

BỘ GIÁO DỤC VÀ ĐÀO TẠO
ĐẠI HỌC ĐÀ NẴNG

TRẦN VĨNH THỌ

**NGHIÊN CỨU THÀNH PHẦN HÓA HỌC TRONG CÁC
DỊCH CHIẾT N – HEXAN VÀ ETYL AXETAT TỪ CỎ RỄ
CÂY BÔNG GIỜ (*CURCUMA COCHINCHINENSIS*
GAGNEP.) Ở TỈNH PHÚ YÊN _ VIỆT NAM**

Chuyên ngành: Hóa Hữu Cơ

Mã số: 60 44 27

TÓM TẮT LUẬN VĂN THẠC SĨ KHOA HỌC

Đà Nẵng, 2012

Công trình được hoàn thành tại
ĐẠI HỌC ĐÀ NẴNG

Người hướng dẫn khoa học: TS. NGUYỄN THỊ BÍCH TUYẾT

Phản biện 1: GS. TS Đào Hùng Cường

Phản biện 2: TS. Trịnh Đình Chính

Luận văn sẽ được bảo vệ tại Hội đồng chấm Luận văn tốt nghiệp thạc sĩ khoa học họp tại Đại học Đà Nẵng vào ngày 30/11/2012

** Có thể tìm hiểu luận văn tại:*

- Trung tâm Thông tin - Học liệu, Đại học Đà Nẵng
- Thư viện Trường Đại học Sư phạm, Đại học Đà Nẵng

MỞ ĐẦU

1. Lí do chọn đề tài

Việt Nam thuộc vùng nhiệt đới gió mùa ẩm, các loài thực vật rất phong phú và đa dạng. Chúng đóng một vai trò quan trọng trong đời sống của người dân như cung cấp lương thực thực phẩm, sản phẩm cho các ngành công nghiệp cũng như những vị thuốc quý để chữa nhiều loại bệnh khác nhau. Do vậy nghiên cứu các loài thực vật để có những hiểu biết sâu hơn về thành phần hóa học và dược tính của chúng để ứng dụng một cách an toàn và hiệu quả hơn là vấn đề đang được quan tâm hiện nay.

Các cây chi nghệ (*Curcuma*) là một trong những loài đã có từ xa xưa trong giới thực vật Việt Nam với số loài rất đa dạng và phong phú. Chúng được người dân sử dụng với nhiều mục đích khác nhau như làm gia vị hoặc bột màu cho các món ăn, chữa nhiều bệnh khác nhau như ung thư, đau dạ dày, làm lành vết sẹo, liền da,... Với những ứng dụng rộng rãi như trên nên đã có nhiều tác giả trên thế giới cũng như ở Việt Nam nghiên cứu về một số loài thuộc chi này.

Cây bông giờ ở Phú Yên (*Curcuma cochinchinensis Gagnep.*), một trong những cây thuộc chi nghệ. Người ta bào chế thân rễ bông giờ và mật ong để làm mỹ phẩm chữa các bệnh viêm da mãn tính và mụn trứng cá. Phụ nữ sau sinh có thể ăn ngày một muỗng dạng bột sẽ giúp ngon miệng và bồi bổ cơ thể.

Với tầm quan trọng và ý nghĩa thực tiễn nêu trên tôi thực hiện đề tài: **"Nghiên cứu chiết tách một số hợp chất hòa tan trong các dịch chiết n – hexan và etyl axetat của củ rễ cây bông giờ (*Curcuma cochinchinensis Gagnep.*) ở tỉnh Phú Yên _ Việt Nam"** nhằm góp

phần vào việc nghiên cứu, khai thác và sử dụng có hiệu quả hơn nguồn tài nguyên sẵn có này.

2. Mục tiêu nghiên cứu

Xác định thành phần các dịch chiết n-hexan và etyl axetat từ củ rễ cây bông giờ (*Curcuma cochinchinensis Gagnep.*)

3. Giới hạn đề tài

Dịch chiết n-hexan và etyl axetat từ củ rễ của cây bông giờ (*Curcuma cochinchinensis Gagnep.*) thu hái ở TX. Sông Cầu – Tỉnh Phú Yên.

4. Phương pháp nghiên cứu

4.1. Nghiên cứu lí thuyết

4.2. Nội dung nghiên cứu

- Tổng quan các công trình nghiên cứu về đặc điểm hình thái thực vật, thành phần hóa học của các cây thuộc chi nghệ nói chung và củ rễ loài *Curcuma cochinchinensis Gagnep.* nói riêng.

- Chiết củ rễ khô cây *Curcuma cochinchinensis Gagnep.* bằng n - hexan sau đó chiết với dung môi etyl axetat.

- Nghiên cứu thành phần hóa học dịch chiết n-hexan và etyl axetat bằng GC/MS.

- Tiến hành sắc ký cột và sắc ký bản mỏng để tách 1 số cấu tử có trong dịch chiết etyl axetat.

- Xác định cấu trúc cấu tử tách được dựa vào các phương pháp vật lý hiện đại: phổ UV-Vis; IR; MS; ¹H-NMR; ¹³C-NMR.

5. Kết quả và giá trị thực tiễn của luận văn

- Các kết quả thu được là tài liệu tham khảo cho các nghiên cứu tiếp theo về cây *Curcuma cochinchinensis* Gagnep. cùng các vấn đề có liên quan.

- Sự thành công của luận văn cho phép khai thác và sử dụng có hiệu quả hơn nguồn dược liệu cây *Curcuma cochinchinensis* Gagnep. so với các bài thuốc dân gian vẫn dùng.

5. Bộ cục luận văn

- Luận văn gồm: 79 trang, trong đó có 10 bảng, 25 hình.

- Ngoài phần mở đầu, kết luận, tài liệu tham khảo và phụ lục, nội dung của luận văn gồm 3 chương:

+ Chương 1: Phần tổng quan

+ Chương 2: Phần thực nghiệm

+ Chương 3: Kết quả nghiên cứu và thảo luận.

