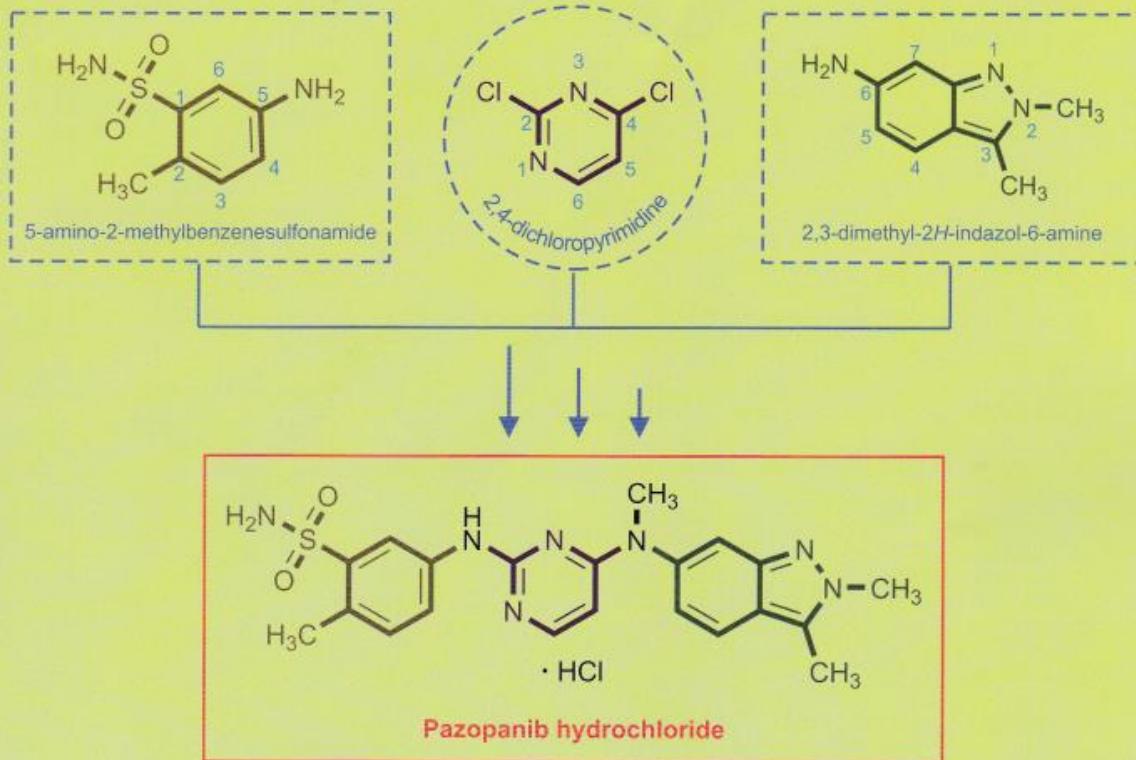


10  
2018

tạp chí

# DƯỢC HỌC

SỐ 510 \* NĂM THỨ 58 \* THÁNG RA 1 KỲ \* ISSN 0866 - 7861



Sơ đồ tổng hợp pazopanib hydrochloride (Votrient)



