# در اسة كيميائية استقصائية لبعض النباتات المزهرة في منطقة الباحة

### إعداد

سميرة بنت ناصر بن صالح الغامدي بكالوريوس في العلوم والتربية

بحث مقدم لنيل درجة الماجستير في العلوم تخصص كيمياء عضوية

إشراف

### A Phytochemical Investigation of Some Flowering Plants in Al-Baha region

By

Sameera Nasser Saleh Al-Ghamdi

A Thesis Submitted for the Requirements of the Degree of Master of Philosophy Organic Chemistry

Supervision by

Prof. Dr. Nagwa M. Shalaby Professor of Organic Chemistry

FACULTY OF SCIENCE KING ABDUL AZIZ UNIVERSITY JEDDAH - SAUDI ARABIA Rabie Al Awal 1432 H - Feb 201

## قائمة المحتويات

	نموذج إجازة الرسالة
ب	شکر وتقدیر
ج	المستخلص
	قائمة المحتويات
ز	قائمة الأشـكال
ط	قائمة الجداول
1	الفصل الأول: المقدمة
1	1- الهدف من البحث
2	2- تعريف النباتات المزهرة قيد الدراسة
8	3- مقدمة عامة
9	4- الدر إسات السابقة
9	4-1 المسح المكتبى للزيوت العطرية لنباتات الدراسة واستخداماتها وتأثيراتها الطبية
22	2-4 المسح المكتبي لبعض المكونات الكيميائية لجنس Achillea
27	1-2-4 السيسكو تربينات Sesquiterpenes
37	2-2-4 الفلافو نو بدات Flavonoids
40	3-2-4 الألكاميدات Alkamides
45	4-2-4 الليجنينات Lignans.
46	5-2-4 المكونات المنتوعة Miscellaneous
64	4-3 المسح المكتبي لبعض المكونات الكيميائية لجنس Dodonaea
71	الفصل الثاني: النتائج والمناقشة
71	■ عن عن العام العام العام العام المفصولة من نباتات الدر اسة
90	2- در اسة فيتوكيميائية استقصائية لنباتات الدر اسة
95	3- دراسة محتوى المواد الدهنية
98	4- تقدير العناصر في العينات النباتية
100	5- دراسة المكونات الكيميائية لنبات الثفراء Achillea biebersteinii
129	-6 دراسة المكونات الكيميائية لنبات الشت Dodonaea viscosa - المحونات الكيميائية لنبات الشت

162	الفصل الثالث : الجزء العملي
162	1- خطة العملي العامة
163	2– المواد والأجُّهزة المستخدمة في البحث
163	1–2 العينات النباتية والتعرف عليها
163	2–2 الأجهزة المستخدمة في الكشف والتحاليل

165	2–3 أنواع الكروماتوجرافيا المستخدمة في عملية الفصل
166	2–4 المذيبات والأنظمة المستخدمة في الطرق الكروماتوجرافية
167	2–5 محاليل الرش على شرائح الطبقة الرقيقة وكروماتوجرافيا الورق
167	2–6 تحضير الكواشف المستخدمة في التعرف على المركبات المفصولة
170	3- دراسة المكونات الكيميائية للزيوت العطرية
170	4- دراسة فيتوكيميائية استقصائية لبعض النباتات المزهرة
175	5- دراسة محتوى المواد الدهنية
176	6- دراسة كيميائية على نباتي الثفراء والشث
176	1-6 الدراسة على نبأت الثفراء Achillea bibersteinii
180	6-2 الدراسة على نبات الشث Dodonaea viscosa
186	قائمة المراجع
i	الملخص

### المستخلص

تصف هذه الأطروحة الهدف من إجراء دراسات مختلفة على بعض النباتات المزهرة بمنطقة الباحة في المملكة العربية السعودية، حيث تم اختيار اثني عشر نبات من عائلات مختلفة نظرا لأهميتها الطبية بجانب أن العديد منها قد استعمل كنباتات صالحة للأكل, وتم عزل الزيوت العطرية من النباتات وذلك من خلال التقطير البخاري وتم تعريف الزيوت المفصولة بواسطة تحاليل الكروماتوجرافي الغازي المقترن بطيف الكتلة GC/MS, هذا إلى جانب إجراء دراسة استقصائية المكونات الطبيعية الموجودة في النباتات المختارة بالإضافة إلى التعروف على ما تعويفة مان الهيدروكربونات والأحماض الدهنية من خلال تحاليل الكروماتوجرافي الغازي السائل GLC ما تحتويه العينات النباتية من معادن.

ووقع الاختيار على دراسة الأجزاء الهوائية لنباتي الثفراء والشث وذلك بعد إجراء الفحص الفيتوكيميائي لإجراء المزيد من الدراسات الكيميائية.

وفصل من النبات الأول الثقراء من مستخلص خلات الإيثيل ثلاث مركبات من مشتقات 3–ميثوكسي فلافون وهي SA1, SA4, SA5, هذا بجانب اثنين من السيسكوتربينات من نوع جيرمكران وهما SA2, SA3, وهذه الخمس مركبات المفصولة تم فصلها لأول مرة من نبات الثقراء.

