

*ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN*  
**TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC**

**TÔNG THỊ THÚY VÂN**

**PHÂN TÍCH CẤU TRÚC, HÀM LƯỢNG  
MỘT SỐ SAPONIN CHÍNH TỪ LOÀI THÌA CANH LÁ TO  
(*GYMNEMA LATIFOLIUM* WALL. EX WIGHT)**

**LUẬN VĂN THẠC SĨ HÓA HỌC**

**THÁI NGUYÊN - 2018**

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN  
TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC

TÔNG THỊ THÚY VÂN

PHÂN TÍCH CẤU TRÚC, HÀM LƯỢNG  
MỘT SỐ SAPONIN CHÍNH TỪ LOÀI THÌA CANH LÁ TO  
(*GYMNEMA LATIFOLIUM* WALL. EX WIGHT)

*Ngành:* Hóa phân tích

*Mã số:* 8440118

LUẬN VĂN THẠC SĨ HÓA HỌC

Người hướng dẫn khoa học: PGS. TS. PHAN VĂN KIỆM

THÁI NGUYÊN - 2018

## LỜI CẢM ƠN

Để hoàn thành được luận văn này em xin bày tỏ lòng biết ơn sâu sắc đến PGS.TS. Phan Văn Kiệm, TS Phạm Hải Yến đã giao đề tài và hết lòng hướng dẫn, chỉ bảo, truyền đạt kiến thức kinh nghiệm quý báu cho em trong suốt quá trình hoàn thành luận văn này.

Em xin chân thành cảm ơn các thầy, cô giáo trong tổ bộ môn hóa Phân tích - Đại học Khoa học - Đại học Thái Nguyên, các thầy giáo, cô giáo hướng dẫn phòng thí nghiệm thuộc Viện hóa sinh biển - Viện hàn lâm Việt Nam đã tạo mọi điều kiện giúp đỡ em trong quá trình hoàn thành luận văn.

Cuối cùng em xin gửi lời cảm ơn sâu sắc đến bố mẹ, anh chị em và bạn bè đã quan tâm, động viên em hoàn thành luận văn của mình.

*Thái Nguyên, ngày 17 tháng 05 năm 2018*

*Học viên*

***Tống Thị Thúy Vân***

## MỤC LỤC

LỜI CẢM ƠN .....	a
MỤC LỤC .....	b
DANH MỤC TỪ VIẾT TẮT .....	d
DANH MỤC CÁC BẢNG .....	e
DANH MỤC CÁC HÌNH .....	f
<b>MỞ ĐẦU</b> .....	1
<b>Chương 1. TỔNG QUAN</b> .....	2
1.1. Những nghiên cứu tổng quan về cây Thìa canh lá to .....	2
1.1.1. Thực vật học .....	2
1.1.2. Mô tả cây .....	2
1.1.3. Phân bố .....	4
1.1.4. Một số công dụng của dây thìa canh trong y học dân gian .....	4
1.1.5. Thành phần hóa học và hoạt tính sinh học .....	4
1.2. Tổng quan về phương pháp sắc kí .....	14
1.2.1. Đặc điểm chung của phương pháp sắc kí .....	14
1.2.2. Cơ sở của phương pháp sắc kí .....	14
1.2.3. Phân loại các phương pháp sắc kí .....	15
1.3. Một số phương pháp hóa lí ứng dụng trong xác định cấu trúc của các hợp chất hữu cơ .....	17
<b>Chương 2. THỰC NGHIỆM</b> .....	21
2.1. Mẫu thực vật .....	21
2.2. Phương pháp phân lập các hợp chất .....	21
2.2.1. Sắc ký lớp mỏng (TLC) .....	21
2.2.2. Sắc ký lớp mỏng điều chế .....	21
2.2.3. Sắc ký cột (CC) .....	21

2.3. Phương pháp phân tích cấu trúc hóa học của các hợp chất hữu cơ phổ cộng hưởng từ hạt nhân (NMR).....	22
2.3.1. Phổ $^1\text{H}$ - NMR.....	22
2.3.2. Phổ $^{13}\text{C}$ - NMR.....	22
2.3.3. Phổ DEPT (Distortionless Enhancement By Polarisation Transfer)....	22
2.3.4. Phổ 2D - NMR.....	22
2.4. Thực nghiệm.....	23
2.4.1. Phân lập các hợp chất.....	23
2.4.2. Thông số vật lý và dữ kiện phổ của các hợp chất phân lập được.....	26
<b>Chương 3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN.....</b>	<b>27</b>
3.1. Phân tích cấu trúc hóa học của hợp chất GL1.....	27
3.2. Phân tích cấu trúc hóa học của hợp chất GL2.....	33
3.3. Phân tích cấu trúc hóa học của hợp chất GL3.....	39
3.4. Phân tích cấu trúc hóa học của hợp chất GL4.....	45
3.5. Tổng hợp cấu trúc hóa học của một số hợp chất <i>saponin</i> phân lập được từ loài <i>G. latifolium</i> và đánh giá sơ bộ hàm lượng.....	51
<b>KẾT LUẬN.....</b>	<b>54</b>
<b>TÀI LIỆU THAM KHẢO.....</b>	<b>55</b>
<b>PHỤ LỤC</b>	

