

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC

PHẠM THỊ THU HẰNG

PHÂN TÍCH CẤU TRÚC
MỘT SỐ HỢP CHẤT FLAVONOID TÁCH CHIẾT
TỪ VỎ HẠT ĐẬU XANH (*VIGNA RADIATA*)
BẰNG CÁC PHƯƠNG PHÁP HÓA LÝ HIỆN ĐẠI

LUẬN VĂN THẠC SĨ HÓA HỌC

THÁI NGUYÊN - 2017

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC

PHẠM THỊ THU HẰNG

PHÂN TÍCH CẤU TRÚC
MỘT SỐ HỢP CHẤT FLAVONOID TÁCH CHIẾT
TỪ VỎ HẠT ĐẬU XANH (*VIGNA RADIATA*)
BẰNG CÁC 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. Nguyễn Thị Thu Hà

THÁI NGUYÊN - 2017

LỜI CẢM ƠN

Với lòng kính trọng và biết ơn sâu sắc, em xin chân thành cảm ơn GS.TS. Nguyễn Văn Tuyền và TS. Nguyễn Thị Thu Hà đã giao đề tài và tận tình hướng dẫn em trong suốt thời gian thực hiện đề tài.

Em xin chân thành cảm ơn các cán bộ phòng Hóa sinh ứng dụng – Viện Hóa học đã giúp đỡ em rất nhiều trong quá trình thực nghiệm và hoàn thành luận văn.

Tôi xin cảm ơn các thầy cô khoa Hóa Học - Trường Đại Học Khoa Học Thái Nguyên đã trang bị cho em kiến thức để tiếp cận với các vấn đề nghiên cứu khoa học, và các anh chị, các bạn học viên lớp K9B- lớp Cao học Hóa đã trao đổi và giúp đỡ tôi trong suốt thời gian thực hiện đề tài.

Cuối cùng, tôi xin bày tỏ lòng biết ơn sâu sắc tới gia đình tôi, bạn bè và đồng nghiệp của tôi - những người đã luôn bên cạnh động viên và giúp đỡ tôi trong suốt thời gian học tập và thực hiện luận văn này.

Ngày tháng năm 2017

Học viên

Phạm Thị Thu Hằng

MỤC LỤC

LỜI CẢM ƠN	a
MỤC LỤC.....	b
DANH MỤC NHỮNG TỪ VIẾT TẮT	d
DANH MỤC BẢNG	f
DANH MỤC HÌNH.....	g
DANH MỤC SƠ ĐỒ	h
MỞ ĐẦU	1
Chương 1. TỔNG QUAN TÀI LIỆU	3
1.1. Sơ lược về họ Đậu (<i>Fabaceae</i>), Chi Đậu (<i>Vigna</i>) và loài đỗ xanh (<i>Vigna radiata</i>).....	3
1.2. Tình hình nghiên cứu trong và ngoài nước về thành phần hóa học và hoạt tính sinh học	4
1.2.1. Tình hình nghiên cứu ngoài nước	4
1.2.2. Tình hình nghiên cứu trong nước.....	7
1.3. Hợp chất <i>Flavonoid</i>	8
1.3.1. Phân loại.....	8
1.3.2. Các phương pháp định tính và định lượng.....	12
1.3.3. Các phương pháp chiết xuất <i>flavonoid</i>	14
1.3.4. Hoạt tính sinh học của lớp chất <i>flavonoid</i>	15
1.4. Một số phương pháp hóa lí dùng để phân tích cấu trúc hóa học các hợp chất tự nhiên.....	20
1.4.1. Phương pháp phổ cộng hưởng từ hạt nhân $^1\text{H-NMR}$ và $^{13}\text{C-NMR}$	20
1.4.2. Phương pháp phổ khối lượng (MS)	22
1.4.3. Phương pháp phổ hồng ngoại (IR).....	23

Chương 2. VẬT LIỆU VÀ PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU.....	25
2.1. Vật liệu nghiên cứu	25
2.1.1. Đối tượng	25
2.1.2. Hóa chất	25
2.1.3. Thiết bị nghiên cứu	25
2.2. Phương pháp nghiên cứu.....	26
2.2.1. Phương pháp xử lý và ngâm chiết mẫu thực vật.....	26
2.2.2. Phương pháp phân lập các hợp chất tự nhiên	27
2.3. Hằng số vật lý và các dữ kiện phổ của các chất phân lập được.....	28
2.3.1. Hợp chất <i>vitexin</i> (MB1)	28
2.3.2. Hợp chất <i>isovitexin</i> (MB2).....	29
2.3.3. Hợp chất <i>luteolin</i> (MB3).....	29
2.3.4. Hợp chất <i>Taxifolin</i> (MB4).....	30
2.3.5. Hợp chất <i>Catechin</i> (MB5).....	30
Chương 3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN	32
3.1. Phân tích cấu trúc hóa học của hợp chất <i>vitexin</i> (MB1).....	32
3.2. Phân tích cấu trúc hóa học của hợp chất <i>isovitexin</i> (MB2)	37
3.3. Phân tích cấu trúc hóa học của hợp chất <i>luteolin</i> (MB3).....	40
3.4. Phân tích cấu trúc hóa học của hợp chất <i>Taxifolin</i> (MB4)	43
3.5. Phân tích cấu trúc hóa học của hợp chất <i>Catechin</i> (MB5).....	45
KẾT LUẬN VÀ KIẾN NGHỊ	50
1. Kết luận	50
2. Kiến nghị.....	50
TÀI LIỆU THAM KHẢO	51
PHỤ LỤC	1

