

# V Hai flavonoid và một hợp chất amin mạch thẳng phân lập từ lá cây ô đầu (*Aconitum carmichaeli* Debx.) ở tỉnh Hà Giang

Vũ Đức Lợi<sup>1</sup>, Nguyễn Thanh Hải<sup>1</sup>

Nguyễn Thúc Thu Hương<sup>1</sup>, Nguyễn Tiên Vững<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Khoa Y Dược, Đại học Quốc gia Hà Nội

<sup>2</sup>Viện Pháp y Quốc gia

<sup>\*</sup>E-mail: [ducloi82@gmail.com](mailto:ducloi82@gmail.com)

## Summary

Two flavonoids and an open-chained amino acid were isolated from the leaves of *Aconitum carmichaeli* Debx growing in Ha Giang province and identified by IR, MS and NMR as: 5,7,3-trimethoxyquercetin-3-O- $\beta$ -D-fructofuranoside (1); 7,4'-O-dimethyluteolin 5-O- $[\alpha$ -L-arabinofuranosyl-(1 $\rightarrow$ 6)]- $\beta$ -D-glucopyranoside (2); and (Z)-3-hydroxypentan-2-yl-10-aminooctacos-9-enoate (3). These 3 compounds were all isolated from leaves of *A. carmichaeli* Debx for the first time.

**Keywords:** *Aconitum carmichaeli*, flavonoid glycosides, Ha Giang Province.

## Đặt vấn đề

Lá cây ô đầu chủ yếu được biết đến với việc sử dụng củ của nó với tác dụng hồi dương cứu nghịch, bổ hỏa trợ dương, trị đau nhức xương khớp. Tuy nhiên những năm gần đây đã có nhiều nhà khoa học trên thế giới quan tâm tới các chất chiết xuất từ lá cây ô đầu, đặc biệt là thành phần flavonoid với tác dụng chính là chống oxy hóa. Cho đến nay, tại Việt Nam chưa có nghiên cứu nào về hợp chất flavonoid từ lá cây ô đầu được công bố. Chính vì vậy chúng tôi tiến hành nghiên cứu chiết xuất phân lập một số flavonoid và thành phần khác góp phần hoàn thiện về nghiên cứu thành phần hóa học của cây ô đầu trồng ở Việt Nam.

## Nguyên liệu và phương pháp nghiên cứu

### Nguyên liệu

Mẫu cây ô đầu được thu hái vào tháng 08-10 năm 2012 tại huyện Quản Bạ, tỉnh Hà Giang. Lá cây được lấy sau khi cây đã ra hoa, phơi sấy khô. Tên khoa học của cây được xác định là: *Aconitum carmichaeli* Debx. bởi PGS.TS Nguyễn Văn Tập và TS. Phạm Thanh Huyền, Viện Dược liệu giám định.

### Hóa chất, thiết bị

- **Sắc ký lớp mỏng:** sử dụng bản mỏng nhôm tráng sẵn silicagel 60 F<sub>254</sub> Merck, độ dày 0,2 mm. Sau khi triển khai sắc ký, bản mỏng được kiểm tra bằng đèn tử ngoại ở bước sóng 254, 365 nm sau đó hiện màu bằng thuốc thử là dung dịch H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 10% trong ethanol.

- **Sắc ký cột:** sắc ký cột sử dụng silicagel cỡ hạt 0,063-0,200mm (Merck) và cỡ hạt 0,040-0,063 mm (Merck) với các loại cột sắc ký có kích cỡ khác nhau.

- **Phổ cộng hưởng từ hạt nhân NMR:** được ghi trên máy Bruker Avance 500MHz tại Viện Hóa học, Viện Hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam.

- **Phổ khối ESI-MS:** đo trên máy Varian Agilent 1100 LC-MSD tại Viện Hóa học, Viện Hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam.

- **Phổ hồng ngoại (IR):** được đo dưới dạng viên nén KBr trên máy Impact 410 Nicolet tại Viện Hóa học, Viện Hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam.

