

## KẾT QUẢ NGHIÊN CỨU THÀNH PHẦN HOÁ HỌC CÂY TRÔM LEO

Lê Chí Hoan<sup>1,2</sup>, Nguyễn Thuỳ Linh<sup>1</sup>, Phạm Văn Cường<sup>1</sup>, Đoàn Thị Mai Hương<sup>1,\*</sup>,  
Djaja D. Soejarto<sup>3</sup>, Nguyễn Văn Hùng<sup>1,\*</sup>, Châu Văn Minh<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Viện Hóa sinh biển, Viện KHCNVN, 18 Hoàng Quốc Việt, Cầu Giấy, Hà Nội

<sup>2</sup>Trường Đại học Vinh, Nghệ An

<sup>3</sup>Trường Đại học Illinois – Chicago, Hoa Kỳ

\*Email: [doanhuong7@yahoo.com](mailto:doanhuong7@yahoo.com); [huongdm@imbc.vast.vn](mailto:huongdm@imbc.vast.vn)

Đến Tòa soạn: 5/6//2011; Chấp nhận đăng: 26/4//2012

### TÓM TẮT

Loài *Byttneria aspera* Colebr có tên tiếng việt là Trôm leo thuộc họ Trôm (Sterculiaceae). Trước đây, trong khuôn khổ dự án hợp tác quốc tế ICBG về nghiên cứu đa dạng sinh học Việt Nam – Lào, chúng tôi đã thu hái cây tại Vườn Quốc gia Cúc Phương và đã phân lập được 6 hợp chất từ rễ cây Trôm leo. Tiếp tục nghiên cứu về thành phần hóa học của loài cây này, chúng tôi đã phân lập được thêm 8 hợp chất là 3 $\beta$ -hydroxytaraxer-14-ene-1-one (**7**), epigallocatechin (**8**), polystachyol (**9**), threo and erythro-anethole glycol (**10**), syringic acid (**11**) and 2-hydroxy-4'-methoxypropiophenone (**12**). Cấu trúc của các chất được xác định bằng các phương pháp phổ MS, NMR 1D và 2D.

*Từ khóa:* Sterculiaceae, *Byttneria aspera*, Trôm leo, epigallocatechin, polystachyol

### 1. MỞ ĐẦU

Cây Trôm leo có tên la tinh là *Byttneria aspera* Colebr, thuộc họ Trôm (Sterculiaceae). Ở Việt Nam, cây được dùng sắc nước cho phụ nữ có thai uống để dễ sinh nở [1]. Rễ cây Trôm leo được thu hái tại Vườn Quốc gia Cúc Phương trong khuôn khổ dự án hợp tác quốc tế ICBG về nghiên cứu đa dạng sinh học Việt Nam - Lào. Trước đây, khi nghiên cứu thành phần hóa học của rễ cây, chúng tôi đã phân lập được 6 hợp chất từ rễ cây Trôm leo (**1-6**) [2], trong khuôn khổ bài báo này, chúng tôi tiếp tục công bố thêm 6 hợp chất và 1 hỗn hợp 2 đồng phân (**7-12**) được phân lập từ rễ cây Trôm leo.

### 2. THỰC NGHIỆM VÀ PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

#### 2.1. Thiết bị và nguyên liệu

Điểm nóng chảy được đo trên máy Boetius. Phổ NMR được đo trên máy Bruker Avance 500 MHz với TMS làm chất chuẩn nội. Phổ khối lượng được đo trên máy sắc kí

lông ghép với khối phổ Agilent 1100. Sắc kí lớp mỏng (TLC) được thực hiện trên bản mỏng silicagel Merk 60 F<sub>254</sub>. Sắc kí cột được tiến hành với silica gel cỡ hạt 40 - 63  $\mu\text{m}$  và sephadex LH-20 (Aldrich).

Rễ cây *B. Aspera* Colebr. được ThS. Nguyễn Mạnh Cường – Vườn Quốc gia Cúc Phương thu hái tại Vườn Quốc gia Cúc Phương tháng 4 năm 2008. Mẫu tiêu bản kí hiệu là SVA0087 được lưu giữ tại Vườn Quốc gia Cúc Phương.

