

# Phân lập triterpenoid và steroid từ vỏ cây Tiama (*Entandrophragma angolense*)

Nguyễn Thị Lệ Thu<sup>1,2</sup>, Nguyễn Diệu Liên Hoa<sup>1,2</sup>, Trần Thu Phương<sup>1,2</sup>, Nguyễn Trí Hiếu<sup>1,2</sup>, Bùi Ngọc Dũng<sup>1,2,\*</sup>



Use your smartphone to scan this QR code and download this article

<sup>1</sup>Khoa Hóa học, Trường Đại học Khoa học Tự nhiên, ĐHQG-HCM, Việt Nam

<sup>2</sup>Đại học Quốc gia Thành Phố Hồ Chí Minh, Việt Nam

## Liên hệ

**Bùi Ngọc Dũng**, Khoa Hóa học, Trường Đại học Khoa học Tự nhiên, ĐHQG-HCM, Việt Nam

Đại học Quốc gia Thành Phố Hồ Chí Minh, Việt Nam

Email: bndung@hcmus.edu.vn

## Lịch sử

- Ngày nhận: 26-02-2023
- Ngày sửa đổi: 17-05-2024
- Ngày chấp nhận: 17-03-2026
- Ngày đăng: 27-03-2026

## DOI:

<https://doi.org/10.32508/stdjns.v10i1.1270>



## Bản quyền

© Tạp chí ĐHQGHC. Đây là bài báo công bố mở được phát hành theo các điều khoản của the Creative Commons Attribution 4.0 International license.

## TÓM TẮT

Tiama (*Entandrophragma angolense*) là loài cây gỗ lớn thuộc họ Xoan (Meliaceae), phân bố chủ yếu ở Châu Phi. Cây này cung cấp gỗ có giá trị dùng đồ dùng gia đình, làm thuyền. Cây được sử dụng trong y học dân gian để điều trị các bệnh cảm lạnh, sốt, sốt rét, đau dạ dày, loét dạ dày, các khối sưng, đau tai, đau do viêm khớp hoặc thấp khớp và sưng mắt. Các nghiên cứu trước đây cho thấy cây chứa chủ yếu limonoid và triterpenoid, ngoài ra còn có steroid và acid béo. Bài báo trình bày kết quả khảo sát thành phần hóa học cao *n*-hexane của vỏ cây Tiama trồng ở Vườn Suu tập Thực vật Trảng Bom, tỉnh Đồng Nai. Vỏ cây sau khi thu hái được phơi khô, xay nhỏ và trích bằng bộ chiết Soxhlet lần lượt với các dung môi -hexane rồi ethyl acetate. Thu hồi dung môi bằng máy cô quay thu được cao *n*-hexane và cao ethyl acetate. Ở phạm vi đề tài này, để tài tiến hành nghiên cứu trên cao -hexane. Sắc ký cột nhiều lần cao *n*-hexane trên silica gel, RP-18 kết hợp với sắc ký lọc gel Sephadex LH-20 với các hệ dung môi thích hợp, bốn hợp chất bao gồm ba triterpenoid và một steroid đã được phân lập. Dựa vào kết quả phân tích phổ 1D và 2D NMR (<sup>1</sup>H và <sup>13</sup>C NMR, DEPT 90, DEPT 135, HSQC and HMBC) kết hợp so sánh với tài liệu tham khảo, cấu trúc hóa học của các hợp chất này được xác định là acid 3-oxoolean-12-en-30-oic acid (**1**), 3-oxoolean-12-en-29-oic acid (**2**), 20-epibryonolic acid (**3**) và stigmast-4-en-3-one (**4**). Đây là lần đầu tiên các hợp chất này được tìm thấy trong cây Tiama. Các phát hiện này đã làm phong phú hơn thành phần hóa học của loài. Đây là tiền đề cho các nghiên cứu tiếp theo về hoạt tính sinh học của loài.

