



ISSN 1859 - 1043

Tạp chí

**NGHIÊN CỨU KHOA HỌC
VÀ CÔNG NGHỆ QUÂN SỰ**

**GẮN KẾT KHOA HỌC CƠ BẢN
VỚI KHOA HỌC TRÁI ĐẤT - 2018**

SỐ ĐẶC SAN

04 - 2018

VIỆN KHOA HỌC VÀ CÔNG NGHỆ QUÂN SỰ

Tạp chí
NGHIÊN CỨU
KHOA HỌC VÀ CÔNG NGHỆ QUÂN SỰ

MỤC LỤC
NGHIÊN CỨU KHOA HỌC CÔNG NGHỆ

Hóa học & Môi trường

- | | | |
|-----------|---|----------------|
| 01 | Công Tiến Dũng, Đồng Quang Thức, Phương Thảo
Ảnh hưởng của chất rắn lơ lửng đến khả năng tái sử dụng nước thải từ quá trình mài đá trong sản xuất đá nhân tạo. | 05 - 11 |
| 02 | Vũ Thị Minh Hồng, Phạm Tiến Dũng
Tổng hợp và nghiên cứu ảnh hưởng của pha phụ trợ xúc tác ZSM-5 trên nền bentonit Thuận Hải đến độ chuyển hóa của phản ứng cracking cặn dầu Bạch Hồ. | 12 - 18 |
| 03 | Nguyễn Đức Minh, Ứng Thị Lý, Nguyễn Tiến Trung, Dương Tuấn Quang, Vũ Thị Ngân
Nghiên cứu lý thuyết cấu trúc và độ bền của cluster Germani pha tạp mangan ở dạng trung hòa, cation và anion, $Ge_nMn^{-0/+}$ ($n=1-10$). | 19 - 25 |
| 04 | Trương Thị Thu Hiền, Nguyễn Thị Thu Hiền, Đỗ Thanh Tuấn, Nguyễn Phan Hằng, Nguyễn Bá Hưng
Các hợp chất Lignan và Flavone glycoside từ cây cà gai leo ở Việt Nam. | 26 - 31 |
| 05 | Nguyễn Ngọc Sơn, Võ Hoàng Phương, Nguyễn Đình Dương, Nguyễn Thị Hương
Nghiên cứu chế tạo và đánh giá độ bền lão hóa vật liệu cao su Blend CIIR/NR. | 32 - 39 |
| 06 | Võ Thị Hạnh, Đỗ Thị Hải, Lê Thị Phương Thảo, Phạm Thị Năm, Đinh Thị Mai Thanh
Các đặc trưng hóa lý của màng Hydroxyapatit pha tạp bạc trên nền thép không gỉ 316L. | 40 - 45 |
| 07 | Nguyễn Thị Hương, Võ Hoàng Phương, Nguyễn Việt Hưng, Nguyễn Đình Dương, Nguyễn Ngọc Sơn, Phạm Tuấn Anh
Nghiên cứu khảo sát và định hướng chế tạo dung dịch bảo quản thể hệ mới cho vũ khí trang bị kỹ thuật. | 46 - 52 |
| 08 | Nguyễn Việt Hùng, Công Tiến Dũng, Nguyễn Hoàng Nam, Nguyễn Mạnh Hà
Nghiên cứu chế tạo vật liệu nano bạc/đá ong ứng dụng cho xử lý vi khuẩn trong nước. | 53 - 60 |
| 09 | Nguyễn Hoàng Nam, Công Tiến Dũng, Hoàng Thị Chung, Nguyễn Việt Hùng, Nguyễn Mạnh Hà
Nghiên cứu điều chế etanol từ vỏ quả cà phê - Robusta ở tỉnh Lâm Đồng Việt Nam bằng phương pháp sinh học. | 61 - 66 |