## 2.2. Xử lí mẫu thực vật và chiết tách

Rễ cây tươi được thu hái, sấy khô trong phòng có hệ thống hút ẩm và xay nhỏ thu được 8 kg nguyên liệu bột khô. Nguyên liệu khô (8 kg) được ngâm chiết với dung môi MeOH (10 L  $\times$  3 lần  $\times$  18 giờ/lần). Tổng dịch chiết được cất loại dung môi dưới áp suất giảm thu được 1,48 kg cặn chiết MeOH. Cho EtOAc (1,5 L  $\times$  3 lần) vào trong bình chứa cặn MeOH, khuấy nóng trong 10 phút, sau đó tách lấy dịch EtOAc và cất loại dung môi dưới áp suất giảm thu được 120 g cặn EtOAc. Tiến hành sắc kí cột silica gel cặn EtOAc với hệ dung môi *n*-hexan/EtOAc gradient và EtOAc/MeOH/ 2 % axit fomic, chúng tôi thu được 15 phân đoạn chính F1-F15. Phân đoạn F4 kết tinh trong hệ dung môi CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>/MeOH cho chất **5** (50 mg) dưới dạng tinh thể hình que màu trắng. Phân đoạn F5 kết tinh trong hệ dung môi CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>/MeOH cho chất **7** (23 mg) dưới dạng tinh thể hình kim màu trắng. Phân đoạn F8 (2,6 gam) sau khi chạy cột silica gel với hệ dung môi *n*-hexan/axeton gradient cho 5 phân đoạn nhỏ F8.1 - F8.5. Phân đoạn F8.2 được tinh chế trên cột silica gel với hệ dung môi *n*-hexan/axeton gradient cho 13,4 mg chất **12**. Phân đoạn F10 được tiến hành sắc kí cột Sephadex với hệ dung môi CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>/MeOH (1/9) thu được chất **1** (24,5 mg) và chất **2** (12,7 mg). Phân đoạn F12, sau khi chạy cột silica gel với hệ dung môi CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>/MeOH gradient, thu được 10 phân đoạn nhỏ kí hiệu từ F12.1-F12.10. Từ phân đoạn F12.1, sau khi tinh chế trên cột silica gel với hệ dung môi *n*-hexan/axeton gradient, thu được chất **4** (6,3 mg). Phân đoạn F12.3 được phân lập tiếp bằng sắc kí cột Sephadex với hệ dung môi CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>/MeOH (1/9) thu được chất **10** (23,4 mg) và chất **11** (7,7 mg). Phân đoạn F12.9 được tinh chế trên cột silica gel với hệ dung môi CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>/axeton gradient, cho chất **6** (7,5 mg). Phân đoạn F12.10 được tinh chế trên cột silica gel với hệ dung môi CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>/MeOH gradient thu được chất **3** (17 mg). Phân đoạn F13 (34,06 g) được hoà với dung môi EtOAc, tách lấy phần dịch tan trong EtOAc rồi loại dung môi dưới áp suất giảm thu được 10,28 g cặn chất kí hiệu là F13E. Tiến hành sắc kí cột silica gel cặn F13E với hệ dung môi CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>/MeOH gradient thu được 10 phân đoạn nhỏ kí hiệu là F13E.1-F13E.10. Phân đoạn F13E.3 được tinh chế trên cột silica gel với hệ dung môi CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>/axeton gradient và cột Sephadex với hệ dung môi CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>/MeOH (15/85) thu được chất **9** (7,9 mg). Gộp hai phân đoạn F13E5 và F13E6 rồi tiến hành sắc kí cột silica gel với hệ dung môi CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>/axeton gradient và cột Sephadex (100% MeOH) thu được chất **8** (42,6 mg).