BỘ Y TẾ XUẤT BẢN

Địa chỉ Tòa soạn: 138A Giang Võ - Quận Ba Đình - Hà Nội

Tel: 0243.8461430 - 0243.7368367

**TẠP CHÍ DƯỢC HỌC**  
**ISSN 0866 - 7861**  
**10/2018 (Số 510 Năm 58)**

**MỤC LỤC**

**Nghiên cứu - Kỹ thuật**

- CAO THỊ CẨM NHUNG, LÊ CÔNG TRỰC, CAO VIỆT PHƯƠNG, TRẦN PHƯƠNG THẢO, NGUYỄN HẢI NAM: Tổng hợp và thử hoạt tính gây độc tế bào ung thư của một số dẫn chất acylhydrazone mang khung 4(3H)-quinazolinon
- TRẦN PHƯƠNG THẢO, LÊ CÔNG TRỰC: Phương pháp tổng hợp và thử hoạt tính gây độc tế bào ung thư của một số dẫn chất (*E*)-*N*-(hydroxybenzylidene)-2-acetohydrazide mang khung 2*H*-benzo[*b*][1,4]oxazin-3(4*H*)-one
- LÊ THANH LIÊM, ĐÀO THỊ THANH HIỀN, PHẠM THANH BÌNH, PHẠM VĂN CƯỜNG, NGUYỄN TIỀN ĐẠT, NGUYỄN HẢI ĐĂNG: Khảo sát hoạt tính kháng viêm *in vitro* các hợp chất alkaloid từ rễ cây bá bệnh (*Eurycoma longifolia* Jack)
- LÊ QUỐC HÙNG, VŨ ĐỨC LỢI, NGUYỄN THỊ THANH BÌNH, HÀ VĂN OANH, PHƯƠNG THIỆN THƯƠNG, NGUYỄN THANH HẢI, NGUYỄN HỮU TÙNG: Thành phần triterpen phân lập từ bộ phận thân và lá của cây đan sâm trồng ở Việt Nam
- ĐÀO THU NGÀ, PHẠM QUANG DƯƠNG, LÊ ĐĂNG QUANG, NGUYỄN HỮU TÙNG, NGUYỄN HOÀNG GIANG, VŨ ĐÌNH HOÀNG: Một số hợp chất phân lập từ cành và lá cây côm Hải Nam (*Elaeocarpus hainanensis* Oliv.) mọc tại Việt Nam
- HÀ THỊ THOA, HOÀNG THỊ VÂN, VŨ THỊ KIM OANH, ĐIỆP THỊ LAN PHƯƠNG, NGUYỄN QUÝNH CHI, LÊ NGUYỄN THÀNH: Các hợp chất xanthone phân lập từ keo ong dứa (*Lisotrigona furva* Engel)
- NGUYỄN THỊ LUYỄN, PHẠM THANH BÌNH, NGUYỄN DUY CÔNG, BÙI THỊ THỦY LUYỆN, NGUYỄN HẢI ĐĂNG, NGUYỄN TIỀN ĐẠT, NGUYỄN PHƯƠNG THẢO: Nghiên cứu thành phần hóa học cây sài đất (*Wedelia chinensis* (Osbeck.) Merr.)
- LUONG THI THU HIEN, NGUYEN VAN HUNG, NGUYEN THI MINH HANG, TRAN HUU GIAP, VU THI KIM OANH, LE NGUYEN THANH: Một số hợp chất stilben phân lập từ dược liệu dây gắm (*Gnetum montanum* Markgr.)
- PHẠM VĂN DIỆN, NGUYỄN THỊ LAN ANH, NGUYỄN VĂN HÙNG, NGUYỄN THỊ MINH HẰNG, LÊ NGUYỄN THÀNH, TRẦN HỮU GIÁP, VŨ THỊ KIM OANH: Nghiên cứu thành phần hóa học rễ sắn dây củ tròn (*Pueraria candollei* var. *mirifica*)
- CAO ĐỨC TUẤN, TRỊNH THỊ HẢI, BẠCH THỊ NHƯ QUÝNH, NGUYỄN HỒNG THU, BÙI THỊ THÁM, TRỊNH HIỀN TRUNG, PHẠM VĂN THÚC, NGUYỄN VĂN HÙNG: Phương pháp tổng hợp exemestane từ hợp chất androsta-1,4-dien-3,17-dione
- NGUYỄN THỊ THUẬN, ĐOÀN THANH HIẾU, DƯƠNG TIỀN ANH: Tổng hợp và thử hoạt tính sinh học của một số dẫn chất acid hydroxamic mang khung quinazolin

**PHARMACEUTICAL JOURNAL**  
**ISSN 0866 - 7861**  
**10/2018 (Nº 510 Vol. 58)**

**CONTENTS**

**RESEARCH - TECHNIQUES**

- CAO THỊ CẨM NHUNG, LÊ CÔNG TRỰC, CAO VIỆT PHƯƠNG, TRẦN PHƯƠNG THẢO, NGUYỄN HẢI NAM: Synthesis and experimental cytotoxicity against cancer cell lines of 4(3H)-quinazolinon-framed acylhydrazone derivatives 3
- TRẦN PHƯƠNG THẢO, LÊ CÔNG TRỰC: Synthesis and cytotoxicity of (*E*)-*N*-(hydroxybenzylidene)-2-acetohydrazide derivatives bearing the structural frame of 2*H*-benzo[*b*][1,4]oxazin-3(4*H*)-one 7
- LÊ THANH LIÊM, ĐÀO THỊ THANH HIỀN, PHẠM THANH BÌNH, PHẠM VĂN CƯỜNG, NGUYỄN TIỀN ĐẠT, NGUYỄN HẢI ĐĂNG: Anti-inflammatory activity *in vitro* of the alkaloids from the roots of *Eurycoma longifolia* Jack 12
- LÊ QUỐC HÙNG, VŨ ĐỨC LỢI, NGUYỄN THỊ THANH BÌNH, HÀ VĂN OANH, PHƯƠNG THIỆN THƯƠNG, NGUYỄN THANH HẢI, NGUYỄN HỮU TÙNG: Isolation of triterpenoid compounds from the leaves and stems of *Salvia miltiorrhiza* Bunge grown in Vietnam 15
- ĐÀO THU NGÀ, PHẠM QUANG DƯƠNG, LÊ ĐĂNG QUANG, NGUYỄN HỮU TÙNG, NGUYỄN HOÀNG GIANG, VŨ ĐÌNH HOÀNG: Some natural compounds isolated from the leaves and stems of *Elaeocarpus hainanensis* Oliv. grown in Vietnam 18
- HÀ THỊ THOA, HOÀNG THỊ VÂN, VŨ THỊ KIM OANH, ĐIỆP THỊ LAN PHƯƠNG, NGUYỄN QUÝNH CHI, LÊ NGUYỄN THÀNH: Some xanthone compounds isolated from the propolis of the stingless bee *Lisotrigona furva* Engel 22
- NGUYỄN THỊ LUYỄN, PHẠM THANH BÌNH, NGUYỄN DUY CÔNG, BÙI THỊ THỦY LUYỆN, NGUYỄN HẢI ĐĂNG, NGUYỄN TIỀN ĐẠT, NGUYỄN PHƯƠNG THẢO: Study on the phytochemistry of the plant *Wedelia chinensis* (Osbeck.) Merr. 25
- LUONG THI THU HIEN, NGUYEN VAN HUNG, NGUYEN THI MINH HANG, TRAN HUU GIAP, VU THI KIM OANH, LE NGUYEN THANH: Some stibene compounds isolated from *Gnetum montanum* (Markgr.) 29
- PHẠM VĂN DIỆN, NGUYỄN THỊ LAN ANH, NGUYỄN VĂN HÙNG, NGUYỄN THỊ MINH HẰNG, LÊ NGUYỄN THÀNH, TRẦN HỮU GIÁP, VŨ THỊ KIM OANH: Study on the phytochemistry of the roots of *Pueraria candollei* var. *mirifica* (Airy Shaw & Suvat.) Niymdhamb 32
- CAO ĐỨC TUẤN, TRỊNH THỊ HẢI, BẠCH THỊ NHƯ QUÝNH, NGUYỄN HỒNG THU, BÙI THỊ THÁM, TRỊNH HIỀN TRUNG, PHẠM VĂN THÚC, NGUYỄN VĂN HÙNG: Synthesis of exemestane from androsta-1,4-diene-3,17-dione 35
- NGUYỄN THỊ THUẬN, ĐOÀN THANH HIẾU, DƯƠNG TIỀN ANH: Synthesis and bioactivity of some quinazoline heterocycle-incorporating derivatives of hydroxamic acid 38

