

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC

VŨ THỊ NGUYỆT

PHÂN TÍCH CẤU TRÚC, HÀM LƯỢNG MỘT SỐ HỢP
CHẤT TRITERPENE GLYCOSIDE TỪ CÂY ĐU ĐỦ RỪNG
(*Trevesia palmata* (ROXB. EX LINDL.) VISAN.)

LUẬN VĂN THẠC SĨ HÓA HỌC

THÁI NGUYÊN - 2018

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC

VŨ THỊ NGUYỆT

**PHÂN TÍCH CẤU TRÚC, HÀM LƯỢNG MỘT SỐ HỢP
CHẤT TRITERPENE GLYCOSIDE TỪ CÂY ĐU ĐỦ RỪNG
(*Trevesia palmata* (ROXB. EX LINDL.) VISAN.)**

Ngành: Hóa phân tích

Mã số: 8.44.01.18

LUẬN VĂN THẠC SĨ HÓA HỌC

Người hướng dẫn khoa học: TS. PHẠM HẢI YẾN

THÁI NGUYÊN - 2018

LỜI CẢM ƠN

Trong suốt thời gian theo học ở trường Đại học Khoa Học Thái Nguyên đặc biệt là trong khoảng thời gian thực hiện luận văn thạc sĩ tại Viện Hóa Sinh Biển Hà Nội, tôi đã nhận được sự giúp đỡ hết lòng về mặt vật chất, tinh thần, kiến thức và những kinh nghiệm quý báu từ gia đình, thầy cô và bạn bè. Qua đây tôi xin gửi lời cảm ơn chân thành đến:

Ba, Mẹ và các Anh Chị trong gia đình đã luôn giúp đỡ chúng tôi về mặt vật chất lẫn tinh thần để chúng tôi có thể hoàn thành nhiệm vụ một cách tốt nhất;

Quý Thầy, Cô trường Đại học Khoa Học Thái Nguyên đặc biệt là trong khoảng thời gian thực hiện luận văn tốt nghiệp tại Viện Hóa Sinh Biển Hà Nội, những người đã hết lòng truyền đạt kiến thức và những kinh nghiệm quý báu trong suốt thời gian chúng tôi theo học ở trường để chúng tôi có thể tự lập được trong công việc sau này.

Tiến Sĩ Phạm Hải Yến - thuộc Viện Hóa Sinh Biển Hà Nội, người đã tận tình hướng dẫn, động viên và giúp đỡ tôi trong suốt thời gian thực hiện luận văn tốt nghiệp.

Các anh chị học viên trong lớp Cao học Hóa phân tích K10D1 và các bạn đồng nghiệp đã ủng hộ, giúp đỡ, chia sẻ kiến thức, kinh nghiệm và tài liệu cho tôi trong quá trình nghiên cứu và thực hiện luận văn này;

Trường THPT Nghĩa Dân đã giúp đỡ và tạo điều kiện cho tôi trong quá trình hoàn thành luận văn này;

Cuối cùng xin kính chúc sức khỏe quý thầy cô, gia đình và các anh chị học viên.

Thái Nguyên, ngày 01 tháng 05 năm 2018

Học viên thực hiện

Vũ Thị Nguyệt

LỜI CAM ĐOAN

Tôi xin cam đoan đây là công trình nghiên cứu của riêng tôi và dưới sự hướng dẫn của TS Phạm Hải Yến.

Các số liệu, kết quả nêu trong luận văn là trung thực và mọi tham khảo đều được trích dẫn và ghi rõ nguồn gốc.

Mọi sao chép không hợp lệ, quy phạm quy chế đào tạo hay gian trá tôi xin chịu hoàn toàn trách nhiệm.

Tác giả

Vũ Thị Nguyệt

MỤC LỤC

LỜI CẢM ƠN	a
LỜI CAM ĐOAN	b
MỤC LỤC	c
DANH MỤC VIẾT TẮT	e
DANH MỤC CÁC BẢNG.....	f
DANH MỤC CÁC HÌNH.....	g
MỞ ĐẦU	1
Chương 1.TỔNG QUAN	3
1.1. Những nghiên cứu tổng quan về cây Đu đủ rừng	3
1.1.1. Thực vật học.....	3
1.1.2. Mô tả cây.....	3
1.1.3. Phân bố và sinh thái	4
1.1.4. Công dụng của cây đu đủ rừng trong y học dân gian.....	5
1.1.5. Thành phần hóa học và tác dụng dược lý	5
1.2. Các phương pháp chiết mẫu thực vật.....	9
1.2.1. Chọn dung môi chiết	10
1.2.2. Quá trình chiết.....	12
1.3. Các phương pháp sắc kí trong phân lập các hợp chất hữu cơ.....	13
1.3.1. Đặc điểm chung của phương pháp sắc kí.....	13
1.3.2. Cơ sở của phương pháp sắc kí	14
1.3.3. Phân loại các phương pháp sắc kí	14
1.4. Một số phương pháp hoá lý xác định cấu trúc của các hợp chất hữu cơ	18
1.4.1. Phổ hồng ngoại (Infrared spectroscopy, IR)	19
1.4.2. Phổ khối lượng(Mass spectroscopy, MS)	19
1.4.3. Phổ cộng hưởng từ hạt nhân (Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy NMR).....	20

