ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC

NGUYỄN THANH HẢI

PHÂN TÍCH CẤU TRÚC, HÀM LƯỢNG MỘT SỐ HỢP CHẤT PHENOLIC GLYCOSIDE TỪ CÂY VIỄN CHÍ (*POLYGALA JAPONICA* HOUTT.) BẰNG PHƯƠNG PHÁP HÓA LÝ HIỆN ĐẠI

LUẬN VĂN THẠC SĨ HÓA HỌC

THÁI NGUYÊN - 2017

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC

NGUYỄN THANH HẢI

PHÂN TÍCH CẤU TRÚC, HÀM LƯỢNG MỘT SỐ HỢP CHẤT PHENOLIC GLYCOSIDE TỪ CÂY VIỄN CHÍ (*POLYGALA JAPONICA* HOUTT.) BẰNG PHƯƠNG PHÁP HÓA LÝ HIỆN ĐẠI

Chuyên ngành: **Hóa phân tích**

Mã số: **60.44.01.18**

LUẬN VĂN THẠC SĨ HÓA HỌC

Người hướng dẫn khoa học: TS. TRẦN HỒNG QUANG

THÁI NGUYÊN - 2017

LỜI CẢM ƠN

Lời đầu tiên, em xin bày tỏ sự biết ơn sâu sắc đến TS. Trần Hồng Quang người đã tận tình hướng dẫn, chỉ bảo, giúp đỡ em trong suốt quá trình làm luận văn.

Em cũng xin gửi lời cảm ơn đến các thầy cô giáo trường Đại học Khoa Học - Đại học Thái Nguyên, các thầy cô Viện Hóa Sinh Biển đã truyền đạt những kiến thức và giúp đỡ em trong suốt quá trình học của mình.

Tôi cũng xin gửi lời cảm ơn tới Sở Giáo dục và Đào tạo Hải Phòng, Ban giám hiệu trường THPT Quang Trung Hải Phòng đã tạo điều kiện thuận lợi cho tôi tham gia khóa học và trong suốt quá trình hoàn thành luận văn.

Cuối cùng, tôi xin gửi lời cảm ơn tới các đồng nghiệp, gia đình và bạn bè những người đã ủng hộ, động viên tạo mọi điều kiện giúp đỡ để tôi có được kết quả như ngày hôm nay.

Thái Nguyên, tháng 06 năm 2017

Học viên

Nguyễn Thanh Hải

MỤC LỤC

LỜI CẢM ƠN ..... a
MỤC LỤC ..... b
DANH MỤC CHỮ VIẾT TẮT ..... e
DANH MỤC BẢNG BIỂU ..... f
DANH MỤC SƠ ĐỒ, HÌNH VẼ ..... g
MỞ ĐẦU 1
Chương 1. TỔNG QUAN 3
1.1. Đại cương về cây Viễn chí 3
1.1.1. Khái quát thực vật học 3
1.1.2. Mô tả đặc điểm 3
1.1.3. Phân bố và sinh thái 4
1.1.4. Bộ phận dùng, tính vị, công năng và công dụng 4
1.1.5. Một số bài thuốc có cây Viễn chí 5
1.1.6. Thành phần hóa học 5
1.1.7. Tác dụng dược lý 10
1.2. Tổng quan về lớp chất phenolic 11
1.2.1. Khái quát chung 11
1.2.2. Phân loại các hợp chất phenolic 12
1.2.3. Sinh tổng hợp các hợp chất phenolic 17
1.2.4. Tác dụng dược lý và lợi ích 18
1.3. Chiết xuất và phân tích các hợp chất phenolic 20
1.3.1. Chiết xuất các hợp chất phenolic thực vật 20
1.3.2. Định lượng các hợp chất phenolic trong thực vật 21
1.3.3. Phương pháp quang phổ 21
1.3.4. Kỹ thuật sắc ký 23