## ● Mục lục

• TRẦN TRỌNG BIÊN, NGUYỄN HÀ YÊN, BÙI THỊ THÚY LUYỆN, NGUYỄN VĂN HÂN: Bước đầu nghiên cứu bào chế viên hoàn giọt chứa đan sâm, tam thất trồng ở Việt Nam	43
• VŨ VĂN ĐIỀN, NGUYỄN THỊ THANH NHÂN, ĐỖ VĂN PHÚC, NGUYỄN THANH HƯƠNG, PHẠM QUANG DƯƠNG, NGUYỄN QUANG TÙNG, VŨ ĐÌNH HOÀNG, NGUYỄN HỮU TÙNG, PHẠM HỒNG MINH, LÊ ĐĂNG QUANG: Hoạt tính kháng nấm và thành phần hóa học của phân đoạn <i>n</i> -hexan của lá đương quy di thực Nhật Bản ( <i>Angelica acutiloba</i> Sieb. et Zucc.) mọc tại Việt Nam	48
• NGUYỄN QUỐC VƯƠNG, TRẦN THỊ BÍCH VÂN, NGUYỄN THỊ LIÊN, VŨ VĂN CHIẾN, PHẠM THỊ HẰNG, NGUYỄN THỊ HUẾ: Tinh chế, xác định hàm lượng và đánh giá độc tính cấp của tác nhân kháng khuẩn linezolid	52
• NGUYỄN VĂN GIANG, NGUYỄN GIA ANH TUẤN, NGUYỄN VĂN HẢI, NGUYỄN ĐÌNH LUYỆN: Nghiên cứu tổng hợp thuốc chống ung thư pazopanib hydrochlorid. Phần II: Tổng hợp pazopanib hydrochlorid từ 2,3-dimethyl-1 <i>H</i> -indazol-6-amin ở quy mô phòng thí nghiệm	56
• TRẦN TRỌNG BIÊN, NGUYỄN THỊ PHƯƠNG THẢO, NGUYỄN VĂN HÂN: Nghiên cứu điều chế cao lá chè xanh ( <i>Camellia sinensis</i> (L.) Kuntze) giàu catechin sử dụng nhựa macroporous	58
• TRẦN HỮU GIÁP, TRẦN THANH HOA, ĐINH NGỌC THỨC, NGUYỄN THỊ MINH HẰNG, NGUYỄN VĂN HÙNG, NGUYỄN QUỲNH CHI, LÊ NGUYỄN THÀNH: Các hợp chất flavonoid phân lập từ cành cây mâu chó đá ( <i>Knema saxatilis</i> de Wilde)	62
• NGUYỄN QUANG TRUNG, PHẠM THỊ PHƯƠNG NAM, NGUYỄN VĂN TUYÊN, NGUYỄN QUỐC TUẤN: Tổng hợp, đặc trưng hóa lý và hoạt tính kháng ung thư <i>in vitro</i> của phức sắt (III)- <i>N,N'</i> -bis(salicylidene)-1,2-phenylenediamin và một số dẫn chất	64
• VŨ NGỌC DOĀN, TRẦN THỊ Ý NHI, ĐẶNG THỊ TUYẾT ANH, HOÀNG THỊ PHƯƠNG, NGUYỄN THỊ HIÉN, ĐINH THỊ CÚC, LÊ NHẬT THỦY GIANG, NGUYỄN TUẤN ANH, VŨ THỊ THU HÀ, NGUYỄN VĂN TUYÊN: Phương pháp cải tiến tổng hợp bortezomib	68
• NGUYỄN VĂN HẢI, NGUYỄN THỊ THÚY, KIM SEYHA, CHEA SIVMEIY, ĐÀO NGUYỆT SUƠNG HUYỀN, NGUYỄN VĂN GIANG, NGUYỄN ĐÌNH LUYỆN: Nghiên cứu tổng hợp và thử hoạt tính kháng khuẩn một số dẫn chất sulfonamid mới của benzimidazol	72
• VŨ MINH TÂN, LÊ THỊ HỒNG NHUNG, NGUYỄN NGỌC THANH, NGUYỄN QUANG TÙNG, ĐOÀN DUY TIỀN: Nghiên cứu tổng hợp felodipin bằng phương pháp Hanzsch	75
• ĐỖ THỊ THÚY VÂN, ĐÀO HÙNG CƯỜNG, GIANG THỊ KIM LIÊN, NGUYỄN THỊ QUỲNH MAI: Hoạt tính gây độc tế bào ung thư và thành phần hóa học lá cây du dù đực ( <i>Carica papaya</i> L.) thu hái tại Quảng Nam – Đà Nẵng	78
• NGUYỄN TÂN THÀNH, HOÀNG VĂN TRUNG, TRẦN PHƯƠNG CHI, TRẦN ĐÌNH THẮNG: Pterocarpin và 5-hydroxy-7-methoxyflavone từ quả thể nấm thương hoàng ( <i>Phellinus igniarius</i> (Dc. ex Fr.) Quél.) ở Việt Nam	82
• NGUYỄN THỊ HOÀI, HỒ VIỆT ĐỨC: Thành phần hóa học của cành và lá cây quếch ( <i>Chisocheton paniculatus</i> Hiern - Meliaceae)	85
