13}C NMR ของ 3-epi-Betulinic acid สาร **PTH5** และสาร **PTH6** ($CDCl_3$+CD_3OD)

ตำแหน่ง	3-*epi*-Betulinic acid δ_C (ppm)	สาร PTH5, δ_C (ppm)	สาร PTH6, δ_C (ppm)
1	34.0	37.7	33.2
2	23.2	26.4	25.5
3	75.5	78.0	76.2
4	39.0	37.9	37.5
5	49.3	54.4	49.0
6	18.6	17.3	18.2
7	34.8	33.3	34.1
8	41.3	39.7	40.8
9	50.7	49.5	50.3
10	37.7	36.2	37.3
11	21.0	19.8	20.7
12	26.1	24.5	25.3
13	38.5	37.4	38.2
14	42.9	41.4	42.5
15	31.2	28.7	29.6
16	32.8	31.2	32.2

ตารางที่ 19 (ต่อ)

ตำแหน่ง	3-*epi*-Betulinic acid δ_C (ppm)	สาร PTH5, δ_C (ppm)	สาร PTH6, δ_C (ppm)
17	56.6	55.3	56.2
18	47.7	48.3	49.2
19	49.7	45.9	47.0
20	151.2	149.4	150.7
21	29.9	29.6	30.6
22	37.5	36.0	37.1
23	29.2	27.0	28.2
24	22.5	14.3	22.1
25	16.4	15.1	15.9
26	16.4	15.0	15.9
27	14.9	13.7	14.7
28	178.7	179.6	179.2
29	109.8	108.7	109.5
30	19.4	18.4	19.3

3.1.8 สาร **PTH7**



สาร **PTH7** เป็นของแข็งสีขาว มีจุดหลอมเหลว 215-219°C, $[\alpha]_D^{28}$ -13.3° (c = 0.150, $CHCl_3$) สารนี้ให้สีม่วงกับ vanillin-sulfuric acid ข้อมูล IR คล้ายกับ **PTH1**

ข้อมูล ^1H และ ^{13}C NMR (ตารางที่ 20 ภาพประกอบที่ 17 และ 18) ของสาร **PTH7** และ **PTH1** คล้ายกัน แต่ **PTH7** แสดงสัญญาณเมทิลเป็นซิงเกลตเพียง 6 สัญญาณ (δ0.76, 0.78, 0.83, 0.94, 0.97 และ 1.03) และไม่พบสัญญาณของหมู่ไวนิลลิกเมทิล 3H-30 ที่δ1.68 (*s*) สัญญาณของโอลิฟินิกโปรตอนที่อยู่ปลายโซ่ 2H-29 [δ4.93 (*br s*) และ 4.90 (*br s*)] ปรากฏที่สนามต่ำกว่า **PTH1** [δ4.68 (*d*, J = 2.1 Hz) และ 4.56 (*m*)] นอกจากนั้นยังพบสัญญาณแบบ AB system ของออกซีเมทิลีนโปรตอนที่ δ 4.14 และ 4.09 มีค่าคงที่การคู่ควบ 15.3 Hz ซึ่งกำหนดให้เป็นสัญญาณของ 2H-30 โดยอาศัยข้อมูล HMBC (ตารางที่ 20 รูปที่ 9) 2H-30 แสดงความสัมพันธ์กับ C-19 (δ43.8), C-20 (δ154.8) และ C-29 (δ106.8) สาร **PTH7** คือ lup-20(29)-en-3β,30-diol โดยการเปรียบเทียบข้อมูลทางสเปกโทรสโกปีกับข้อมูลที่มีการรายงานแล้ว (Burns *et al.*, 2000) (ตารางที่ 21 และ 22) [จุดหลอมเหลว 230-232°C, $[\alpha]_D$ = -13.0° (c = 0.18, $CHCl_3$)]

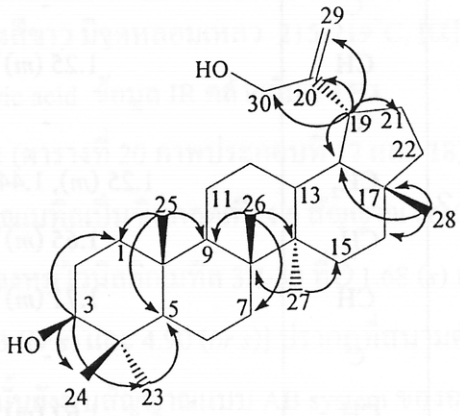
ตารางที่ 20 ข้อมูล ^{1}H NMR, ^{13}C NMR และ HMBC ของสาร **PTH7** ($CDCl_3$)

ตำแหน่ง	δ_C (ppm)		δ_H (ppm)	HMBC
1	38.7	CH_2	1.64 (*m*)[a]	
2	27.4	CH_2	1.58 (*m*)[a]	
3	79.0	CH	3.19 (*dd*, *J* = 10.8, 5.1 Hz)	1, 23, 24
4	38.9	C	-	
5	55.3	CH	0.68 (*m*)[a]	
6	18.3	CH_2	1.41 (*m*), 1.55 (*m*)[a]	
7	34.3	CH_2	1.40 (*m*)[a]	
8	40.9	C	-	
9	50.4	CH	1.25 (*m*)[a]	
10	37.2	C	-	
11	21.1	CH_2	1.25 (*m*), 1.44 (*m*)[a]	
12	26.7	CH_2	1.65 (*m*)[a]	
13	38.0	CH	1.71 (*m*)[a]	
14	42.8	C	-	
15	27.4	CH_2	1.62 (*m*)[a]	
16	35.5	CH_2	1.55 (*m*)[a]	
17	43.0	C	-	
18	48.9	CH	1.46 (*m*)[a]	
19	43.8	CH	2.28 (*dt*, *J* = 10.8, 4.8 Hz)	18, 19, 20, 21, 30
20	154.8	C	-	
21	31.8	CH_2	2.06 (*m*)[a]	
22	39.9	CH_2	1.24 (*m*), 1.41 (*m*)[a]	
23	28.0	CH_3	0.97 (*s*)	3, 4, 5, 24
24	15.4	CH_3	0.76 (*s*)	3, 4, 5, 23
25	16.1	CH_3	0.83 (*s*)	1, 5, 9, 10
26	16.0	CH_3	1.03 (*s*)	7, 8, 9, 14
27	14.5	CH_3	0.94 (*s*)	8, 14, 15

ตารางที่ 20 (ต่อ)

ตำแหน่ง	δ_C (ppm)		δ_H (ppm)	HMBC
28	17.7	CH_3	0.78 (*s*)	16, 17, 18, 22
29	106.8	CH_2	4.90 (*br s*), 4.93 (*br s*)	19, 20, 21, 30
30	65.0	CH_2	4.09 (*d*, *J* = 15.3 Hz), 4.14 (*d*, *J* = 15.3 Hz)	19, 20, 29

[a] ข้อมูลจาก HMQC



รูปที่ 9 ข้อมูล HMBC ของสาร **PTH7**

ตารางที่ 21 เปรียบเทียบข้อมูล ^{1}H NMR ของ lup-20(29)-en- 3β,30-diol สาร **PTH1** และสาร **PTH7** ($CDCl_3$)

ตำแหน่ง	lup-20(29)-en-3β,30-diol, δ_H (ppm)	สาร PTH1, δ_H (ppm)	สาร PTH7, δ_H (ppm)
1	0.89, 1.66	0.91 (*m*)[a]	1.64 (*m*)[a]
2	1.56, 1.61	1.56 (*m*)[a]	1.58 (*m*)[a]
3	3.19	3.19 (*dd*, *J* = 10.8, 5.1 Hz)	3.19 (*dd*, *J* = 10.8, 5.1 Hz)
5	0.68	0.69 (*m*)[a]	0.68 (*m*)[a]
6	1.39, 1.52	1.40 (*m*), 1.55 (*m*)[a]	1.41 (*m*), 1.55 (*m*)[a]
7	1.39	1.40 (*m*)[a]	1.40 (*m*)[a]
9	1.26	1.28 (*m*)[a]	1.25 (*m*)[a]
11	1.22, 1.42	1.22 (*m*), 1.45 (*m*)[a]	1.25 (*m*), 1.44 (*m*)[a]
12	1.09, 1.42	1.08 (*m*)[a]	1.65 (*m*)[a]
13	1.65	1.67 (*m*)[a]	1.71 (*m*)[a]
15	1.02, 1.69	1.56 (*m*)[a]	1.62 (*m*)[a]
16	1.39, 1.49	1.51 (*m*)[a]	1.55 (*m*)[a]
18	1.45	1.38 (m)[a]	1.46 (*m*)[a]
19	2.28	2.38 (*dt*, *J* = 11.1, 5.7Hz)	2.28 (*dt*, *J* = 10.8, 4.8 Hz)
21	1.33, 2.06	1.94 (*m*)[a]	1.26 (*m*), 2.06 (*m*)[a]
22	1.25, 1.40	1.20 (*m*), 1.40 (*m*)[a]	1.24 (*m*), 1.41 (*m*)[a]
23	0.97	0.97 (*s*)	0.97 (*s*)
24	0.76	0.76 (*s*)	0.76 (*s*)
25	0.83	0.83 (*s*)	0.83 (*s*)
26	1.03	1.03 (*s*)	1.03 (*s*)
27	0.95	0.94 (*s*)	0.94 (*s*)

ตารางที่ 21 (ต่อ)

ตำแหน่ง	lup-20(29)-en- 3β, 30-diol, δ_H (ppm)	สาร PTH1, δ_H (ppm)	สาร PTH7, δ_H (ppm)
28	0.78	0.79 (*s*)	0.78 (*s*)
29	4.91, 4.94	4.56 (*m*), 4.68 (*d*, *J* = 2.1 Hz)	4.90 (*br s*), 4.93 (*br s*)
30	4.11, 4.13	1.68 (*s*)	4.09 (*d*, *J* = 15.3 Hz), 4.14 (*d*, *J* = 15.3 Hz)

[a] ข้อมูลจาก HMQC

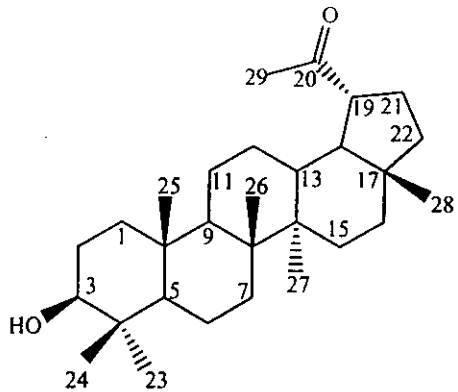
ตารางที่ 22 เปรียบเทียบข้อมูล ^{13}C NMR ของ **lup-20(29)-en- 3β, 30-diol,** สาร **PTH1** และสาร **PTH7** ($CDCl_3$)

ตำแหน่ง	lup-20(29)-en- 3β, 30-diol, δ_C (ppm)	สาร PTH1, δ_C (ppm)	สาร PTH7, δ_C (ppm)
1	38.7	38.7	38.7
2	27.4	27.4	27.4
3	79.0	79.0	79.0
4	38.9	38.9	38.9
5	55.3	55.3	55.3
6	18.3	18.3	18.3
7	34.3	34.3	34.3
8	40.9	40.8	40.9
9	50.4	50.5	50.4
10	37.2	37.2	37.2
11	21.0	20.9	21.1
12	26.7	25.2	26.7
13	38.0	38.1	38.0
14	42.8	42.8	42.8

ตารางที่ 22 (ต่อ)

ตำแหน่ง	lup-20(29)-en- 3β, 30-diol, δ_C (ppm)	สาร PTH1, δ_C (ppm)	สาร PTH7, δ_C (ppm)
15	27.4	27.5	27.4
16	35.5	35.6	35.5
17	43.0	43.0	43.0
18	48.9	48.3	48.9
19	43.8	48.0	43.8
20	154.8	151.0	154.8
21	31.8	29.9	31.8
22	39.9	40.0	39.9
23	28.0	28.0	28.0
24	15.4	15.4	15.4
25	16.1	16.1	16.1
26	16.0	16.0	16.0
27	14.5	14.6	14.5
28	17.7	18.0	17.7
29	106.8	109.3	106.8
30	65.0	19.3	65.0

3.1.7 สาร **PTH8**



สาร PTH8 เป็นของแข็งสีขาว มีจุดหลอมเหลว 234-235°C, $[\alpha]_D^{28}$: -22.7° (*c* = 0.220, $CHCl_3$) สารนี้ให้สีน้ำเงินกับ vanillin-sulfuric acid ข้อมูล IR แสดงแถบการดูดกลืนของหมู่ไฮดรอกซิล (3414 cm^{-1}) และหมู่คาร์บอนิล (1694 cm^{-1})

ข้อมูล ^1H และ ^{13}C NMR (ตารางที่ 23 ภาพประกอบที่ 19 และ 20) ของสาร **PTH8** และ **PTH1** คล้ายกัน มีข้อแตกต่างคือ **PTH8** ไม่พบสัญญาณโอลิฟินิกโปรตอนที่ปลายโซ่ของ 2H-29 ที่ δ 4.68 (*d*, *J* = 2.1 Hz) และ 4.56 (*m*) และไม่พบสัญญาณของไวนิลิกเมทิลที่ δ 1.68 แต่พบสัญญาณเป็นซิงเกลตของอะเซทิลโปรตอนที่ δ 2.15 (3H, *s*) นอกจากนั้นข้อมูล ^{13}C NMR แสดงสัญญาณของคาร์บอนิลคาร์บอนที่ δ212.9 ระบุตำแหน่งของอะเซทิลโปรตอนที่ C-29 โดยใช้ข้อมูลของ HMBC (ตารางที่ 23 รูปที่ 10) โปรตอนที่ δ2.15 (3H-29) แสดงความสัมพันธ์กับ δ52.6 (C-19) และδ212.9 (C-20) จากข้อมูลที่กล่าวมาแล้ว และเปรียบเทียบกับข้อมูลที่มีการรายงานแล้ว สาร **PTH8** คือ 30-nor-lupan-3β-ol-20-one (Koul *et al*, 2000) (ตารางที่ 24 และ 25) [จุดหลอมเหลว 238-239°C, $[\alpha]_D^{25}$ = -10.2° (*c* = 0.030, $CHCl_3$)]

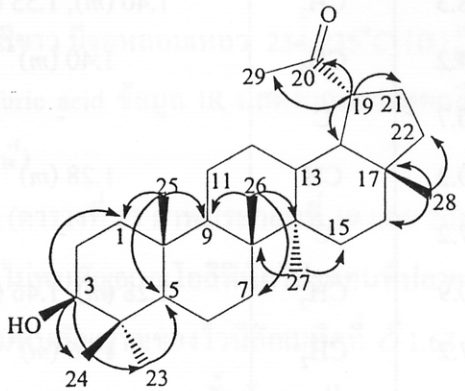
ตารางที่ 23 ข้อมูล ^{1}H NMR, ^{13}C NMR และ HMBC ของสาร **PTH8** ($CDCl_3$)

ตำแหน่ง	δ_C (ppm)		δ_H (ppm)	HMBC
1	38.7	CH_2	0.89 (*m*), 1.67 (*m*)[a]	
2	27.4	CH_2	1.49 (*m*), 1.57 (*m*)[a]	
3	78.9	CH	3.19 (*dd*, *J* = 11.1, 5.1 Hz)	1, 23, 24
4	38.9	C	-	
5	55.3	CH	0.68 (*m*)[a]	1, 4, 10, 23
6	18.3	CH_2	1.40 (*m*), 1.55 (*m*)[a]	
7	34.2	CH_2	1.40 (*m*)[a]	
8	40.7	C	-	
9	50.3	CH	1.28 (*m*)[a]	
10	37.2	C	-	
11	20.9	CH_2	1.28 (*m*), 1.46 (*m*)[a]	
12	27.2	CH_2	1.06 (*m*)[a]	
13	37.0	CH	1.59 (*m*)[a]	
14	42.7	C	-	
15	27.3	CH_2	1.64 (*m*), 1.70 (*m*)[a]	
16	35.0	CH_2	1.49 (*m*)[a]	
17	43.1	C	-	
18	49.7	CH	1.81 (*t*, *J* = 11.4 Hz)	12, 16, 17, 19, 20, 22, 28
19	52.6	CH	2.58 (*dt*, *J* = 11.4, 5.7 Hz)	13, 18, 20, 21
20	212.9	C	-	
21	27.6	CH_2	2.05 (*m*)[a]	
22	39.9	CH_2	1.35 (*m*), 1.49 (*m*)[a]	
23	28.0	CH_3	0.97 (*s*)	3, 4, 5, 24
24	15.4	CH_3	0.76 (*s*)	3, 4, 5, 23
25	15.9	CH_3	0.82 (*s*)	1, 5, 9, 10
26	16.1	CH_3	1.01 (*s*)	7, 8, 9, 14

ตารางที่ 23 (ต่อ)

ตำแหน่ง	δ_C (ppm)		δ_H (ppm)	HMBC
27	14.5	CH_3	0.97 (*s*)	8, 13, 14, 15
28	18.0	CH_3	0.77 (*s*)	16, 17, 18, 22
29	29.2	CH_3	2.15 (*s*)	19, 20

[a] ข้อมูลจาก HMQC



รูปที่ 10 ข้อมูล HMBC ของสาร **PTH8**

ตารางที่ 24 เปรียบเทียบข้อมูล ^{1}H NMR ของสาร 30-*nor*-lupan-3β-ol-20-one สาร **PTH1** และสาร **PTH8** ($CDCl_3$)

ตำแหน่ง	30-nor-lupan-3β-ol-20-one, δ_H (ppm)	สาร PTH1, δ_H (ppm)	สาร PTH8, δ_H (ppm)
1	-	0.91 (*m*)[a]	0.89 (*m*), 1.67 (*m*)[a]
2	-	1.56 (*m*)[a]	1.49 (*m*), 1.57 (*m*)[a]
3	3.20 (*dd*, *J* = 7.6, 4 Hz)	3.19 (*dd*, *J* = 10.8, 5.1 Hz)	3.19 (*dd*, *J* = 11.1, 5.1 Hz)
5	-	0.69 (*m*)[a]	0.68 (*m*)[a]
6	-	1.40 (*m*), 1.55 (*m*)[a]	1.40 (*m*), 1.55 (*m*)[a]
7	-	1.40 (*m*)[a]	1.40 (*m*)[a]
9	-	1.28 (*m*)[a]	1.28 (*m*)[a]
11	-	1.22 (*m*), 1.45 (*m*)[a]	1.28 (*m*), 1.46 (*m*)[a]
12	-	1.08 (*m*)[a]	1.06 (*m*)[a]
13	-	1.67 (*m*)[a]	1.59 (*m*)[a]
15	-	1.56 (*m*)[a]	1.64 (*m*), 1.70 (*m*)[a]
16	-	1.51 (*m*)[a]	1.49 (*m*)[a]
18	-	1.38 (*m*)[a]	1.81 (*t*, *J* = 11.4 Hz)
19	-	2.38 (*dt*, *J* =11.1, 5.7 Hz)	2.58 (*dt*, *J* =11.4, 5.7 Hz)
21	-	1.94 (*m*)[a]	2.05 (*m*)[a]
22	-	1.20 (*m*), 1.40 (*m*)[a]	1.35 (*m*), 1.49 (*m*)[a]
23	0.80 (*s*)	0.97 (*s*)	0.97 (*s*)
24	0.84 (*s*)	0.76 (*s*)	0.76 (*s*)
25	0.88 (*s*)	0.83 (*s*)	0.82 (*s*)
26	1.02 (*s*)	1.03 (*s*)	1.01 (*s*)
27	0.97 (*s*)	0.94 (*s*)	0.97 (*s*)

ตารางที่ 24 (ต่อ)

ตำแหน่ง	30-nor-lupan-3β-ol-20-one, δ_H (ppm)	สาร PTH1, δ_H (ppm)	สาร PTH8, δ_H(ppm)
28	0.95 (*s*)	0.79 (*s*)	0.77 (*s*)
29	2.15 (*d*, *J* = 4.6 Hz)	4.56 (*m*), 4.68 (*d*, *J* = 2.1 Hz)	2.15 (*s*)
30	-	1.68 (*s*)	-

[a] ข้อมูลจาก HMQC

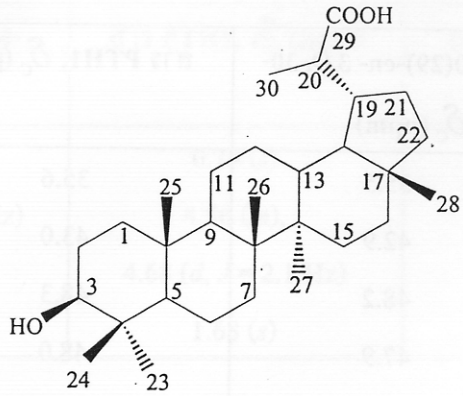
ตารางที่ 25 เปรียบเทียบข้อมูล ^{13}C NMR ของ **30-*nor*-lupan-3β-ol-20- one** สาร **PTH1** และสาร **PTH8** ($CDCl_3$)

ตำแหน่ง	30-nor-lupan-3β-ol-20-one, δ_C (ppm)	สาร PTH1, δ_C (ppm)	สาร PTH8, δ_C (ppm)
1	39.2	38.7	38.7
2	25.2	27.4	27.4
3	76.3	79.0	78.9
4	38.4	38.9	38.9
5	55.2	55.3	55.3
6	18.1	18.3	18.3
7	34.2	34.3	34.2
8	41.1	40.8	40.7
9	50.1	50.5	50.3
10	36.3	37.2	37.2
11	22.6	20.9	20.9
12	28.7	25.2	27.2
13	37.5	38.1	37.0
14	43.6	42.8	42.7
15	27.4	27.5	27.3

ตารางที่ 25 (ต่อ)

ตำแหน่ง	lup-20(29)-en- 3β, 30-diol, δ_C (ppm)	สาร PTH1, δ_C (ppm)	สาร PTH8, δ_C (ppm)
16	35.5	35.6	35.0
17	42.9	43.0	43.1
18	48.2	48.3	49.7
19	47.9	48.0	52.6
20	207.3	151.0	212.9
21	31.0	29.9	27.6
22	40.1	40.0	39.9
23	28.5	28.0	28.0
24	15.4	15.4	15.4
25	16.2	16.1	15.9
26	15.9	16.0	16.1
27	14.5	14.6	14.5
28	18.4	18.0	18.0
29	23.5	109.3	29.2
30	-	19.3	-

สาร **PTH9**



สาร **PTH9** เป็นผลึกใสไม่มีสี พบว่าเมื่อหาจุดหลอมเหลว สารสลายตัวที่ >275°C, $[\alpha]_D^{28}$: -45.6° (*c* = 0.125, MeOH) ให้สีม่วงกับการทดสอบ vanillin-sulfuric acid ข้อมูล IR แสดงแถบการดูดกลืนของหมู่ไฮดรอกซิล (3413 cm^{-1}) และหมู่คาร์บอนิล (1697 cm^{-1})

การเปรียบเทียบข้อมูล ^1H และ ^{13}C NMR ของสาร **PTH9** และ **PTH1** (ตารางที่ 27 และ 28) ไม่ปรากฏสัญญาณของโอลิฟินิกโปรตอนที่อยู่ปลายโซ่ที่ δ 4.68 และ 4.56 ppm ใน **PTH9** (ภาพประกอบที่ 21 และ 22) แต่พบสัญญาณของ H-20 ที่ δ 2.76 ppm และสัญญาณเมทิลดับเลตที่ δ 1.13 (3H, *d*, *J* = 6.9 Hz, 3H-30) ข้อมูล ^{13}C NMR (ตารางที่ 26) แสดงสัญญาณของคาร์บอกซิลคาร์บอนของ C-29 ที่ δ 180.0 ppm ยืนยันตำแหน่งของหมู่คาร์บอกซิลด้วยข้อมูล HMBC (ตารางที่ 26 รูปที่ 11) โดยเมทิลโปรตอน (3H-30) แสดงความสัมพันธ์กับ C-19 (δ 43.4), C-20 (δ 41.8) และ C-29 (δ 180.0) จากข้อมูลทางสเปกโทรสโกปี สาร**PTH9** คือ 3β-hydroxylupan-29-oic acid ซึ่งเคยแยกได้จาก *Gymnosporia wallichiana* (Kulshreshtha, 1977) นอกจากนั้นยังยืนยันโครงสร้างของ **PTH9** ด้วยข้อมูลทางเอกซเรย์ (รูปที่ 12) (Thongdeeying *et al.*, 2005)

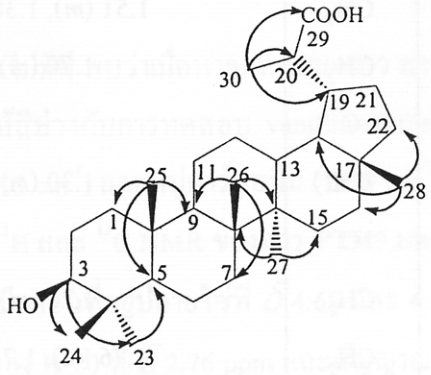
ตารางที่ 26 ข้อมูล ^{1}H NMR ^{13}C NMR และ HMBC ของสาร **PTH9** ($CDCl_3$ + CD_3OD)

ตำแหน่ง	δ_C (ppm)		δ_H (ppm)	HMBC
1	38.7	CH_2	1.70 (*m*)[a]	
2	27.0	CH_2	1.49 (*m*)[a]	
3	78.9	CH	3.20 (*dd*, *J* = 10.5, 5.7 Hz)	23, 24
4	38.8	C	-	
5	55.2	CH	0.69 (*m*)[a]	
6	18.3	CH_2	1.51 (*m*), 1.38 (*m*)[a]	
7	34.3	CH_2	1.70 (*m*)[a]	
8	40.8	C	-	
9	50.0	CH	1.30 (*m*)[a]	
10	37.1	C	-	
11	20.9	CH_2	1.28 (*m*)[a]	
12	23.7	CH_2	1.76 (*m*), 1.71(*m*)[a]	
13	37.7	CH	1.71 (*m*)[a]	
14	43.0	C	-	
15	27.3	CH_2	1.66 (*m*)[a]	
16	35.4	CH_2	1.29 (*m*)[a]	
17	43.0	C	-	
18	48.5	CH	1.41 (*m*)[a]	
19	43.4	CH	1.75 (*m*)[a]	
20	41.8	CH	2.76 (*m*)[a]	
21	27.1	CH_2	1.55 (*m*)[a]	
22	39.6	CH_2	1.30 (*m*)[a]	
23	27.9	CH_3	0.97 (*s*)	3, 4, 5, 24
24	15.3	CH_3	0.77 (*s*)	3, 4, 5, 23
25	16.0	CH_3	0.84 (*s*)	1, 5, 9, 10
26	16.0	CH_3	1.04 (*s*)	7, 8, 9, 14
27	14.3	CH_3	0.92 (*s*)	8, 13, 14, 15

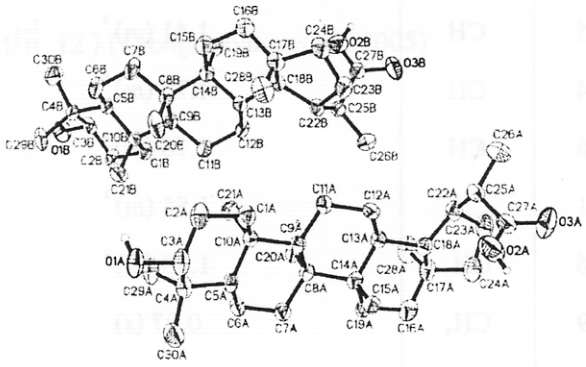
ตารางที่ 26 (ต่อ)

ตำแหน่ง	δ_C (ppm)		δ_H (ppm)	HMBC
28	17.7	CH_3	0.75 (*s*)	16, 17, 18, 22
29	180.0	C	-	-
30	17.3	CH_3	1.13 (*d*, *J* = 6.9 Hz)	19, 20, 29

[a] ข้อมูลจาก HMQC



รูปที่ 11 ข้อมูล HMBC ของสาร **PTH9**



รูปที่ 12 โครงสร้างเอกซเรย์ของสาร **PTH9**

ตารางที่ 27 เปรียบเทียบข้อมูล ^{1}H NMR ของสาร **PTH1** และ สาร **PTH9** ($CDCl_3$ + CD_3OD)

ตำแหน่ง	สาร PTH1, δ_H (ppm) ($CDCl_3$)	สาร PTH9, δ_H (ppm) ($CDCl_3$+ CD_3OD)
1	0.91 (*m*)[a]	1.70 (*m*)[a]
2	1.56 (*m*)[a]	1.49 (*m*)[a]
3	3.19 (*dd*, *J* = 10.8, 5.1 Hz)	3.20 (*dd*, *J* = 10.5, 5.7 Hz)
5	0.69 (*m*)[a]	0.69 (*m*)[a]
6	1.40 (*m*), 1.55 (*m*)[a]	1.51 (*m*), 1.38 (*m*)[a]
7	1.40 (*m*)[a]	1.70 (*m*)[a]
9	1.28 (*m*)[a]	1.30 (*m*)[a]
11	1.22 (*m*), 1.45 (*m*)[a]	1.28 (*m*)[a]
12	1.08 (*m*)[a]	1.76 (*m*), 1.71(*m*)[a]
13	1.67 (*m*)[a]	1.71 (*m*)[a]
15	1.56 (*m*)[a]	1.66 (*m*)[a]
16	1.51 (*m*)[a]	1.29 (*m*)[a]
18	1.38 (*m*)[a]	1.41 (*m*)[a]
19	2.38 (*dt*, *J* =11.1, 5.7 Hz)	1.75 (*m*)[a]
20	-	2.76 (*m*)[a]
21	1.94 (*m*)[a]	1.55 (*m*)[a]
22	1.20 (*m*), 1.40 (*m*)[a]	1.30 (*m*)[a]
23	0.97 (*s*)	0.97 (*s*)
24	0.76 (*s*)	0.77 (*s*)
25	0.83 (*s*)	0.84 (*s*)
26	1.03 (*s*)	1.04 (*s*)
27	0.94 (*s*)	0.92 (*s*)
28	0.79 (*s*)	0.75 (*s*)
29	4.56 (*m*), 4.68 (*d*, *J* = 2.1 Hz)	-
30	1.68 (*s*)	1.13 (*d*, *J* = 6.9 Hz)

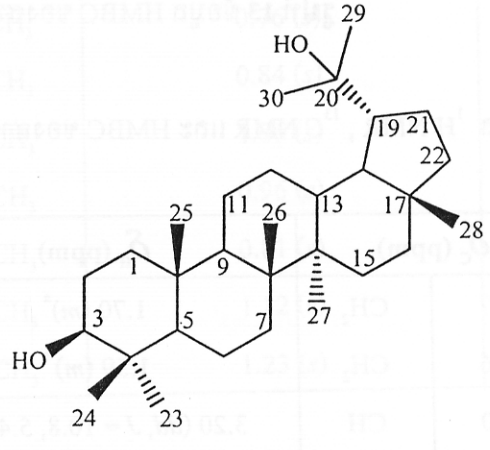
ตารางที่ 28 เปรียบเทียบข้อมูล ^{13}C NMR ของสาร **PTH1** และ **PTH9** ($CDCl_3$ + CD_3OD)

ตำแหน่ง	สาร **PTH1**, δ_C (ppm) ($CDCl_3$)	สาร **PTH9**, δ_C (ppm) ($CDCl_3$+CD_3OD)
1	38.7	38.7
2	27.4	27.0
3	79.0	78.9
4	38.9	38.8
5	55.3	55.2
6	18.3	18.3
7	34.3	34.3
8	40.8	40.8
9	50.5	50.0
10	37.2	37.1
11	20.9	20.9
12	25.2	23.7
13	38.1	37.7
14	42.8	43.0
15	27.5	27.3
16	35.6	35.4
17	43.0	43.0
18	48.3	48.5
19	48.0	43.4
20	151.0	41.8
21	29.9	27.1
22	40.0	39.6
23	28.0	27.9
24	15.4	15.3
25	16.1	16.0

ตารางที่ 28 (ต่อ)

ตำแหน่ง	สาร PTH1, δ_C(ppm) ($CDCl_3$)	สาร PTH9, δ_C (ppm) ($CDCl_3$+CD_3OD)
26	16.0	16.0
27	14.6	14.3
28	18.0	17.7
29	109.3	180.0
30	19.3	17.3

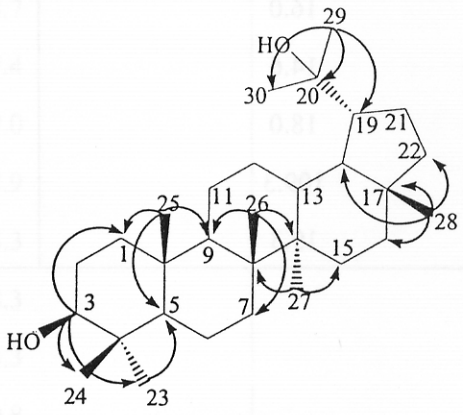
สาร **PTH10**



สาร **PTH10** เป็นของแข็งสีขาว มีจุดหลอมเหลว 210-212°C, $[\alpha]_D^{28}$: +6.4° (*c* = 0.078, $CHCl_3$) สารนี้ให้สีม่วงกับการทดสอบ vanillin-sulfuric acid ข้อมูล IR เหมือนสาร **PTH1**

การเปรียบเทียบข้อมูล ^1H และ ^{13}C NMR ของสาร **PTH10** และ **PTH1** (ตารางที่ 30 และ 31)ไม่พบสัญญาณของโอลิฟินิกโปรตอนปลายโซ่ที่ δ 4.68 (*br d*, *J* = 2.1 Hz), 4.56 (*m*)ในสาร **PTH10** (ภาพประกอบที่ 23 และ 24) แต่พบสัญญาณเมทิลซิงเกลต 8 สัญญาณที่ δ 0.76, 0.81, 0.84, 0.96, 0.97, 1.06, 1.12 และ 1.23 ข้อมูล ^{13}C NMR ยังแสดงสัญญาณของออกซีควอเตอร์นารีคาร์บอนของ C-20 ที่ δ 73.5 ซึ่งยืนยันตำแหน่งด้วยข้อมูล HMBC (ตารางที่ 29 รูปที่ 13) โดย 3H-30 (δ 1.23) แสดงความสัมพันธ์กับ C-19 (δ 50.0), C-20 (δ 73.5) และ C-29 (δ 24.8) จากข้อมูลทางสเปกโทรสโกปีและ

เปรียบเทียบกับข้อมูลที่มีการรายงานแล้ว (Yuruker *et al.*, 1998) (ตารางที่ 31) สาร **PTH10** คือ 3β,20-dihydroxylupane [$[\alpha]_D^{25}$ = +4.0° (c = 0.05, $CHCl_3$)]



รูปที่ 13 ข้อมูล HMBC ของสาร **PTH10**

ตารางที่ 29 ข้อมูล ^{1}H NMR , ^{13}C NMR และ HMBC ของสาร **PTH10** ($CDCl_3$)

ตำแหน่ง	δ_C (ppm)		δ_H (ppm)	HMBC
1	38.7	CH_2	1.70 (*m*)[a]	
2	27.6	CH_2	1.59 (*m*)[a]	
3	79.0	CH	3.20 (*dd*, *J* = 10.8, 5.4 Hz)	1, 4, 23, 24
4	38.9	C	-	
5	55.2	CH	0.70 (*m*)[a]	
6	18.4	CH_2	1.42 (*m*), 1.56 (*m*)[a]	
7	34.6	CH_2	1.42 (*m*)[a]	
8	41.4	C	-	
9	50.3	CH	1.28 (*m*)[a]	
10	37.1	C	-	
11	21.4	CH_2	1.27 (*m*), 1.49 (*m*)[a]	
12	27.4	CH_2	1.79 (*m*)[a]	

ตารางที่ 29 (ต่อ)

ตำแหน่ง	δ_C (ppm)		δ_H (ppm)	HMBC
13	37.5	CH	1.75 (*m*)[a]	
14	43.5	C	-	
15	28.8	CH_2	1.94 (*m*)[a]	
16	35.6	CH_2	1.55 (*m*)[a]	
17	44.7	C	-	
18	48.3	CH	1.35 (*m*)[a]	
19	50.0	CH	1.81 (*m*)[a]	
20	73.5	C	-	
21	29.1	CH_2	1.83 (*m*), 1.89 (*m*)[a]	
22	40.2	CH_2	1.11 (*m*), 1.36 (*m*)[a]	
23	28.0	CH_3	0.97 (*s*)	3, 4, 5, 24
24	15.4	CH_3	0.76 (*s*)	3, 4, 5, 23
25	16.2	CH_3	0.84 (*s*)	1, 5, 9, 10
26	16.2	CH_3	1.06 (*s*)	7, 8, 9, 14
27	14.9	CH_3	0.96 (*s*)	8, 13, 14, 15
28	19.2	CH_3	0.81 (*s*)	16, 17, 18, 22
29	24.8	CH_3	1.12 (s)	19, 20, 30
30	31.6	CH_3	1.23 (*s*)	19, 20, 29

ตารางที่ 30 เปรียบเทียบข้อมูล ^{1}H NMR ของสาร **PTH1** และ สาร **PTH10** ($CDCl_3$)

ตำแหน่ง	สาร **PTH1**, δ_H (ppm)	สาร **PTH10**, δ_H (ppm)
1	0.91 (*m*)[a]	1.70 (*m*)[a]
2	1.56 (*m*)[a]	1.59 (*m*)[a]
3	3.19 (*dd*, *J* = 10.8, 5.1 Hz)	3.20 (*dd*, *J* = 10.8, 5.4 Hz)
5	0.69 (*m*)[a]	0.70 (*m*)[a]
6	1.40 (*m*), 1.55 (*m*)[a]	1.42 (*m*), 1.56 (*m*)[a]
7	1.40 (*m*)[a]	1.42 (*m*)[a]
9	1.28 (*m*)[a]	1.28 (*m*)[a]
11	1.22 (*m*), 1.45 (*m*)[a]	1.27 (*m*), 1.49 (*m*)[a]
12	1.08 (*m*)[a]	1.79 (*m*)[a]
13	1.67 (*m*)[a]	1.75 (*m*)[a]
15	1.56 (*m*)[a]	1.94 (*m*)[a]
16	1.51 (*m*)[a]	1.55 (*m*)[a]
18	1.38 (*m*)[a]	1.35 (*m*)[a]
19	2.38 (*dt*, *J* = 11.1, 5.7 Hz)	1.81 (*m*)[a]
21	1.94 (*m*)[a]	1.83 (*m*), 1.89 (*m*)[a]
22	1.20 (*m*), 1.40 (*m*)[a]	1.11 (*m*), 1.33 (*m*)[a]
23	0.97 (*s*)	0.97 (*s*)
24	0.76 (*s*)	0.76 (*s*)
25	0.83 (*s*)	0.84 (*s*)
26	1.03 (*s*)	1.06 (*s*)
27	0.94 (*s*)	0.96 (*s*)
28	0.79 (*s*)	0.81 (*s*)
29	4.56 (*m*), 4.68 (*d*, *J* = 2.1 Hz)	1.12 (s)
30	1.68 (*s*)	1.23 (*s*)

[a] ข้อมูลจาก HMQC

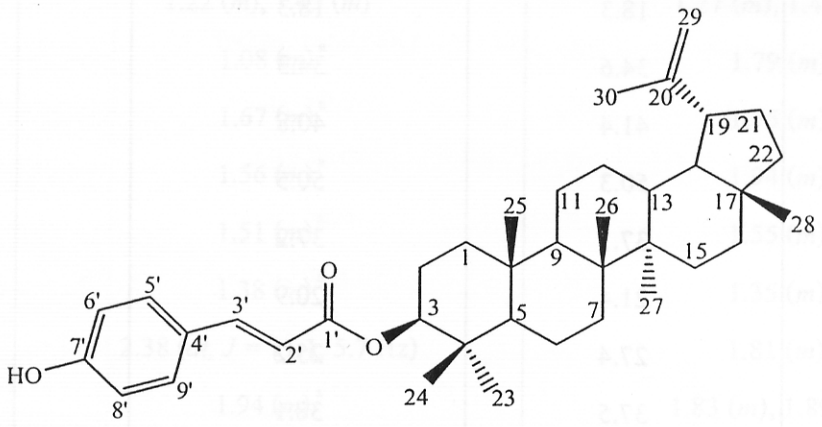
ตารางที่ 31 เปรียบเทียบข้อมูล ^{13}C NMR ของ 3β, 20-dihydroxylupane สาร **PTH1**และสาร **PTH10** ($CDCl_3$)

ตำแหน่ง	3β, 20-dihydroxy-lupane, δ_C (ppm)	สาร PTH1, δ_C (ppm)	สาร PTH10, δ_C (ppm)
1	38.7	38.7	38.7
2	27.6	27.4	27.6
3	79.0	79.0	79.0
4	38.9	38.9	38.9
5	55.2	55.3	55.2
6	18.3	18.3	18.4
7	34.6	34.3	34.6
8	41.4	40.8	41.4
9	50.3	50.5	50.3
10	37.1	37.2	37.1
11	21.4	20.9	21.4
12	27.4	25.2	27.4
13	37.5	38.1	37.5
14	43.6	42.8	43.5
15	28.8	27.5	28.8
16	35.6	35.6	35.6
17	44.7	43.0	44.7
18	48.3	48.3	48.3
19	50.0	48.0	50.0
20	73.5	151.0	73.5
21	29.1	29.9	29.1
22	40.2	40.0	40.2
23	28.0	28.0	28.0
24	16.2	15.4	15.4
25	15.4	16.1	16.2

ตารางที่ 31 (ต่อ)

ตำแหน่ง	3β, 20-dihydroxy-lupane, δ_C (ppm)	สาร PTH1, δ_C (ppm)	สาร PTH10, δ_C (ppm)
26	16.3	16.0	16.2
27	14.9	14.6	14.9
28	19.2	18.0	19.2
29	24.8	109.3	24.8
30	31.6	19.3	31.6

สาร **PTH11**

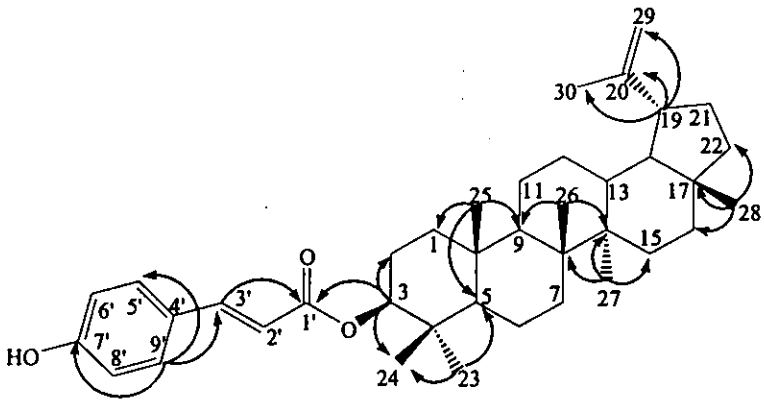


สาร **PTH11** เป็นของแข็งสีขาว มีจุดหลอมเหลว 166-167°C, $[\alpha]_D^{28}$ +200.0° (c = 0.050, $CHCl_3$) ข้อมูล IR แสดงแถบการดูดกลืนของหมู่ไฮดรอกซิล (3397 cm^{-1}) คอนจูเกตเอสเทอร์ (1670 cm^{-1}) และพันธะคู่ (1602 cm^{-1}) ข้อมูล UV แสดงแถบการดูดกลืนที่ 227 และ 313 nm (ภาพประกอบที่ 25) ซึ่งยืนยันการมีระบบคอนจูเกตในโมเลกุล สารนี้ให้สีม่วงกับ vanillin-sulfuric acid

ข้อมูล ^1H และ ^{13}C NMR ของสาร **PTH11** (ตารางที่ 32 ภาพประกอบที่ 26 และ 27) และ **PTH1** เป็นรูปแบบดียวกัน แต่สาร **PTH11** แสดงสัญญาณของ *trans*-coumaroyl เป็นสัญญาณของอะโรเมติก 2 โปรตอนแบบ *para*-disubstituted ที่ δ 7.41 และ 6.85 (d, J = 8.7 Hz, H-5′, H-9′ and H-6′, H-8′, ตามลำดับ) นอกจากนั้นยังมีสัญญาณของ *ทรานส์โอลิฟินิก* โปรตอนเป็นดับเลต 2 สัญญาณที่ δ 7.61 (H-3′) และ 6.29 (H-2′) โดยมีค่าคงที่การคู่ควบ 15.9 Hz สัญญาณของออกซีเมไทน์โปรตอน H-3 ที่δ 4.62 (m) ปรากฏที่สนามต่ำกว่าที่พบในสาร **PTH1** (δ 3.19) เนื่องจากผลของหมู่เอสเทอร์ที่ตำแหน่ง C-3 ข้อมูล ^{13}C NMR ของสาร **PTH11** (ตารางที่ 32) แสดงสัญญาณของเอสเทอร์คาร์บอนที่ δ

167.8 ซึ่งยืนยันข้อมูลด้วย HMBC (ตารางที่ 32 รูปที่ 14) โดยออกซีเมไทน์โปรตอน H-3 แสดงความสัมพันธ์กับ C-1′ (δ167.8) , C-4 (δ38.1), C-23 (δ28.0) และ C-24 (δ16.2) จากข้อมูลทางสเปกโทรสโกปีและเปรียบเทียบกับข้อมูลที่การรายงานแล้ว(Ali *et al.*, 1997) สาร **PTH11** คือ 3β-(*E*)-coumaroyllupeol (ตารางที่ 33 และ 34) [*จุดหลอมเหลว 82-85°C, $[\alpha]_D^{25}$ +240.0° (c = 0.005, $CHCl_3$)]

* จุดหลอมเหลวที่รายงานไม่น่าจะถูกต้อง เนื่องจากพบว่าสารอนุพันธ์ของ Lupeol ทุกตัว หลอมเหลวที่อุณหภูมิ สูงกว่า 150 °C



รูปที่ 14 ข้อมูล HMBC ของสาร PTH11

ตารางที่ 32 ข้อมูล ^{1}H NMR, ^{13}C NMR และ HMBC ของสาร PTH11 ($CDCl_3$)

ตำแหน่ง	δ_C (ppm)		δ_H (ppm)	HMBC
1	38.4	CH_2	1.70 (*m*)[a]	
2	23.9	CH_2	1.70 (*m*)[a]	
3	81.2	CH	4.62 (*m*)[a]	1′, 4, 23, 24
4	38.1	C	-	
5	55.4	CH	0.82 (*m*)[a]	
6	18.2	CH_2	1.42 (*m*), 1.55 (*m*)[a]	
7	34.2	CH_2	1.42 (*m*)[a]	
8	40.9	C	-	
9	50.4	CH	1.31 (*m*)[a]	
10	37.1	C	-	
11	21.0	CH_2	1.47 (*m*)[a]	
12	25.1	CH_2	1.71 (*m*)[a]	

ตารางที่ 32 (ต่อ)

ตำแหน่ง	δ_C (ppm)		δ_H (ppm)	HMBC
13	38.1	CH	1.63 (*m*)[a]	
14	42.9	C	-	
15	27.5	CH_2	1.04 (*m*)[a]	
16	35.6	CH_2	1.48 (*m*), 1.53 (*m*)[a]	
17	43.0	C	-	
18	48.3	CH	1.38 (*m*)[a]	
19	48.0	CH	2.38 (*dt*, J = 10.5, 5.4 Hz)	20, 29, 30
20	151.0	C	-	
21	29.9	CH_2	1.89 (*m*), 1.95 (*m*)[a]	19, 30
22	40.0	CH_2	1.20 (*m*), 1.41 (*m*)[a]	
23	28.0	CH_3	0.89 (*s*)	3, 4, 5, 24
24	16.2	CH_3	0.88 (*s*)	3, 4, 5, 23
25	16.7	CH_3	0.92 (*s*)	1, 5, 9, 10
26	16.0	CH_3	1.04 (*s*)	7, 8, 9, 14
27	14.6	CH_3	0.95 (*s*)	8, 13, 14, 15
28	18.0	CH_3	0.79 (*s*)	16, 17, 18, 22
29	109.4	CH_2	4.58 (*m*), 4.69 (*d*, J = 2.1 Hz)	19, 30
30	19.3	CH_3	1.69 (*s*)	19, 20, 29
1′	167.8	C	-	
2′	115.9	CH	6.29 (*d*, J = 15.9 Hz)	1′, 3′, 4′
3′	144.4	CH	7.61 (*d*, J = 15.9 Hz)	1′, 2′, 5′, 9′
4′	127.0	C	-	
5′	130.0	CH	7.41 (*d*, J = 8.7 Hz)	3′, 7′, 9′
6′	116.0	CH	6.85 (*d*, J = 8.7 Hz)	4′, 7′, 8′
7′	158.1	C	-	
8′	116.0	CH	6.85 (*d*, J = 8.7 Hz)	4′, 6′, 7′
9′	130.0	CH	7.41 (*d*, J = 8.7 Hz)	3′, 5′, 7′

ตารางที่ 33 เปรียบเทียบข้อมูล ^{1}H NMR ของสาร 3β-(*E*)-coumaroyllupeol สาร **PTH1** และสาร **PTH11** ($CDCl_3$)

ตำแหน่ง	3β-(*E*)-coumaroyl-lupeol, δ_H (ppm)	สาร **PTH1**, δ_H (ppm)	สาร **PTH11**, δ_C (ppm)
1	1.00 (*m*), 1.66 (*m*)	0.91 (*m*)[a]	1.70 (*m*)[a]
2	1.59 (*m*), 1.67 (*m*)	1.56 (*m*)[a]	1.70 (*m*)[a]
3	4.56 (*m*)	3.19 (*dd*, *J* = 10.8, 5.1 Hz)	4.62 (*m*)[a]
5	0.81 (*m*)	0.69 (*m*)[a]	0.82 (*m*)[a]
6	0.74 (*m*), 1.38 (*m*)	1.40 (*m*), 1.55 (*m*)[a]	1.42 (*m*), 1.55 (*m*)[a]
7	1.38 (*m*), 1.42 (*m*)	1.40 (*m*)[a]	1.42 (*m*)[a]
9	1.25 (*m*)	1.28 (*m*)[a]	1.31 (*m*)[a]
11	1.28 (*m*), 1.40 (*m*)	1.22 (*m*), 1.45 (*m*)[a]	1.47 (*m*)[a]
12	1.08 (*m*), 1.66 (*m*)	1.08 (*m*)[a]	1.71 (*m*)[a]
13	1.35 (*m*)	1.67 (*m*)[a]	1.63 (*m*)[a]
15	0.85 (*m*), 0.90 (*m*)	1.56 (*m*)[a]	1.04 (*m*)[a]
16	1.32 (*m*), 1.40 (*m*)	1.51 (*m*)[a]	1.48 (*m*), 1.53 (*m*)[a]
18	1.39 (*m*)	1.38 (*m*)[a]	1.38 (*m*)[a]
19	2.36 (*m*)	2.38 (*dt*, *J* = 11.1, 5.7 Hz)	2.38 (*dt*, *J* = 10.5, 5.4 Hz)
21	1.23 (*m*), 1.30 (*m*)	1.94 (*m*)[a]	1.89 (*m*), 1.95 (*m*)[a]
22	1.15 (*m*), 1.36 (*m*)	1.20 (*m*), 1.40 (*m*)[a]	1.20 (*m*), 1.41 (*m*)[a]
23	0.94 (*s*)	0.97 (*s*)	0.89 (*s*)
24	1.03 (*s*)	0.76 (*s*)	0.88 (*s*)
25	0.87 (*s*)	0.83 (*s*)	0.92 (*s*)
26	0.94 (*s*)	1.03 (*s*)	1.04 (*s*)
27	0.90 (*s*)	0.94 (*s*)	0.95 (*s*)
28	0.76 (*s*)	0.79 (*s*)	0.79 (*s*)