أما النبات الثاني وهو الشث فاحتوى مستخلص الطولوين وخلات الإيثيل على ستة من الفلافونويدات الأجليكونية SD1-SD6 مع مركب فلافونى جليكوسيدي SD7 والذي فصل من جزء الميثانول.

وتم التعرف على المركبات السابقة من خلال استخدام الطرق الكروماتوجرافية المختلفة متل عمود الفصل وشرائح الطبقة الرقيقة من السليكاجل والسيلليوز وكروماتوجرافيا الورق هذا بجانب استخدام الطرق الطيفية الحديثة مثل طيف الأشعة فوق البنفسجية وطيف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون والكربون وطيف الكتلة.

#### Abstract

The work described in this Thesis has been undertaken with the object of contributing further studies of some flowering plants wild in Al-Baha area in Kingdom of Saudi Arabia. Twelve plants from different families were chosen according their valuable medicinal importance and many of them used as edible plants. The volatile oils from the plant samples were isolated by hydrodistillation. The identification of volatile oils constituents were carried out by GC/MS analysis. The phytochemical screening of the natural constituents of the selected plants were done. In addition to identify the hydrocarbons and fatty acids by GLC analysis and study the distribution of elements in all plant samples.

The aerial parts of the two plants (*Achillea biebersteinii* and *Dodonaea viscosa*) were selected for further phytochemical examinations. From ethyl acetate of *Achillea biebersteinii*, three derivatives of 3- methoxy flavone aglycones **SA1**, **SA4** and **SA5** were isolated, beside two germacranolide sesquiterpenes **SA2** and **SA3**. All the isolated compounds were identified for the first time from *Achillea biebersteinii*. On the other hand, Toluene and ethyl acetate extracts of *Dodonaea viscosa* gave six of flavone aglycones **SD1-SD6**. On the other hand, methanolic extract gave one flavone glycoside **SD7**. Throughout the investigation different chromatographic techniques such as, TLC, PC, CC, GLC and GC/ MS have been adapted and useful information were obtained on the utilization of modern spectroscopic techniques such as, UV, MS, <sup>1</sup>H and <sup>13</sup>C NMR techniques.

#### SUMMARY

The aim and hence the plan of This Thesis was conceived to make a further contribution to a programme designed for evaluating the national vegetative wealth to hunt for biologically active ingredients.

The work described has been undertaken with the object of contributing further studies of some medicinal plants wild in Al-Baha area in kingdom of Saudi Arabia. Some plants were chosen according their valuable medicinal importance and many of their used as edible plants.

So, it was deemed to undertake the following studies

- 1- A survey for the essential oils in selected plant samples from different families.
- 2- A phytochemical screening, lipids and elements were done for all plant samples.
- 3- A phytochemical investigation of two chosen plants used in folks medicine for many valuable uses.

The Introductory part consists of four parts.

The first part includes a brief survey covers a review of all previous studied related to twelve plants including the constituents of the essential oils, utility and their biological activities.

The other two parts including the brief literature survey concerning main Chemical constituents, their uses and pharmacological properties for the two selected plants, *Achillea biebersteinii* and *Dodonaea viscosa*.

The Results and Discussion comprises of six sections

The first section includes examination of the essential oils isolated by hydrodistillation from twelve flowering plant samples. The isolated and identification of 136 volatile oils constituent were carried out by GC/MS analysis.

The second section deals with the study of the phytochemical screening of all plant samples, which revealed the presence of alkaloids, flavonoids, coumarins, anthraquinones, cardiac glycosides and terpenes and/or sterols.

From third section studying of the lipids were done by GLC analysis of the unsaponifiable matter and fatty acid methyl ester fractions of the alcoholic extract of the aerial parts of the all plants samples.

The forth section studying the distribution of elements in all plant samples.

The fifth section deals with the study of the chemical constituents of the aerial parts of *Achillea biebersteinii*. From ethyl acetate three derivatives of 3-methoxy flavone aglycones were isolated (Santin SA1, Jaceidin SA4, Axillarin SA5)

Two germacranolide sesquiterpene were also isolated (Sintenin SA2 and Micranthin SA3). The five isolated compounds were identified for the first time from *Achillea biebersteinii*.

The last section concerns the investigation of the toluene and ethyl acetate extracts of *Dodonaea viscosa*. Six flavone aglycones **SD1-SD6** were obtained (Santin **SD1**, Pinocembrine **SD2**, Isorhamnetin **SD3**, 5,7,4'-Trihydroxy-3,6-dimethoxy flavone **SD4**, Quercetin **SD5**, Rhamnocitrin **SD6**)

On the other hand, methanol extract gave one flavone glycoside (Isorhamnetin-3-O-robinobioside **SD7**).

Identification of all the isolated compounds was based on physical and chemical methods of analysis incluing acid hydrolysis and chromatographic analysis (UV, MS, ESI-MS, HRMSI/MS, <sup>1</sup>H and <sup>13</sup>C NMR).

The experimental part lists all the materials, reagents, solvent systems, equipments and the different chromatographic procedures.

All the sections covers the methods of extraction, isolation, purification, in addition to the identification of all isolated compounds.

(لا يوجد ملخص عربي)