



Phân lập và xác định cấu trúc chalcone từ loài Sura (*Dalbergia tonkinensis* Prain)

Ngũ Trường Nhân^{a*}

^aTrường Đại học Tây Nguyên

*Email: ntnhan@ttn.edu.vn

Thông tin bài viết

Ngày nhận bài:

19/10/2019

Ngày duyệt đăng:

10/12/2019

Từ khóa:

Sura đỏ, chi Trắc, chalcone,
isoliquiritigenin, phân lập.

Tóm tắt

Từ cao chiết metanol lõi gỗ cây Sura đỏ (*Dalbergia tonkinensis* Prain) thu hái tại tỉnh Dak Lak. Kết hợp phương pháp sắc ký bám mỏng (TLC) và sắc ký cột (CC). Hợp chất có khung chalcon là isoliquiritigenin được phân lập. Cấu trúc hóa học của hợp chất này được xác định bằng phổ cộng hưởng từ hạt nhân NMR (phổ ¹H-NMR, ¹³C-NMR), đồng thời so sánh với các tài liệu tham khảo đã công bố.

1. Mở đầu

Chi Trắc (*Dalbergia L. f.*) thuộc cây họ Đậu (Fabaceae). Theo cơ sở dữ liệu The Plant List, tính đến thời điểm này thì chi Trắc (*Dalbergia*) có đến 647 loài, trong đó 304 loài đã được công nhận. Ở Việt Nam hiện đã thống kê được khoảng 27 loài [1].

Một số loài thuộc chi này có giá trị cao về gỗ như: Sura (*Dalbergia tonkinensis* Prain), Trắc (*Dalbergia cochinchinensis*), Hồng sắc Án Độ (*Dalbergia latifolia*) và Cẩm lai (*Dalbergia oliveri*) [2]. Trong đó, hai loài Trắc và Sura đỏ bị khai thác quá mức, hiện có trong danh mục sách Đỏ Việt Nam (2007), phân hạng ở mức nguy cấp (EN) [3].

Các nghiên cứu cho thấy các loài thuộc chi này có thành phần hóa học thường gồm các lớp chất chính: flavonoid, isoflavonoid, xanthone, quinone, ester, chalcone, v/v, rất nhiều hợp chất sở hữu nhiều tác dụng sinh học quí như: ho suyễn, tiêu đờng, tim mạch, v/v [4-6]. Một số các nghiên cứu về cây Sura đỏ đã được công bố [6-8]. Tuy nhiên, trong bài báo này mô tả kết quả phân lập và xác định cấu trúc hợp chất chalcon, lần đầu tiên được tìm thấy ở loài Sura (*Dalbergia tonkinensis* Prain).

2. Nội dung và phương pháp nghiên cứu

2.1. Đối tượng nghiên cứu

Cây sưa đỏ (*Dalbergia tonkinensis* Prain) thu ở Dak Lak.

2.2. Phương pháp nghiên cứu

Sử dụng các phương pháp tiếp cận thường qui về hóa học thực vật.

2.3. Thực nghiệm

2.3.1. Thiết bị và dụng cụ

Phổ cộng hưởng từ hạt nhân được ghi trên máy Bruker Avance 500 MHz tại Viện Hoá học, Viện Hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam và TMS được sử dụng làm chất nội chuẩn. Sắc ký lớp mỏng (TLC) được thực hiện trên bản mỏng Silica gel Merck 60 F₂₅₄, RP₁₈ F_{254s}. Sắc ký cột (CC) được thực hiện trên chất hấp phụ là Silica gel (Merck) cỡ hạt 0,040-0,063 mm (Merck) và cột sắc ký pha đào RP-18 (Merck), đèn UV hai chùm tia ở các bước sóng 254 nm và 365 nm.

2.3.2. Hóa chất

Các hóa chất sử dụng trong thí nghiệm đều đảm bảo độ tinh khiết bao gồm các dung môi methanol, chloroform, aceton, ethyl acetate, nước cất.

Thuốc thử H₂SO₄ (10%), FeCl₃/HCl dùng để phát hiện các hợp chất phenol và dẫn xuất.