Chương 2. THỰC NGHIỆM	23
2.1. Mẫu thực vật.....	23
2.2. Phương pháp phân lập các hợp chất.....	23
2.2.1. Sắc ký lớp mỏng (TLC)	23
2.2.2. Sắc ký lớp mỏng điều chế	23
2.2.3. Sắc ký cột (CC)	23
2.3. Phương pháp xác định cấu trúc hóa học của các hợp chất hữu cơ	24
2.3.1. Phổ cộng hưởng từ hạt nhân (NMR).....	24
2.3.2. Phổ ¹ H - NMR	24
2.3.3. Phổ ¹³ C - NMR.....	24
2.3.4. Phổ DEPT (Distortionless Enhancement By Polarisation Transfer)	24
2.3.5. Phổ 2D - NMR	25
2.4. Thực nghiệm	25
2.4.1. Phân lập các hợp chất.....	25
2.4.2. Thông số vật lý và các dữ kiện phổ của các hợp chất đã phân lập	26
Chương 3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN	28
3.1. Thu mẫu và phân lập các hợp chất.....	28
3.2. Phân tích cấu trúc hóa học của các hợp chất phân lập được.....	28
3.2.1. Hợp chất TP1	28
3.2.2. Hợp chất TP2	35
3.2.3. Hợp chất TP3	41
3.2.4. Hợp chất TP4	50
3.3.5. Tổng hợp cấu trúc hóa học của các hợp chất <i>triterpene saponin</i> phân lập được từ loài <i>T. palmata</i> và đánh giá sơ bộ hàm lượng.....	57
KẾT LUẬN	60
TÀI LIỆU THAM KHẢO	61
PHỤ LỤC	

DANH MỤC VIẾT TẮT

Viết tắt	Viết đầy đủ (Tiếng Anh)	Viết đầy đủ (Tiếng Việt)
^{13}C -	Carbon-13 Nuclear	Cộng hưởng từ hạt nhân cacbon 13
NMR	Magnetic Resonance	Cộng hưởng từ hạt nhân proton
^1H -NMR	Proton Nuclear Magnetic Resonance	Sắc kí cột
CC	Column chromatography	Distortionless Enhancement by Polarisation Transfer
DEPT	Distortionless Enhancement by Polarisation Transfer	Dimethyl sulfoxide
DMSO	Dimethyl sulfoxide	2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl
DPPH	2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl	ESI-MS
ESI-MS	Electrospray Ionization Mass Spectrometry	Phổ khối lượng ion hóa phun mù điện
EtOAc	Ethyl acetate	Etyl axetat
HMBC	Heteronuclear multiple 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

DANH MỤC CÁC BẢNG

Bảng 3.1.	Số liệu phổ NMR của hợp chất TP1 và hợp chất tham khảo	33
Bảng 3.2.	Số liệu phổ NMR của hợp chất TP2 và hợp chất tham khảo	39
Bảng 3.3.	Số liệu phổ NMR của hợp chất TP3 và hợp chất tham khảo	45
Bảng 3.4.	Số liệu phổ NMR của hợp chất TP4 và hợp chất tham khảo	52
Bảng 3.5.	Đánh giá sơ bộ về hàm lượng của các hợp chất <i>saponin</i> trong mẫu đu đủ rừng	59

DANH MỤC CÁC HÌNH

Hình 1.1.	Hoa, quả và hạt cây Đu đủ rừng	4
Hình 3.1.	Cấu trúc hóa học và các tương tác HMBC chính của hợp chất TP1	28
Hình 3.2.	Phổ $^1\text{H-NMR}$ của hợp chất TP1	29
Hình 3.3.	Phổ $^{13}\text{C-NMR}$ của hợp chất TP1	30
Hình 3.4.	Phổ DEPT của hợp chất TP1	30
Hình 3.5.	Phổ HSQC của hợp chất TP1	31
Hình 3.6.	Phổ HMBC của hợp chất TP1	31
Hình 3.7.	Cấu trúc hóa học và các tương tác HMBC chính của hợp chất TP2	35
Hình 3.8.	Phổ $^1\text{H-NMR}$ của hợp chất TP2	35
Hình 3.9.	Phổ $^{13}\text{C-NMR}$ của hợp chất TP2	36
Hình 3.10.	Phổ DEPT của hợp chất TP2	37
Hình 3.11.	Phổ HSQC của hợp chất TP2	38
Hình 3.12.	Phổ HMBC của hợp chất TP2	38
Hình 3.13.	Cấu trúc hóa học của hợp chất TP3	41
Hình 3.14.	Các tương tác HMBC, COSY và ROESY chính của hợp chất TP3	43
Hình 3.15.	Phổ $^1\text{H-NMR}$ của hợp chất TP3	47
Hình 3.16.	Phổ $^{13}\text{C-NMR}$ của hợp chất TP3	47
Hình 3.17.	Phổ DEPT của hợp chất TP3	48
Hình 3.18.	Phổ HSQC của hợp chất TP3	48
Hình 3.19.	Phổ HMBC của hợp chất TP3	49
Hình 3.20.	Phổ COSY của hợp chất TP3	49
Hình 3.21.	Phổ ROESY của hợp chất TP3	50
Hình 3.22.	Cấu trúc hóa học và các tương tác HMBC chính của hợp chất TP4	50

Hình 3.23.	Phổ $^1\text{H-NMR}$ của hợp chất TP4	55
Hình 3.24.	Phổ $^{13}\text{C-NMR}$ của hợp chất TP4	55
Hình 3.25.	Phổ DEPT của hợp chất TP4	56
Hình 3.26.	Phổ HSQC của hợp chất TP4	56
Hình 3.27.	Phổ HMBC của hợp chất TP4	57
Hình 3.28.	Cấu trúc hóa học của các hợp chất <i>triterpene saponin</i> (TP1-TP4) từ loài <i>T. palmata</i>	58