## DANH MỤC TỪ VIẾT TẮT

Viết tắt	Viết đầy đủ (Tiếng Anh)	Viết đầy đủ (Tiếng Việt)
$^{13}\text{C}$ -NMR	Carbon-13 Nuclear Magnetic Resonance	Cộng hưởng từ hạt nhân cacbon 13
$^1\text{H}$ -NMR	Proton Nuclear Magnetic Resonance	Cộng hưởng từ hạt nhân proton
CC	Column chromatography	Sắc kí cột
DEPT	Distortionless Enhancement by Polarisation Transfer	Distortionless Enhancement by Polarisation Transfer
DMSO	Dimethyl sulfoxide	Dimethyl sulfoxide
DPPH	2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl	2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl
ESI-MS	Electrospray Ionization Mass Spectrometry	Phổ khối lượng ion hóa phun mù điện
EtOAc	Ethyl acetate	Etyl axetat
MeOH	Methanol	Metanol
HMBC	Heteronuclear mutiple Bond Connectivity	Tương tác dị hạt nhân qua nhiều liên kết
HPLC	High-performance liquid chromatography	Sắc ký lỏng hiệu năng cao
HR-ESI-MS	High Resolution Electrospray Ionization Mass Spectrometry	Phổ khối lượng phân giải cao ion hóa phun mù điện
HSQC	Heteronuclear Single-Quantum Coherence	Tương tác dị hạt nhân qua 1 liên kết
RP-18	Reverse phase C-18	Chất hấp phụ pha đảo C-18
TLC	Thin layer chromatography	Sắc ký lớp mỏng
TMS	Tetramethylsilane	Tetramethylsilane
COSY	Correlation Spectroscopy	Phổ tương quan giữa $^1\text{H}$ - $^1\text{H}$

## DANH MỤC CÁC BẢNG

Bảng 3.1.	Số liệu phổ của hợp chất GL1 và hợp chất tham khảo .....	29
Bảng 3.2.	Số liệu phổ của hợp chất GL2 và hợp chất tham khảo .....	34
Bảng 3.3.	Số liệu phổ của hợp chất GL3 và hợp chất tham khảo .....	40
Bảng 3.4.	Số liệu phổ của hợp chất GL4 và hợp chất tham khảo .....	46
Bảng 3.5.	Đánh giá sơ bộ về hàm lượng của các hợp chất saponin trong mẫu dây thìa canh lá to.....	53

## DANH MỤC CÁC HÌNH

Hình 2.1.	Sơ đồ phân lập các hợp chất từ cặn MeOH của loài <i>G. latifolium</i> .....	25
Hình 3.1.	Cấu trúc hóa học của hợp chất GL1 .....	27
Hình 3.2.	Các tương tác HMBC chính của hợp chất GL1 .....	28
Hình 3.3.	Phổ $^1\text{H-NMR}$ của hợp chất GL1 .....	31
Hình 3.4.	Phổ $^{13}\text{C-NMR}$ của hợp chất GL1 .....	31
Hình 3.5.	Phổ HSQC của hợp chất GL1 .....	32
Hình 3.6.	Phổ HMBC của hợp chất GL1 .....	32
Hình 3.7.	Cấu trúc hóa học của hợp chất GL2 .....	33
Hình 3.8.	Tương tác HMBC chính của hợp chất GL2 .....	34
Hình 3.9.	Phổ $^1\text{H-NMR}$ của hợp chất GL2 .....	37
Hình 3.10.	Phổ $^{13}\text{C-NMR}$ của hợp chất GL2 .....	37
Hình 3.11.	Phổ HSQC của hợp chất GL2 .....	38
Hình 3.12.	Phổ HMBC của hợp chất GL2 .....	38
Hình 3.13.	Cấu trúc hóa học của hợp chất GL3 .....	39
Hình 3.14.	Tương tác HMBC chính của hợp chất GL3 .....	40
Hình 3.15.	Phổ $^1\text{H-NMR}$ của hợp chất GL3 .....	43
Hình 3.16.	Phổ $^{13}\text{C-NMR}$ của hợp chất GL3 .....	43
Hình 3.17.	Phổ HSQC của hợp chất GL3 .....	44
Hình 3.18.	Phổ HMBC của hợp chất GL3 .....	44
Hình 3.19.	Cấu trúc hóa học của hợp chất GL4 .....	45
Hình 3.20.	Tương tác HMBC chính của hợp chất GL4 .....	46
Hình 3.21.	Phổ $^1\text{H-NMR}$ của hợp chất GL4 .....	49
Hình 3.22.	Phổ $^{13}\text{C-NMR}$ của hợp chất GL4 .....	49
Hình 3.23.	Phổ HSQC của hợp chất GL4 .....	50
Hình 3.24.	Phổ HMBC của hợp chất GL4 .....	50
Hình 3.25.	Cấu trúc hóa học của một số hợp chất saponin (GL1-GL4) từ loài <i>G. latifolium</i> .....	52