- 10 **Lê Thị Duyên, Lê Thị Phương Thảo, Đỗ Thị Hải, Võ Thị Hạnh, Công Tiến Dũng, Phạm Thị Năm, Nguyễn Thị Thơm, Cao Thị Hồng, Lê Thị Sáu, Cao Thùy Linh, Đinh Thị Mai Thanh** 67 - 75
Nghiên cứu khả năng xử lý Cu^{2+} trong nước bằng hạt hấp phụ Hydroxyapatit.
- 11 **Đào Thế Nam, Lê Thị Hải Anh, Vũ Minh Thành, Đoàn Tuấn Anh, Nguyễn Trung Dũng, Nguyễn Văn Tiến, Vũ Ngọc Duy, Nguyễn Tuấn Hồng, Nguyễn Văn Thao** 76 - 82
Nghiên cứu xử lý bề mặt sợi cacbon Culon-500 bằng axit nitric.
- 12 **Nguyễn Thị Kim Thoa, Vũ Kim Thư, Ninh Khắc Bản, Đỗ Thị Trang, Phan Văn Kiệm** 83 - 87
Các hợp chất Triterpenoid và Ecdysteroid từ lá loài mạn kinh.
- 13 **Phạm Xuân Núi, Đinh Xuân Hoàng, Nguyễn Khắc Giảng, Phạm Thị Vân Anh, Tô Xuân Bản** 88 - 94
Sử dụng quặng perlite làm vật liệu hấp phụ cho quá trình xử lý ô nhiễm Pb^{2+} trong nước.
- 14 **Đỗ Thị Hải, Võ Thị Hạnh, Lê Thị Duyên, Phạm Thị Năm, Đinh Thị Mai Thanh** 95 - 99
Nghiên cứu quá trình trao đổi ion giữa màng Hydroxyapatit và dung dịch bạc Nitrat.
- 15 **Vũ Minh Thành, Phạm Tuấn Anh, Đào Hồng Bách, Trần Thị Thu Trang, Vũ Thu Thủy, Lê Văn Thụ, Công Tiến Dũng** 100 - 106
Nghiên cứu ảnh hưởng của thành phần phối liệu đến cấu trúc và tính chất của phối ban đầu vật liệu Compozit cacbon-cacbon.
- 16 **Nguyễn Văn Thắng, Nguyễn Mạnh Tường, Nguyễn Trần Hùng** 107 - 114
Đặc trưng nhiệt động học, động học quá trình tổng hợp nano silic từ trấu.
- 17 **Công Tiến Dũng, Vũ Thị Hồng Huệ, Vũ Minh Thành, Nguyễn Thị Nhân, Đào Thị Hồng Vân, Lê Văn Thụ** 115 - 120
Phân tích tính chất màng phủ kỵ nước cho kính quang học sử dụng trong môi trường biển đảo.
- 18 **Nguyễn Văn Khanh, Phạm Thị Năm, Nguyễn Thị Thơm, Nguyễn Thu Phương, Phạm Tiến Dũng, Vũ Anh Tuấn, Đinh Thị Mai Thanh** 121 - 129
Đặc trưng vật liệu Graphen tổng hợp bằng phương pháp khử nhiệt, định hướng ứng dụng làm siêu tụ điện.
- 19 **Mai Van Phuoc, Nguyen Duc Hung** 130 - 135
Some factors affecting on the composition of CeO_2 and CuO in $\text{Ni-CeO}_2\text{-CuO}$ composite plating.
- Vật lý & Khoa học vật liệu*
- 20 **Lâm Thị Hằng, Lê Thị Mai Oanh, Đào Việt Thắng, Nguyễn Mạnh Hùng, Đỗ Danh Bích** 136 - 142
Nghiên cứu chế tạo, tính chất vật lý và khả năng quang xúc tác của vật liệu tổ hợp $g\text{-C}_3\text{N}_4/\text{TiO}_2$.
- 21 **Lê Thị Vinh, Hà Thị Phượng, Hoàng Thị Khuyên, Trần Thu Hương** 143 - 149
Đặc tính quang của vật liệu nano phát quang Europium phosphate nhằm ứng dụng trong y sinh.