• TRẦN TRỌNG BIÊN, NGUYỄN HÀ YÊN, BÙI THỊ THÚY LUYỆN, NGUYỄN VĂN HÂN: Preliminary study on preparation of dripping pills of <i>Salvia miltiorrhiza</i> Bunge and <i>Panax notoginseng</i> Burk. grown in Vietnam	43
• VŨ VĂN ĐIỀN, NGUYỄN THỊ THANH NHÂN, ĐỖ VĂN PHÚC, NGUYỄN THANH HƯƠNG, PHẠM QUANG DƯƠNG, NGUYỄN QUANG TÙNG, VŨ ĐÌNH HOÀNG, NGUYỄN HỮU TÙNG, PHẠM HỒNG MINH, LÊ ĐĂNG QUANG: Antifungal activity and phytochemical constituents of the <i>n</i> -hexane fractions from the aerial parts of the Vietnam-grown <i>Angelica acutiloba</i> Sieb. et Zucc. domesticated from Japan	48
• NGUYỄN QUỐC VƯƠNG, TRẦN THỊ BÍCH VÂN, NGUYỄN THỊ LIÊN, VŨ VĂN CHIẾN, PHẠM THỊ HẰNG, NGUYỄN THỊ HUẾ: Purification, HPLC quantification and acute toxicity determination of the synthesized linezolid as an antibacterial agent	52
• NGUYỄN VĂN GIANG, NGUYỄN GIA ANH TUẤN, NGUYỄN VĂN HẢI, NGUYỄN ĐÌNH LUYỆN: Synthesis of pazopanib hydrochloride as an antineoplastic drug. Part II: Laboratory-scaled synthesis of pazopanib hydrochloride from 2,3-dimethyl-1 <i>H</i> -indazol-6-amine	56
• TRẦN TRỌNG BIÊN, NGUYỄN THỊ PHƯƠNG THẢO, NGUYỄN VĂN HÂN: Preparation of catechin-rich green tea extracts of <i>Camellia sinensis</i> (L.) Kuntze) using macroporous resins	58
• TRẦN HỮU GIÁP, TRẦN THANH HOA, ĐINH NGỌC THỨC, NGUYỄN THỊ MINH HẰNG, NGUYỄN VĂN HÙNG, NGUYỄN QUỲNH CHI, LÊ NGUYỄN THÀNH: Flavonoids isolated from the stems of <i>Knema saxatilis</i> de Wilde	62
• NGUYỄN QUANG TRUNG, PHẠM THỊ PHƯƠNG NAM, NGUYỄN VĂN TUYÊN, NGUYỄN QUỐC TUẤN: Synthesis, characterization and <i>in vitro</i> antitumour activity of the ferric complex of iron(III)- <i>N,N'</i> -bis(salicylidene)-1,2-phenylenediamine and its derivatives	64
• VŨ NGỌC DOĀN, TRẦN THỊ Ý NHI, ĐẶNG THỊ TUYẾT ANH, HOÀNG THỊ PHƯƠNG, NGUYỄN THỊ HIÉN, ĐINH THỊ CÚC, LÊ NHẬT THỦY GIANG, NGUYỄN TUẤN ANH, VŨ THỊ THU HÀ, NGUYỄN VĂN TUYÊN: An improved synthesis of bortezomib	68
• NGUYỄN VĂN HẢI, NGUYỄN THỊ THÚY, KIM SEYHA, CHEA SIVMEIY, ĐÀO NGUYỆT SUƠNG HUYỀN, NGUYỄN VĂN GIANG, NGUYỄN ĐÌNH LUYỆN: Synthesis and antibacterial activity of some novel benzimidazole sulfonamide derivatives	72
• VŨ MINH TÂN, LÊ THỊ HỒNG NHUNG, NGUYỄN NGỌC THANH, NGUYỄN QUANG TÙNG, ĐOÀN DUY TIỀN: Study on synthesis of felodipin by Hanzsch's method	75
• ĐỖ THỊ THÚY VÂN, ĐÀO HÙNG CƯỜNG, GIANG THỊ KIM LIÊN, NGUYỄN THỊ QUỲNH MAI: Cytotoxic activity and phytochemical composition of the leaves of the male <i>Carica papaya</i> L. from Quang Nam – Da Nang	78
• NGUYỄN TÂN THÀNH, HOÀNG VĂN TRUNG, TRẦN PHƯƠNG CHI, TRẦN ĐÌNH THẮNG: Pterocarpin và 5-hydroxy-7-methoxyflavone from the fungal fruiting bodies of <i>Phellinus igniarius</i> (Dc. ex Fr.) Quél. grown in Vietnam	82
• NGUYỄN THỊ HOÀI, HỒ VIỆT ĐỨC: Study on the phytochemistry of the stems and leaves of <i>Chisocheton paniculatus</i> Hiern (Meliaceae)	85