## MỞ ĐẦU

Đái tháo đường hay còn gọi là bệnh tiểu đường là một trong số các căn bệnh phổ biến và khó điều trị hiện nay. Theo thống kê, hiện nay trên thế giới đang có hàng trăm triệu người mắc phải căn bệnh này và đang ngày càng gia tăng. Ở nước ta, bệnh đái tháo đường cũng là một bệnh phổ biến với tỉ lệ người nhiễm bệnh ngày càng cao. Bệnh đái tháo đường gây ra những tác động xấu ảnh hưởng không nhỏ tới sinh hoạt, cuộc sống, sức khỏe và có thể đe dọa tới tính mạng của người bệnh mà chưa có biện pháp chữa trị triệt để. Không những thế, bệnh đái tháo đường được xác định là một trong những nguyên nhân chính gây ra các bệnh hiểm nghèo khác như bệnh tim mạch, suy thận, tai biến mạch máu não, liệt dương,...

Dây thìa canh là một thảo dược quý trong việc điều trị bệnh đái tháo đường, đây là loại cây có tác dụng hỗ trợ hạ đường huyết tốt ở người bệnh đái tháo đường tuýp 1 và 2. Ngoài ra, cây còn mang đến nhiều tác dụng chữa bệnh khác cho con người.

Gần đây, các nhà khoa học đã chứng minh nhiều ứng dụng của dây thìa canh và là một phương thuốc tự nhiên quan trọng trong các hệ thống thảo dược. Việc nghiên cứu khảo sát về thành phần hóa học và tác dụng dược lý của dây thìa canh ở Việt Nam đặt cơ sở khoa học cho việc sử dụng chúng một cách hợp lý và có hiệu quả. Đó là điều thiết yếu để phát hiện các thành phần hoặc các hoạt chất có hoạt tính sinh học. Vì vậy, tôi tiến hành nghiên cứu đề tài: ***“Phân tích cấu trúc, hàm lượng một số saponin chính từ loài thìa canh lá to (*Gymnema latifolium* Wall. ex Wight)”***.

### **Nhiệm vụ của luận văn:**

- Nghiên cứu chiết tách một số saponin chính từ loài thìa canh lá to (*Gymnema latifolium* Wall. ex Wight)
- Phân tích cấu trúc và xác định hàm lượng một số saponin chính từ loài thìa canh lá to phân lập được.

# Chương 1

## TỔNG QUAN

### 1.1. Những nghiên cứu tổng quan về cây Thìa canh lá to

#### 1.1.1. Thực vật học

Cây Thìa canh lá to còn gọi là **dây mỡ** hay **lõa ti nhuộm**. Theo hệ thống phân loại của Takhtajan công bố năm 2009, (*Gymnema latifolium* Wall. ex Wight) có được phân loại như sau:

- + Ngành Ngọc lan (Magnoliophyta)
- + Lớp Ngọc lan (Magnoliopsida)
- + Phân Lớp Bạc hà (Lamiidae)
- + Bộ Long đởm (Gentianales)
- + Họ Trúc đào (Apocynaceae)
- + Phân họ Thiên lý (Asclepiadoideae)
- + Chi *Gymnema* R.Br.
- + Loài *Gymnema latifolium* Wall. ex Wight

#### 1.1.2. Mô tả cây

Cây Thìa canh lá to còn gọi là **dây mỡ** hay **lõa ti nhuộm**. Dây leo nhỏ, dài lên tới 7-10 m, phình lên ở các mấu, lúc non có lông. Toàn thân có nhựa mủ màu vàng tươi. Thân non đường kính 1-3 mm, phủ lông màu hung đỏ, dày đặc ở ngọn; thân bánh tẻ có lỗ bì và lông thưa; thân già có bản hóa xốp có khía dọc; lông thân từ 4-18 cm.

Lá đơn, nguyên, mọc đối; cuống lá 3-5 cm, phủ lông dày; phiến lá hình bầu dục, dài 10-14 cm, rộng 5-8 cm; gốc lá tròn, có khi hơi lõm hoặc hơi lệch; mép lá nguyên; ngọn lá nhọn; mặt trên xanh thẫm, phủ lông ráp; mặt dưới màu xanh hơi vàng, phủ lông ráp. Lá non có lông dày, mềm; lá bánh tẻ ráp do lông cứng, nhiều hơn ở mặt dưới lá, dày hơn ở phần gân lá; lá già có màu vàng đặc trưng.