

Nghiên cứu thành phần hóa thực vật của hoa Chiếu tím *Ruellia brittoniana* L.

Nguyễn Phúc Đảm¹, Ngô Việt Thắng¹, Nguyễn Văn Kiệt², Phùng Thị Hằng¹, Hồ Hoàng Việt¹, Thái Thị Tuyết Nhung¹, Ngô Quốc Luân^{1*}

¹Đại học Cần Thơ, khu 2, đường 3/2, phường Ninh Kiều, TP. Cần Thơ, Việt Nam

²Trường Đại học Kỹ thuật - Công nghệ Cần Thơ, 256 Nguyễn Văn Cừ, phường Cái Khế, TP. Cần Thơ, Việt Nam

Ngày nhận bài 11/8/2025; ngày chuyển phản biện 13/8/2025; ngày nhận phản biện 19/9/2025; ngày chấp nhận đăng 25/9/2025

Tóm tắt:

Nghiên cứu này được thực hiện nhằm phân tích và xác định một số thành phần hóa thực vật của cao chiết từ hoa Chiếu tím (*Ruellia brittoniana* L.) bằng cách áp dụng các phương pháp phân tách sắc ký kết hợp với các kỹ thuật phân tích hiện đại. Từ phân đoạn *n*-hexane, hai hợp chất lupeol (1) và 3,4-seco-friedelan-3-oic acid (2) đã được phân lập. Phân đoạn ethyl acetate đã phân lập được thêm bốn hợp chất: quercetin (3), apigenin (4), 2-*O*-methyl- α -D-fructofuranoside (5), và apigenin 7-*O*- β -D-glucuronide methyl ester (6). Việc giải đoán cấu trúc hóa học và nhận danh các hợp chất này dựa trên các số liệu phổ ESI-MS, ¹H-NMR và ¹³C-NMR, kết hợp với việc so sánh với các tài liệu đã công bố trước đây. Trong sáu hợp chất được nhận danh có ba hợp chất 2, 5 và 6 lần đầu tiên được báo cáo hiện diện ở hoa Chiếu tím. Kết quả này góp phần bổ sung hiểu biết về thành phần hóa thực vật của loài, làm cơ sở cho các nghiên cứu tiếp theo về hoạt tính sinh học, đánh giá dược lý và tiềm năng ứng dụng các hợp chất tự nhiên trong lĩnh vực dược liệu.

Từ khóa: apigenin, cây Chiếu tím, lupeol, quercetin, *Ruellia brittoniana*, 3,4-seco-friedelan-3-oic acid.

Chỉ số phân loại: 1.4, 1.6, 3.4

Phytochemical study of the flowers of *Ruellia brittoniana* L.

Phuc Dam Nguyen¹, Viet Thang Ngo¹, Van Kiet Nguyen², Thi Hang Phung¹, Hoang Viet Ho¹, Thi Tuyen Nhung Thai¹, Quoc Luan Ngo^{1*}

¹Can Tho University, Campus 2, 3/2 Street, Ninh Kieu Ward, Can Tho City, Vietnam

²Can Tho University of Technology, 256 Nguyen Van Cu Street, Cai Khe Ward, Can Tho City, Vietnam

Received 11 August 2025; revised 19 September 2025; accepted 25 September 2025

Abstract:

This study was conducted to analyse and determine some phytochemical components of the extract from *Ruellia brittoniana* L. flowers using chromatographic separation methods combined with modern analytical techniques. From the *n*-hexane fraction, two compounds were isolated: lupeol (1) and 3,4-seco-friedelan-3-oic acid (2). The ethyl acetate fraction afforded four additional compounds: quercetin (3), apigenin (4), 2-*O*-methyl- α -D-fructofuranoside (5), and apigenin 7-*O*- β -D-glucuronide methyl ester (6). The chemical structures of these compounds were elucidated and identified using electrospray ionisation mass spectrometry (ESI-MS), together with ¹H- and ¹³C-nuclear magnetic resonance (NMR) spectroscopic data, in conjunction with comparisons to previously published literature. Among the identified constituents, compounds 2, 5, and 6 are reported for the first time from the flowers of *R. brittoniana* L. These findings contribute to a better understanding of the phytochemical composition of this species and serve as a basis for further research on biological activities, pharmacological potential as well as the feasibility of medicinal research on natural products.

Keywords: apigenin, lupeol, Mexican petunia, quercetin, *Ruellia brittoniana* L., 3,4-seco-friedelan-3-oic acid.

Classification numbers: 1.4, 1.6, 3.4

*Tác giả liên hệ: Email: ngoquocluan@ctu.edu.vn

1. Đặt vấn đề

Cây Chiêu tím có tên khoa học là *Ruellia brittoniana* (L.) [1] hay *Ruellia simplex* C. Wright, *Ruellia angustifolia*, *Cryphiacanthus angustifolius* Nees, *Ruellia tweediana* [2-4] là một loài thực vật thân thảo sống lâu năm thuộc họ Ô rô (Acanthaceae), xuất hiện phổ biến ở các vùng khí hậu nóng ẩm. Cây này thường được trồng xung quanh các tòa nhà và khu dân cư để làm cảnh. Các nghiên cứu trước đây đã chứng minh rằng *R. brittoniana* thể hiện các hoạt tính sinh học như tính chống oxy hóa [5, 6], chống ung thư [7] và chống viêm [5]. Các nghiên cứu hóa thực vật trên thế giới trước đây đã phát hiện sự hiện diện của một số hợp chất thuộc các nhóm như steroid, triterpenoid, flavonoid, lignan và một số phenolic khác [5, 8-10]. Tại Việt Nam, trước công bố này chỉ có hai bài của thành viên nhóm chúng tôi với các khảo sát bước đầu trên đối tượng hoa Chiêu tím về việc ly trích hỗn hợp anthocyanin làm chất chỉ thị acid-base [11], đánh giá hàm lượng flavonoid toàn phần và khả năng chống oxy hóa của cao chiết [12]. Tuy nhiên, dữ liệu nghiên cứu toàn diện về thành phần hóa học và tiềm năng dược lý của *R. brittoniana* vẫn còn hạn chế. Nghiên cứu này nhằm mục đích bổ sung dữ liệu về việc mô tả đặc điểm hóa thực vật của loài này, đặc biệt là trong điều kiện loài này phân bố ở Việt Nam.