Chương 1. PHẦN TỔNG QUAN

1.1. Sơ lược về chi *Curcuma*

1.2. Đặc điểm thực vật và thành phần hóa học của một số loài thuộc chi *Curcuma*

1.3. Công dụng của một số loại nghệ

1.4. Giới thiệu về curcumin

1.5. Tình hình nghiên cứu cây bông giờ (*Curcuma cochinchinensis* Gagnep.) ở Phú Yên về mặt hóa học trong và ngoài nước.

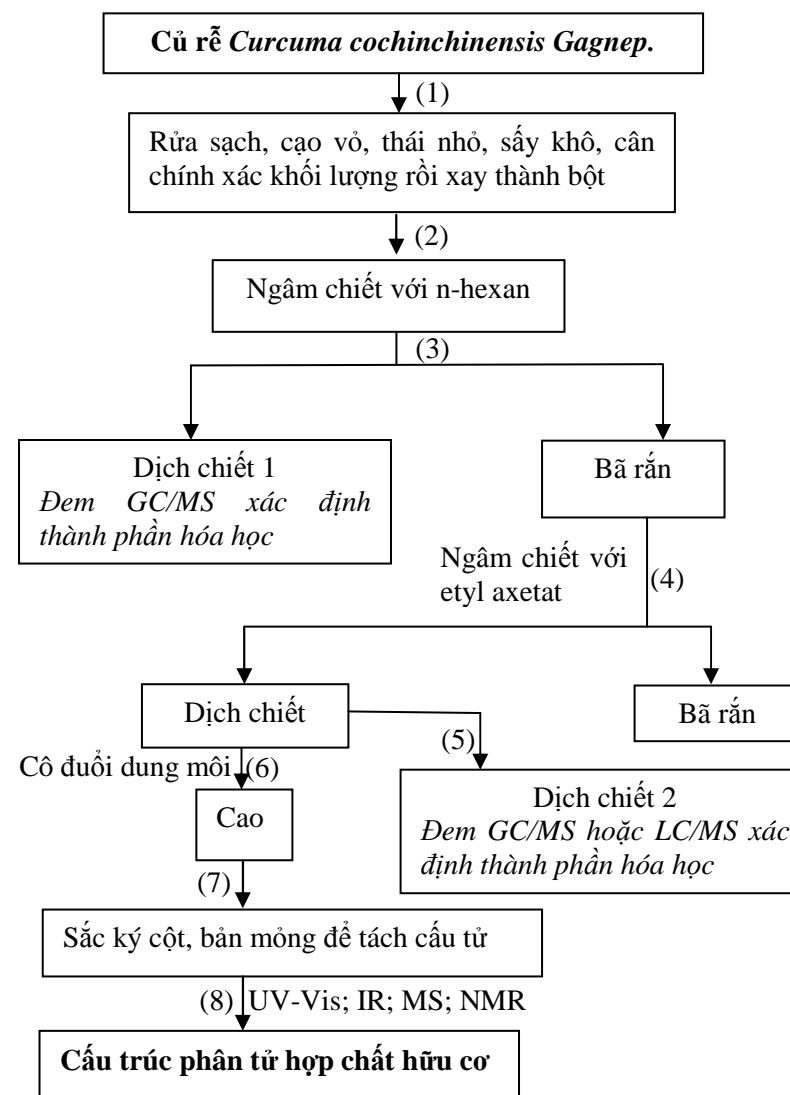
Chương 2. PHẦN THỰC NGHIỆM

2.1. Xác định tên khoa học

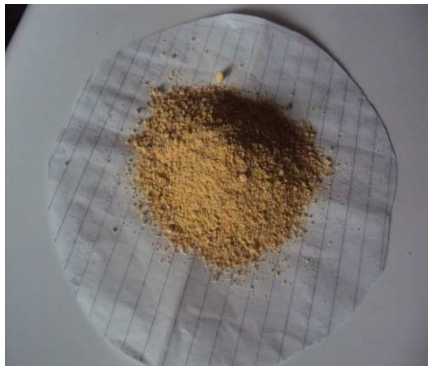
2.2. Xử lý mẫu thực vật

2.3. Chuẩn bị mẫu các dịch chiết

Bảng 2.1. Sơ đồ tách chiết các dịch chiết củ rễ cây bông giờ



2.3.1. Xác định thời gian ngâm tối ưu trong dung môi n-hexan

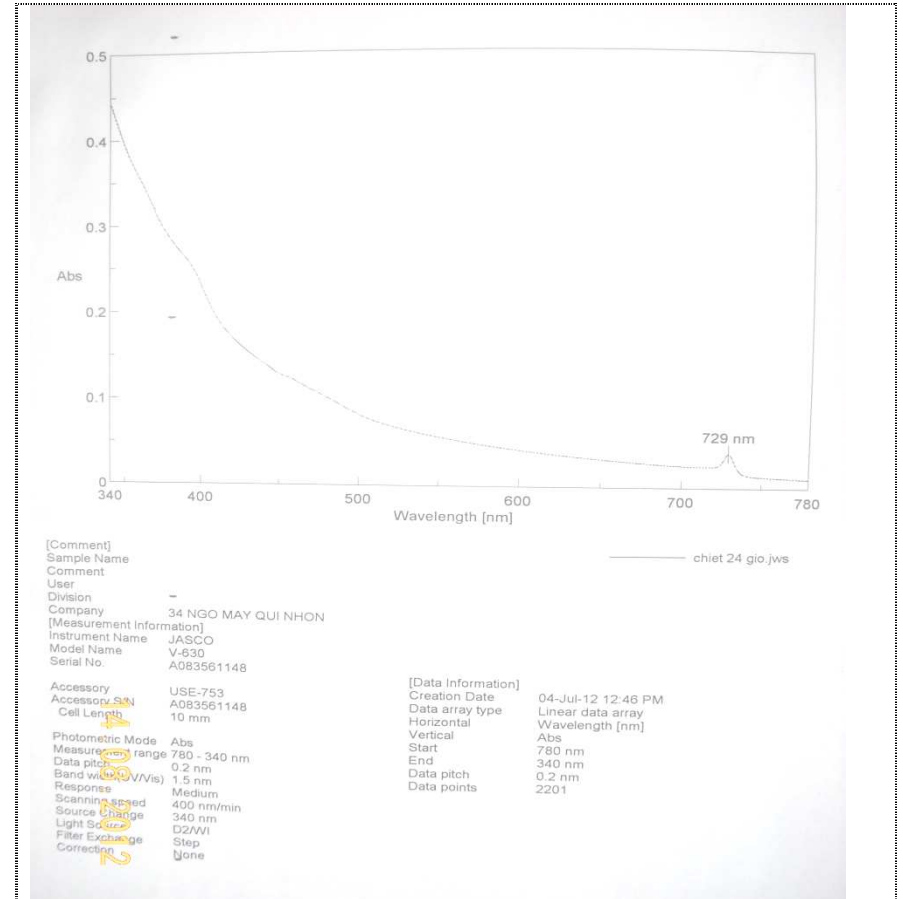


Hình 2.4. Bột củ bông giờ ở Phú Yên

Chuẩn bị 8 bình tam giác với dung tích như nhau. Song song với đó ta chuẩn bị 8 gói bột củ bông giờ được gói trong giấy lọc, mỗi gói cân chính xác 5g bột. Giấy lọc gói sao cho bột không bị bung ra.

Dem ngâm từng gói bột củ bông giờ vào bình tam giác có 50 ml n-hexan sao cho mỗi bình ngâm cách nhau 6 giờ. Sau khi

cho n-hexan vào ngâm, đem khuấy bằng bề lắc siêu âm khoảng 15 phút rồi tiếp tục ngâm. Làm như vậy cho đủ 8 bình. Sau 48 giờ lấy phần gói bã ra khỏi bình tam giác, lấy dịch vừa ngâm đem đo phổ UV-Vi trong vùng 349 - 780 nm, xác định được bước sóng hấp thụ cực đại là 729 nm và mật độ quang của các dung dịch tại bước sóng này. Kết quả được trình bày ở hình 2.5 và bảng 2.2 cho thấy khi kéo dài thời gian chiết, dung dịch thu được có mật độ quang tăng hay lượng chất tan tăng và đạt cực đại khi chiết đến. Như vậy thời gian chiết tối ưu đối với hệ chiết trên là 24 giờ.



Hình 2.5. Đồ thị biểu diễn sự hấp phụ cực đại của dịch chiết 24 giờ trong khoảng bước sóng từ 340nm – 780nm.

Bảng 2.2. Thời gian chiết tối ưu trong dung môi n – hexan là 24 giờ

Thoi gian chiet.txt
 E:\Fixed Wavelength\Khanh\Tho\Thoi gian chiet.txt

Sheet Name
 Comment

User
 Division -
 Company 34 NGO MAY QUI NHON

Creation date 04-Jul-12 9:01 AM

Instrument Name JASCO