### Phương pháp chiết xuất và phân lập

Lá ô đầu (1,5 kg) sau khi thu hái được làm sạch, sấy khô ở nhiệt độ 60 °C, sau đó được ngâm chiết trong ethanol (4 lần x 5 l/lần). Dịch chiết thu được đem cất thu hồi dung môi dưới áp suất giảm, thu được cao ethanol (40 g). Cao

## ● Nghiên cứu - Kỹ thuật

ethanol được kiềm hóa bằng dung dịch  $K_2CO_3$  10% (pH 8,0), lọc loại tạp thu được dịch nước, acid hóa bằng HCl 10% (pH 6,0) và muối ăn NaCl bão hòa. Chiết lại bằng ethyl acetat (3 lần x 300 ml/lần) và cất thu hồi dung môi dưới áp suất giảm thu được 15 g cao ethyl acetat. Cao ethyl acetat triển khai sắc ký trên cột silica gel, cỡ hạt 0,063-0,200 mm, rửa giải bằng các hệ dung môi có độ phân cực tăng dần (*n*-hexan - EtOAc với nồng độ EtOAc tăng từ 0-100 %, EtOAc - MeOH với nồng độ MeOH tăng từ 0-80%) thu được các phân đoạn có kí hiệu là: A, B, C, D, E.

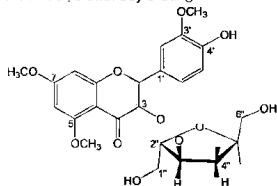
Phân đoạn B (0,8 g) triển khai sắc ký trên cột silica gel pha thường, cỡ hạt 0,040-0,063 mm, rửa giải bằng hệ dung môi  $CHCl_3$  - EtOAc (90:10) thu được hợp chất 3, tinh thể màu trắng,  $R_f = 0,30$  ( $CH_2Cl_2$  - EtOAc, 90:10). Chất này được kết tinh lại trong dung môi ethyl acetat.

Phân đoạn E (2,1 g) triển khai sắc ký trên cột silica gel pha đảo YMC, cỡ hạt 0,030-0,050 mm, rửa giải bằng hệ dung môi MeOH - EtOAc (90:10) thu được hợp chất 1 (12 mg), hợp chất 2 (22 mg).

Hợp chất 1 tinh thể màu vàng nhạt,  $R_f = 0,40$  ( $CHCl_3$  - MeOH), (10:90). Hợp chất 2 có màu vàng,  $R_f = 0,30$  ( $CHCl_3$  - MeOH), (15:85).

**Hợp chất 1: 5,7,3'-trimethoxyquercetin -3-O- $\beta$ -D-fructofuranosid**

$M = 506$ ,  $R_f = 0,4$  ( $CHCl_3$  - MeOH, 10:90). IR (KBr,  $\nu_{max}$   $cm^{-1}$ ): 3060 (OH), 2924 (CH), 1687 (C=O), 1073 (C-O-C). Phổ  $^1H$ -NMR (500 MHz),  $^{13}C$ -NMR (125 MHz) đo trong  $CDCl_3$  và phổ DEPT của chất 1 được trình bày ở bảng 1.



Hình 1: Cấu trúc của hợp chất 1

Bảng 1: Số liệu phổ  $^1H$ -NMR,  $^{13}C$ -NMR và DEPT của chất 1

Vị trí C	DEPT	$\delta_c$ (11) ppm	$\delta_c$ (1) ppm	$\delta_u$ (10) ppm, J: Hz	$\delta_u$ (1) ppm, J: Hz	HMBC(C-H)
2	C	146,4	156,2	-	-	-
3	C	136,5	130,0	-	-	-
4	C	176,0	177,5	-	-	-
5	C	156,1	161,9	-	-	-
6	CH	97,3	110,6	6,16 d (2,0)	6,19 s	5, 7, 8, 10
7	C	164,9	162,2	-	-	-
8	CH	91,9	110,9	6,38 d (2,0)	6,79 s	6, 7; 9; 10
9	C	160,5	148,4	-	-	-
10	C	104,1	111,3	-	-	-
5-OCH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	-	55,8	-	3,42 s	5
7-OCH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	55,9	53,7	3,74 s	3,61 s	7
1'	C	123,3	129,1	-	-	-
2'	CH	111,1	128,8	7,53 d (2,5)	8,25 s	2, 3; 4; 6
3'	C	148,4	145,1	-	-	-
4'	C	151,0	147,5	-	-	-
5'	CH	111,4	124,5	6,85 d (8,5)	8,12 d (7,0)	1
6'	CH	121,5	127,9	7,40 dd (2,5, 8,5)	8,13 d (7,0)	2; 2'; 4'
3-OCH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	55,6	55,9	-	3,86 s	3
4-OCH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	55,3	-	-	-	-
1'	CH <sub>2</sub>	-	60,3	-	3,83 dd (2,5; 13,0); 3,43 dd (3,0; 12,5)	1; 2; 3'
2'	C	-	111,7	-	-	-
3'	CH	-	73,1	-	3,17 dd (4,0; 15,0)	-
4'	CH	-	67,9	-	4,46 dd (4,5; 14,5)	-
5'	CH	-	75,8	-	4,93 dd (4,0; 14)	-
6'	CH <sub>2</sub>	-	60,2	-	3,09 m	4; 5