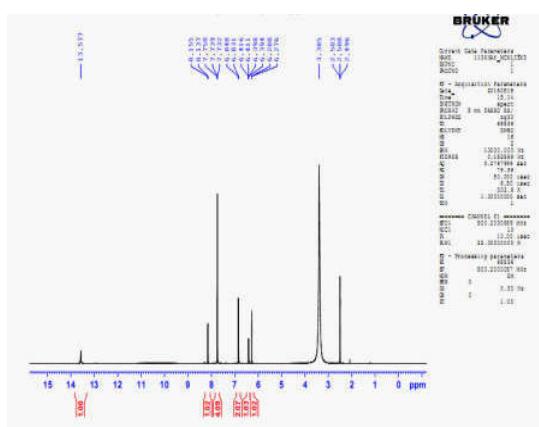
3. Kết quả và thảo luận

3.1. Kết quả dữ liệu phổ

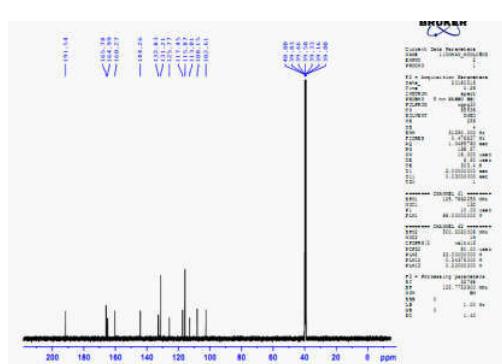
Bột gỗ loài Sura đỏ được chiết bằng dung môi MeOH, cô cát loại bỏ dung môi thu được cao chiết tổng MeOH.

Tiếp tục thêm nước cất (tỉ lệ 1:1) rồi chiết phân bô lần lượt với các dung môi *n*-hexane, chlorofom, ethyl acetate, thu được lần lượt các cao chiết *n*-hexane, cao chiết CHCl₃, EtOAc và cao H₂O.

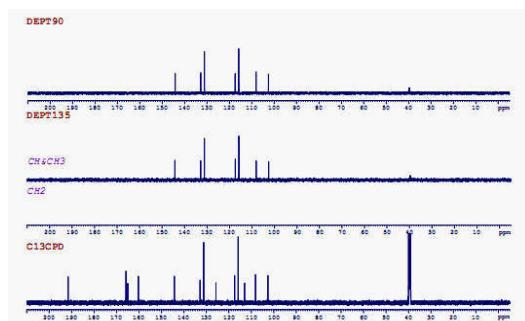
Từ cặn chiết chlorofom tiến hành sác ký bản mỏng kết hợp sác ký cột nhiều lần với các hệ dung môi khác nhau, thu được hợp chất (**1**) với các phô chụp được dưới đây:



Hình 1. Phô ¹H-NMR của hợp chất (**1**)



Hình 2. Phô ¹³C-NMR của hợp chất (**1**)



Hình 3. Phô DEPT của hợp chất (**1**)

Hợp chất (**1**) thu được dưới dạng tinh thể màu trắng, tan tốt trong DMSO. Sau khi qui kết và hệ thống lại thì các tín hiệu trên phô ¹H-NMR và ¹³C-NMR của hợp chất (**1**) được trình bày trong bảng dưới đây:

Bảng 1. Phô hợp chất (1**) sau khi qui kết**

Vị trí	(1) (DMSO- <i>d</i> ₆)	
	δ_{H} (500 MHz) (J, Hz)	δ_{C} (125MHz)
α	117,5	7,74*
β	144,3	7,74*
C=O	191,5	-
1	125,8	
2, 6	131,2	7,74*
3, 5	115,9	6,84 (d, 8,5)
4	160,3	
1'	113,0	-
2'	165,0	
3'	102,6	6,27 (d, 2,0)
4'	165,8	-
5'	108,2	6,41 (dd, 2,5, 9,0)
6'	132,8	8,14 (d, 9,0)

3.2. Biện luận xác định cấu trúc hóa học

Phân tích các dữ kiện phô NMR của hợp chất (**1**) cho thấy xuất hiện tín hiệu của 15 nguyên tử carbon ở vùng trường thấp trên phô ¹³C-NMR và các tín hiệu xuất hiện ở vùng proton của nhân thơm quan sát trên phô ¹H-NMR cho thấy (**1**) thuộc lớp chất flavonoid.