 Model Name V-630
 Serial No. A083561148
 ROM Version 1.13.00

Accessory USE-753
 Accessory S/N A083561148
 Cell Length 10 mm

Photometric Mode Abs
 Band width(UV/vis) 1.5 nm
 Response Medium
 Wavelength-1 729.0 nm
 Source Change 340 nm
 Light source D2/WI
 Dark correction off

No.	Mode	Sample Name	Abs	Comment
1	Sample-1	6 gio	0.0040	729.0 nm
2	Sample-2	12 gio	0.0064	
3	Sample-3	18 gio	0.0072	
4	Sample-4	24 gio	0.0105	
5	Sample-5	30 gio	0.0102	
6	Sample-6	36 gio	0.0106	
7	Sample-7	42 gio	0.0106	
8	Sample-8	48 gio	0.0101	

14.08.2012

lắc siêu âm trong vòng 15 phút mỗi bình như nhau. Sau 24 giờ ngâm ta lấy bã rắn trong gói ra, lấy dịch chiết tương ứng đem đo độ hấp thụ cực đại bằng máy UV-Vis với bước sóng từ 340-729 nm. Tương ứng với mẫu nào có mật độ quang cực đại là kết luận độ tan tương ứng của bột củ bông giờ tương hợp đó là lớn nhất. Kết quả tại tỉ lệ 3,5g bột trên 40 ml dung môi n-hexan là mật độ quang lớn nhất.

Ngâm mẫu tương ứng chiết tách với thời gian tối ưu và nồng độ tối ưu. Cân chính xác 43,753g bột cho vào bình cùng với 500 ml n-hexan đem khuấy bằng bể lắc siêu âm khoảng 15 phút rồi đem ngâm trong thời gian 24 giờ. Lọc lấy bã rắn và phần dịch chiết. Đem chung cất thu hồi dung môi (ký hiệu DMH₁) và dịch chiết cô đặc (ký hiệu DCH₁), thu cả hai gửi đi phân tích GC/MS tại phòng Khôi phổ, Trường Đại học sư phạm Huế – Đại học Huế.

2.3.2. Xác định độ tan tối ưu trong dung môi n-hexan

Sau khi ta xác định được thời gian ngâm tối ưu, ta tiếp tục xác định độ tan tối ưu trong dung môi n-hexan. Ta dùng 7 bình tam giác với dung tích như nhau. Cân chính xác khối lượng bột củ bông giờ tương ứng là 1,5g, 2,0g, 2,5g, 3,0g, 3,5g, 4,0g, 4,5g rồi gói chúng trong giấy lọc. Ngâm lần lượt từng gói vào trong bình tam giác, thể tích n-hexan với các bình là như nhau 40ml, đem ngâm với thời gian tối ưu (24 giờ) đã tìm ra ở trên. Sau khi cho n-hexan vào ngâm cũng đem khuấy nhờ bể

Bảng 2.3. Tỷ lệ chiết tối ưu trong dung môi n – hexan là 3,5g bột trong 40ml.