Ghi chú: \* tín hiệu còn bị che khuất;  $\delta_u$  (10) đo trong DMSO ở 500 MHz của chất 3,7,4'-trimethoxyquercetin,  $\delta_c$  (11) đo trong DMSO ở 100 MHz của chất 7,3',4'-trimethoxyquercetin<sup>14, 5</sup>.

## ● Nghiên cứu - Kỹ thuật

**Hợp chất 2:** 7,4'-O-dimethyluteolin 5-O-[ $\alpha$ -L-arabinofuranosyl-(1 $\rightarrow$ 6)]- $\beta$ -D-glucopyranosid]

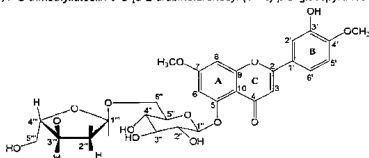
$M = 608$ ,  $R_f = 0,3$  ( $\text{CHCl}_3$  - MeOH, 15:85),

**IR** (KBr,  $\nu_{\text{max}}$   $\text{cm}^{-1}$ ): 3414 (OH), 2936 (CH), 1725 (C=O), 1100 (C-O-C). Phổ  **$^1\text{H-NMR}$**  (500 MHz) và  **$^{13}\text{C-NMR}$**  (125 MHz) đo trong  $\text{CDCl}_3$  và phổ **DEPT** của hợp chất 2 trình bày ở bảng 2.

**Bảng 2:** Số liệu phổ  $^1\text{H-NMR}$ ,  $^{13}\text{C-NMR}$  và DEPT của chất 2

Vị trí C	DEPT	$\delta_c$ (12) ppm	$\delta_c$ (2) ppm	$\delta_H$ (12) ppm, J-Hz	$\delta_H$ (2) ppm, J-Hz	HMBC (2) (C $\rightarrow$ H)
2	C	160,9	165,0	-	-	
3	CH	106,5	106,3	6,76 s	6,61 s	2; 4; 1; 2'
4	C	176,9	180,2	-	-	
5	C	158,1	159,5	-	-	
6	CH	102,9	104,3	6,86 d (2,2)	6,90 d (2,0)	5; 7; 8; 10
7	C	163,6	165,9	-	-	
8	CH	96,6	97,5	7,03 d (2,0)	6,95 d (2,0)	6; 7; 9; 10
9	C	158,4	160,6	-	-	
10	C	109,2	110,4	-	-	
7-OCH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	56,1	56,8	3,89 s	3,7 s	7
1'	C	122,7	121,3	-	-	
2'	CH	128,0	110,1	8,01 m	7,45 d (2,0)	2; 3; 4; 6'
3'	C	114,5	150,4	-	-	
4'	C	162,1	155,0	-	-	
5'	CH	114,5	117,6	7,09 m	6,89 d (7,5)	1'
6'	CH	128,0	122,0	8,01 m	7,51 dd (2,0, 8,0)	2; 2'; 4'
4-OCH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	56,5	56,7	3,84 s	3,96 s	4'
1''	CH	103,7	104,8	4,80 d (7,0)	4,86*	5
2''	CH	73,4	74,8	2,97 dd (9,0; 7,0)	3,62*	
3''	CH	76,6	77,3	3,11 t (9,0)	3,70*	
4''	CH	69,5	71,8	3,27 t (9,0)	3,42*	
5''	CH	75,7	77,3	3,30 m	3,53 t (7,5)	
6''	CH <sub>2</sub>	68,7	68,4	3,65 dd (11,0, 5,6)	3,65*	
1'''	CH	104,1	110,5	4,19 d (7,8)	4,97 s	6''
2'''	CH	73,4	83,3	3,37 dd (9,0, 7,8)	4,05*	
3'''	CH	76,0	78,8	3,56 t (9,0)	3,97 dd (3,5; 6,0)	
4'''	CH	69,8	85,7	3,23 m	4,01 m	
5'''	CH <sub>2</sub>	65,6	63,0	3,02 m	3,61*	
				3,68 m	3,75 dd (3,5, 12,0)	