Chương 2. THỰC NGHIỆM 31
2.1. Mẫu thực vật 31
2.2. Phương pháp phân lập các hợp chất 31
2.2.1. Sắc ký lớp mỏng (TLC) 31
2.2.2. Sắc ký cột (CC) 31
2.3. Phương pháp xác định cấu trúc hóa học của các hợp chất 31
2.3.1. Phổ khối lượng phân giải cao (HRESITOFMS) 31
2.3.2. Phổ cộng hưởng từ hạt nhân (NMR) 31
2.4. Dụng cụ và hóa chất 32
2.4.1. Dụng cụ và thiết bị tách chiết 32
2.4.2. Thiết bị xác định cấu trúc 32
2.4.3. Hóa chất 32
2.5. Phân lập các hợp chất 33
2.6. Phân tích định lượng 34
2.6.1. Thiết bị và hóa chất 34
2.6.2. Chuẩn bị mẫu 35
2.6.3. Điều kiện sắc ký 35
2.7. Hằng số vật lí và dữ kiện phổ các hợp chất 35
2.7.1. Hợp chất 1 35
2.7.2. Hợp chất 2 36
2.7.3. Hợp chất 3 36
2.7.4. Hợp chất 4 36
2.7.5. Hợp chất 5 36
Chương 3. KẾT QUẢ THẢO LUẬN 37
3.1. Xác định cấu trúc hóa học các hợp chất 37
3.1.1. Xác định cấu trúc hợp chất 1 37
3.1.2. Xác định cấu trúc hợp chất 2 43
3.1.3. Xác định cấu trúc hợp chất 3 48
3.1.4. Xác định cấu trúc hợp chất 4 54
3.1.5. Xác định cấu trúc hợp chất 5 59

3.2. Phân tích định lượng 64
3.2.1. Xây dựng phương pháp phân tích 64
3.2.2. Phân tích định lượng hợp chất 1 65
3.2.3. Phân tích định lượng hợp chất 3 67
3.2.4. Kết quả phân tích định lượng 69
KẾT LUẬN 70
TÀI LIỆU THAM KHẢO 71

DANH MỤC CHỮ VIẾT TẮT

^{13}C NMR	Phổ cộng hưởng từ hạt nhân Cacbon 13 Carbon 13 Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy
^{1}H NMR	Phổ cộng hưởng từ hạt nhân proton Proton Magnetic Resonance Spectroscopy
2D-NMR	Phổ cộng hưởng từ hạt nhân hai chiều Two-Dimensional NMR Spectroscopy
CC	Sắc ký cột Column Chromatography
DAD	Bộ phát hiện mảng điot Diode array detector
DEPT	Distortionless Enhancement by Polarisation Transfer
EtOAc	Ethylacetate
GC	Sắc ký khí Gas Chromatography
HMBC	Heteronuclear Multiple Bond Connectivity
HSQC	Heteronuclear Single Quantum Coherence
HRESITOFMS	Phổ khối lượng phân giải cao phun mù điện tử thời gian bay High Resolution Electronspray Ionization Time-Of-Flight Mass Spectroscopy
HPLC	Sắc ký lỏng hiệu năng cao High-performance liquid chromatography
MeOH	Methanol
PDA	Photodiode Array
TLC	Sắc ký lớp mỏng Thin layer chromatography

DANH MỤC BẢNG BIỂU

Bảng 1.1. Các nhóm chính của hợp chất phenolic 13
Bảng 1.2. Một số kỹ thuật HPLC xác định các hợp chất phenolic trong thực phẩm 25
Bảng 1.3. Một số kỹ thuật HPLC xác định các lớp chất phenolic trong thực phẩm 27
Bảng 2.1. Chương trình phân tích 35
Bảng 3.1. Số liệu phổ NMR của chất 1 và chất tham khảo 42
Bảng 3.2. Số liệu phổ NMR của chất 2 và chất tham khảo 47
Bảng 3.3. Số liệu phổ NMR của hợp chất 3 và chất tham khảo 53
Bảng 3.4. Số liệu phổ NMR của chất 4 và chất tham khảo 58
Bảng 3.5. Số liệu phổ NMR của chất 5 và chất tham khảo 62
Bảng 3.6. Kết quả phân tích phổ HPLC của hợp chất 1 65
Bảng 3.7. Kết quả phân tích phương sai cho hợp chất 1 65
Bảng 3.8. Kết quả phân tích HPLC của hợp chất 3 68
Bảng 3.9. Kết quả phân tích phương sai cho hợp chất 3 68
Bảng 3.10. Kết quả phân tích định lượng hợp chất 1 và 3 69