Tỷ lệ chiết.txt

```

Filename      E:\Fixed wavelength\Khanh\Tho\Tỷ lệ chiết.txt
Sheet Name
Comment
User
Division
Company 34 NGO MAY QUI NHON
Creation date 04-Jul-12 9:16 AM
Instrument Name JASCO
Model Name V-630
Serial No. A083561148
ROM Version 1.13.00
Accessory USE-753
Accessory S/N A083561148
Cell Length 10 mm

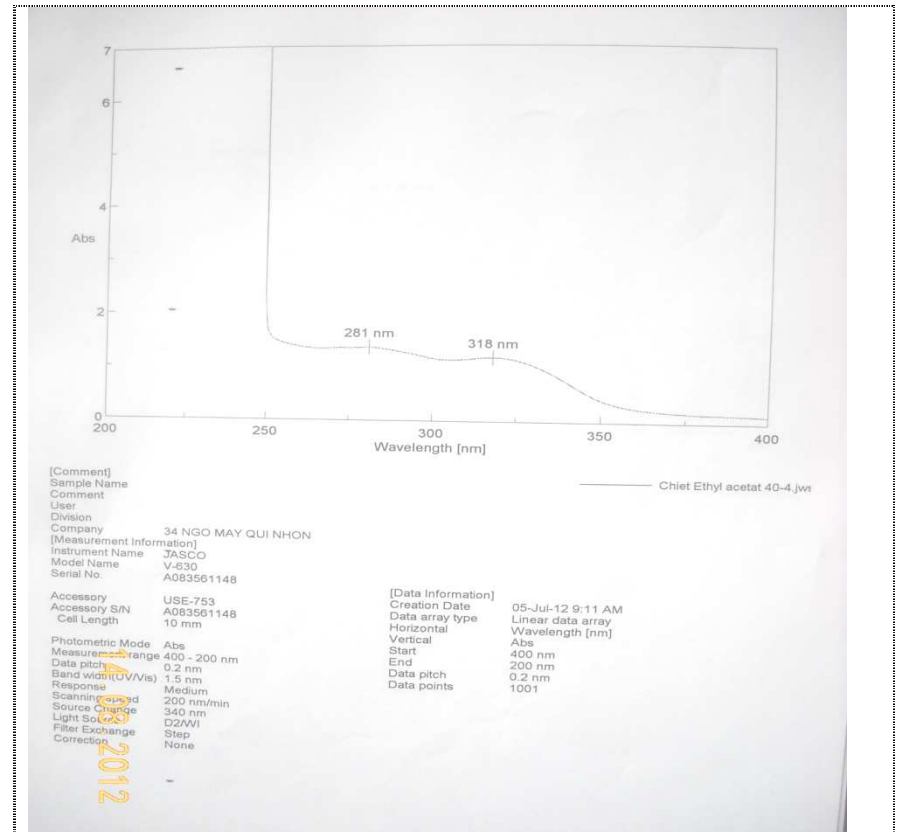
Photometric Mode Abs
Band width(UV/Vis) 1.5 nm
Response Medium
Wavelength-1 729.0 nm
Source Change 340 nm
Light source - D2/WI
Dark correction Off

No.  Mode  Sample Name  Comment 729.0 nm
1  Sample-1  40:1,5g  0.0036
2  Sample-2  40:2,0g  0.0042
3  Sample-3  40:2,5g  0.0052
4  Sample-4  40:3,0g  0.0080
5  Sample-5  40:3,5g  0.0105
6  Sample-6  40:4,0g  0.0106
7  Sample-7  40:4,5g  0.0108
  
```

14.08.2012

2.3.3. Xác định thời gian ngâm tối ưu và độ tan tối ưu trong dung môi etyl axetat

Phần bã rắn sau khi chiết với n-hexan ở giai đoạn 3, làm tương tự như tìm thời gian tối ưu và độ tan tối ưu trong dung môi n-hexan.



Hình 2.6. Đồ thị biểu diễn sự hấp phụ cực đại của dịch chiết 18 giờ trong khoảng bước sóng từ 200nm – 400nm.

Kết quả trong dịch chiết etyl axetat, thời gian chiết tối ưu là 18 giờ và tỷ lệ chiết tối ưu là 3g bột trên 40 ml dung môi tại bước sóng 281 nm.

Bảng 2.4. Thời gian chiết tối ưu trong dung môi etyl axetat là 18 giờ.

Thời gian chiết Ethyl acetat.txt				
Filename	E:\Fixed Wavelength\Khanh\Tho\Tỉ lệ chiết Ethyl acetat.txt			
Sheet Name	Comment			
User	TTKN DP-MP BD			
Division	Company			
Creation date	05-Jul-12 9:24 AM			
Instrument Name	JASCO			
Model Name	V-630			
Serial No.	- A083561148			
ROM Version	1.13.00			
Accessory	USE-753			
Accessory S/N	A083561148			
Cell Length	10 mm			
Photometric Mode	Abs			
Band width(UV/Vis)	1.5 nm			
Response	Medium			
wavelength-1	281.0 nm			
wavelength-2	318.0 nm			
Source Change	340 nm			
Light Source	D2/WI			
Dark correction	off			
No.	Mode	Sample Name	Comment	281.0 nm
1	Sample-1	6 gio	1.3112	
2	Sample-2	12 gio	1.1217	
3	Sample-3	18 gio	1.3936	
4	Sample-4	24 gio	0.6936	
5	Sample-5	30 gio	0.5719	
6	Sample-6	36 gio	0.4507	
7	Sample-7	42 gio	0.3435	
8	Sample-8	48 gio	0.3225	

14.08.2012

Cân chính xác 39,413g bột sau khi ngâm chiết với n-hexan, đem ngâm với 525,51 ml etyl axetat rồi đem khuấy bằng bể lắc siêu âm khoảng 15 phút, ngâm chiết trong thời gian 18 giờ.

Bảng 2.5. Tỷ lệ chiết tối ưu trong dung môi etyl axetat là 3,0g bột trong 40ml tại bước sóng 281nm.