CÁC HỢP CHẤT ECDYSTEROID VÀ TRITERPENOID TỪ LÁ LOÀI MẠN KINH

Nguyễn Thị Kim Thoa^{1*}, Vũ Kim Thư¹, Ninh Khắc Bản²,
Đỗ Thị Trang², Phan Văn Kiệm²

Tóm tắt: Bằng các phương pháp sắc ký kết hợp, một hợp chất ecdysteroid, rubrosterone (1) và hai hợp chất triterpenoid, euscaphic acid (2) và tormentic acid (3) đã được phân lập từ dịch chiết methanol của lá loài mạn kinh (*Vitex trifolia* L.). Cấu trúc của các hợp chất này được xác định bằng phương pháp phổ cộng hưởng từ hạt nhân NMR cũng như kết hợp so sánh với các hợp chất tham khảo. Hợp chất 1 lần đầu tiên được tìm thấy ở chi *Vitex*.

Từ khóa: *Vitex trifolia*; Ecdysteroid; Triterpenoid; Ursane.

1. MỞ ĐẦU

Lá loài mạn kinh *Vitex trifolia* L., thuộc họ Cỏ roi ngựa (*Verbanesceae*), là một loài cây bụi nhiệt đới, phân bố chủ yếu ở các quốc gia thuộc khu vực Châu Á-Thái Bình Dương, như Ấn Độ, Srilanka, Trung Quốc, Philippines, Indonesia,... [1]. Trong dân gian, lá loài *Vitex trifolia* được sử dụng để chữa đau khớp, viêm phổi, giảm đau, chống co giật,... [2]. Các nghiên cứu về thành phần hóa học của loài *Vitex trifolia* cho biết sự có mặt của các nhóm chất như 20-hydroxyecdysone, ecdysteroid, flavonoid, lignan, triterpenoid, iridoid,... [2]. Bài báo này thông báo kết quả phân lập và xác định cấu trúc của hai hợp chất triterpenoid và một hợp chất ecdysteroid từ dịch chiết methanol của loài *V. trifolia*.

2. THỰC NGHIỆM VÀ PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

2.1. Mẫu thực vật

Mẫu lá loài mạn kinh *Vitex trifolia* L. được thu hái tại Vườn quốc gia Bạch Mã, Thừa Thiên Huế, Việt Nam vào tháng 9/2015. Tên khoa học được PGS. TS. Ninh Khắc Bản giám định. Mẫu tiêu bản được lưu tại viện Phòng Tài nguyên sinh vật, Viện Hóa sinh biển, Viện Hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam.

2.2. Hóa chất thiết bị

Sắc ký lớp mỏng (TLC): Thực hiện trên bản mỏng tráng sẵn DC-Alufolien 60 F₂₅₄ (0,25 mm, Merck), RP-18 F_{254s} (0,25 mm, Merck); phát hiện chất bằng đèn tử ngoại ở hai bước sóng 254 nm và 365 nm hoặc dùng thuốc thử là dung dịch H₂SO₄ 10% được phun đều lên bản mỏng, sấy khô rồi hơi nóng từ từ đến khi hiện màu.

Sắc ký cột (CC): Được tiến hành với chất hấp phụ là Silica gel có cỡ hạt là 0,040 - 0,063 mm (230 - 400 mesh), pha đảo pha đảo RP-18 (30 - 50 μm, Fuji Silysia Chemical Ltd.).

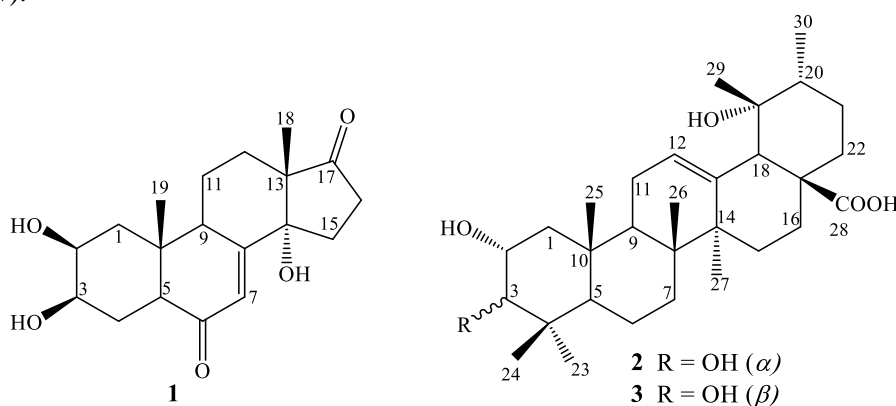
Phổ cộng hưởng từ hạt nhân (NMR): Đo trên máy Bruker DRX 500 (¹H-NMR, 500 MHz; ¹³C-NMR, 125 MHz) của Viện Hóa học, Viện Hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam.