2. Thực nghiệm

2.1. Nguyên liệu thực vật

Hoa Chiêu tím được thu thập từ Trà Ôn, tỉnh Vĩnh Long, Việt Nam vào tháng 6/2020. Trước đó, cây này đã được định danh khoa học là *R. brittoniana* L. bởi PGS.TS. Đặng Minh Quân, Khoa Sư phạm Sinh học, Trường Sư phạm, Đại học Cần Thơ vào tháng 5/2018. Mẫu vật (mã số: CTUTP-2018) đã được lưu giữ tại Phòng Thí nghiệm Hóa sinh - Hữu cơ, Khoa Sư phạm Hóa học, Trường Sư phạm, Đại học Cần Thơ.

2.2. Phương pháp thực nghiệm

2.2.1. Phương pháp sắc ký

Chiết xuất chất rắn thành chất lỏng được thực hiện với một số dung môi thông dụng như methanol, *n*-hexane và ethyl acetate. Sau đó, dịch chiết được tách dung môi dưới áp suất giảm bằng máy cô quay RE-52A (Trung Quốc).

Sắc ký lớp mỏng (TLC) sử dụng silica gel Merck 60 F254 (độ dày 0,25 mm) trên các bản mỏng nền nhôm tráng sẵn. Sự hiện diện của các hợp chất được phát hiện bằng cách quan sát dưới đèn UV ở bước sóng 254 và 365 nm, hoặc bằng cách phun sulfuric acid 10% trong ethanol và làm nóng ở 105-120°C trong 1-2 phút. Đối với sắc ký cột pha thường (NP-CC), silica gel 60 (230-400 mesh ASTM, Merck) được sử dụng làm pha tĩnh. Sắc ký pha đảo (RP-CC) sử dụng silica gel RPC-18, Merck. Việc tách các hợp phần được tiến hành với các hỗn hợp dung môi tỷ lệ thay đổi (gradient) theo hướng tăng (đối với NP-CC) hoặc giảm (đối với RP-CC) dần độ phân cực từ các đơn dung môi *n*-hexane, dichloromethane, acetone và methanol. Hợp chất cô lập thường được tinh chế bằng phương pháp kết tinh trong dung môi tinh khiết.

2.2.2. Xác định công thức và nhận danh

Điểm nóng chảy được đo bằng thiết bị đo nhiệt độ nóng chảy dùng mao quản (RY-1, Trung Quốc) tại Đại học Cần Thơ. Các phổ 1D-NMR và 2D-NMR như: proton (¹H), carbon (¹³C) được ghi với thiết bị FT-NMR Bruker hoạt động ở tần số 500 hoặc 600 MHz; khối phổ được phân tích bằng hệ thống HP 1100 series LC/MSD Trap (Agilent, Mỹ) tại Viện Hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam.

2.3. Tách chiết và cô lập

Hoa Chiêu tím khô (1 kg) được nghiền và chiết xuất bằng methanol ở 25-28°C (5 l, bốn lần, mỗi lần 48 giờ). Dịch chiết methanol được gộp lại và cô đặc dưới áp suất giảm ở 45°C rồi sấy khô ở 50°C thu được 210 g cao MeOH thô. Cao chiết này được làm phân tán với nước 50°C và lần lượt chiết phân bố với *n*-hexane và ethyl acetate, thu được các cao phân đoạn tương ứng *n*-hexane (18 g), ethyl acetate (26 g) và phân đoạn nước.

Cao *n*-hexane (18 g) được thực hiện NP-CC (kích thước cột: đường kính 10 cm x chiều cao 25 cm; silica gel: 0,9 kg), rửa giải bằng hệ *n*-hexane-acetone (gradient, 1:0 đến 0:1, v/v), thu được 13 phân đoạn (H1-H13). Phân đoạn H4 (0,18 g) được tinh chế thêm bằng NP-CC với *n*-hexane-dichloromethane (6:4, v/v) thu được hợp chất 1 (39 mg). Phân đoạn H10 (2,29 g) được tinh chế thêm bằng NP-CC với *n*-hexane-acetone (75:25, v/v) thu được hợp chất 2 (21 mg).

Cao ethyl acetate (26 g) cũng được thực hiện NP-CC tương tự (cùng kích thước cột và lượng silica gel) sử dụng hệ CH_2Cl_2 -MeOH (gradient, 1:0 đến 0:1, v/v), thu được 12 phân đoạn con (Ea1-Ea12). Phân đoạn Ea7 (0,92 g) được tinh chế thêm bằng NP-CC với hệ CH_2Cl_2 -MeOH (gradient, 1:0 đến 0:1, v/v), sau đó kết tinh lại trong methanol thu được hợp chất 3 (9 mg). Phân đoạn Ea9 (1,77 g) được tiếp tục quá trình NP-CC với hệ CH_2Cl_2 -MeOH (9:1, v/v) thu được hợp chất 4 (198 mg).