DANH MỤC SƠ ĐỒ, HÌNH VẼ

Sơ đồ 2.1. Sơ đồ chiết phân lớp rễ cây Viễn chí 33

Sơ đồ 2.2. Sơ đồ phân lập các hợp chất từ cặn chiết BuOH 33

Hình 1.1. Cây và rễ cây Viễn chí (Polygala japonica Houtt)..... 3

Hình 1.2. Cấu trúc hóa học của axit phenolic thông thường và các chất tương tự từ dược liệu và thực vật 16

Hình 1.3. Con đường sinh tổng hợp của các hợp chất phenolic 17

Hình 3.1. Phổ khối lượng phân giải cao của hợp chất 1 37

Hình 3.2. Phổ ^{1}H–NMR của hợp chất 1 38

Hình 3.3. Phổ ^{13}C-NMR của hợp chất 1..... 39

Hình 3.4. Cấu trúc hóa học của hợp chất 1 40

Hình 3.5. Phổ HSQC của hợp chất 1..... 40

Hình 3.6. Phổ HMBC của hợp chất 1 41

Hình 3.7. Các tương tác HMBC chính của hợp chất 1 41

Hình 3.8. Phổ khối lượng phân giải cao của hợp chất 2 43

Hình 3.9. Phổ ^{1}H–NMR của hợp chất 2..... 44

Hình 3.10. Phổ ^{13}C-NMR của hợp chất 2..... 44

Hình 3.11. Cấu trúc hóa học của hợp chất 2 45

Hình 3.12. Phổ HSQC của hợp chất 2..... 45

Hình 3.13. Phổ HMBC của hợp chất 2 46

Hình 3.14. Các tương tác HMBC chính của hợp chất 2 46

Hình 3.15. Phổ khối lượng phân giải cao của hợp chất 3 48

Hình 3.16. Phổ ^{1}H–NMR của hợp chất 3..... 49

Hình 3.17. Phổ ^{13}C-NMR của hợp chất 3..... 50

Hình 3.18. Cấu trúc hóa học của hợp chất 3 51

Hình 3.19. Phổ HSQC của hợp chất 3..... 52

Hình 3.20. Phổ HMBC của hợp chất 3 52

Hình 3.21. Các tương tác HMBC chính của hợp chất 3 53
Hình 3.22. Phổ ^{1}H–NMR của hợp chất 4 55
Hình 3.23. Phổ ^{13}C-NMR của hợp chất 4 55
Hình 3.24. Cấu trúc hóa học của hợp chất 4 56
Hình 3.25. Phổ HSQC của hợp chất 4 57
Hình 3.26. Phổ HMBC của hợp chất 4 57
Hình 3.27. Các tương tác HMBC chính của hợp chất 4 58
Hình 3.28. Phổ khối lượng phân giải cao của hợp chất 5 59
Hình 3.29. Phổ ^{1}H–NMR của hợp chất 5 60
Hình 3.30. Phổ ^{13}C-NMR của hợp chất 5 61
Hình 3.31. Phổ DEPT135 của hợp chất 5 61
Hình 3.32. Cấu trúc hóa học của hợp chất 5 62
Hình 3.33. Kết quả khảo sát bước sóng hấp thụ hợp chất 1 64
Hình 3.34. Sắc ký đồ hợp chất 1 nồng độ 1.0 mg/mL (A) và dịch chiết MeOH của viễn chí nồng độ 30 mg/mL (C) 64
Hình 3.35. Đường chuẩn mối tương quan giữa diện tích pic với nồng độ .. 66
Hình 3.36. Kết quả khảo sát bước sóng hấp thụ hợp chất 3 67
Hình 3.37. Sắc ký đồ hợp chất 3 nồng độ 1.0 mg/mL (A) và dịch chiết MeOH của viễn chí nồng độ 30 mg/mL (C) 67
Hình 3.38. Đường chuẩn mối tương quan giữa diện tích pic với nồng độ .. 69