**3 $\beta$ -hydroxytaraxer-14-ene-1-one (7):** Tinh thể hình kim, màu trắng; <sup>1</sup>H-NMR (CDCl<sub>3</sub>, 500 MHz)  $\delta_{\text{H}}$  (ppm): 0,81 (3H, s, H-28); 0,90 (3H, s, H-30); 0,95 (3H, s, H-29); 0,98 (3H, s, H-27); 1,03 (6H, s, H-23 và H-24); 1,12 (3H, s, H-26); 1,32 (3H, s, H-25); 0,95 (1H, m, H-5); 5,50 (1H, dd, 3,0 và 8,0, H-15); 3,45 (1H, m, H-3); 0,95 (1H, m, H-5); 0,98 (1H, m, H-18); 3,06 (1H, dd, 11,5; 11,5; Ha-2); 2,35 (1H, dd, 5,0; 11,5; Hb-2); 2,01 (1H, m, H-9); 1,99 (1H, m, Ha-7); 1,30 (1H, m, Hb-7); 1,33 (1H, m, Ha-19); 1,00 (1H, m, Hb-19); 1,68 (1H, m, Ha-11); 1,47 (1H, m, Hb-11); 1,27 (1H, m, Ha-21); 1,33 (1H, m, Hb-21); 1,40 (1H, m, Ha-22); 1,00 (1H, m, Hb-22); 1,64 (1H, m, Ha-12); 1,39 (1H, m, Hb-12); 1,62 (1H, m, Ha-6); 1,47 (1H, m, Hb-6); 1,92 (1H, m, Ha-16); 1,65 (1H, m, Hb-16). <sup>13</sup>C-NMR (CDCl<sub>3</sub>, 125 MHz)  $\delta_{\text{C}}$  (ppm): 212,1 (C-1); 44,3 (C-

2); 79,2 (C-3); 39,4 (C-4); 54,5 (C-5); 18,5 (C-6); 40,2 (C-7); 38,7 (C-8); 41,8 (C-9); 54,1 (C-10); 18,2 (C-11); 33,9 (C-12); 37,7 (C-13); 157,6 (C-14); 116,9 (C-15); 37,7 (C-16); 35,7 (C-17); 48,8 (C-18); 36,6 (C-19); 28,7 (C-20); 33,1 (C-21); 35,1 (C-22); 28,4 (C-23); 15,9 (C-24); 15,2 (C-25); 25,8 (C-26); 21,6 (C-27); 29,9 (C-28); 33,4 (C-29); 29,9 (C-30).

**Epigallocatechin (8):** Chất rắn, màu trắng, điểm nóng chảy 219 – 221 °C; EI-MS ( $m/z$ ): 307  $[M+H]^+$ ;  $^1H$ -NMR ( $CD_3OD$ , 500 MHz)  $\delta_H$  (ppm): 2,75 (1H, dd,  $J = 2,5$  và 16,5 Hz, H-4a); 2,88 (1H, dd,  $J = 4,5$  và 16,5 Hz, H-4b); 4,18 (1H, m, H-3); 4,77 (1H, s, H-2); 5,93 (1H, d,  $J = 2,0$  Hz, H-6); 5,95 (1H, d,  $J = 2,0$  Hz, H-8); 6,53 (2H, s, H-2' và H-6');  $^{13}C$ -NMR ( $CD_3OD$ , 125 MHz)  $\delta_C$  (ppm): 29,1 (C-4); 67,5 (C-3); 79,9 (C-2); 95,9 (C-8); 96,4 (C-6); 101,1 (C-10); 107,0 (C-2' và C-6'); 131,5 (C-1'); 133,6 (C-4'); 146,7 (C-5' và C-3'); 157,3 (C-9); 157,7 (C-5); 158,0 (C-7).

**Polystachyol (9):** Chất rắn, màu trắng; EI-MS ( $m/z$ ): 421  $[M+H]^+$ ;  $^1H$ -NMR ( $CD_3OD$ , 500 MHz)  $\delta_H$  (ppm): 1,64 (1H, m, H-8'); 1,98 (1H, m, H-8); 2,59 (1H, dd,  $J = 11,5$  và 15,0 Hz, H-7'a); 2,72 (1H, dd,  $J = 5,0$  và 15,0 Hz, H-7'b); 3,39 (3H, s, 5'-OMe); 3,49-3,52 (3H, m, H-9a, H-9b và H-9'a); 3,60 (1H, dd,  $J = 5,0$  và 11,0 Hz, H-9'b); 3,75 (6H, s, 3-OMe và 5-OMe); 3,87 (3H, s, 3'-OMe); 4,32 (1H, d,  $J = 6,0$  Hz, H-7); 6,40 (2H, s, H-2 và H-6); 6,61 (1H, s, H-2');  $^{13}C$ -NMR ( $CD_3OD$ , 125 MHz)  $\delta_C$  (ppm): 33,6 (C-7'); 40,9 (C-8'); 42,3 (C-7); 49,3 (C-8); 56,6 (3'-OCH<sub>3</sub>); 56,8 (3-OCH<sub>3</sub> và 5-OCH<sub>3</sub>); 60,2 (5'-OCH<sub>3</sub>); 64,2 (C-9); 66,8 (C-9'); 106,9 (C-2 và C-6); 107,8 (C-2'); 126,3 (C-6'); 130,2 (C-1'); 134,4 (C-4); 138,9 (C-4'); 139,3 (C-1); 147,7 (C-5'); 148,7 (C-3'); 149,0 (C-3 và C-5).