Phân đoạn Ea10 (1,79 g) được tiến hành NP-CC sử dụng CH_2Cl_2 -MeOH (tỷ lệ 1:0 đến 0:1, v/v), thu được 8 phân đoạn con (Ea10.1-Ea10.8). Phân đoạn Ea10.6 (480 mg) được tinh chế trên NP-CC với EtOAc-MeOH (9:1, v/v), thu được 5 phân đoạn (Ea10.6.1-Ea10.6.5). Phân đoạn Ea10.6.1 (89 mg) được tiếp tục tinh chế thêm với RP-CC, sử dụng silica gel RP-C18 và hệ MeOH- H_2O (tỷ lệ 8:2, v/v) làm pha động thu được hợp chất 5 (6 mg).

Phân đoạn Ea10.7 (149 mg) cũng được tinh chế bằng NP-CC với hệ CH_2Cl_2 -MeOH (5:5, v/v) thu được hợp chất 6 (26 mg).

3. Kết quả và bàn luận

3.1. Đặc tính vật lý và dữ liệu phổ

Lupeol (1): Bột vô định hình màu trắng, mp. 215-216°C. ESI-MS m/z : 427 $[\text{M}+\text{H}]^+$ ($\text{C}_{30}\text{H}_{50}\text{O}$). ^1H -NMR, ^{13}C -NMR: Xem bảng 1.

3,4-seco-friedelan-3-oic acid (2): Tinh thể màu trắng, mp. 118-120°C. HRMS m/z : 445,4102 $[\text{M}+\text{H}]^+$ ($\text{C}_{30}\text{H}_{52}\text{O}_2$). ^1H -NMR, ^{13}C -NMR: Xem bảng 1.

Quercetin (3): Tinh thể màu vàng, mp. 315-316°C. HRMS m/z : 301,0362 $[\text{M}-\text{H}]^-$ ($\text{C}_{15}\text{H}_{10}\text{O}_7$). ^1H -NMR, ^{13}C -NMR: Xem bảng 2.

Apigenin (4): Tinh thể màu vàng nhạt, mp. 345-346°C. ESI-MS m/z : 269 $[\text{M}-\text{H}]^-$ ($\text{C}_{15}\text{H}_{10}\text{O}_5$). ^1H -NMR, ^{13}C -NMR: Xem bảng 2.

2-O-methyl- α -D-fructofuranoside (5): Bột màu trắng, mp. 119-120°C. ESI-MS m/z : 192,7 $[\text{M}-\text{H}]^-$, 216,8 $[\text{M}+\text{Na}]^+$ ($\text{C}_7\text{H}_{14}\text{O}_6$). ^1H -NMR, ^{13}C -NMR: Xem bảng 3.

Apigenin-7-O- β -D-glucuronide methyl ester (6): Tinh thể màu vàng nhạt, mp. 244-245°C. HRMS m/z : 459,0921 $[\text{M}-\text{H}]^-$ ($\text{C}_{22}\text{H}_{20}\text{O}_{11}$). ^1H -NMR, ^{13}C -NMR: Xem bảng 2.

3.2. Xác định công thức hóa học của các hợp chất phân lập

3.2.1. Hợp chất 1

Phổ ESI-MS (+) cho thấy các tín hiệu ion phân tử giả tại m/z 427 $[\text{M}+\text{H}]^+$ và m/z 409 $[\text{M}+\text{H}-\text{H}_2\text{O}]^+$, gợi ý xác định công thức phân tử là $\text{C}_{30}\text{H}_{50}\text{O}$ (MW=426 đvC, 6 độ bất bão hòa). Phổ ^1H -NMR cho thấy tín hiệu proton olefin tại δ_{H} 4,69 (1H, s) và 4,57 (1H, s), tương ứng với một nhóm isopropenyl; và một proton carbinol tại δ_{H} 3,19 (1H, dd, $J=4,5, 11,5$ Hz) chứng tỏ có một nhóm hydroxymethine ($>\text{CH}-\text{OH}$). Bảy tín hiệu cộng hưởng đơn của các proton methyl được quan sát thấy ở δ_{H} 1,68, 1,03, 0,97, 0,94, 0,83, 0,79 và 0,76 ppm.

Bảng 1. Dữ liệu phổ NMR của các hợp chất 1 và 2.

Vị trí	Hợp chất 1 (CDCl_3 , 500/125 MHz)		Hợp chất 2 (CDCl_3 , 600/150 MHz)	
	δ_{H} (ppm), J (Hz)	δ_{C} (ppm)	δ_{H} (ppm), J (Hz)	δ_{C} (ppm)
1		38,8	1,55 (1H, m)	21,1
2		27,5	2,38 (2H; ddd; 2,4; 3,6; 4,2)	37,3
3	3,19 (1H; dd; 4,5; 11,5)	77,5		178,3
4		38,9	1,10 (1H; m) 1,37 (1H; m)	36,1
5	0,68 (1H; d; 9,5)	55,4		37,8
6		18,4	1,15 (1H; m) 1,49 (1H; m)	39,0
7		34,3	1,38 (1H; m)	18,1
8		40,9	1,21 (1H; m)	53,0
9		50,5		39,1
10		37,2	0,82 (1H; m)	59,8
11		21,0	1,40 (2H; m)	35,2
12		25,2	1,30 (2H; m)	30,2
13		38,1		39,6
14		42,9		38,3
15		27,5	1,29 (1H; m) 1,48 (1H; m)	32,3
16		35,6	1,36 (2H; m)	36,1
17		43,0		30,0
18		48,3	1,52 (1H; m)	42,9
19	2,38 (1H; dd; 6,0; 11,0)	48,0	1,26 (1H; m)	35,3
20		151,0		28,2
21	1,91 (1H; m)	29,9	1,23 (1H; m) 1,45 (1H; m)	32,9
22		40,0	0,92 (1H; m) 1,41 (1H; m)	39,3
23	0,97 (3H; s)	28,0	0,77 (3H; t; 7,2)	7,6
24	0,76 (3H; s)	15,4	0,79 (3H; s)	19,4
25	0,83 (3H; s)	16,1	0,87 (3H; s)	17,9
26	0,94 (3H; s)	16,0	0,98 (3H; s)	20,2
27	1,03 (3H; s)	14,6	1,01 (3H; s)	18,8
28	0,79 (3H; s)	18,0	1,17 (3H; s)	32,1
29	4,69 (1H; s) 4,57 (1H; s)	109,3	0,94 (3H; s)	35,0
30	1,68 (3H; s)	19,3	0,99 (3H; s)	31,9

Nguồn: Nhóm tác giả tổng hợp.