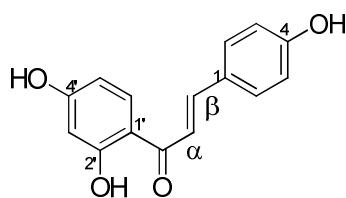
Cặp tín hiệu C- β (δ_{H} 7,74; δ_{C} 144,3), C- α (δ_{H} 7,74; δ_{C} 117,5), C=O (δ_{C} 191,5) gợi ý chất (**1**) là một chalcon. Hệ tương tác spin ABX quan sát được trên phô ¹H-NMR (δ_{H} 8,14, d, J = 9,0 Hz; 6,41, dd, J = 2,5, 8,0 Hz; và 6,27 d, J = 2,0 Hz) cho thấy vòng A của chalcon (**1**) bị thê tại hai vị trí C-5 và C-7.Thêm vào đó là tín hiệu các proton thuộc vòng benzene thê para tại 6, 84 (2H, J = 8,5 Hz) cùng với tín hiệu của 4 proton chập nhau tại δ_{H} 7,74.

Phô ¹³C-NMR và DEPT cho thấy xuất hiện tín hiệu 15 carbon, bao gồm 1 tín hiệu nhóm carbonyl tại δ_{C} 191,5, tín hiệu 3 carbon thơm liên kết với oxi tại δ_{C}

160,3, 165,0, 165,8, tín hiệu của 2 carbon thơm không liên kết với hydro tại δ_C 125,8, 113,0 cùng với tín hiệu của 9 carbon methine trong khoảng δ_C (102,6-144,3). Ngoài ra các tín hiệu cộng hưởng thuộc hệ spin AA'BB' quan sát được trên phô 1H và ^{13}C -NMR đã khẳng định vòng B trong cấu trúc của (1) bị thê para.

Cuối cùng, kết hợp sự phân tích giữa các phô 1H -NMR, ^{13}C -NMR, DEPT, HSQC và HMBC của hợp chất (1) và đối chiếu với tài liệu tham khảo cho phép xác định cấu trúc hóa học của hợp chất này tương đồng với hợp chất isoliquiritigenin đã được phân lập từ gỗ cây Cẩm lai (*Dalbergia oliveri*) [9, 10].

Hợp chất này đã được báo cáo có hoạt tính kháng khuẩn và kháng androgen [11]. Đây là lần đầu được phân lập từ loài sưa (*Dalbergia tonkinensis* Prain). Cấu trúc hóa học được trình bày ở hình vẽ dưới đây.



Hình 4. Cấu trúc hóa học hợp chất (1)

4. Kết luận

Kết hợp các phương pháp sắc kí với hệ dung môi thích hợp, một hợp chất chalcon (isoliquiritigenin) đã được phân lập. Cấu trúc hóa học của hợp chất này được xác định bằng phô cộng hưởng từ hạt nhân một chiều và hai chiều, đồng thời kết hợp so sánh với các tài liệu nghiên cứu đã công bố trước đây.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. Nguyễn Đăng Khôi, Nguyễn Tiến Bân (2003), *Chi Dalbergia L. f. (họ Fabaceae). Danh mục các loài thực vật Việt Nam*, Tập II, NXB Nông nghiệp, 779-786.

2. Đỗ Xuân Cẩm (2013), *Cây Sưa ở Huế và các loài Sưa ở Việt Nam*, Tạp chí nghiên cứu và phát triển, 1(99), Tr. 95-100.

3. Trần Ngọc Hải (2010), *Bảo tồn và phát triển loài quý hiếm Sưa (*Dalbergia tonkinensis* Prain)*. Hội nghị khoa học toàn quốc về sinh thái và tài nguyên sinh vật lần thứ 5, 1140-1146.

