

**THE CHEMICAL CONSTITUENTS OF SOME
PLANTS AND THEIR VALIDITY AS
MOLLUSCICIDAL AGENTS**

BY

ALLIA MAHMOUD ABDO KHALIFA
THEODOR BILHARZ RESEARCH INSTITUTE

THESIS

SUBMITTED FOR THE AWARD OF THE DEGREE
OF PH. D. OF SCIENCE
(ORGANIC CHEMISTRY)

SUPERVISED BY

PROF. DR. EL-SAYED A. SOLIMAN
PROF. DR. MAHFOUZ M. ABDEL GAWAD
ASSISTANT PROF. DR. LAILA A. REFAHY

FACULTY OF SCIENCE
AIN SHAMS UNIVERSITY

2006

**THE CHEMICAL CONSTITUENTS OF SOME
PLANTS AND THEIR VALIDITY AS
MOLLUSCICIDAL AGENTS**

Thesis Supervisors

Approval

1- Prof. Dr. El-Sayed Ahmed Soliman

Professor of Organic Chemistry

Faculty of Science-Ain Shams University

2- Prof. Dr. Mahfouz Mohamed Abdel Gawad

Professor of Medicinal Chemistry

Theodor Bilharz Research Institute

3- Assist. Prof. Dr. Laila Abdel Ghany Refahy

Assist. Prof. of Medicinal Chemistry

Theodor Bilharz Research Institute

Prof. Dr. M.Y. El-Kady

Head of Chemistry Dept.

CONTENTS

Subject	Page
Summary	i
Introduction	1
Aim of work	3
GENERAL PART	
Synthetic molluscicides.	4
Plant molluscicides and their active constituents.	6
Previously isolated compounds from <i>Alternanthera sessilis</i> .	42
Previously isolated compounds from <i>Dodonaea viscosa</i> .	45
Extraction and isolation of saponins .	47
Extraction and isolation of flavonoids.	54
SPECIAL PART	
Chapter I	
The molluscicidal properties of <i>Alternanthera sessilis</i> and <i>Dodonaea viscosa</i>	57
Materials and methods	57
Materials for chromatographic study	70
Apparatus and equipments	72
Techniques	73
Chapter II	
Preliminary phytochemical screening of <i>Alternanthera sessilis</i> and <i>Dodonaea viscosa</i>	76

Extraction, fractionation and isolation of some chemical constituents of <i>Alternanthera sessilis</i> .	80
Identification of compound (1)	83
Identification of compound (2)	91
Identification of compound (3)	101
Identification of compound (4)	108
Identification of compound (5)	115
Extraction, fractionation and isolation of some Chemical constituents of <i>Dodonaea viscosa</i> .	123
Identification of compound (6)	127
Identification of compound (7)	135
Identification of compound (8)	141
Identification of compound (9)	151
Identification of compound (10)	158
Identification of compound (11)	165
Identification of compound (12)	172
Identification of compound (13)	177
References	181
Arabic summary	

LIST OF TABLES

Table		Page
Table (1):	Screening of the aqueous suspensions of plant dry powder against <i>B. alexandrina</i> .	63
Table (2):	Comparative susceptibility of <i>B. alexandrina</i> Snail exposed to the dry powder and some extracts of <i>A. sessilis</i>	66
Table (3):	Comparative susceptibility of <i>B. alexandrina</i> Snail exposed to the dry powder and some extracts of <i>D. Viscosa</i>	67
Table(4):	Effect of some environmental factors (pH, temperature ,sun radiation, mud particles and storage on the molluscicidal activity of <i>A. Sessilis</i> methanol extract.	68
Table(5):	Effect of some environmental factors (pH, temperature ,sun radiation, mud particles and storage on the molluscicidal activity of <i>D. viscosa</i> methanol extract.	69
Table (6):	Preliminary Phytochemical Screening of plants <i>A. sessilis</i> and <i>D. viscosa</i>	79
Table (7):	Separation and purification of the flavonoidal fractions of <i>A. sessilis</i>	82
Table(8):	¹³ C-NMR spectral data of compound (1)	86
Table(9):	¹³ C-NMR spectral data of compound (2)	94
Table(10):	UVspectral data of compound (3)	103
Table(11):	¹ H-NMR spectral data of compound (3)	103
Table(12):	¹³ C-NMR spectral data of compound (3)	104
Table(13):	UVspectral data of compound (4)	110
Table(14):	¹ H-NMR spectral data of compound (4)	110