## ● Nghiên cứu - Kỹ thuật

# Pterocarpin và 5-hydroxy-7-methoxyflavon từ quả thể nấm thương hoàng (*Phellinus igniarius* (Dc. ex Fr.) Quél.) ở Việt Nam

Nguyễn Tân Thành<sup>1,2</sup>, Hoàng Văn Trung<sup>1</sup>

Trần Phương Chi<sup>1</sup>, Trần Đình Thắng<sup>1\*</sup>

<sup>1</sup>Viện Công nghệ Hóa, Sinh và Môi trường, Trường Đại học Vinh

<sup>2</sup>Viện CNSH-CNTP, Trường Đại học Bách khoa Hà Nội

\*E-mail: thangtd@vinhuni.edu.vn

## Summary

Pterocarpin and 5-hydroxy-7-methoxyflavone were isolated from the ethylacetate extracts of the fungal fruiting bodies of *Phellinus igniarius* (Dc. ex Fr.) Quél. The isolated compounds were characterized by chromatography, structurally confirmed by MS, <sup>1</sup>H-NMR, <sup>13</sup>C-NMR, DEPT, COSY, HSQC and HMBC. These compounds were both isolated from this fungus for the first time.

**Keywords:** *Phellinus igniarius*, flavon, pterocarpin, 5-hydroxy-7-methoxyflavone.

## Đặt vấn đề

Chi *Phellinus* thuộc họ Hymenochaetaceae phân bố chủ yếu ở vùng nhiệt đới châu Mỹ, châu Phi và Đông Á (đặc biệt là Trung Quốc, Việt Nam, Nhật Bản, Hàn Quốc), ở Việt Nam có khoảng 26 loài. Chúng được sử dụng để phòng và chữa rối loạn chức năng tiêu hóa, tiêu chảy, xuất huyết, dị ứng, bệnh tiểu đường và ung thư [1]. Trong các nghiên cứu nhằm sử dụng nấm *Phellinus* vào phương pháp điều trị trong Tây y, nhiều nhà khoa học đã nghiên cứu hoạt tính sinh học của các dịch chiết từ quả thể (hoặc sợi nấm) của nấm *Phellinus* *in vitro* và *in vivo* [1,2]. Trong vài thập kỷ qua, các hợp chất như: flavon, coumarin, ergosterol, acid agaricic, acid béo, triterpen, acid aromatic, acid amin, oxidase xylose, urease, catalase, esterase, sucrase... đã được phân lập từ các loài trong chi *Phellinus*, trong đó thành phần hóa học chính có tác dụng chống ung thư của nấm *Phellinus* là các polysaccharid [3,4]. Trong chương trình nghiên cứu thành phần hóa học từ các loài trong chi *Phellinus*, chúng tôi đã phân lập và xác định được cấu trúc của hai hợp chất là pterocarpin và 5-hydroxy-7-methoxyflavon. Các hợp chất này lần đầu tiên được tìm thấy từ quả thể nấm thương hoàng (*Phellinus igniarius* Dc. ex Fr. Quél.).

## Nguyên liệu và phương pháp

**Nguyên liệu:** Quả thể nấm thương hoàng (*Phellinus igniarius* Dc. ex Fr. Quél.) được thu hái tại vườn Quốc gia Pù Mát, Nghệ An vào tháng 10/2016. Mẫu được định danh tên khoa học bởi PGS.TS. Ngô Anh, Trường Đại học Khoa học Huế, Đại học Huế. Tiêu bản được lưu giữ tại phòng thí nghiệm Công nghệ thực phẩm, Viện Công nghệ Hóa sinh và môi trường, Trường Đại học Vinh.