ตารางที่ 33 (ต่อ)

ตำแหน่ง	3β-(*E*)-coumaroyl-lupeol, δ_H (ppm)	สาร PTH1, δ_H (ppm)	สาร PTH11, δ_C (ppm)
30	1.67 (*s*)	1.68 (*s*)	1.69 (*s*)
2′	6.29 (*d*, *J* = 16.2 Hz)	-	6.29 (*d*, *J* = 15.9 Hz)
3′	7.57 (*d*, *J* = 16.2 Hz)	-	7.61 (*d*, *J* = 15.9 Hz)
5′, 9′	7.42 (*d* , *J* = 8.7 Hz)	-	7.41 (*d*, *J* = 8.7 Hz)
6′, 8′	6.82 (*d*, *J* = 8.7 Hz)	-	6.85 (*d*, *J* = 8.7 Hz)

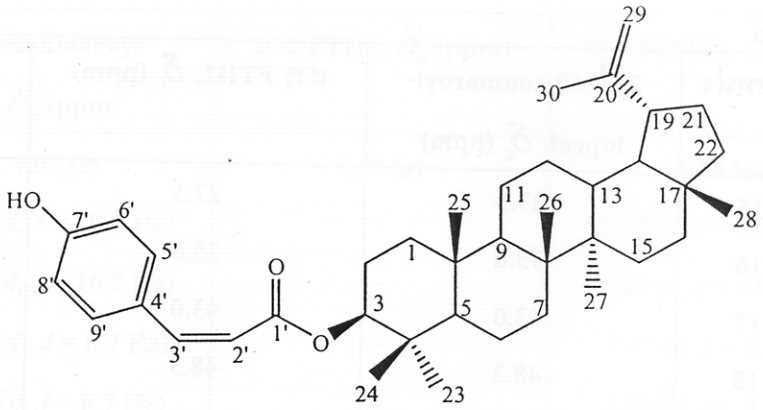
ตารางที่ 34 เปรียบเทียบข้อมูล ^{13}C NMR ของ 3β-(*E*)-coumaroyllupeol สาร **PTH1** และสาร **PTH11** ($CDCl_3$)

ตำแหน่ง	3β-(*E*)-coumaroyl-lupeol, δ_C (ppm)	สาร PTH1, δ_C (ppm)	สาร PTH11, δ_C (ppm)
1	38.5	38.7	38.4
2	23.9	27.4	23.9
3	80.9	79.0	81.2
4	38.1	38.9	38.1
5	55.5	55.3	55.4
6	18.3	18.3	18.2
7	34.3	34.3	34.2
8	40.9	40.8	40.9
9	50.4	50.5	50.4
10	37.2	37.2	37.1
11	21.0	20.9	21.0
12	25.2	25.2	25.1
13	38.1	38.1	38.1
14	42.9	42.8	42.9

ตารางที่ 34 (ต่อ)

ตำแหน่ง	3β-(*E*)-coumaroyl-lupeol, δ_C (ppm)	สาร PTH1, δ_C (ppm)	สาร PTH11, δ_C (ppm)
15	27.5	27.5	27.5
16	35.6	35.6	35.6
17	43.0	43.0	43.0
18	48.3	48.3	48.3
19	48.0	48.0	48.0
20	151.0	151.0	151.0
21	29.9	29.9	29.9
22	40.0	40.0	40.0
23	28.0	28.0	28.0
24	16.0	15.4	16.2
25	16.7	16.1	16.7
26	16.2	16.0	16.0
27	14.6	14.6	14.6
28	18.0	18.0	18.0
29	109.4	109.3	109.4
30	19.3	19.3	19.3
1′	167.2	-	167.8
2′	116.5	-	115.9
3′	143.8	-	144.4
4′	127.6	-	127.0
5′, 9′	129.9	-	130.0
6′, 8′	115.8	-	116.0
7′	157.4	-	158.1

สาร **PTH12**



สาร **PTH12** เป็นของหนืดไม่มีสี $[\alpha]_D^{28}$: +38.5° (c = 0.052, $CHCl_3$) ข้อมูล UV และ IR คล้ายกับของ **PTH11**

การเปรียบเทียบข้อมูล ^{1}H NMR ของสาร **PTH12** และ **PTH11** พบว่าคล้ายกัน (ตารางที่ 36 ภาพประกอบที่ 28) แตกต่างกันตรงที่สัญญาณของโอลิฟินิกโปรตอนที่ δ 6.82 และ 5.83 ปรากฏสัญญาณเป็นดับเบิลตที่มีค่าคงที่การคู่ควบเพียง 12.9 Hz ซึ่งน้อยกว่าของ **PTH11** (15.9 Hz) ซึ่งบ่งชี้ว่าพันธะคู่เป็นแบบ Z สัญญาณของออกซีเมไทน์โปรตอน H-3 ปรากฏสัญญาณเป็นดับเบิลดับเบิลต มีค่าคงที่การคู่ควบ J = 11.1 และ 4.8 Hz แสดงว่าเป็น α-โปรตอน ยืนยันตำแหน่งของหมู่แทนที่ Z-coumaroyl ที่ C-3 ด้วยข้อมูล HMBC (ตารางที่ 35 รูปที่ 15) โดยโปรตอน H-3 ที่δ 4.52 แสดงความสัมพันธ์กับ C-1′ (δ 166.5), C-23 (δ 28.0) และ C-24 (δ 16.5) จากข้อมูลทางสเปกโทรสโกปีและเปรียบเทียบกับข้อมูลของสาร **PTH11** พบว่าสาร **PTH12** คือ 3β-(Z)-coumaroyllupeol (ตารางที่ 36 และ 37)

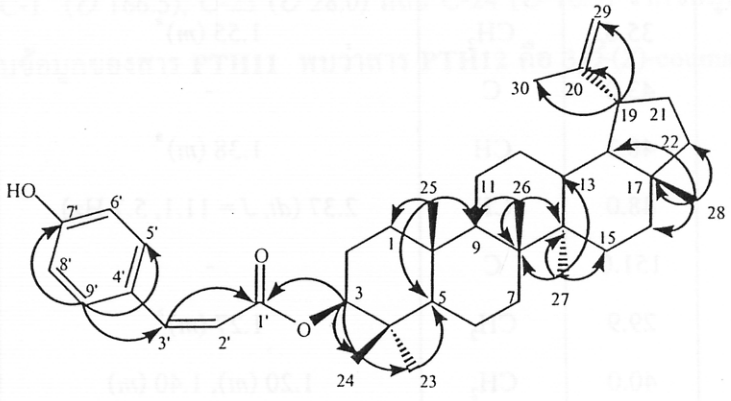
ตารางที่ 35 ข้อมูล ^{1}H NMR ^{13}C NMR และ HMBC ของสาร **PTH12** ($CDCl_3$)

ตำแหน่ง	δ_C (ppm)		δ_H (ppm)	HMBC
1	38.4	CH_2	1.01 (*m*)[a]	
2	23.7	CH_2	1.42 (*m*)[a]	
3	81.1	CH	4.52 (*dd*, *J* = 11.1, 4.8 Hz)	1′, 23, 24
4	37.9	C	-	
5	55.5	CH	0.82 (*m*)[a]	
6	18.2	CH_2	1.40 (*m*), 1.54 (*m*)[a]	
7	34.2	CH_2	1.41 (*m*)[a]	
8	40.9	C	-	
9	50.4	CH	1.31 (*m*)[a]	
10	37.1	C	-	
11	21.0	CH_2	1.15 (*m*)[a]	
12	25.1	CH_2	1.10 (*m*), 1.67 (*m*)[a]	
13	38.1	CH	1.70 (*m*)[a]	
14	42.8	C	-	
15	27.5	CH_2	1.03 (*m*)[a]	
16	35.6	CH_2	1.55 (*m*)[a]	
17	43.0	C	-	
18	48.3	CH	1.38 (*m*)[a]	
19	48.0	CH	2.37 (*dt*, *J* = 11.1, 5.7 Hz)	20, 29, 30
20	151.0	C	-	
21	29.9	CH_2	1.27 (*m*)[a]	19, 30
22	40.0	CH_2	1.20 (*m*), 1.40 (*m*)	
23	28.0	CH_3	0.86 (*s*)	3, 4, 5, 24
24	16.5	CH_3	0.80 (*s*)	3, 4, 5, 23
25	16.0	CH_3	0.86 (*s*)	1, 5, 9
26	16.2	CH_3	1.03 (*s*)	7, 8, 9, 14

ตารางที่ 35 (ต่อ)

ตำแหน่ง	δ_C (ppm)		δ_H (ppm)	HMBC
27	14.5	CH_3	0.94 (*s*)	8, 13, 14, 15
28	18.0	CH_3	0.79 (*s*)	16, 17, 18, 22
29	109.3	CH_2	4.57 (*m*), 4.69 (*d*, *J* = 2.1 Hz)	19, 30
30	19.3	CH_3	1.69 (*s*)	19, 20, 29
1′	166.5	C	-	
2′	117.9	CH	5.83 (*d*, *J* = 12.6 Hz)	1′, 3′, 4′
3′	143.1	CH	6.82 (*d*, *J* = 12.6 Hz)	1′, 5′, 9′
4′	127.9	C	-	
5′	132.3	CH	7.62 (*d*, *J* = 8.7 Hz)	3′, 7′, 9′
6′	115.0	CH	6.78 (*d*, *J* = 8.7 Hz)	4′, 7′, 8′
7′	156.6	C	-	-
8′	115.0	CH	6.78 (*d*, *J* = 8.7 Hz)	4′, 6′, 7′
9′	132.3	CH	7.62 (*d*, *J* = 8.7 Hz)	3′, 5′, 7′

[a] ข้อมูลจาก HMQC



รูปที่ 15 ข้อมูล HMBC ของสาร **PTH12**

ตารางที่ 36 เปรียบเทียบข้อมูล ^{1}H NMR ของสาร **PTH11** และสาร **PTH12** ($CDCl_3$)

ตำแหน่ง	สาร PTH11, δ_H (ppm)	สาร PTH12, δ_H (ppm)
1	1.70 (*m*)[a]	1.01 (*m*)[a]
2	1.70 (*m*)[a]	1.42 (*m*)[a]
3	4.62 (*m*)[a]	4.52 (*dd*, *J* = 11.1, 4.8 Hz)
5	0.82 (*m*)	0.82 (*m*)[a]
6	1.42 (*m*), 1.55 (*m*)[a]	1.40 (*m*), 1.54 (*m*)[a]
7	1.42 (*m*)[a]	1.41 (*m*)[a]
9	1.31 (*m*)[a]	1.31 (*m*)[a]
11	1.47 (*m*)[a]	1.15 (*m*)[a]
12	1.71 (*m*)[a]	1.10 (*m*), 1.67 (*m*)[a]
13	1.63 (*m*)[a]	1.70 (*m*)[a]
15	1.04 (*m*)[a]	1.03 (*m*)[a]
16	1.48 (*m*), 1.53 (*m*)[a]	1.55 (*m*)[a]
18	1.38 (*m*)[a]	1.38 (*m*)[a]
19	2.38 (*dt*, *J* = 10.5, 5.4 Hz)	2.37 (*dt*, *J* = 11.1, 5.7 Hz)
21	1.89 (*m*), 1.95 (*m*)[a]	1.27 (*m*)[a]
22	1.20 (*m*), 1.41 (*m*)[a]	1.20 (*m*), 1.40 (*m*)[a]
23	0.89 (*s*)	0.86 (*s*)
24	0.88 (*s*)	0.80 (*s*)
25	0.92 (*s*)	0.86 (*s*)
26	1.04 (*s*)	1.03 (*s*)
27	0.95 (*s*)	0.94 (*s*)
28	0.79 (*s*)	0.79 (*s*)
29	4.58 (*m*), 4.69 (*d*, *J* = 2.1 Hz)	4.57 (*m*), 4.69 (*d*, *J* = 2.1 Hz)

ตารางที่ 36 (ต่อ)

ตำแหน่ง	สาร **PTH11**, δ_H (ppm)	สาร **PTH12**, δ_H (ppm)
30	1.69 (*s*)	1.69 (*s*)
2′	6.29 (*d*, *J* = 15.9 Hz)	5.83 (*d*, *J* = 12.6 Hz)
3′	7.61 (*d*, *J* = 15.9 Hz)	6.82 (*d*, *J* = 12.6 Hz)
5′, 9′	7.41 (*d*, *J* = 8.7 Hz)	7.62 (*d*, *J* = 8.7 Hz)
6′, 8′	6.85 (*d*, *J* = 8.7 Hz)	6.78 (*d*, *J* = 8.7 Hz)

[a] ข้อมูลจาก HMQC

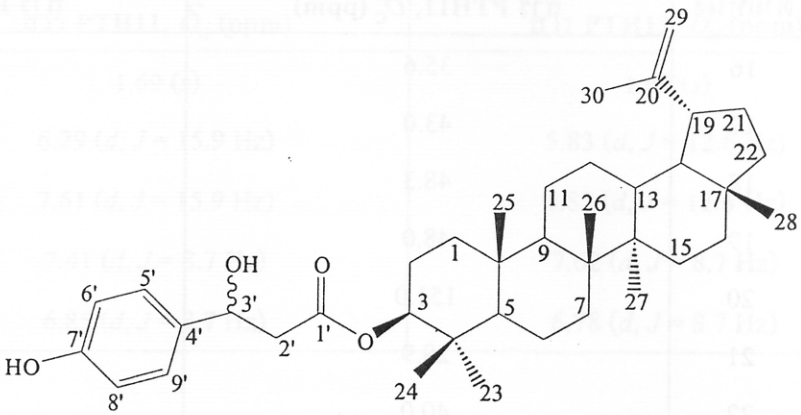
ตารางที่ 37 เปรียบเทียบข้อมูล ^{13}C NMR ของสาร **PTH11** และ สาร **PTH12** ($CDCl_3$)

ตำแหน่ง	สาร **PTH11**, δ_C (ppm)	สาร **PTH12**, δ_C (ppm)
1	38.4	38.4
2	23.9	23.7
3	81.2	81.1
4	38.1	37.9
5	55.4	55.5
6	18.2	18.2
7	34.2	34.2
8	40.9	40.9
9	50.4	50.4
10	37.1	37.1
11	21.0	21.0
12	25.1	25.1
13	38.1	38.1
14	42.9	42.8
15	27.5	27.5

ตารางที่ 37 (ต่อ)

ตำแหน่ง	สาร PTH11, δ_C (ppm)	สาร PTH12, δ_C (ppm)
16	35.6	35.6
17	43.0	43.0
18	48.3	48.3
19	48.0	48.0
20	151.0	151.0
21	29.9	29.9
22	40.0	40.0
23	28.0	28.0
24	16.2	16.5
25	16.7	16.0
26	16.0	16.2
27	14.6	14.5
28	18.0	18.0
29	109.4	109.3
30	19.3	19.3
1′	167.8	166.5
2′	115.9	117.9
3′	144.4	143.1
4′	127.0	127.9
5′, 9′	130.0	132.3
6′, 8′	116.0	115.0
7′	158.1	156.6

สาร **PTH13**



สาร **PTH13** เป็นของแข็งสีขาว ให้สีม่วงกับ vanillin-sulfuric acid EI-MS แมสสเปกตรัมให้ $[M-H_2O]^+$ พีกที่ *m/z* 572.4187 ซึ่งเทียบได้กับสูตรโมเลกุล $C_{39}H_{56}O_3$ (ภาพประกอบที่ 30) สารนี้ไม่เสถียร สลายตัวก่อนหาจุดหลอมเหลว

ข้อมูล ^{1}H NMR และ DEPT (ตารางที่ 38 ภาพประกอบที่ 31 และ 32) คล้ายสาร **PTH11** แต่ *para*-disubstituted อะโรเมติกโปรตอนของ **PTH13** ปรากฏที่สนามสูงกว่า คือที่ δ 7.25 (2H, *d*, *J* = 8.7 Hz, H-5′, H-9′) และ 6.80 (2H, *d*, *J* = 8.7 Hz, H-6′, H-8′) เมื่อเปรียบเทียบกับ **PTH11** ที่ δ 7.41 และ 6.85 ตามลำดับ โปรตอนทรานส์โอลิฟินิก 2 โปรตอนที่ δ 6.29 (H-2′) และ 7.61 (H-3′) ถูกแทนที่ด้วยออกซีเมไทน์โปรตอนที่ δ 5.07 (1H, *m*, H-3′) และเมทิลีนโปรตอนที่ δ 2.73 (2H, *m*, H-2′) ซึ่งยืนยันตำแหน่งด้วยข้อมูล COSY (ภาพประกอบที่ 33) หมู่ hydroxycinnamoyl ester เชื่อมต่อที่ตำแหน่ง C-3 ยืนยันด้วยข้อมูล HMBC (ตารางที่ 38 ภาพประกอบที่ 34 รูปที่ 16) ซึ่งออกซีเมไทน์โปรตอน H-3 ที่ δ 4.53 ต่ออยู่ที่ตำแหน่ง C-3 (δ 81.7) โดยโปรตอนตัวนี้แสดงความสัมพันธ์กับ C-1′ (δ 172.2), C-23 (δ 27.9) และ C-24 (δ 16.2) และออกซีเมไทน์โปรตอน H-3′(δ 5.07) แสดงความสัมพันธ์กับ C-1′ (δ 172.2), C-2′ (δ 43.6), C-4′ (δ 135.0) และ C-5′, C-9′ (δ 127.3) สารนี้ คือ 3β-(3′,7′-dihydroxy)dihydrocinnamoyllupeol เป็นสารใหม่ที่ยังไม่มีรายงานมาก่อน

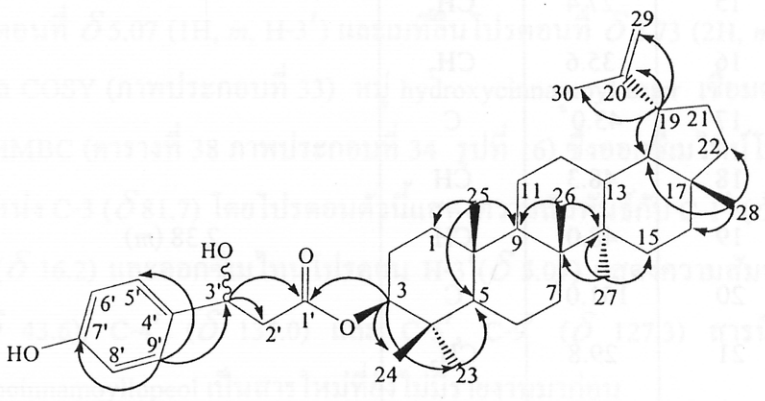
ตารางที่ 38 ข้อมูล ^{1}H NMR ^{13}C NMR และ HMBC ของสาร **PTH13** ($CDCl_3$)

ตำแหน่ง	δ_C (ppm)		δ_H (ppm)	HMBC
1	38.4	CH_2		
2	23.7	CH_2		
3	81.7	CH	4.53 (*m*)	1′, 23, 24
4	38.0[a]	C		
5	55.4	CH		
6	18.2	CH_2		
7	34.2	CH_2		
8	41.0[a]	C		
9	50.3	CH		
10	37.4[a]	C		
11	21.0	CH_2		
12	25.1	CH_2		
13	38.0	CH		
14	43.0[a]	C		
15	27.4	CH_2		
16	35.6	CH_2		
17	43.0[a]	C		
18	48.3	CH		
19	48.0	CH	2.38 (*m*)	13, 18, 20, 29
20	151.0[a]	C		
21	29.8	CH_2		
22	40.0	CH_2		
23	27.9	CH_3	0.81 (*s*)	3, 4, 5, 24
24	16.2	CH_3	0.81 (*s*)	3, 4, 5, 23
25	16.6	CH_3	0.85 (*s*)	1, 5, 9, 10
26	16.0	CH_3	1.03 (*s*)	7, 8, 9, 14
27	14.5	CH_3	0.94 (*s*)	8, 13, 14, 15

ตารางที่ 38 (ต่อ)

ตำแหน่ง	δ_C (ppm)		δ_H (ppm)	HMBC
28	18.0	CH_3	0.79 (*s*)	16, 17, 18, 22
29	109.4	CH_2	4.57 (*m*), 4.69 (*d*, *J* = 2.1 Hz)	19
30	19.3	CH_3	1.69 (*s*)	19, 20, 29
1′	172.0[a]	C	-	-
2′	43.6	CH_2	2.73 (*m*)	1′, 3′, 4′
3′	70.1	CH	5.07 (*m*)	1′, 2′, 5′, 9′
4′	135.0[a]	C	-	-
5′	127.3	CH	7.25 (*d*, *J* = 8.7 Hz)	3′, 7′, 9′
6′	115.3	CH	6.80 (*d*, *J* = 8.7 Hz)	4′, 7′, 8′
7′	155.0[a]	C	-	-
8′	115.3	CH	6.80 (*d*, *J* = 8.7 Hz)	4′, 6′, 7′
9′	127.3	CH	7.25 (*d*, *J* = 8.7 Hz)	3′, 5′, 7′

[a] สัญญาณของควอเตอร์นารี คาร์บอน วิเคราะห์จาก DEPT 90°, DEPT 135° และ HMBC



รูปที่ 16 ข้อมูล HMBC ของสาร **PTH13**

ตารางที่ 39 เปรียบเทียบข้อมูล ^{1}H NMR ของสาร **PTH11** และ สาร **PTH13** ($CDCl_3$)

ตำแหน่ง	สาร PTH11, δ_H (ppm)	สาร PTH13, δ_H (ppm)
3	4.62 (*m*)	4.53 (*m*)
19	2.38 (*dt*, *J* = 10.5, 5.4 Hz)	2.38 (*m*)
23	0.89 (*s*)	0.81 (*s*)
24	0.88 (*s*)	0.81 (*s*)
25	0.92 (*s*)	0.85 (*s*)
26	1.04 (*s*)	1.03 (*s*)
27	0.95 (*s*)	0.94 (*s*)
28	0.79 (*s*)	0.79 (*s*)
29	4.58 (*m*), 4.69 (*d*, *J* = 2.1 Hz)	4.57 (*m*), 4.69 (*d*, *J* = 2.1 Hz)
30	1.69 (*s*)	1.69 (*s*)
2′	6.29 (*d*, *J* = 15.9 Hz)	2.73 (*m*)
3′	7.61 (*d*, *J* = 15.9 Hz)	5.07 (*m*)
5′, 9′	7.41 (*d*, *J* = 8.7 Hz)	7.25 (*d*, *J* = 8.7 Hz)
6′, 8′	6.85 (*d*, *J* = 8.7 Hz)	6.80 (*d*, *J* = 8.7 Hz)

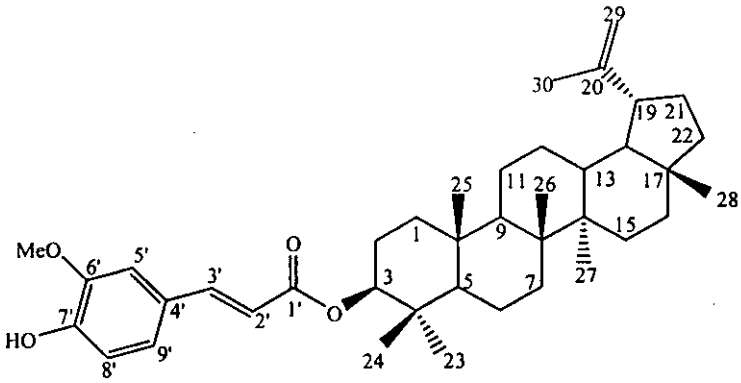
ตารางที่ 40 เปรียบเทียบข้อมูล ^{13}C NMR ของสาร **PTH11** และ สาร **PTH13** ($CDCl_3$)

ตำแหน่ง	สาร PTH11, δ_C (ppm)	สาร PTH13, δ_C (ppm)
1	38.4	38.4
2	23.9	23.7
3	81.2	81.7
4	38.1	38.0
5	55.4	55.4
6	18.2	18.2
7	34.2	34.2
8	40.9	41.0
9	50.4	50.3

ตารางที่ 40 (ต่อ)

ตำแหน่ง	สาร PTH11, δ_C (ppm)	สาร PTH13, δ_C (ppm)
10	37.1	37.4
11	21.0	21.0
12	25.1	25.1
13	38.1	38.0
14	42.9	43.0
15	27.5	27.4
16	35.6	35.6
17	43.0	43.0
18	48.3	48.3
19	48.0	48.0
20	151.0	151.0
21	29.9	29.8
22	40.0	40.0
23	28.0	27.9
24	16.2	16.2
25	16.7	16.6
26	16.0	16.0
27	14.6	14.5
28	18.0	18.0
29	109.4	109.4
30	19.3	19.3
$1'$	167.8	172.0
$2'$	115.9	43.6
$3'$	144.4	70.1
$4'$	127.0	135.0
$5', 9'$	130.0	127.3
$6', 8'$	116.0	115.3
$7'$	158.1	155.0

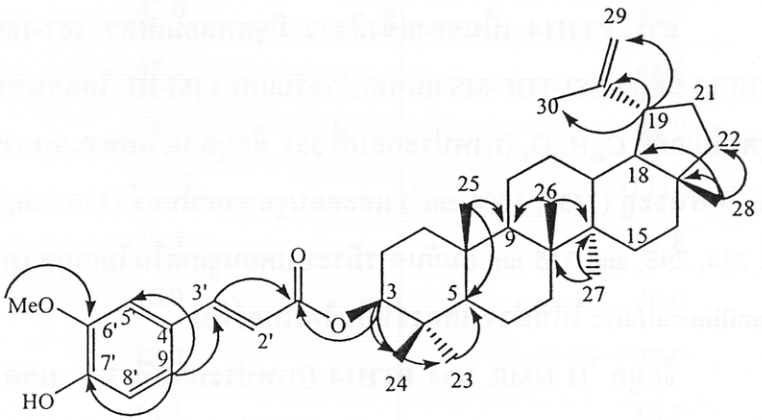
สาร **PTH14**



สาร PTH14 เป็นของแข็งสีขาว มีจุดหลอมเหลว 167-169°C, $[\alpha]_D^{27}$: +140° (*c* = 0.003, $CHCl_3$) ข้อมูล ESI-TOF-MS แมสสเปกตรัมแสดง $[M-H]^-$ ไอออนพีกที่ *m/z* 601.4244, ซึ่งสอดคล้องกับสูตรโมเลกุล $C_{40}H_{58}O_4$ (ภาพประกอบที่ 35) ข้อมูล IR แสดงแถบการดูดกลืนของหมู่ไฮดรอกซิล (3534 cm^{-1}) พันธะคู่ (1635, 1604 cm^{-1}) และคอนจูเกตเอสเทอร์ (1703 cm^{-1}) สารนี้แสดงแถบการดูดกลืน UV ที่ 234, 298, and 325 nm ยืนยันการมีระบบคอนจูเกตในโมเลกุล (ภาพประกอบที่ 36) ผลทดสอบกับ vanillin-sulfuric ให้สีม่วง แสดงว่าเป็นไตรเทอร์พีน

ข้อมูล ^{1}H NMR ของ **PTH14** (ภาพประกอบที่ 37) แสดงว่ามีหมู่ *trans*-feruloyl โดยพบ 3 สัญญาณของ 1,2,4-trisubstituted อะโรเมติกโปรตอนที่ δ 6.91 (1H, *d*, *J* = 8.1 Hz, H-8′), 7.03 (1H, *d*, *J* = 1.8 Hz, H-5′) และ 7.07 (1H, *dd*, *J* = 8.1, 1.8 Hz, H-9′) สัญญาณของไวนิลโปรตอน 2 ตัวที่จัดตัวแบบทรานส์ที่ δ 6.29 และ 7.59 (*d*, *J* = 15.9 Hz, H-2′, H-3′, ตามลำดับ) และอะโรเมติกเมทอกซีโปรตอนที่ δ 3.93 (3H, *s*) พบสัญญาณของไฮดรอกซิลโปรตอนที่ δ 5.85 (1H, s) สัญญาณนี้หายไปเมื่อเขย่ากับ D_2O NOESY สเปกตรัมแสดงครอสพีกระหว่าง H-5′ และอะโรเมติก OMe แสดงว่า อะโรเมติก OMe ต่ออยู่ที่ตำแหน่ง C-6′ ข้อมูล ^{1}H NMR แสดงสัญญาณของลูเพนไตรเทอร์พีน ดังนี้ มีสัญญาณของหมู่เมทิล 6 หมู่ที่ δ 0.79, 0.88, 0.89, 0.92, 0.95, 1.04 (3H, *s*) ไอโซโพรพีนิล 1 หมู่ [δ 1.69 (3H, *s*), 4.60 (1H, *m*), 4.69 (1H, *d*, *J* = 2.1 Hz] และสัญญาณของลูเพน Hβ-19 โปรตอนที่ δ 2.37 (1H, *m*) สัญญาณของออกซีเมไทน์โปรตอนที่ต่ออยู่กับหมู่เอสเทอร์ ปรากฏที่ δ 4.62 (*dd*, *J* = 9.0, 5.4 Hz, H-3) สัญญาณของ H-3 ปรากฏเป็นดับเบิลดับเบิลด้วยค่าคงที่การคู่ควบ *Jax-ax* = 9.0 Hz และ *Jax-eq* = 5.4 Hz แสดงว่า H-3 จัดตัวแบบ axial (α) พบสัญญาณ ^{13}C NMR ของหมู่คาร์บอนิลที่ δ 167.1 หมู่แทนที่เอสเทอร์ต่ออยู่ที่ตำแหน่ง C-3 เนื่องจากพบว่าสัญญาณ ^{1}H NMR และ ^{13}C NMR ของ H-3 และ C-3 ปรากฏที่สนามต่ำลง เมื่อเทียบกับสัญญาณที่พบใน lupeol และจากข้อมูล HMBC ซึ่ง H-3 (δ 4.62)

แสดงความสัมพันธ์กับ C-23 (δ 28.0), C-24 (δ 16.2), และ C-1′ (δ 167.1) สัญญาณ ^{13}C NMR ของ sp^2 เมไทน์คาร์บอนปรากฏที่ δ 116.3 (C-2′), δ 144.3 (C-3′), δ 109.3 (C-5′), δ 114.7 (C-8′) และδ 123.1 (C-9′) และพบสัญญาณของโอลิฟีนิกเมทิลีนคาร์บอนที่ δ 109.4 (C-29) นอกจากนั้น จากข้อมูล DEPT ยังพบ 7 เมทิลคาร์บอน 1 เมทอกซี 11 เมทิลีน 11 เมไทน์ และ 10 ควอเตอร์นารีคาร์บอน จากข้อมูลดังกล่าว ระบุได้ว่า สาร **PTH14** คือ 3β-(*E*)-feruloyllupeol ซึ่งเป็นสารใหม่ ยังไม่เคยมีการรายงานมาก่อน



รูปที่ 17 ข้อมูล HMBC ของสาร **PTH14**

ตารางที่ 41 ข้อมูล ^{1}H NMR ^{13}C NMR และ HMBC ของสาร PTH14 ($CDCl_3$)

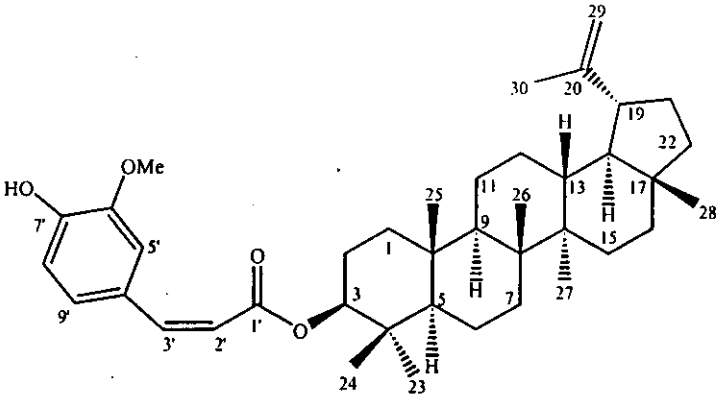
ตำแหน่ง	δ_C (ppm)		δ_H (ppm)	HMBC
1	38.5	CH_2	1.63 (m)[a]	
2	23.9	CH_2	1.71 (m)[a]	
3	80.9	CH	4.62 (*dd*, *J* = 9.0, 5.4 Hz)	1′, 23, 24
4	38.1	C	-	
5	55.5	CH	0.86 (m)[a]	
6	18.3	CH_2	1.42 (m), 1.57 (m)[a]	
7	34.3	CH_2	1.43 (m)[a]	
8	40.9	C	-	
9	50.4	CH	1.33 (m)[a]	
10	37.2	C	-	
11	21.0	CH_2	1.16 (m)[a]	
12	25.2	CH_2	1.71 (m)[a]	
13	38.1	CH	1.64 (m)[a]	
14	42.9	C	-	
15	27.5	CH_2	10.5 (m)[a]	
16	35.6	CH_2	1.54 (m)[a]	
17	43.0	C	-	
18	48.3	CH	1.37 (m)[a]	
19	48.0	CH	2.37 (*m*)[a]	20, 30, 29, 21
20	151.0	C	-	
21	29.9	CH_2	1.20 (m)[a]	
22	40.0	CH_2	1.21 (m), 1.40 (m)[a]	
23	28.0	CH_3	0.88 (*s*)	3, 4, 5, 24
24	16.2	CH_3	0.89 (*s*)	3, 4, 5, 23
25	16.7	CH_3	0.92 (*s*)	1, 5, 9,10

ตารางที่ 41 (ต่อ)

ตำแหน่ง	δ_C (ppm)		δ_H (ppm)	HMBC
26	16.0	CH_3	1.04 (*s*)	7, 8 , 9, 14
27	14.6	CH_3	0.95 (*s*)	8, 13, 14, 15
28	18.0	CH_3	0.79 (*s*)	16, 17, 18, 22
29	109.4	CH_2	4.60 (*m*), 4.69 (*d*, J = 2.1 Hz)	18, 30
30	19.3	CH_3	1.69 (*s*)	19, 20, 29
1′	167.1	C	-	
2′	116.3	CH	6.29 (*d*, J = 15.9 Hz)	1′, 4′
3′	144.3	CH	7.59 (*d*, J = 15.9 Hz)	1′, 2′, 4′, 5′, 9′
4′	127.2	C	-	
5′	109.3	CH	7.03 (*d*, J = 1.8 Hz)	3′, 4′, 7′, 9′
6′	146.8	C	-	
7′	147.8	C	-	
8′	114.7	CH	6.91 (*d*, J = 8.1 Hz)	4′, 6′
9′	123.1	CH	7.07 (*dd*, J = 8.1, 1.8 Hz)	3′, 5′, 7′
OMe	56.0	CH_3	3.93 (*s*)	6′
OH	-	-	5.85 (*s*)	7′, 8′

[a] ข้อมูลจาก HMQC

สาร **PTH15**



สาร PTH15 เป็นของแข็งสีขาว มีจุดหลอมเหลว 195-197°C, $[\alpha]_D^{27}$: +41.66° (*c* = 0.060, $CHCl_3$) **ข้อมูล** ESI-TOF-MS **แมสสเปกตรัม แสดง** $[M-H]^-$ **ไอออนพีกที่** *m/z* 601.4260, **ซึ่งสอดคล้องกับสูตรโมเลกุล** $C_{40}H_{58}O_4$ **(ภาพประกอบที่** 43) **ข้อมูล** IR **และ** UV **เหมือนกับของ PTH14 (ภาพประกอบที่** 42)

ข้อมูล ^{1}H NMR **และ** ^{13}C NMR **(ตารางที่** 42) **ของ PTH15 คล้ายของ PTH14 ต่างกันที่สัญญาณของโอลิฟินิกโปรตอนที่** δ 5.81 (1H, *d*, *J* = 12.9 Hz, H-2′) **และ** 6.77 (1H, *d*, *J* = 12.9 Hz, H-3′) **ของหมู่** feruloyl **แสดงค่าคงที่การคู่ควบ** 12.9 Hz **ดังนั้น พันธะคู่ควรจัดตัวแบบ** *Z* **ข้อมูลเหล่านี้แสดงว่าเป็น** lupeol **ที่มีหมู่แทนที่เป็นหมู่** *Z*-feruloyl **จากข้อมูล** HMBC **(ตารางที่** 42) **หมู่** *Z*-feruloyl **ควรต่ออยู่ที่ตำแหน่ง** C-3 **โดยพบว่า** H-3 (δ 4.54) **แสดงความสัมพันธ์กับ** C-1′ (δ 166.4), C-23 (δ 28.0) **และ** C-24 (δ 16.2) **จากค่าคงที่การคู่ควบและรูปแบบการแตกของสัญญาณของ** H-3 (dd, *J* = 11.1, 5.4 Hz) **แสดงว่า** H-3 **จัดตัวแบบ** α **สาร PTH15 คือ** 3β-(*Z*)-feruloyllupeol **ซึ่งเป็นสารใหม่ ยังไม่มีการรายงานมาก่อน**

ตารางที่ 42 ข้อมูล ^{1}H NMR, ^{13}C NMR และ HMBC ของสาร **PTH15** ($CDCl_3$)

ตำแหน่ง	δ_C (ppm)		δ_H (ppm)	HMBC
1	38.5	CH_2	1.00 (m), 1.61 (m)[a]	
2	23.9	CH_2	1.64 (m), 1.72 (m)[a]	
3	80.9	CH	4.54 (*dd*, *J* = 11.1, 5.4 Hz)	1′,2, 4, 23, 24
4	38.1	C	-	
5	55.5	CH	0.80 (m)[a]	

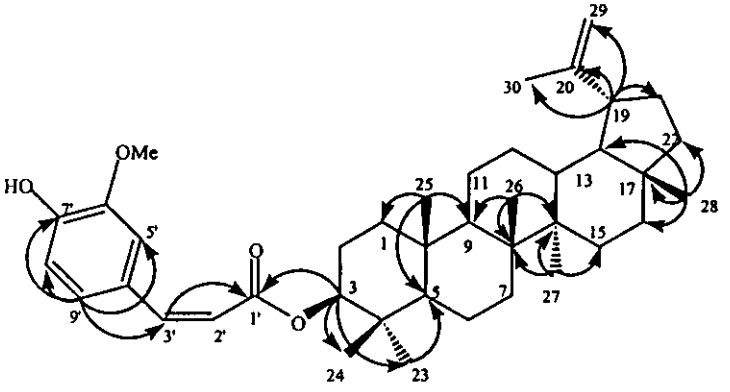
ตารางที่ 42 (ต่อ)

ตำแหน่ง	δ_C (ppm)		δ_H (ppm)	HMBC
6	18.3	CH_2	1.40 (m), 1.52 (m)[a]	
7	34.3	CH_2	1.34 (m), 1.44 (m)[a]	
8	40.9	C	-	
9	50.4	CH	1.33 (m)[a]	
10	37.2	C	-	
11	21.0	CH_2	1.29 (m), 1.46 (m)[a]	
12	25.2	CH_2	1.10 (m), 1.61 (m)[a]	
13	38.1	CH	1.66 (m)[a]	
14	42.9	C	-	
15	27.5	CH_2	1.02 (m), 1.68 (m)[a]	
16	35.6	CH_2	1.37 (m), 1.52 (m)[a]	
17	43.0	C	-	
18	48.3	CH	1.37 (m)[a]	
19	48.0	CH	2.38 (*m*)[a]	13, 20, 21, 29, 30
20	151.0	C	-	
21	29.9	CH_2	1.90 (m)[a]	
22	40.0	CH_2	1.19 (m), 1.40 (m)[a]	
23	28.0	CH_3	0.86 (*s*)	4, 5, 24
24	16.2	CH_3	0.81 (*s*)	3, 4, 5, 23
25	16.7	CH_3	0.86 (*s*)	1, 5, 9, 10
26	16.0	CH_3	1.03 (*s*)	7, 8, 9, 14
27	14.5	CH_3	0.94 (*s*)	8, 13, 14, 15
28	18.0	CH_3	0.79 (*s*)	16, 17, 18, 22
29	109.4	CH_2	4.69 (*d*, J = 2.1 Hz), 4.57 (*m*)	19, 20, 30
30	19.4	CH_3	1.69 (*s*)	19, 20, 29
1′	166.4	C	-	
2′	117.4	CH	5.81 (*d*, J = 12.9 Hz)	1′, 3′, 4′
3′	143.5	CH	6.77 (*d*, J = 12.9 Hz)	1′, 2′, 5′, 9′

ตารางที่ 42 (ต่อ)

ตำแหน่ง	δ_C (ppm)		δ_H (ppm)	HMBC
4′	127.3	C	-	
5′	112.9	CH	7.78 (*d*, *J* = 1.8 Hz)	3′, 4′, 6′, 7′, 9′
6′	146.0	C	-	
7′	147.0	C	-	
8′	113.9	CH	6.87 (*d*, *J* = 8.4 Hz)	4′, 6′, 7′
9′	125.6	CH	7.10 (*dd*, *J* = 8.4,1.8 Hz)	3′, 5′, 7′, 8′
OMe	56.0	CH_3	3.91 (*s*)	6′
OH	-	-	5.88 (*s*)	6′, 7′, 8′

[a] ข้อมูลจาก HMQC



รูปที่ 18 ข้อมูล HMBC ของสาร **PTH15**

ตารางที่ 43 เปรียบเทียบข้อมูล ^{1}H NMR ของสาร **PTH14** และ สาร **PTH15** ($CDCl_3$)

ตำแหน่ง	สาร **PTH14**, δ_H (ppm)	สาร **PTH15**, δ_H (ppm)
1	1.63 (m)[a]	1.00 (m), 1.61 (m)[a]
2	1.71 (m)[a]	1.64 (m), 1.72 (m)[a]
3	4.62 (*dd*, *J* = 9.0, 5.4 Hz)	4.54 (*dd*, *J* = 11.1, 5.4 Hz)
5	0.86 (m)[a]	0.80 (m)[a]
6	1.42 (m), 1.57 (m)[a]	1.40 (m), 1.52 (m)[a]
7	1.43 (m)[a]	1.34 (m), 1.44 (m)[a]
9	1.33 (m)[a]	1.33 (m)[a]
11	1.16 (m)	1.29, 1.46
12	1.71 (m)[a]	1.10, 1.61
13	1.64 (m)[a]	1.66 (m)[a]
15	1.05 (m)[a]	1.02 (m), 1.68 (m)[a]
16	1.54 (m)[a]	1.37 (m), 1.52 (m)[a]
18	1.37 (m)[a]	1.37 (m)[a]
19	2.37 (m)	2.38 (*m*)
21	1.28 (m)[a]	1.90 (m)[a]
22	1.21 (m), 1.40 (m)[a]	1.19 (m), 1.40 (m)[a]
23	0.88 (*s*)	0.86 (*s*)
24	0.89 (*s*)	0.81 (*s*)
25	0.92 (*s*)	0.86 (*s*)
26	1.04 (*s*)	1.03 (*s*)
27	0.95 (*s*)	0.94 (*s*)
28	0.79 (*s*)	0.79 (*s*)
29	4.60 (*m*), 4.69 (*d*, *J* = 2.1 Hz)	4.57 (*m*), 4.69 (*d*, *J* = 2.1 Hz)
30	1.69 (*s*)	1.69 (*s*)
2′	6.29 (*d*, *J* = 15.9 Hz)	5.81 (*d*, *J* = 12.9 Hz)
3′	7.59 (*d*, *J* = 15.9 Hz)	6.77 (*d*, *J* = 12.9 Hz)
5′	7.03 (*d*, *J* = 1.8 Hz)	7.78 (*d*, *J* = 1.8 Hz)

ตารางที่ 43 (ต่อ)

ตำแหน่ง	สาร PTH14, δ_H (ppm)	สาร PTH15, δ_H (ppm)
8′	6.91 (*d*, *J* = 8.1 Hz)	6.87 (*d*, *J* = 8.4 Hz)
9′	7.07 (*dd*, *J* = 8.1, 1.8 Hz)	7.10 (*dd*, *J* = 8.4,1.8 Hz)
OMe	3.93 (*s*)	3.91 (*s*)
OH	5.85 (*s*)	5.88 (*s*)

[a] ข้อมูลจาก HMQC

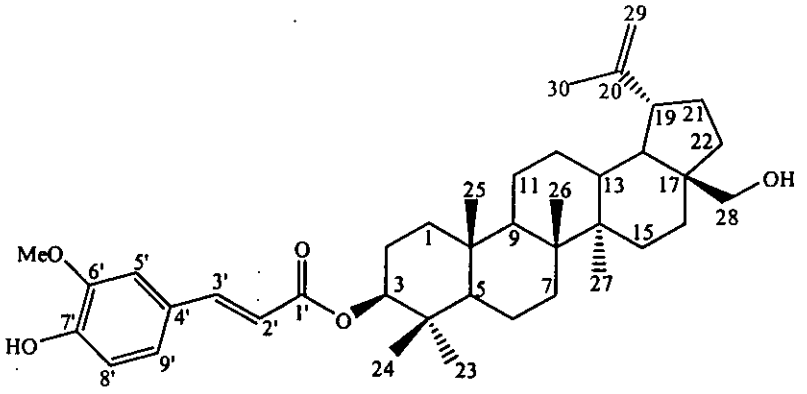
ตารางที่ 44 เปรียบเทียบข้อมูล ^{13}C NMR ของสาร PTH14 และสาร PTH15 ($CDCl_3$)

ตำแหน่ง	สาร PTH14, δ_C (ppm)	สาร PTH15, δ_C (ppm)
1	38.5	38.5
2	23.9	23.8
3	80.9	80.7
4	38.1	37.1
5	55.5	55.5
6	18.3	18.3
7	34.3	34.3
8	40.9	40.9
9	50.4	50.4
10	37.2	37.9
11	21.0	21.0
12	25.2	25.1
13	38.1	38.1
14	42.9	43.0
15	27.5	27.5
16	35.6	35.6
17	43.0	42.8
18	48.3	48.3
19	48.0	48.0

ตารางที่ 44 (ต่อ)

ตำแหน่ง	สาร PTH14, δ_C (ppm)	สาร PTH15, δ_C (ppm)
20	151.0	150.9
21	29.9	29.9
22	40.0	40.0
23	28.0	28.0
24	16.2	16.2
25	16.7	16.5
26	16.0	16.0
27	14.6	14.5
28	18.0	18.0
29	109.4	109.4
30	19.3	19.4
1′	167.1	166.4
2′	116.3	117.4
3′	144.3	143.5
4′	127.2	127.3
5′	109.3	112.9
6′	146.8	146.0
7′	147.8	147.0
8′	114.7	113.9
9′	123.1	125.6
OMe	56.0	56.0

สาร **PTH16**



สาร **PTH16** เป็นของหนืดไม่มีสี $[\alpha]_D^{28}$: +15.0° (c = 0.020, $CHCl_3$) ข้อมูล IR และ UV แสดงแถบการดูดกลืนเหมือนสาร **PTH14**

ข้อมูล ^1H และ ^{13}C NMR ของสาร **PTH16** (ตารางที่ 45 ภาพประกอบที่ 49 และ 50) และ **PTH14** มีรูปแบบเดียวกัน แต่สาร **PTH16** แสดงสัญญาณของเมทิลซิงเกลต 6 สัญญาณ (δ 0.88, 0.90, 0.92, 0.99, 1.04 และ 1.71) สัญญาณเมทิลที่ตำแหน่ง 28 (3H-28) ถูกแทนที่ด้วยสัญญาณแบบ AB ของออกซีเมทิลีนโปรตอนที่ δ 3.80 และ 3.33 (d, J = 10.8 Hz) ข้อมูล HMBC แสดงว่ามีโครงสร้างหลักเป็น betulin จากข้อมูลทางสเปกโทรสโกปีและเปรียบเทียบกับข้อมูลที่มีรายงานแล้ว (Kuo *et al.*, 1997) พบว่าสาร **PTH16** คือ 3β-(*E*)-feruloylbetulin (ตารางที่ 46 และ 47) [$[\alpha]_D^{28}$ = +16.2° (c = 0.04, $CHCl_3$)]

ตารางที่ 45 ข้อมูล ^1H NMR, ^{13}C NMR และHMBC ของสาร **PTH16** ($CDCl_3$)

ตำแหน่ง	δ_C (ppm)		δ_H (ppm)	HMBC
1	38.4	CH_2	1.70 (*m*)[a]	
2	23.8	CH_2	1.71 (*m*)[a]	
3	80.8	CH	4.62 (*m*)[a]	1′, 24
4	38.1	C	-	
5	55.4	CH	0.85 (*m*)[a]	
6	18.2	CH_2	1.57 (*m*)[a]	
7	34.0	CH_2	1.06 (*m*)[a]	
8	41.0	C	-	

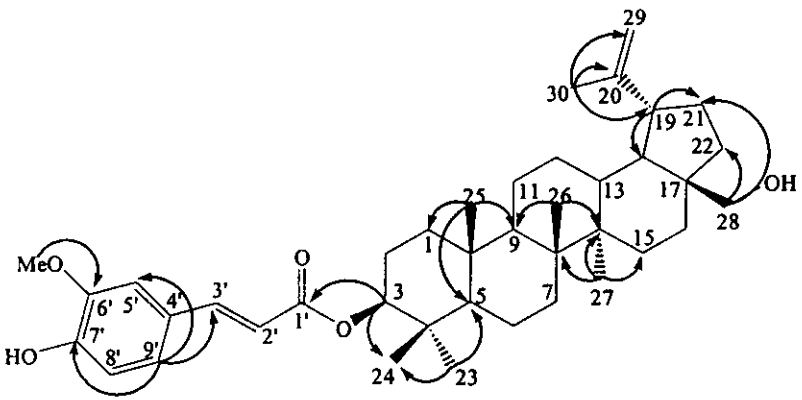
ตารางที่ 45 (ต่อ)