**Hỗn hợp threo và erythro của anethole glycol (10):** Tinh thể hình kim, màu trắng.

**Threo:**  $^1H$ -NMR ( $CDCl_3$ , 500 MHz)  $\delta_H$  (ppm): 1,02 (3H, d,  $J = 6,0$  Hz, Me); 3,80 (3H, s, OMe); 3,82 (1H, qd,  $J = 6,5$ ; 7,5 Hz, H-2); 4,30 (1H, d,  $J = 7,5$  Hz, H-3); 6,88 (2H, m, H-3' và H-5'); 7,26 (2H, m, H-2' và H-6');  $^{13}C$ -NMR ( $CDCl_3$ , 125 MHz)  $\delta_C$  (ppm): 18,7 (C-1); 55,2 (OMe); 72,2 (C-2); 79,1 (C-3); 113,9 (C-3' và C-5'); 128,0 (C-2' và C-6'); 133,1 (C-1'); 159,4 (C-4').

**Erythro:**  $^1H$ -NMR ( $CDCl_3$ , 500 MHz)  $\delta_H$  (ppm): 1,07 (3H, d,  $J = 6,0$  Hz, Me); 3,80 (3H, s, OMe); 3,96 (1H, qd,  $J = 4,5$  và 6,0 Hz, H-2); 4,59 (1H, d,  $J = 4,5$  Hz, H-3); 6,88 (2H, m, H-3' và H-5'); 7,26 (2H, m, H-2' và H-6');  $^{13}C$ -NMR ( $CDCl_3$ , 125 MHz)  $\delta_C$  (ppm): 17,4 (C-1); 55,2 (OMe); 71,3 (C-2); 77,2 (C-3); 113,8 (C-3' và C-5'); 127,9 (C-2' và C-6'); 132,4 (C-1'); 159,2 (C-4').

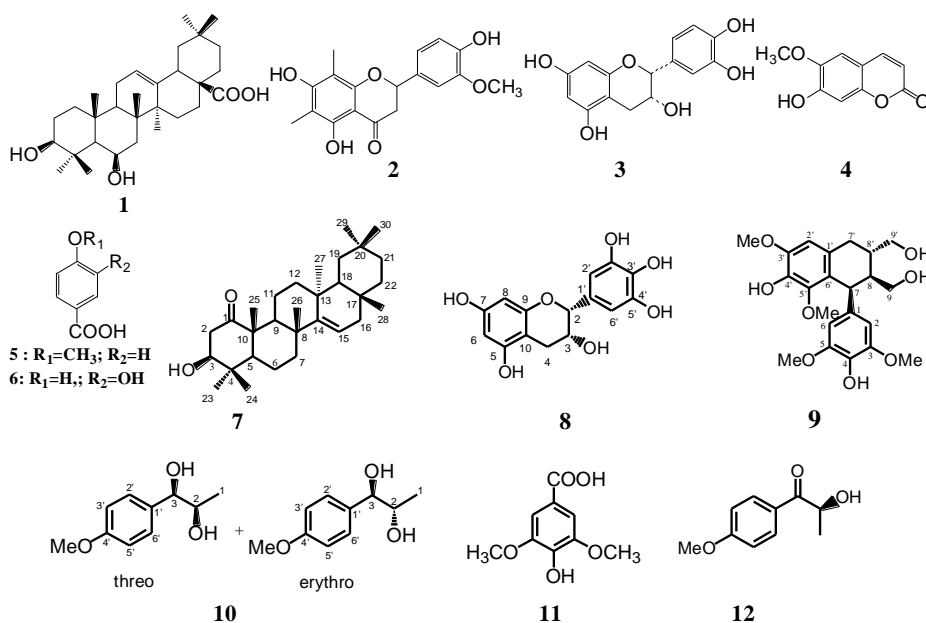
**Axit syringic (11):** Chất rắn, màu trắng;  $^1H$ -NMR ( $CDCl_3$ , 500 MHz)  $\delta_H$  (ppm): 3,96 (6H, s, 2xOCH<sub>3</sub>); 7,40 (2H, s, H-2 và H-6).