2.3. Phân lập các hợp chất

Lá loài *V. trifolia* sau khi phơi khô, nghiền thành bột mịn (2,2kg), được ngâm chiết với methanol (3 lần x 4L) bằng thiết bị siêu âm (ở 50°C, mỗi lần 1 giờ). Các dịch chiết được gom lại, lọc qua giấy lọc và cất thu hồi dung môi dưới áp suất giảm thu được 350g cặn chiết methanol. Cặn chiết này được hòa vào 2 lít nước cất và tiến hành chiết phân bố lần lượt với CH₂Cl₂ và EtOAc thu được cặn CH₂Cl₂ (VIT1, 51,0g), cặn EtOAc (VIT2, 27,0g), và cặn nước (VIT3, 52,0g) sau khi cất thu hồi dung môi dưới áp suất giảm.

Phân đoạn VIT2 được phân bố đều trong methanol, tẩm với silica gel, quay khô loại bỏ dung môi, nghiền mịn đưa lên cột sắc ký silica gel với hệ dung môi rửa giải gradient *n*-hexane:acetone (100:0 → 0:1, v/v) thu được bốn phân đoạn chính, VIT2A-VIT2D. Phân đoạn VIT2B tiếp tục được phân tách trên sắc ký cột RP-18 với hệ dung môi rửa giải acetone:nước (1,5:1, v/v) thu được hai phân đoạn, VIT2B1 và VIT2B2. VIT2B2 được tinh chế bằng sắc ký cột silica gel với hệ dung môi rửa giải *n*-hexane:EtOAc (1,1:1, v/v) thu được hợp chất **2** (12,0 mg) và **3** (10,0 mg).

Phân đoạn VIT2D được đưa lên cột sắc ký silica gel với hệ dung môi rửa giải CH₂Cl₂:MeOH (10:1, v/v) thu được ba phân đoạn nhỏ hơn, VIT2D1-VIT2D3. VIT2D2 được phân tách trên sắc ký cột RP-18 với hệ dung môi rửa giải MeOH:nước (1:1,5, v/v) thu được hai phân đoạn, VIT2D2A và VIT2D2B. Hợp chất **1** (8,0 mg) thu được sau khi tinh chế phân đoạn VIT2D2A bằng sắc ký cột silica gel với hệ dung môi CH₂Cl₂:MeOH (12:1, v/v).



Hình 1. Cấu trúc hóa học của các hợp chất 1-3.

Rubrosterone (1): chất bột vô định hình màu trắng; $[\alpha]_D^{25}$: +120,0 (*c* 0,1, MeOH); C₁₉H₂₆O₅; khối lượng phân tử: 334; ¹H- và ¹³C-NMR (CD₃OD): xem bảng 1.

Euscaphic acid (2): chất bột vô định hình, màu trắng; $[\alpha]_D^{25}$: +20,0 (*c* 0,1, MeOH); C₃₀H₄₈O₅; khối lượng phân tử: 488; ¹H- và ¹³C-NMR (DMSO-*d*₆): xem bảng 1.

Tormentic acid (3): chất bột vô định hình, màu trắng; $[\alpha]_D^{25}$: +29,0 (*c* 0,1, MeOH); C₃₀H₄₈O₅; khối lượng phân tử: 488; ¹H- và ¹³C-NMR (DMSO-*d*₆): xem bảng 1.