Ghi chú: \* tín hiệu còn bị che khuất;  $\delta_c$  (12) đo trong DMSO ở 400 MHz,  $\delta_c$  (2) đo trong DMSO ở 100 MHz của chất 7, 3',4'-O-trimethyluteolin 5-O-[ $\alpha$ -L-arabinofuranosyl-(1 $\rightarrow$ 6)]- $\beta$ -D-glucopyranosid]<sup>[2]</sup>



**Hình 2:** Cấu trúc của hợp chất 2

**Hợp chất 3:** (Z)-3-hydroxypentan-2-yl-10-aminoctacos-9-enoat

$M = 524$ ,  $R_f = 0,3$  ( $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  - EtOAc, 90:10),

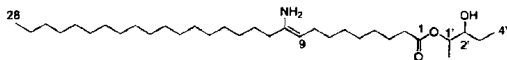
**ESI-MS:**  $m/z$  547 [ $\text{M}+\text{Na}$ ]<sup>+</sup>, **IR:** (KBr,  $\nu_{\text{cm}^{-1}}$ ):

3426, 3334 ( $\text{NH}_2$ ); 2923, 2853 (CH); 1658 (C=O); 1625 (C=C); 1548 (C-N); 1089 (C-O-C).  **$^1\text{H-NMR}$**  (500 MHz,  $\text{CD}_3\text{OD}$ ): 5,69 (1H, d,  $J=7,5$  Hz, H-9); 4,00-4,03 (1H, m, H-1); 3,62 (1H, d,  $J = 5$  Hz,

## ● Nghiên cứu - Kỹ thuật

H-2'); 2,28 (1H, d,  $J = 6$  Hz, H-2a); 2,15-2,19 (2H, m, H-8); 1,62 (1H, d,  $J = 7$  Hz, H-2b); 1,50-1,60 (2H, m, H-11); 1,44-1,45 (2H, m, H-3); 1,37-1,40 (2H, m, H-3'); 1,25 (40H, m,  $20C_{H_2}$ ); 1,09 (3H, d,  $J = 7$  Hz,  $CH_3$ ); 0,88 (6H, t,  $J = 14$  Hz, H-4'

và H-28).  $^{13}C-NMR$  (125 MHz,  $CD_3OD$ ): 173,1 ( $COO$ ); 162,1 (C-10); 118,2 (C-9); 76,7 (C-1'); 74,4 (C-2'); 49,4 (C-11); 36,9 (C-2); 33,6 (C-26); 31,9 (C-3'); 29,5 ( $19C_{H_2}$ ); 26,0 (C-3); 25,8 (C-27); 22,6 (C-8); 14,2 ( $CH_3$ ); 14,1 (C-4' và C-28).



Hình 3: Cấu trúc của hợp chất 3

### Kết quả và thảo luận

**Hợp chất 1:** Phổ IR xuất hiện đỉnh hấp thụ cực đại ở  $\nu_{max}$  3060  $cm^{-1}$  đặc trưng cho nhóm O-H; đỉnh ở  $\nu_{max}$  2944  $cm^{-1}$  đặc trưng cho dao động hóa trị của liên kết C-H, đỉnh ở  $\nu_{max}$  1687  $cm^{-1}$  đặc trưng cho dao động hóa trị của liên kết C=O, đỉnh ở  $\nu_{max}$  1073  $cm^{-1}$  đặc trưng cho dao động hóa trị của liên kết C-O-C. Phổ  $ESI-MS$  tương ứng với khối lượng phân tử  $M = 506$ .