**2-Hydroxy-4'-methoxypropiophenone (12):** Dạng dầu, màu vàng; ESI-MS  $m/z$  181  $[M+H]^+$ ;  $^1H$ -NMR ( $CDCl_3$ , 500 MHz)  $\delta_H$  (ppm): 1,43 (3H, d,  $J = 7,0$  Hz, H-3); 3,88 (3H, s, 4'-OMe); 5,10 (1H, q,  $J = 6,5$  Hz, H-2); 6,96 (2H, dd,  $J = 1,5$  và 9,0 Hz, H-3' và H-5'); 7,90 (2H, dd,  $J = 1,5$  và 9,0 Hz, H-2' và H-6');  $^{13}C$ -NMR ( $CDCl_3$ , 125 MHz)  $\delta_C$  (ppm): 22,6 (C-3); 55,5 (4'-OMe); 68,8 (C-2); 114,0 (C-3' và C-5'); 126,0 (C-1'); 131,0 (C-2' và C-6'); 164,1 (C-4'); 200,7 (C-1).

### 3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

Từ cặn chiết EtOAc, sau khi tiến hành sắc kí cột nhiều lần và kết tinh chúng tôi thu được thêm 5 hợp chất và một hỗn hợp 2 chất là đồng phân của nhau (7-12). Cấu trúc của

các hợp chất được xác định bằng sự kết hợp các phương pháp phổ khối lượng (MS), phổ cộng hưởng từ hạt nhân NMR.



Hợp chất **7** thu được dưới dạng tinh thể hình kim màu trắng. Phổ  $^{13}\text{C}$ -NMR và DEPT cho tín hiệu của 30 cacbon trong đó 3 cacbon lai hoá  $\text{sp}^2$  và 27 cacbon lai hoá  $\text{sp}^3$  ứng với 8 nhóm methyl ( $\delta_{\text{C}}$  15,2; 15,9; 21,6; 25,8; 28,4; 2 x 29,9; 33,4), chín nhóm metylen, 5 nhóm metin và tám cacbon bậc bốn. Trên phổ  $^{13}\text{C}$ -NMR tại vùng trường thấp xuất hiện tín hiệu của một cacbon carbonyl ở  $\delta_{\text{C}}$  212,2 (C-1), một cacbon bậc bốn  $\text{sp}^2$  ở  $\delta_{\text{C}}$  157,6 (C-14), một cacbon metin ở  $\delta_{\text{C}}$  116,9 (C-15) và một tín hiệu của một cacbon metin  $\text{sp}^3$  tại  $\delta_{\text{C}}$  79,2 (C-3). Trên phổ  $^1\text{H}$ -NMR xuất hiện tín hiệu của các proton thuộc nhóm methyl ở  $\delta_{\text{H}}$  0,81 ( $\text{CH}_3$ -28); 0,90 ( $\text{CH}_3$ -30); 0,95 ( $\text{CH}_3$ -29); 0,98 ( $\text{CH}_3$ -27); 2x1,03 ( $\text{CH}_3$ -23 và  $\text{CH}_3$ -24); 1,12 ( $\text{CH}_3$ -26); 1,32 ( $\text{CH}_3$ -25). Ở vùng trường thấp xuất hiện tín hiệu của một proton metin dưới dạng double doublet ở  $\delta_{\text{H}}$  5,50 (dd,  $J = 3,0$  và 8,0, H-15). Từ các dữ kiện phổ thu được cho phép xác định hợp chất này là một tri terpen 5 vòng khung olean có một nhóm hydroxyl và một nhóm cacbonyl trong phân tử. So sánh các phổ của chất **7** với tài liệu tham khảo cho phép xác định chất **7** là  $3\beta$ -hydroxytaraxer-14-ene-1-one. Chất này được phân lập lần đầu tiên từ loài *Pterospermum heterophyllum* thuộc họ Trôm (Sterculiaceae) [3, 4].