ตำแหน่ง	δ_C (ppm)		δ_H (ppm)	HMBC
9	50.3	CH	1.30 (*m*)[a]	
10	37.1	C	-	
11	20.9	CH_2	1.22 (*m*)[a]	
12	25.2	CH_2	1.71 (*m*)[a]	
13	37.3	CH	1.65 (*m*)[a]	
14	42.7	C	-	
15	27.1	CH_2	1.05 (*m*)[a]	
16	29.2	CH_2	1.96 (*m*)[a]	
17	47.8	C	-	
18	48.8	CH	1.63 (*m*)[a]	
19	47.8	CH	2.39 (*m*)[a]	18, 20, 21
20	150.5	C	-	
21	29.8	CH_2	1.93 (*m*)[a]	
22	34.2	CH_2	1.43 (*m*), 1.90 (*m*)	
23	28.0	CH_3	0.89 (*s*)	3, 4, 5, 24
24	16.7	CH_3	0.92 (*s*)	3, 4, 5, 23
25	16.2	CH_3	0.88 (*s*)	1, 5, 9, 10
26	16.0	CH_3	1.03 (*s*)	7, 8, 9, 14
27	14.7	CH_3	0.99 (*s*)	8, 13, 14, 15
28	60.6	CH_2	3.34 (*d*, J = 10.5 Hz), 3.80 (*d*, J = 10.5 Hz)	16, 22
29	109.7	CH_2	4.59 (*m*), 4.68 (*d*, J = 1.8 Hz)	19, 20, 30
30	19.1	CH_3	1.71 (*s*)	19, 20, 29
1′	167.1	C	-	
2′	116.3	CH	6.28 (*d*, J = 15.9 Hz)	1′, 4′
3′	144.3	CH	7.59 (*d*, J = 15.9 Hz)	1′, 2′, 4′, 5′, 9′
4′	127.2	C	-	
5′	109.3	CH	7.03 (*d*, J = 1.5 Hz)	3′, 7′, 9′

ตารางที่ 45 (ต่อ)

ตำแหน่ง	δ_C (ppm)		δ_H (ppm)	HMBC
6′	146.8	C	-	
7′	147.8	C	-	
8′	114.7	CH	6.91 (*d*, *J* = 8.1 Hz)	4′,6′
9′	123.0	CH	7.07 (*dd*, *J* = 8.1, 1.5 Hz)	3′, 5′, 7′
OMe	56.0	CH_3	3.85 (*s*)	6′
OH	-	-	5.89 (*br s*)	7′, 8′

[a] ข้อมูลจาก HMQC



รูปที่ 19 ข้อมูล HMBC ของสาร **PTH16**

ตารางที่ 46 เปรียบเทียบข้อมูล ^{1}H NMR ของสาร 3β-(*E*)-feruloylbetulin สาร **PTH14** และสาร **PTH16** ($CDCl_3$)

ตำแหน่ง	3β-(*E*)-feruloylbetulin, δ_H (ppm)	สาร **PTH14**, δ_H (ppm)	สาร **PTH16**, δ_H (ppm)
3	4.61 (*m*)	4.62 (*dd*, *J* = 9.0, 5.4 Hz)	4.62 (*m*)
19	2.37 (*m*)	2.37 (*m*)	2.39 (*m*)
23	0.86 (*s*)	0.88 (*s*)	0.90 (*s*)
24	1.01 (*s*)	0.89 (*s*)	0.88 (*s*)
25	0.85 (*s*)	0.92 (*s*)	0.92 (*s*)
26	0.87 (*s*)	1.04 (*s*)	1.04 (*s*)
27	0.97 (*s*)	0.95 (*s*)	0.99 (*s*)
28	3.31 (*d*, *J* = 10.7 Hz), 3.78 (*d*, *J* = 10.7 Hz)	0.79 (*s*)	3.33 (*d*, *J* = 10.5 Hz), 3.80 (*d*, *J* = 10.5 Hz)
29	4.57 (*d*, *J* = 2.0 Hz), 4.67 (*d*, *J* = 2.0 Hz)	4.60 (*m*), 4.69 (*d*, *J* = 2.1 Hz)	4.59 (*m*), 4.68 (*d*, *J* = 1.8 Hz)
30	1.67 (*s*)	1.69 (*s*)	1.71 (*s*)
2′	6.26 (*d*, *J* = 16.0 Hz)	6.29 (*d*, *J* = 15.9 Hz)	6.28 (*d*, *J* = 15.9 Hz)
3′	7.56 (*d*, *J* = 16.0 Hz)	7.59 (*d*, *J* = 15.9 Hz)	7.59 (*d*, *J* = 15.9 Hz)
5′	7.01 (*d*, *J* = 1.6 Hz)	7.03 (*d*, *J* = 1.8 Hz)	7.03 (*d*, *J* = 1.5 Hz)
8′	6.88 (*d*, *J* = 8.2 Hz)	6.91 (*d*, *J* = 8.1 Hz)	6.91 (*d*, *J* = 8.1 Hz)
9′	7.04 (*dd*, *J* = 8.2, 1.6 Hz)	7.07 (*dd*, *J* = 8.1, 1.8 Hz)	7.07 (*dd*, *J* = 8.1, 1.5 Hz)
OMe	3.91 (*s*)	3.93 (*s*)	3.85 (*s*)
OH	-	5.85 (*s*)	3.89 (*br s*)

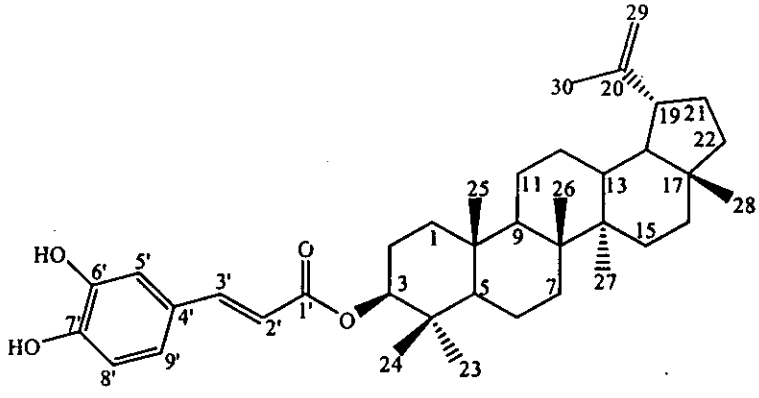
ตารางที่ 47 เปรียบเทียบข้อมูล ^{13}C NMR ของสาร **3β-(*E*)-feruloylbetulin** สาร **PTH14** และสาร **PTH16** ($CDCl_3$)

ตำแหน่ง	**3β-(*E*)-feruloylbetulin,** δ_C **(ppm)**	**สาร PTH14,** δ_C **(ppm)**	**สาร PTH16,** δ_C **(ppm)**
1	38.4	38.5	38.4
2	23.7	23.9	23.8
3	80.8	80.9	80.8
4	38.1	38.1	38.1
5	55.4	55.5	55.4
6	18.2	18.3	18.2
7	34.0	34.3	34.0
8	40.9	40.9	41.0
9	50.3	50.4	50.3
10	37.1	37.2	37.1
11	20.9	21.0	20.9
12	25.2	25.2	25.2
13	37.3	38.1	37.3
14	42.7	42.9	42.7
15	27.0	27.5	27.1
16	29.2	35.6	29.2
17	47.8	43.0	47.8
18	48.7	48.3	48.8
19	47.8	48.0	47.8
20	150.5	151.0	150.5
21	29.7	29.9	29.8
22	34.2	40.0	34.2
23	28.0	28.0	28.0

ตารางที่ 47 (ต่อ)

ตำแหน่ง	3β-(*E*)-feruloylbetulin, δ_C (ppm)	สาร PTH14, δ_C (ppm)	สาร PTH16, δ_C (ppm)
24	16.0	16.2	16.7
25	16.2	16.7	16.2
26	16.6	16.0	16.0
27	14.7	14.6	14.7
28	60.7	18.0	60.6
29	109.7	109.4	109.7
30	19.1	19.3	19.1
1′	167.1	167.1	167.1
2′	114.6	116.3	116.3
3′	144.3	144.3	144.3
4′	127.1	127.2	127.2
5′	109.2	109.3	109.3
6′	146.7	146.8	146.8
7′	147.8	147.8	147.8
8′	116.2	114.7	114.7
9′	123.0	123.1	123.0
OMe	56.0	56.0	56.0

สาร **PTH17**



สาร **PTH17** เป็นของแข็งสีขาว มีจุดหลอมเหลว 147-149°C, $[\alpha]_D^{28}$: +10.6° (*c* = 0.047, $CHCl_3$) ข้อมูล IR แสดงแถบการดูดกลืนของหมู่ไฮดรอกซิล (3413 cm^{-1}) คอนจูเกตเอสเทอร์ (1671 cm^{-1}) และพันธะคู่ (1616 cm^{-1}) ข้อมูล UV เหมือนสาร **PTH14**

ข้อมูล ^1H และ ^{13}C NMR ของสาร **PTH17** (ตารางที่ 48 ภาพประกอบที่ 51 และ 52) คล้าย **PTH14** มีข้อแตกต่างที่ไม่พบอะโรเมติกเมทอกซีโปรตอนที่ δ 3.39 (3H, *s*, OMe-6′) ยืนยันโครงสร้างด้วยข้อมูล HMBC (รูปที่ 20 ตารางที่ 48) โดยH-8′ [δ 6.87 (*d*, *J* = 8.1 Hz)] แสดงความสัมพันธ์กับ C-4′ (δ 127.4), C-6′ (δ 144.0), C-7′ (δ 147.0) และ C-9′ (δ 122.3) จากข้อมูลทางสเปกโทรสโกปีและการเปรียบเทียบกับข้อมูลที่มีการรายงานแล้ว (Alvarenga *et al.*, 2000) สาร **PTH17** คือ 3β-(*E*)-caffeoyllupeol (ตารางที่ 49 และ 50) [$[\alpha]_D$ = +12.5° (*c* = 0.60, $CHCl_3$)]

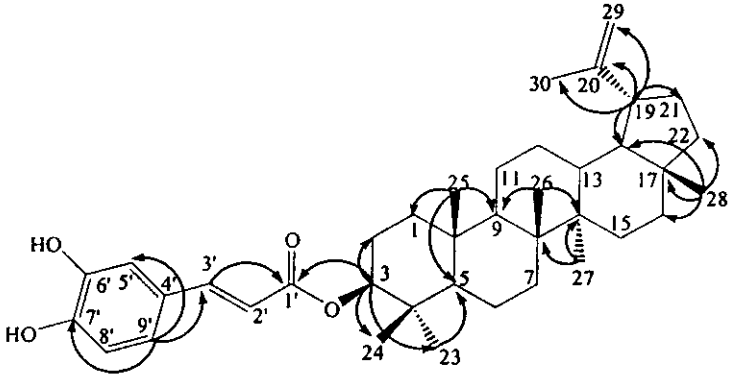
ตารางที่ 48 ข้อมูล ^{1}H NMR, ^{13}C NMR และ HMBC ของสาร **PTH17** ($CDCl_3$)

ตำแหน่ง	δ_C (ppm)		δ_H (ppm)	HMBC
1	38.4	CH_2	1.63 (*m*), 1.68 (*m*) [a]	
2	23.8	CH_2	1.69 (*m*), 1.74 (*m*) [a]	
3	81.5	CH	4.60 (*m*) [a]	1′, 2, 4, 23, 24
4	38.1	C	-	
5	55.4	CH	0.84 (*m*) [a]	
6	18.2	CH_2	1.42 (*m*), 1.54 (*m*) [a]	
7	34.2	CH_2	1.42 (*m*) [a]	
8	40.9	C	-	
9	50.4	CH	1.30 (*m*) [a]	
10	37.1	C	-	
11	27.5	CH_2	1.21 (m), 1.46 (*m*) [a]	
12	25.1	CH_2	1.16 (*m*) [a]	
13	38.1	CH	1.74 (*m*) [a]	
14	42.9	C	-	
15	21.0	CH_2	1.92 (*m*) [a]	
16	35.6	CH_2	1.53 (*m*) [a]	
17	43.0	C	-	
18	48.3	CH	1.38 (*m*) [a]	
19	48.0	CH	2.38 (*dt*, J = 11.1, 5.7 Hz)	13, 18, 20, 21, 29, 30
20	151.0	C	-	
21	29.9	CH_2	1.93 (*m*) [a]	
22	40.0	CH_2	1.20 (*m*), 1.40 (*m*) [a]	
23	28.0	CH_3	0.88 (*s*)	3, 4, 5, 24
24	16.7	CH_3	0.91 (*s*)	3, 4, 5, 23
25	16.2	CH_3	0.88 (*s*)	1, 5, 9, 10

ตารางที่ 48 (ต่อ)

ตำแหน่ง	δ_C (ppm)		δ_H (ppm)	HMBC
26	16.0	CH_3	1.04 (*s*)	7, 8, 9, 14
27	14.6	CH_3	0.95 (*s*)	8, 13, 14, 15
28	18.0	CH_3	0.79 (*s*)	16, 17, 18, 22
29	109.4	CH_2	4.57 (*m*), 4.69 (*d*, *J* = 2.4 Hz)	19, 20, 30
30	19.3	CH_3	1.69 (*s*)	19, 20, 29
1′	168.0	C	-	-
2′	116.0	CH	6.26 (*d*, *J* = 15.9 Hz)	1′, 3′, 4′
3′	144.9	CH	7.56 (*d*, *J* = 15.9 Hz)	1′, 2′, 4′, 5′, 9′
4′	127.4	C	-	-
5′	114.4	CH	7.11 (*d*, *J* = 1.8 Hz)	3′, 4′, 6′, 7′, 9′
6′	144.0	C	-	-
7′	146.6	C	-	-
8′	115.4	CH	6.87 (*d*, *J* = 8.1 Hz)	4′, 7′, 9′
9′	122.3	CH	6.99 (*dd*, *J* = 8.1, 1.8 Hz)	3′, 5′, 7′

[a] ข้อมูลจาก HMQC



รูปที่ 20 ข้อมูล HMBC ของสาร **PTH17**

ตารางที่ 49 เปรียบเทียบข้อมูล ^{1}H NMR ของ 3β-(*E*)-caffeoyllupeol สาร **PTH14** และสาร **PTH17** ($CDCl_3$)

ตำแหน่ง	3β-(*E*)-caffeoyllupeol, δ_H (ppm)	สาร **PTH14**, δ_H (ppm)	สาร **PTH17**, δ_H (ppm)
3	4.60 (*t*)	4.62 (*dd*, *J* = 9.0, 5.4 Hz)	4.60 (*m*)
19	2.38 (*m*)	2.37 (*m*)	2.38 (*dt*, *J* = 11.1, 5.7 Hz)
23	0.89 (*s*)	0.88 (*s*)	0.88 (*s*)
24	0.91 (*s*)	0.89 (*s*)	0.91 (*s*)
25	0.89 (*s*)	0.92 (*s*)	0.88 (*s*)
26	1.04 (*s*)	1.04 (*s*)	1.04 (*s*)
27	0.96 (*s*)	0.95 (*s*)	0.95 (*s*)
28	0.79 (*s*)	0.79 (*s*)	0.79 (*s*)
29	4.58 (*br s*)	4.60 (*m*),	4.57 (*m*),
	4.70 (*br s*)	4.69 (*d*, *J* = 2.1 Hz)	4.69 (*d*, *J* = 2.4 Hz)
30	1.69 (*s*)	1.69 (*s*)	1.69 (*s*)
2′	6.26 (*d*)	6.29 (*d*, *J* = 15.9 Hz)	6.26 (*d*, *J* = 15.9 Hz)
3′	7.56 (*d*)	7.59 (*d*, *J* = 15.9 Hz)	7.56 (*d*, *J* = 15.9 Hz)
5′	7.12 (*s*)	7.03 (*d*, *J* = 1.8 Hz)	7.11 (*d*, *J* = 1.8 Hz)
8′	6.87 (*d*)	6.91 (*d*, *J* = 8.1 Hz)	6.87 (*d*, *J* = 8.1 Hz)
9′	7.00 (*d*)	7.07	6.99
		(*dd*, *J* = 8.1, 1.8 Hz)	(*dd*, *J* = 8.1, 1.8 Hz)
OMe	-	3.93 (*s*)	-
OH	-	5.85 (*s*)	-

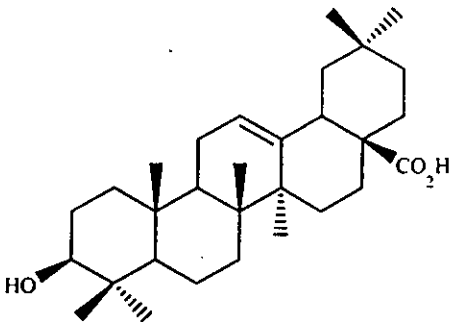
ตารางที่ 50 เปรียบเทียบข้อมูล ^{13}C NMR ของ 3β-(*E*)-caffeoyllupeol สาร **PTH14** และสาร **PTH17** ($CDCl_3$)

ตำแหน่ง	3β-(*E*)-caffeoyllupeol, δ_C (ppm)	สาร PTH14, δ_C (ppm)	สาร PTH17, δ_C (ppm)
1	38.4	38.5	38.4
2	23.8	23.9	23.8
3	81.2	80.9	81.5
4	38.0	38.1	38.1
5	55.4	55.5	55.4
6	18.2	18.3	18.2
7	34.2	34.3	34.2
8	40.9	40.9	40.9
9	50.3	50.4	50.4
10	37.1	37.2	37.1
11	27.4	21.0	27.5
12	25.1	25.2	25.1
13	38.0	38.1	38.1
14	42.8	42.9	42.9
15	20.9	27.5	21.0
16	35.6	35.6	35.6
17	43.0	43.0	43.0
18	48.3	48.3	48.3
19	48.0	48.0	48.0
20	150.9	151.0	151.0
21	29.8	29.9	29.9
22	40.4	40.0	40.0
23	28.0	28.0	28.0

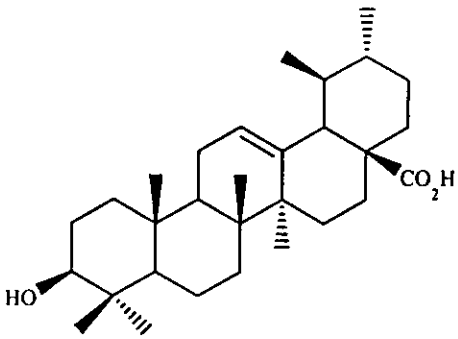
ตารางที่ 50 (ต่อ)

ตำแหน่ง	3β-(*E*)-caffeoyllupeol, δ_C (ppm)	สาร PTH14, δ_C (ppm)	สาร PTH17, δ_C (ppm)
24	16.6	16.2	16.7
25	16.2	16.7	16.2
26	16.0	16.0	16.0
27	14.5	14.6	14.6
28	18.0	18.0	18.0
29	109.3	109.4	109.4
30	19.3	19.3	19.3
1′	167.5	167.1	168.0
2′	116.3	116.3	116.0
3′	144.4	144.3	144.9
4′	127.6	127.2	127.4
5′	115.4	109.3	114.4
6′	143.8	146.8	144.0
7′	146.2	147.8	146.6
8′	114.3	114.7	115.4
9′	122.3	123.1	122.3
OMe	-	56.0	-

สาร **PTH18** และ **PTH19**



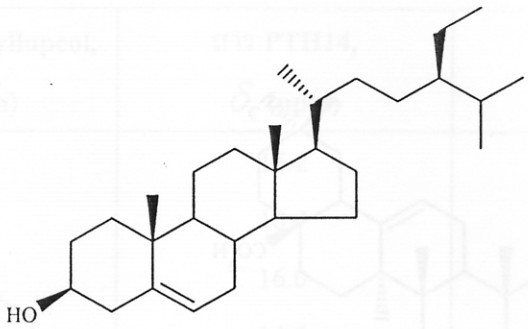
PTH18



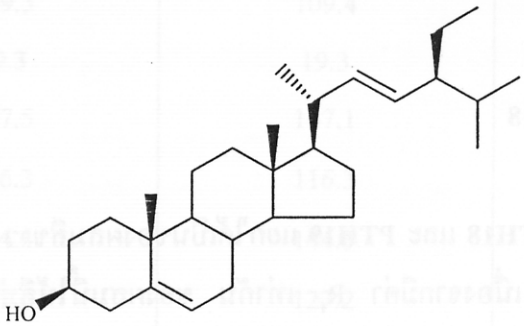
PTH19

สาร **PTH18** และ **PTH19** แยกได้เป็นของผสมสีขาว ซึ่งไม่สามารถแยกออกจากกันได้ด้วยวิธีโครมาโทกราฟี เนื่องจากมีค่า R_f เท่ากัน ของผสมนี้ให้สีม่วงกับ vanillin-sulfuric acid ข้อมูล IR แสดงแถบการดูดกลืนของหมู่ไฮดรอกซิล (3414 cm^{-1}) และหมู่คาร์บอนิล (1680 cm^{-1}) ข้อมูล ^{1}H NMR (ภาพประกอบที่ 53) แสดงสัญญาณของโอลิฟินิกโปรตอนเป็นทริพเลต 2 สัญญาณที่ δ 5.24 (1H, J = 3.6 Hz) และ 5.28 (1H, J = 3.6 Hz), สัญญาณของออกซีเมไทน์โปรตอนที่ δ 3.20 (2H, *dd*, J = 8.7, 6.9 Hz) และเมไทน์โปรตอนที่ δ 2.83 (1 H, *dd*, J = 13.8, 3.6 Hz) ข้อมูล ^{13}C NMR แสดงสัญญาณของคาร์บอกซิลคาร์บอน 2 สัญญาณ ที่ δ 181.1 และ 180.9 สัญญาณของโอลิฟินิกคาร์บอน 2 สัญญาณที่ δ 122.4 และ 125.2 และ สัญญาณของควอเตอร์นารีคาร์บอนที่ δ 138.3 และ 144.0 ข้อมูล ^{1}H NMR และ ^{13}C NMR สอดคล้องกับข้อมูลที่มีรายงานแล้วของ oleanolic และ ursolic acid ดังนั้นคาดว่า สารผสมนี้คือ oleanolic และ ursolic acid (Seebacher *et al.*, 2003)

สาร **PTH20** และ **PTH21**



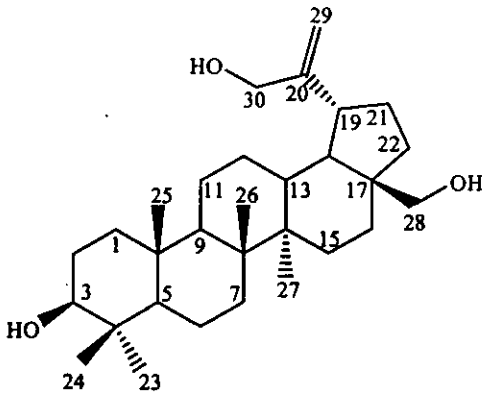
PTH20



PTH21

แยกสาร **PTH20** และ **PTH21** ได้เป็นของผสมสีขาว ข้อมูล IR แสดงแถบการดูดกลืนของหมู่ไฮดรอกซิลที่ 3425 cm^{-1} และพันธะคู่ที่ 1642 cm^{-1} ข้อมูล ^1H NMR (ภาพประกอบที่ 54) แสดงสัญญาณของออกซีเมไทน์โปรตอนที่ δ 3.57-3.47 (*m*), โอลิฟินิกโปรตอน 3 สัญญาณที่ δ 5.36-5.34 (1H, *d*, *J* = 5.1 Hz), 5.16 (1H, *dd*, *J* = 15.1, 8.4 Hz) and 5.01 (1H, *dd*, *J* = 15.1, 8.4 Hz) ข้อมูล ^1H NMR สอดคล้องกับข้อมูลที่มีรายงานแล้วของ β-sitosterol และ stigmasterol (Cheenpracha, 2004) ดังนั้นสาร **PTH20** และ **PTH21** คือ β-sitosterol และ stigmasterol

สาร **PTM1**



สาร **PTM1** เป็นของแข็งสีขาว ให้สีม่วงกับการทดสอบ vanillin-sulfuric ข้อมูล IR คล้ายสาร **PTH3** ไม่มีรายงานจุดหลอมเหลว และค่าสเปซิฟิกโรเตชัน เนื่องจากสารมีปริมาณน้อยและสลายตัว

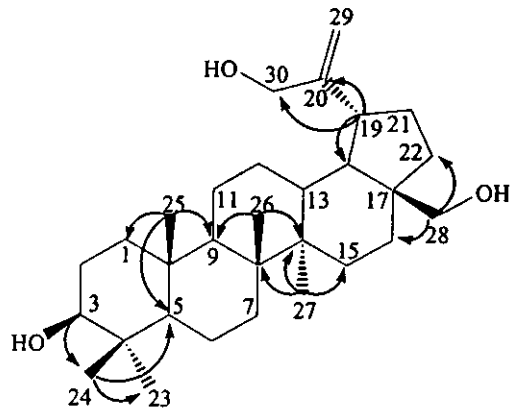
ข้อมูล ^{1}H และ ^{13}C NMR ของสาร **PTM1** (ตารางที่ 51 ภาพประกอบที่ 55 และ 56) คล้ายข้อมูลของสาร **PTH3** และ**PTH7** แต่ **PTM1** แสดงสัญญาณเป็นซิงเกลตของหมู่เมทิลเพียง 5 หมู่ที่ δ 0.76, 0.82, 0.97, 0.98 และ 1.02 สัญญาณของโอลิฟินิก 2 โปรตอนที่ปลายโซ่ของ 2H-29 ปรากฏที่ δ4.95 (*br d*, J = 2.1 Hz) และ 4.91 (*m*) ซึ่งเป็นสนามต่ำกว่าของ **PTH3** (δ4.68 and 4.58) นอกจากนั้นพบสัญญาณแบบ AB ของออกซีเมทิลีนโปรตอนปรากฏที่ δ3.30 และ 3.80 (*d*, J = 11.4 Hz, 2H-28) และสัญญาณเป็นซิงเกลตที่กว้างที่ δ4.12 (2H, br s, 2H-30) ข้อมูล HMBC (รูปที่ 21 ตารางที่ 51) แสดงว่าออกซีเมทิลีนโปรตอน 2H-30 แสดงความสัมพันธ์กับ C-20 (δ152.0) และ C-29 (δ107.2) และ 2H-28 แสดงความสัมพันธ์กับ C-16 (δ29.2) และ C-22 (δ33.8) จากข้อมูลทางสเปกโทรสโกปีและเปรียบเทียบกับที่มีรายงานแล้ว (Gonzalez *et al.*, 1992) สาร **PTM1** คือ 3β, 28, 30-lup-20(29)-ene-triol (ตารางที่ 54 และ 55)

ตารางที่ 51 ข้อมูล ^{1}H NMR , ^{13}C NMR และ HMBC ของสาร **PTM1** ($CDCl_3$)

ตำแหน่ง	δ_C (ppm)		δ_H (ppm)	HMBC
1	38.7	CH_2		
2	27.4	CH_2		
3	80.0	CH	3.18 (*dd*, *J* = 10.8, 5.1 Hz)	24
4	38.9	C		
5	55.3	CH	0.68 (*m*)	
6	18.3	CH_2		
7	34.3	CH_2		
8	40.9	C		
9	50.4	CH		
10	37.2	C		
11	21.9	CH_2		
12	26.8	CH_2		
13	37.2	CH		
14	42.7	C		
15	27.0	CH_2		
16	29.2	CH_2		
17	47.8	C		
18	49.5	CH		
19	43.5	CH	2.30 (*m*)	18, 20, 29, 30
20	152.0	C		
21	31.6	CH_2		
22	33.8	CH2		
23	28.0	CH_3	0.97 (*s*)	3, 4, 5, 24
24	15.4	CH_3	0.76 (*s*)	3, 4, 5, 23
25	16.1	CH_3	0.82 (*s*)	1, 5, 9, 10

ตารางที่ 51 (ต่อ)

ตำแหน่ง	δ_C (ppm)		δ_H (ppm)	HMBC
26	16.0	CH_3	1.02 (*s*)	7, 8, 9, 14
27	14.8	CH_3	0.98 (*s*)	8, 13, 14, 15
28	60.3	CH_2	3.30 (*d*, *J* = 11.4 Hz),	16, 22
			3.80 (*d*, *J* = 11.4 Hz)	
29	107.2	CH_2	4.95 (*m*), 4.91 (*br s*)	19, 20, 30
30	65.1	CH_2	4.12 (*br s*)	20, 29



รูปที่ 21 ข้อมูล HMBC ของสาร **PTM1**

ตารางที่ 52 เปรียบเทียบข้อมูล ^{1}H NMR ของสาร **PTH3** สาร **PTH7** และสาร **PTM1** ($CDCl_3$)

ตำแหน่ง	สาร **PTH3**, δ_H (ppm)	สาร **PTH7**, δ_H (ppm)	สาร **PTM1**, δ_C (ppm)
3	3.19 (*dd*, *J* = 10.8, 5.1 Hz)	3.19 (*dd*, *J* = 10.8, 5.1 Hz)	3.18 (*dd*, *J* = 10.8, 5.1 Hz)
5	0.68 (*m*)	0.68 (*m*)	0.68 (*m*)
19	2.38 (*m*)	2.28 (*m*)	2.30 (*m*)
23	0.97 (*s*)	0.97 (*s*)	0.97 (*s*)
24	0.76 (*s*)	0.76 (*s*)	0.76 (*s*)
25	0.82 (*s*)	0.83 (*s*)	0.82 (*s*)
26	1.02 (*s*)	1.03 (*s*)	1.02 (*s*)
27	0.98 (*s*)	0.94 (*s*)	0.98 (*s*)
28	3.33 (*d*, *J* = 10.8 Hz), 3.80 (*dd*, *J* = 10.8, 1.5 Hz)	0.78 (*s*)	3.30 (*d*, *J* = 11.4 Hz), 3.80 (*d*, *J* = 11.4 Hz)
29	4.58 (*m*), 4.68 (*d*, *J* = 2.1 Hz)	4.90 (*brs*), 4.93 (*brs*)	4.91 (*br s*), 4.95 (*d*, *J* = 1.2 Hz)
30	1.68 (*s*)	4.09 (*d*, *J* = 15.3 Hz), 4.14 (*d*, *J* = 15.3 Hz)	4.12 (*br s*)

ตารางที่ 53 เปรียบเทียบข้อมูล ^{13}C NMR ของสาร **PTH3** สาร **PTH7** และ สาร **PTM1** ($CDCl_3$)

ตำแหน่ง	สาร **PTH3**, δ_C (ppm)	สาร **PTH7**, δ_C (ppm)	สาร **PTM1**, δ_C (ppm)
1	38.7	38.7	38.7
2	27.4	27.4	27.4
3	79.0	79.0	80.0
4	38.9	38.9	38.9
5	55.3	55.3	55.3
6	18.3	18.3	18.3
7	34.2	34.3	34.3
8	40.9	40.9	40.9

ตารางที่ 53 (ต่อ)

ตำแหน่ง	สาร PTH3, δ_C (ppm)	สาร PTH7, δ_C (ppm)	สาร PTM1, δ_C (ppm)
9	50.4	50.4	50.4
10	37.2	37.2	37.2
11	20.8	21.1	21.9
12	25.2	26.7	26.8
13	37.3	38.0	37.2
14	42.7	42.8	42.7
15	27.0	27.4	27.0
16	29.2	35.5	29.2
17	47.5	43.0	47.8
18	48.8	48.9	49.5
19	47.5	43.8	43.5
20	150.5	154.8	152.0
21	29.8	31.8	31.6
22	34.0	39.9	33.8
23	28.0	28.0	28.0
24	15.4	15.4	15.4
25	16.1	16.1	16.1
26	16.0	16.0	16.0
27	14.8	14.5	14.8
28	60.6	17.7	60.3
29	109.7	106.8	107.2
30	19.1	65.0	65.1

ตารางที่ 54 เปรียบเทียบข้อมูล ^{1}H NMR ของสาร **3β, 28, 30-lup-20(29)-ene-triol** และสาร **PTM1** ($CDCl_3$)

ตำแหน่ง	**3β, 28, 30-lup-20(29)-ene-triol, δ_H (ppm)**	สาร **PTM1**, δ_H (ppm)
3	3.15, 3.21 (*dd*, *J* = 10.9, 5.6 Hz)	3.18 (*dd*, *J* = 10.8, 5.1 Hz)
23	0.96 (*s*)	0.97 (*s*)
24	0.75 (*s*)	0.76 (*s*)
25	0.81 (*s*)	0.82 (*s*)
26	1.01 (*s*)	1.02 (*s*)
27	0.97 (*s*)	0.98 (*s*)
28	3.31 (*d*, *J* = 10.6 Hz),	3.30 (*d*, *J* = 11.4 Hz),
	3.79 (*d*, *J* = 10.6 Hz)	3.80 (*d*, *J* = 11.4 Hz)
29	4.89 (*s*),	4.91 (*br s*),
	4.94 (*s*)	4.95 (*d*, *J* = 1.2 Hz)
30	4.12 (*s*)	4.12 (*br s*)

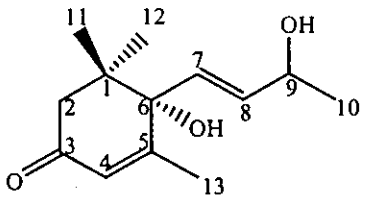
ตารางที่ 55 เปรียบเทียบข้อมูล ^{13}C NMR ของสาร **3β, 28, 30-lup-20(29)-ene-triol** (CD_3OD) และสาร **PTM1** ($CDCl_3$)

ตำแหน่ง	**3β, 28, 30-lup-20(29)-ene-triol, δ_C (ppm)**	สาร **PTM1**, δ_C (ppm)
1	38.2	38.7
2	30.6	27.4
3	82.3	80.0
4	40.9	38.9
5	59.5	55.3
6	22.0	18.3
7	37.5	34.3

ตารางที่ 55 (ต่อ)

ตำแหน่ง	3β, 28, 30-lup-20(29)-ene-triol, δ_C (ppm)	สาร PTM1, δ_C (ppm)
8	42.7	40.9
9	54.5	50.4
10	32.2	37.2
11	24.7	21.9
12	30.8	26.8
13	41.3	37.2
14	44.8	42.7
15	33.0	27.0
16	38.0	29.2
17	46.4	47.8
18	53.3	49.5
19	47.4	43.5
20	150.7	152.0
21	35.4	31.6
22	33.1	33.8
23	31.2	28.0
24	19.3	15.4
25	18.6	16.1
26	19.2	16.0
27	17.8	14.8
28	62.9	60.3
29	109.8	107.2
30	67.8	65.1

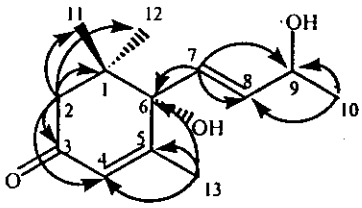
สาร **PTM2**



สาร **PTM2** เป็นของหนืดไม่มีสี $[\alpha]_D^{28}$: +36.6 °(c = 0.041, $CHCl_3$) ข้อมูล UV (λ_{max} 235 nm) และ IR (ν_{max} 1660 cm^{-1}) แสดงแถบดูดกลืนของ α, β-unsaturated ketone (ภาพประกอบที่ 57)

ข้อมูล ^{13}C NMR (ตารางที่ 56 ภาพประกอบที่ 59) แสดง 13 สัญญาณของ 13 คาร์บอน ซึ่งอาศัยข้อมูลของ DEPT 90° และ DEPT 135° จำแนกได้เป็น 4 เมทิล (δ 18.9, 22.9, 23.8 and 24.1) 1 เมทิลีน (δ 49.7), 4 เมไทน์ (δ 68.0, 126.9, 129.0 และ 135.8), 3 ควอเตอร์นารี (δ 41.2, 79.1, 162.6) และ 1 คาร์บอนิล คาร์บอน (δ 197.9)

ข้อมูล ^1H NMR (ภาพประกอบที่ 58 ตารางที่ 56) แสดงสัญญาณของ nor-sesquiterpenoids เป็นสัญญาณของเมทิล 4 หมู่ δ 1.01 (*s*), 1.08 (*s*), 1.31 (*d*, J = 6.6 Hz) และ 1.90 (*d*, J = 1.2 Hz) สัญญาณของโอลิฟินิกเมไทน์โปรตอน 2 ตัวปรากฏที่ δ 5.85 (1H, *dd*, J = 15.6, 0.6 Hz, H-7) และ δ 5.78 (1H, *dd*, J = 15.6, 5.1 Hz, H-8) ค่าคงที่การคู่ควบแสดงว่าพันธะคู่จัดตัวแบบทรานส์ นอกจากนั้น ยังปรากฏสัญญาณของเมไทน์โปรตอนที่ δ 5.91 (*t*, J = 1.2 Hz, H-4) และสัญญาณของออกซีเมไทน์โปรตอนที่ δ 4.42 (1H, *qn*, J = 6.6 Hz, H-9) สัญญาณแบบ AB ของเมทิลีนโปรตอนปรากฏที่ δ 2.46 (*d*, J = 17.1 Hz, H-2a) and 2.25 (1H, *d*, J = 17.1 Hz, H-2b) ข้อมูล HMBC (ตารางที่ 56 รูปที่ 22) ยืนยันตำแหน่งสัญญาณแบบ AB ของเมทิลีนโปรตอนที่ตำแหน่ง C-2 โดยสัญญาณของ 2H-2 (δ 2.46 และ 2.25) แสดงความสัมพันธ์กับ C-1 (δ 41.2), C-3 (δ 197.9), C-4 (δ 126.9), C-6 (δ 79.1), C-11 (δ 22.9) และ C-12 (δ 24.1) ไวนิลิกเมทิลโปรตอนที่ δ 1.90 (3H-13) แสดงความสัมพันธ์กับ C-4 (δ 126.9), C-5 (δ 162.6) และ C-6 (δ 79.1) แสดงว่าพันธะคู่อยู่ระหว่าง C-4 และ C-5 นอกจากนั้นพบว่าทรานส์โอลิฟินิกโปรตอน H-8 แสดงความสัมพันธ์กับ C-6 (δ 79.1), C-7 (δ 129.0) and C-9 (δ 68.0) จากข้อมูลทางสเปกโทรสโกปีและเปรียบเทียบกับข้อมูลที่มีรายงานแล้ว (Kisiel *et al.*, 2004) สาร **PTM2** คือ blumenol A (ตารางที่ 57 และ 58) [$[\alpha]_D^{22}$ = +41.0° (c = 0.01, $CHCl_3$)]



รูปที่ 22 ข้อมูล HMBC ของสาร **PTM2**

ตารางที่ 56 ข้อมูล ^{1}H NMR, ^{13}C NMR และ HMBC ของสาร **PTM2** ($CDCl_3$)

ตำแหน่ง	δ_C (ppm)		δ_H (ppm)	HMBC
1	41.2	C	-	
2	49.7	CH_2	2.25, 2.46 (each d, J = 17.1 Hz)	1, 3, 4, 6, 11, 12
3	197.9	C	-	-
4	126.9	CH	5.91 (*m*)	2, 6, 13
5	162.6	C	-	-
6	79.1	C	-	-
7	129.0	CH	5.78 (*dd*, J = 15.6, 0.6 Hz)	6, 8, 9
8	135.8	CH	5.85 (*dd*, J = 15.6, 5.1 Hz)	5, 6, 7, 9
9	68.0	CH	4.42 (*qn*, J = 6.6 Hz)	7, 8, 10
10	23.8	CH_3	1.31 (*d*, J = 6.6 Hz)	8, 9
11	22.9	CH_3	1.08 (*s*)	1, 2, 6, 12
12	24.1	CH_3	1.01 (*s*)	1, 2, 3, 6, 11
13	18.9	CH_3	1.90 (*d*, J = 1.2 Hz)	4, 5, 6

ตารางที่ 57 เปรียบเทียบสัญญาณ ^{1}H NMR ของ **Blumenol A** และ สาร **PTM2** ($CDCl_3$)

ตำแหน่ง	Blumenol A, δ_H (ppm)	สาร PTM2, δ_H (ppm)
2a	2.25 (*d*, J = 16.8 Hz)	2.25 (*d*, J = 17.1, 1.2 Hz),
2b	2.45 (*d*, J = 16.8 Hz)	2.46 (*d*, J = 17.1 Hz)
4	5.91 (*br s*)	5.91 (*m*)
7	5.79 (*d*, J = 15.7 Hz)	5.78 (*dd*, J = 15.6, 0.6 Hz)

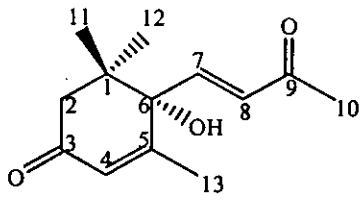
ตารางที่ 57 (ต่อ)

ตำแหน่ง	Blumenol A, δ_H (ppm)	สาร PTM2, δ_H (ppm)
8	5.87 (*dd*, *J* = 15.7, 5.1Hz)	5.85 (*dd*, *J* = 15.6, 5.1 Hz)
9	4.42 (*m*)	4.42 (*qn*, *J* = 6.6 Hz)
10	1.30 (*d*, *J* = 6.3 Hz)	1.31 (*d*, *J* = 6.6 Hz)
11	1.02 (*s*)	1.08 (*s*)
12	1.11 (*s*)	1.01 (*s*)
13	1.90 (*br s*)	1.90 (*d*, *J* = 1.2 Hz)

ตารางที่ 58 เปรียบเทียบข้อมูล ^{13}C NMR ของสาร **Blumenol A** และ สาร **PTM2** ($CDCl_3$)

ตำแหน่ง	Blumenol A, δ_C (ppm)	สาร PTM2, δ_C (ppm)
1	41.1	41.2
2	49.7	49.7
3	197.9	197.9
4	127.0	126.9
5	162.6	162.6
6	79.1	79.1
7	135.7	129.0
8	129.0	135.8
9	68.1	68.0
10	23.8	23.8
11	22.9	22.9
12	24.0	24.1
13	18.9	18.9

สาร PTM3



สาร **PTM3** เป็นของหนืดไม่มีสี $[\alpha]_D^{28}$: +125.0° (c = 0.032, $CHCl_3$) ข้อมูล UV และ IR คล้ายสาร **PTM2**

ข้อมูล ^1H และ ^{13}C NMR (ภาพประกอบที่ 63 และ 64 ตารางที่ 59) คล้ายสาร **PTM2** แต่สัญญาณของออกซีเมไทน์โปรตอนที่พบในสาร **PTM2** ที่ δ4.42 (1H,qn, J = 6.6 Hz, H-9) และสัญญาณดัพเลตของ 3H-10 ที่ δ1.31 ถูกแทนที่ด้วยสัญญาณของอะเซทิลโปรตอนที่ δ2.24 (3H, s) ยืนยันสัญญาณของโปรตอนและคาร์บอนด้วยข้อมูล HMQC และ HMBC ข้อมูล HMBC (รูปที่ 23 ตารางที่ 59) แสดงว่าเมทิลโปรตอน (3H-10) แสดงความสัมพันธ์กับ C-7 (δ143.9), C-8 (δ129.4) และ C-9 (δ197.0) จากข้อมูลทางสเปกโทรสโกปีและเปรียบเทียบกับข้อมูลที่มีการรายงานแล้ว (Gonzalez *et al.*, 1994) **PTM3** คือ dehydrovomifoliol (ตารางที่ 60 และ 61) [$[\alpha]_D^{28}$ = +134.4° (c = 0.11, $CHCl_3$)]

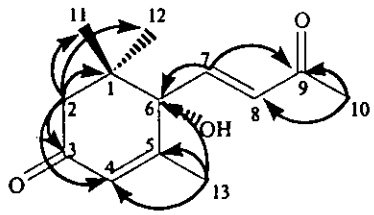
ตารางที่ 59 ข้อมูล ^1H NMR, ^{13}C NMR และ HMBC ของสาร **PTM3** ($CDCl_3$)

ตำแหน่ง	δ_C (ppm)		δ_H (ppm)	HMBC
1	40.1	C		
2	48.6	CH_2	2.44 (d, J = 17.7 Hz)	1, 3, 4, 6, 11, 12
			2.27 (d, J = 17.7 Hz)	
3	197.0[c]	C	-	
4	126.8	CH	5.89 ($br\ s$)	13
5	159.1	C	-	
6	79.0	C	-	
7	143.9	CH	6.76 (d, J = 15.9 Hz)	6, 9
8	129.4	CH	6.40 (d, J = 15.9 Hz)	6, 7, 9
9	197.0[c]	C	-	

ตารางที่ 59 (ต่อ)

ตำแหน่ง	δ_C (ppm)		δ_H (ppm)	HMBC
10	27.4	CH_3	2.24 (*s*)	7, 8, 9
11	23.3	CH_3	0.96 (*s*)	1, 2, 6, 12
12	21.9	CH_3	1.04 (*s*)	1, 2, 6, 11
13	17.6	CH_3	1.82 (*d*, *J* = 1.5 Hz)	4, 5, 6, 7

[c] ข้อมูลมาจาก HMBC



รูปที่ 23 ข้อมูล HMBC ของสาร **PTM3**

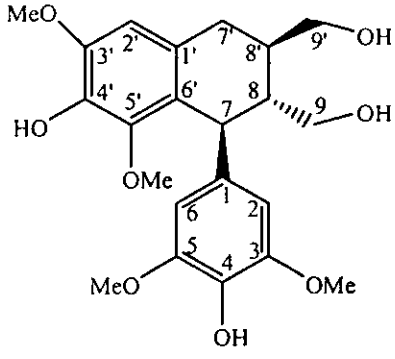
ตารางที่ 60 เปรียบเทียบข้อมูล ^{1}H NMR ของ dehydrovomifoliol สาร**PTM2** และ **PTM3** ($CDCl_3$)

ตำแหน่ง	**dehydrovomifoliol,** δ_H **(ppm)**	สาร **PTM2,** δ_H **(ppm)**	สาร **PTM3,** δ_H **(ppm)**
2	2.33 (*d*, *J* = 17.2 Hz),	2.25 (*dd*, *J* = 17.1, 1.2 Hz),	2.27 (*d*, *J* = 17.7 Hz),
	2.49 (*d*, *J* = 17.2 Hz)	2.46 (*d*, *J* = 17.1 Hz)	2.44 (*d*, *J* = 17.7 Hz)
4	5.95 (*t*-like)	5.91 (*t*, *J* = 1.2 Hz)	5.89 (*br s*)
7	6.82 (*d*, *J* = 15.7 Hz)	5.78 (*dd*, *J* = 15.6, 0.6 Hz)	6.76 (*d*, *J* = 15.9 Hz)
8	6.45 (*d*, *J* = 15.7 Hz)	5.85 (*dd*, *J* = 15.6, 5.1 Hz)	6.40 (*d*, *J* = 15.9 Hz)
9	-	4.42 (*dt*, *J* = 11.7, 6 Hz)	-
10	2.30 (*s*)	1.31 (*d*, *J* = 6.6 Hz)	2.24 (*s*)
11	1.10 (*s*)	1.08 (*s*)	0.96 (*s*)
12	1.02 (*s*)	1.01 (*s*)	1.04 (*s*)
13	1.88 (*d*, *J* = 1.4 Hz)	1.90 (*d*, *J* = 1.2 Hz)	1.82 (*d*, *J* = 1.5 Hz)

ตารางที่ 61 เปรียบเทียบข้อมูล ^{13}C NMR ของ blumenol A สาร PTM2 และ PTM3 ($CDCl_3$)

ตำแหน่ง	Dehydrovomifoliol, δ_C (ppm)	สาร PTM2, δ_C (ppm)	สาร PTM3, δ_C (ppm)
1	41.4	41.2	40.1
2	49.6	49.7	48.6
3	197.2	197.9	197.0
4	127.9	126.9	126.8
5	160.1	162.6	159.1
6	79.3	79.1	79.0
7	144.9	129.0	143.9
8	130.4	135.8	129.4
9	196.8	68.0	197.0
10	28.4	23.8	27.4
11	24.3	22.9	23.3
12	22.9	24.1	21.9
13	18.6	18.9	17.6

สาร **PTM4**



สาร **PTM4** เป็นสารหนืดไม่มีสี $[\alpha]_D^{28}$ + 34.5° (*c* = 0.220, MeOH) ข้อมูล IR แสดงแถบดูดกลืนที่ของหมู่ไฮดรอกซิลที่ 3401 cm^{-1} และวงแหวนอะโรเมติกที่ 1612, 1500 cm^{-1} แถบดูดกลืนของ UV สเปกตรัม ปรากฏที่ 236 and 280 nm (ภาพประกอบที่ 65)

ข้อมูล ^{13}C NMR (ภาพประกอบที่ 67 ตารางที่ 63) แสดง 19 สัญญาณของ 22 คาร์บอน อาศัยข้อมูลของ DEPT 90° และ DEPT 135° ระบุชนิดของคาร์บอนเป็น 4 เมทอกซีคาร์บอน (δ 56.1, 56.4, 56.4 and 59.5), 3 เมทิลีน คาร์บอน (δ 33.5, 64.0 and 66.8) 6 เมไทน์คาร์บอน (δ 40.4, 43.1, 49.5, 105.4, 105.4 และ 105.9) และ 9 ควอเตอร์นารีคาร์บอน (δ 125.2, 128.6, 133.0, 137.0, 138.3, 145.5, 146.0, 146.8 and 146.8)

ข้อมูล ^1H, ^{13}C NMR และ DEPT ของสาร **PTM4** ระบุว่าเป็นสัญญาณของ aryl-tetralin type lignan (ตารางที่ 63)

ข้อมูล ^1H NMR (ภาพประกอบที่ 66 ตารางที่ 63) แสดงสัญญาณของหมู่ไฮดรอกซิล 2 หมู่ ที่ δ 5.37 และ 5.40 (each 1H, *s*, -OH) ซึ่งสัญญาณทั้งสองนี้หายไปเมื่อเขย่ากับ D_2O พบสัญญาณ 4 ซิงเกลตของอะโรเมติกเมทอกซี 4 หมู่ที่ δ 3.30, 3.80, 3.80 และ 3.89 สัญญาณของอะโรเมติกเมไทน์โปรตอน 2 ตัวปรากฏที่ δ 6.35 (2H, *s*, H-2 and H-6) และอะโรเมติกเมไทน์โปรตอนอีก 1 ตัวปรากฏที่ δ 6.45 (1H, *s*, H-2′) นอกจากนั้นยังพบสัญญาณของออกซีเมทิลีนโปรตอนที่ δ 3.58, 3.82 (2H, *m*, 2H-9) และ 3.64 (1H) และ 3.78 (1H) ซึ่งเป็นสัญญาณของ 2H-9′ ระบุตำแหน่งสัญญาณของ ^{13}C และ ^1H NMR โดยใช้ข้อมูลประกอบจาก ^1H-^1H COSY (ภาพประกอบที่ 69) NOESY (ตารางที่ 62) และ HMBC (ตารางที่ 63) จากข้อมูล HMBC เมไทน์โปรตอนที่ δ 4.02 (H-7) แสดงความสัมพันธ์กับ C-1 (δ 138.3), C-2 (δ 105.4), C-6 (δ 105.4), C-8 (δ 49.5), C-1′ (δ 128.6), C-6′ (δ 125.2) และ C-8′ (δ 40.4) ยืนยันตำแหน่งเมทิลีนโปรตอน 2H-9 และ 2H-9′ ด้วยข้อมูล COSY ใช้ข้อมูล NOESY ระบุสเตอริโอเคมีของ

PTM4 โดยโปรตอนH-7 (δ 4.02), แสดงความสัมพันธ์กับ H-8′(δ 1.75) แต่ไม่เห็นสัญญาณ H-8 (δ 1.93) แสดงว่า H-7 และ H-8′ อยู่ด้านเดียวกัน แต่อยู่คนละด้านกับ H-8 จากข้อมูลทางสเปกโทรสโกปี และเปรียบเทียบกับข้อมูลที่มีรายงานแล้ว (Zhang *et al.*, 1999) สาร **PTM4** คือ lyoniresinol (ตารางที่ 64 และ 65) [$[\alpha]_D^{23}$ = + 68.0° (*c* = 0.10, MeOH)]