Tỉ lệ chiết Ethyl acetat.txt					
Filename	E:\Fixed Wavelength\Khanh\Tho\Tỉ lệ chiết Ethyl acetat.txt				
Sheet Name	Comment				
User	TTKN DP-MP BD				
Division	Company				
Creation date	09-Jul-12 10:24 AM				
Instrument Name	JASCO				
Model Name	V-630				
Serial No.	A083561148				
ROM Version	1.13.00				
Accessory	USE-753				
Accessory S/N	A083561148				
Cell Length	10 mm				
Photometric Mode	Abs				
Band width(UV/Vis)	1.5 nm				
Response	Medium				
wavelength-1	281.0 nm				
wavelength-2	318.0 nm				
Source Change	340 nm				
Light source	D2/WI				
Dark correction	off				
No.	Mode	Sample Name	Comment	281.0 nm	318.0 nm
1	Sample-1	40ml:4,0g	1.3142	1.1429	
2	Sample-2	40ml:3,5g	1.1227	0.9853	
3	Sample-3	40ml:3,0g	1.3936	0.9118	
4	Sample-4	40ml:2,5g	0.6966	0.6108	
5	Sample-5	40ml:2,0g	0.5739	0.5025	
6	Sample-6	40ml:1,5g	0.4527	0.3704	
7	Sample-7	40ml:1,0g	0.3465	0.2668	

14.08.2012

Đem chung cất thu hồi dung môi được dịch chiết cô cạn khoảng 100 ml ký hiệu DCE₁, đem tiếp tục cô cạn còn khoảng 20ml được dịch chiết cô lần 2 ký hiệu DCE₂.



Hình 2.7. Sơ đồ chung cất thu hồi dung môi



Hình 2.8. Dung môi n-hexan thu hồi và dịch chiết n-hexan cô đặc



Hình 2.9. Dung môi etyl acetat thu hồi và dịch chiết etyl axetat cô đặc

2.4. Xác định thành phần hóa học

Các cấu tử trong hơi dung môi chiết (DMH_1) và dịch chiết cô cạn (DCH_1) từ dịch chiết n-hexan và dịch chiết etyl axetat (DCE_1) được nhận diện và xác định hàm lượng bằng phương pháp GC/MS trên cơ sở so sánh với dữ liệu phổ tại phòng Khối phổ, Trường Đại học sư phạm Huế – Đại học Huế.

* GC/MS: Phổ được ghi trên máy GC/MS HP 5890, trong đó hệ GC (có cột tách mao quản kích thước 30m x 0,25mm x 0,25 μ m, độ chia 40ml/phút, khí mang He, dung môi n-hexan) theo chương trình nhiệt độ tăng 8 $^{\circ}$ C/phút từ 45 $^{\circ}$ C-200 $^{\circ}$ C và 15 $^{\circ}$ C/phút từ 200 $^{\circ}$ C-300 $^{\circ}$ C, Injector 250 $^{\circ}$ C và Detector 280 $^{\circ}$ C. Hệ GC được ghép với máy đo phổ khối kèm thư viện dữ liệu WILEY 275.L để so sánh và nhận diện cấu tử.

* LC/MS: Hệ LC thực hiện trên cột tách C18 pha đảo có kích thước 15cm x 2,1mm, dung môi là hệ axetonitril và nước, thực hiện tại nhiệt độ phòng, nhiệt độ tại buồng ion hóa là 325 $^{\circ}$ C. Hệ LC được ghép với máy đo phổ khối.

2.5. Phân lập và xác định cấu trúc

Chúng tôi đã tiến hành phân lập và xác định cấu trúc của các cấu tử trong dịch chiết cô cạn DCE_2 .

2.5.1. Sắc ký lớp mỏng (SKLM)

Dịch chiết cô cạn DCE_2 được tiến hành thử SKLM để tìm hệ dung môi tốt nhất trong quá trình rửa giải cột sắc ký. Bản mỏng Silicagel Merck được tráng sẵn trên lá nhôm, độ dày 0,25 mm. Sau khi triển khai với các hệ dung môi, bản mỏng được sấy khô và nhận diện các chất qua hỗn hợp dung dịch H_2SO_4 (98%) và vanilin.

SKLM cũng được tiến hành để nhận diện và gộp các phân đoạn trong quá trình sắc ký cột.

Cách tiến hành SKLM: dùng hệ dung môi n-hexan và etyl axetat với tỉ lệ tăng dần độ phân cực như sau:

Tỉ lệ thể tích dung môi	n-hexan (ml)	9	8	7	6	5	4	3	2	1
	Etyl axetat (ml)	1	2	3	4	5	6	7	8	9

Bình đựng được bão hòa dung môi theo tỉ lệ, dung môi cao khoảng 0,5cm, bản mỏng được vạch bút chì khoảng 1,0cm. Chấm mẫu thử bằng micropipet, các vết chấm trên đường vạch cách nhau 1,0cm.

Sau mỗi lần thay đổi tỉ lệ thể tích dung môi, ta lấy bản mỏng sấy khô và nhận diện bằng hỗn hợp dung dịch H₂SO₄ (98%) và vanilin, nếu thấy bản mỏng nào có các cấu tử tách ra tốt nhất thì ta chọn tỉ lệ dung môi đó để tách và tinh chế trong sắc ký cột.

Kết quả: ta chọn được tỉ lệ n – hexan và etyl axetat là 4 : 6 về thể tích.



Hình 2.10. Bản mỏng trong hỗn hợp dung dịch tỉ lệ n – hexan và etyl axetat là 4 : 6 về thể tích.

2.5.2. Sắc ký cột, tách và tinh chế

Cột được nhồi silicagel theo phương pháp nhồi khô. Dịch chiết cô cạn DCE₂ được đưa lên cột và tiến hành rửa giải với hệ dung môi theo tỉ lệ như đã tìm trong SKLM. Silicagel cỡ hạt từ 40 – 60 μm, Merck, cột dài 45cm, đường kính 1,0cm.

Sau quá trình sắc ký cột, thử SKLM với hệ dung môi như trên, hiện vết bằng hỗn hợp vanilin và axit H₂SO₄ đặc thấy có vết tròn màu xanh tím, tiến hành đo $R_f = \frac{3,2}{8,5} = 0,377$, đem cô đuổi dung môi được

một chất rắn màu vàng cân nặng 42mg (ký hiệu **THO – HHC. K22**). Gửi Phòng cộng hưởng từ hạt nhân, Viện Hóa học, Viện KH&CN Việt Nam để đo phổ MS, IR, ¹H-NMR và ¹³C-NMR.