Chất **8** thu được dưới dạng chất rắn màu trắng, nóng chảy ở nhiệt độ 219 – 221  $^{\circ}\text{C}$ . Phổ khối lượng cho pic giả phân tử proton hóa ở  $[\text{M}+\text{H}]^+$  tại  $m/z$  307. Phổ  $^{13}\text{C}$ -NMR và DEPT cho tín hiệu cộng hưởng của 15 cacbon trong đó có 1 cacbon metylen, 4 cacbon metin  $\text{sp}^2$ , 2 cacbon metin  $\text{sp}^3$  và 8 cacbon bậc bốn. Từ các dữ kiện trên có thể xác định được công thức phân tử của chất này là  $\text{C}_{15}\text{H}_{14}\text{O}_7$ . Phổ  $^1\text{H}$ -NMR cho tín hiệu của hai cặp proton gắn với vòng benzen ở vùng trường thấp ở  $\delta_{\text{H}}$  6,53 (2H, s, H-2' và H-6') và 5,93 (1H, d,  $J = 2,0$  Hz, H-6), 5,93 (1H, d,  $J = 2,0$  Hz, H-8). Phổ  $^1\text{H}$ -NMR và  $^{13}\text{C}$ -NMR cho thấy sự có mặt của 1 nhóm  $\text{CH}_2$  ở  $\delta_{\text{H}}$  2,75 (1H, dd,  $J = 2,5$  và 16,5 Hz, H-4a); 2,88 (1H, dd,  $J = 4,5$  và 16,5 Hz, H-4b);  $\delta_{\text{C}}$  29,1 (C-4) và 2 nhóm metin gắn với oxi ở  $\delta_{\text{H}}$  4,77 (1H, s, H-2);  $\delta_{\text{C}}$  79,9 (C-2) và  $\delta_{\text{H}}$  4,18 (1H, m, H-3);  $\delta_{\text{C}}$  67,5 (C-3) chứng tỏ chất **9** có khung flavan. Dựa vào giá trị hằng số tương tác nhỏ cho biết H-2 và H-3 nằm cùng phía trên mặt phẳng phân tử. Kết hợp tất cả các dữ kiện phổ và so sánh với tài liệu tham khảo [5, 6], chúng tôi xác định được hợp chất **8** là epigallocatechin.

Hợp chất **9** thu được dưới dạng chất rắn màu trắng. Phổ khối lượng cho pic giả phân tử proton hóa ở  $[M+H]^+$  tại  $m/z$  421. Trên phổ  $^1H$ -NMR ở vùng trường thấp thấy xuất hiện tín hiệu của ba proton vòng thơm ở  $\delta_H$  6,61 (s, H-2'), 6,40 (2H, s, H-2 và H-6) và 4 bốn nhóm methoxy ở  $\delta_H$  3,87 (3'-OMe), 3,75 (3-OMe + 5-OMe), 3,39 (5'-OMe). Đồng thời trên phổ  $^1H$ -NMR cũng xuất hiện tín hiệu của 3 nhóm methylen ở  $\delta_H$  2,59 (1H, dd,  $J = 11,5$  và  $15,0$  Hz, H-7'a); 2,72 (1H, dd,  $J = 5,0$  và  $15,0$  Hz, H-7'b); 3,49-3,52 (3H, m, H-9a, H-9b và H-9'a) và 3,60 (1H, dd,  $J = 5,0$  và  $11,0$  Hz, H-9'b). Phổ  $^{13}C$ -NMR và DEPT cho tín hiệu của 22 nguyên tử cacbon tương ứng với 4 nhóm methoxy, 3 nhóm methylen  $sp^3$ , 3 nhóm metin  $sp^2$ , 3 nhóm metin  $sp^3$  và 9 cacbon bậc bốn lai hoá  $sp^2$ . Trên phổ HMBC cho thấy tương tác giữa 2 nhóm  $OCH_3$  ở  $\delta_H$  3,75 (6H, s, 3-OMe và 5-OMe) với C-3 và C-5; tương tác giữa nhóm  $OCH_3$  ở  $\delta_H$  3,87 (3H, s, 3'-OMe) với C-3' và tương tác giữa nhóm  $OCH_3$  ở  $\delta_H$  3,39 (3H, s, 5'-OMe) với C-5', chứng tỏ 4 nhóm methoxy gắn với C-3, C-5, C-3', C-5'. Tương tác giữa  $CH_2$ -7' với C-8, C-8 và C-8'; tương tác giữa nhóm  $CH_2$ -9' với C-8', C-7', C-8; tương tác giữa H-8 với C-7, C-9 và C-1 cũng được quan sát thấy trên phổ HMBC. Kết hợp các dữ kiện phổ 1D và 2D-NMR, MS và so sánh với tài liệu tham khảo [7] chúng tôi xác định được hợp chất **9** chính là polystachyol.