3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

Hợp chất **1** thu được dưới dạng bột, màu trắng. Trên phổ ¹H-NMR của hợp chất **1** xuất hiện tín hiệu của một proton olefine tại δ_H 5,93 (br s), hai proton oxymethine tại δ_H 3,98 (br s), 3,85 (m) và hai nhóm methyl tại δ_H 1,01 (s), 0,90 (s). Phổ ¹³C-NMR và DEPT của **1** xuất hiện tín hiệu của 19 nguyên tử carbon, bao gồm hai carbon carbonyl tại δ_C 220,9, 206,3, hai carbon olefine tại δ_C 164,9 và 122,4, ba carbon không liên kết trực tiếp với hydro tại δ_C 80,5, 54,2, 39,3, bốn carbon methine tại δ_C 68,6, 68,4, 51,9, 35,8, sáu carbon methylene tại δ_C 37,2, 34,1, 32,8, 29,1, 24,9, 20,6 và hai carbon methyl tại δ_C 24,6 và 17,6. So sánh số liệu phổ NMR của hợp chất **1** với số liệu phổ của rubrosterone [3] cho thấy phù hợp về các giá trị của δ_C tại các vị trí tương ứng. Các tương tác HMBC giữa H-2 (δ_H 3,85) và C-1 (δ_C 37,2)/C-3 (δ_C 68,4); giữa H-3 (δ_H 3,98) và C-2 (δ_C 68,6)/C-5 (δ_C 51,9) xác định vị trí của hai nhóm hydroxyl tại C-2 và C-3. Các tương tác HMBC giữa H-5 (δ_H 2,46) và C-4 (δ_C 32,8)/C-6 (δ_C 206,3)/C-7 (δ_C 122,4); giữa H-7 (δ_H 5,93) và C-5 (δ_C 51,9)/C-9 (δ_C 35,8)/C-14 (δ_C 80,5) xác định vị trí của nhóm oxo tại C-6 và liên kết đôi tại C-7/C-8. Các

Nghiên cứu khoa học công nghệ

tương tác HMBC giữa H-18 (δ_H 0,90) và C-12 (δ_C 29,1)/C-13 (δ_C 54,2)/C-14 (δ_C 80,5)/C-17 (δ_C 220,9); giữa H-15 (δ_H 2,39 và 2,52)/H-16 (δ_H 2,15) và C-17 (δ_C 220,9) xác định vị trí nhóm hydroxyl tại C-14 và nhóm oxo tại C-17. Từ những phân tích trên, có thể khẳng định hợp chất **1** là rubrosterone. Hợp chất này lần đầu tiên phân lập được từ chi *Vitex*.

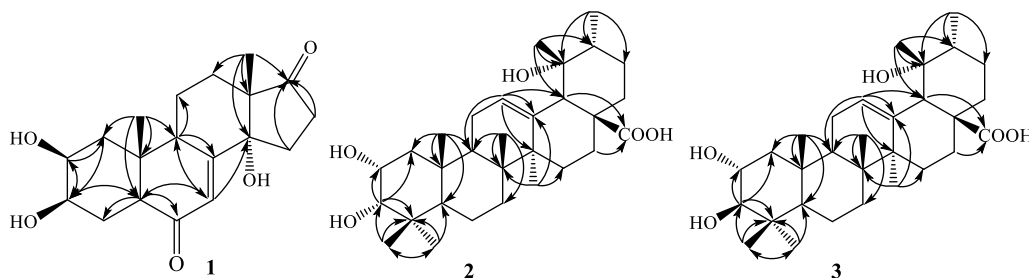
Bảng 1. Số liệu phổ 1H - và ^{13}C -NMR của hợp chất **1-3** và các hợp chất tham khảo.