Chương 3. KẾT QUẢ NGHIÊN CỨU VÀ THẢO LUẬN

3.1. Tên khoa học

Sau khi phân tích đối chiếu với các tài liệu trên thì có kết luận cây bông giờ ở Phú Yên có tên khoa học là *Curcuma cochinchinensis* Gagnep., họ Zingiberaceae, bộ Zingiberales.

3.2. Thành phần hóa học dịch chiết củ rễ cây *Curcuma cochinchinensis* Gagnep. ở Phú Yên

3.2.1. Thành phần hóa học trong hơi dung môi chiết (DMH₁) n-hexan

Không có kết quả khi chạy GC/MS.

3.2.2. Thành phần hóa học trong dịch chiết cô cạn (DCH₁) từ dịch chiết n-hexan

Không có kết quả khi chạy GC/MS.

Giải thích: Có thể các chất tan trong dịch chiết cô cạn DCH_1 có khối lượng phân tử lớn có nhiệt độ hóa hơi cao nên ở nhiệt độ của buồng đốt từ $45^{\circ}C \div 250^{\circ}C$ chưa đủ làm hóa hơi chất. Vì vậy khi chạy GC/MS chỉ có hơi của dung môi.

3.2.3. Thành phần hóa học trong dịch chiết (DCE_1)

Có 21 chất được định danh, trong đó có chất chiếm tỉ lệ cao như α -Pinene (14,449%), 1,2-Diisopropenylcyclobutane (14,316%),...

3.3. Phân lập và xác định cấu trúc cấu tử tách ra từ dịch cao dịch chiết etyl axetat (DCE_2)

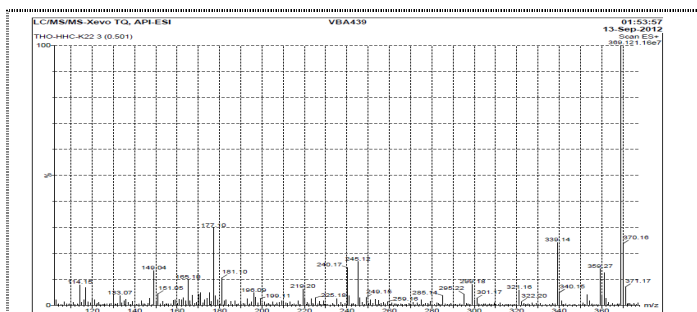
3.3.1. Phân lập

Sau quá trình sắc ký cột dịch chiết cô cạn DCE_2 tôi đã phân lập được một chất rắn màu vàng tươi, tinh thể hình kim, ký hiệu: **THO – HHC. K22**.

3.3.2. Xác định cấu trúc

Gửi mẫu (**THO – HHC. K22**) đến phòng cộng hưởng từ hạt nhân, Viện Hóa học, Viện KH&CN Việt Nam để đo phổ MS, IR, 1H -NMR và ^{13}C -NMR. Kết quả thu được như sau:

3.3.2.1. Phổ MS:

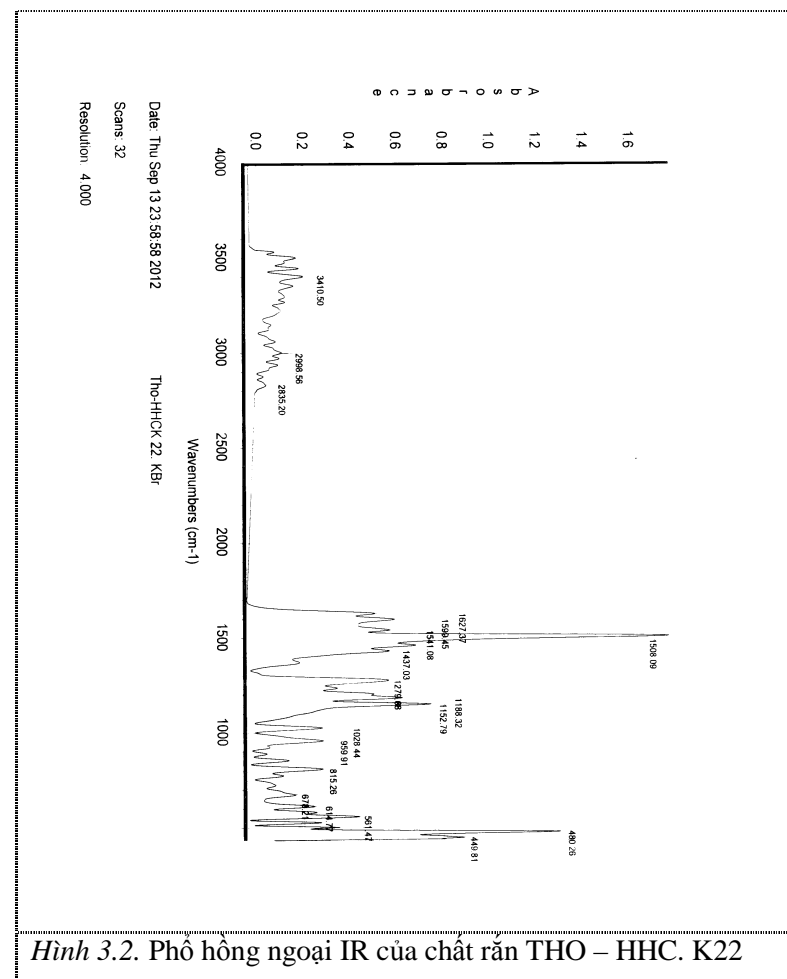


Hình 3.1. Phổ MS của chất rắn THO – HHC. K22

Trong phổ ESI – MS của chất rắn xuất hiện peak $[M+H]^+ = 369,121$.

Vậy khối lượng phân tử của chất này là $M = 368,121$.