**Thiết bị:** Sắc ký lõp mỏng được tiến hành trên bản mỏng tráng sẵn silicagel 60F245 (Merck), phát hiện bằng đèn UV và hơi iod. Chất hấp thụ silica gel 230-400 mesh (Merck) được sử dụng trong sắc ký cột. Nhiệt độ nóng chảy được đo trên máy Yanaco MP-S3. Phổ tử ngoại (UV) được ghi trên máy Agilent UV-VIS. Phổ hồng ngoại (IR) được ghi trên máy Bruker 270-30, dạng viên nén KBr. Phổ khối lượng va chạm electron (EI-MS) đo trên máy MS-Engine-5989-HP. Phổ HR-ESI-MS đo trên máy micr OTOF-Q II 10187 (Phòng Phân tích trung tâm, Trường Đại học Khoa học Tự nhiên Tp. Hồ Chí Minh). Phổ cộng hưởng từ hạt nhân (<sup>1</sup>H-NMR) ghi trên máy Bruker 500MHz. Phổ <sup>13</sup>C-NMR, DEPT, HMBC, HSQC ghi trên máy Bruker 125MHz (Phòng Phân tích cấu trúc, Viện Hóa học-Viện Hàn lâm KH&CN Việt Nam).

## Phân lập các hợp chất

Mẫu nấm thương hoàng (4,5 kg) sấy khô ở nhiệt độ từ 40-50°C trong 48 giờ, nghiền nhão và ngâm chiết với methanol (10 L x 3 lần) ở nhiệt độ phòng, thu dịch chiết và cắt thu hồi dung môi dưới áp suất thấp được cao methanol (154 g). Phân bô dịch chiết vào nước (1 L), chiết bằng ethyl acetat (1 L x 5 lần) và butanol (1 L x 5 lần), sau đó cắt thu hồi dung môi thu được cao ethyl acetat (42 g), cao butanol (67 g) và dịch nước.

Cao ethyl acetat được phân tách trên cột silica gel, với hệ dung môi rửa giải là chloroform: methanol (100:0, 40:1; 30:1; 20:1; 10:1; 4:1; 2:1), thu được 5 phân đoạn. Phân đoạn 4 (2,5 g) được tiến hành sắc ký cột với hexan: aceton (15:1, 9:1) thu được hợp chất 1 (18 mg). Phân đoạn 5 (3,1 g) được tiến hành sắc ký cột (200 g, 60 × 3 cm) với chloroform/methanol (10:1) và kết tinh phân đoạn thu được hợp chất 2 (27 mg).

## ● Nghiên cứu - Kỹ thuật

### Kết quả và bàn luận

#### Hợp chất 1

Tinh thể màu trắng, có **điểm nóng chảy** ở 154,5-156°C;  **$^1H-NMR$**  (500 MHz,  $CDCl_3-d_6$ ) và  **$^{13}C-NMR$**  (125 MHz,  $CDCl_3-d_6$ ) δ (ppm): xem bảng 1.

Bảng 1. Số liệu phô  $^1H-NMR$  và  $^{13}C-NMR$  của hợp chất 1

Carbon	$\delta_{H(ppm)}$	$\delta_{C(ppm)}$	$\delta_{C(ppm)}^{13}$
C-1	7,40 (1H, d, J = 8,5 Hz, H-1)	131,8	131,6
C-2	6,63 (1H, d, J = 8,5 Hz, H-2)	109,2	109,0
C-3		161,1	160,9
C-4	6,47 (1H, d, J = 2,5 Hz, H-4)	101,7	101,5
C-4a		156,6	156,4
C-6		66,5	66,4
C-6a		40,3	40,2
C-6b		117,9	117,8
C-7	6,72 (1H, s, H-7)	104,7	104,6
C-8		141,7	141,5
C-9		148,1	147,9
C-10	6,43 (1H, s, H-10)	93,8	93,7
C-10a		154,3	154,1
C-11a		78,5	78,4
C-11b		112,4	112,3
OCH <sub>3</sub> O	5,90 (2H, s)	101,3	101,1
OCH <sub>3</sub>	3,79 (3H, s)	55,4	55,3

Phô  $^1H-NMR$  của hợp chất 1 cho thấy tín hiệu cộng hưởng của các proton của vòng thơm A:  $\delta_{H(ppm)}$ : 7,40 (1H d, J = 8,5 Hz H-1); 6,63 (1H d, J = 8,5 Hz

Bảng 2. Số liệu phô  $^1H-NMR$ ,  $^{13}C-NMR$  và DEPT của hợp chất 2

Carbon	DEPT	$^1H-NMR \delta_{C(ppm)}$		$^{13}C-NMR \delta_{C(ppm)}$	
		Thực nghiệm $CDCl_3$	Tài liệu [5]	Thực nghiệm $CDCl_3$	Tài liệu [5]
1					
2	C			164,0	164,0
3	CH	6,66 (1H, s)	6,67 (1H, s)	105,9	105,9
4	C=O			182,5	182,5
5	C-OH			162,2	162,2
6	CH	6,37 (1H, d, J = 2 Hz)	6,39 (1H, d, J = 2 Hz)	98,2	98,2
7	C-OCH <sub>3</sub>			165,6	165,6
8	CH	6,49 (1H, d, J = 2 Hz)	6,51 (1H, d, J = 2 Hz)	92,7	92,7
9	C			157,8	157,8
10	C			105,7	105,7
1'	C			131,8	131,9
2'	CH	7,88 (1H, d, J = 8 Hz)	7,89 (1H, d, J = 8 Hz)	126,3	126,3
3'	CH	7,54 (1H, m)	7,54 (1H, m)	129,1	129,1
4'	CH	7,50 (1H, m)	7,52 (1H, m)	126,3	126,3
5'	CH	7,54 (1H, m)	7,54 (1H, m)	129,1	129,1
6'	CH	7,88 (1H, d, J = 8 Hz)	7,89 (1H, d, J = 8 Hz)	126,3	126,3
7-OCH <sub>3</sub>		3,88 (3H, s)	3,89 (3H, s)	55,8	55,9