Hợp chất **10** thu được dưới dạng tinh thể hình kim, màu trắng. Phổ  $^1H$ -NMR của hợp chất này xuất hiện các cặp tín hiệu gần nhau với tỉ lệ tích phân của từng cặp pic là 1:1, điều này cho phép dự đoán đây là một hỗn hợp hai đồng phân của một hợp chất. Trên phổ  $^1H$ -NMR ở vùng trường thấp xuất hiện các cặp tín hiệu thuộc về proton vòng thơm tại  $\delta_H$  7,26 (4H, m) và 6,88 (4H, m) với tỉ lệ 1 : 1. Tín hiệu của 2 nhóm methyl với tỉ lệ 1:1 cũng được quan sát thấy trên phổ  $^1H$ -NMR ở  $\delta_H$  1,02 (3H, d,  $J = 6,0$  Hz,  $CH_3$ ) và 1,07 (3H, d,  $J = 6,0$  Hz,  $CH_3$ ). Tín hiệu của 2 cặp proton metin ở  $\delta_H$  4,30 (1H, d,  $J = 7,5$  Hz, H-3) và 3,83 (1H, dq,  $J = 6,5$ ;  $7,5$  Hz, H-2); 4,59 (1H, d,  $J = 4,5$  Hz, H-3) và 3,96 (1H, dq,  $J = 4,5$ ;  $6,0$  Hz, H-2) với tỉ lệ 1:1 cũng được quan sát thấy trên phổ  $^1H$ -NMR. Dựa vào hằng số tương tác trên cho phép xác định đây là 2 cặp metin H-2 và H-3 của 2 đồng phân threo và erythro. Phổ  $^{13}C$ -NMR và DEPT xuất hiện tín hiệu của 20 nguyên tử cacbon với độ dịch chuyển hoá học của các cặp cacbon rất gần nhau. Sau khi phân tích và so sánh dữ kiện phổ của hợp chất này và phổ của hai đồng phân là threo và erythro của anethole glycol cho phép xác định **10** chính là hỗn hợp hai đồng phân là threo và erythro của anethole glycol với tỉ lệ xấp xỉ 1:1 [8].

Hợp chất **11** thu được dưới dạng chất rắn, màu trắng. Phổ  $^1H$ -NMR có hai tín hiệu thuộc về nhóm methoxy tại  $\delta_H$  3,96 (6H, s,  $2 \times OCH_3$ ) và hai tín hiệu của proton vòng thơm tại  $\delta_H$  7,40 (2H, s, H-2 và H-6). Sau khi so sánh với tài liệu tham khảo [9, 10] xác định được **11** là axit syringic.

Hợp chất **12** thu được dưới dạng dầu màu vàng. Phổ  $^1H$ -NMR cho tín hiệu của một nhóm methyl ở  $\delta_H$  1,43 (3H, d,  $J = 7,0$  Hz, H-3), một nhóm methoxy ở  $\delta_H$  3,88 (3H, s, 4'-OMe), một proton metin  $sp^3$  ở  $\delta_H$  5,10 (1H, q,  $J = 6,5$  Hz, H-2) và một hệ  $A_2B_2$  của 4 proton vòng thơm ở  $\delta_H$  6,96 (2H, dd,  $J = 1,5$  và  $9,0$  Hz, H-3' và H-5'); 7,90 (2H, dd,  $J = 1,5$  và  $9,0$  Hz, H-2' và H-6'). Trên phổ  $^{13}C$ -NMR và DEPT cho tín hiệu của 10 cacbon, trong đó có một nhóm methyl ở  $\delta_C$  22,6, một nhóm methoxy ở  $\delta_C$  55,5, 1 cacbon carbonyl ở  $\delta_C$  200,7, bốn cacbon metin  $sp^2$ , một cacbon metin  $sp^3$  và 2 cacbon bậc 4. Sau khi phân tích các dữ kiện phổ và so sánh với tài liệu tham khảo [11] cho phép xác định chất **12** là 2-hydroxy-1-(4-methoxyphenyl)-1-propanone.