Phổ ^{13}C -NMR cho thấy 30 tín hiệu carbon, bao gồm hai carbon olefin ở δ_{C} 151,0 và 109,3; một carbon hydroxymethine ở δ_{C} 77,5 và bảy carbon methyl ở δ_{C} 28,0, 19,3, 18,0, 16,1, 16,0, 15,4 và 14,6 ppm (bảng 1). Các đặc điểm phổ này phù hợp với cấu tạo của bộ khung lup-20(29)-ene với một nhóm hydroxyl ở C-3. Theo đó, dữ liệu phổ này được so sánh với dữ liệu đã báo cáo trước đây [13] cho phép xác định hợp chất 1 là lupeol (hình 1).

Lupeol (fagarsterol) là một triterpene có nhiều tác dụng dược lý như hạ cholesterol, chống viêm, chống ung thư, bảo vệ tim và thận [14]. Nghiên cứu của P. Cmoch và cs (2008) [15] cho thấy, lupeol gây độc tế bào ở nhiều dòng ung thư (CEM, MCF-7, A-549, RPMI 8226, HeLa, G361) ở mức trung bình với IC_{50} khoảng 37-50 μM sau 72 giờ. Y. Aratanechemuge và cs (2004) [16] cũng chứng minh lupeol ức chế tế bào HL-60, khẳng định tiềm năng trị liệu đáng kể.

3.2.2. Hợp chất 2

Phổ ESI-HRMS(+) cho thấy một tín hiệu ion phân tử giả ở m/z 445,4102 $[\text{M}+\text{H}]^+$, cho phép xác định công thức

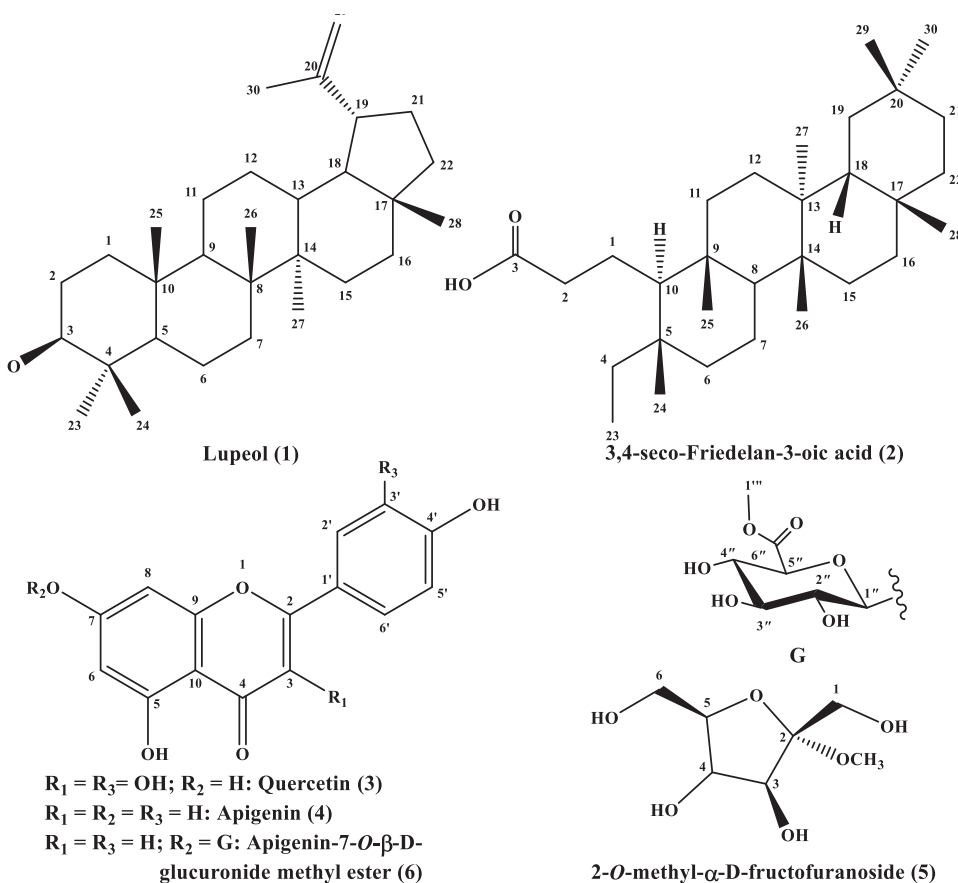
phân tử là $\text{C}_{30}\text{H}_{52}\text{O}_2$ (MW=444 đvC, 5 độ bất bão hòa). Phổ ^1H -NMR cho thấy, các tín hiệu chủ yếu ở vùng trường cao (0-3 ppm), bao gồm tám tín hiệu methyl: bảy tín hiệu đơn tại δ_{H} 1,17, 1,01, 0,99, 0,98, 0,94, 0,87 và 0,79 ppm (mỗi cộng hưởng 3H, s) và một tín hiệu ba (triplet) tại δ_{H} 0,77 ppm (3H, t, $J=7,2\text{Hz}$) (bảng 1) cho thấy, một nhóm methyl đầu cuối liền kề với một đơn vị methylene. Ngoài ra còn thấy các tín hiệu methine và methylene khác.