4. S.-M. Yu, Z.-J. Cheng, S.-C. Kuo (1995), *Endothelium-dependent relaxation of rat aorta by butein, a novel cyclic AMP-specific phosphodiesterase inhibitor*, European Journal of Pharmacology, 280, 69-77.

5. S.-M. Yu, S.-C. Kuo (1995), *Vasorelaxant effect of isoliquiritigenin, a novel soluble guanylatecyclase activator, in rat aorta*, British Journal of Pharmacology, 114, 1587-1594.

6. Ngu Truong Nhan, Ninh The Son, To Dao Cuong, Nguyen Phuong Dai Nguyen, Pham Ngoc Khanh, Tran Thu Huong, Nguyen Manh Cuong (2018), *Further study on chemical constituents from the heartwood of Dalbergia tonkinensis*, Vietnam Journal of Science and Technology, 56 (4A), 252-258 (ACI)

7. Vũ Thị Thu Hiền, Lưu Đàm Cư, Đinh Thị Phòng (2009). *Xác định trình tự đoạn gen tRNA - LEU cho hai loài cây gỗ Sưa (*Dalbergia Tonkinensis*) và cây gỗ Trắc đỏ (*Dalbergia Cochinchinensis*) phục vụ việc phân loại mẫu vật tại bảo tàng thiên nhiên Việt Nam*, Tạp chí Công nghệ Sinh học, 7(4), Tr. 471-477.

8. Trần Anh Tuấn, Nguyễn Tiến Đạt, Nguyễn Hoài Nam, Nguyễn Quang Hưng, Trần Minh Hợi, Trần Huy Thái, Châu Văn Minh, Phan Văn Kiệm (2009), *Các hợp chất isoflavon và dihydrophenanthren từ cây Sưa Bắc Bộ (*Dalbergia tonkinensis*)*, Tạp chí Hóa học, 47 (6), 716-719.

9. Phạm Thanh Loan, Trần Huy Thái, Phan Văn Kiệm, Châu Văn Minh, Đỗ Thị Thảo, Trần Thị Sứu (2013). *Hoạt tính sinh học của một số hợp chất phân lập từ gỗ cây cẩm lai *Dalbergia oliveri Gamble ex Prain**, Tạp chí sinh học, 34(4): 439-444.

10. Phạm Thanh Loan, Hoàng Lê Tuấn Anh, Bùi Hữu Tài, Phạm Hải Yến, Đan Thị Thúy Hằng, Nguyễn Thị Cúc, Dương Thị Hải Yến, Dương Thị Dung, Nguyễn Xuân Nhiệm, Châu Văn Minh, Phan Văn Kiệm, Trần Huy Thái, Nguyễn Thị Hiền (2013), *Các hợp chất flavonoid phân lập từ gỗ cây Cẩm lai (*Dalbergia oliveri*)*, Hội nghị khoa học toàn quốc về sinh thái và tài nguyên sinh vật lần thứ 5, 1140-1146.

11. Sanjib S., Jamil A. S., Himangsu M., Faroque H., Md. Anisuzzman, Md. Mahadhi H., Geoffrey A. C. (2013), *Ethnomedicinal, phytochemical, and pharmacological profile of the genus *Dalbergia* L. (Fabaceae)*, Phytopharmacology, 4(2), 291-346

Isolate and determine the structure of chalcone from *Dalbergia tonkinensis* Prain

Ngu Truong Nhan

Article info

Received:

19/10/2019

Accepted:

10/12/2019

Keywords:

Dalbergia tonkinensis,
Fabaceae, flavonoids,
chalcon, heartwood,
isolate

Abstract

From the methanol extract of the heartwood of *Dalbergia tonkinensis* Prain collected in DakLak province, one chalcon, as isoliquiritigenin (1), was isolated by several chromatography techniques. The chemical structures of isolated compound were determined by the interpretation of NMR spectral data, as well as comparison with data from the literature. This compound was isolated from *Dalbergia tonkinensis* for the first time.