**Lời cảm ơn.** Công trình này được hoàn thành trong khuôn khổ Dự án ICBG. Các tác giả cảm ơn ThS. Nguyễn Mạnh Cường, Vườn Quốc Gia Cúc Phương đã thu hái và xác định tên mẫu thực vật.

## TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. Võ Văn Chi, Từ điển thực vật thông dụng I, Nxb khoa học kỹ thuật, Hà Nội (2004).
2. Nguyễn Thuỳ Linh, Phạm Văn Cường, Đoàn Thị Mai Hương, Djaja D. Soejarto, Nguyễn Văn Hùng, Châu Văn Minh - Nghiên cứu thành phần hoá học rễ cây Trôm leo, Tạp chí Hoá học **49** (2ABC) (2011) 452-456.
3. Li S., Shi Y., Shang X.Y., Cui B. S., Yuan Y., Chen X. G., Yang Y. C., Shi J. G. -Triterpenoids from the roots of *Pterospermum heterophyllum* Hance, J. Asian Nat Prod Res. **11** (2009) 652-657.
4. Nguyễn Quyết Chiến, Nguyễn Văn Hùng, Trần Văn Sung -Nghiên cứu thành phần hóa học cây *Kydia glabrescens*, Tạp chí Hóa học **42**(1) (2004) 71-75.
5. Ghazi H., Norio N., Meselhy R. M., Masao H. -Phenolics from *Maytenus senegalensis*, Phytochemistry **50** (1999) 689-694.
6. Samir K. S., Panadda P., Shahabuddin K. C., Takashi O. and Masami I. -A new lignan from *Aphanamixis polystachya*, J. Nat. Med. **60** (2006) 258-260.
7. Toru I., Eiko F., and Junichi K. -Water-Soluble Constituents of Anise: New Glucosides of Anethole Glycol and Its Related Compounds, Chem. Pharm. Bull. **50** (2002) 1460-1466.
8. Abbas F. A., Al-Massarany S. M., Khan S., Al-Howiriny T. A., Mossa J. S., Abourashed E. A. -Phytochemical and biological studies on Saudi *Commiphora opobalsamum* L., Natural Product Research **21** (2007) 383-391.
9. Yu-Tang T., Jyh-Horng W., Yueh-Hsiung K., Shang-Tzen C. -Antioxidant activities of natural phenolic compounds from *Acacia confusa* bark, Bioresource Technology **98** (2007) 1120-1123.
10. Stadler M., Mayer A., Anke H., Sterner O. -Fatty acids and other compounds with nematicidal activity from cultures of Basidiomycetes, Planta Medica **60** (1994) 128-132.

## ABSTRACT

### THE RESULTS OF STUDYING ON CHEMICAL CONSTITUTION OF *BYTTNERIA ASPERA* COLEBR

Lê Chí Hoan<sup>1,2</sup>, Nguyễn Thuỳ Linh<sup>1</sup>, Phạm Văn Cường<sup>1</sup>, Đoàn Thị Mai Hương<sup>1,\*</sup>,  
Djaja D. Soejarto<sup>3</sup>, Nguyễn Văn Hùng<sup>1,\*</sup>, Châu Văn Minh<sup>1</sup>

<sup>1</sup>*Institute of Marine Biochemistry, VAST, 18 Hoang Quoc Viet, Cau Giay, Hanoi*

<sup>2</sup>*Vinh University*

<sup>3</sup>*Illinois University – Chicago*

\*Email: [doanhuong7@yahoo.com](mailto:doanhuong7@yahoo.com); [huongdm@imbc.vast.vn](mailto:huongdm@imbc.vast.vn)

In continuation of our research on the phytochemical investigation of the roots of *Byttneria aspera* Colebr (Sterculiaceae), herein we report the isolation and structure elucidation of seven compounds 3 $\beta$ -hydroxytaraxer-14-ene-1-one (**7**), epigallocatechin (**8**), polystachyol (**9**), threo and erythro-anethole glycol (**10**), syringic acid (**11**) and 2-Hydroxy-4'-methoxypropiofenone (**12**). Their structures were elucidated by using MS and NMR spectroscopic methods.

**Keywords:** Sterculiaceae, *Byttneria aspera*, polystachyol, epigallocatechin