Phổ  $^{13}C-NMR$  và DEPT 90, DEPT 135 của 1 có 24 tín hiệu carbon, trong đó một tín hiệu của nhóm carbonyl ở 177,4 ppm, 4 tín hiệu của nhóm CH thơm, 4 tín hiệu cộng hưởng của carbon bậc 4 nhân thơm có gắn kết với nhóm chứa oxy tại 162,2; 148,9; 145,1; 147,5 ppm, ba tín hiệu cộng hưởng của nhóm methoxy tại 55,9; 55,8; 53,7 ppm. Ngoài ra, trên phổ  $^{13}C-NMR$  xuất hiện 6 tín hiệu cộng hưởng đặc trưng của glucosid trong khoảng 60,2 đến 111,7 ppm trong đó có 2 C cộng hưởng ở 60,3 và 60,2 ppm; điều này khẳng định glucosid là fructose. Phổ  $^1H-NMR$  của 1 xuất hiện các tín hiệu vùng thơm đặc trưng của nhân quercetin. Ba tín hiệu của proton thơm tại vùng trường thấp 8,25 (1H, s), 8,13 (1H, d,  $J = 7,0$  Hz) và 8,12 (1H, d,  $J = 7,0$  Hz) ứng với các vị trí H-2", H-5" và H-6" của nhân thơm B. Hai tín hiệu proton thơm ở vùng trường cao hơn là 6,79 ppm và 6,19 ppm được gán cho proton ở các vị trí H-8 và H-6 của nhân thơm A. Ngoài ra trên phổ  $^1H-NMR$  không có tín hiệu của proton anome của glucosid mà chỉ xuất hiện tín hiệu của proton tại H-5" là 4,93 ppm (1H, dd,  $J = 4,0; 14$  Hz), khẳng định cấu trúc của beta-fructose. Từ các dữ liệu phổ nêu trên, kết hợp so sánh phổ  $NMR$  của 1 với phổ  $^1H-NMR$  của chất 3,7,4-trimethoxyquercetin và phổ  $^{13}C-NMR$  của 7,3,4-trimethoxyquercetin<sup>[6,9]</sup> khẳng định 1 là glucosid của quercetin, có tên là: **5,7,3'-trimethoxyquercetin-3-O- $\beta$ -D-fructofuranosid**. Kiểm tra cấu trúc trên phần

mềm scifinder cho thấy đây là hợp chất mới.

**Hợp chất 2** Dạng bột có màu vàng. Phổ IR xuất hiện đỉnh hấp thụ cực đại ở  $\nu_{max}$  3414  $cm^{-1}$  đặc trưng cho nhóm O-H, đỉnh ở  $\nu_{max}$  2936  $cm^{-1}$  đặc trưng cho dao động hóa trị của liên kết C-H, đỉnh ở  $\nu_{max}$  1725  $cm^{-1}$  đặc trưng cho dao động hóa trị của liên kết C=O, đỉnh ở  $\nu_{max}$  1100  $cm^{-1}$  đặc trưng cho dao động hóa trị của liên kết C-O-C.

Phổ  $NMR$  của 2 cho thấy có đặc điểm khung cấu trúc của một flavonoid. Phổ  $^1H-NMR$  của 2 xuất hiện các tín hiệu của một hợp chất có khung flavon với tín hiệu singlet tại 6,62 (1H, s, H-3), cặp proton nằm ở vị trí meta với nhau của vòng A tại 6,90 (1H, d,  $J = 2,0$ ; H-6) và 6,95 (1H, d,  $J = 2,0$ ; H-8). Ba tín hiệu cộng hưởng với tương tác spin coupling dạng ABX của vòng B thể ở các vị trí 1,3,4 tại 7,45 (1H, d,  $J = 2,0$ , H-2'); 6,89 (1H, d,  $J = 8,0$ ; H-5'); 7,51 (1H, dd,  $J = 2,0$ , 8,0; H-6'), có hai nhóm methoxy cộng hưởng tại 3,96 (3H, s,  $OCH_3$ ) và 3,97 (3H, s,  $OCH_3$ ). Hai phân tử đường có các tín hiệu đặc trưng như hai proton anome tại 4,86 (1H, H-1"); 4,97 (H, s, H-1") bởi trên phổ  $HSQC$  có tương tác rõ rệt giữa các proton này với các carbon tương ứng là 104,8 (C-1") và 110,5 (C-1"). Bốn proton của hai nhóm oxymethylen của hai phân tử đường cũng được xác định tại 3,65 (2H, H-6"), tín hiệu này bị che lấp và 3,61 (1H,  $H_a-5''$ ), 3,75 (1H, dd,  $J = 3,5; 12,0$ ;  $H_b-5''$ ). Các tín hiệu của các proton gắn với carbon oxymethylen tại 3,62 (1H, H-2"); 3,70 (1H, H-3"); 3,42 (1H, H-4"); 3,53 (1H, H-5"); 4,05 (1H, H-2"); 3,87 (1H, dd,  $J = 3,5; 6,0$ ; H-3"); 4,01 (1H, m, H-4"). Cấu trúc của hai phân tử đường này được xác định qua các tương tác trên phổ  $HSQC$ . Phân tử đường glucose được nhận biết bằng các tín hiệu carbon tại 104,8 (C-1"); 74,8 (C-2"); 77,3 (C-3"); 71,8 (C-4"); 77,3 (C-5"); 68,4 (C-6"). Ở đây, tín hiệu của C-6" ( $CH_2$ ) đã dịch chuyển mạnh về phía trường thấp hơn chứng tỏ đã có liên kết