ตารางที่ 62 ข้อมูล NOESY ของสาร **PTM4**

δ_H (ppm)	แสดงความสัมพันธ์กับ δ_H (ppm)
H-2	OMe-3, H-8
H-6	H-7, OMe-5, OMe-5′
H-7	H-2, H-6, H-8′, H-9′
H-8	H-9′, H-2
H-8′	H-7′, H-9′
H-2′	H-7′, OMe-3′

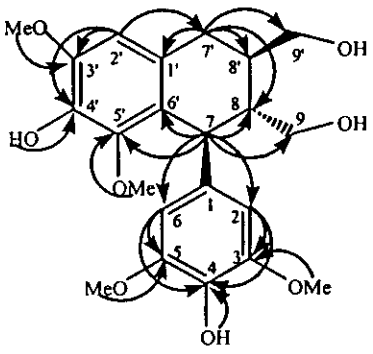
ตารางที่ 63 ข้อมูล ^{1}H NMR, ^{13}C NMR และ HMBC ของสาร **PTM4** ($CDCl_3$)

ตำแหน่ง	δ_C (ppm)		δ_H (ppm)	HMBC
1	138.3	C	-	
2	105.4	CH	6.35 (*s*)	1, 3, 4, 6, 7
3	146.8	C	-	
4	133.0	C	-	
5	146.8	C	-	
6	105.4	CH	6.35 (*s*)	1, 2, 4, 5, 7
7	43.1	CH	4.02 (*d*, *J* = 7.8 Hz)	1, 2, 6, 8, 9, 1′, 5′, 6′, 8′
8	49.5	CH	1.93 (*m*)	
9	64.0	CH_2	3.58 (*m*)[a], 3.82 (*m*)[a]	8′, 7
1′	128.6	C	-	
2′	105.9	CH	6.45 (*s*)	3′, 4′, 6′, 7′

ตารางที่ 63 (ต่อ)

ตำแหน่ง	δ_C (ppm)		δ_H (ppm)	HMBC
3′	146.0	C	-	
4′	137.0	C	-	
5′	145.5	C	-	
6′	125.2	C	-	
7′	33.5	CH_2	2.68 (*dd*, *J* = 15.3, 11.4 Hz)	8, 1′, 2′, 6′, 8′, 9′
			2.59 (*dd*, *J* = 15.3, 4.5 Hz)	
8′	40.4	CH	1.75 (*m*)	-
9′	66.8	CH_2	3.64 (*m*)[a], 3.78 (*m*)[a]	8, 7′
OMe-3	56.4	CH_3	3.80 (*s*)	3
OMe-5	56.4	CH_3	3.80 (*s*)	5
OMe-3′	56.1	CH3	3.89 (*s*)	3′
OMe-5′	59.5	CH_3	3.30 (*s*)	5′
OH-4	-	-	5.40 (*s*)	3, 4, 5
OH-4′	-	-	5.37 (s)	3′, 4′, 5′

[a] ข้อมูลได้จาก HMQC



รูปที่ 24 แสดงข้อมูล HMBC ของสาร **PTM4**

ตารางที่ 64 เปรียบเทียบข้อมูล ^{1}H NMR ของ lyoniresinol และ สาร PTM4

ตำแหน่ง	lyoniresinol, δ_H (ppm) (acetone-d_6)	สาร PTM4, δ_H (ppm) ($CDCl_3$)
2	6.29 (*s*)	6.35 (*s*)
6	6.29 (*s*)	6.35 (*s*)
7	4.23 (*d*, *J* = 5.8 Hz)	4.02 (*d*, *J* = 7.8 Hz)
8	1.86 (*m*)	1.93 (*m*)
9	3.26 (*m*)	3.80 (*m*)
2′	6.54 (*s*)	6.45 (*s*)
7′	2.38 (*dd*, *J* = 14.0, 11.8 Hz),	2.59 (*dd*, *J* = 15.3, 4.5 Hz),
	2.58 (*dd*, *J* = 14.8, 4.6 Hz)	2.68 (*dd*, *J* = 15.3, 11.4 Hz)
8′	1.44 (*m*)	1.75 (*m*)
9′	3.45 (*m*),	3.58 (*dd*, *J* = 11.4, 6.6 Hz),
	3.85 (*m*)	3.64 (*dd*, *J* = 11.4, 6.6 Hz)
OMe-3	3.64 (*s*)	3.80 (*s*)
OMe-5	3.64 (*s*)	3.80 (*s*)
OMe-3′	3.77 (*s*)	3.89 (*s*)
OMe-5′	3.35 (*s*)	3.30 (*s*)
OH-4	7.39 (*s*)	5.40 (*s*)
OH-4′	7.16 (*s*)	5.37 (s)

ตารางที่ 65 เปรียบเทียบข้อมูล ^{13}C NMR ของ lyoniresinol และสาร PTM4

ตำแหน่ง	lyoniresinol, δ_C (ppm) (acetone-d_6)	สาร PTM4, δ_C (ppm) ($CDCl_3$)
1	137.8	138.3
2	106.5	105.4
3	147.7	146.8
4	134.8	133.0

ตารางที่ 65 (ต่อ)

ตำแหน่ง	lyoniresinol, δ_C (ppm) (acetone-d_6)	สาร PTM4, δ_C (ppm) ($CDCl_3$)
5	147.7	146.8
6	106.5	105.4
7	40.4	43.1
8	46.8	49.5
9	62.7	64.0
1′	128.8	128.6
2′	107.0	105.9
3′	147.0	146.0
4′	137.3	137.0
5′	146.6	145.5
6′	125.1	125.2
7′	32.3	33.5
8′	39.3	40.4
9′	64.9	66.8
OMe-3	56.4	56.4
OMe-5	56.4	56.4
OMe-3′	55.9	56.1
OMe-5′	59.2	59.5

3.2 ฤทธิ์ทางชีวภาพของสารที่สกัดแยกได้จากใบโปรงขาว

3.2.1 ฤทธิ์ต้านเชื้อแบคเตรี และ เชื้อรา

ส่วนสกัดหยาบ เฮกเซน เมทิลีนคลอไรด์ และ อะซีโตน ไม่แสดงฤทธิ์ต้านเชื้อราและเชื้อแบคเตรี จึงไม่ได้ส่งสารบริสุทธิ์ไปทดสอบ

3.2.2 ฤทธิ์ต้านโปรโตซัว

ส่วนสกัดหยาบ เฮกเซน เมทิลีนคลอไรด์ และ อะซีโตน ไม่แสดงฤทธิ์ต้านโปรโตซัว จึงไม่ได้ส่งสารบริสุทธิ์ไปทดสอบ

3.2.3 ความเป็นพิษต่อเซลล์

เฉพาะส่วนสกัดหยาบเมทิลีนคลอไรด์ แสดงฤทธิ์อ่อนต่อ NCI-H187 cell lines (human small cell lung cancer) ได้ส่งสารบริสุทธิ์ที่มีปริมาณมากพอไปทดสอบ ผลทดสอบพบว่าสาร **PTH5** แสดงฤทธิ์ค่อนข้างดี (IC_{50} 2.90 mg/mL) สาร **PTH6** และ **PTH16** แสดงฤทธิ์ปานกลาง โดยมีค่า IC_{50} 8.48 และ 6.20 mg/mL ตามลำดับ

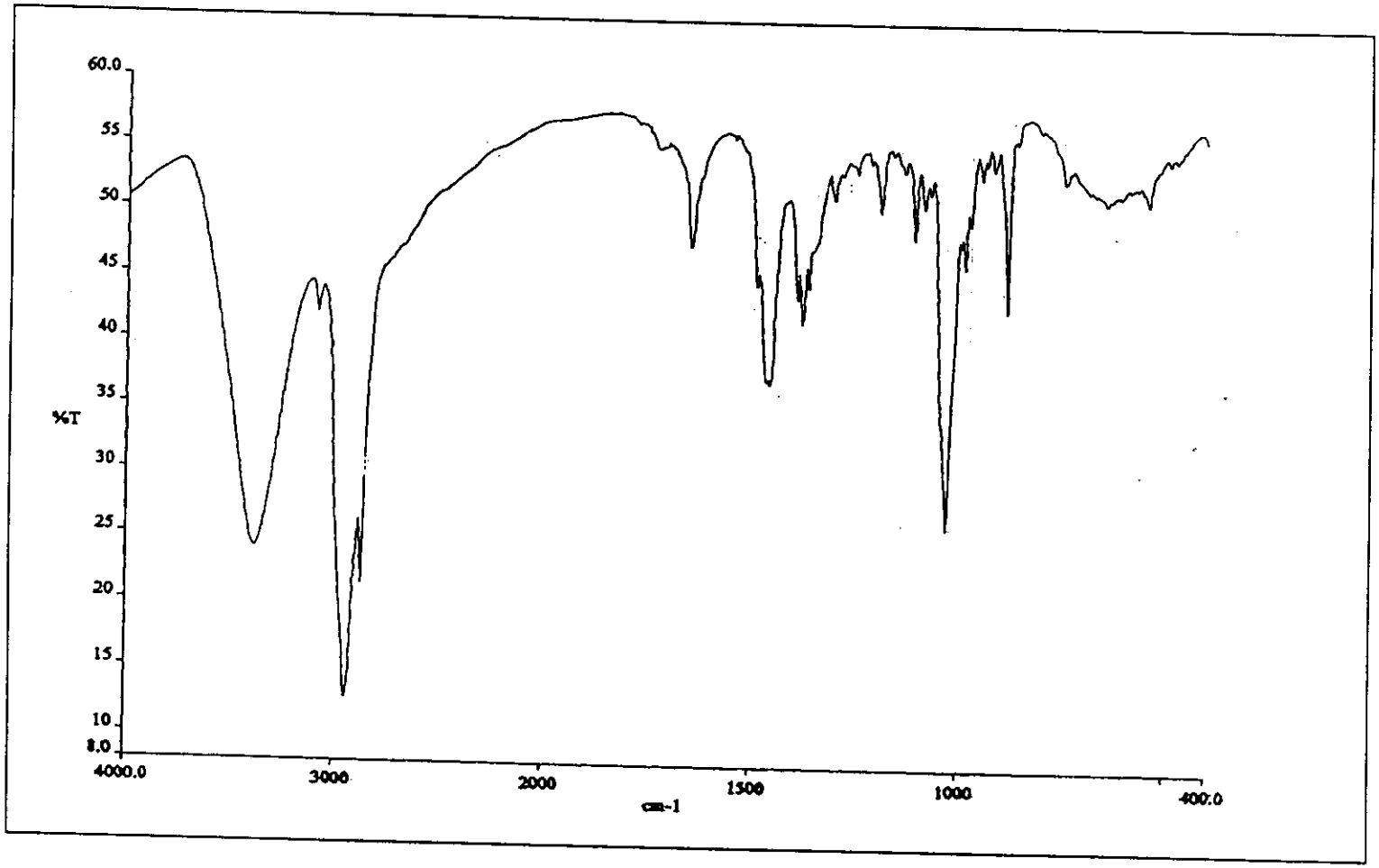
3.3 สรุปผลการทดลอง

จากใบโปรงขาวแห้ง 3.9 กิโลกรัม แยกได้สาร จำนวน 25 สาร โดยสารทั้งหมดแยกได้จากส่วนสกัดหยาบเฮกเซนและเมทิลีนคลอไรด์ เป็นสารประเภทไตรเทอร์พีน จำนวน 20 สาร สเตอรอยด์ 2 สาร นอร์เซสควิเทอร์พีน 2 สาร และ ลิกแนน 1 สาร ในจำนวนนี้เป็นสารผสม 4 สาร และสารใหม่ 3 สาร โดยมี Lupeol เป็นสารหลัก น้ำหนักรวม 27.26 กรัม และสารอนุพันธ์ของ Lupeol อีก 17 สาร ดังแสดงในตารางที่ 66

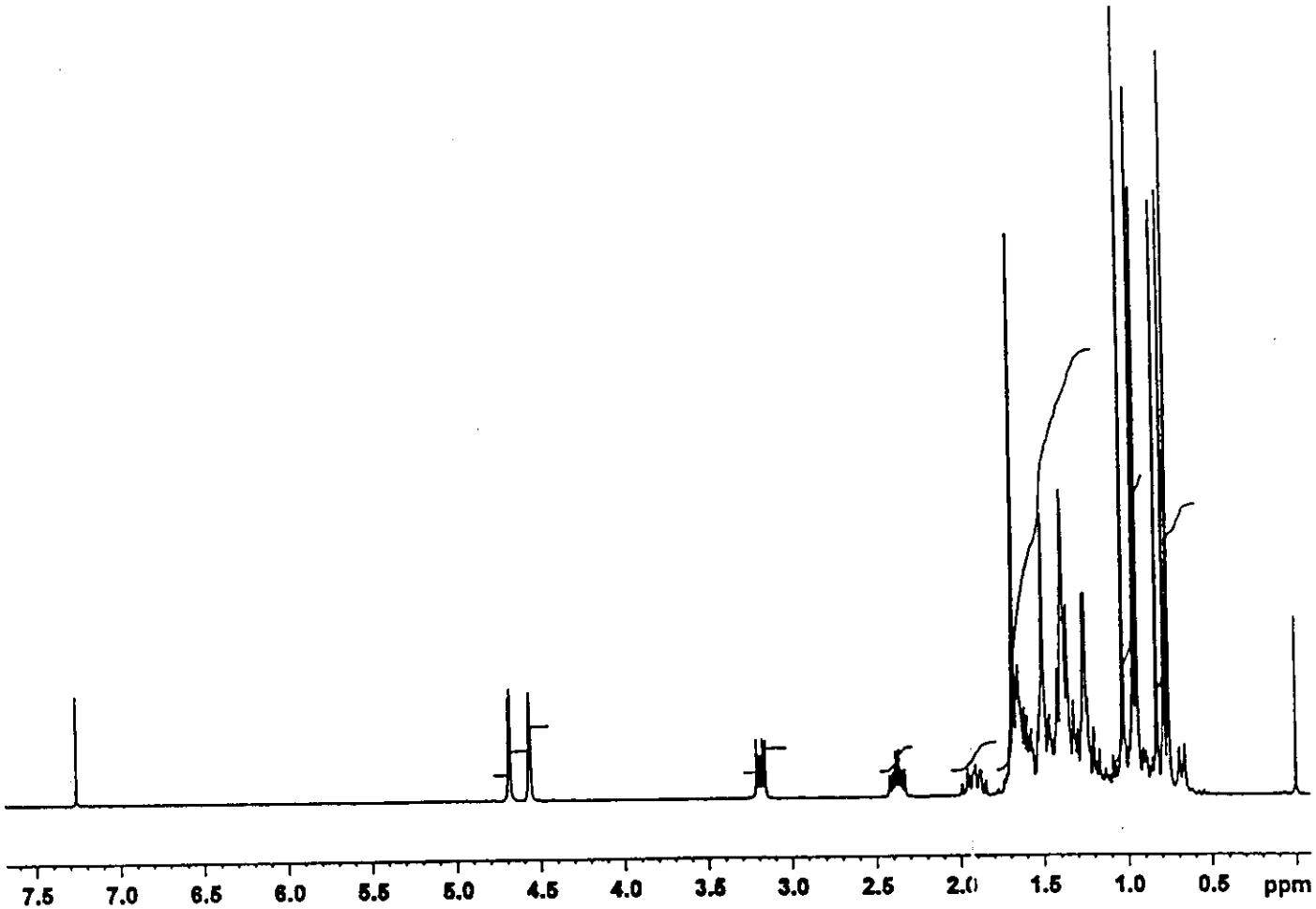
ตารางที่ 66 สรุปข้อมูลสารที่แยกได้จากใบโปรงขาว

รหัส	สาร	น้ำหนัก
PTH1	Lupeol	27.26 g
PTH2	Lupenone	67.3 mg
PTH3	Betulin	267.8 mg
PTH4	Betulinaldehyde	3.5 mg
PTH5	Betulinic acid	859.2 mg
PTH6	3-*epi*-Betulinic acid	82.6 mg
PTH7	Lup-20(29)-en-3β,30-diol	19.5 mg
PTH8	30-nor-Lupan-3β-ol-20-one	62.4 mg
PTH9	3β-Hydroxylupan-29-oic acid	5.9 mg
PTH10	3β, 20-Dihydroxylupane	13.1 mg
PTH11	3β-*E*-Coumaroyllupeol	510.8 mg
PTH12	3β-*Z*-Coumaroyllupeol	9.6 mg
***PTH13**	3β-(3', 7'-Dihydroxy)dihydrocinnamoyllupeol	10.2 mg
***PTH14**	3β-*E*-Feruloyllupeol	5.5 mg
***PTH15**	3β-*Z*-Feruloyllupeol	1.4 mg
PTH16	3β-*E*-Feruloylbetulin	16.4 mg
PTH17	3β-*E*-Caffeoyllupeol	23.2 mg
[a]**PTH18** + [a]**PTH19**	Oleanolic acid + Ursolic acid	12.2 mg
[b]**PTH20** + [b]**PTH21**	β -Sitosterol + Stigmasterol	886.7 mg
PTM1	3β,28,30-Lup-20(29)-ene-triol	2.7 mg
[c]**PTM2**	Blumenol A	12.7 mg
[c]**PTM3**	Dehydrovomifoliol	3.2 mg
[d]**PTM4**	Lyoniresinol	4.8 mg

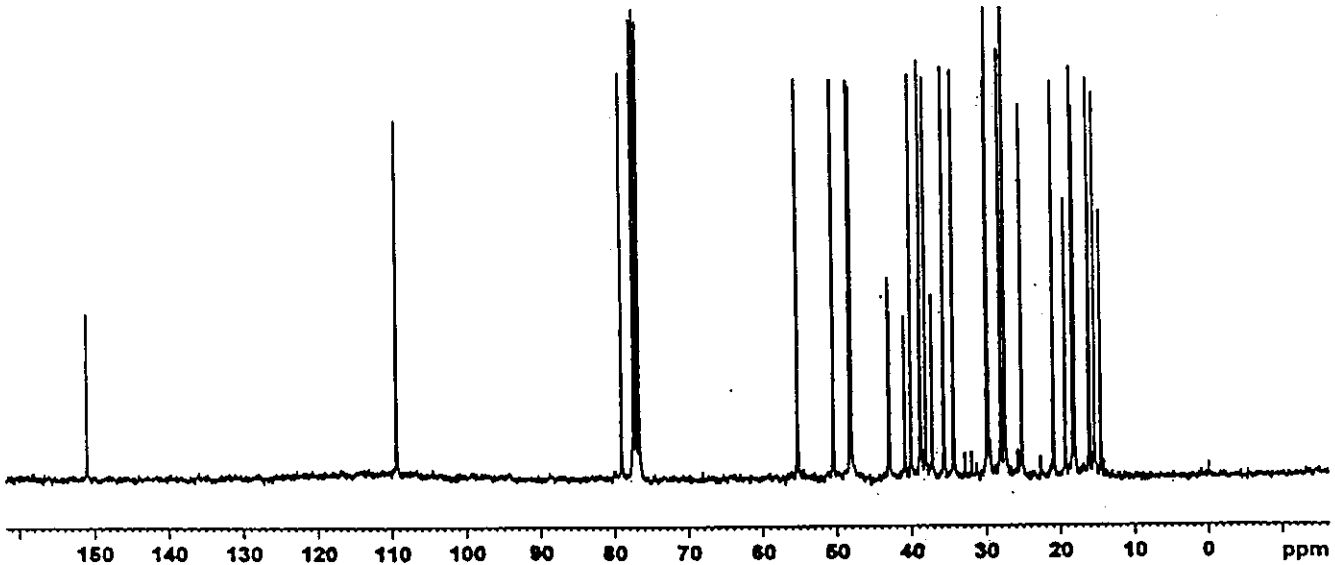
* = สารใหม่ [a] = สารประเภทไตรเทอร์พีน [b] = สารประเภทสเตอรอยด์ [c] = สารประเภทนอร์เซสควิเทอร์พีน [d] = สารประเภทลิกแนน



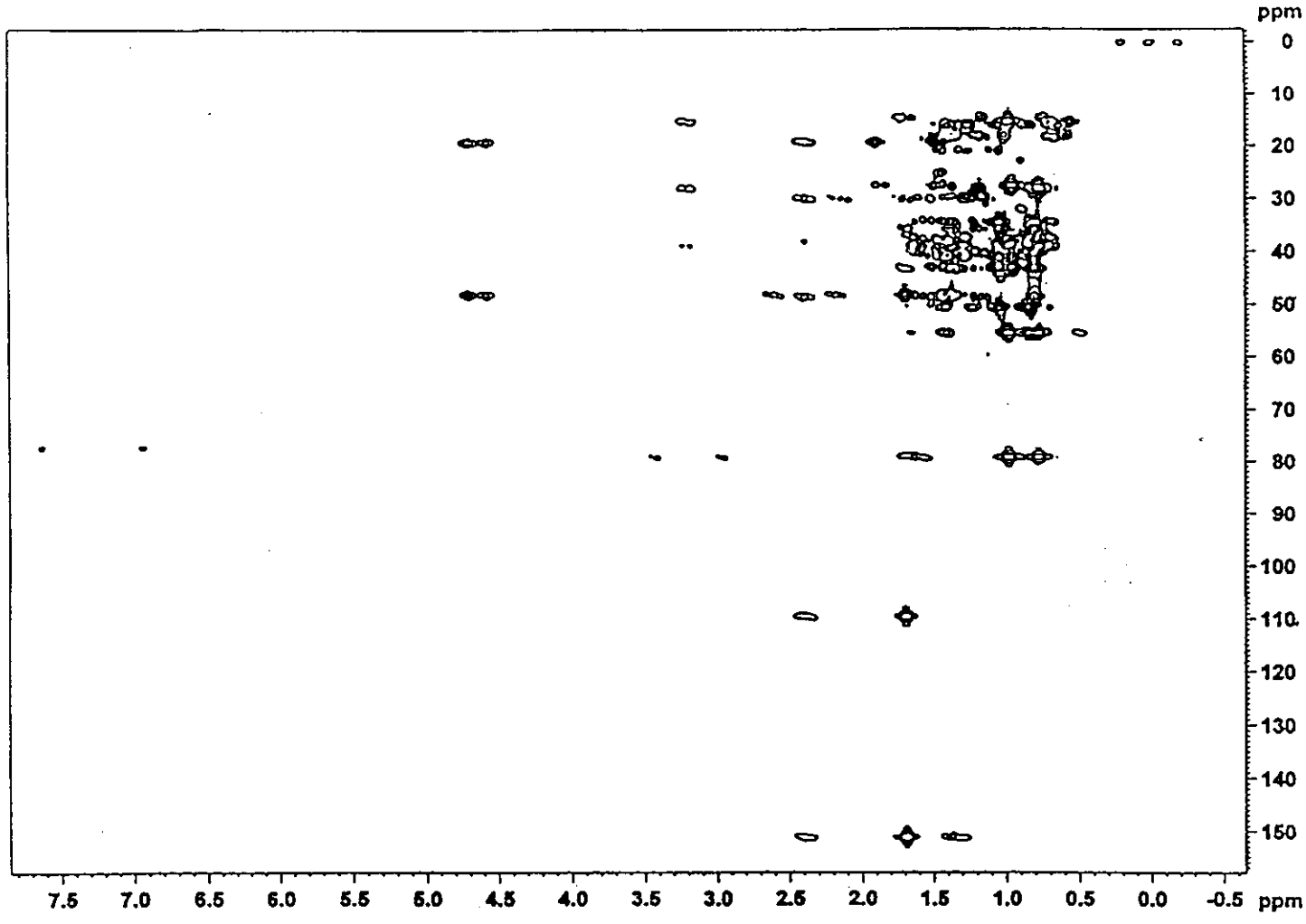
ภาพประกอบที่ 1 IR (KBr) สเปกตรัมของสาร **PTH1**



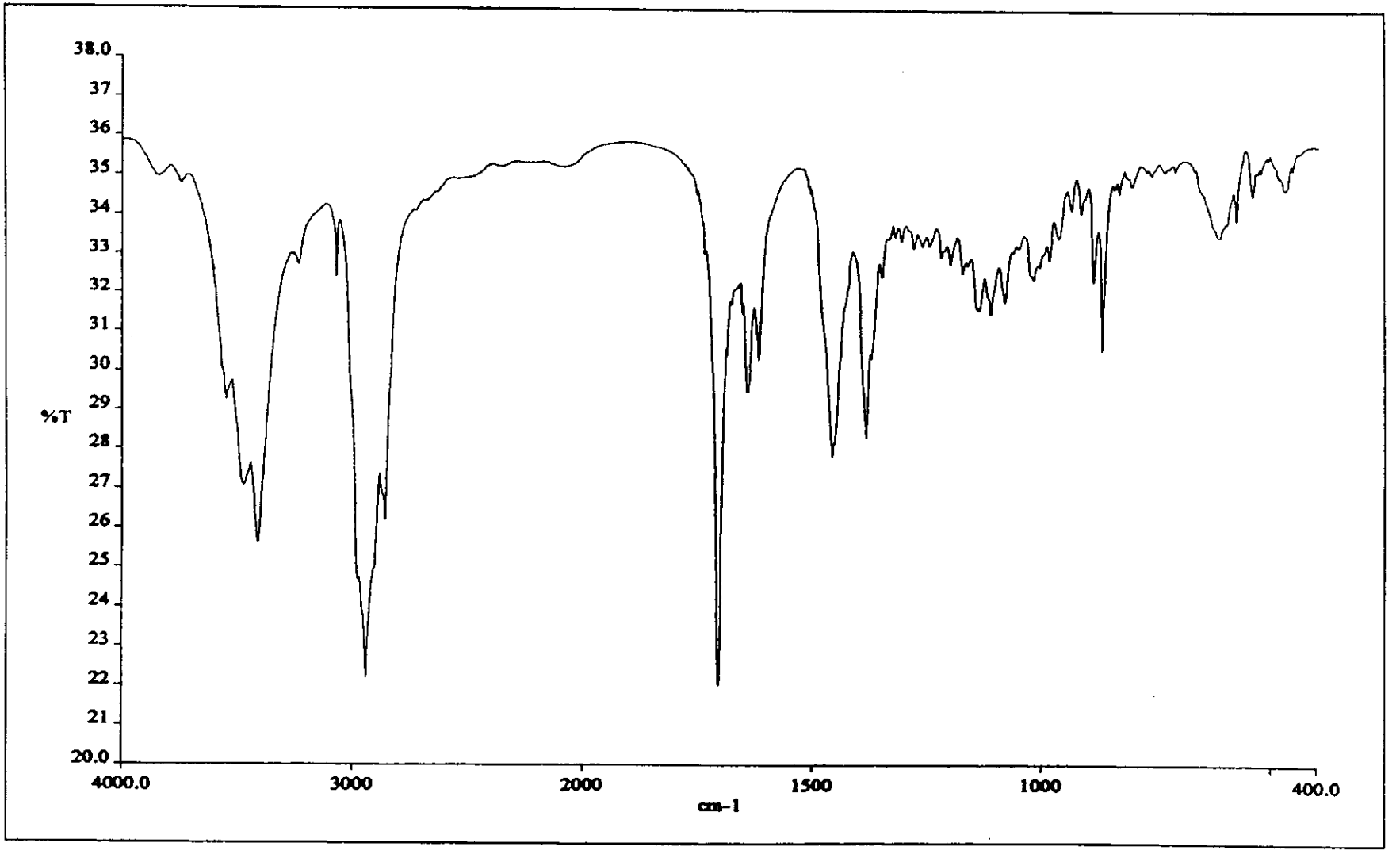
ภาพประกอบที่ 2 ^{1}H NMR ($CDCl_3$) สเปกตรัมของสาร PTH1



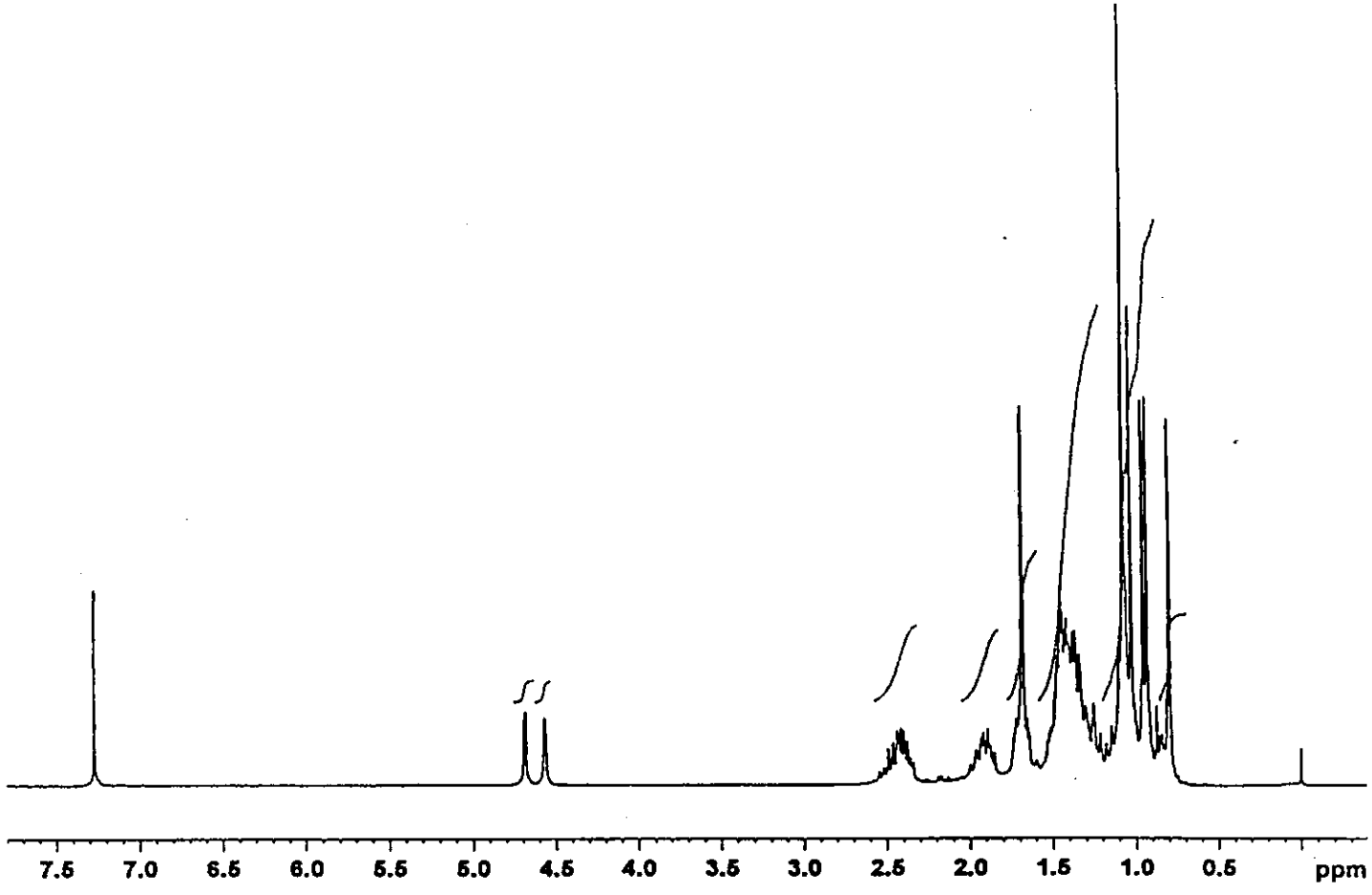
ภาพประกอบที่ 3 ^{13}C NMR ($CDCl_3$) สเปกตรัมของสาร **PTH1**



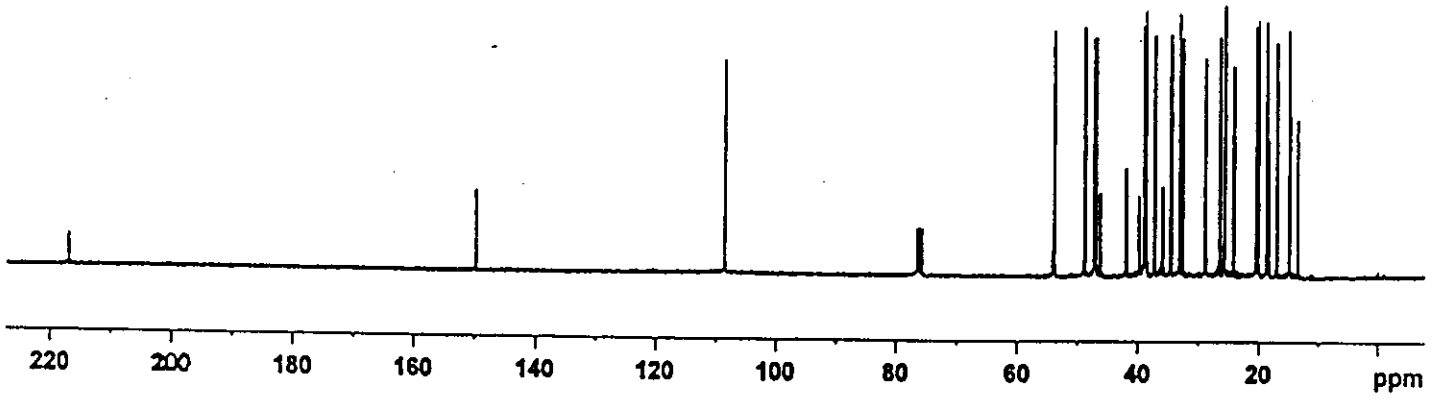
ภาพประกอบที่ 4 2D HMBC สเปกตรัมของสาร **PTH1**



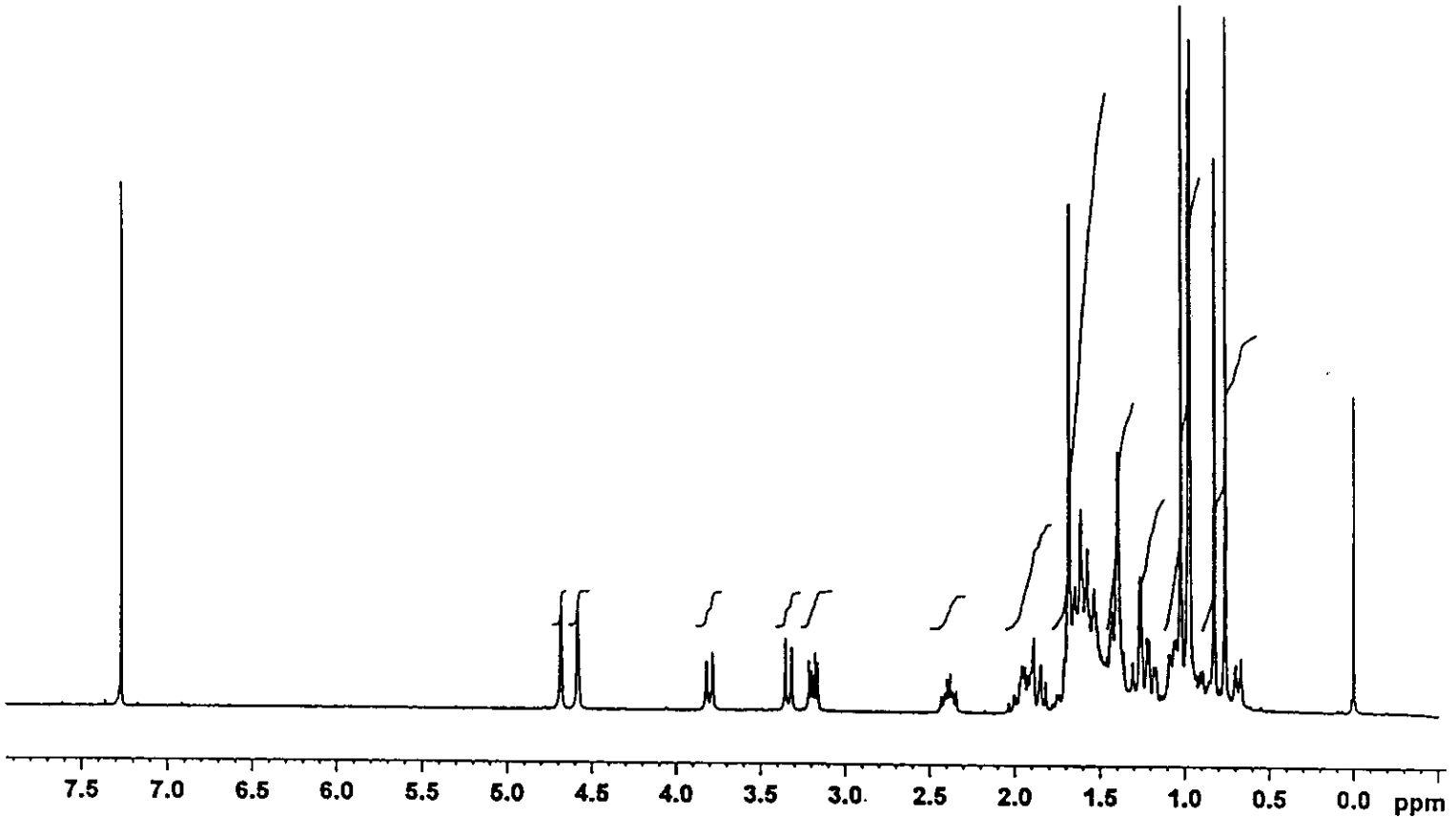
ภาพประกอบที่ 5 IR (KBr) สเปกตรัมของสาร **PTH2**



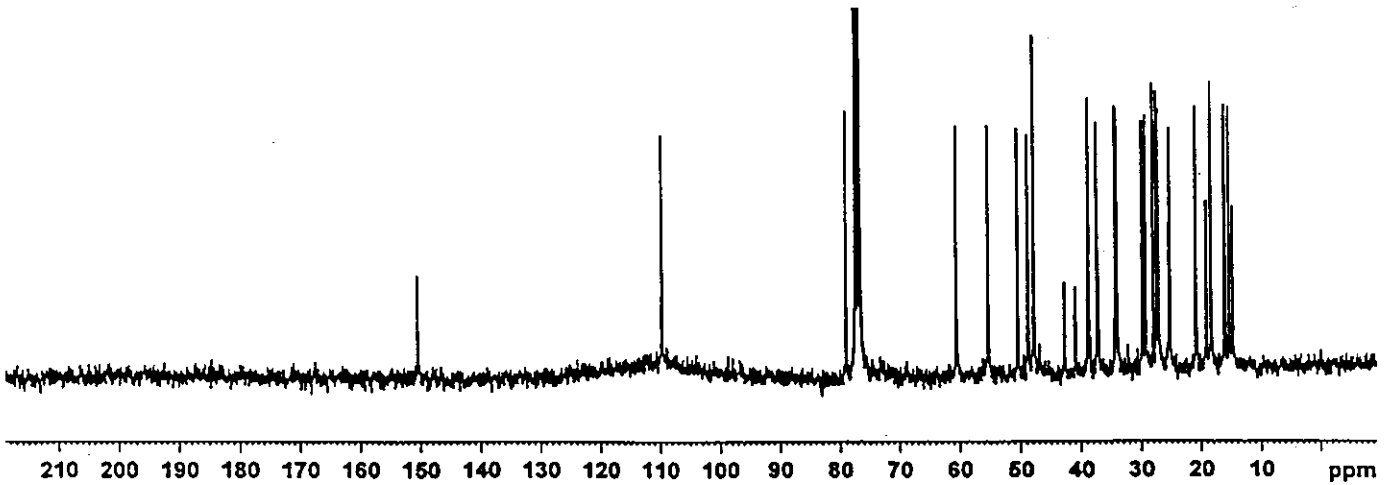
ภาพประกอบที่ 6 ^{1}H NMR ($CDCl_3$) สเปกตรัมของสาร **PTH2**



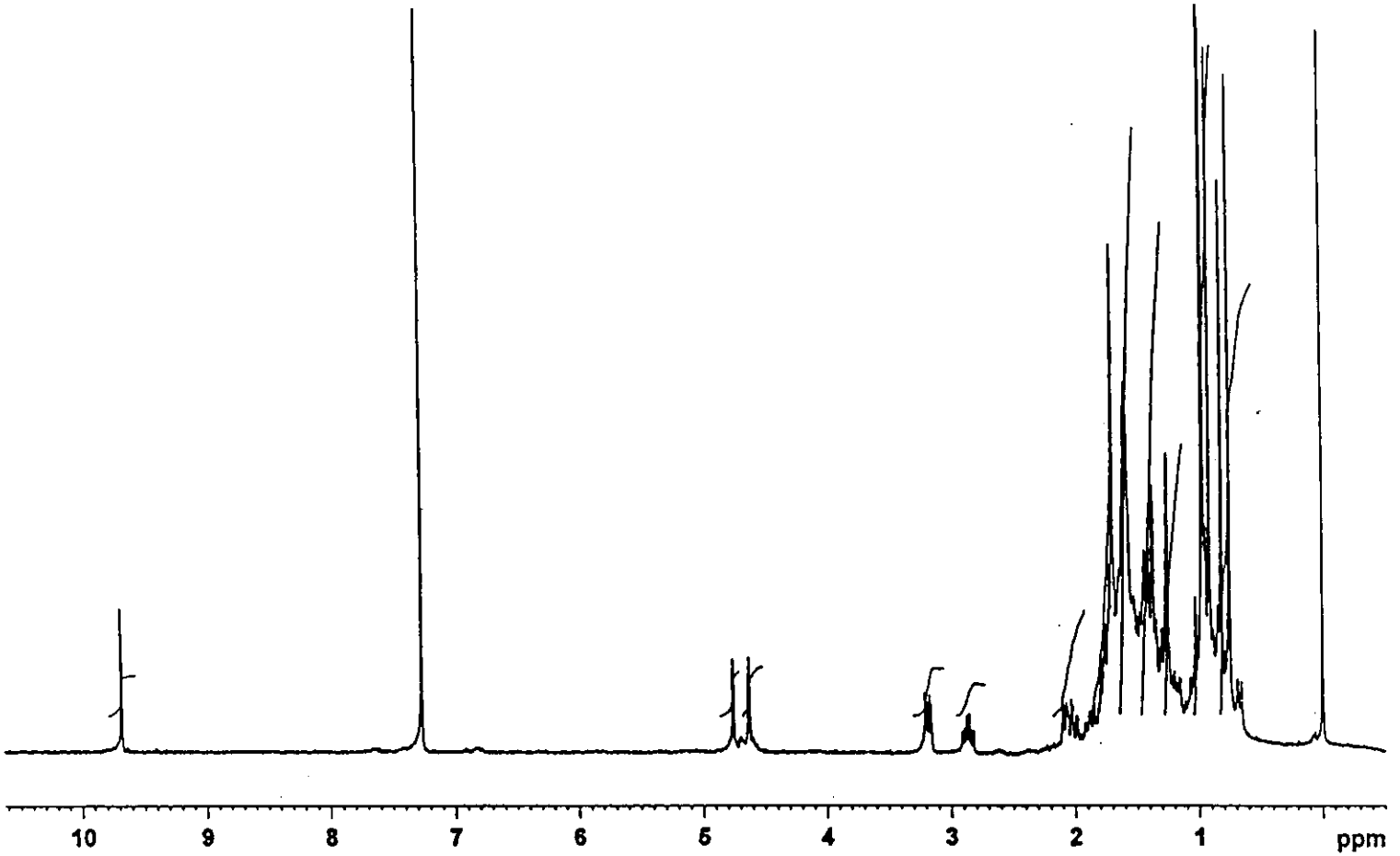
ภาพประกอบที่ 7 ^{13}C NMR ($CDCl_3$) สเปกตรัมของสาร **PTH2**



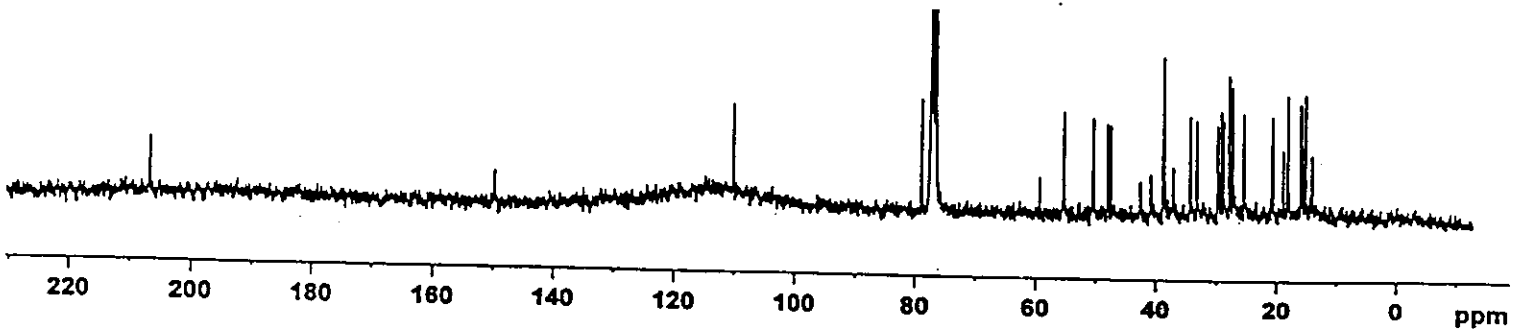
ภาพประกอบที่ 8 ^{1}H NMR ($CDCl_3$) สเปกตรัมของสาร **PTH3**



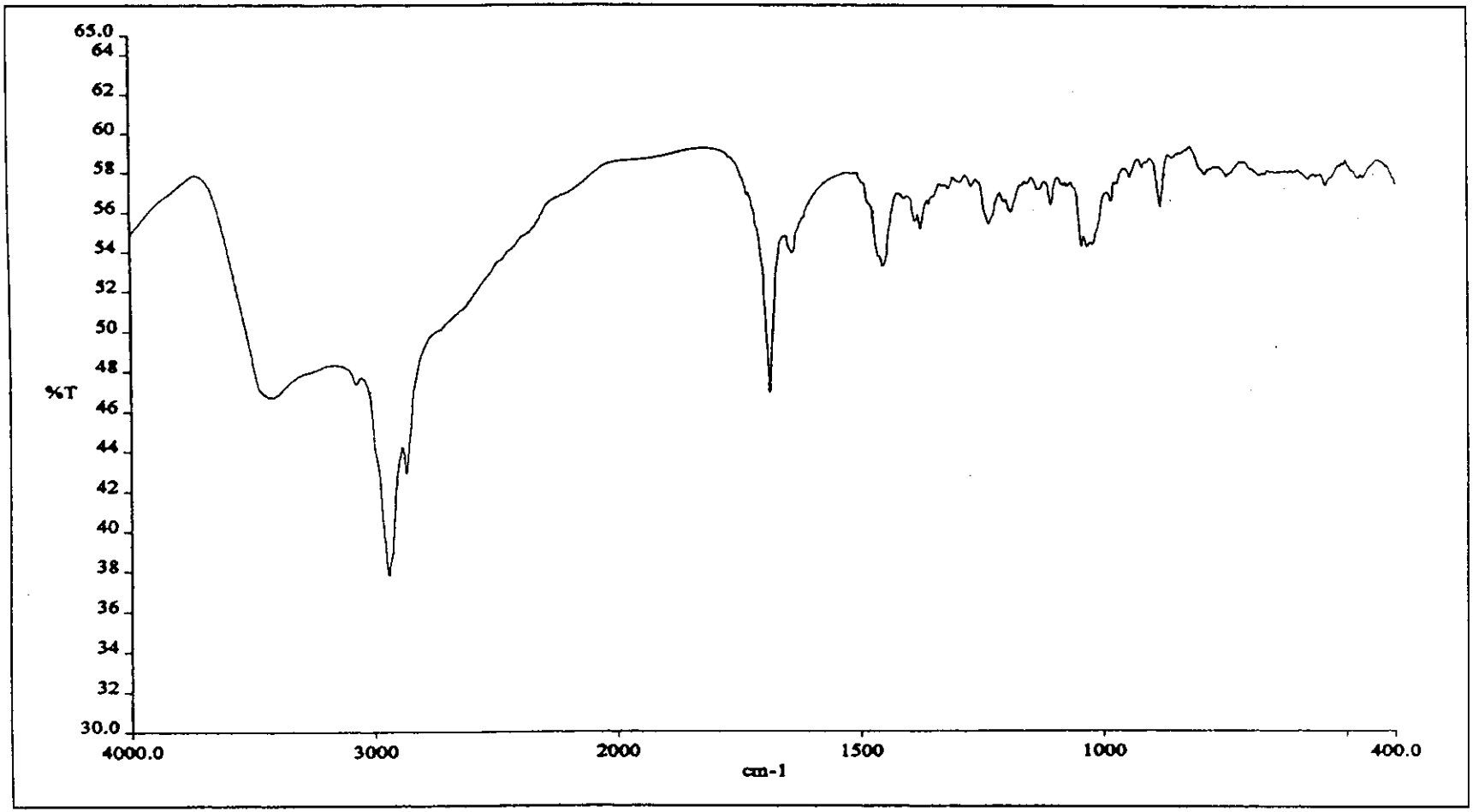
ภาพประกอบที่ 9 ^{13}C NMR ($CDCl_3$) สเปกตรัมของสาร **PTH3**