**Từ khóa:** Tiama (*Entandrophragma angolense*), phân lập, xác định cấu trúc, triterpenoid, steroid

## GIỚI THIỆU

*Entandrophragma* là một chi thuộc họ Xoan (Meliaceae), được tìm thấy chủ yếu ở Châu Phi, gồm các cây thân gỗ, có kích thước lớn, cao từ 40–60 m, cây trưởng thành đường kính thân có thể lên đến 2 m. Chi này cung cấp gỗ có giá trị ở Châu Phi, được đánh giá cao trên thị trường thế giới<sup>1-3</sup>. Các khảo sát về thành phần hóa học cho thấy chi *Entandrophragma* chứa chủ yếu limonoid và tiền chất của limonoid là protolimonoid. Ngoài ra, còn có triterpenoid, sesquiterpenoid, steroid, flavonoid và coumarin. Các hợp chất này thể hiện nhiều hoạt tính sinh học như kháng viêm, kháng khối u, gây chán ăn, chống co thắt<sup>4</sup>.

Cây Tiama có tên khoa học là *Entandrophragma angolense* (Welw) C. DC., là loài cây gỗ lớn, cao 20–25 m, thân cây thẳng vừa phải, phân bố chủ yếu ở rừng nhiệt đới thuộc miền tây, trung và đông Châu Phi. Gỗ màu hồng hoặc xám có vân, thớ mịn, dùng đóng đồ dùng gia đình, làm lớp gỗ trang trí bề mặt, ván sàn, ván ép, làm thuyền<sup>2</sup>. Trong y học dân gian, cây được dùng trị bệnh cảm, sốt, sốt rét, đau dạ dày, loét dạ dày, viêm, đau tai, đau khớp, thấp khớp và sưng mắt<sup>1,5</sup>. Ở Việt Nam, cây Tiama được du nhập từ nước ngoài về, trồng

ở Vườn Suu tập Thực vật Trảng Bom, tỉnh Đồng Nai. Trên thế giới đã có nhiều công trình khoa học báo cáo về thành phần hóa học và hoạt tính sinh học của vỏ cây, vỏ rễ và lá cây. Kết quả cho thấy cây này chứa chủ yếu limonoid và triterpenoid, ngoài ra còn có steroid và acid béo. Một số hợp chất thể hiện hoạt tính kháng sốt rét từ mạnh đến trung bình, hoạt tính gây độc tế bào ung thư gan HepG2 và MCF-7 từ trung bình đến yếu và hoạt tính kháng viêm mạnh<sup>6-16</sup>.

Bài báo trước<sup>16</sup> đã trình bày kết quả phân lập và đánh giá hoạt tính gây độc tế bào ung thư gan HepG2 trên hai triterpenoid mới là entanolide và methyl 3,4-secotirucalla-23-oxo-4(28),7,24-trien-21-al-3-oate cùng với chín hợp chất đã biết từ cao ethyl acetate của vỏ cây Tiama thu hái ở Vườn Suu tập Thực vật Trảng Bom. Bài báo này trình bày kết quả khảo sát hóa học cao *n*-hexane của cùng mẫu cây.

## VẬT LIỆU VÀ PHƯƠNG PHÁP

### Đối tượng nghiên cứu

Vỏ cây Tiama được thu hái tại Vườn Suu tập Thực vật Trảng Bom, tỉnh Đồng Nai và được TS. Đặng Văn Sơn, Viện Sinh học Nhiệt đới, Viện Hàn lâm Khoa học và

**Trích dẫn bài báo này:** Thu N T L, Hoa N D L, Phương T T, Hiếu N T, Dũng B N. **Phân lập triterpenoid và steroid từ vỏ cây Tiama (*Entandrophragma angolense*)**. VNUHCM J. Adv. Res. Nat. Sci. 2026, 10(1): 3564-3571.

Công nghệ Việt Nam, định danh. Mẫu tiêu bản được lưu tại Phòng thí nghiệm Hợp chất Tự nhiên và Hóa dược, Trường Đại học Khoa học Tự nhiên, ĐHQG-HCM.