H-2); 6,47 (1H, d, J = 2,5 Hz H-4). Tín hiệu cộng hưởng của 2 proton của vòng thơm B  $\delta_{H(ppm)}$ : 6,72 (1H, s, H-7); 6,43 (1H, s, H-10). Phô  $^1H-NMR$  của hợp chất 1 còn cho thấy tín hiệu singlet của 1 nhóm methoxy:  $\delta_H$ : 3,79 ppm (3-OCH<sub>3</sub>); Tín hiệu của 2 proton nhóm -OCH<sub>2</sub>O- $\delta_H$ : 5,90 ppm. Phô  $^{13}C-NMR$  kết hợp với phô DEPT, HSQC cho thấy tín hiệu của 12 nguyên tử C của hai vòng thơm A và B  $\delta_{C(ppm)}$ : 161,1; 156,6; 154,3; 148,1; 141,7; 131,8; 117,9; 112,4; 109,18; 104,7; 101,7; 93,8. Tín hiệu của nguyên tử C của nhóm -OCH<sub>2</sub>O- $\delta_{C(ppm)}$ : 101,3; Tín hiệu của nguyên tử C của nhóm -OCH<sub>3</sub>  $\delta_{C(ppm)}$ : 55,4 và 3 nguyên tử C no  $\delta_{C(ppm)}$ : 78,5; 66,5 (liên kết với O) và 40,3. Phô HSQC của hợp chất 1 thấy có tương quan: giữa proton thơm H-1  $\delta_H$  7,40 ppm và nguyên tử C-1  $\delta_C$  131,6 ppm; giữa proton thơm H-2  $\delta_H$  6,63 ppm và nguyên tử C-2  $\delta_C$  109,2 ppm; giữa proton thơm H-7  $\delta_H$  6,72 ppm và nguyên tử C-7  $\delta_C$  104,7 ppm; giữa proton thơm H-10  $\delta_H$  6,43 ppm và nguyên tử C-10  $\delta_C$  93,8 ppm; giữa proton thơm H-4  $\delta_H$  6,47 ppm và nguyên tử C-4  $\delta_C$  101,7 ppm; giữa proton nhóm OCH<sub>3</sub>  $\delta_H$  3,79 ppm và nguyên tử C nhóm OCH<sub>3</sub>  $\delta_C$  55,4 ppm.

Kết hợp phô  $^1H-NMR$ ,  $^{13}C-NMR$ , DEPT, HMBC, HSQC và so sánh với tài liệu tham khảo [5] xác định được cấu trúc của hợp chất 1 là pterocarpin.

#### Hợp chất 2

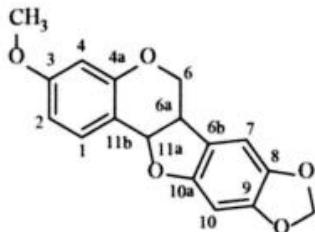
Chất rắn màu vàng, có **điểm nóng chảy**: 195-196°C; **UV** (MeOH)  $\lambda_{max}$ : 216, 278 và 322; **ESI-MS** m/z: 331 [M+H]<sup>+</sup>;  **$^1H-NMR$**  (500 MHz,  $CDCl_3-d_6$ ) và  **$^{13}C-NMR$**  (125 MHz,  $CDCl_3-d_6$ ) δ (ppm): xem bảng 2.

## ● Nghiên cứu - Kỹ thuật

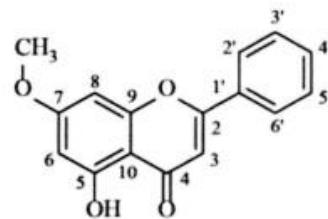
Phỗ  $^1\text{H-NMR}$  của hợp chất **2** cho thấy tín hiệu của proton olefinic H-3 ( $\delta_{\text{H}}$  6,66 ppm, s,); tín hiệu proton thơm của vòng A: H-6 ( $\delta_{\text{H}}$  6,37 ppm, d,  $J = 2$  Hz), H-8 ( $\delta_{\text{H}}$  6,49 ppm, d,  $J = 2$  Hz). Vùng tín hiệu proton thơm vòng B (không thay thế): H-2', 6' ( $\delta_{\text{H}}$  7,88 ppm, d,  $J = 8$  Hz), H-3', 5' ( $\delta_{\text{H}}$  7,54 ppm); H-4' ( $\delta_{\text{H}}$  7,50 ppm). Phỗ  $^1\text{H-NMR}$  còn cho thấy tín hiệu singlet của nhóm methoxy  $\delta_{\text{H}}$  3,88 ppm ( $7\text{-OCH}_3$ ). Phỗ  $^{13}\text{C-NMR}$  kết hợp với phỗ **DEPT** của hợp chất **2** cho thấy tín hiệu của 16 nguyên tử carbon: một carbon carbonyl  $\delta_{\text{C(ppm)}}$ : 182,5 (C=O); 12 carbon thơm  $\delta_{\text{C(ppm)}}$ : 162,2 (C-5); 98,2 (C-6); 165,6 (C-7); 92,7 (C-8); 157,8 (C-9); 105,7 (C-10); 131,8 (C-1'); 126,3 (C-2',6'); 129,1 (C-3',5'); 126,3 (C-4'). Hai carbon olefin  $\delta_{\text{C(ppm)}}$ : 164,0 (C-2)