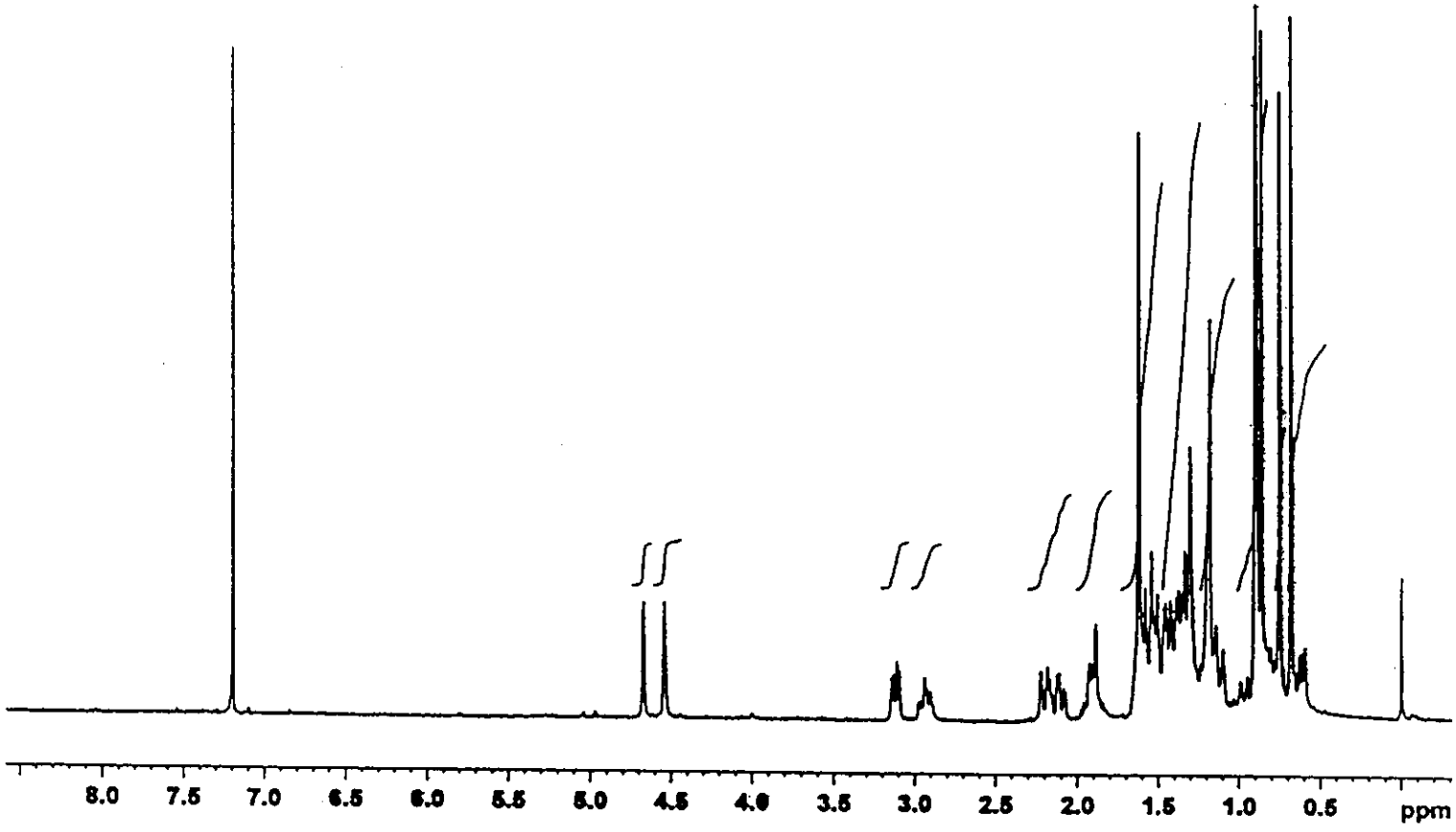
ภาพประกอบที่ 10 ^{1}H NMR ($CDCl_3$) สเปกตรัมของสาร **PTH4**



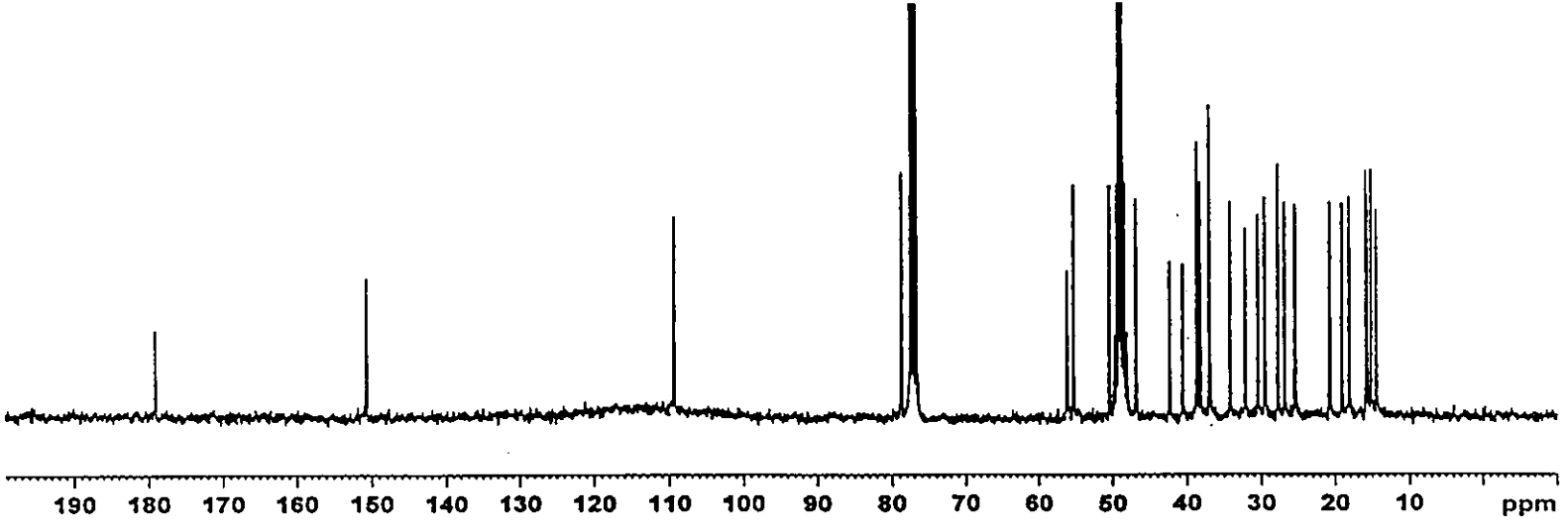
ภาพประกอบที่ 11 ^{13}C NMR ($CDCl_3$) สเปกตรัมของสาร PTH4



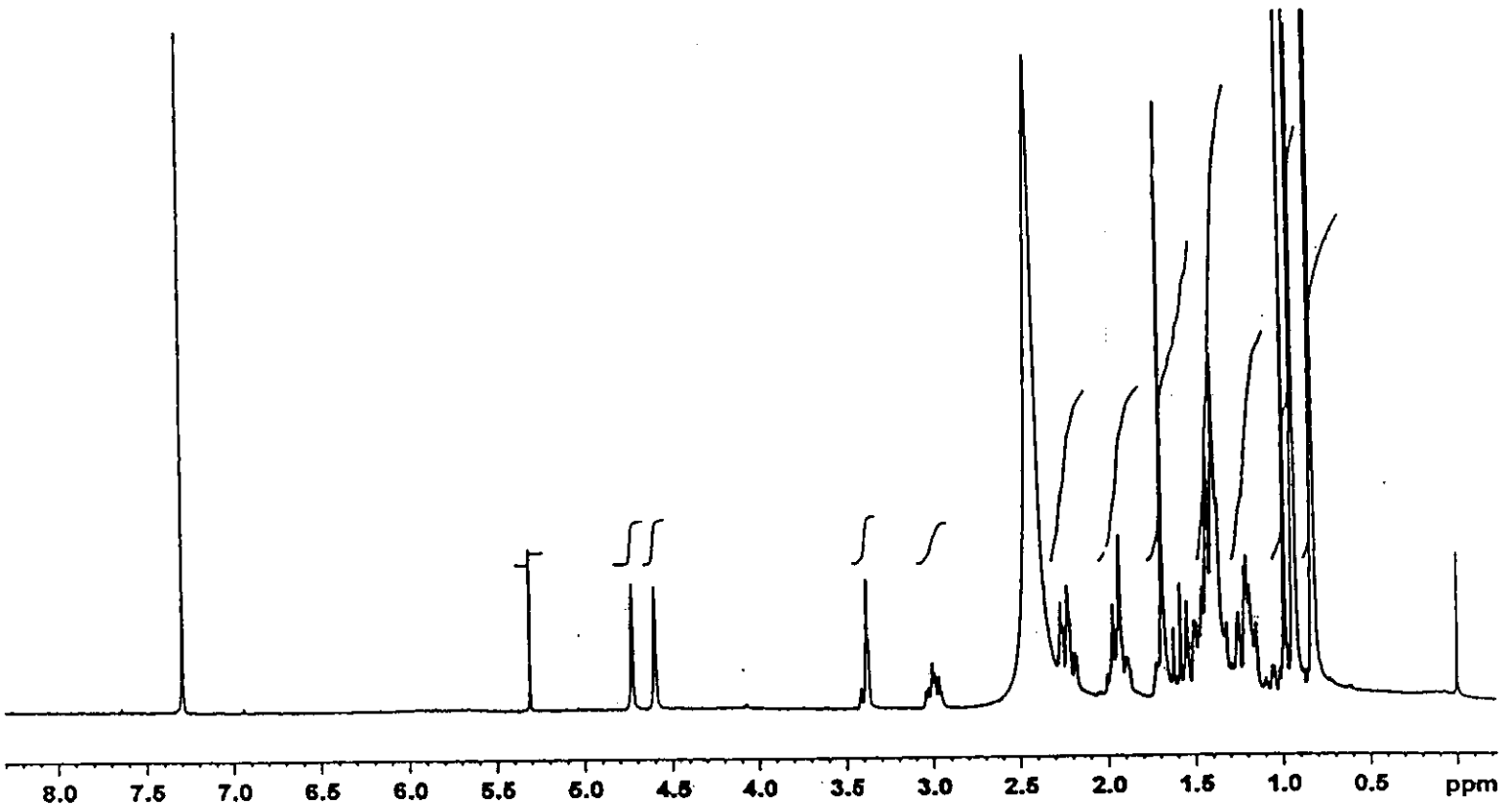
ภาพประกอบที่ 12 IR (KBr) สเปกตรัมของสาร PTH5



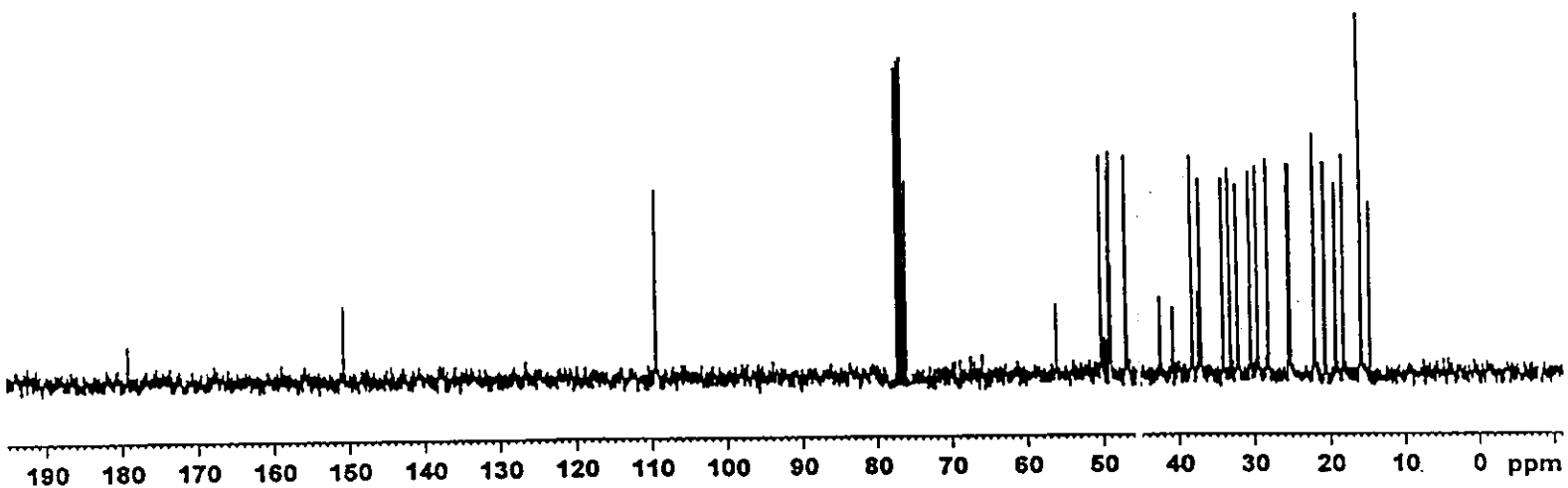
ภาพประกอบที่ 13 ^{1}H NMR ($CDCl_3$) สเปกตรัมของสาร **PTH5**



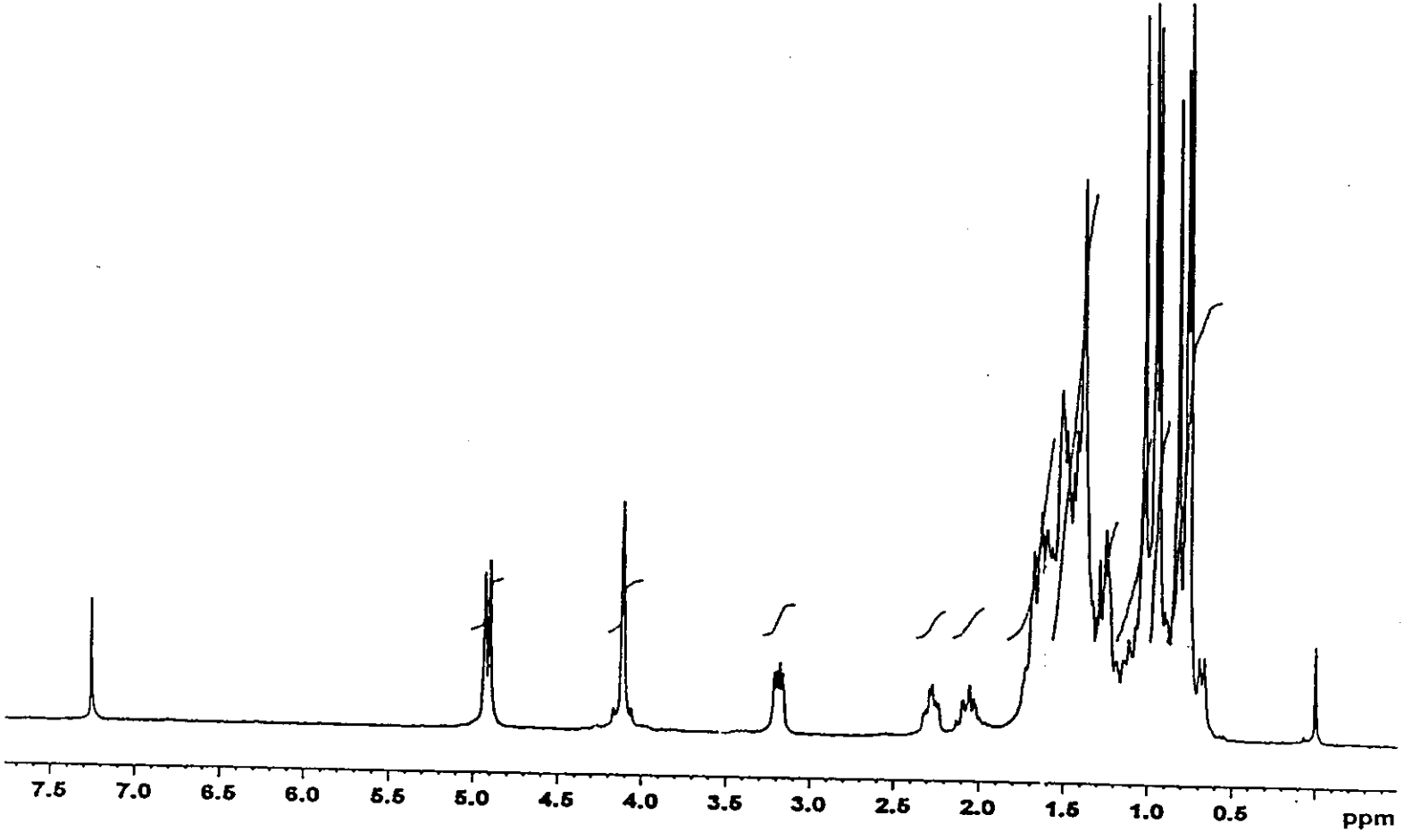
ภาพประกอบที่ 14 ^{13}C NMR ($CDCl_3$) สเปกตรัมของสาร **PTH5**



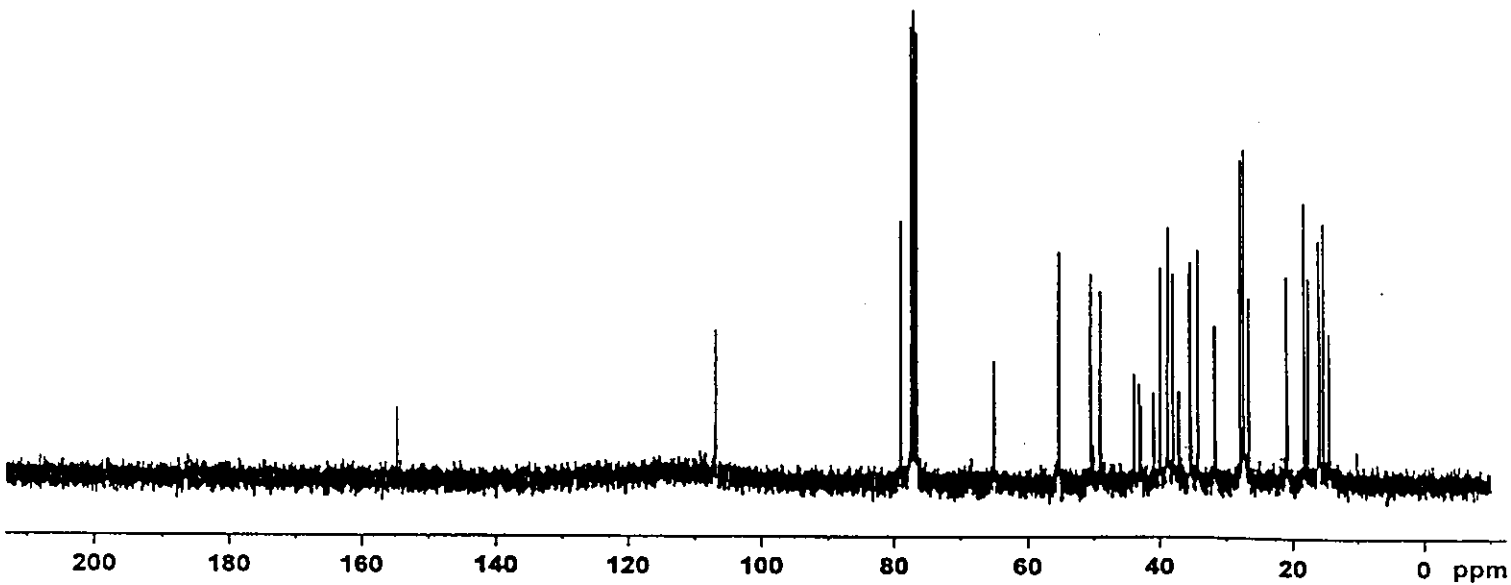
ภาพประกอบที่ 15 ^{1}H NMR ($CDCl_3$ + CD_3OD) สเปกตรัมของสาร **PTH6**



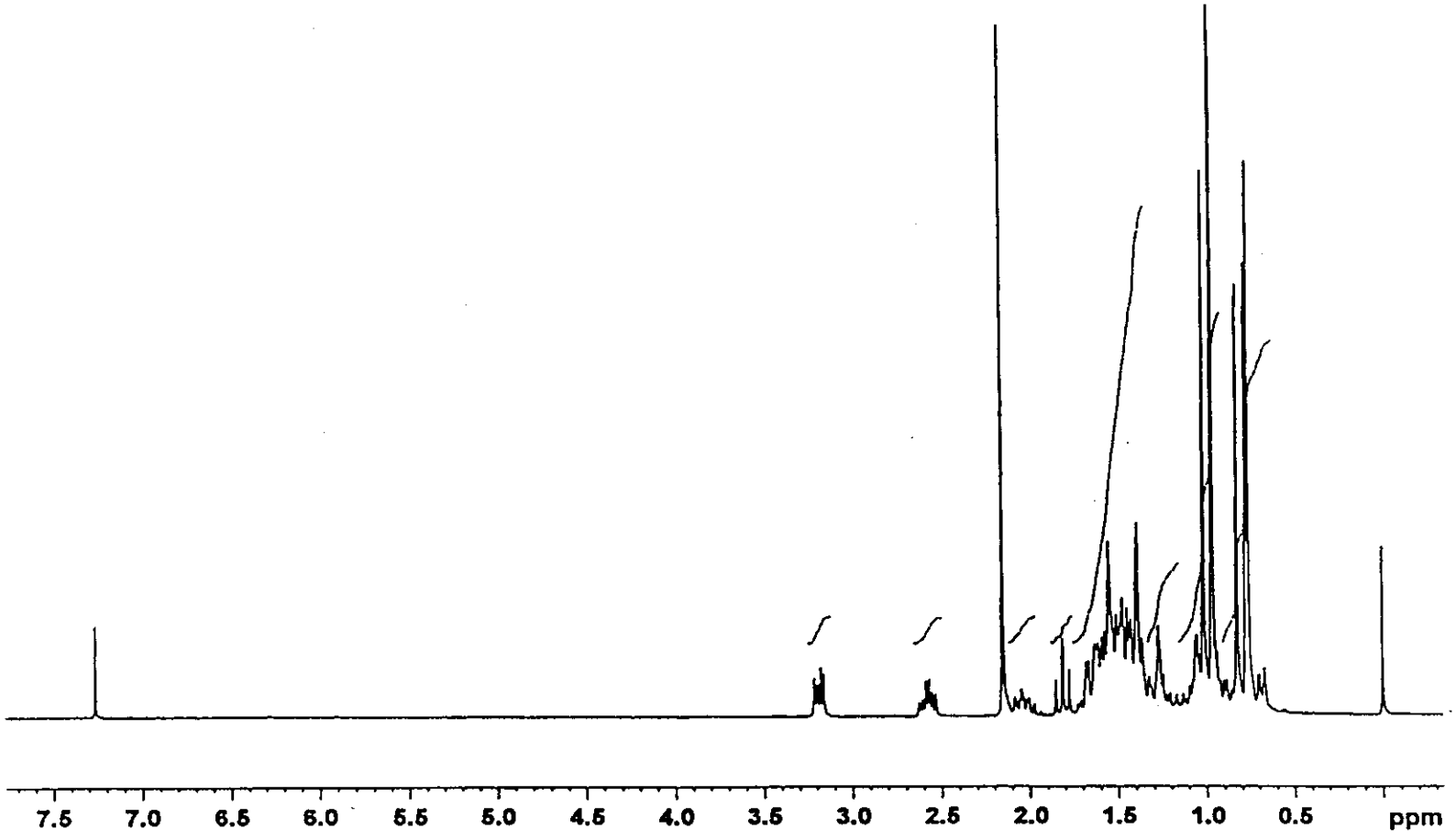
ภาพประกอบที่ 16 ^{13}C NMR ($CDCl_3$+ CD_3OD) สเปกตรัมของสาร **PTH6**



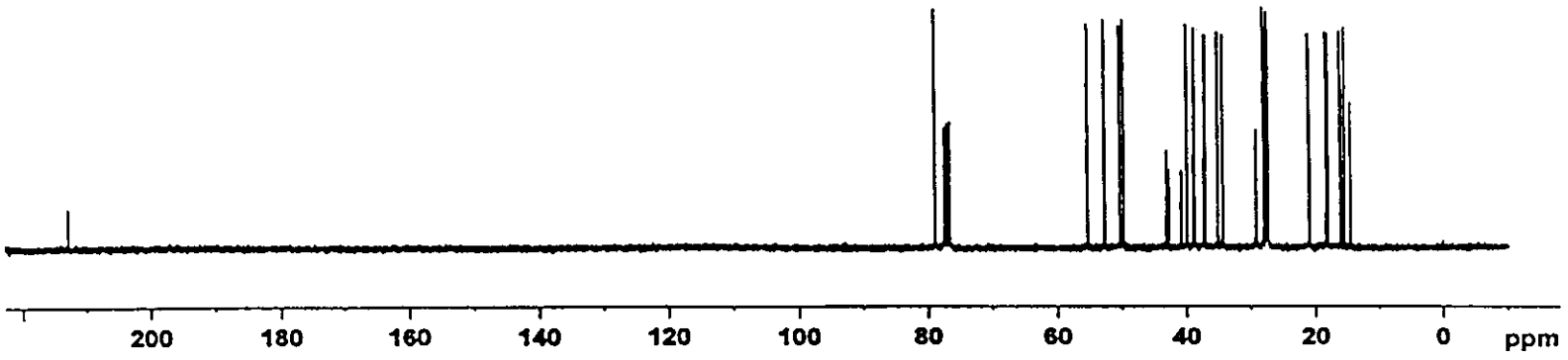
ภาพประกอบที่ 17 ^{1}H NMR ($CDCl_3$) สเปกตรัมของสาร **PTH7**



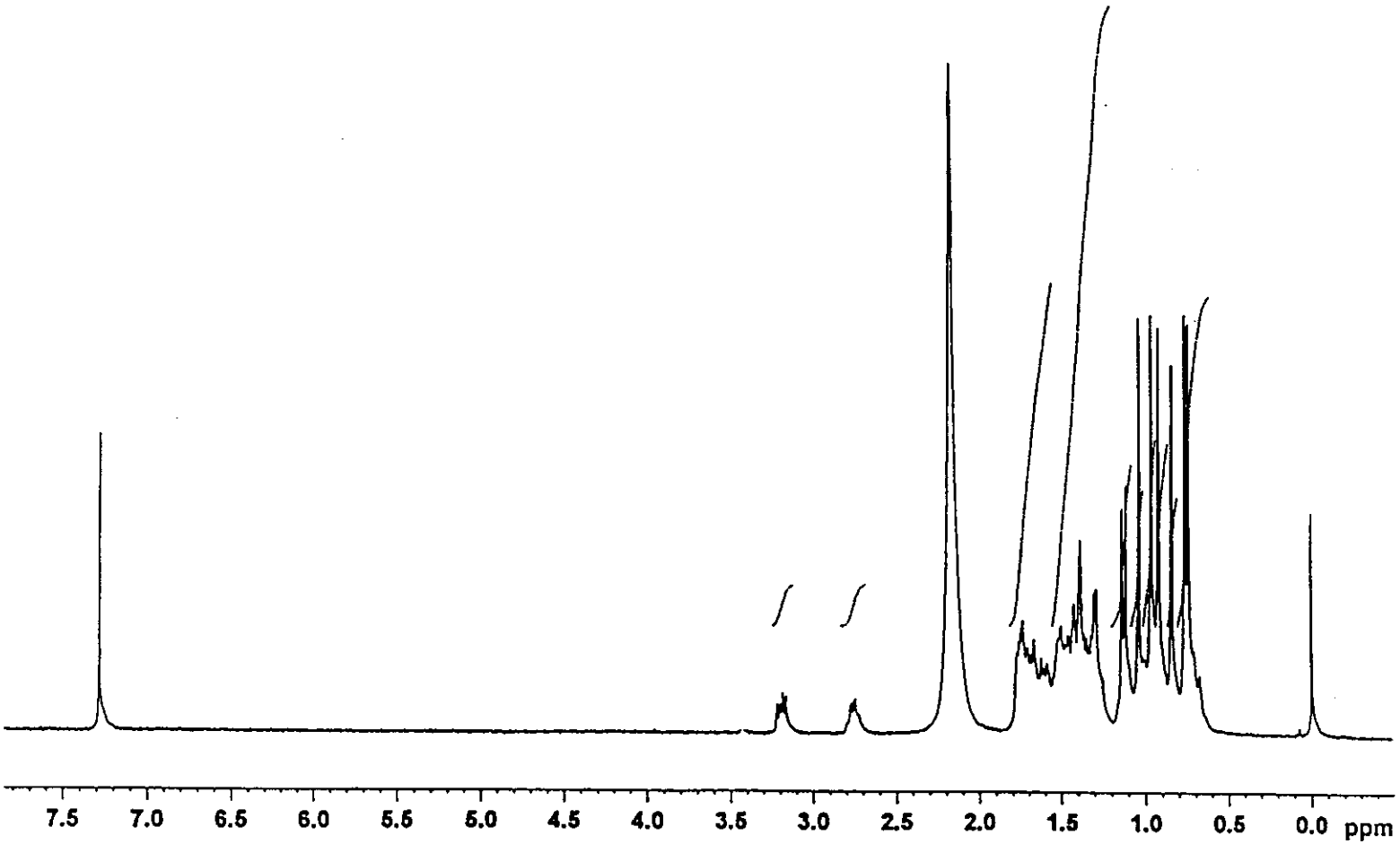
ภาพประกอบที่ 18 ^{13}C NMR ($CDCl_3$) สเปกตรัมของสาร **PTH7**



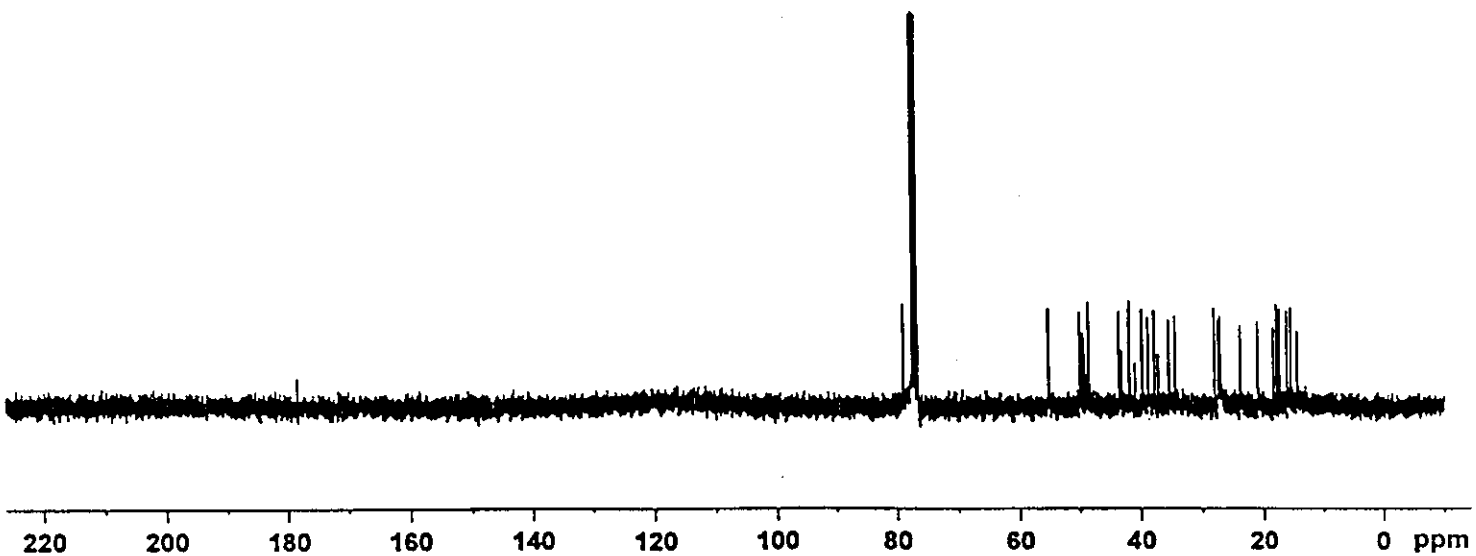
ภาพประกอบที่ 19 ^{1}H NMR ($CDCl_3$) สเปกตรัมของสาร **PTH8**



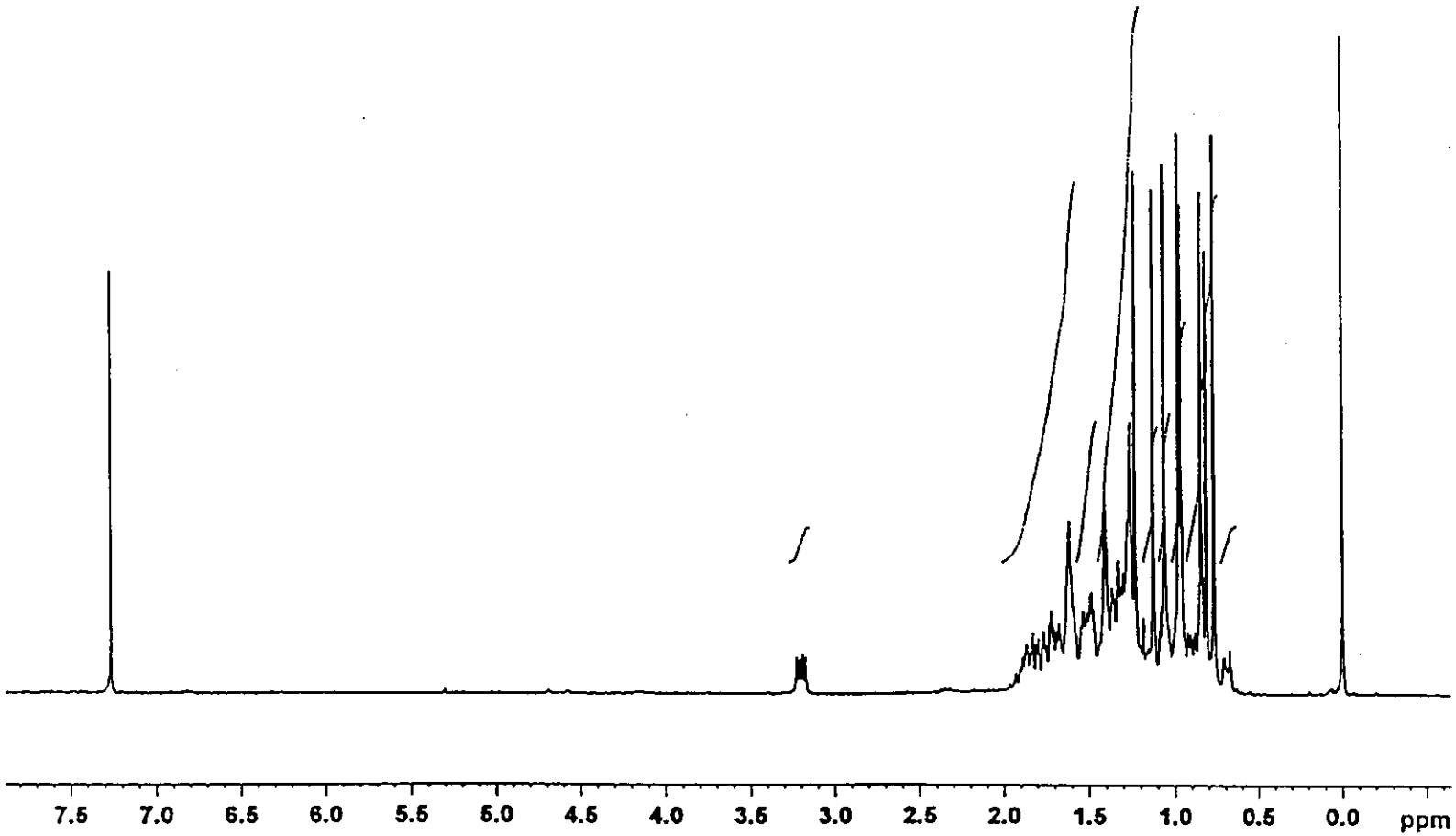
ภาพประกอบที่ 20 ^{13}C NMR ($CDCl_3$) สเปกตรัมของสาร **PTH8**



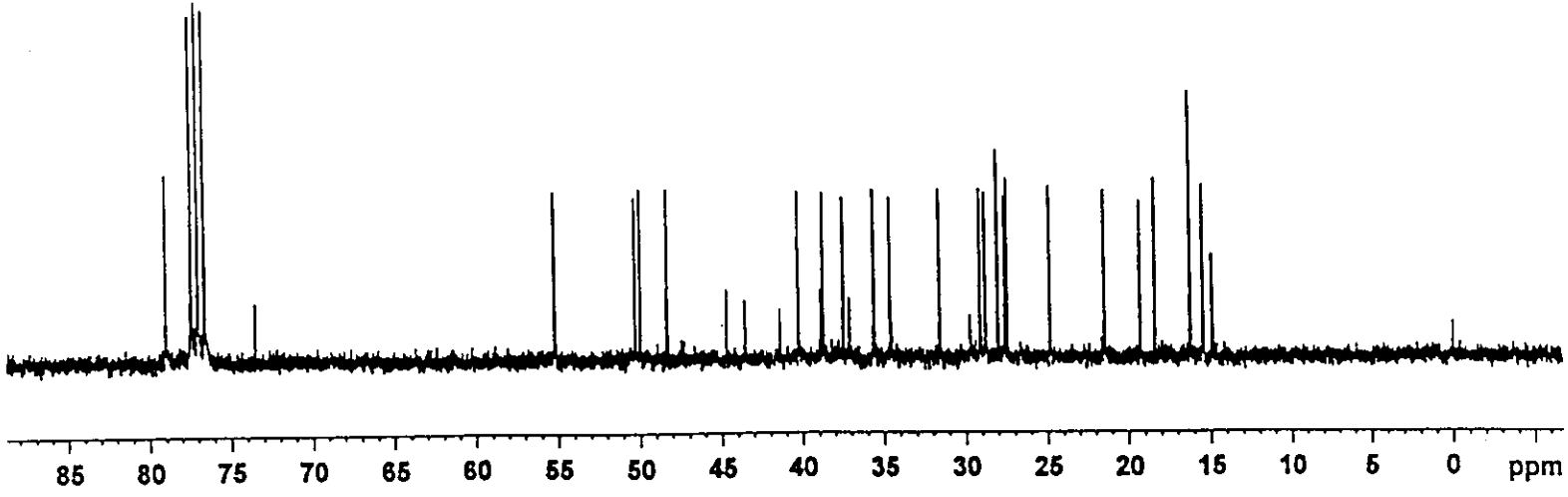
ภาพประกอบที่ 21 ^{1}H NMR ($CDCl_3$+ CD_3OD) สเปกตรัมของสาร **PTH9**



ภาพประกอบที่ 22 ^{13}C NMR ($CDCl_3$+ CD_3OD) สเปกตรัมของสาร **PTH9**



ภาพประกอบที่ 23 ^{1}H NMR ($CDCl_3$) สเปกตรัมของสาร **PTH10**



ภาพประกอบที่ 24 ^{13}C NMR ($CDCl_3$) สเปกตรัมของสาร **PTH10**

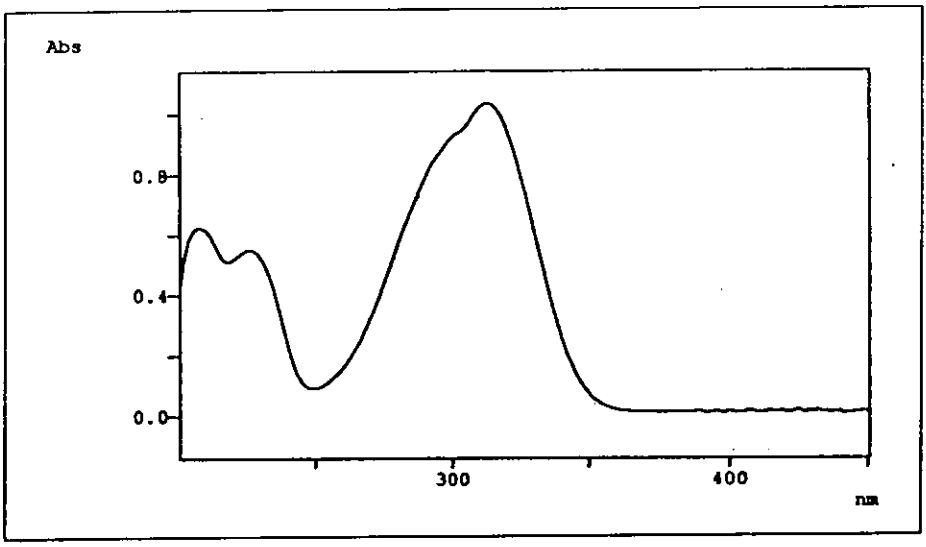
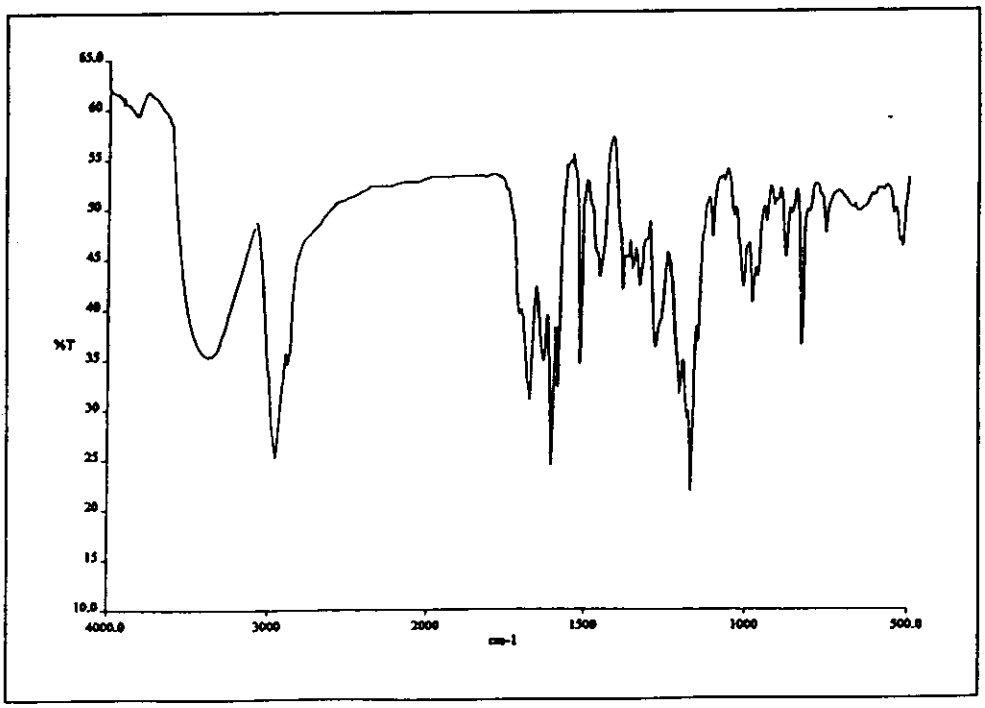
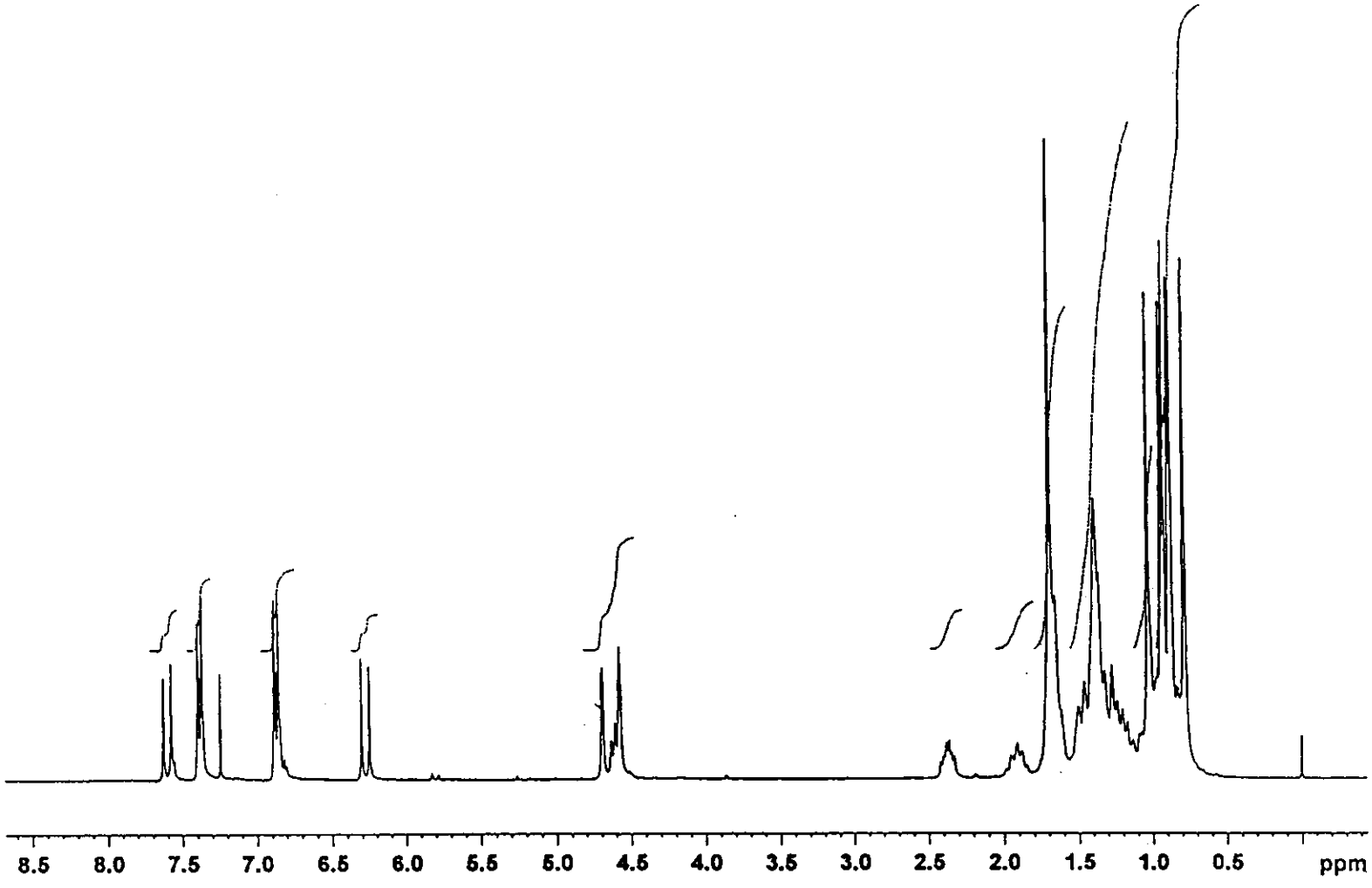


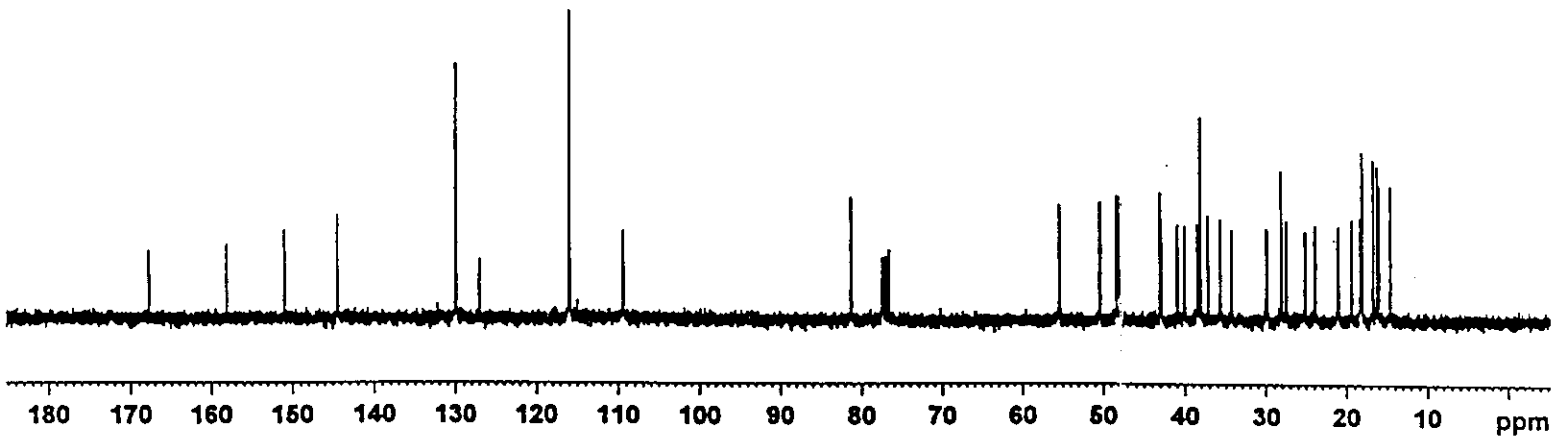
Figure 30 UV (MeOH) spectrum of compound **PTH11**



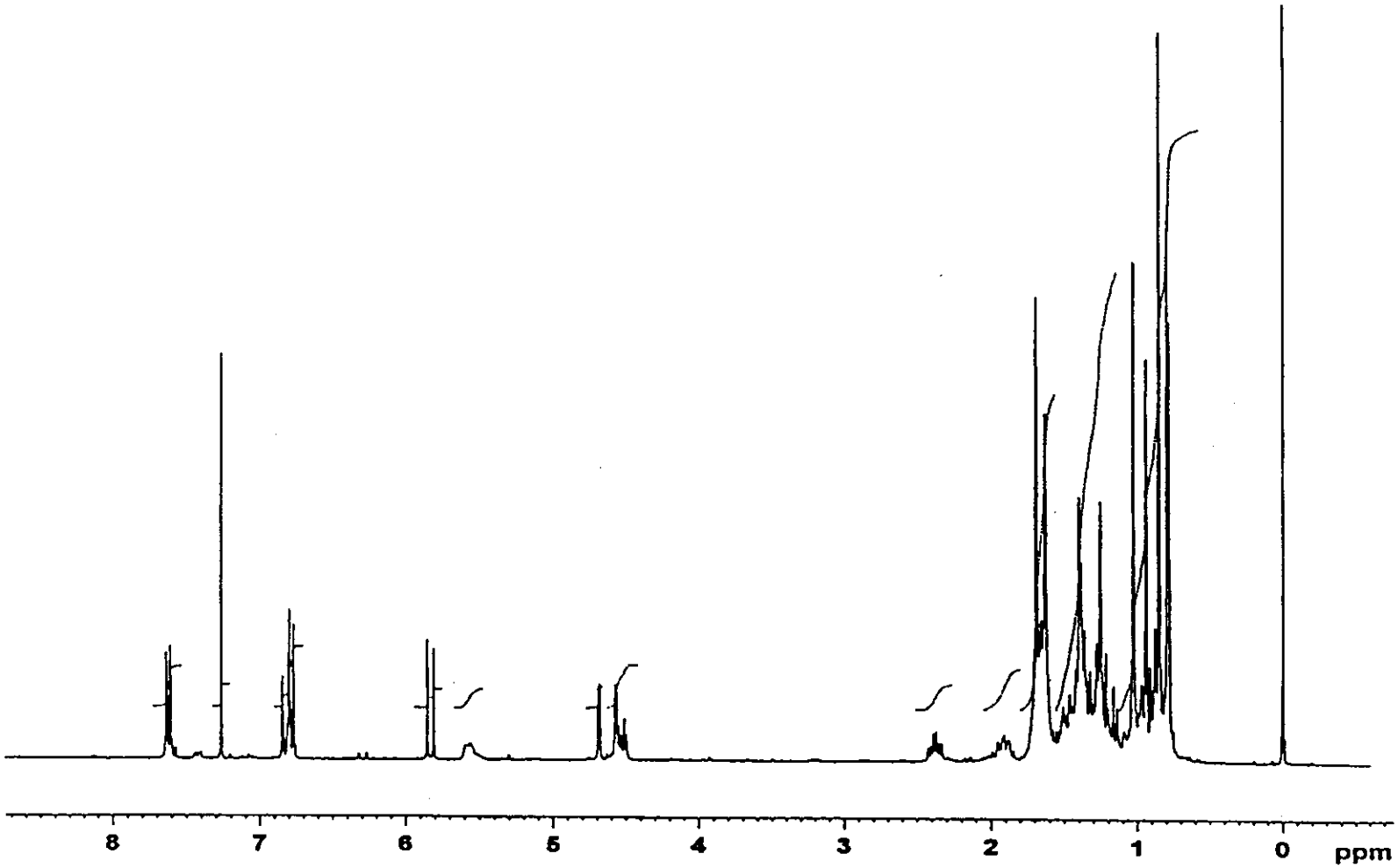
ภาพประกอบที่ 25 UV และ IR สเปกตรัมของสาร **PTH11**