## ● Nghiên cứu - Kỹ thuật

ether tại đây. Ngoài 17 tín hiệu của phần aglycon (bao gồm cả hai tín hiệu của hai nhóm methoxy) thì còn lại 5 tín hiệu khác tại 110,5 (CH, C-1<sup>'''</sup>); 83,3 (CH, C-2<sup>'''</sup>); 78,8 (CH, C-3<sup>'''</sup>); 85,7 (CH, C-4<sup>'''</sup>); 63,0 (CH<sub>2</sub>, C-5<sup>'''</sup>). Như vậy, có thể sơ bộ nhận định hợp chất này gồm có khung flavon với hai nhóm methoxy và nhánh đường là O-[L-arabinofuranosyl-(16)-β-D-glucopyranosid]. Vị trí của các nhóm thế thể hiện trên các phổ **HMBC**. Trên phổ **HMBC**, tương tác của proton H-1<sup>'</sup> với C-5, tương tác của nhóm methoxy với C-7 chứng tỏ tại vòng A, nhánh đường được nối với C-5 và nhóm methoxy nối với C-7. Ngoài ra, tương tác của H-1<sup>'''</sup> với C-6<sup>'''</sup> cũng khẳng định thêm vị trí nối của hai phân tử đường với nhau. Tại vòng B, nhóm methoxy được khẳng định là nối với C-4<sup>'</sup> mà không phải nối với C-3<sup>'</sup> bởi vì xuất hiện tương tác **HMBC** giữa các proton của cả nhóm methoxy và H-6<sup>'</sup> với C-4<sup>'</sup> mà không có tương tác của H-6<sup>'</sup> với C-3<sup>'</sup>. Điều này chứng tỏ C-6<sup>'</sup> và carbon có nhóm hydroxy nằm ở vị trí para với nhau. Như vậy, qua dữ liệu phổ nêu trên và so sánh với dữ liệu phổ đã công bố<sup>[8]</sup> hợp chất 2 được khẳng định là **7,4'-O-dimethylylectolin 5-O-[α-L-arabinofuranosyl-(16)-β-D-glucopyranosid]**.

**Hợp chất 3:** Trên phổ **ESI-MS** của hợp chất 3 thấy xuất hiện pic ion tại  $m/z$ : 547 [M+Na]<sup>+</sup>, tương ứng với khối lượng phân tử  $M = 524$ , phù hợp với công thức phân tử C<sub>33</sub>H<sub>65</sub>NO<sub>3</sub>. Phổ **IR** xuất hiện đỉnh hấp thụ cực đại ở  $\nu_{\max}$  3426, 3334 cm<sup>-1</sup> đặc trưng cho dao động hóa trị của nhóm -NH<sub>2</sub>; đỉnh ở  $\nu_{\max}$  2923, 2853 cm<sup>-1</sup> đặc trưng cho dao động hóa trị của liên kết C-H bão hòa; đỉnh ở  $\nu_{\max}$  1658 cm<sup>-1</sup> đặc trưng cho dao động hóa trị của nhóm C=O, đỉnh ở  $\nu_{\max}$  1625 đặc trưng cho dao động hóa trị của liên kết đôi dạng *cis*; đỉnh ở  $\nu_{\max}$  1548 đặc trưng cho liên kết C-N; đỉnh ở  $\nu_{\max}$  1089 đặc trưng cho liên kết C-O-C. Trên phổ **<sup>1</sup>H-NMR** của 3 xuất hiện tín hiệu doublet với  $J = 7,5$  Hz tại 5,69 là dạng tín hiệu đặc trưng của liên kết đôi dạng *cis*. Ngoài ra, trên phổ **<sup>1</sup>H-NMR** của 3 xuất hiện các tín hiệu đặc trưng của nhóm methyl liên kết với methin với  $J = 7,0$  Hz tại 1,09 ppm, hai nhóm methyl liên kết với methylen với  $J = 14$  Hz, hai tín hiệu của nhóm methin tại 4,00-4,03 và 3,62 (d,  $J = 5$  Hz) và tín hiệu của 27 nhóm methylen. Trên phổ **<sup>13</sup>C-NMR**, phổ **DEPT 90** và **DEPT 135** cho thấy hợp chất 3 xuất hiện tín hiệu của nhóm carbonyl tại 173,1 ppm,