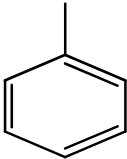
3.3.2.2. Phổ hồng ngoại IR



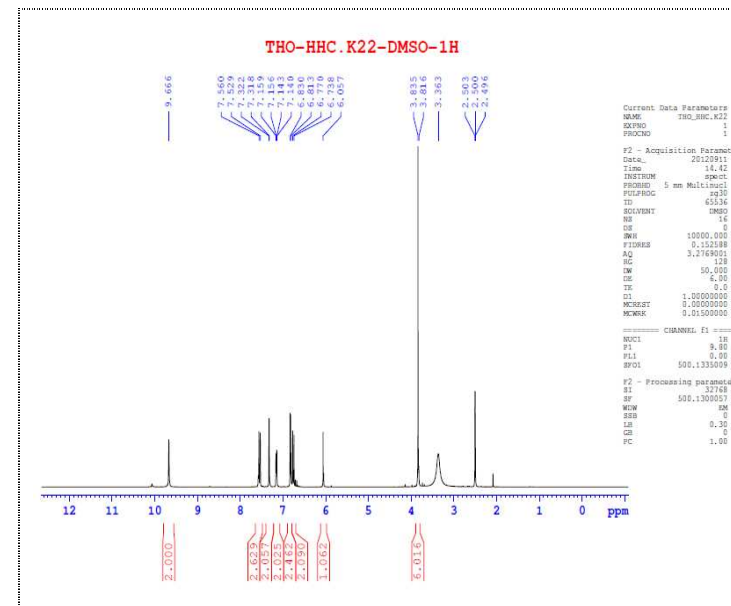
Hình 3.2. Phổ hồng ngoại IR của chất rắn THO – HHC. K22

Trong phổ hồng ngoại IR của chất rắn ta thấy có các đỉnh đặc trưng và so sánh với các tài liệu đã công bố có nhiều điểm tương đồng.

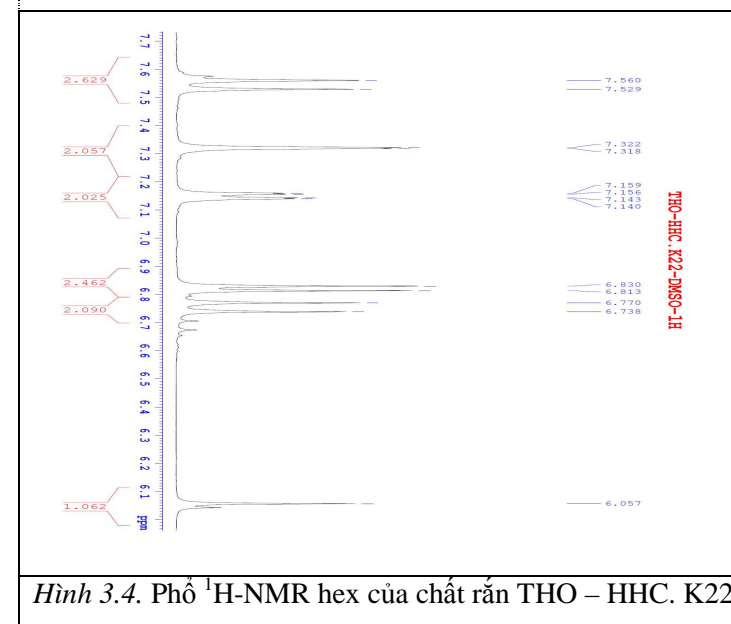
Bảng 3.1. So sánh λ của các liên kết, nhóm chức của chất rắn với các tài liệu đã công bố

Liên kết và nhóm chức	λ chất rắn đo được	λ References [30]	λ References [8]	λ References [17]
- OH	3410,50	3600 ÷ 3200	3511,27	3410
- C = O	1627,37	1750 ÷ 1650	1627,10	1640
- O - CH ₃	2835,20	2960 ÷ 2850	2900,85	2925
- C = C	1541,08	1650 ÷ 1600	1602,87	1610
- C - O - C -	1028,44	1150 ÷ 1100	1153,79	1150
	2998,56	3050	3015,62	2930
	1599,45	1600		
	1508,09	1500	1509,23	1515
	1437,03	1470	1429,61	1422
	815,26	900 ÷ 700	856,35	815

3.3.2.3. Phổ ¹H-NMR



Hình 3.3. Phổ ¹H-NMR của chất rắn THO - HHC. K22



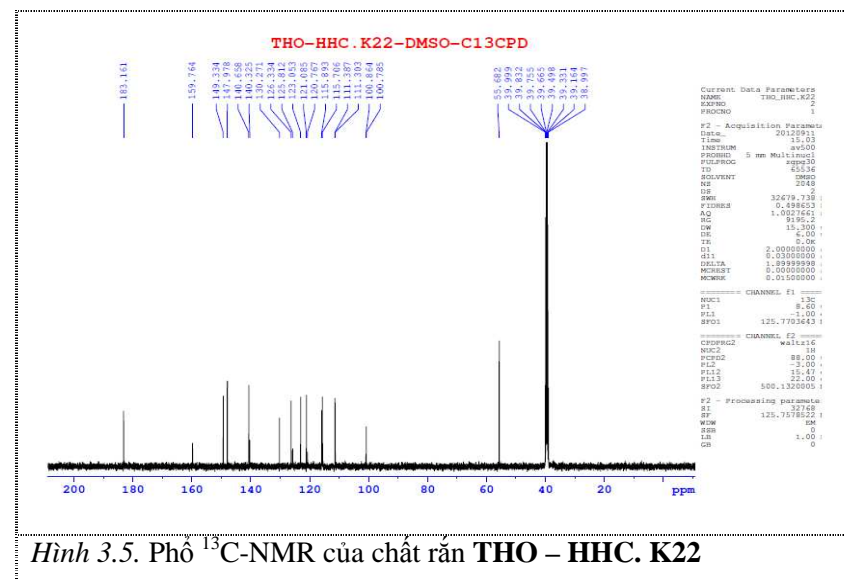
Hình 3.4. Phổ ¹H-NMR hex của chất rắn THO - HHC. K22

Trong phổ $^1\text{H-NMR}$ của chất rắn có 20 tín hiệu, chứng tỏ hợp chất này có 20 nguyên tử hydro.