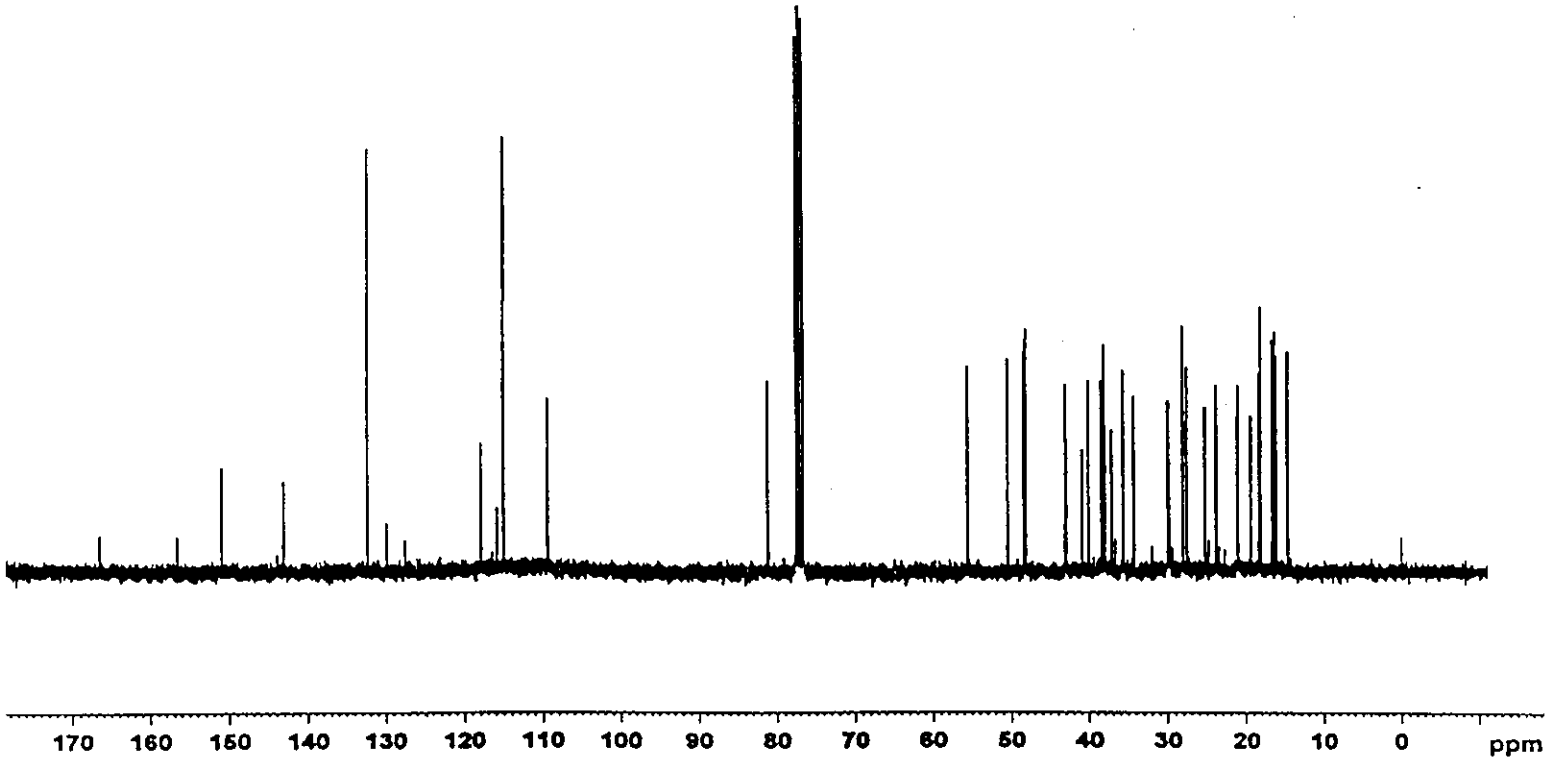
ภาพประกอบที่ 26 ^{1}H NMR ($CDCl_3$) สเปกตรัมของสาร **PTH11**



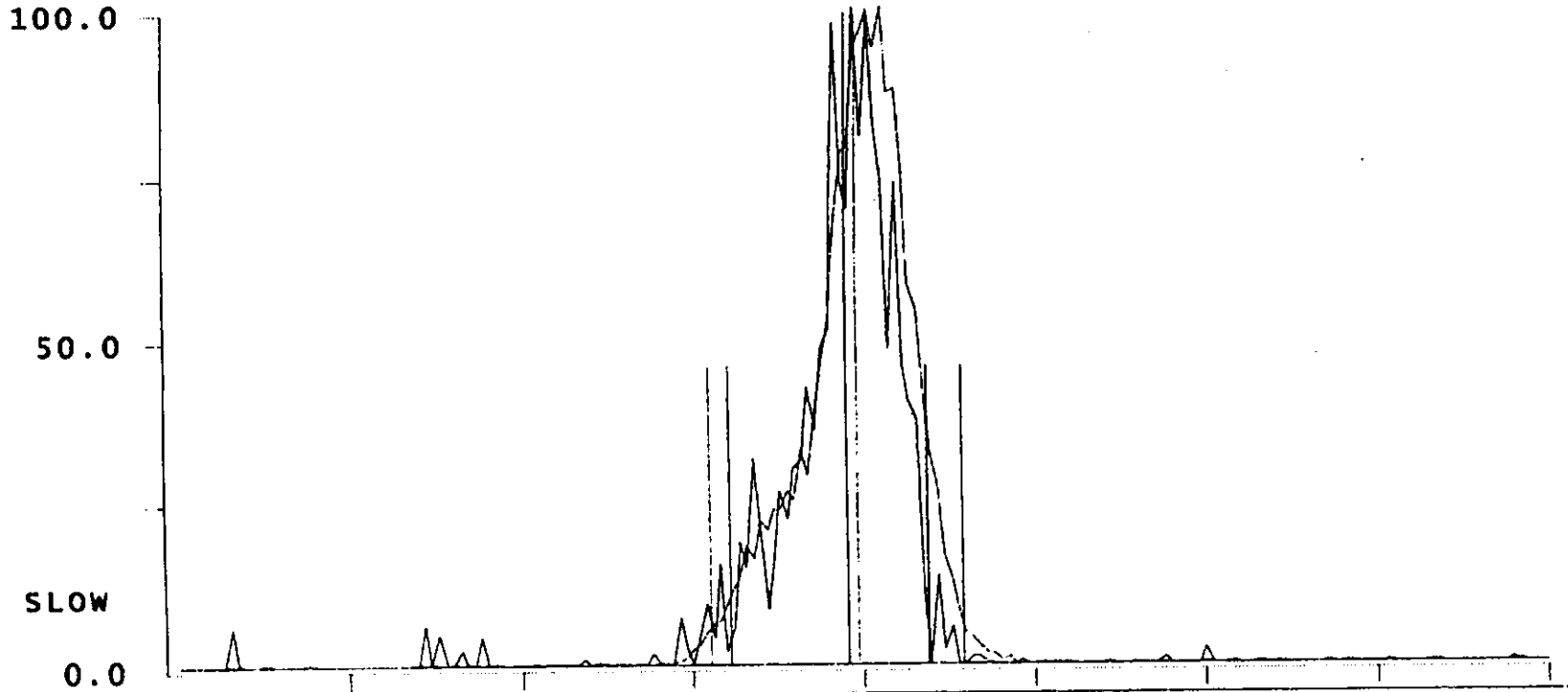
ภาพประกอบที่ 27 ^{13}C NMR ($CDCl_3$) สเปกตรัมของสาร **PTH11**



ภาพประกอบที่ 28 ^{1}H NMR ($CDCl_3$) สเปกตรัมของสาร **PTH12**

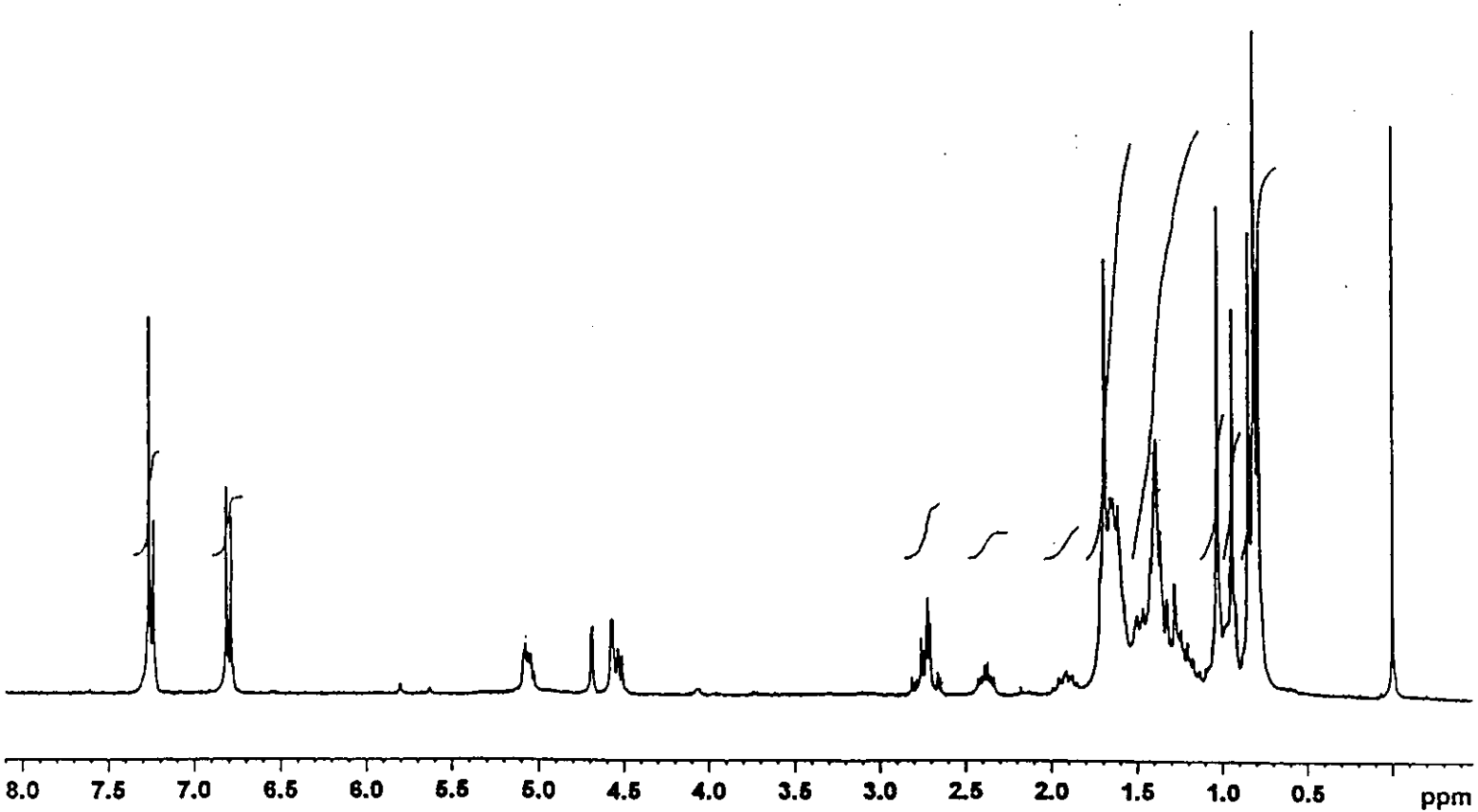


ภาพประกอบที่ 29 ^{13}C NMR ($CDCl_3$) สเปกตรัมของสาร **PTH12**

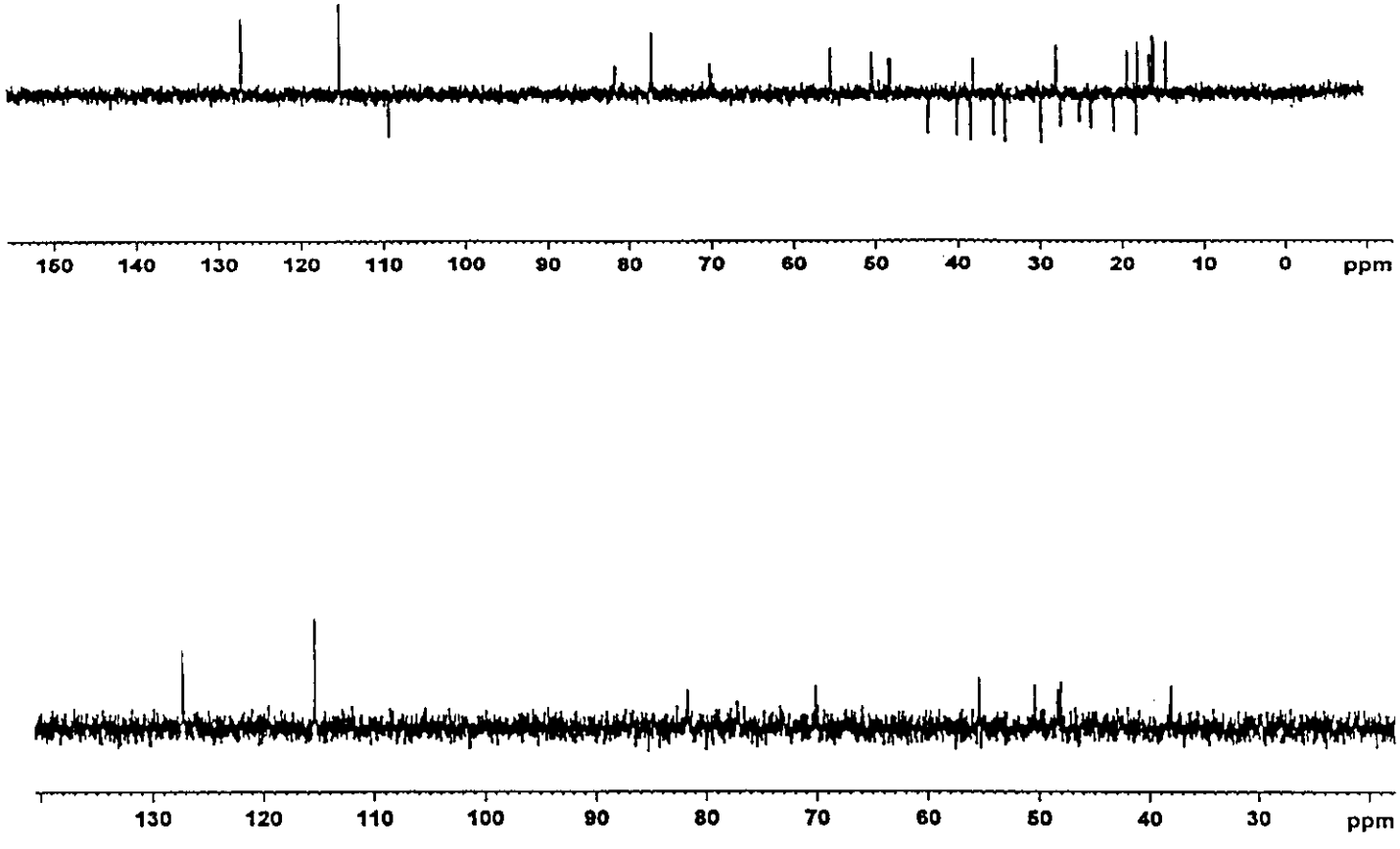


REG 1/2: 572.418743	REG 1/3:	REG 2/3:
MASS :	566.96362	572.41642
REF MASS :	566.96591	566.96591
PEAK WIDTH [ppm]:	184.99515	145.01295

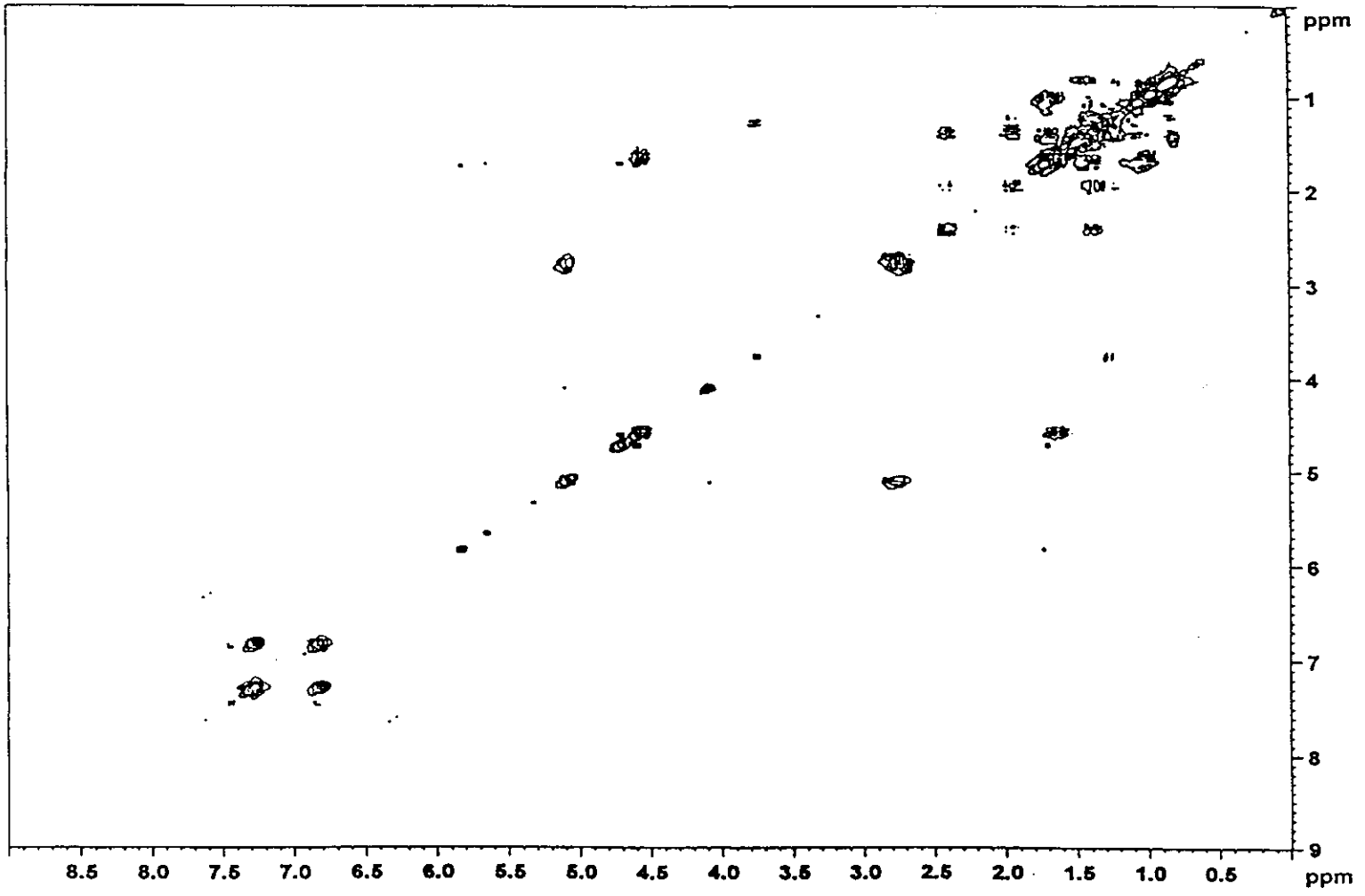
ภาพประกอบที่ 30 แมสสเปกตรัมของสาร PTH13



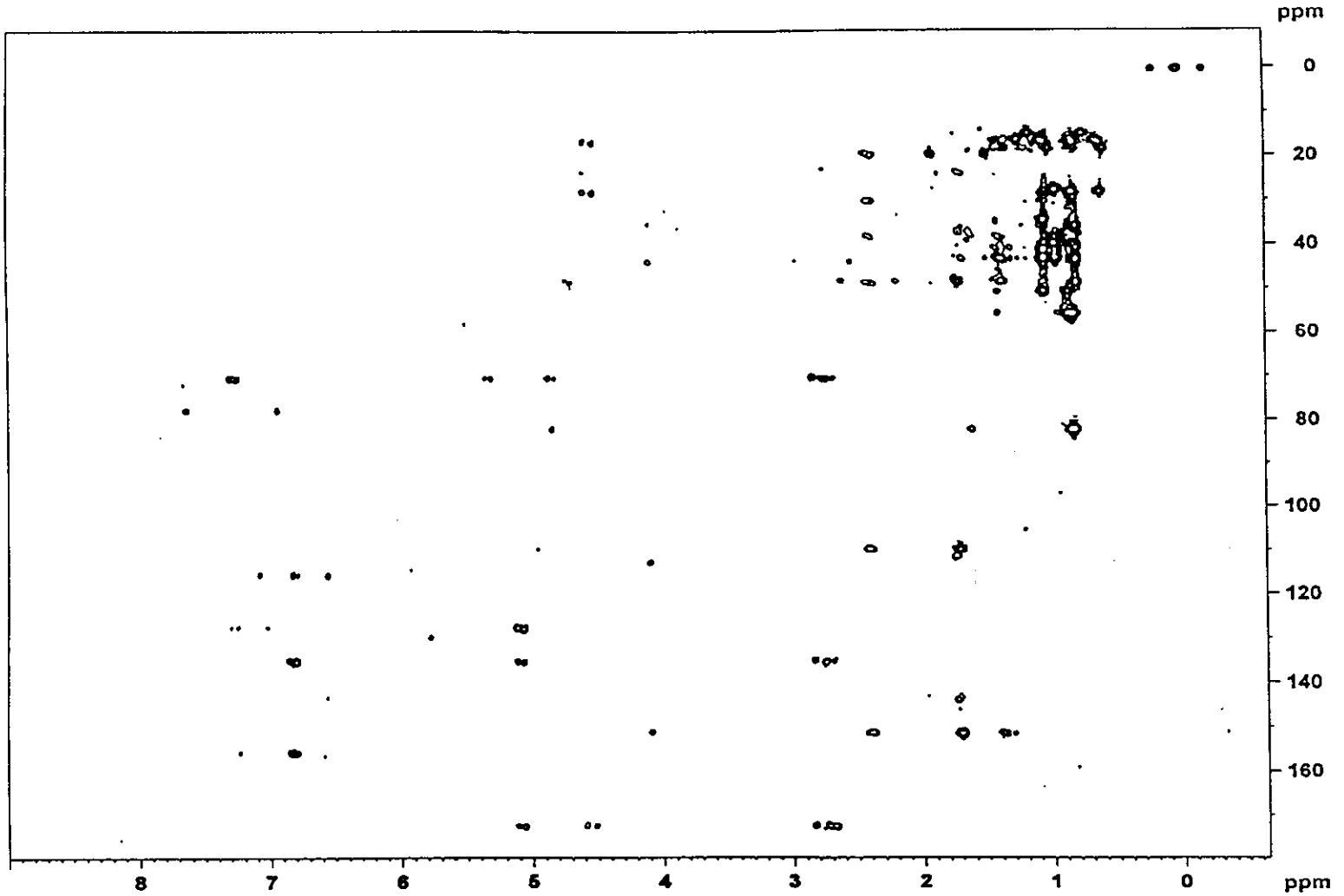
ภาพประกอบที่ 31 ^{1}H NMR ($CDCl_3$) สเปกตรัมของสาร **PTH13**



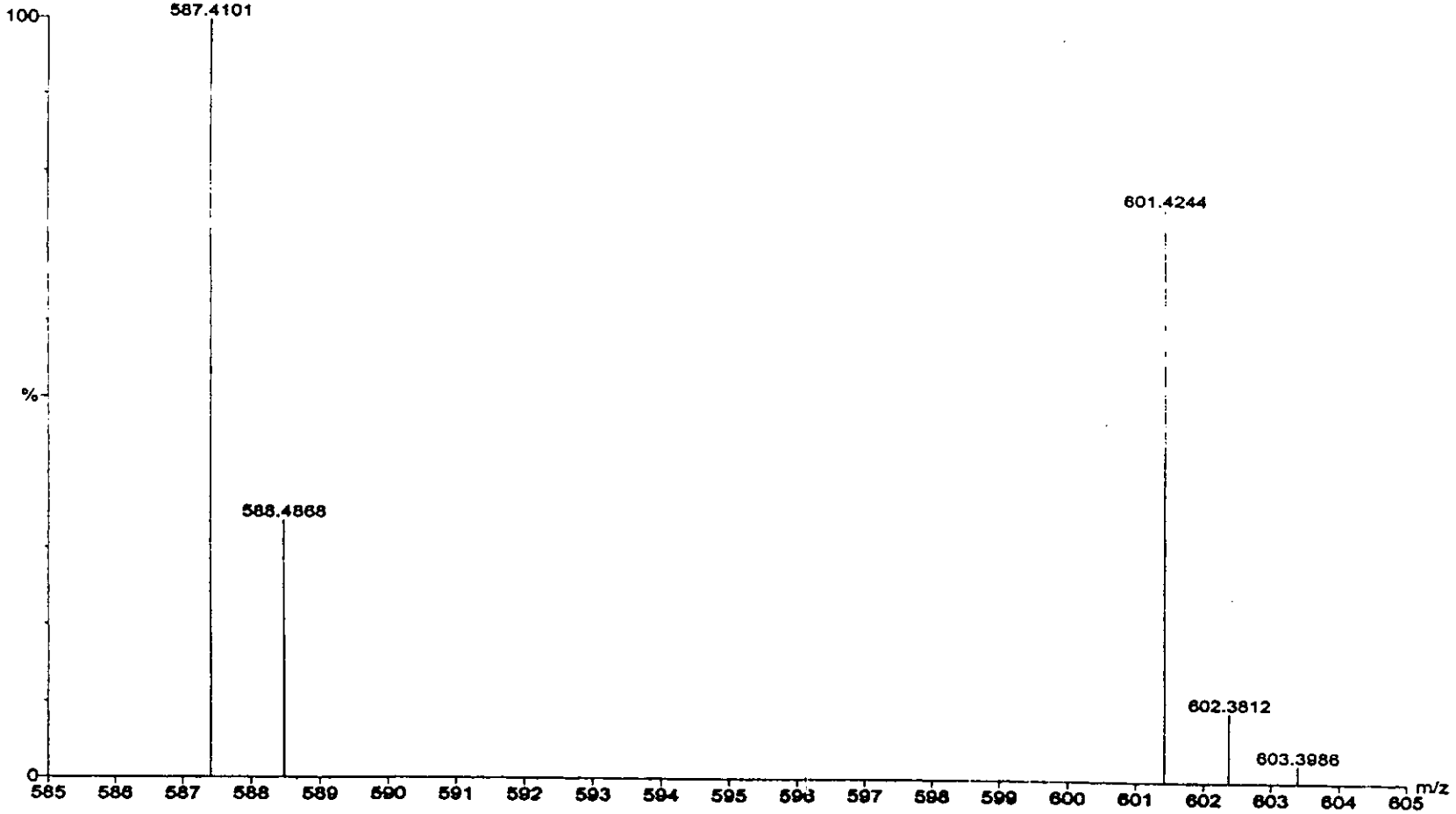
ภาพประกอบที่ 32 DEPT 135° DEPT 90° สเปกตรัมของสาร **PTH13**



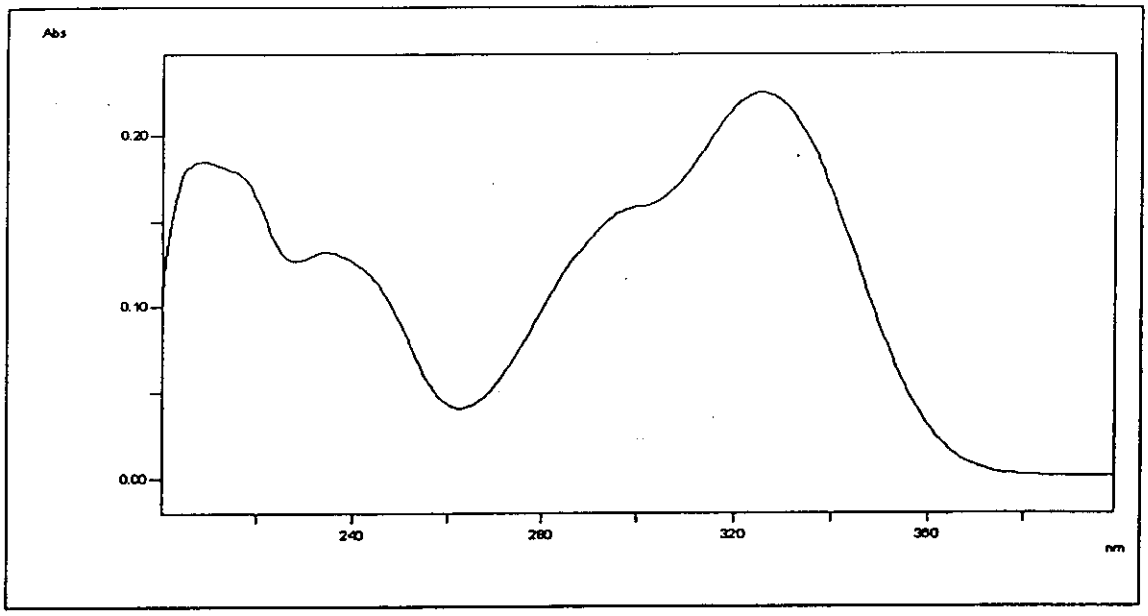
ภาพประกอบที่ 33 COSY สเปกตรัมของสาร **PTH13**



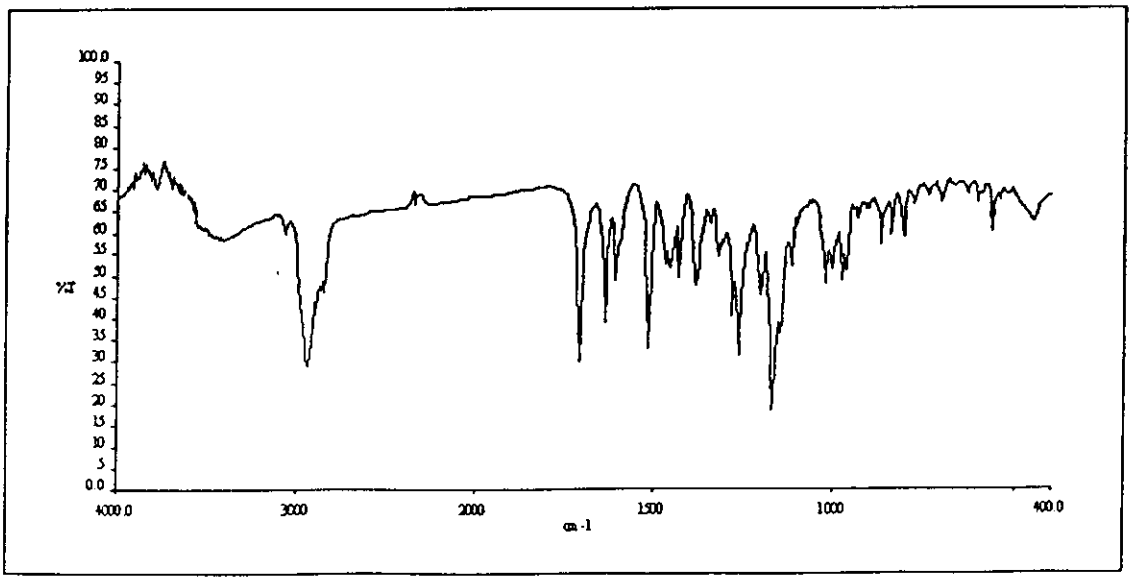
ภาพประกอบที่ 34 HMBC สเปกตรัมของสาร PTH13



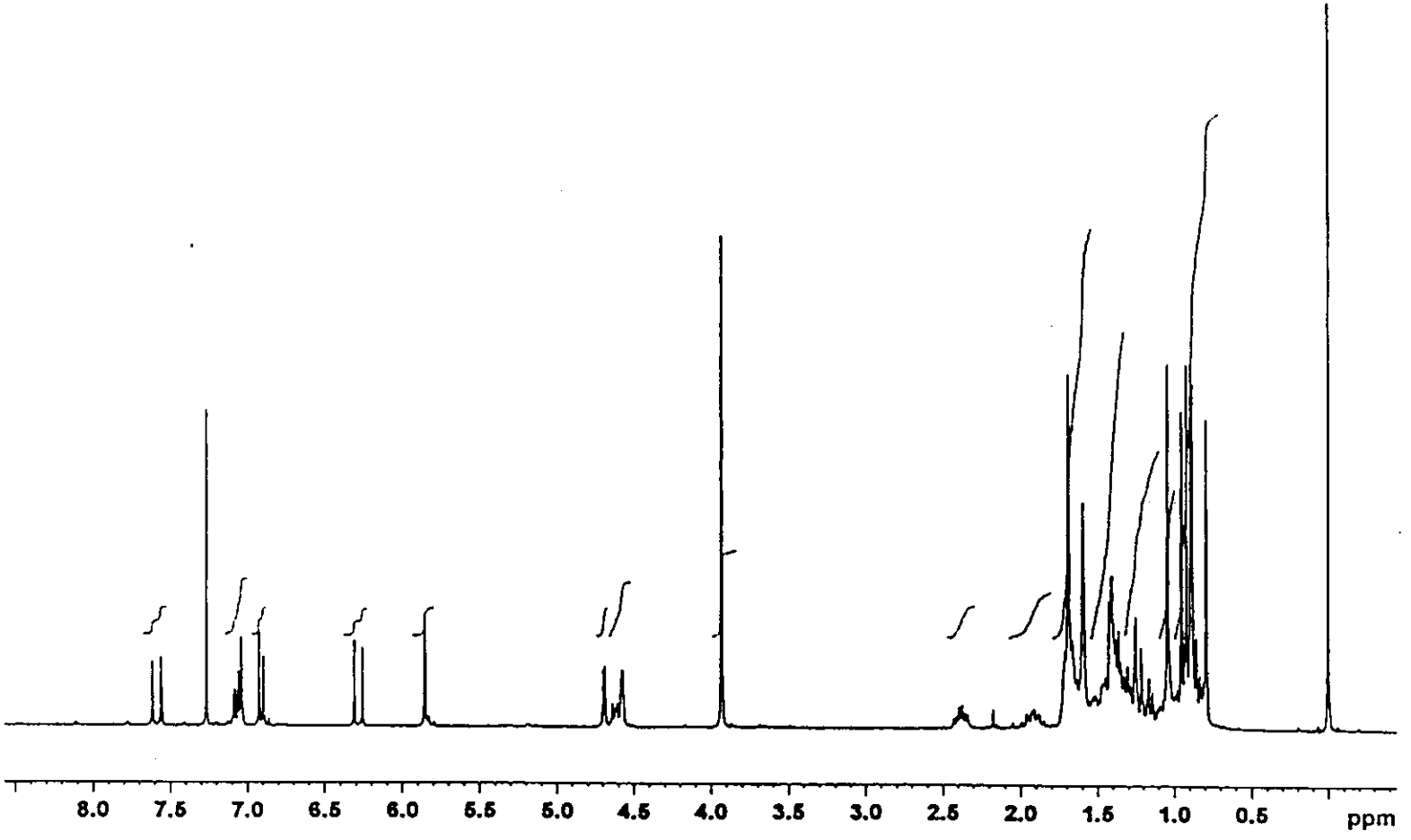
ภาพประกอบที่ 35 แมสสเปกตรัมของสาร PTH14



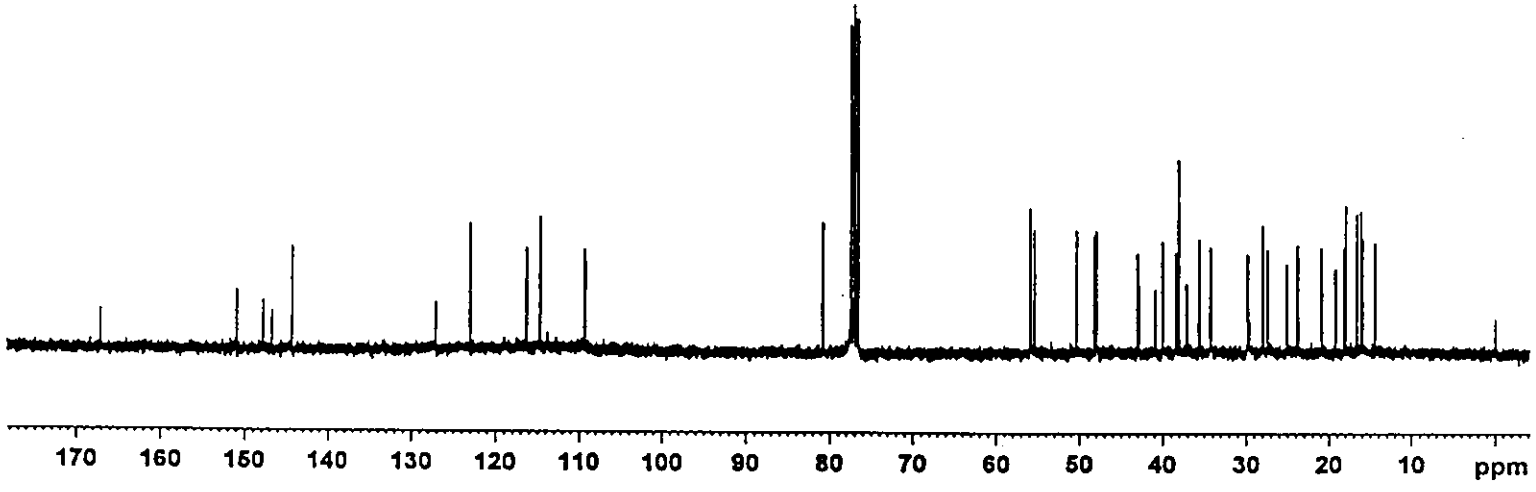
UV (MeOH)



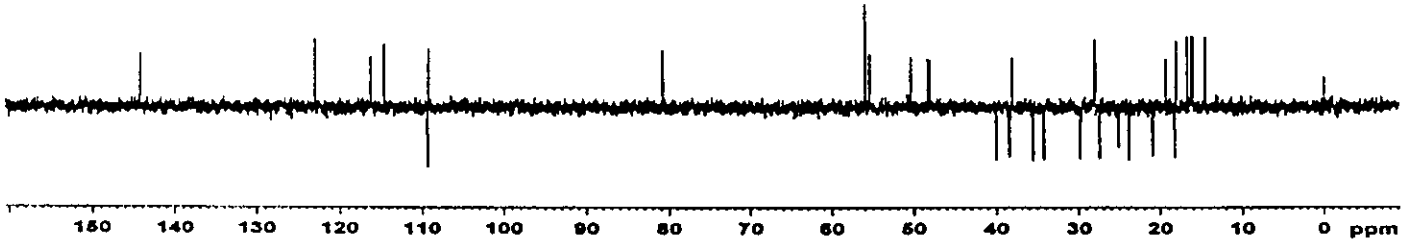
ภาพประกอบที่ 36 UV และ IR สเปกตรัมของสาร **PTH14**



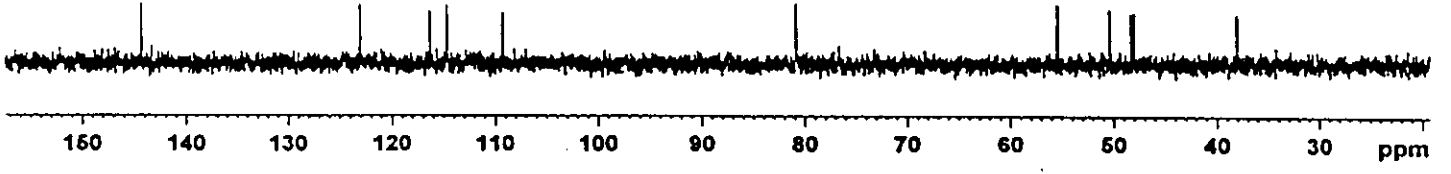
ภาพประกอบที่ 37 ^{1}H NMR ($CDCl_3$) สเปกตรัมของสาร **PTH14**



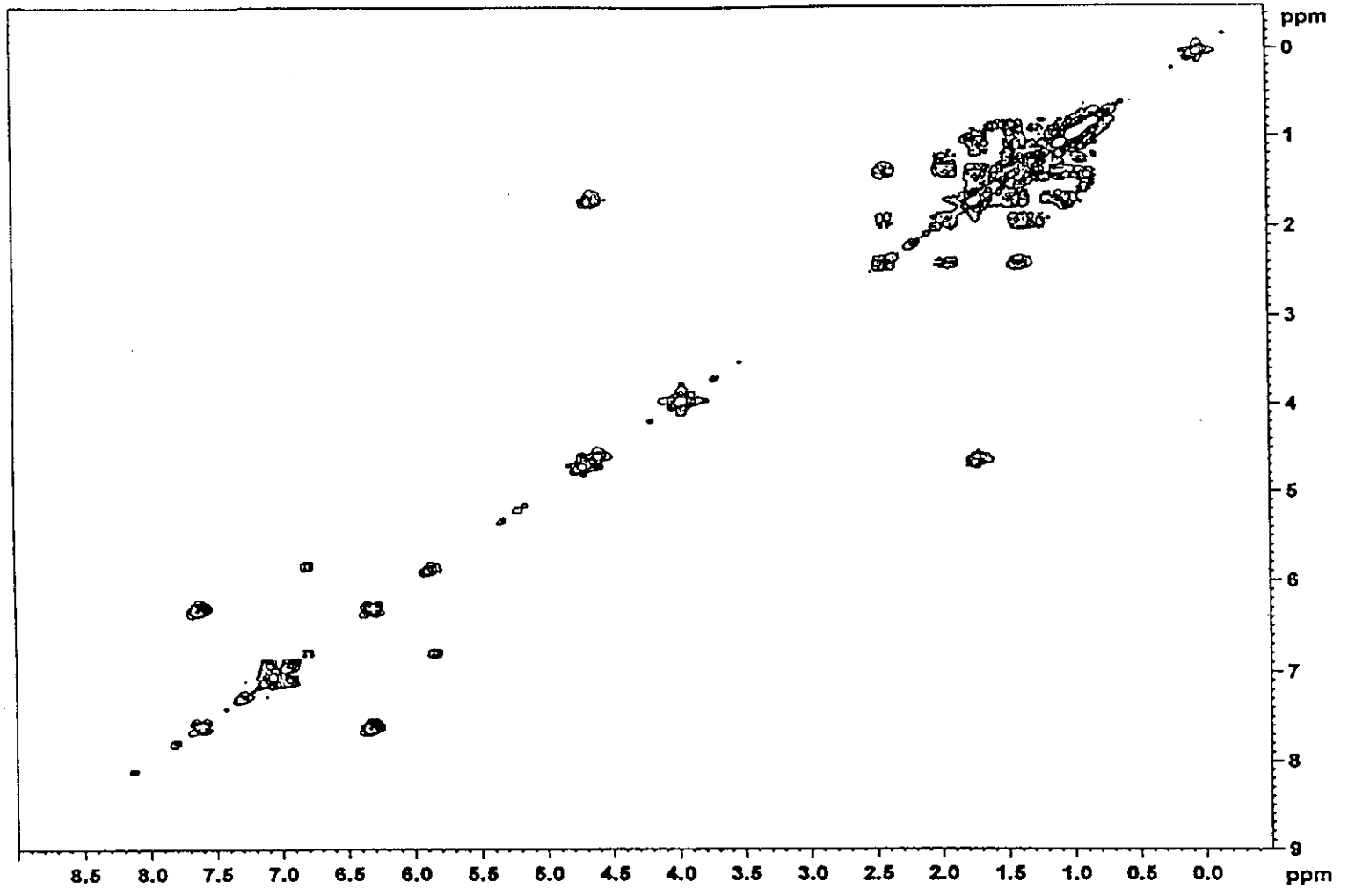
ภาพประกอบที่ 38 ^{13}C NMR ($CDCl_3$) สเปกตรัมของสาร **PTH14**



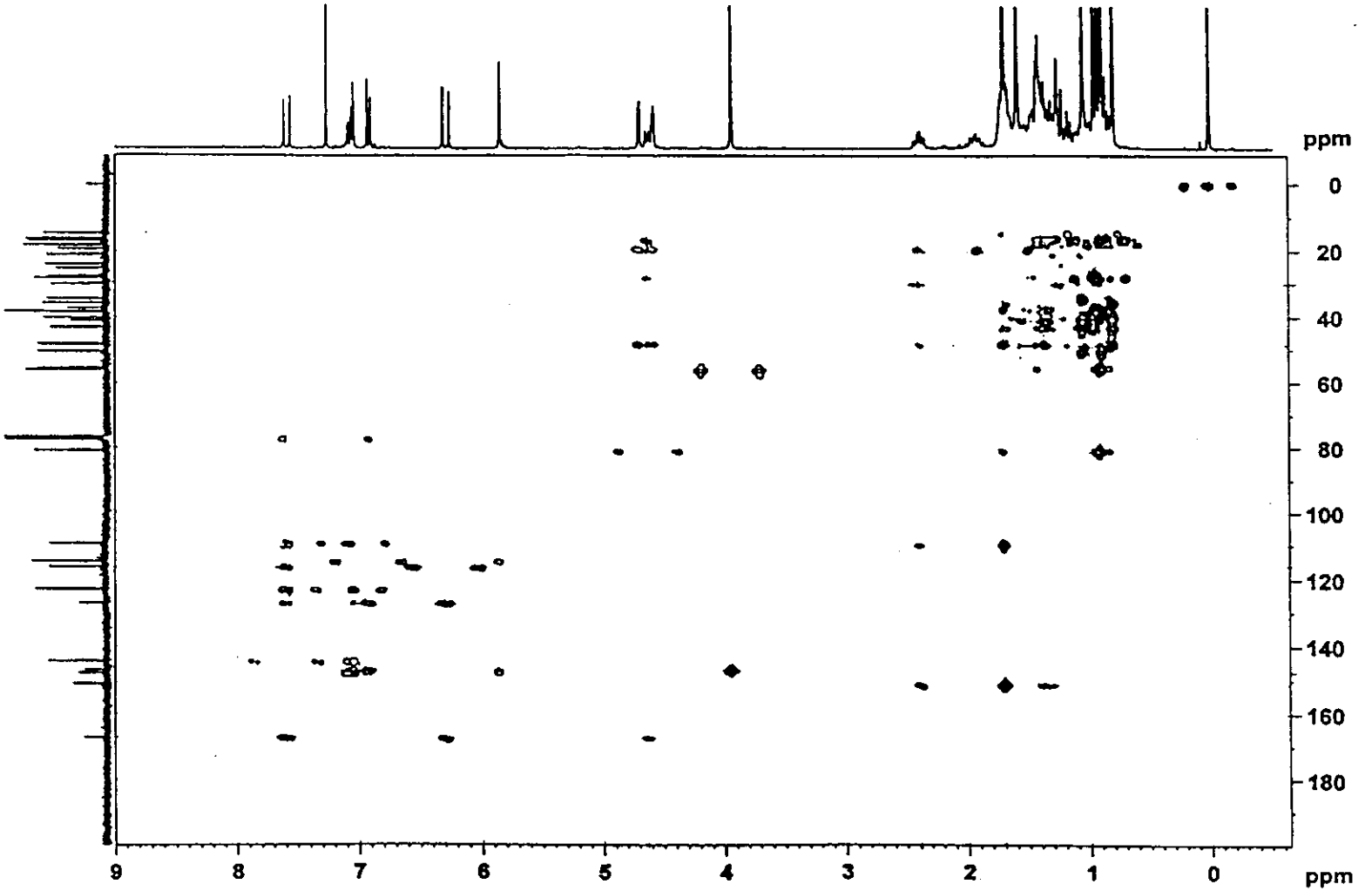
DEPT 135° ($CDCl_3$)



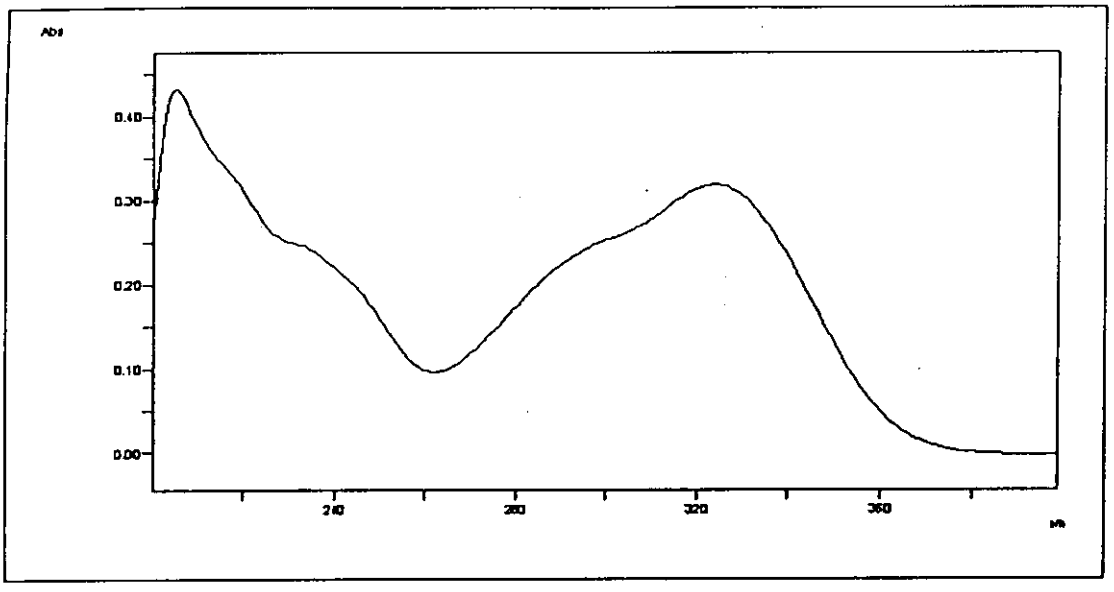
ภาพประกอบที่ 39 DEPT 135° DEPT 90° สเปกตรัมของสาร **PTH14**



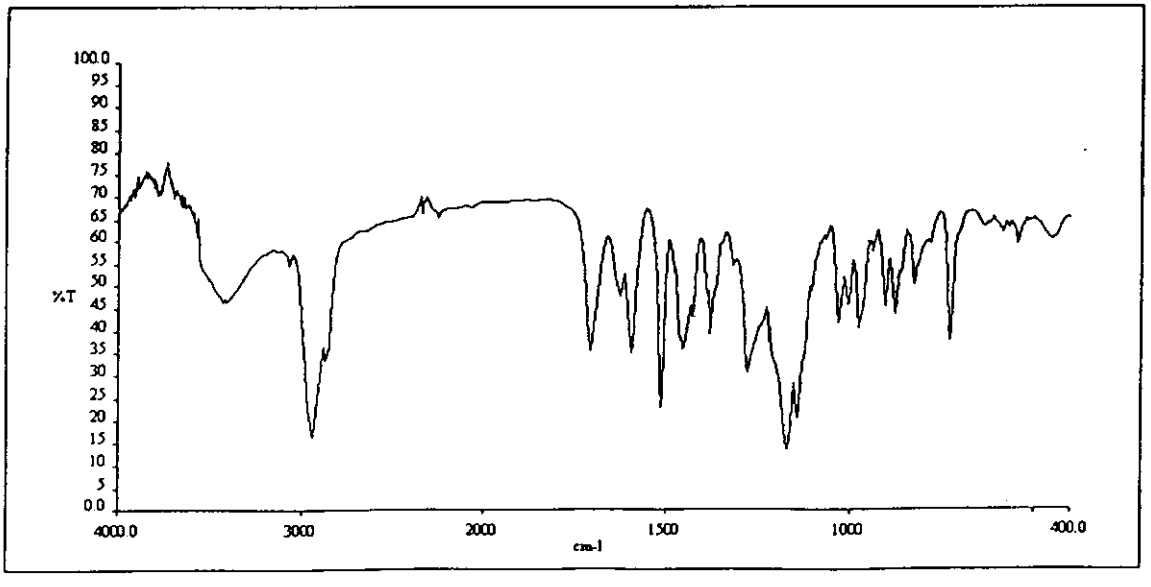
ภาพประกอบที่ 40 COSY สเปกตรัมของสาร PTH14