Table(15):	¹³ C-NMR spectral data of compound (4)	111
Table(16):	UV spectral data of compound (5)	117
Table(17):	¹ H-NMR spectral data of compound (5)	118
Table(18):	¹³ C--NMR spectral data of compound (5)	119
Table(19):	Column chromatographic fractionation of the butanol extract of <i>D. viscosa</i>	125
Table(20):	Separation and purification of the polyphenol Fractions of <i>D. viscosa</i>	126
Table(21):	¹³ C-NMR spectral data of compound (6)	129
Table(22):	¹³ C-NMR spectral data of compound (8)	144
Table(23):	UV spectral data of compound (9)	153
Table(24):	¹ H-NMR spectral data of compound (9)	153
Table(25):	¹³ C-NMR spectral data of compound (9)	154
Table(26):	UV spectral data of compound (10)	160
Table(27):	¹ H-NMR spectral data of compound (10)	160
Table(28):	¹³ C-NMR spectral data of compound (10)	161
Table(29):	UV spectral data of compound (11)	167
Table(30):	¹ H-NMR spectral data of compound (11)	167
Table(31):	¹³ C-NMR spectral data of compound (11)	168
Table(32):	UV spectral data of compound (12)	174
Table(33):	¹ H-NMR spectral data of compound (12)	174
Table(34):	UV spectral data of compound (13)	178
Table(35):	¹ H-NMR spectral data of compound (13)	178

LIST OF FIGUERS

Figures		Page
Fig.(1):	IR spectrum of compound (1)	87
Fig.(2):	¹ H-NMR spectrum of compound (1)	88
Fig.(3):	Mass spectrum of compound (1)	89
Fig.(4):	¹³ C-NMR spectrum of compound (1)	90
Fig. (5):	IR spectrum of compound (2)	97
Fig. (6):	¹ H-NMR spectrum of compound (2)	98
Fig. (7):	Mass spectrum of compound (2)	99
Fig. (8):	¹³ C-NMR spectrum of compound (2)	100
Fig. (9):	Mass spectrum of compound (3)	105
Fig. (10):	¹ H-NMR spectrum of compound (3)	106
Fig. (11):	¹³ C-NMR spectrum of compound (3)	107
Fig. (12):	Mass spectrum of compound (4)	112
Fig. (13):	¹ H-NMR spectrum of compound (4)	113
Fig. (14):	¹³ C-NMR spectrum of compound (4)	114
Fig.(15):	Mass spectrum of compound (5)	120
Fig. (16):	¹ H-NMR spectrum of compound (5)	121
Fig. (17):	¹³ C-NMR spectrum of compound (5)	122
Fig. (18):	IR spectrum of compound (6)	130
Fig. (19):	¹ H-NMR spectrum of compound (6)	131
Fig. (20):	CI-Mass spectrum of compound (6)	132
Fig. (21):	¹³ C-NMR spectrum of compound (6)	134

Fig. (22):	IR spectrum of compound (7)	137
Fig. (23):	¹ H-NMR spectrum of compound (7)	138
Fig. (24):	CI-Mass spectrum of compound (7)	139
Fig. (25):	IR spectrum of compound (8)	145
Fig. (26):	¹ H-NMR spectrum of compound (8)	146
Fig. (27):	CI-Mass spectrum of compound (8)	147
Fig. (28):	¹³ C-NMR spectrum of compound (8)	150
Fig. (29):	Mass spectrum of compound (9)	155
Fig. (30):	¹ H-NMR spectrum of compound (9)	156
Fig. (31):	¹³ C-NMR spectrum of compound (9)	157
Fig. (32):	Mass spectrum of compound (10)	162
Fig. (33):	¹ H-NMR spectrum of compound (10)	163
Fig. (34):	¹³ C-NMR spectrum of compound (10)	164
Fig. (35):	Mass spectrum of compound (11)	169
Fig. (36):	¹ H-NMR spectrum of compound (11)	170
Fig. (37):	¹³ C-NMR spectrum of compound (11)	171
Fig. (38):	Mass spectrum of compound (12)	175
Fig. (39):	¹ H-NMR spectrum of compound (12)	176
Fig. (40):	Mass spectrum of compound (13)	179
Fig. (41):	¹ H-NMR spectrum of compound (13)	180

List of Abbreviations

CC.	Column chromatography
CoPC	Comparative paper chromatography
2-DPC	Two dimensional paper chromatography
CI-MS	Chemical ionization mass spectrometer
DCCC.	Droplet counter current chromatography
DMSO	Dimethylsulphoxide
^{13}C -NMR	^{13}C - Nuclear magnetic resonance
Fig.	Figure
^1H -NMR	Proton nuclear magnetic resonance
HRESI	High resonance electrospray ionization
HPLC	High performance liquid chromatography
IR	Infrared radiation
Isopr.	Isopropanol
MS	Mass spectrometer
M.Wt.	Molecular weight
NP/PE	Natural product/polyethylene- glycol (Naturstoff)
PC.	Paper chromatography
RLCC	Rotation locular counter current chromatography
S.	Solvent
TLC	Thin layer chromatography