C	1			$\delta_C^{\#}$	2		$\delta_C^{\$}$	3	
	$\delta_C^{\&}$	$\delta_C^{a,c}$	$\delta_H^{a,d}$ (J = Hz)		$\delta_C^{b,c}$	$\delta_H^{b,d}$ (J = Hz)		$\delta_C^{b,c}$	$\delta_H^{b,d}$ (J = Hz)
1	37,8	37,2	1,47 (t, 13,5) 1,82 (dd, 4,0, 13,5)	42,6	41,6	1,15 (m) 1,39 (m)	47,9	46,9	0,78 (br s) 1,78 (dd, 4,0, 12,5)
2	68,0	68,6	3,85 (m)	66,2	64,7	3,77 (br d, 11,0)	68,7	67,2	3,42 (m)
3	68,0	68,4	3,98 (br s)	79,3	77,9	3,15 (d, 1,0)	83,9	82,3	2,75 (dd, 4,0, 9,5)
4	32,5	32,8	1,77 (m)	38,9	38,0	-	39,8	39,0	-
5	51,6	51,9	2,46 (dd, 5,5, 12,0)	48,8	47,6	1,15 (dd, 4,0, 13,5)	56,0	54,8	0,77 (m)
6	203,3	206,3	-	18,8	17,7	1,28 (m)/1,35 (m)	19,0	18,1	1,33 (m)/1,47 (m)
7	122,0	122,4	5,93 (br s)	33,7	32,6	1,21 (m)/1,43 (m)	33,5	32,6	1,23 (m)/1,45 (m)
8	163,0	164,9	-	40,8	39,5	-	40,4	39,2	-
9	35,1	35,8	3,20 (t, 8,0)	47,8	46,5	1,66 (m)	47,8	46,7	1,62 (m)
10	38,8	39,3	-	38,8	37,8	-	38,5	37,6	-
11	20,1	20,6	1,68 (dd, 5,0, 8,0) 1,92 (m)	24,3	23,1	1,89 (m)	24,1	23,2	1,90 (m)
12	29,0	29,1	2,05 (m)/2,31 (m)	128,7	126,8	5,17 (br s)	127,9	126,7	5,17 (br s)
13	53,3	54,2	-	139,6	138,6	-	139,9	138,6	-
14	79,5	80,5	-	42,3	41,2	-	42,1	41,1	-
15	33,6	34,1	2,40 (m)/2,52 (m)	29,1	28,0	0,89 (m)/1,69 (m)	29,3	28,0	0,89 (m)/1,68 (m)
16	24,5	24,9	1,60(m)/2,15 (m)	26,3	25,2	1,39 (m)/2,49 (m)	26,4	25,2	1,38 (m)/2,49 (m)
17	17,2	220,9	-	48,3	46,9	-	48,3	47,0	-
18	17,2	17,6	0,90 (s)	54,4	53,2	2,37 (s)	54,6	53,2	2,37 (s)
19	24,7	24,6	1,01 (s)	73,2	71,6	-	72,7	71,6	-
20				42,5	41,4	1,13 (m)	42,4	41,4	1,24 (m)
21				27,0	25,9	1,12 (m)/1,61 (m)	26,9	25,9	1,13 (m)/1,62 (m)
22				38,4	37,3	1,50 (m)/1,59 (m)	38,5	37,2	1,50 (m)/1,60 (m)
23				29,5	28,9	0,88 (s)	29,3	28,8	0,93 (s)
24				22,3	21,8	0,78 (s)	17,6	17,1	0,71(s)
25				16,7	16,1	0,88 (s)	16,8	16,3	0,91 (s)
26				17,4	16,6	0,68 (s)	17,2	16,6	0,69 (s)
27				24,7	24,1	1,29 (s)	24,7	24,0	1,29 (s)
28				179,4	179,0	-	180,6	178,9	-
29				27,2	26,4	1,08 (s)	27,1	26,4	1,08 (s)
30				16,6	16,3	0,84 (d, 6,5)	16,3	16,3	0,84 (d, 6,5)

^aĐo trong CD₃OD, ^bDMSO-*d*₆, ^c125MHz, ^d500MHz, ^e δ_C của rubrosterone [3], ^f δ_C của euscaphic acid [4], ^g δ_C của tormentic acid [5].