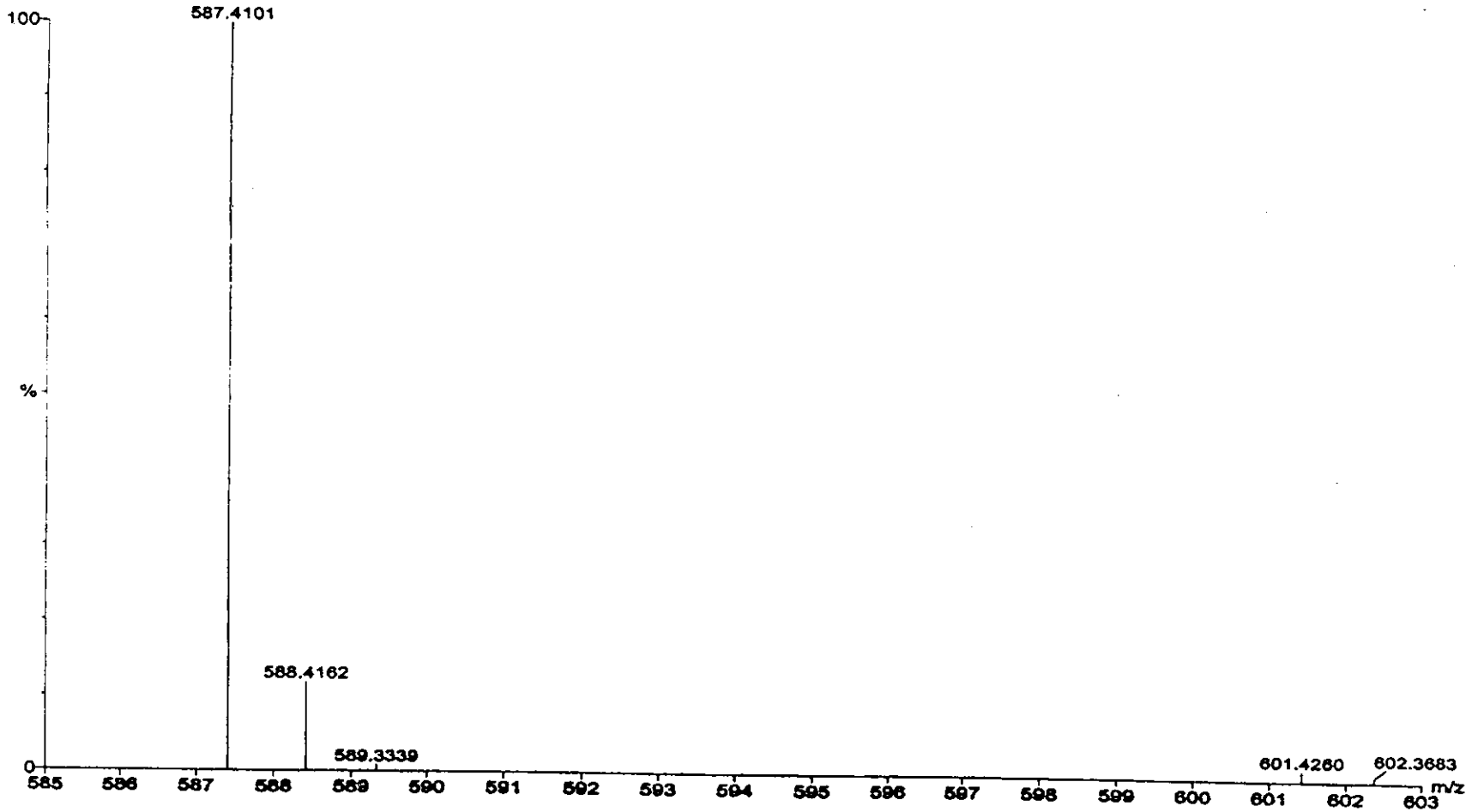
ภาพประกอบที่ 41 HMBC สเปกตรัมของสาร PTH14



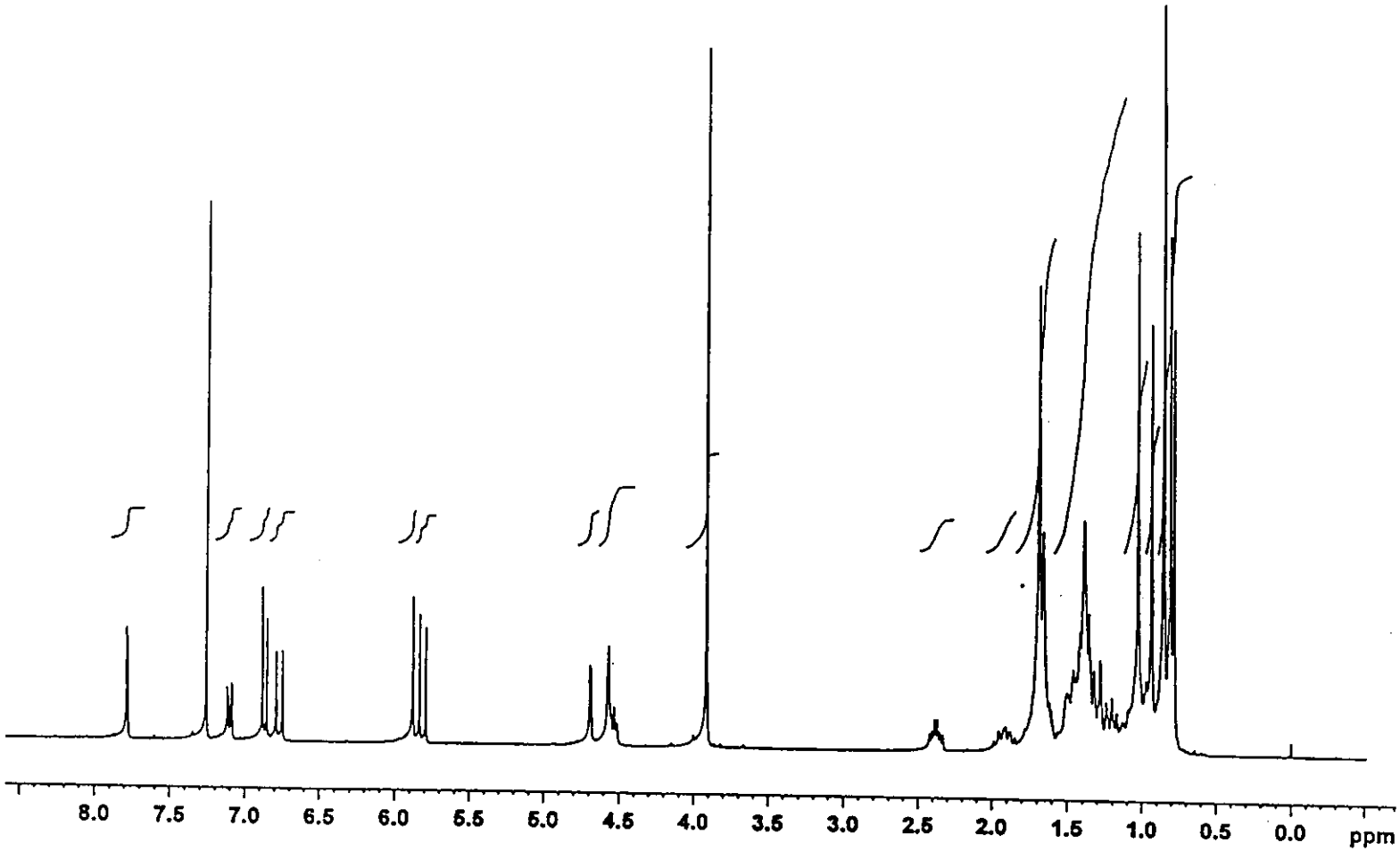
UV (MeOH)



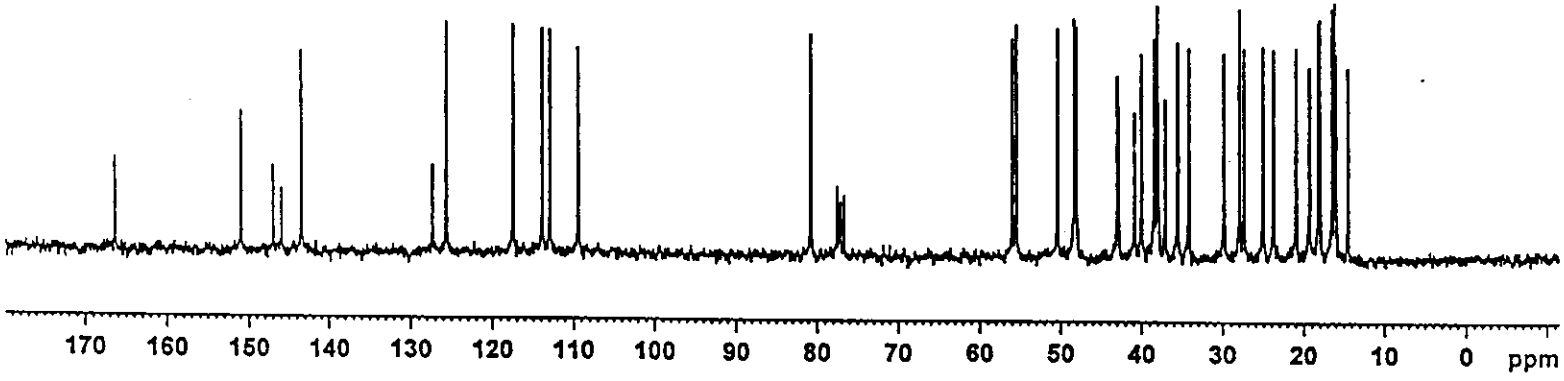
ภาพประกอบที่ 42 UV และ IR สเปกตรัมของสาร **PTH15**



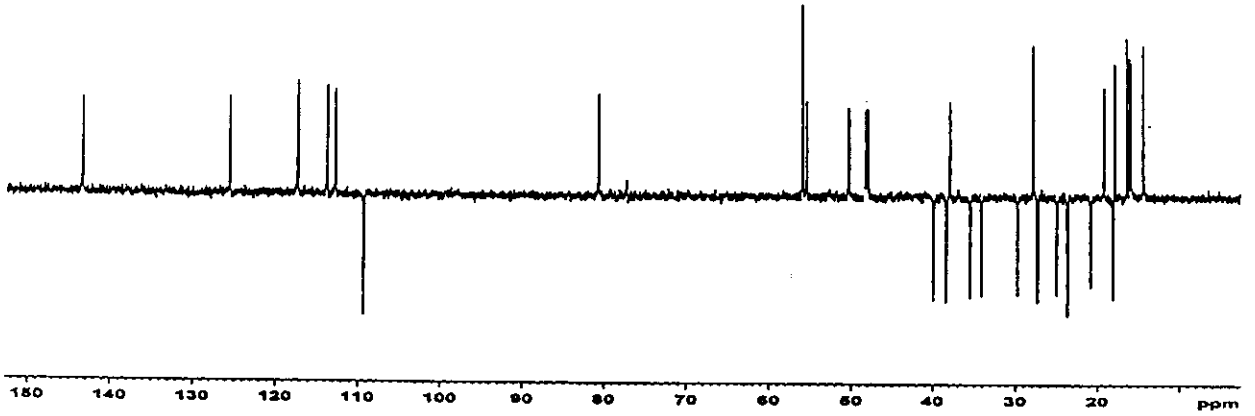
ภาพประกอบที่ 43 แมสสเปกตรัมของสาร PTH15



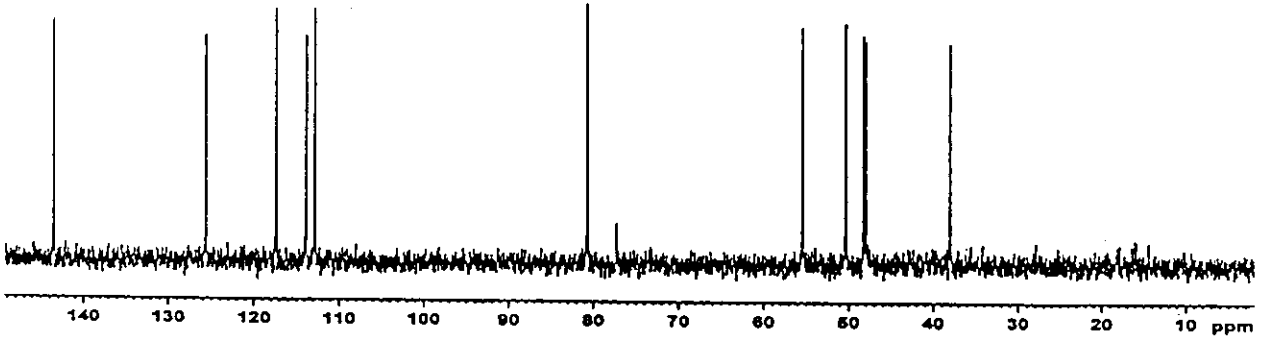
ภาพประกอบที่ 44 ^{1}H NMR ($CDCl_3$) สเปกตรัมของสาร **PTH15**



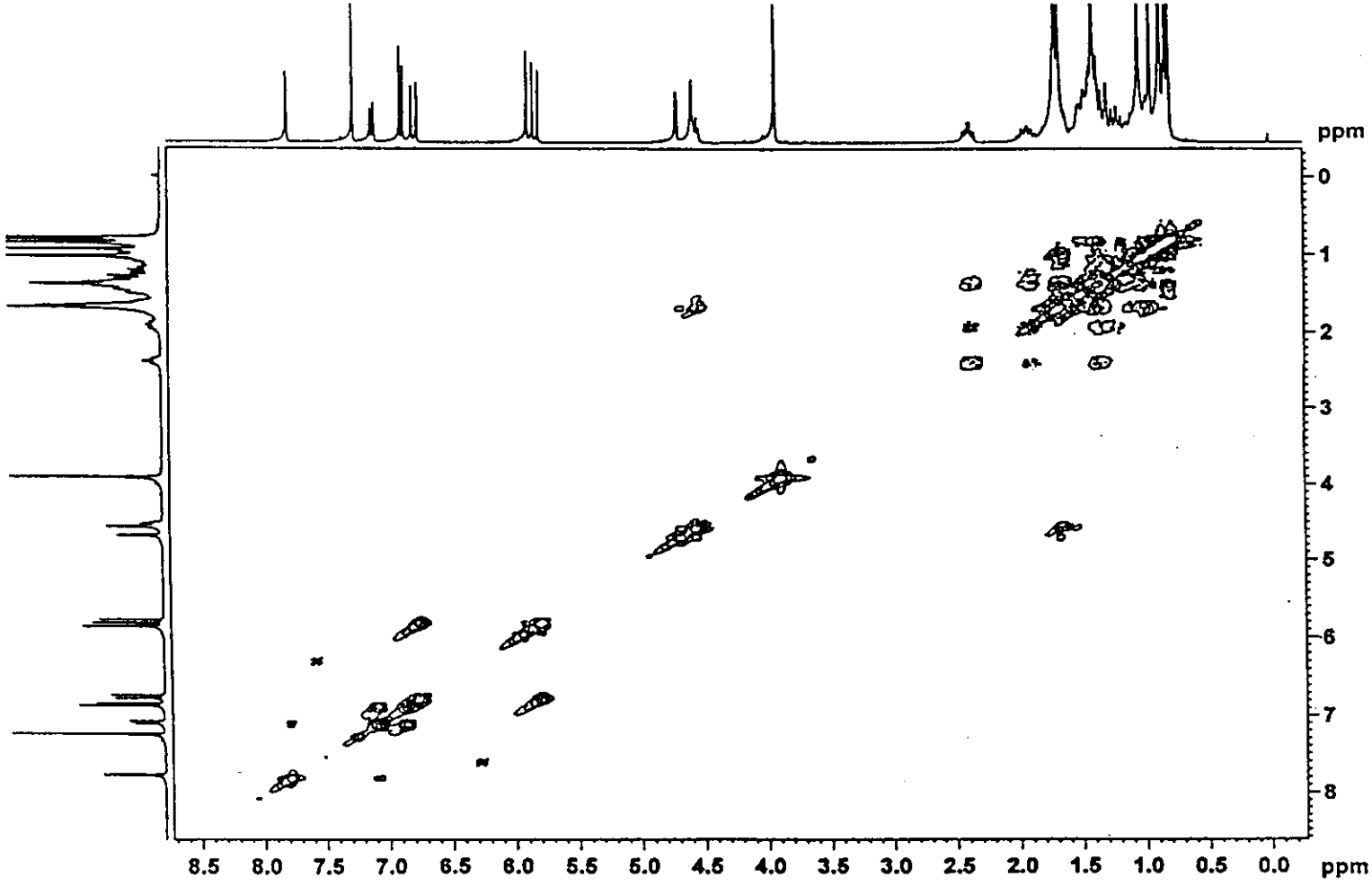
ภาพประกอบที่ 45 ^{13}C NMR ($CDCl_3$) สเปกตรัมของสาร **PTH15**



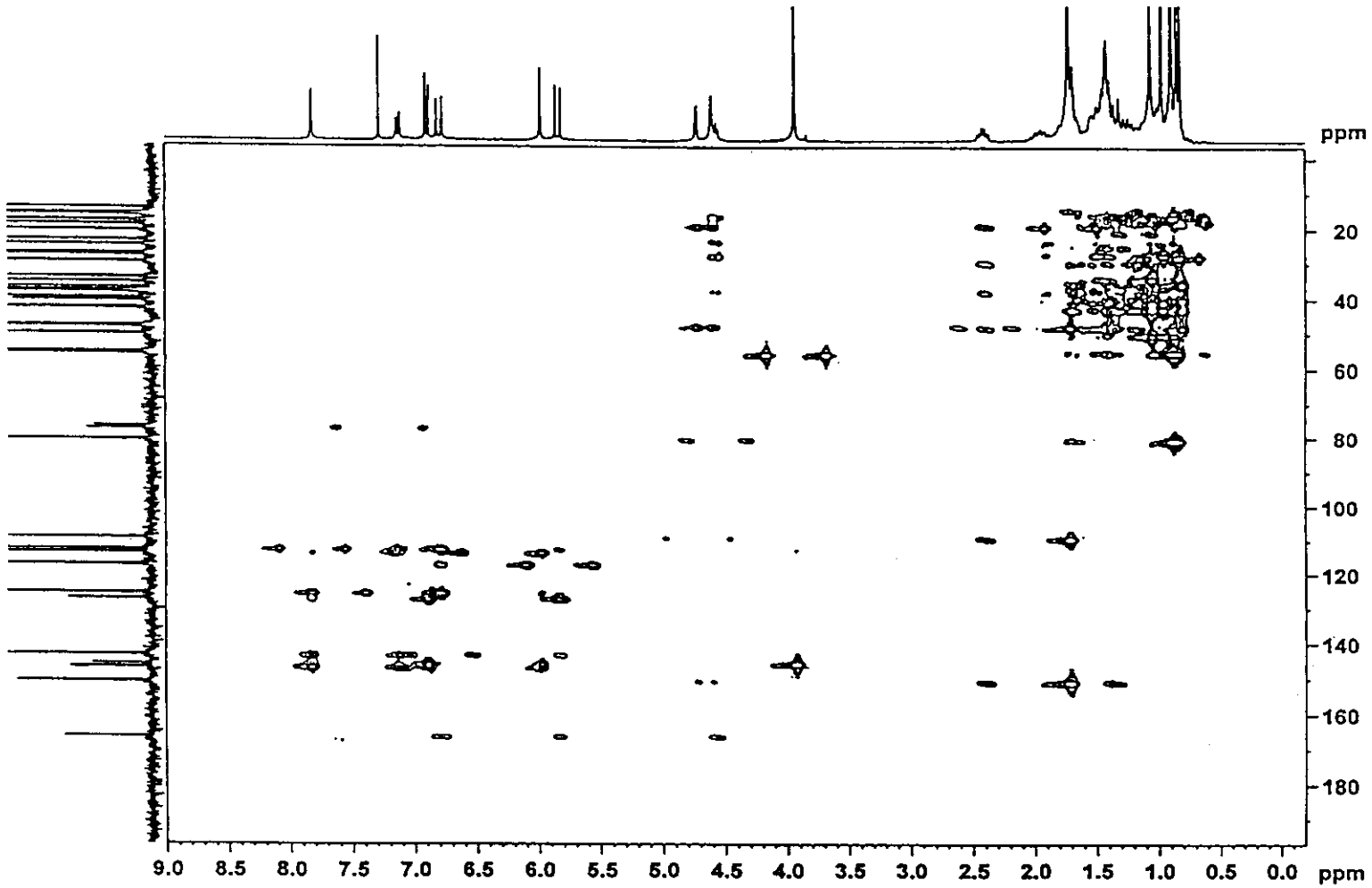
DEPT 135° ($CDCl_3$)



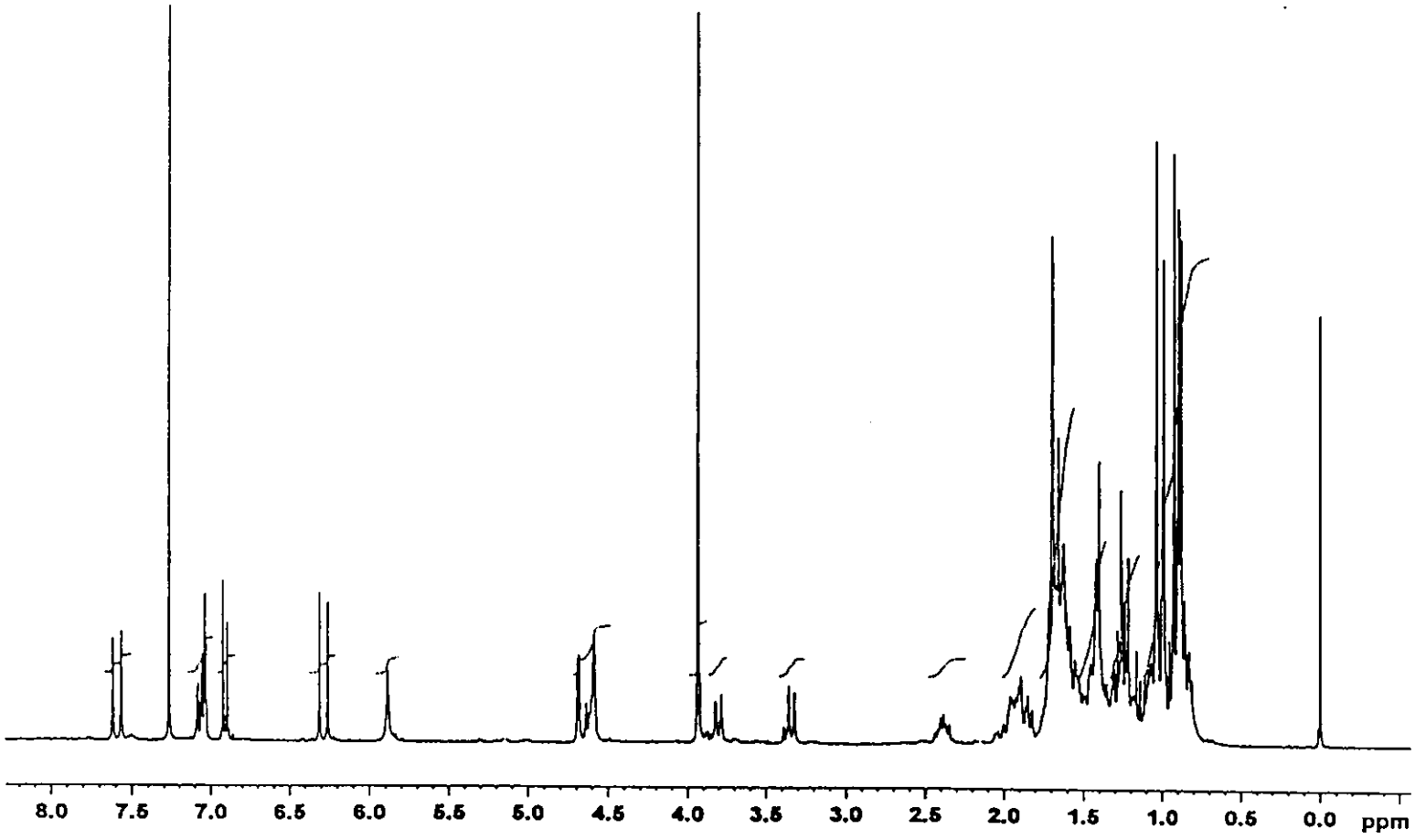
ภาพประกอบที่ 46 DEPT 135° DEPT 90° สเปกตรัมของสาร PTH15



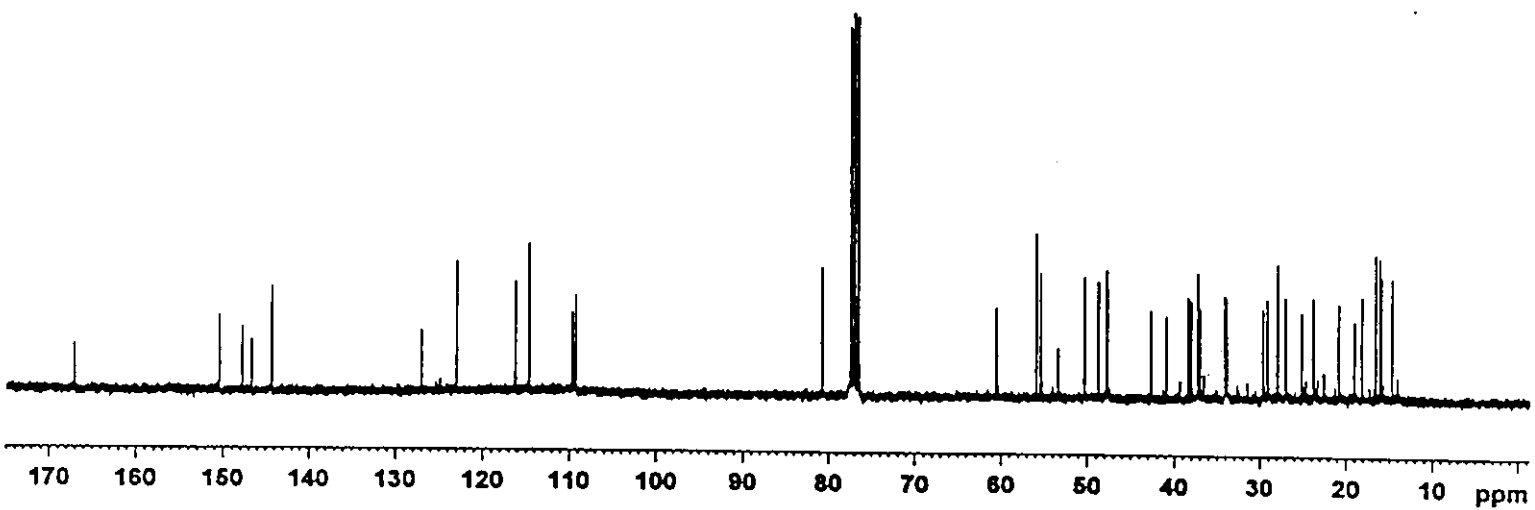
ภาพประกอบที่ 47 COSY สเปกตรัมของสาร **PTH15**



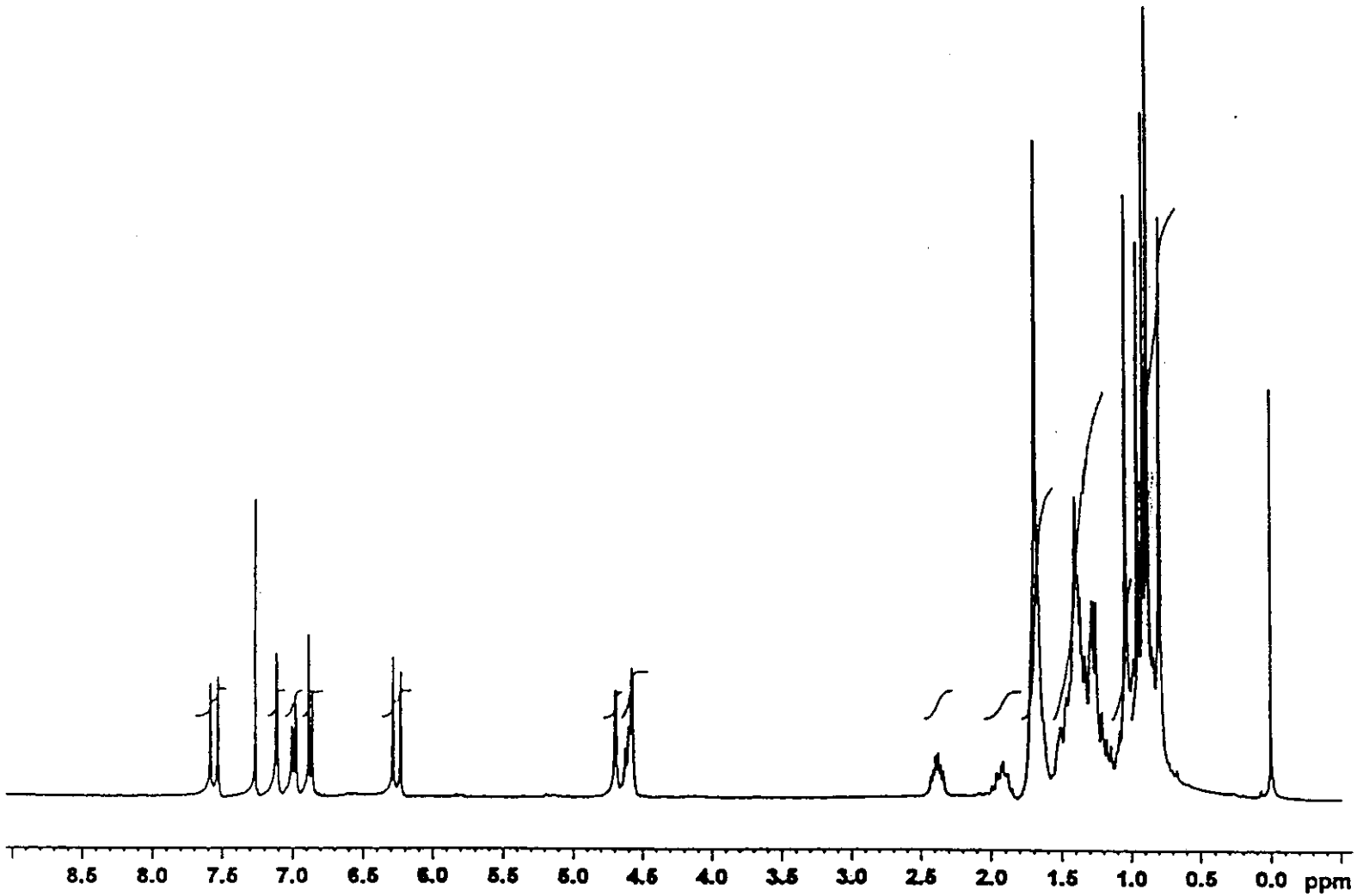
ภาพประกอบที่ 48 HMBC สเปกตรัมของสาร **PTH15**



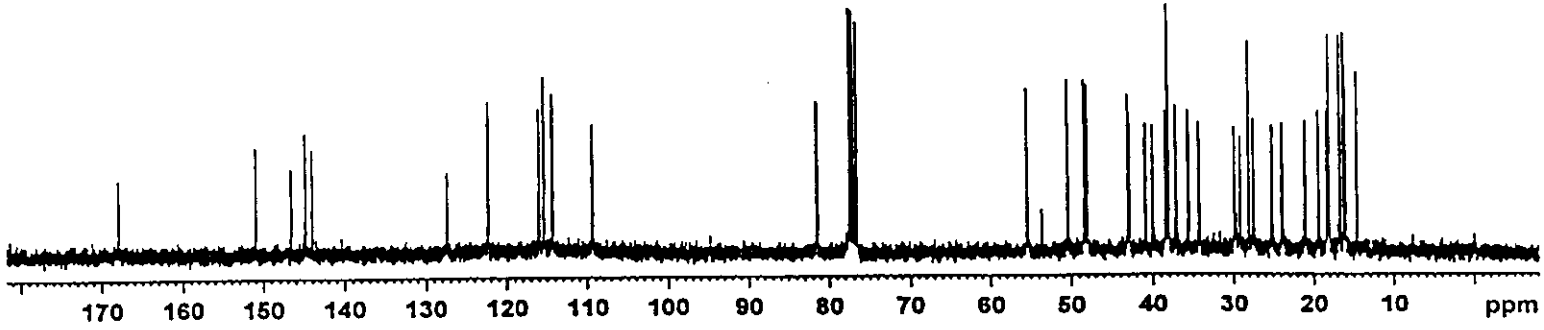
ภาพประกอบที่ 49 ^{1}H NMR ($CDCl_3$) สเปกตรัมของสาร **PTH16**



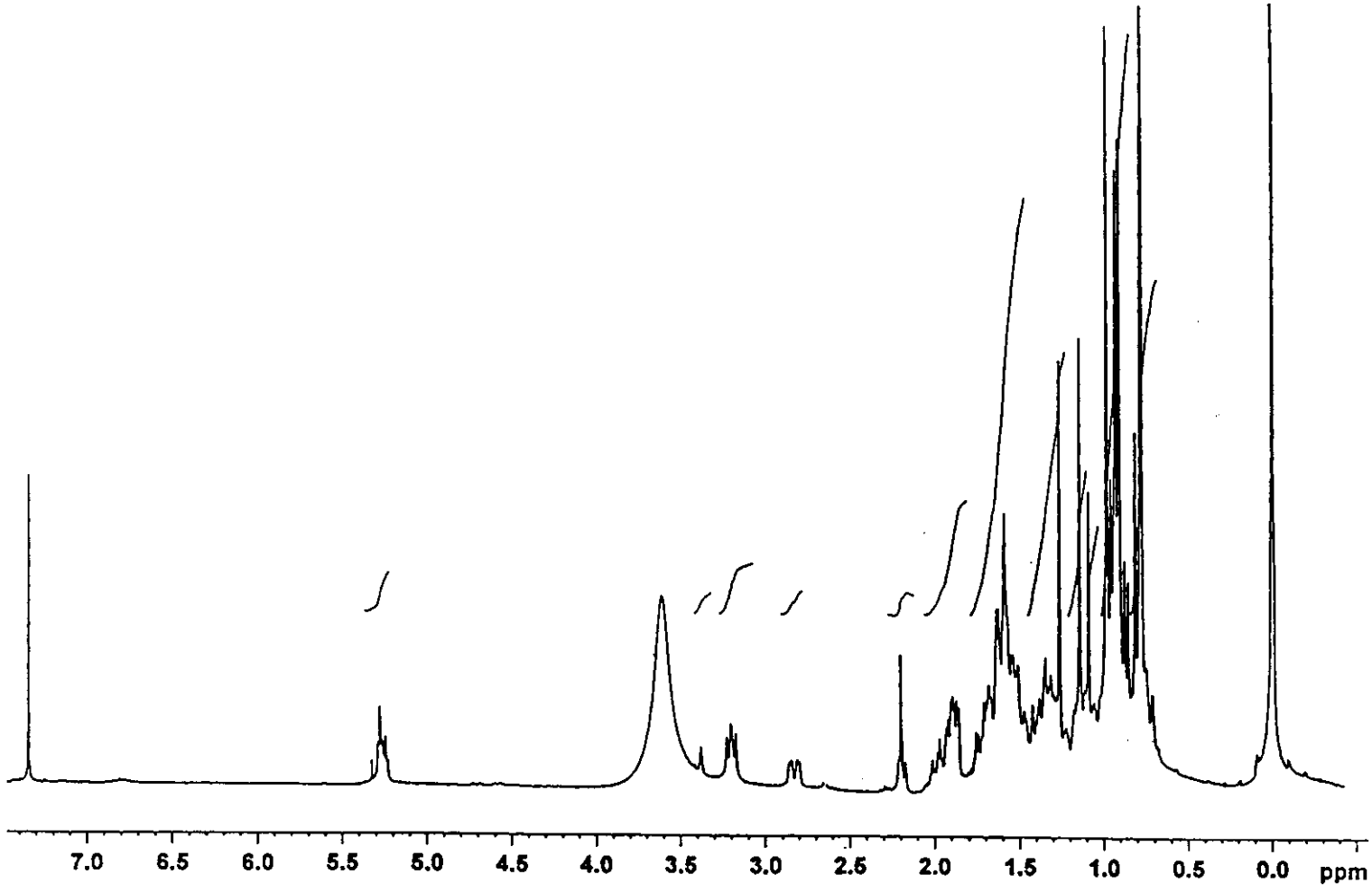
ภาพประกอบที่ 50 ^{13}C NMR ($CDCl_3$) สเปกตรัมของสาร **PTH16**



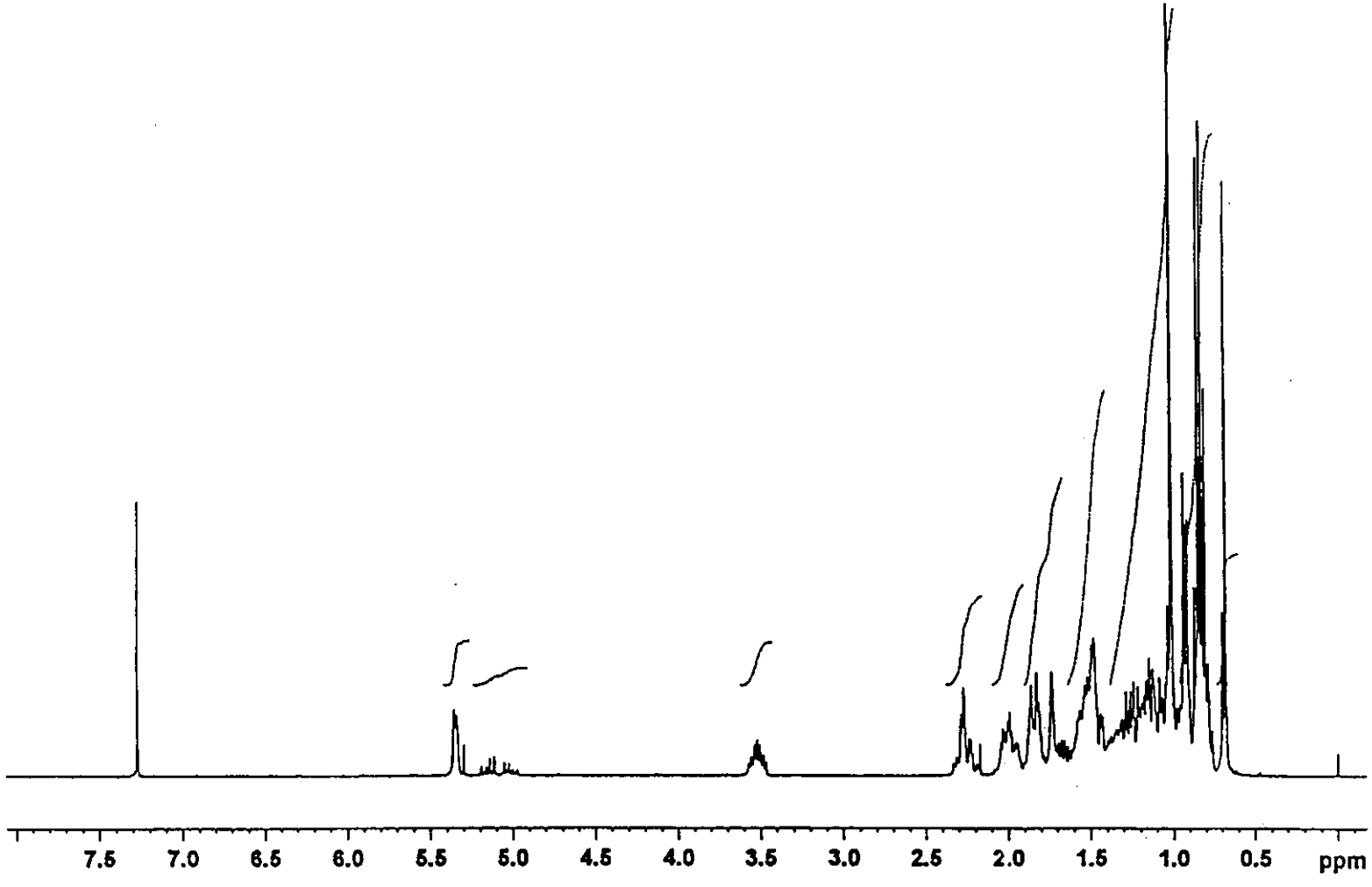
ภาพประกอบที่ 51 ^{1}H NMR ($CDCl_3$) สเปกตรัมของสาร **PTH17**



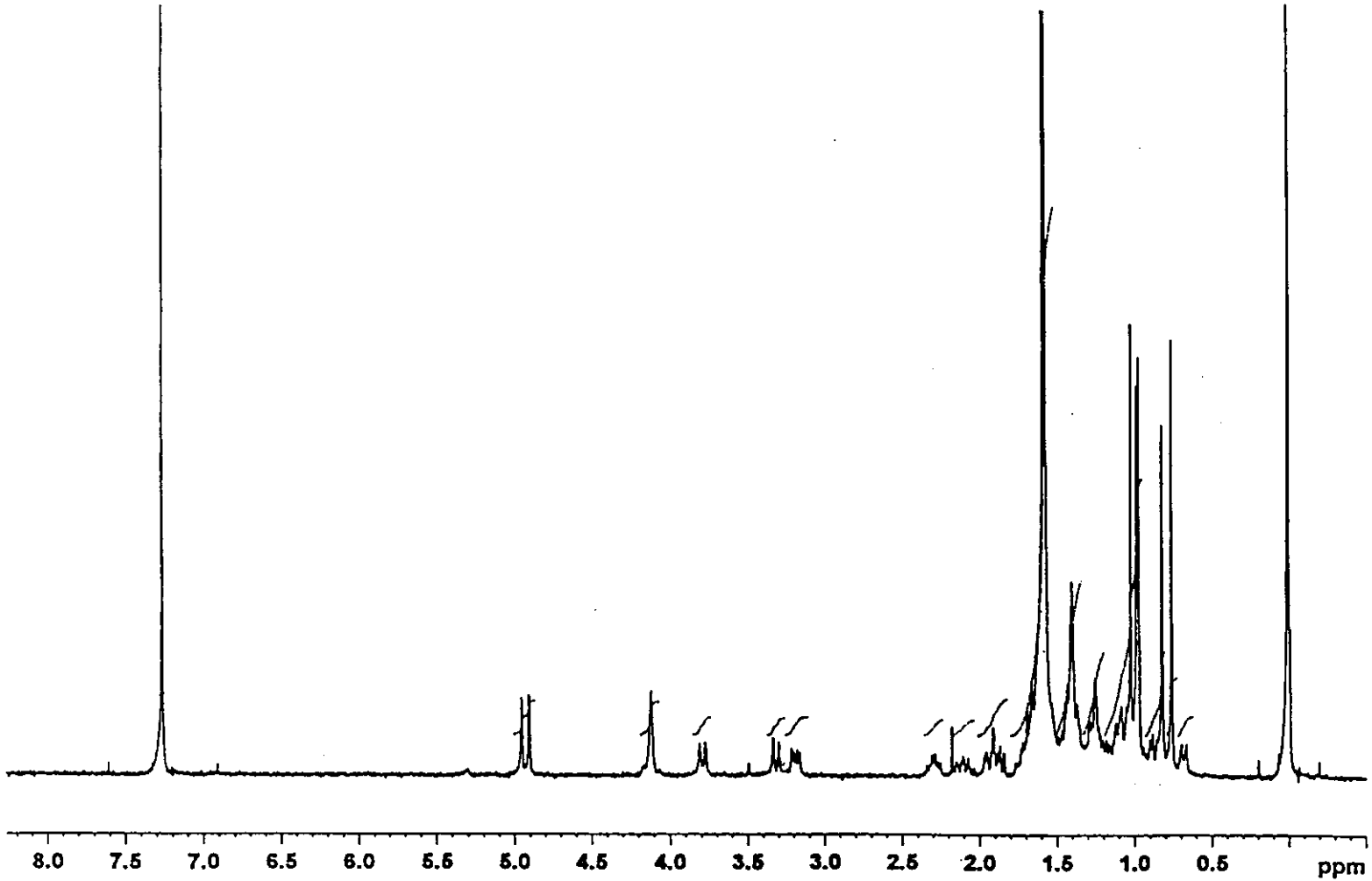
ภาพประกอบที่ 52 ^{13}C NMR ($CDCl_3$) สเปกตรัมของสาร **PTH17**



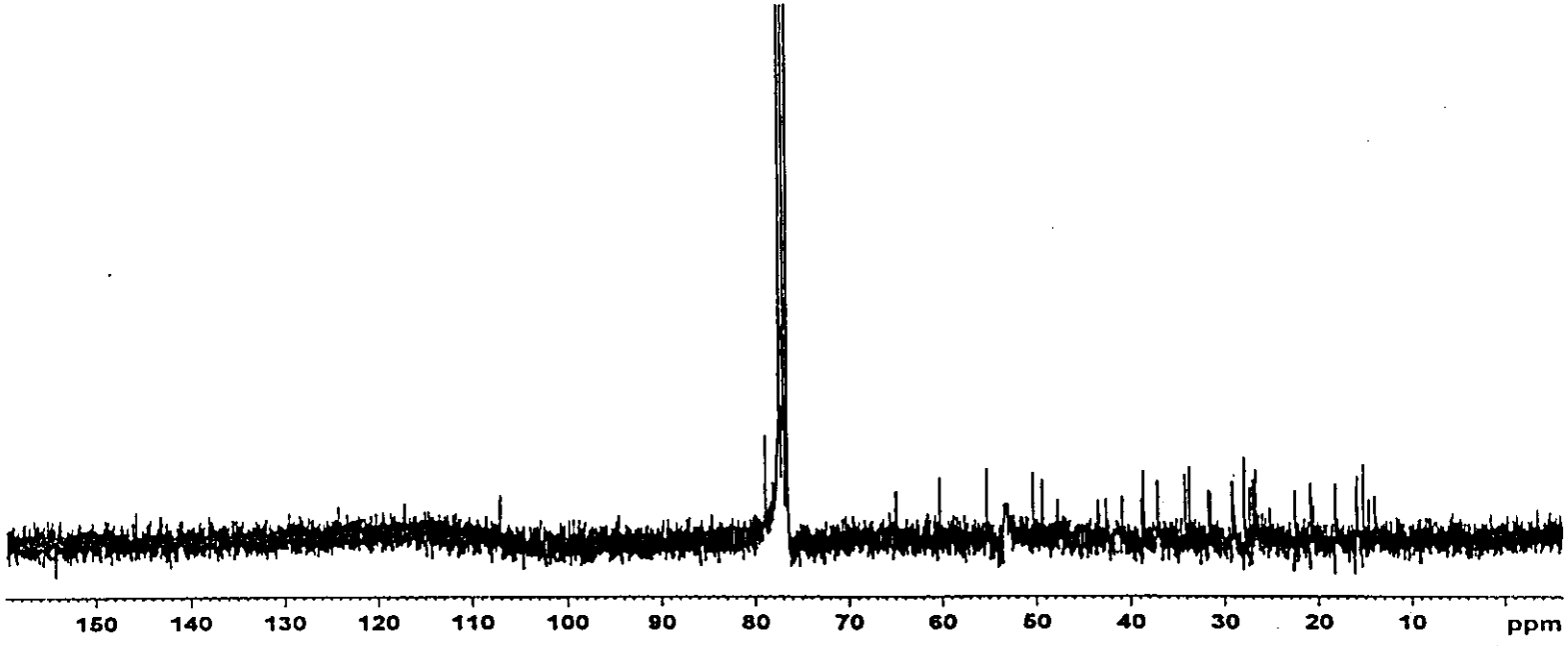
ภาพประกอบที่ 53 ^{1}H NMR ($CDCl_3$) สเปกตรัมของสารผสม **PTH18** และ **PTH19**



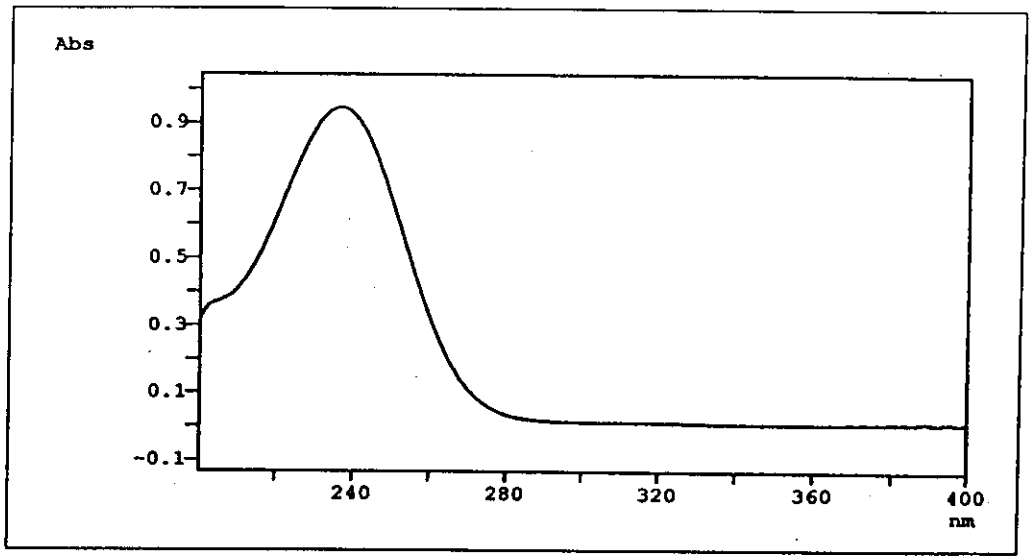
ภาพประกอบที่ 54 ^{1}H NMR ($CDCl_3$) สเปกตรัมของสารผสม **PTH20** และ **PTH21**