المكونات الكيميائية لبعض النباتات وصلاحياتها كمبيدات للقواقع

رسالة دكتوراه مقدمة من
عليه محمود عبده خليفة
معهد تيودور بلهارس للابحاث
للحصول على درجة الدكتوراه فى
فلسفة العلوم (الكيمياء العضوية)

تحت إشراف

الأستاذ الدكتور/ السيد أحمد سليمان عبدالعزيز
أستاذ الكيمياء العضوية- كلية العلوم- جامعة عين شمس
الأستاذ الدكتور/ محفوظ محمد عبد الجواد
أستاذ الكيمياء العلاجية بمعهد تيودور بلهارس للابحاث
الأستاذ الدكتور مساعد / ليلى عبد الغنى رفاعى
أستاذ مساعد الكيمياء العلاجية بمعهد تيودور بلهارس للابحاث

كلية العلوم
جامعة عين شمس

2006

جامعة عين شمس
كلية العلوم

رسالة دكتوراه الفلسفة فى الكيمياء
أسم الطالبة/ علية محمود عبده خليفة
مدرس مساعد بمعهد تيودور بلهارس للابحاث
عنوان الرسالة/ المكونات الكيميائية لبعض النباتات وصلاحيتها كمبيدات
للقواقع

تحت إشراف

الأستاذ الدكتور/ السيد أحمد سليمان عبدالعزيز
أستاذ الكيمياء العضوية- كلية العلوم- جامعة عين شمس
الأستاذ الدكتور/ محفوظ محمد عبد الجواد
أستاذ الكيمياء العلاجية بمعهد تيودور بلهارس للابحاث
الأستاذ الدكتور مساعد / ليلي عبد الغنى رفاعي
أستاذ مساعد الكيمياء بمعهد تيودور بلهارس للابحاث

الدراسات العليا

ختم الاجازة:
أجيزت الرسالة بتاريخ
موافقة مجلس الكلية
موافقة مجلس الجامعة

شكر و تقدير

أتقدم بخالص الشكر و العرفان الى السادة الأساتذة الذين قاموا بالإشراف على الرسالة والتعاون البناء الصادق فى اخرج هذه الرسالة و هم:

الأستاذ الدكتور/ السيد أحمد سليمان عبدالعزيز
أستاذ الكيمياء العضوية- كلية العلوم- جامعة عين شمس

الأستاذ الدكتور/ محفوظ محمد عبد الجواد
أستاذ الكيمياء العلاجية بمعهد تيودور بلهارس للابحاث

الأستاذ الدكتور مساعد / ليلى عبد الغنى رفاعى
أستاذ مساعد الكيمياء بمعهد تيودور بلهارس للابحاث

مقدمة الرسالة

عليه محمود عبده خليفة

مدرس مساعد بمعهد تيودور بلهارس للابحاث

المكونات الكيميائية لبعض النباتات وصلاحيتها كمبيدات للقواقع

رسالة دكتوراه مقدمة من
عليه محمود عبده خليفة
للحصول على درجة الدكتوراه فى
فلسفة العلوم (الكيمياء العضوية)

تحت إشراف

الأستاذ الدكتور/ السيد أحمد سليمان عبدالعزيز

الأستاذ الدكتور/ محفوظ محمد عبد الجواد

الأستاذ الدكتور مساعد / ليلى عبد الغنى رفاعى

كلية العلوم
جامعة عين شمس

2006

جامعة عين شمس
كلية العلوم

اسم الطالبة : علية محمود عبده خليفة

الدرجة العلمية : دكتوراه الفلسفة فى العلوم

القسم التابع له: الكيمياء

اسم الكلية: العلوم

الجامعة : عين شمس

سنة المنح :

ACKNOWLEDGMENTS

*I am grateful to **God** by the grace of whom, this work was accomplished.*

*I wish to express by sincere appreciation and deepest gratitude to Prof. Dr. . **Mahfouz Mohamed Abdel Gawad** Professor of Medicinal Chemistry Theodor Bilharz Research Institute for his outstanding devotion , great help that have been of help in performing this work*

*I would like to express my deepest gratitude to Prof. Dr . **El –Sayed Ahmed Soliman** ,professor of Organic Chemistry , Faculty of Science, Ain-Shams University, for his instructive guidance, valuable assistance and constructive criticism. It is a great honor to work under his supervision.*

*I am also deeply grateful to Prof. Dr. **Mortada Mohamed El-Sayed**, Head of Medicinal Chemistry Theodor Bilharz Research Institute for his valid helps throughout the present work*

*I would like to express my profound gratitude to Assist. Prof. Dr. **Laila Abdel Ghany Refahy** Assist. Prof. of Medicinal Chemistry Theodor Bilharz Research Institute for her kind help , sincere guidance and valuable suggestions.*