Phổ ^{13}C -NMR cho thấy, các tín hiệu của 30 carbon, bao gồm một carbon carboxyl ở δ_{C} 178,3 và tám carbon methyl ở δ_{C} 7,6, 19,4, 17,9, 20,2, 18,8, 32,1, 35,0 và 31,9 ppm. Các tín hiệu còn lại tương ứng với methine, methylene và carbon bậc bốn. Các đặc điểm phổ cho thấy công thức hợp chất 2 ở dạng triterpenoid với bộ khung 3,4-secofriedelane. Hợp chất 2 được xác định là 3,4-seco-friedelan-3-oic acid dựa vào việc so sánh với dữ liệu đã báo cáo trước đây [17] (hình 1).

S.R.D.S.E. Silva và cs (2007) [18] báo cáo rằng, 3,4-seco-friedelan-3-oic acid có thể tham gia vào một số giai đoạn của quá trình quang hợp, gồm cả quá trình tổng hợp ATP và phosphoryl hóa, cho thấy tiềm năng của hợp chất này như một chất ức chế quang hợp tự nhiên.

3.2.3. Hợp chất 3

Phổ HRMS cho thấy một tín hiệu ion phân tử giả ở m/z 301,0362 $[\text{M}-\text{H}]^-$, đúng với sự phân mảnh từ công thức phân tử $\text{C}_{15}\text{H}_{10}\text{O}_7$ (MW=302 đvC, 11 độ bất bão hòa). Phổ ^1H -NMR cho thấy, năm tín hiệu proton thơm ở δ_{H} 6,20 (1H, d, $J=1,8\text{Hz}$), 6,40 (1H, d, $J=1,8\text{Hz}$), 6,95 (1H, d, $J=8,4\text{Hz}$), 7,65 (1H, dd, $J=1,8; 9,0\text{Hz}$) và 7,75 (1H, d, $J=2,4\text{Hz}$) ppm. Phổ ^{13}C -NMR hiển thị 15 tín hiệu carbon, bao gồm một carbon carbonyl ở δ_{C} 177,3 ppm, chín carbon bậc bốn (δ_{C} 148,0-104,5) và các carbon methine thơm ở δ_{C} 99,3, 94,5, 116,0, 116,2 và 121,7 ppm. Những dữ liệu này đặc trưng cho bộ khung flavonol không có yếu tố đối xứng. Công thức cấu tạo của hợp chất 3 được xác định là quercetin, sau khi so sánh với dữ liệu đã công bố [19] (hình 1).



Hình 1. Cấu trúc hóa học của các hợp chất đã phân lập. Nguồn: Nhóm tác giả tổng hợp.

Bảng 2. Dữ liệu phổ NMR của các hợp chất 3, 4 và 6.

Vị trí	Hợp chất 3 (MeOD, 600/150 MHz)		Hợp chất 4 (MeOD, 600/150 MHz)		Hợp chất 6 (MeOD, 600/150 MHz)	
	δ_H (ppm), J (Hz)	δ_C (ppm)	δ_H (ppm), J (Hz)	δ_C (ppm)	δ_H (ppm), J (Hz)	δ_C (ppm)
2		148,0		166,3		166,9
3		137,2	6,58 (1H; s)	103,8	6,67 (1H; s)	104,2
4		177,3		183,9		184,1
5		162,5		162,8		162,9
6	6,20 (1H; d; 1,8)	99,3	6,20 (1H; d; 1,8)	100,2	6,49 (1H; d; 1,8)	101,1
7		165,7		166,2		164,4
8	6,40 (1H; d; 1,8)	94,5	6,45 (1H; d; 2,4)	95,1	6,80 (1H; brs)	96,0
9		158,2		159,5		158,9
10		104,5		105,3		107,3
1'		124,2		123,3		123,1
2'	7,75 (1H; d; 2,4)	116,0	7,84 (1H; d; 9,0)	129,4	7,89 (1H; d; 8,4)	129,6
3'		146,2	6,93 (1H; d; 9,0)	117,0	6,96 (1H; d; 9,0)	117,1
4'		148,8		163,2		162,9
5'	6,95 (1H; d; 8,4)	116,2	6,93 (1H; d; 9,0)	117,0	6,96 (1H; d; 9,0)	117,1
6'	7,65 (1H; dd; 1,8; 9,0)	121,7	7,84 (1H; d; 9,0)	129,4	7,89 (1H; d; 8,4)	129,6
1''					5,21 (1H; d; 6,0)	101,4
2''					3,56 (1H; m)	74,4
3''					4,20 (1H; d; 9,6)	76,7
4''					3,66 (1H; m)	72,9
5''					3,56 (1H; m)	77,0
6''						170,8
1'''					3,81 (3H; s)	53,0

Nguồn: Nhóm tác giả tổng hợp.

Quercetin là một flavonoid có mặt trong nhiều loài thực vật [20]. Hợp chất này có hoạt tính kháng oxy hóa, ức chế protein kinase, DNA topoisomerase và điều hòa biểu hiện gene [21]. A. Robaszkiewicz và cs (2007) [22] cho biết, quercetin kích thích tế bào A549 ở nồng độ thấp nhưng gây độc với $IC_{50}=100 \mu M$ ở nồng độ cao.