Hợp chất **2** thu được dưới dạng bột vô định hình, màu trắng. Trên phổ 1H -NMR của **2** xuất hiện tín hiệu của một proton olefine tại δ_H 5,17 (br s), bảy nhóm methyl tại δ_H 0,68 (s), 0,78 (s), 0,84 (d, $J = 6,5$ Hz), 0,88 (s) \times 2, 1,08 (s) và 1,29 (s), hai nhóm oximethine tại δ_H 3,15 (d, $J = 1,0$ Hz) và 3,77 (br d, $J = 11,0$ Hz). Phổ ^{13}C -NMR và DEPT của **2** xuất hiện

tín hiệu của 30 nguyên tử carbon, bao gồm bảy carbon methyl, tám carbon methylene, bảy carbon methine, tám carbon không liên kết với hydro, trong đó có hai carbon olefine tại δ_C 126,8 và 138,6. Phân tích số liệu phổ ^1H - và ^{13}C -NMR của hợp chất **2** cho thấy hợp chất này có cấu trúc khung ursan-12-ene triterpene và số liệu phổ của hợp chất này tương tự với số liệu phổ của euscaphic acid [4]. Các tương tác HMBC giữa H-23 (δ_H 0,88)/H-24 (δ_H 0,78) và C-3 (δ_C 77,9)/C-4 (δ_C 38,0)/C-5 (δ_C 47,6) cho phép xác định vị trí nhóm hydroxyl tại C-3. Các tương tác HMBC giữa H-1 (δ_H 1,15 và 1,39)/H-3 (δ_H 3,15) và C-2 (δ_C 64,7) đã gợi ý vị trí nhóm hydroxyl tại C-2. Ngoài ra, hằng số tương tác giữa H-1 và H-2, $J = 11,0$ Hz [H-2: δ_H 3,77 (br d, $J = 11,0$ Hz)], còn giá trị tương ứng của H-2 và H-3 nhỏ, $J = 1,0$ Hz [H-3: δ_H 3,15 (br d, $J = 1,0$ Hz)] có thể khẳng định cấu hình của hai nhóm hydroxyl tại C-2 và C-3 lần lượt là *equatorial* và *axial*. Vị trí nhóm hydroxyl còn lại của hợp chất **2** tại C-19 được xác định dựa trên các tương tác HMBC giữa H-29 (δ_H 1,08) và C-18 (δ_C 53,2)/C-19 (δ_C 71,6)/C-20 (δ_C 41,4); giữa H-30 (δ_H 0,84) và C-19 (δ_C 71,6)/C-20 (δ_C 41,4)/C-21 (δ_C 25,9). Các tương tác HMBC giữa H-27 (δ_H 1,29) và C-8 (δ_C 39,5)/C-13 (δ_C 138,6)/C-14 (δ_C 41,2)/C-15 (δ_C 28,0); giữa H-12 (δ_H 5,17) và C-9 (δ_C 46,5)/C-14 (δ_C 41,2)/C-18 (δ_C 53,2) đã chứng minh liên kết đôi tại C-12/C-13. Từ những phân tích trên, hợp chất **2** được xác định là euscaphic acid. Hợp chất này đã được tìm thấy ở loài *V. altissima* [6], *V. negundo* [7].



Hình 2. Các tương tác HMBC chính của hợp chất 1-3.

Phân tích số liệu phổ ^1H - và ^{13}C -NMR của hợp chất **3** cho thấy khá tương tự với hợp chất **2**, gợi ý hợp chất này cũng có cấu trúc khung ursan-12-ene triterpen. Điểm khác biệt giữa hai hợp chất này, đó là tại C-3, tín hiệu cộng hưởng từ ^{13}C -NMR của hợp chất **3** (δ_C 82,3, C-3) khác biệt với của hợp chất **2** (δ_C 77,9, C-3), gợi ý sự khác biệt về cấu hình tại C-3. Thêm vào đó, trên phổ ^1H -NMR của **3**, hằng số tương tác của H-2 và H-3 lớn, $J = 9,5$ Hz [H-3: δ_H 2,75 (dd, $J = 4,0, 9,5$ Hz)], khẳng định nhóm hydroxyl tại C-3 có cấu hình *equatorial*. So sánh số liệu phổ NMR của hợp chất **3** với số liệu đã công bố của tormentic acid [5] thấy có sự tương đồng. Do đó, có thể khẳng định hợp chất **3** là tormentic acid. Hợp chất này đã được phân lập từ loài *V. trifolia* [8].