### Hóa chất và thiết bị

Năng lực triển quang đo trên triển quang kế A. Krüss. Phổ cộng hưởng từ hạt nhân (NMR) ghi trên máy Bruker AV [500 MHz ( $^1\text{H}$ ) và 125 MHz ( $^{13}\text{C}$ )] với  $\text{CDCl}_3$ ,  $\text{CDCl}_3\text{-CD}_3\text{OD}$  hoặc acetone- $d_6$  là dung môi, được hiệu chỉnh dựa trên độ dịch chuyển hóa học của dung môi sử dụng<sup>17</sup>. Sắc ký cột (SKC) được thực hiện trên silica gel (40-60  $\mu\text{m}$ , Merck), RP-18 (40-63  $\mu\text{m}$ , Merck). Sắc ký lọc gel được thực hiện trên Sephadex LH-20 (GE Healthcare). Sắc ký lớp mỏng được thực hiện trên bản silica gel (250  $\mu\text{m}$ , Merck) và RP-18 (250  $\mu\text{m}$ , Merck). Các cấu tử trên bản mỏng được phát hiện bằng đèn tử ngoại, cho vào bình đựng iốt, phun xịt với dung dịch vanilin- $\text{H}_2\text{SO}_4$  trong EtOH rồi nung nóng bản ở khoảng  $120^\circ\text{C}$  trong 3-5 phút. Tất cả dung môi để ly trích và phân lập chất đều được chưng cất lại trước khi sử dụng.

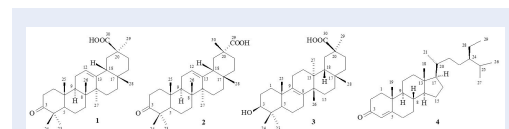
### Chiết xuất và phân lập

Vỏ cây *Tiama* sau khi lấy về được phơi khô tự nhiên rồi đem xay nhỏ. Trích kiệt mẫu (15 kg) bằng bộ chiết Soxhlet với *n*-hexane rồi ethyl acetate. Thu hồi dung môi dưới áp suất kém bằng máy cô quay thu được cao *n*-hexane (42,0 g) và cao EtOAc (102,7 g)<sup>16</sup>. SKC cao *n*-hexane (42,0 g) trên silica gel (*n*-hexane-EtOAc 0-100%) thu được 7 phân đoạn (TH1-7). SKC phân đoạn TH4 (2,8 g) trên silica gel (*n*-hexane-EtOAc 0-100%) thu được 8 phân đoạn (TH4.1-8). SKC phân đoạn TH4.3 (1,1 g) trên silica gel (*n*-hexane-EtOAc 0-50%) thu được 6 phân đoạn (TH4.3.1-6). Tiếp tục SKC lọc gel phân đoạn TH4.3.5 (210 mg) trên Sephadex LH-20 ( $\text{CHCl}_3\text{-MeOH}$  50%) thu được 5 phân đoạn. SKC phân đoạn TH4.3.5.4 (*n*-hexane- $\text{CHCl}_3$  50-100%) thu được 3-oxoolean-12-en-30-oic acid (**1**; 7,3 mg). SKC phân đoạn TH5 (6,8 g) trên silica gel (*n*-hexane-EtOAc 0-100%) thu được 9 phân đoạn (TH5.1-9). SKC phân đoạn TH5.3 (1,8 g) trên silica gel (*n*-hexane-acetone 0-50%) thu được 6 phân đoạn. Tinh chế phân đoạn TH5.3.5 (365 mg) bằng SKC trên silica gel (*n*-hexane-isopropanol 0-10%) thu được 3-oxoolean-12-en-29-oic acid (**2** 4,2 mg). SKC phân đoạn TH5.6 (1,2 g) trên silica gel (*n*-hexane-EtOAc 0-80%) thu được 8 phân đoạn (TH5.6.1-8). Tiếp tục SKC phân đoạn TH5.6.5 (137 mg) trên RP-18 ( $\text{H}_2\text{O-CH}_3\text{CN}$  70-100%) rồi trên silica gel (*n*-hexane-EtOAc 0-50%) thu được 20-epibryonolic acid (**3**; 11,0 mg). SKC phân đoạn TH3 (2,8 g) trên silica

gel (*n*-hexane-acetone 0-50%) thu được 7 phân đoạn (TH3.1-7). SKC phân đoạn TH3.5 (768,2 mg) trên silica gel (*n*-hexane-EtOAc 0-50%) thu được 6 phân đoạn. Tinh chế phân đoạn TH3.5.3 (364,0 mg) bằng SKC trên silica gel (*n*-hexane-isopropanol 0-10%) thu được stigmat-4-en-3-one (**4**; 10,1 mg).

### KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

Từ cao *n*-hexane của vỏ cây *Tiama*, bốn hợp chất (**1-4**) đã được phân lập (Hình 1).



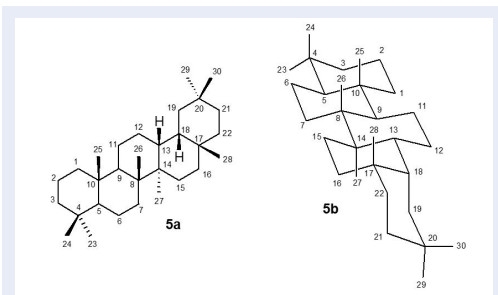
Hình 1: Cấu trúc hóa học của 1-4

**Hợp chất 1:** thu được ở dạng tinh thể hình kim màu trắng,  $[\alpha] + 116,2$  ( $c$  0,4 trong  $\text{CDCl}_3$ ). Phổ  $^1\text{H}$  NMR (Bảng 1) cho thấy các tín hiệu cộng hưởng ứng với một proton olefin [ $\delta_{\text{H}}$  5,32 (1H, t,  $J = 3,1$  Hz, H-12)], bảy nhóm methyl gắn vào carbon bậc bốn [ $\delta_{\text{H}}$  1,20 (3H, s, H<sub>3</sub>-29); 1,15 (3H, s, H<sub>3</sub>-27); 1,10 (3H, s, H<sub>3</sub>-23); 1,07 (3H, s, H<sub>3</sub>-25); 1,06 (3H, s, H<sub>3</sub>-24); 1,02 (3H, s, H<sub>3</sub>-26) và 0,82 (3H, s, H<sub>3</sub>-28)] và nhiều proton của nhóm methylene và methine ở vùng từ trường cao. Phổ  $^{13}\text{C}$  NMR (Bảng 1) kết hợp với phổ HSQC cho thấy các tín hiệu cộng hưởng ứng với 30 carbon bao gồm một carbon carbonyl cô lập [ $\delta_{\text{C}}$  217,9 (C-3)], một carbon carbonyl của carboxylic acid [ $\delta_{\text{C}}$  183,3 (C-30)], hai carbon olefin của một nối đôi C=C mang ba nhóm thế [ $\delta_{\text{C}}$  144,5 (C-13) và 122,7 (C-12)], ba nhóm methine, 10 nhóm methylene, bảy nhóm methyl bậc ba và sáu carbon bậc bốn. Các số liệu phổ trên cho thấy hợp chất này có công thức phân tử  $\text{C}_{30}\text{H}_{46}\text{O}_3$  với độ bất bão hòa là 8, mang một nhóm ketone, một nhóm carboxyl, một nối đôi C=C tam hoá. Vậy đây là một triterpenoid có năm vòng và có khung oleanane (**5a/5b**, Hình 2).

Cấu trúc hóa học của **1** được xác định dựa trên tương quan HMBC (Hình 3). Trong phổ HMBC, proton của hai nhóm methyl bậc ba ở  $\delta_{\text{H}}$  1,10 (H<sub>3</sub>-23) và 1,06 (H<sub>3</sub>-24) tương quan với nhau [ $\delta_{\text{C}}$  21,7 (C-24) và 26,6 (C-23)], cùng tương quan với một carbon carbonyl ( $\delta_{\text{C}}$  217,9; C-3), một carbon bậc bốn ( $\delta_{\text{C}}$  47,6; C-4) và một carbon bậc ba ( $\delta_{\text{C}}$  55,5; C-5). Từ tương quan của H-5 ( $\delta_{\text{H}}$  1,32), xác định được độ dịch chuyển hóa học của C-6 ( $\delta_{\text{C}}$  19,8), C-10 ( $\delta_{\text{C}}$  36,8) và C-25 ( $\delta_{\text{C}}$  15,4). Proton nhóm methyl H<sub>3</sub>-25 ( $\delta_{\text{H}}$  1,07) tương quan với nhóm methylene ở  $\delta_{\text{C}}$  39,5 (là C-1) và carbon bậc bốn ở  $\delta_{\text{C}}$  47,0 (là C-9). Proton nhóm methyl