DANH MỤC NHỮNG TỪ VIẾT TẮT

Kí hiệu/ Từ viết tắt	Tên tiếng anh	Tên tiếng việt
NMR	Nuclear Magnetic Resonance	Phổ cộng hưởng từ hạt nhân
¹ H-NMR	Nuclear Magnetic Resonance-1H	Phổ cộng hưởng từ proton
¹³ C-NMR	Nuclear Magnetic Resonance-1H	Phổ cộng hưởng từ hạt nhân ¹³ C
DEPT	Distortionless Enhancement by Polarization Transfer	Phổ DEPT
COSY	Homonuclear Correlated Spectroscopy	Phổ COSY
HMBC	Heteronuclear Multiple Bond Correlation	Phổ tương tác di hạt nhân qua nhiều liên kết
HSQC	Heteronuclear Single Quantum Coherence	Phổ tương tác trực tiếp H-C
ESI-MS	Electron Ionization-Mass Spectroscopy	Phổ khối phân sương mù điện tử
IR	Infrared spectroscopy	Phổ hồng ngoại
MS	Mass Spectroscopy	Phổ khối lượng
đnc		Điểm nóng chảy
TLC	Thin Layer Chromatography	Sắc ký bản lớp mỏng
DMSO	Dimethyl sulfoxide	

Kí hiệu/ Từ viết tắt	Tên tiếng anh	Tên tiếng việt
EtOAc	Ethyl acetate	Ethyl acetat
EtOH	Ethanol	Ethanol
MeOH	Methanol	Methanol
δ_H, δ_C		Độ chuyển dịch hóa học của proton và cacbon
ppm	Part per million	Phần triệu
s: singlet d: doublet t: triplet q: quartet		dd: doublet of doublets dt: doublet of triplets dq: doublet of quartets

DANH MỤC BẢNG

Bảng 3.1. Dữ liệu phổ $^1\text{H-NMR}$ và $^{13}\text{C-NMR}$ của hợp chất MB1	34
Bảng 3.2. Dữ liệu phổ $^1\text{H-NMR}$ và $^{13}\text{C-NMR}$ của hợp chất MB2	39

DANH MỤC HÌNH

Hình 1.1:	Cây Đậu xanh (<i>Vigna radiata</i>)	3
Hình 1.2:	Một số hợp chất flavonoid phân lập từ hạt Đậu xanh (<i>Vignaradiata</i>)	7
Hình 3.1.	Phổ ESI-MS của hợp chất MB1	32
Hình 3.2.	Phổ ¹ H-NMR của hợp chất MB1	33
Hình 3.3.	Phổ DEPT của hợp chất MB1	33
Hình 3.4.	Phổ HSQC của hợp chất MB1	35
Hình 3.5.	Phổ HMBC của hợp chất MB1	36
Hình 3.6.	Công thức cấu tạo và một số tương tác chính trên phổ HMBC của chất vitexin	36
Hình 3.7.	Phổ ESI-MS của hợp chất MB2	37
Hình 3.8.	Phổ ¹ H-NMR giãn rộng của hợp chất MB2.....	38
Bảng 3.2.	Dữ liệu phổ ¹ H-NMR và ¹³ C-NMR của hợp chất MB2	39
Hình 3.9.	Phổ ¹³ C-NMR của hợp chất MB2.....	40
Hình 3.10.	Công thức cấu tạo của hợp chất isovitexin	40
Hình 3.11.	Phổ ESI-MS của hợp chất MB3	41
Hình 3.12.	Phổ ¹ H-NMR giãn rộng của hợp chất MB3.....	42
Hình 3.13.	Phổ ¹³ C-NMR của hợp chất MB3.....	42
Hình 3.14.	Công thức cấu tạo của hợp chất luteolin.....	43
Hình 3.15.	Phổ ESI-MS của hợp chất MB4	43
Hình 3.16.	Phổ ¹ H-NMR giãn rộng của hợp chất MB4.....	44
Hình 3.17.	Phổ ¹³ C-NMR của hợp chất MB4.....	45
Hình 3.18.	Công thức cấu tạo của hợp chất taxifolin	45
Hình 3.19.	Phổ ESI-MS của hợp chất MB5	46
Hình 3.20.	Phổ ¹ H-NMR giãn rộng của hợp chất MB5	47
Hình 3.21.	Phổ DEPT của hợp chất MB5.....	47
Hình 3.22.	Phổ HMBC của hợp chất MB5	48
Hình 3.23.	Công thức cấu tạo và một số tương tác chính trên phổ HMBC của hợp chất catechin.....	48
Hình 3.24.	Các hợp chất phân lập được từ dịch chiết EtOAc vỏ hạt đỗ xanh (<i>Vigna radiata</i>).....	49

DANH MỤC SƠ ĐỒ

Sơ đồ 2.1. Sơ đồ ngâm chiết vỏ hạt đậu xanh (<i>Vigna radiata</i>)	26
Sơ đồ 2.2. Sơ đồ phân lập các hợp chất từ cặn EtOAc của vỏ đậu xanh (<i>Vigna radiata</i>)	28