tín hiệu của carbon bậc 4 olefin liên kết với N tại 162,1 ppm, hai tín hiệu của nhóm methin liên kết với oxy tại 76,7 ppm và 74,4 ppm, tín hiệu của 3 nhóm methyl và tín hiệu của 27 nhóm methylen. Tín hiệu cộng hưởng được quy kết chính xác nhờ hỗ trợ của phần mềm dự đoán phổ và phổ cộng hưởng từ hạt nhân hai chiều (**HSQC**, **HMBC**). Từ các dữ liệu trên, kết hợp so sánh dữ liệu phổ đã công bố của chất acid octacosanoic<sup>[2]</sup> và chất pentanol<sup>[1]</sup>, khẳng định cấu trúc của 3 là **(Z)-3-hydroxypentan-2-yl 10-aminoctacos-9-enoat**. Kiểm tra cấu trúc trên phần mềm Scifinder cho thấy đây là hợp chất mới.

### Kết luận

Từ lá của cây ô đầu (*A. carnichaeli* Debx.) trồng ở tỉnh Hà Giang, chúng tôi đã sử dụng phương pháp sắc ký cột để phân lập được 3 hợp chất và dựa vào số liệu các phổ IR, MS, NMR đã xác định 3 hợp chất là 5,7,3-trimethoxyquercetin -3-O-β-D-fructofuranosid (1), 7,4'-O-dimethylylectolin 5-O-[α-L-arabinofuranosyl-(1-6)-β-D-glucopyranosid] (2), (Z)-3-hydroxypentan-2-yl 10-aminoctacos-9-enoat (3). Đây là lần đầu tiên phân lập được từ lá cây ô đầu (*A. carnichaeli* Debx.) ba hợp chất này.

### Tài liệu tham khảo

1. Volodymyr M, Volodymyr S. (2010), "Calculation of <sup>13</sup>C-NMR spectra of pentanol and its esters as an example of effective application of additivity of chemical shift increments for attributed signals in aliphatic compounds spectra", *Chemistry and Chemical Technology*, 4(3), 171-178.
2. Zakla K, Rosina K. (2011), "Isolation and characterization of n-octacosanoic acid from *Viburnum foetens*: a novel antibiofilm agent against *Streptococcus Mutans*", *Medicinal Chemistry Research*, 11(3), 658-665.
3. Zahir A, Jossang A., Bodo B., Provost J, Cosson J. P., Sévenet T. (1999), "Five new flavone 5-O-glycosides from *Lethedon tannaensis*: lethodosides and lethediosides", *Journal of Natural Products* 62(2), 241-243.
4. Hùng Giang, Cổ Khôi, Tân Ninh Hoa (2008), "Thành phần diterpenoid alkaloid trong hắc phụ phiến", *Tạp chí Nghiên cứu và phát triển các sản phẩm tự nhiên*, (tiếng Trung), 37 (15), 440-443.
5. Tuấn Linh, Lý Quốc Huy (2012), "Nghiên cứu thành phần hóa học của cây nga thực thảo", *Tạp chí Nghiên cứu và phát triển các sản phẩm tự nhiên*, (tiếng Trung), 37(15), 2301 - 2303.

(Ngày nhận bài: 13/02/2015 - Ngày duyệt đăng: 02/07/2015)