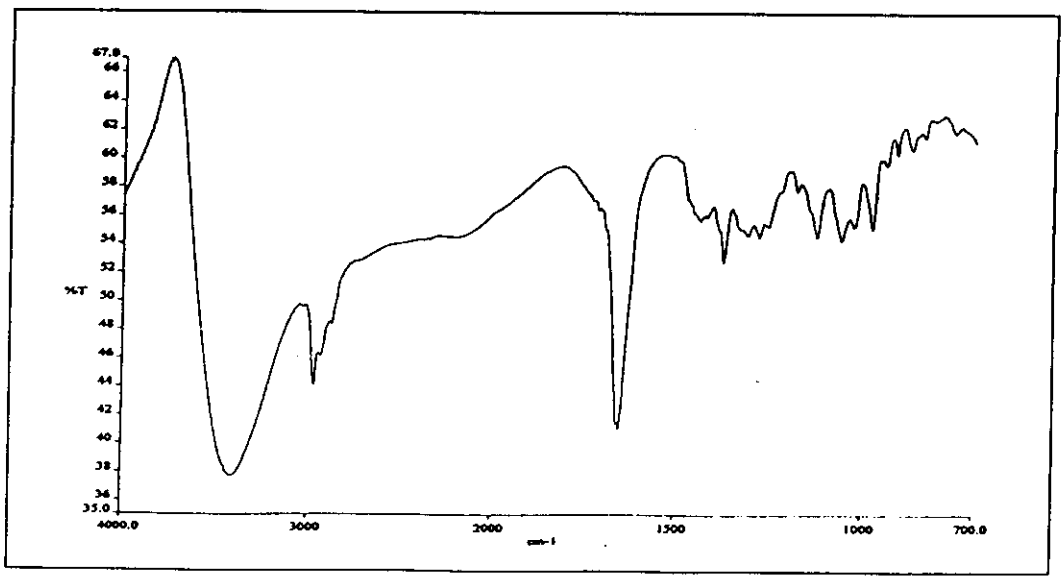
ภาพประกอบที่ 55 ^{1}H NMR ($CDCl_3$) สเปกตรัมของสาร **PTM1**



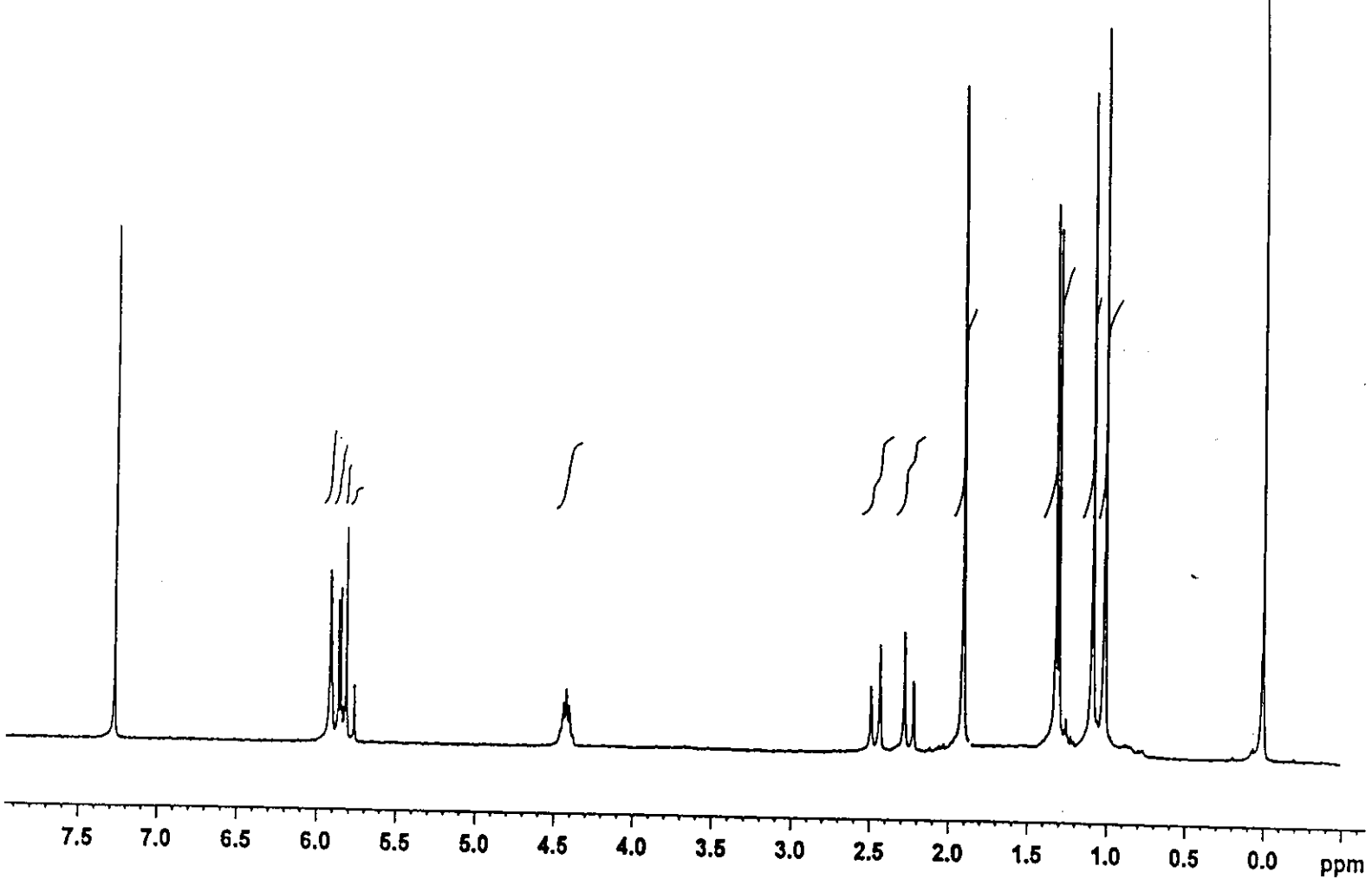
ภาพประกอบที่ 56 ^{13}C NMR ($CDCl_3$) สเปกตรัมของสาร **PTM**:



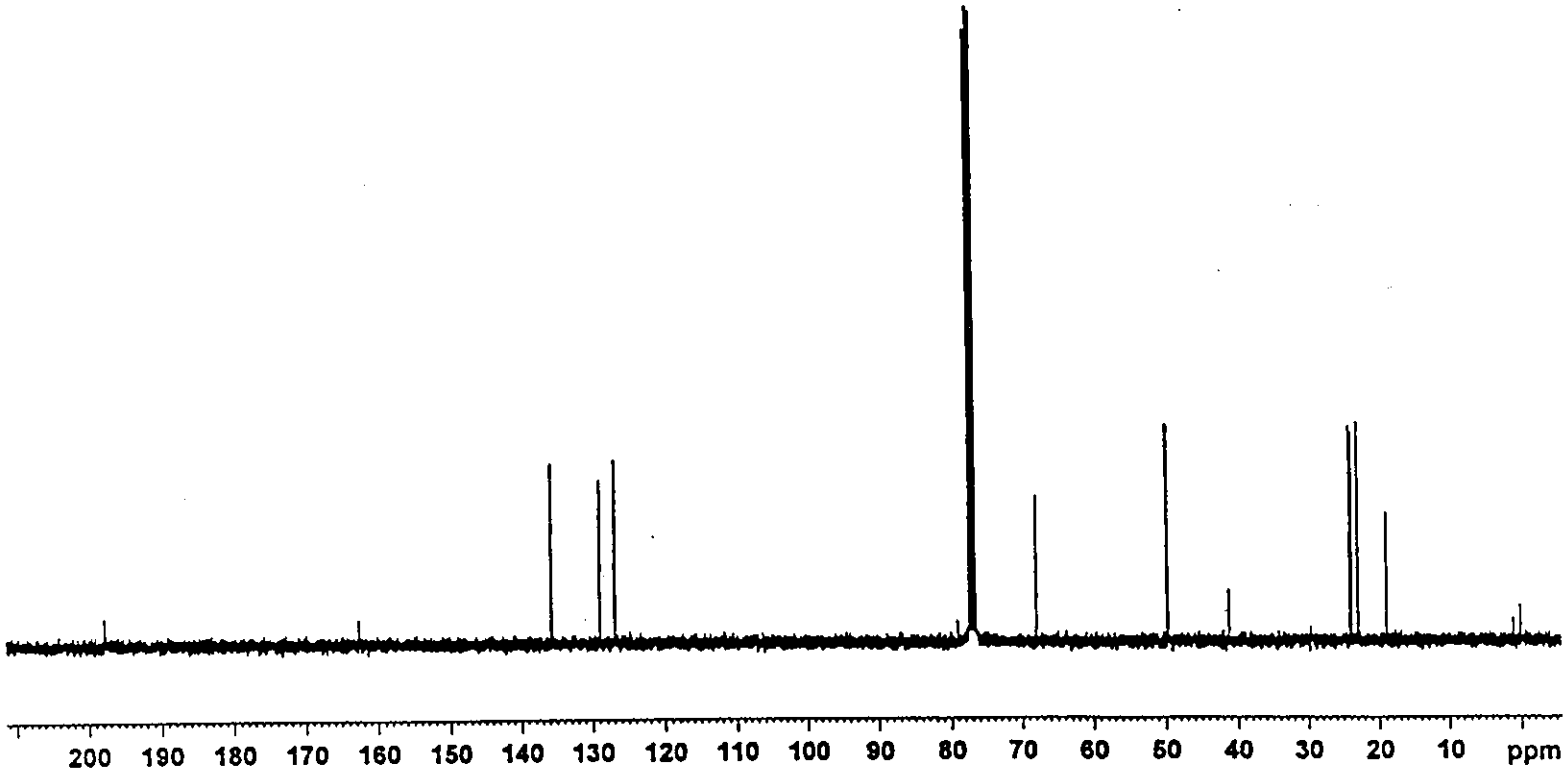
UV (MeOH).



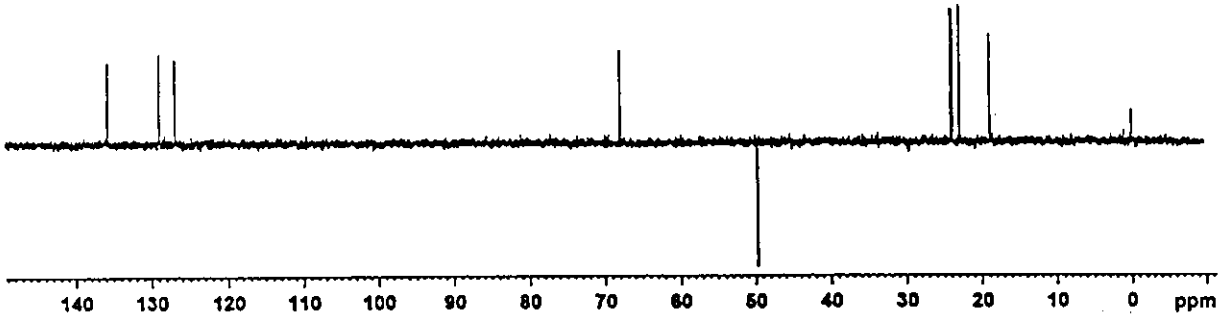
ภาพประกอบที่ 57 UV และ IR สเปกตรัมของสาร **PTM2**



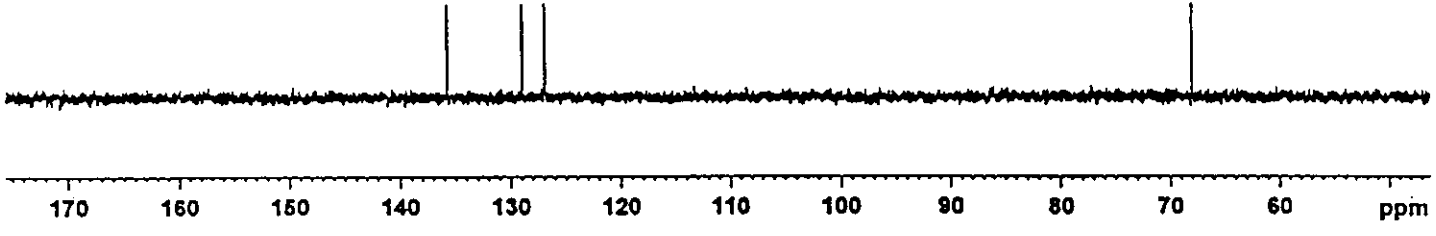
ภาพประกอบที่ 58 ^{1}H NMR ($CDCl_3$) สเปกตรัมของสาร **PTM2**



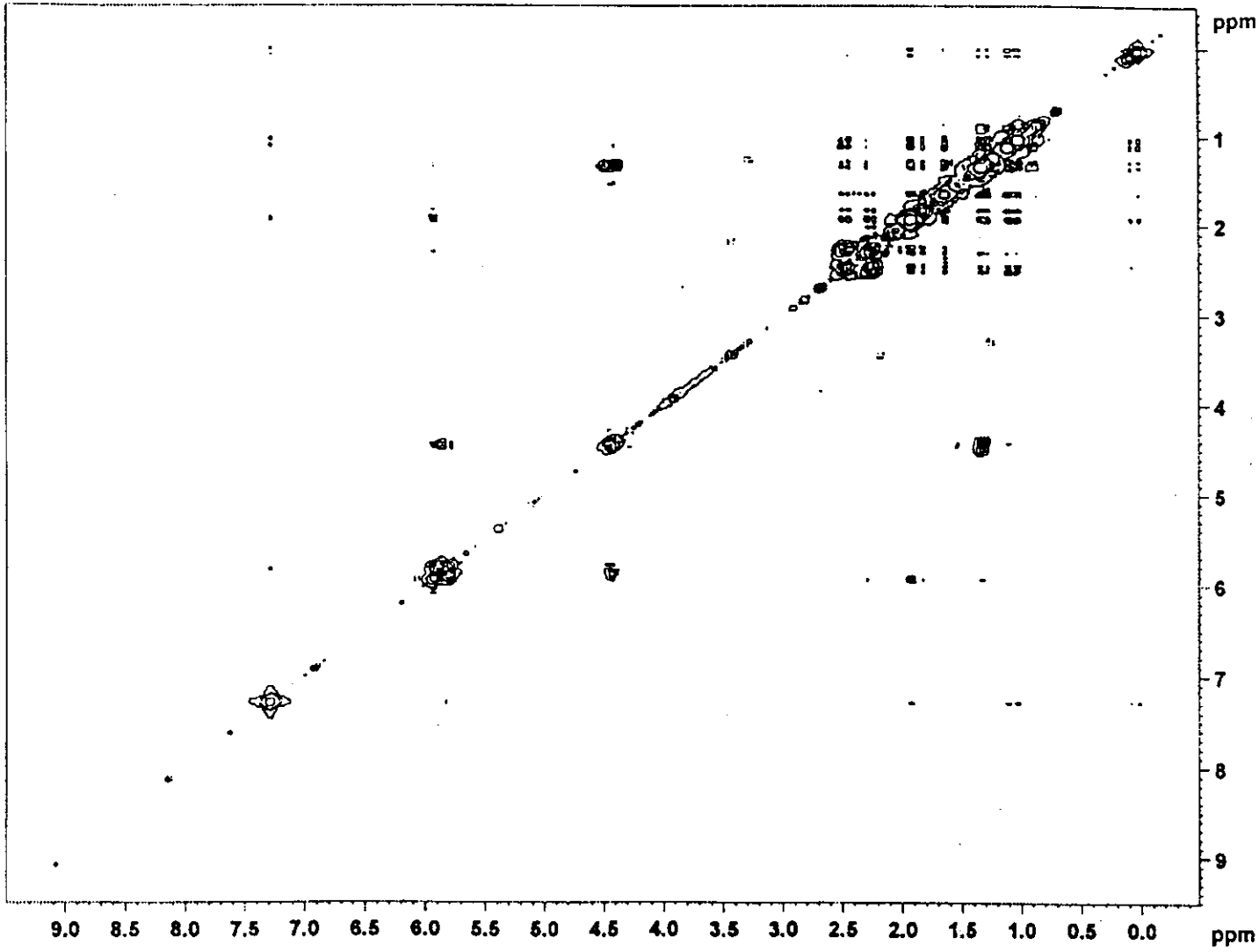
ภาพประกอบที่ 59 ^{13}C NMR ($CDCl_3$) สเปกตรัมของสาร PTM2



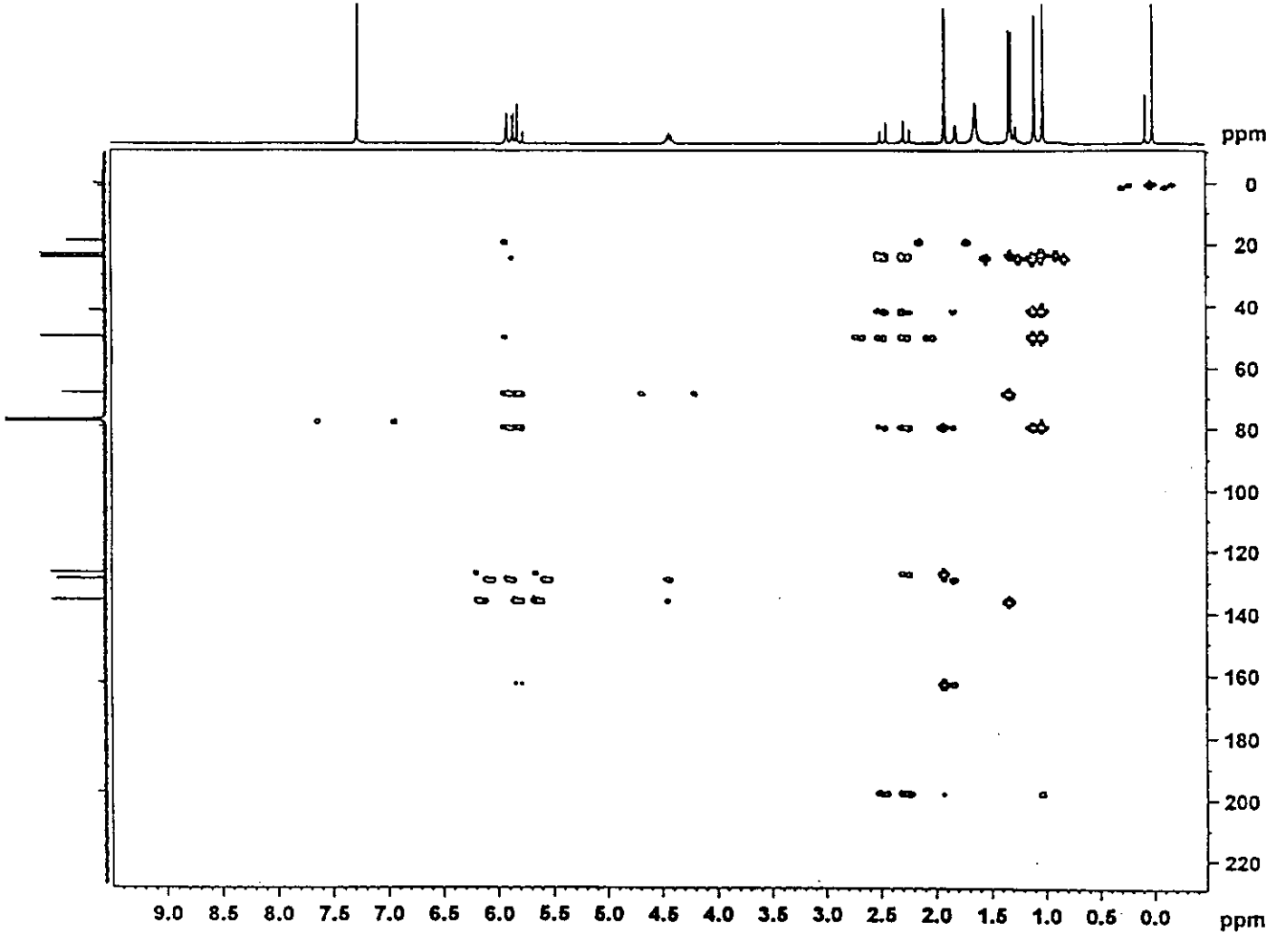
DEPT 135° ($CDCl_3$)



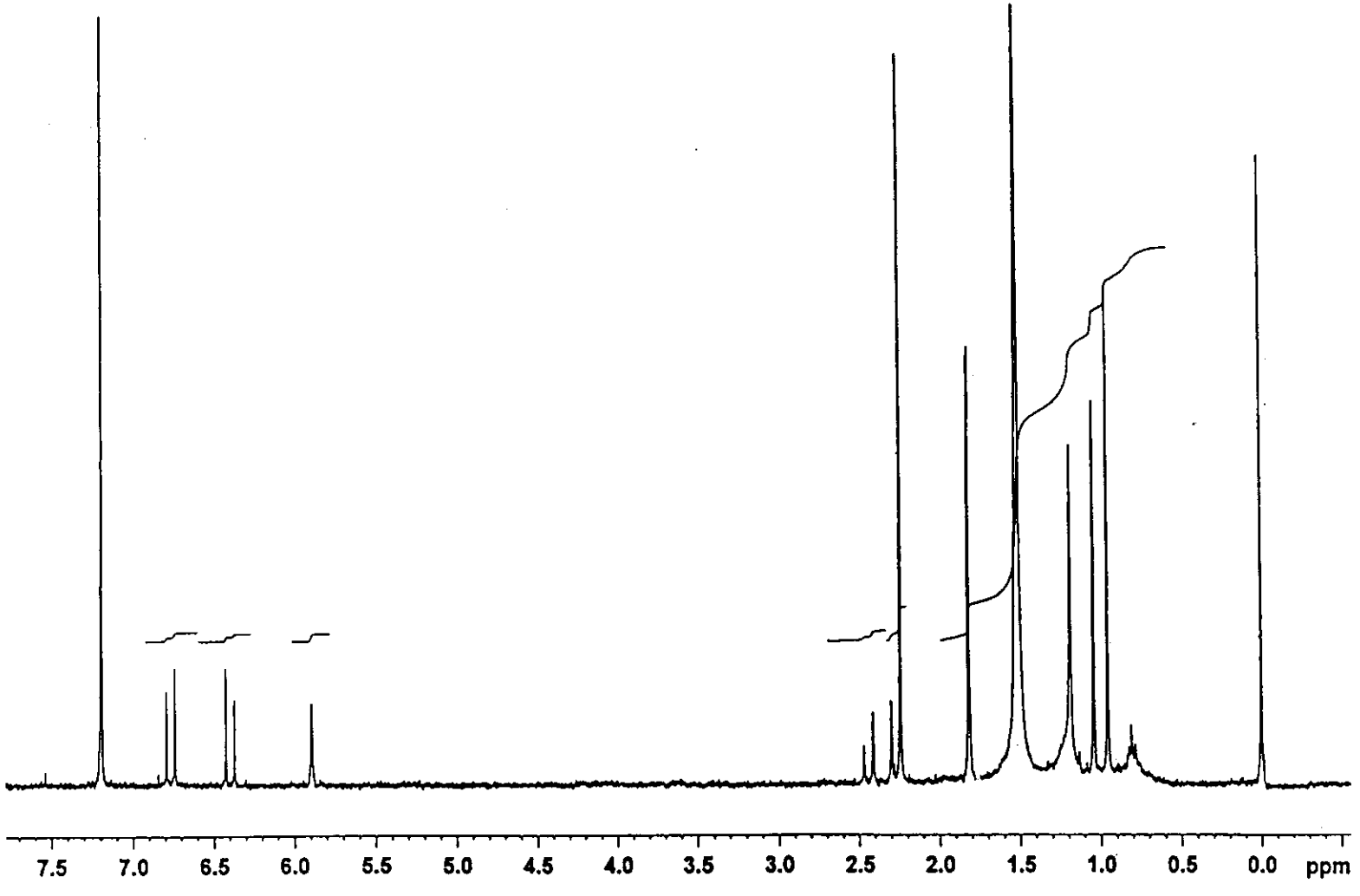
ภาพประกอบที่ 60 DEPT 135° DEPT 90° สเปกตรัมของสาร **PTM2**



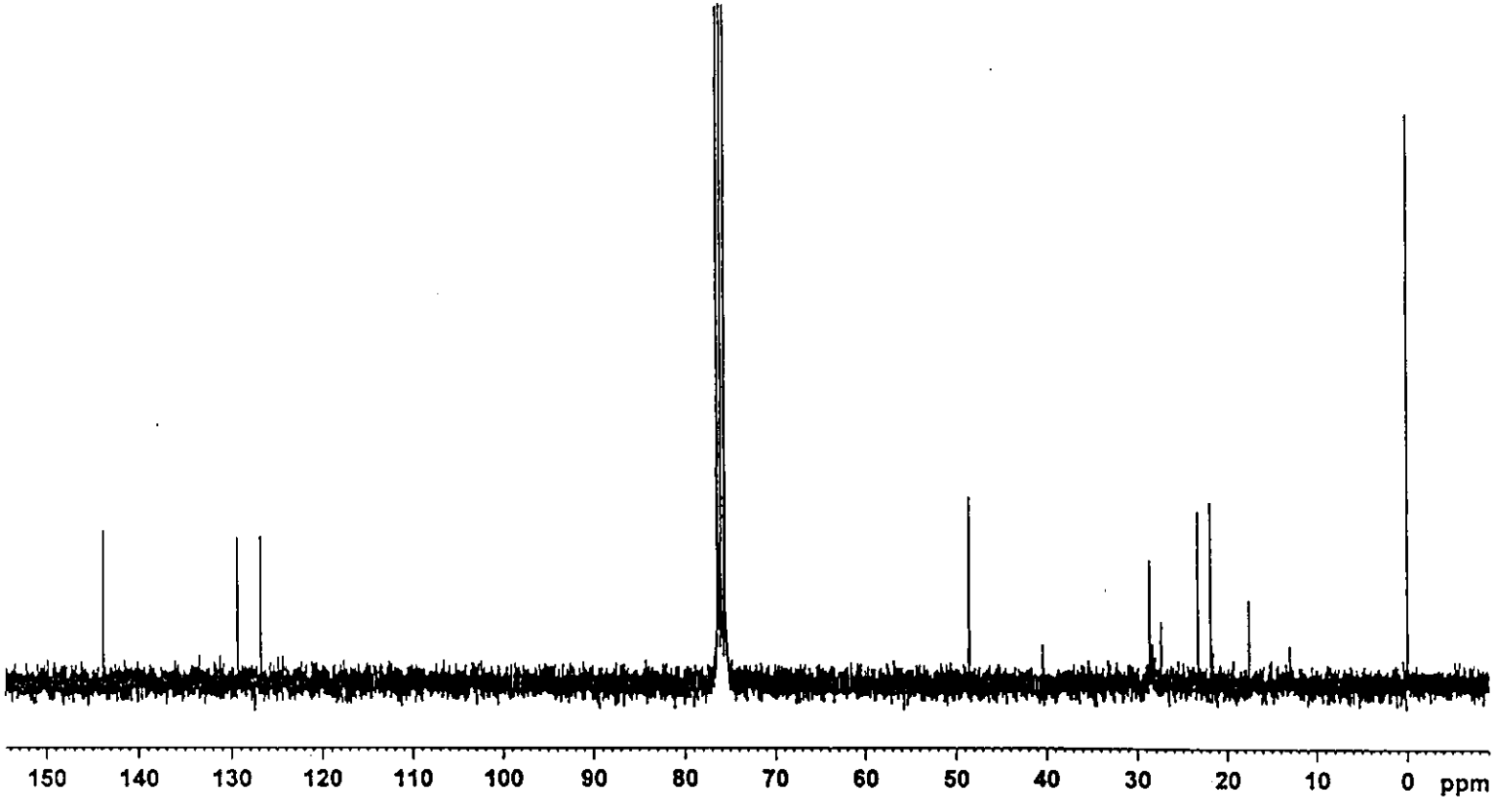
ภาพประกอบที่ 61 COSY สเปกตรัมของสาร **PTM2**



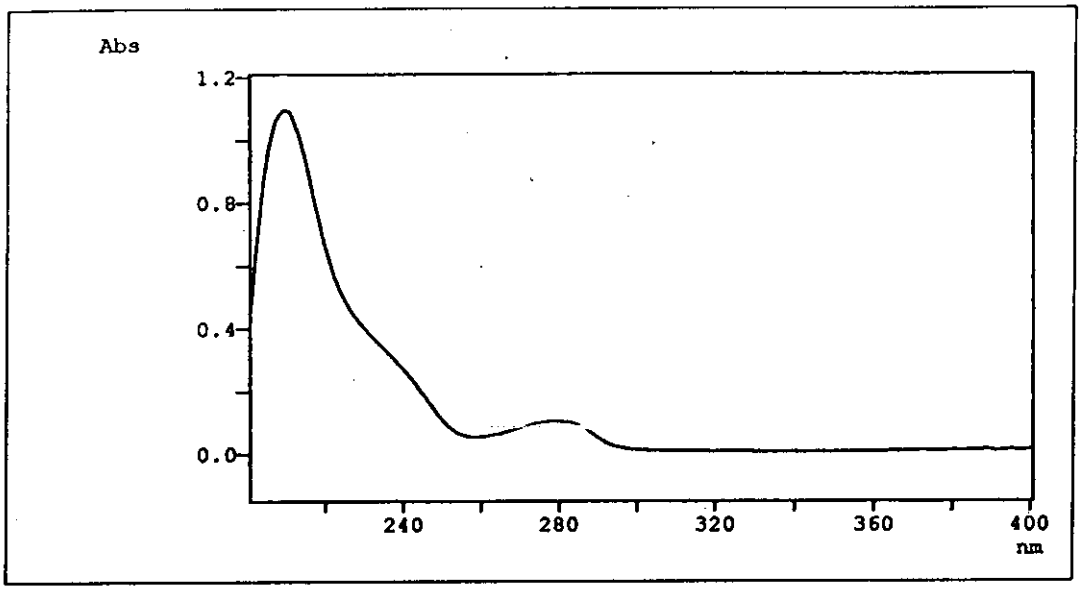
ภาพประกอบที่ 62 HMBC สเปกตรัมของสาร PTM2



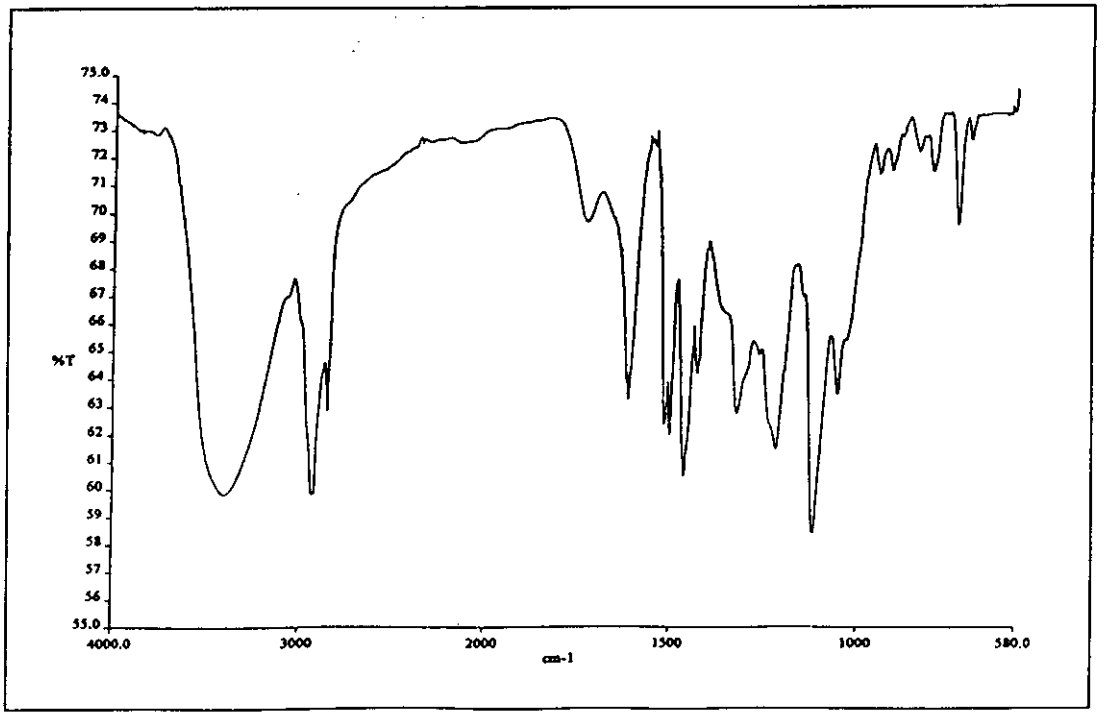
ภาพประกอบที่ 63 ^{1}H NMR ($CDCl_3$) สเปกตรัมของสาร **PTM3**



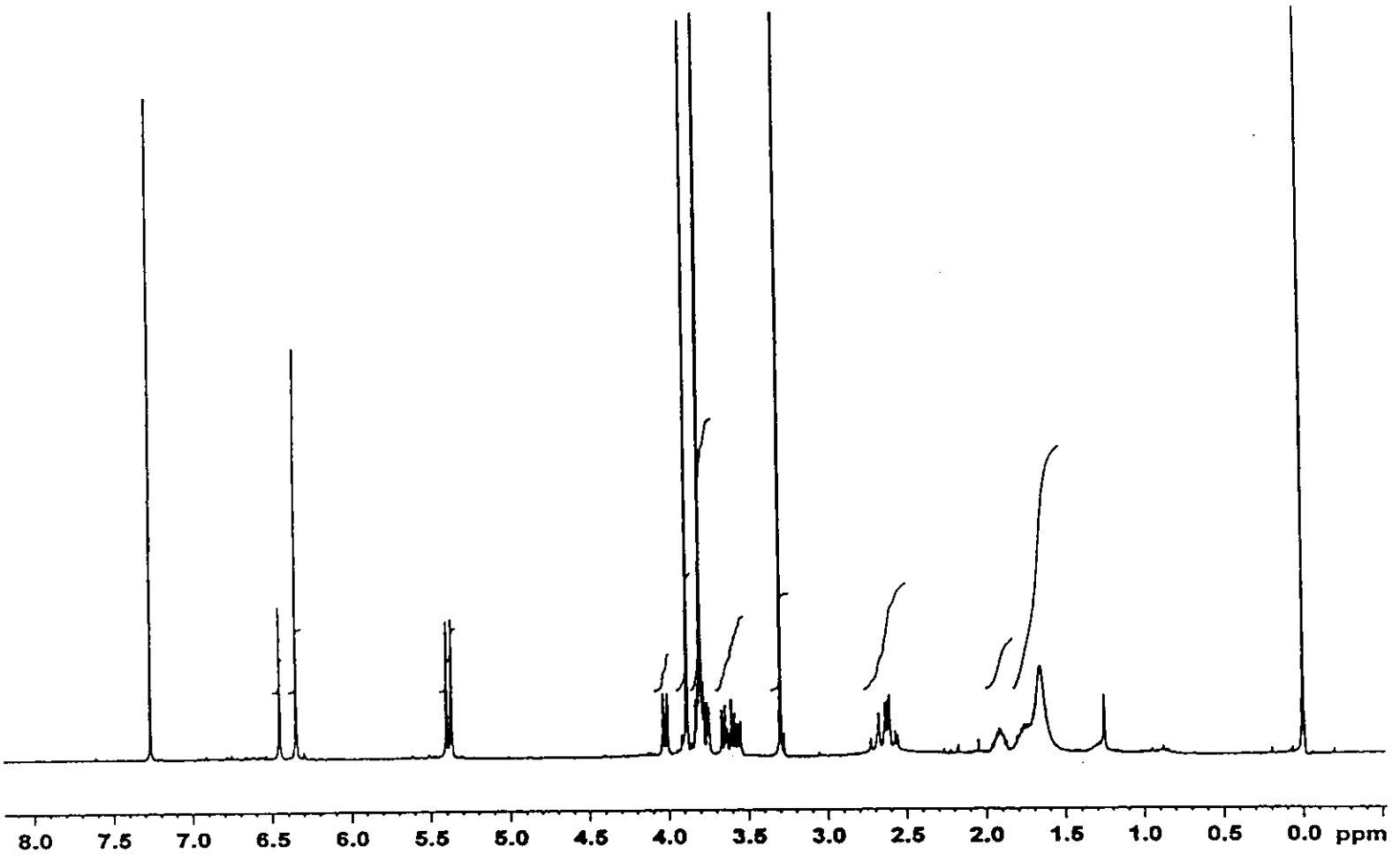
ภาพประกอบที่ 64 ^{13}C NMR ($CDCl_3$) สเปกตรัมของสาร **PTM3**



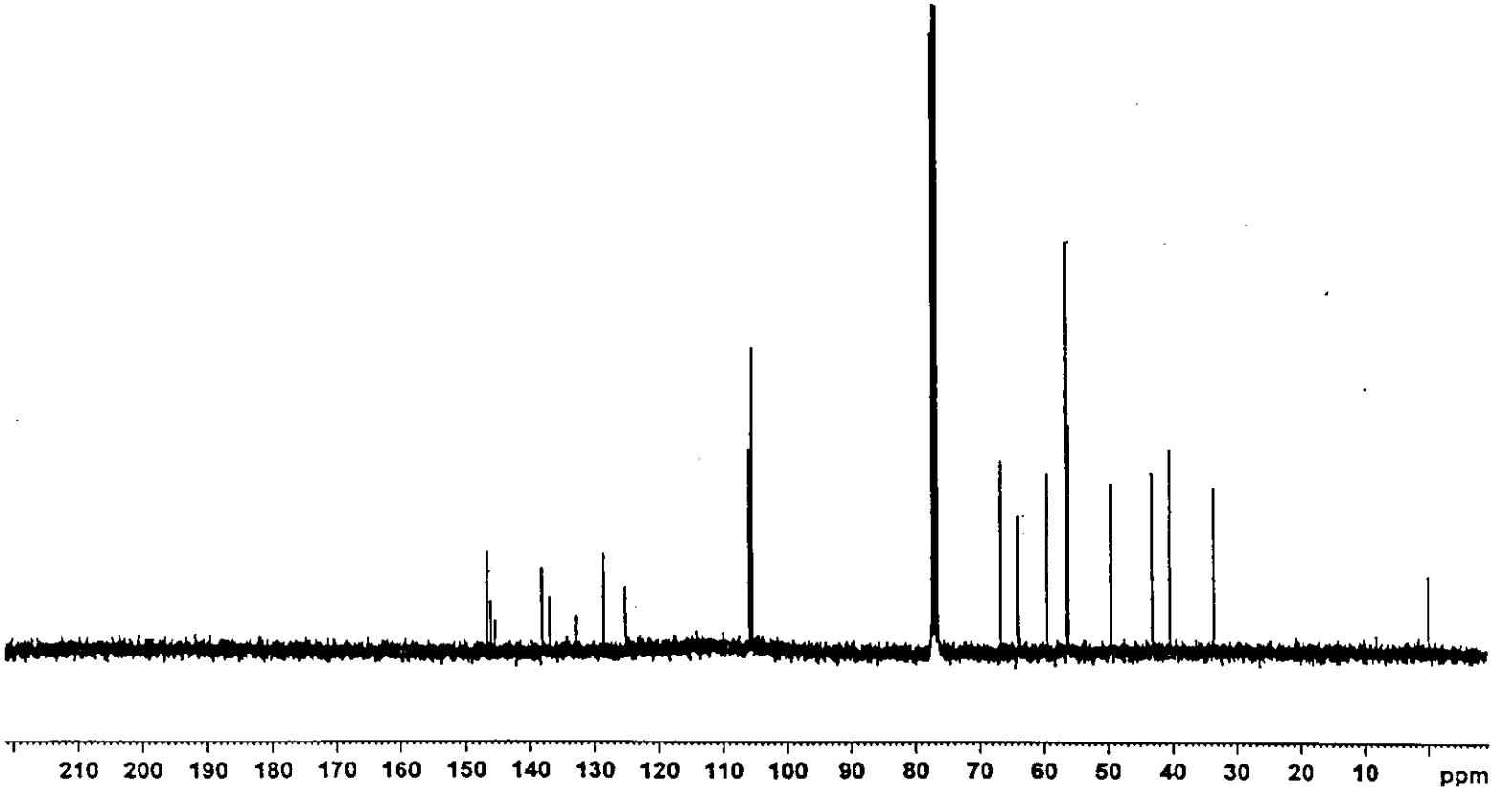
UV (MeOH)



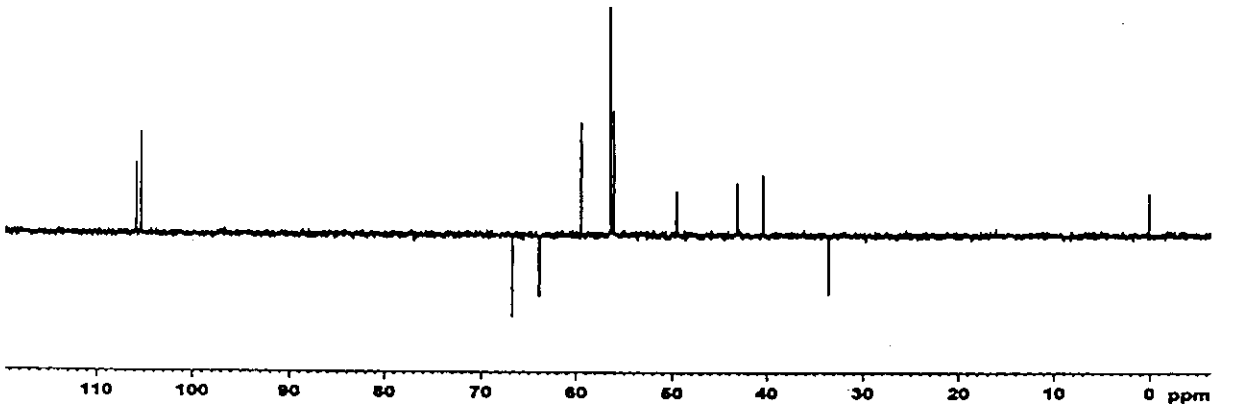
ภาพประกอบที่ 65 UV และ IR สเปกตรัมของสาร **PTM4**



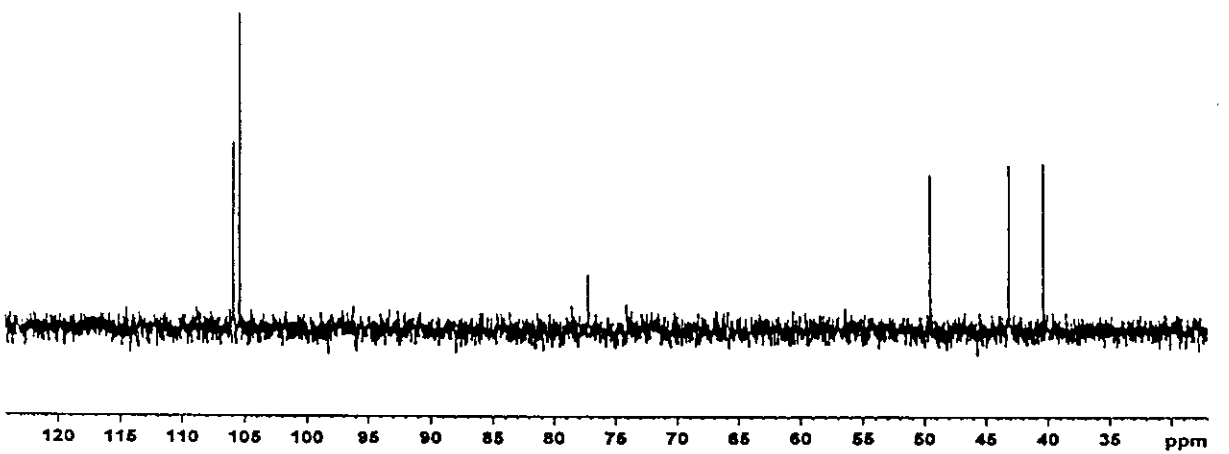
ภาพประกอบที่ 66 ^{1}H NMR ($CDCl_3$) สเปกตรัมของสาร **PTM4**



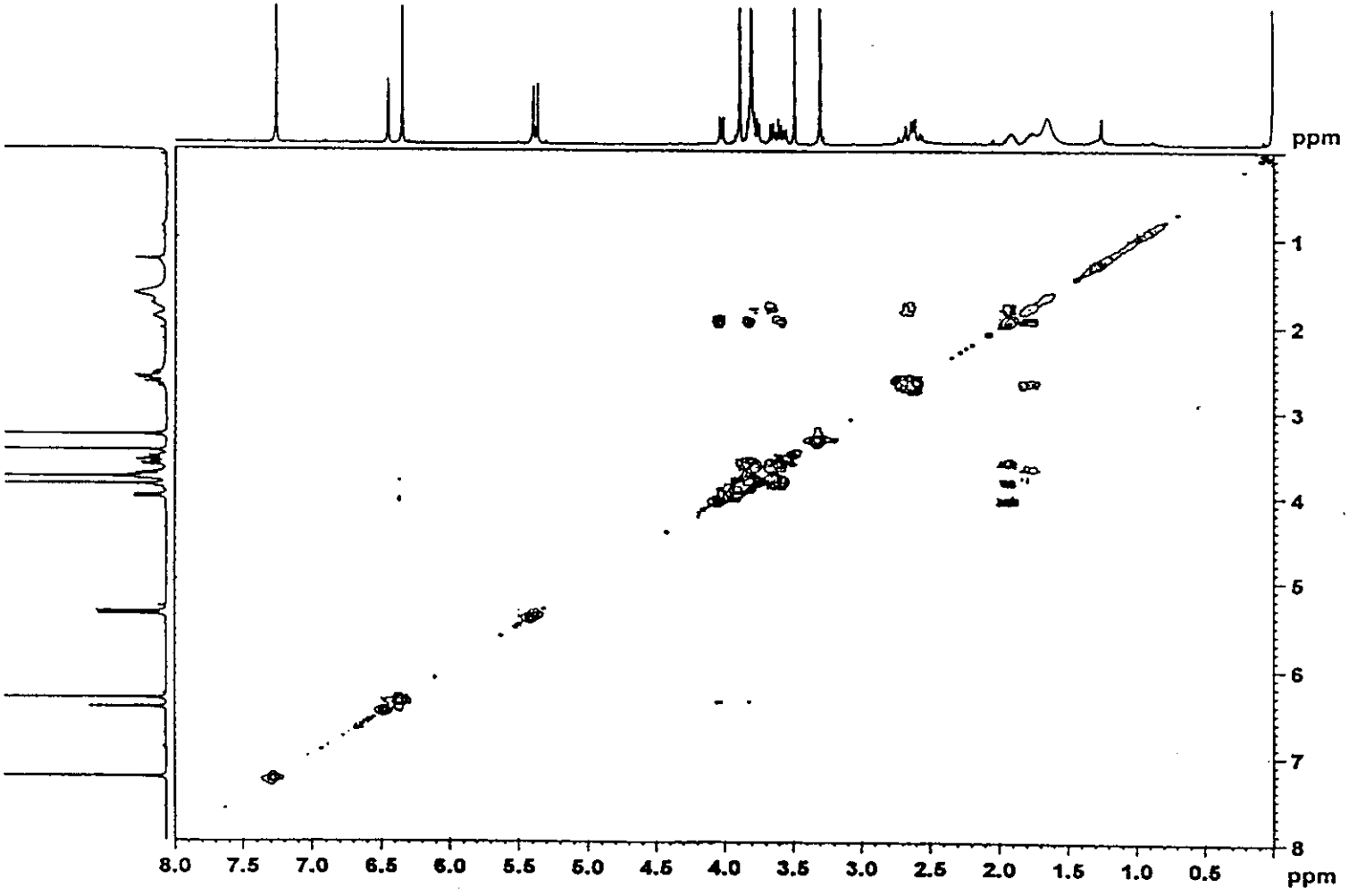
ภาพประกอบที่ 67 ^{13}C NMR ($CDCl_3$) สเปกตรัมของสาร **PTM4**



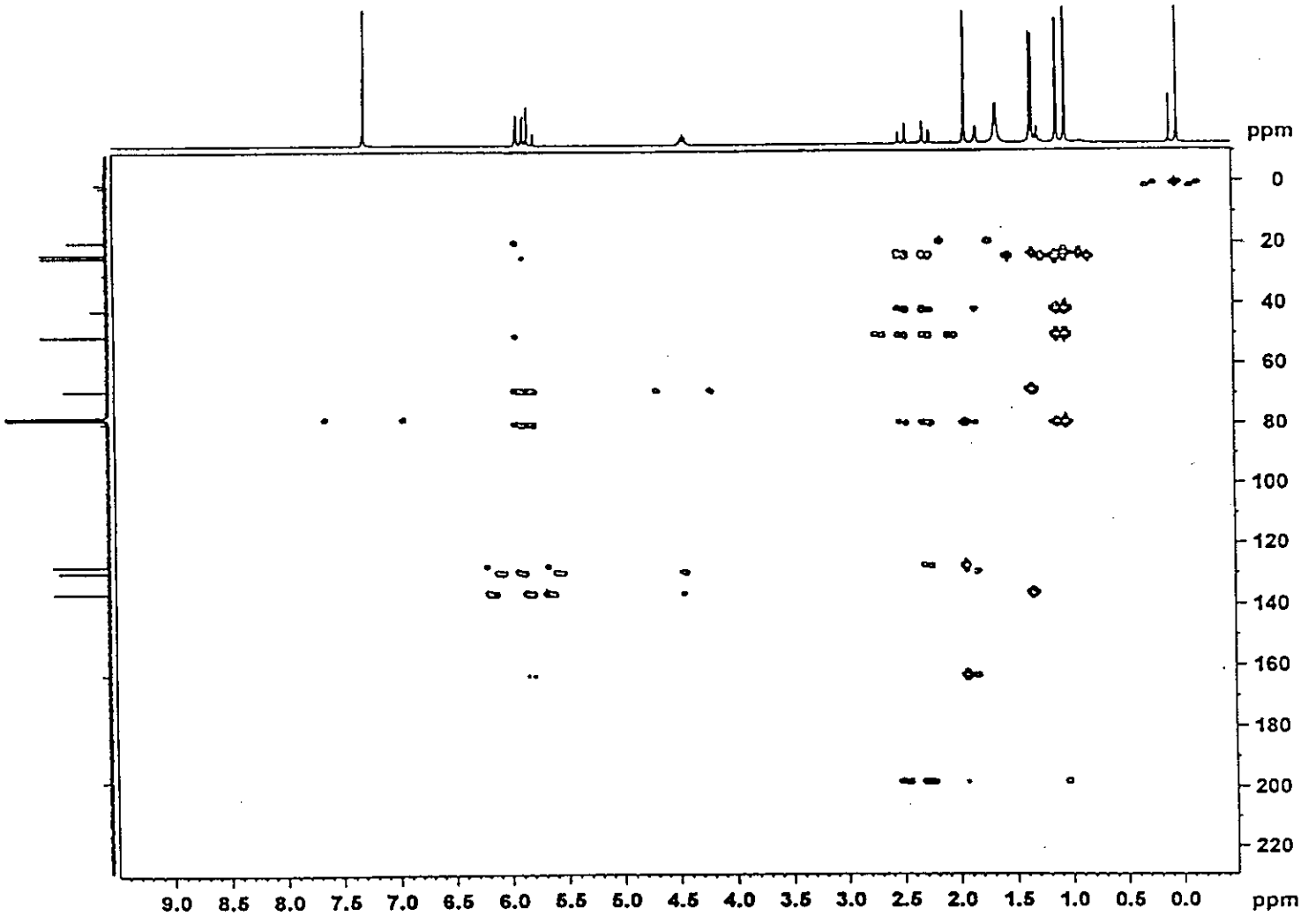
DEPT 135° ($CDCl_3$)



ภาพประกอบที่ 68 DEPT 135° DEPT 90° สเปกตรัมของสาร **PTM4**



ภาพประกอบที่ 69 COSY สเปกตรัมของสาร PTM4



ภาพประกอบที่ 70 HMBC สเปกตรัมของสาร PTM4