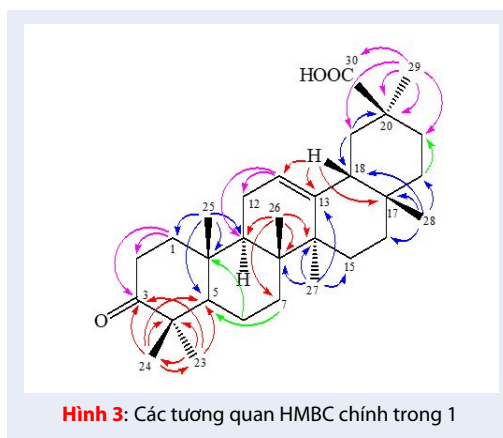
**Bảng 1: Số liệu phổ 1H NMR (500 MHz) và 13C NMR (125 MHz) của 1 và 2 (J tính bằng Hz)**

Vị trí	1 trong CDCl <sub>3</sub> -CD <sub>3</sub> OD		2 trong acetone-d <sub>6</sub>		
	$\delta_H$	Tương quan HMBC	$\delta_C$	$\delta_H$	$\delta_C$
1	1,90 m	C-2, C-3, C-5, C-25	39,5	1,49 m; 1,92 m	39,9
2	2,37 ddd (15,9; 6,7; 3,6) 2,55 ddd (15,9; 11,1; 7,2)	C-1, C-3, C-4, C-10 C-1, C-3, C-10	34,3	2,32 ddd (15,9; 6,9; 3,7) 2,55 ddd (15,9; 11,1; 7,3)	34,6
3			217,9		216,1
4			47,6		47,9
5	1,32 m	C-6, C-10, C-25	55,5	1,42 m	55,9
6	1,50 m	C-8, C-10	19,8	1,56 m	20,4
7	1,37 m; 1,54 m	C-5, C-8, C-9, C-26	32,2	1,44 m; 1,65 m	32,9
8			40,0		40,7
9	1,65 m	C-8, C-10, C-11, C-14, C-25	47,0	1,74 dd (11,5; 6,3)	47,6
10			36,8		37,5
11	1,95 m	C-12, C-13	23,8	1,98 m	24,4
12	5,32 t (3,1)	C-9, C-11, C-13, C-14	122,7	5,30 t (3,6)	123,5
13			144,5		145,2
14			41,8		42,6
15	1,80 td (13,5; 4,1) 1,21 m	C-8, C-14, C-27	26,3	1,13 m; 2,09 m	26,3
16	1,96 m	C-15, C-17, C-28	27,1	1,83 dd (13,7; 4,6) 2,08 m	26,8
17			32,2		33,2
18	2,00 m	C-12, C-13, C-16, C-17	48,2	2,08 m	47,0
19	1,64 m 1,87 m	C-13, C-18, C-20, C-29, C-30 C-12, C-13, C-29	42,7	1,36 m 2,25 t (13,7)	41,6
20			44,3		42,9
21	1,36 m 1,94 m	C-17, C-20, C-22, C-29, C-30 C-17, C-20, C-22, C-29, C-30	31,3	1,42 m 1,92 m	29,5
22	1,37 m	C-17, C-18, C-21, C-28	38,4	1,35 m; 1,50 m	36,7
23	1,10 s	C-3, C-4, C-5, C-24	26,6	1,06 s	27,7
24	1,06 s	C-3, C-4, C-5, C-23	21,7	1,03 s	21,8
25	1,07 s	C-1, C-5, C-9, C-10	15,4	1,07 s	15,5
26	1,02 s	C-7, C-8, C-9, C-14	16,9	1,10 s	17,2
27	1,15 s	C-8, C-13, C-14, C-15	26,0	1,22 s	26,8
28	0,82 s	C-16, C-17, C-18, C-22	28,3	0,90 s	28,6
29	1,20 s	C-19, C-20, C-21, C-30	28,8		179,8
30			183,3	1,20 s	19,8