Bảng 3.2. Bảng so sánh dữ liệu phổ $^1\text{H-NMR}$ của chất rắn tách được với dữ liệu phổ $^1\text{H-NMR}$ của tài liệu đã được công bố

δ (ppm), số hidro, số vân phổ			
Vị trí	Đo được	References[1]	References[41]
1	6,057, 2H, s	6,06, 2H, s	6,10, 2H, s
2, 2'			
3, 3'	6,738 ÷ 6,770, 2H, d	6,75, 2H, d	6,79, 2H, d
4, 4'	7,529 ÷ 7,560, 2H, d	7,55, 2H,d	7,41, 2H, d
5, 5'			
6, 6'	7,318 ÷ 7,322, 2H, d	7,31, 2H, d	7,30, 2H, d
7, 7'			
9, 9'	6,813 ÷ 6,830, 2H, d	6,80, 2H, d	6,90, 2H, d
10, 10'	7,140 ÷ 7,143 ÷ 7,156 ÷ 7,159, 2H, dd	7,15, 2H, dd	7,20, 2H, dd
OCH_3	2,296 ÷ 2,500 ÷ 2,503 ÷ 3,363 ÷ 3,816 ÷ 3,835, 6H, s	3,84, 6H, s	3,70, 6H, s
8, 8'- OH	9,666, 2H, s	9,65, 2H, s	9,69, 2H, s

3.3.2.4. Phổ $^{13}\text{C-NMR}$



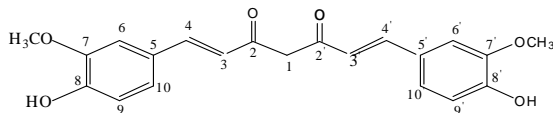
Hình 3.5. Phổ $^{13}\text{C-NMR}$ của chất rắn THO – HHC. K22

Bảng 3.3. Bảng so sánh dữ liệu phổ $^{13}\text{C-NMR}$ của chất rắn tách được với dữ liệu phổ $^{13}\text{C-NMR}$ của tài liệu đã được công bố

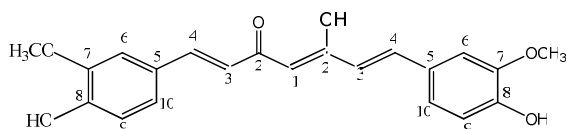
Vị trí C	Đo được	References[1]	References[41]
1	100,785 ÷ 100,864	100,841	101,60
2, 2'	183,161	183,206	184,50
3, 3'	120,767 ÷ 121,085	121,110	122,30
4, 4'	140,325 ÷ 140,658	140,707	141,40
5, 5'	125,812 ÷ 126,334	126,360	128,20
6, 6'	111,303 ÷ 111,387	111,375	111,60
7, 7'	147,978	148,007	148,80
8, 8'	149,334	149,358	150,10
9, 9'	115,706 ÷ 115,893	115,727	116,20
10, 10'	123,053	123,110	123,80
OCH_3	55,682	55,708	56,30
8, 8'-OH			

Kết quả so sánh ở trên cho thấy các dữ liệu phổ IR, $^1\text{H-NMR}$ và $^{13}\text{C-NMR}$ của chất rắn tách được phù hợp với dữ liệu phổ của hợp chất

curcumin đã được công bố. Vì vậy, tôi khẳng định chất rắn tôi phân lập được là **curcumin** hay **1,7-bis-(4-hydroxy-3-methoxyphenyl)-1,6-heptadiene-3,5-dione**, có công thức phân tử: **C₂₁H₂₀O₆**, công thức cấu tạo như sau:



Hoặc



3.4. Tỷ lệ curcumin trong bột củ rễ *Curcuma cochichinensis* Gagnep. ở Phú Yên

$$H = \frac{m_{\text{curcumin}}}{m_{\text{sampnhan}}} 100\% = \frac{0,042}{43,753} 100\% = 0,096\%$$

KẾT LUẬN VÀ KIẾN NGHỊ

– Kết luận

Trong phạm vi nghiên cứu của đề tài, chúng tôi đã thu được một số kết quả sau đây:

1. Xác định tên khoa học của cây bông giò ở Phú Yên là *Curcuma cochichinensis* Gagnep., họ *Zingiberaceae*, bộ *Zingiberales*.

2. Phân tích bằng GC/MS phần dịch chiết n-hexan và dung môi chiết n-hexan của củ rễ *Curcuma cochichinensis* Gagnep. thu hồi, nhưng không cho kết quả. Chứng tỏ trong thành phần này không chứa những hợp chất có khả năng bay hơi trong khoảng nhiệt độ từ 45⁰C đến 250⁰C. Thành phần hóa học trong dịch chiết etyl axetat có 21 chất được định danh, trong đó có chất chiếm tỉ lệ cao như α -Pinene (14,449%), 1,2-Diisopropenylcyclobutane (14,316%),...

3. Từ cao chiết etyl axetat của củ rễ *Curcuma cochichinensis* Gagnep. phân lập được chất kết tinh màu vàng với tỉ lệ 0,096%.

4. Kết hợp các phương pháp phổ MS, IR, ¹H-NMR và ¹³C-NMR, đã xác định được cấu trúc và tên của chất rắn màu vàng là curcumin hay 1,7-bis-(4-hydroxy-3-methoxyphenyl)-1,6-heptadiene-3,5-dione.

– Kiến nghị

Curcumin là 1 chất có hoạt tính sinh học cao được chiết tách từ *Curcuma longa* Linn. hiện được thế giới quan tâm vì tác dụng của nó. Chất này đã được tìm thấy trong củ rễ *Curcuma cochichinensis* Gagnep., đây là 1 kết quả đáng chú ý và hướng sử dụng bột củ rễ *Curcuma cochichinensis* Gagnep. có ứng dụng giá trị thực tiễn cao.