và 105,9 (C-3); carbon cùanhóm methoxy  $\delta_{\text{C(ppm)}}$ : 55,8. Phỗ **HSQC** của hợp chất **2** ta thấy có tương quan (tương tác giữa C và H gắn trực tiếp lên nó) giữa: H-6  $\delta_{\text{H}}$  6,37 ppm và C-6  $\delta_{\text{C}}$  98,2 ppm; H-8  $\delta_{\text{H}}$  6,49 ppm và C-8  $\delta_{\text{C(ppm)}}$  92,7; H-2',6'  $\delta_{\text{H}}$  7,88 ppm và C-2',6'  $\delta_{\text{C}}$  126,3 ppm; H-3',5'  $\delta_{\text{H}}$  7,54 ppm và C-3',5'  $\delta_{\text{C}}$  129,1 ppm; giữa ( $7\text{-OCH}_3$ )  $\delta_{\text{H}}$  3,88 ppm và ( $7\text{-OCH}_3$ )  $\delta_{\text{C(ppm)}}$  55,8 ppm; giữa H-3  $\delta_{\text{H}}$  6,66 ppm và C-3  $\delta_{\text{C(ppm)}}$  105,9 ppm.

Kết hợp phỗ **MS**,  $^1\text{H-NMR}$ ,  $^{13}\text{C-NMR}$ , **DEPT**, **HMBC**, **HSQC**, **COSY** và so sánh với tài liệu tham khảo<sup>[6]</sup> cho phép xác định cấu trúc của hợp chất **2** là 5-hydroxy-7-methoxyflavon.



Pterocarpin (1)



5-Hydroxy-7-methoxyflavon (2)

Hình 1. Công thức cấu tạo của các hợp chất phân lập được

### Kết luận

Nghiên cứu thành phần hoá học từ quả thể nấm thượng hoàng (*Phellinus igniarius*) được thu hái tại Vườn Quốc gia Pù Mát (tỉnh Nghệ An), bằng các phương pháp ngâm chiết với dung môi chọn lọc, cắt thu hồi dung môi đã thu được các cao tương ứng. Từ cao ethyl acetat, bằng các phương pháp sắc ký đã phân lập được hai hợp chất pterocarpin và 5-hydroxy-7-methoxyflavon. Cấu trúc của các hợp chất được xác định bằng các phương pháp phỗ cộng hưởng từ hạt nhân ( $^1\text{H}$ -  $^{13}\text{C-NMR}$ , DEPT, HSQC, HMBC, COSY). Các hợp chất này lần đầu tiên được tìm thấy từ quả thể nấm thượng hoàng (*Phellinus igniarius* Dc. ex Fr. Quél.).

Các tác giả cảm ơn đê tài cấp Bộ của Giáo dục và Đào tạo, mã số B2016-TDV05 đã tài trợ kinh phí.

### Tài liệu tham khảo

- Zhu T., Kim S. H., Chen C. Y. (2008), "A medicinal mushroom: *Phellinus linteus*", *Curr. Med. Chem.*, 15(13), pp.1330-1335.

- Feng T., Cai J. L., Li X. M., Zhou Z. Y., Li Z. H., Liu J. K., (2016), "Chemical constituents and their bioactivities of mushroom *Phellinus rhabarbarinus*", *J. Agric. Food Chem.*, 64(9), pp. 1945-1949.

- Hui J., Li H., Zhu C. Y., Li Q.J., Hu F. Q. (2009), "Comparative analysis of nutrients in fruit body and mycelia of *Phellinus igniarius*", *Special Wild Economic Animal and Plant Research*, 2, pp. 59-61.

- Qi X., Zhang J., Chen Y., Wang C. L. (2010), "Comparative analysis of bioactive components in fruit bodies of *Phellinus linteus* growing on six species of trees", *Food Sci.*, 31, pp. 199-201.

- Hasnah M. S., Graeme B. R. (1989), "The isolation and identification of two antifungal pterocarpans from *Ulex europaeus L.*", *Pertanika*, 12(3), pp. 395-398.

- Andi R. R., Lailly B. D., Yaacob W. A., Nik I. Y., Sahidin I., Jalifah L., Syarul N., Normah M. N. (2013), "Isolation and characterization of compounds from the stem bark of *Uvaria rufa* (Annonaceae)", *Malaysian J. Anal. Sci.*, 17(1), pp. 50-58.

(Ngày nhận bài: 31/08/2018 - Ngày phản biện: 15/09/2018 - Ngày duyệt đăng: 10/10/2018)