**Hình 2:** Công thức lập thể của khung oleanane trong không gian hai chiều (5a) và ba chiều (5b)

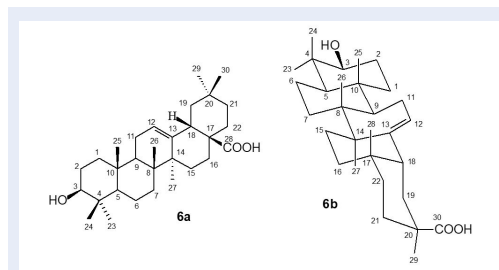
ở  $\delta_H$  1,02 cho tương quan với C-9, hai carbon bậc bốn ( $\delta_C$  40,0 và 41,8) và một nhóm methylene ( $\delta_C$  32,3) nên nhóm methyl này là C-26 nối với C-8 và ba carbon trên lần lượt là C-8, C-14 và C-7. Proton của nhóm methyl bậc ba ở  $\delta_H$  1,15 cho tương quan với C-8, C-14, một carbon olefin hoàn toàn thế ( $\delta_C$  144,5) và một nhóm methylene ( $\delta_C$  26,3) nên nhóm methyl là C-27 và hai carbon trên là C-13 và C-15. Vậy nối đôi tam hoán nằm ở vị trí C-12/C-13. Các tương quan của proton nhóm methyl ở  $\delta_H$  0,82 ( $\delta_C$  C-28) giúp xác định được độ dịch chuyển hóa học của C-17 ( $\delta_C$  32,2), C-18 ( $\delta_C$  48,2), C-16 ( $\delta_C$  27,1) và C-22 (38,4). Từ các tương quan của proton nhóm methyl ở  $\delta_H$  1,20 (H<sub>3</sub>-29 hoặc H<sub>3</sub>-30;  $\delta_C$  28,8), biết được carbon carboxyl là C-30/C-29, các carbon còn lại là C-19 ( $\delta_C$  42,7), C-20 ( $\delta_C$  44,3) và C-21 ( $\delta_C$  31,3). Từ các số liệu phổ và phân tích tương quan HMBC kết hợp so sánh với số liệu phổ trong tài liệu tham khảo, xác định được hợp chất này là 3-oxoolean-12-en-30-ic acid (1) hoặc 3-oxoolean-12-en-29-ic acid (2) <sup>18,19</sup>.



**Hình 3:** Các tương quan HMBC chính trong 1

**Hợp chất 2:** thu được ở dạng tinh thể hình kim, không màu,  $[\alpha] + 87,4$  (c 0,3 trong CDCl<sub>3</sub>). Phổ <sup>1</sup>H và <sup>13</sup>C NMR (Bảng 1) của 2 cũng cho thấy các tín hiệu cộng hưởng tương tự như phổ của 1. Điểm khác biệt là

trong phổ <sup>13</sup>C NMR của 2, tín hiệu cộng hưởng của nhóm methyl ở C-29/C-30 xuất hiện ở vùng từ trường cao hơn ( $\delta_C$  19,8 thay vì 28,8 như trong hợp chất 1). Vậy hợp chất này có thể là 3-oxoolean-12-en-30-ic acid (1) hoặc 3-oxoolean-12-en-29-ic acid (2) <sup>18,19</sup>. Một triterpene tiêu biểu có khung oleanane là oleanolic acid (Hình 4). Trong acid này, nhóm 23-methyl và 29-methyl ở vị trí a (xích đạo) trong khi nhóm 24-methyl và 30-methyl ở vị trí (trục). Độ dịch chuyển hóa học trong phổ <sup>13</sup>C NMR ( $\delta_C$ ) đo trong các dung môi khác nhau được trình bày trong Bảng 2. Giá trị  $\delta_C$  của các nhóm methyl trục nhỏ hơn nhóm methyl xích đạo ( $\delta_C$  của nhóm 23-methyl là 28,1–28,8; của nhóm 24-methyl là 15,5–16,5; của nhóm 29-methyl là 33,1–33,5 và của nhóm 30-methyl là 23,5–24,0) <sup>20–22</sup>. Điều này được giải thích là do nhóm methyl trục bị chắn nhiều hơn nhóm methyl xích đạo nên chắn từ trường cao mới cộng hưởng được, do đó  $\delta_C$  có giá trị nhỏ hơn.