3.2.4. Hợp chất 4

Phổ (-)ESI-MS cho thấy tín hiệu ion phân tử giả ở m/z 269 $[M-H]^-$, tương ứng với công thức $C_{15}H_{10}O_5$ (MW=270 đvC, 11 độ bất bão hòa). Phổ 1H -NMR cho thấy, hai proton thơm liên kết meta tại δ_H 6,20 (1H, d, J=1,8 Hz) và 6,45 (1H, d, J=2,4 Hz) ppm; một hệ AA'BB' tại δ_H 7,84 (2H, d, J=9,0 Hz) và 6,93 (2H, d, J=9,0 Hz) ppm và một tín hiệu đơn tại δ_H 6,58 (1H, s) ppm. Phổ ^{13}C -NMR hiển thị 13 tín hiệu của 15 carbon, bao gồm một carbon carbonyl tại δ_C 183,9 ppm, năm carbon bậc bốn mang oxygen (δ_C 166,3-159,5 ppm), và bảy carbon methine thơm (δ_C 129,4-95,1 ppm), phù hợp với bộ khung flavone. Các đặc trưng phổ trên đây định hướng

so sánh với dữ liệu NMR ở tài liệu [23], hợp chất 4 được xác định là apigenin (hình 1).

Apigenin là một flavonoid phổ biến trong nhiều loài cây với các đặc tính kháng oxy hóa, chống viêm, kháng tế bào ung thư và còn có thể bảo vệ nguyên bào xương khỏi tổn thương oxy hóa bằng cách điều hòa tăng các gen biệt hóa. Ngoài ra còn thể hiện hoạt tính kháng khuẩn có thể tương đương với curcumin [24-26].

3.2.5. Hợp chất 5

Phổ ESI-MS cho thấy, các mảnh ion phân tử giả ở m/z 192,7 $[M-H]^-$ và m/z 216,8 $[M+Na]^+$, tương thích với công thức phân tử là $C_{15}H_{14}O_6$ (MW=274 đvC, 1 độ bất bão hòa). Phổ 1H -NMR cho thấy, tín hiệu của hai nhóm oxymethylene tại δ_H 3,73 (1H, d, J=12,0 Hz), 3,65 (1H, d, J=12,0 Hz), 3,77 (1H, dd, J=3,0, 12,0 Hz) và 3,66 (1H, dd, J=4,8, 12,0 Hz); ba proton oxymethine tại δ_H 4,05 (1H, d, J=4,2 Hz), 3,91 (1H, dd, J=4,2, 6,6 Hz) và 3,86 (1H, ddd, J=6,6, 4,2, 3,0 Hz) và một nhóm OCH_3 tại δ_H 3,33 (3H, s) ppm (bảng 3).

Phổ ^{13}C -NMR hiển thị bảy tín hiệu carbon: một carbon methoxy ở δ_c 49,6 và sáu carbon tương ứng với một đơn vị monosaccharide ở δ_c 109,2, 84,7, 82,6, 79,0, 62,9 và 60,6 ppm. Những dữ liệu này gợi ý bộ khung fructofuranose được thay thế -OH bởi một nhóm $-\text{OCH}_3$. Dựa trên phân tích và so sánh dữ liệu phổ ở tài liệu đã công bố [27], công thức hóa học và tên của hợp chất 5 được xác định là 2-O-methyl- α -D-fructofuranoside (hình 1).

Hiện tại, chưa có thông tin nghiên cứu về hoạt tính sinh học của 2-O-methyl- α -D-fructofuranoside.

Bảng 3. Dữ liệu NMR của hợp chất 5.

Vị trí	(MeOD, 600/150 MHz)	
	δ_H (ppm), J (Hz)	δ_c (ppm)
1	3,73 (1H; d; 12,0) 3,65 (1H; d; 12,0)	60,6
2		109,2
3	4,05 (1H; d; 4,2)	82,6
4	3,91 (1H; dd; 4,2; 6,6)	79,0
5	3,86 (1H; ddd; 6,6; 4,2; 3,0)	84,7
6	3,77 (1H; dd; 3,0; 12,0) 3,66 (1H; dd; 4,8; 12,0)	62,9
2-OCH ₃	3,33 (3H; overlap)	49,6

3.2.6. Hợp chất 6

Phổ (-)ESI-HRMS cho thấy, một tín hiệu ion phân tử giả ở m/z 459,0921 $[\text{M}-\text{H}]^-$, thích hợp với công thức phân tử $\text{C}_{22}\text{H}_{20}\text{O}_{11}$ (MW=460 đvC, 13 độ bất bão hòa). Phổ ^1H -NMR cho thấy, năm tín hiệu của bảy proton thơm ở δ_H 6,49 (1H, d, J=1,8 Hz), 6,80 (1H, brs), 7,89 (2H, d, J=8,4 Hz), 6,96 (2H, d, J=9,0 Hz) và 6,67 (1H, s) ppm, tương tự như tín hiệu của hợp chất 4. Ngoài ra còn có các tín hiệu đặc trưng của một nhóm glucuronide bị ester hóa: một proton anomeric ở δ_H 5,21 (1H, d, J=6,0 Hz) và một nhóm OCH_3 ở δ_H 3,81 (3H, s) ppm.

Phổ ^{13}C -NMR hiển thị các tín hiệu của 22 carbon, gồm 13 tín hiệu carbon đặc trưng cho bộ khung flavonoid có yếu tố đối xứng với nhóm carbonyl ở δ_c 184,1 ppm (như trong hợp chất 4), cùng với các tín hiệu tương ứng với nhóm glucuronide ester hóa (một carbon anomeric ở δ_c 101,4 ppm, một nhóm carbonyl ở δ_c 170,8 và một carbon methoxy ở δ_c 53,0 ppm). Hơn nữa, do sự phù hợp giữa dữ liệu NMR của hợp chất 6 và dữ liệu báo cáo của H.L. Cheng và cs (2013) [28] nên hợp chất 6 được khẳng định là apigenin 7-O- β -D-glucuronide methyl ester (hình 1).