4. KẾT LUẬN

Từ lá loài mạn kinh (*Vitex trifolia* L.), sử dụng các phương pháp sắc ký kết hợp đã phân lập được một hợp chất ecdysteroid, rubrosterone (**1**) và hai hợp chất triterpenoid, euscaphic acid (**2**) và tormentic acid (**3**). Cấu trúc của các hợp chất này được xác định bằng phương pháp phổ cộng hưởng từ hạt nhân một chiều và hai chiều (1D-, 2D- NMR) kết hợp đồng thời so sánh với dữ liệu phổ của các hợp chất đã công bố trước đây. Hợp chất **1** lần đầu tiên được thông báo phân lập từ chi *Vitex*.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1]. A. K. Meena, U. S. Niranjana, M. M. Rao, M. M. Padhi, R. Babu, "A review of the important chemical constituents and medicinal uses of *Vitex* genus", Asian Pacific Journal of Tropical Medicine, Vol. 6 (2011), pp. 54-60.

- [2]. L. Kulkarni, "Vitex trifolia Linn. (Verbanaceae): a review on pharmacological and biological effects, isolated and known potential phytoconstituents of therapeutic importance", International Journal of Research in Pharmaceutical Sciences, **Vol. 3** (2012), pp. 441-445.
- [3]. C. Y. Tana, J. H. Wang, X. Li, "Phytoecdysteroid constituents from *Cyanotis arachnoidea*", Journal of Asian Natural Products Research, **Vol. 5(4)** (2003), pp. 237-240.
- [4]. J.J. Cheng, L.J. Zhang, H.L. Cheng, C.T. Chiou, I. J. Lee, Y.H. Kuo, "Cytotoxic hexacyclic triterpene acids from *Euscaphis japonica*", Journal of Natural Products, **Vol. 73** (2010), pp. 1655-1658.
- [5]. J. L. Jin, Y. Y. Lee, J. E. Heo, S. Lee, J. M. Kim, H. S. Y. Choi, "Anti-platelet pentacyclic triterpenoids from leaves of *Campsis grandiflora*", Archives of Pharmacal Research, **Vol. 27** (2004), pp. 376-380.
- [6]. C. Sridhar, K. V. Rao, G. V. Subbaraju, "Flavonoids, triterpenoids and a lignan from *Vitex altissima*", Phytochemistry, **Vol. 66** (2005), pp. 1707-1712.
- [7]. M. M. Li, X. Q. Su, J. Sun, Y. F. Gu, Z. Huang, K. W. Zeng, Q. Zhang, Y. F. Zhao, D. Ferreira, J. K. Zjawiony, J. Li, P. F. Tu, "Anti-inflammatory ursane- and oleanane-type triterpenoids from *Vitex negundo* var. *cannabifolia*", Journal of Natural Products, **Vol. 77** (2014), pp. 2248-2254.
- [8]. Y. S. Chen, J. M. Xie, H. Yao, X. Y. Lin, Y. H. Zhang, "Studies on triterpenoids of *Vitex trifolia*", Journal of Chinese medicinal materials, **Vol. 33(6)** (2010), pp. 908-910.

ABSTRACT

ECDYSTEROIDS AND TRITERPENOIDS FROM THE LEAVES OF VITEX TRIFOLIA

Using combined chromatographic methods, one ecdysteroid, rubrosterone (1), and two triterpenoids, euscaphic acid (2) and tormentic acid (3) were isolated from the methanol extract of the leaves of *Vitex trifolia*. Their structures were elucidated by 1D-, 2D-NMR spectra as well as in comparison with those reported in the literature. Compound 1 was reported from *Vitex* genus for the first time.

Keywords: Vitex trifolia; Ecdysteroid; Triterpenoid; Ursane.

Nhận bài ngày 17 tháng 02 năm 2018

Hoàn thiện ngày 19 tháng 03 năm 2018

Chấp nhận đăng ngày 02 tháng 04 năm 2018

Địa chỉ: ¹ Khoa Khoa học cơ bản, Trường Đại học Mở Địa chất
² Viện Hóa sinh biển, Viện Hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam.
*Email: thoanguyenmdc@gmail.com.