

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC

BÙI KIM DU

PHÂN TÍCH CẤU TRÚC MỘT SỐ HỢP CHẤT
TRONG CÂY XÉN MỦ (*Garcinia mackeaniana*) BẰNG
CÁC PHƯƠNG PHÁP HÓA LÝ HIỆN ĐẠI

LUẬN VĂN THẠC SĨ HÓA HỌC

THÁI NGUYÊN - 2018

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC

BÙI KIM DU

**PHÂN TÍCH CẤU TRÚC MỘT SỐ HỢP CHẤT
TRONG CÂY XÉN MỦ (*Garcinia mackeaniana*) BẰNG
CÁC PHƯƠNG PHÁP HÓA LÝ HIỆN ĐẠI**

Chuyên ngành: HÓA PHÂN TÍCH
Mã số: 8.44.01.18

LUẬN VĂN THẠC SĨ HÓA HỌC

Người hướng dẫn khoa học: TS. NGUYỄN THỊ THU HÀ

THÁI NGUYÊN - 2018

LỜI CẢM ƠN

Lời đầu tiên với lòng kính trọng và biết ơn sâu sắc nhất, tôi xin gửi lời cảm ơn tới TS. Nguyễn Thị Thu Hà - người đã truyền cho tôi tri thức cũng như tâm huyết nghiên cứu khoa học, người đã tận tình hướng dẫn, giúp đỡ và tạo điều kiện tốt nhất để tôi hoàn thành bản luận văn này.

Tôi xin chân thành cảm ơn các cán bộ phòng Hóa sinh ứng dụng - Viện Hóa học đã giúp đỡ tôi rất nhiều trong quá trình thực nghiệm và hoàn thành luận văn.

Tôi cũng xin chân thành các thầy cô trong Ban giám hiệu; bạn bè đồng nghiệp tại Khoa Hóa học - Trường Đại học Khoa học - Đại học Thái Nguyên đã tạo điều kiện thuận lợi cho tôi trong suốt thời gian tôi tham gia nghiên cứu sinh.

Cuối cùng tôi xin bày tỏ lời cảm ơn sâu sắc tới gia đình, người thân và bạn bè, đồng nghiệp đã luôn tin tưởng động viên, chia sẻ và tiếp sức cho tôi có thêm nghị lực để tôi vững bước và vượt qua khó khăn, hoàn thành bản luận văn này.

Thái Nguyên, ngày.....tháng..... năm2018

Học viên

Bùi Kim Du

MỤC LỤC

	Trang
LỜI CẢM ƠN	i
MỤC LỤC.....	ii
DANH MỤC CÁC CHỮ VIẾT TẮT, KÝ HIỆU.....	iv
DANH MỤC CÁC BẢNG.....	vi
DANH MỤC CÁC HÌNH, ĐỒ THỊ	vii
DANH MỤC CÁC SƠ ĐỒ.....	ix
MỞ ĐẦU.....	1
Chương 1. TỔNG QUAN TÀI LIỆU	3
1.1. Một số phương pháp hóa lí dùng để phân tích cấu trúc hóa học các hợp chất tự nhiên.....	3
1.1.1. Phổ cộng hưởng từ hạt nhânNMR (<i>Nuclear Magnetic Resonance spectroscopy</i>)	3
1.1.2. Phổ khối lượngMS (<i>Mass spectrometry</i>).....	5
1.1.3. Phổ hồng ngoại IR (<i>Infrared Spectroscopy</i>).....	6
1.2. Sơ lược về họ bứa (<i>clusiaceae</i>), chi bứa (<i>garcinia</i>) và loài xén mủ (<i>Garcinia mackeaniana</i>)	6
1.3. Tình hình nghiên cứu trong và ngoài nước về thành phần hóa học và hoạt tính sinh học của chi bứa.....	7
1.3.1. Tình hình nghiên cứu ngoài nước	7
1.3.2. Tình hình nghiên cứu trong nước.....	14
Chương 2. VẬT LIỆU VÀ PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU.....	16
2.1. Vật liệu nghiên cứu	16
2.1.1. Đối tượng nghiên cứu.....	16
2.1.2. Hóa chất.....	17
2.1.3. Thiết bị nghiên cứu	17