Apigenin-7-O- β -D-glucuronide methyl ester từng được phân lập từ *Cardiospermum halicacabum* [28], *Manilkara zapota* [29] và nay lần đầu phát hiện ở hoa Chiêu tím. Hợp chất cho thấy hoạt tính ức chế PTP1B (IC_{50} =14,35 μM), α -glucosidase (IC_{50} =103,3 μM) [30],

khả năng chống oxi hóa mạnh (loại bỏ DPPH 83,26%, NO 86,19% ở nồng độ 100 $\mu\text{g}/\text{ml}$) [31] và độc tính với tế bào MCF-7 (IC_{50} =40,17 $\mu\text{g}/\text{ml}$), dù kém tamoxifen (IC_{50} =7,72 $\mu\text{g}/\text{ml}$) [32].

4. Kết luận

Nghiên cứu này đã khảo sát thành phần hóa học của các cao phân đoạn *n*-hexane và ethyl acetate chiết xuất từ hoa Chiêu tím, đã phân lập, làm sáng tỏ cấu trúc hóa học và nhận danh của 6 hợp chất tự nhiên. Phân đoạn *n*-hexane phân lập được 2 dẫn xuất triterpene, phân đoạn ethyl acetate phân lập được 2 dẫn xuất flavone, 1 dẫn xuất flavonol và 1 dẫn xuất fructose. Đáng chú ý, trong 6 hợp chất này có 3 hợp chất (2, 5 và 6) được công bố lần đầu tiên ở loài *Ruellia brittoniana* L. Một số hợp chất phân lập được có các hoạt tính sinh học đã được ghi nhận rõ ràng, đặc biệt là quercetin đã được chứng minh có nhiều ứng dụng dược phẩm. Các hợp chất còn lại cũng cho thấy tiềm năng phát triển trong lĩnh vực y sinh và dược lý.

LỜI CẢM ƠN

Các tác giả xin chân thành cảm ơn PGS.TS. Đặng Minh Quân đã cung cấp thông tin định danh thực vật.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] D.W. Bishay, A.M. Abdel-Baky, S.A.M.E. Moghazy, et al. (2009), "Macro- and micromorphology of the leaf and stem of *Ruellia brittoniana* Leonard cultivated in Egypt", *Bull. Pharm. Sci. Assiut*, **32**(2), pp.279-300, DOI: 10.21608/bfsa.2009.63499
- [2] C. Wiese, C.R. Adams, A.M. Smith (2013), "Experimental research informs control of Mexican petunia (*Ruellia simplex*) in natural areas and home-gardens", *Proceedings of The Florida State Horticultural Society*, **126**, pp.332-337.
- [3] A.R. Bean (2006), "*Ruellia tweediana*, a new name for a well-known Queensland weed", *Plant Prot. Q.*, **21**(4), pp.170-172.
- [4] K. Afzal, M. Uzair, B.A. Chaudhary, et al. (2015), "Genus *ruellia*: Pharmacological and phytochemical importance in ethnopharmacology", *Acta Pol. Pharm. - Drug Res*, **72**(5), pp.821-827.
- [5] M. Elgindi, E. Hagag, S. Mohamed (2015), "Phytochemical and biological studies of *Ruellia brittoniana*", *Res. J. Pharm. Biol. Chem. Sci.*, **6**(2), pp.926-933.
- [6] N.A. Teja Putri, A. Arsianti, F. Qorina, et al. (2019), "Phytochemical analysis and antioxidant properties by DPPH radical scavenger activity of *Ruellia brittoniana* flower", *Int. J. Appl. Pharm.*, **11**(6), pp.24-28, DOI: 10.22159/ijap.2019.v11s6.33531.
- [7] N.A. Teja Putri, A. Arsianti, F. Qorina, et al. (2020), "Anticancer activity of *Ruellia brittoniana* flower on cervical HeLa cancer cells", *Pharmacogn. J.*, **12**(1), pp.29-34, DOI: 10.5530/pj.2020.12.6.