2.2. Phương pháp nghiên cứu.....	17
2.2.1. Quy trình xử lý và ngâm chiết mẫu thực vật.....	17
2.2.2. Quy trình phân lập các hợp chất tự nhiên	18
2.2.3. Các phương pháp phân tích cấu trúc hoá học các hợp chất phân lập được	20
2.3. Kết quả phân tích các dữ kiện phổ của các chất phân lập được	21
2.3.1. Hợp chất GM1	21
2.3.2. Hợp chất GM3.....	21
2.3.3. Hợp chất GM5.....	22
2.3.4. Hợp chất GM10.....	22
Chương 3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN	23
3.1. Hợp chất <i>GM1: Bannaxanthone D</i>	23
3.2. Hợp chất <i>GM3: Calophinone</i>	29
3.3. Hợp chất <i>GM5: Garcinone E</i>	35
3.4. Hợp chất <i>GM10: Allanxanthone C</i>	41
KẾT LUẬN	48
TÀI LIỆU THAM KHẢO	49
PHỤ LỤC	

DANH MỤC CÁC CHỮ VIẾT TẮT, KÝ HIỆU

Kí hiệu Từ viết tắt	Tên tiếng anh	Tên tiếng việt
NMR	Nuclear Magnetic Resonance	Phổ cộng hưởng từ hạt nhân
¹ H-NMR	Nuclear Magnetic Resonance- ¹ H	Phổ cộng hưởng từ proton
¹³ C-NMR	Nuclear Magnetic Resonance- ¹³ C	Phổ cộng hưởng từ hạt nhân ¹³ C
DEPT	Distortionless Enhancement by Polarization Transfer	Phổ DEPT
COSY	Homonuclear Correlated Spectroscopy	Phổ COSY
HMBC	Heteronuclear Multiple Bond Correlation	Phổ tương tác di hạt nhân qua nhiều liên kết
HSQC	Heteronuclear Single Quantum Coherence	Phổ tương tác trực tiếp H-C
ESI-MS	Electron Ionization-Mass Spectroscopy	Phổ khối phun sương mù điện tử
NOESY	Nuclear Overhauser Effect Spectroscopy	Phổ hiệu ứng hạt nhân Overhauser
MS	Mass Spectroscopy	Phổ khối lượng
ESI-MS	Electrospray Ionisation Mass Spectrometry	Phổ khối ion hoá bụi điện tử
HR-MS	High Resolution Mass Spectrometry	Phổ khối phân giải cao
IR	Infrared spectroscopy	Phổ hồng ngoại

FT-IR	Fourier-transform infrared spectroscopy	Quang phổ chuyển đổi hồng ngoại
X-ray	X-radiation	bức xạ Röntgen
BHT	butylated hydroxytoluene	butylat hydroxytoluen
DPPH	di(phenyl)-(2,4,6-trinitrophenyl)iminoazanium	1,1-điphenyl-2-picrylhydrazyl
TMS	Tetramethylsilane	Tetramethylsilan
AChE	Acetylcholinesterase	Acetylcholinesterat
EtOAc	Ethyl acetate	Etyl axetat
EtOH	Ethanol	Etanol
MeOH	Methanol	Metanol
CD ₃ OD	Deuterated methanol	Đơteri metanol
CDCl ₃	Deuterated chloroform	Đơteri clorofom
DMSO	Dimethyl sulfoxide	Đimetyl sulfoxit
CTPT		Công thức phân tử
đnc		Điểm nóng chảy
μM	Micromoles per liter	phần tỷ mol/l
μg	Microgramme	phần triệu gam
ppm	Part per million	Phần triệu
δ _H , δ _C		Độ chuyển dịch hóa học của proton và cacbon
	s: singlet d: doublet t: triplet q: quartet	dd: doublet of doublets dt: doublet of triplets dq: doublet of quartets

DANH MỤC CÁC BẢNG

Bảng 3.1.	Kết quả phân tích phổ $^1\text{H-NMR}$ và $^{13}\text{C-NMR}$ của hợp chất GM1	27
Bảng 3.2.	Kết quả phân tích phổ $^1\text{H-NMR}$ và $^{13}\text{C-NMR}$ của hợp chất GM3	31
Bảng 3.3.	Kết quả phân tích phổ $^1\text{H-NMR}$ và $^{13}\text{C-NMR}$ của hợp chất GM5	38
Bảng 3.4.	Kết quả phân tích phổ $^1\text{H-NMR}$ và $^{13}\text{C-NMR}$ của hợp chất GM10	43

DANH MỤC CÁC HÌNH, ĐỒ THỊ

Hình 1.1.	Một số hợp chất phân lập từ chi <i>Garcinia</i> có hoạt tính gây độc tế bào	9
Hình 1.2.	Một số hợp chất có hoạt tính kháng vi sinh vật phân lập từ chi <i>Garcinia</i>	11
Hình 1.3.	Một số hợp chất có hoạt tính chống oxy hóa phân lập từ chi <i>Garcinia</i>	12
Hình 1.4.	Một số hợp chất phân lập từ chi <i>Garcinia</i> có các hoạt tính khác.....	13
Hình 1.5.	Một số hợp chất phân lập được các loài chi <i>Bura</i> thu hái tại Việt Nam có hoạt tính gây độc tế bào.....	15
Hình 2.1.	Cây Xén Mủ (<i>Garcinia mackeaniana</i>).....	16
Hình 2.2.	Quả của Cây Xén Mủ (<i>Garcinia mackeaniana</i>)	16
Hình 3.1.	Phổ khối của hợp chất GM1	24
Hình 3.2.	Phổ IR của hợp chất GM1	24
Hình 3.3.	Phổ ¹ H-NMR của hợp chất GM1	25
Hình 3.4.	Phổ ¹³ C-NMR của hợp chất GM1	26
Hình 3.5.	Phổ HSQC của hợp chất GM1	26
Hình 3.6.	Phổ HMBC của hợp chất GM1	28
Hình 3.7.	Một số tương tác chính trên phổ HMBC của chất GM1 ..	29
Hình 3.8.	Phổ khối của hợp chất GM3	30
Hình 3.9.	Phổ IR của hợp chất GM3.....	30
Hình 3.10.	Phổ ¹³ C-NMR của hợp chất GM3	32
Hình 3.11.	Phổ ¹ H-NMR của hợp chất GM3	33
Hình 3.12.	Phổ HSQC của hợp chất GM3	33
Hình 3.13.	Phổ HMBC của hợp chất GM3.....	34

Hình 3.14.	Một số tương tác chính trên phổ HMBC của chất GM3	35
Hình 3.15.	Phổ khối của hợp chất GM5	36
Hình 3.16.	Phổ IR của hợp chất GM5.....	36
Hình 3.17.	Phổ ¹³ C-NMR của hợp chất GM5.....	37
Hình 3.18.	Phổ ¹ H-NMR của hợp chất GM5	39
Hình 3.19.	Phổ HSQC của hợp chất GM5	39
Hình 3.20.	Phổ HMBC của hợp chất GM5	40
Hình 3.21.	Một số tương tác chính trên phổ HMBC của chất GM5..	41
Hình 3.22.	Phổ khối của hợp chất GM10.....	42
Hình 3.23.	Phổ IR của hợp chất GM10.....	42
Hình 3.24.	Phổ ¹³ C-NMR của hợp chất GM10.....	44
Hình 3.25.	Phổ ¹ H-NMR của hợp chất GM10	45
Hình 3.26.	Phổ HSQC của hợp chất GM10	45
Hình 3.27.	Phổ COSY giãn rộng của hợp chất GM10.....	46
Hình 3.28.	Phổ HMBC của hợp chất GM10	46
Hình 3.29.	Một số tương tác chính trên phổ COSY và HMBC của chất GM10.....	47
Hình 3.30.	Các hợp chất xanthon phân lập được từ dịch chiết EtOAc của lá cây Xén mủ (<i>Garcinia mackeaniana</i>).....	47