- [8] M.N. Samy, S. Sugimoto, K. Matsunami, et al. (2015), "Chemical constituents and biological activities of genus *Ruellia*", *Int. J. Pharmacogn.*, **2(6)**, pp. 270-279, DOI: 10.13040/IJPSR.0975-8232.IJP.2(6).270-79.
- [9] M.F. Akhtar (1993), *Chemical and Biological Investigations of Medicinal Herbs, Phyla Nodiflora, Ruellia Patula and Ruellia Brittoniana*, Doctoral Dissertation, University of Karachi, Pakistan, 202pp.
- [10] V.U. Ahmad, M.I. Choudhary, M.F. Akhtar, et al. (1990), "2-O- α -D-galactopyranosyl glycerol hexaacetate from *Ruellia brittoniana*", *J. Nat. Prod.*, **53(4)**, pp.960-963, DOI: 10.1021/np50070a028.
- [11] N.V. Kiet, M.G. Linh, T.T.T. An, et al. (2022), "Anthocyanin Extract from Mexican petunia (*Ruellia simplex*) used as an Indicator of hydrogen potential", *Can Tho University Journal of Science*, **58(2)**, pp.120-127, DOI: 10.22144/ctu.jvn.2022.128 (in Vietnamese).
- [12] N.V. Kiet, N.T.M. Khanh, H.T.P. Thao, et al. (2023), "Investigating total flavonoid content and antioxidance of ethanol extracts from (*Ruellia simplex* C. Wright)", *Dong Thap University Journal of Science*, **12(8)**, pp.104-111, DOI: 10.52714/dthu.12.8.2023.1158 (in Vietnamese).
- [13] C. Seger, B. Jandl, G. Brader, et al. (1997), "Case studies of CSEARCH supported structure elucidation strategies: Lupeol and a new germacrane derivative", *Fresenius J. Anal. Chem.*, **359(1)**, pp.42-45, DOI: 10.1007/s002160050532.
- [14] M. Saleem (2009), "Lupeol, a novel anti-inflammatory and anti-cancer dietary triterpene", *Cancer Lett.*, **285(2)**, pp.109-115, DOI: 10.1016/j.canlet.2009.04.033.
- [15] P. Cmoch, Z. Pakulski, J. Swaczynová, et al. (2008), "Synthesis of lupane-type saponins bearing mannosyl and 3,6-branched trimannosyl residues and their evaluation as anticancer agents", *Carbohydr. Res.*, **343(6)**, pp.995-1003, DOI: 10.1016/j.carres.2008.02.011.
- [16] Y. Aratanechemuge, H. Hibasami, K. Sanpin, et al. (2004), "Induction of apoptosis by lupeol isolated from mokumen (*Gossampinus malabarica* L. Merr) in human promyelotic leukemia HL-60 cells", *Oncology Reports*, **11(2)**, pp.289-92, DOI: 10.3892/or.11.2.289
- [17] S.A.V. Filho, L.P. Duarte, G.D.F. Silva, et al. (2001), "Total assignment of ^1H and ^{13}C NMR spectra of two 3,4-secofriedelanes from *Austroplenkia populnea*", *Magn. Reson. Chem.*, **39**, pp.746-748, DOI: 10.1002/mrc.942.
- [18] S.R.D.S.E Silva, G.D.F. Silva, L.C.D.A. Barbosa, et al. (2007), "Uncoupling and inhibition properties of 3,4-seco-friedelan-3-oic acid isolated from *Maytenus imbricata*", *Pestic. Biochem. Physiol.*, **87(2)**, pp.109-114, DOI: 10.1016/j.pestbp.2006.06.008.
- [19] S. Mouffok, H. Haba, C. Lavaud, et al. (2012), "Chemical constituents of *Centaurea omphalotricha* Coss. & Durieu ex Batt. & Trab.", *Rec. Nat. Prod.*, **6(3)**, pp.292-295.
- [20] M.A. Sayeed, M. Bracci, G. Lucarini, et al. (2017), "Regulation of microRNA using promising dietary phytochemicals: Possible preventive and treatment option of malignant mesothelioma", *Biomedicine & Pharmacotherapy*, **94**, pp.1197-1224, DOI: 10.1016/j.biopha.2017.07.075.
- [21] J.O. Moskaug, H. Carlsen, M. Myhrstad, et al. (2004), "Molecular imaging of the biological effects of quercetin and quercetin-rich foods", *Mech. Ageing Dev.*, **125(4)**, pp.315-324, DOI: 10.1016/j.mad.2004.01.007.
- [22] A. Robaszekiewicz, A. Balcerczyk, G. Bartosz (2007), "Antioxidative and prooxidative effects of quercetin on A549 cells", *Cell Biol. Int.*, **31(10)**, pp.1245-1250, DOI: 10.1016/j.cellbi.2007.04.009.
- [23] D.R. Ahn, S.I. Lee, J.H. Yang, et al. (2011), "Superoxide radical scavengers from the whole plant of *Veronica peregrina*", *Nat. Prod. Sci.*, **17(2)**, pp.142-146.
- [24] D. Patel, S. Shukla, S. Gupta (2007), "Apigenin and cancer chemoprevention: Progress, potential and promise", *Int. J. Oncol.*, **30(1)**, pp.233-245, DOI: 10.3892/ijo.30.1.233.
- [25] W.W. Jung (2014), "Protective effect of apigenin against oxidative stress-induced damage in osteoblastic cells", *Int. J. Mol. Med.*, **33(5)**, pp.1327-1334, DOI: 10.3892/ijmm.2014.1666.
- [26] T. Karpinski, A. Adamczak, M. Ożarowski (2019), "Antibacterial activity of apigenin, luteolin, and their C-glucosides", *Proc. 5th Int. Electron. Conf. Med. Chem.*, pp. 1-8, DOI: 10.3390/ECMC2019-06321
- [27] D.T.T. Huyen, N.T. Phuong, P.L.N. Hung, et al. (2020), "Chemical constituent from *Polygonatum kingianum* Coll. & Hemsl.", *Viet. J. Sci. Technol.*, **58(5)**, pp.549-556, DOI: 10.15625/2525-2518/58/5/14854.
- [28] H.L. Cheng, L.J. Zhang, Y.H. Liang, et al. (2013), "Antiinflammatory and antioxidant flavonoids and phenols from *Cardiospermum halicacabum*", *J. Tradit. Complement. Med.*, **3(1)**, pp.33-40, DOI: 10.4103/2225-4110.106541.
- [29] K. Kamalakararao, K.K. Chaithanya, V.K. Gopalakrishnan, et al. (2017), "Apigenin-7-O-B-D-glucuronide methyl ester isolated from *Manilkara zapota* leaves", *International Journal of Pharmaceutical Quality Assurance*, **8(2)**, pp.58-65.
- [30] B. Na, P.H. Nguyen, B.T. Zhao, et al. (2016), "Protein tyrosine phosphatase 1B (PTP1B) inhibitory activity and glucosidase inhibitory activity of compounds isolated from *Agrimonia pilosa*", *Pharm. Biol.*, **54(3)**, pp.474-480, DOI: 10.3109/13880209.2015.1048372.
- [31] K. Kamalakararao, V. Gopalakrishnan, Z. Hagos, et al. (2018), "In vitro antioxidant activities of isolated bioactive flavonoid apigenin-7-O- β -D-glucuronide methyl ester from ethyl acetate leaf extract of *Manilkara zapota*", *Drug Invent. Today*, **10(7)**, pp.1142-1146.
- [32] K. Kamalakararao, D.G. Rao, M. Muthulingam, et al. (2018), "Effect of isolated bioactive flavonoid apigenin-7-O- β -D-glucuronide methyl ester on cyclooxygenase-2 gene expression in the breast cancer MCF-7 cell lines", *Drug Invent. Today*, **10**, pp.3552-3555.