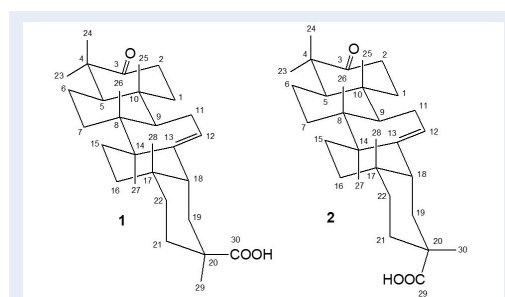
**Hình 4:** Công thức lập thể của oleanolic acid trong không gian hai chiều (6a) và ba chiều (6b)

Trong hợp chất 1, nhóm methyl tại C-29/C-30 có  $\delta_C$  là 28,8 (lớn), chứng tỏ nhóm này ở vị trí xích đạo (a, C-29) và do đó C-30 là nhóm COOH ở vị trí trục ( $\delta_C$  183,3). Vậy hợp chất này là 3-oxoolean-12-en-30-ic acid, đã được tìm thấy trước đây từ *Dillenia papuana* (họ Sổ, Dilleniaceae) <sup>18</sup>. Số liệu phổ của 1 phù hợp với tài liệu tham khảo này ( $\delta_C$  28,9; C-29). Trong hợp chất 2, nhóm methyl tại C-29/C-30 có  $\delta_C$  là 19,8 (nhỏ), cho thấy nhóm này ở vị trí trục (e, C-30) và do đó C-29 mang nhóm COOH ở vị trí xích đạo (a,  $\delta_C$  179,8) <sup>19</sup>. Vậy hợp chất 2 là 3-oxoolean-12-en-29-ic acid, phù hợp với tài liệu tham khảo ( $\delta_C$  19,0; C-30) <sup>19</sup>. Hợp chất 2 là đồng phân epimer tại vị trí C-20 của 1, đã được phân lập trước đây từ cây sấu đỏ (*Sandoricum koetjape*, họ Xoan) <sup>19</sup>. Công thức lập thể trong không gian ba chiều của 1 và 2 được biểu diễn trong Hình 5.

**Hợp chất 3:** thu được ở dạng tinh thể hình kim màu trắng. Phổ <sup>1</sup>H NMR (Bảng 2) cho thấy các tín hiệu cộng hưởng ứng với một alcol bậc hai [ $\delta_H$  3,05 (1H, dd, J = 11,0; 5,3 Hz, H-3)], bảy nhóm methyl gần vào

**Bảng 2:**  $\delta_C$  (ppm) của các nhóm methyl tại C-23, C-24, C-29 và C-30 trong 6, 1 và 2

Hợp chất	23-methyl (a, eq)	24-methyl (a, ax)	29-methyl (a, eq)	30-methyl (a, ax)
Oleanolic acid (6) trong CDCl <sub>3</sub> [20]	28,1	15,5	33,1	23,5
Oleanolic acid (6) trong acetone-d <sub>6</sub> [21]	28,8	16,4	33,5	24,0
Oleanolic acid (6) trong pyridine-d <sub>5</sub> [22]	28,8	16,5	33,4	23,8
3-Oxoolean-12-en-30-oic acid (1) trong CDCl <sub>3</sub> [18]	26,6	21,7	28,9	183,2
3-Oxoolean-12-en-29-oic acid (2) trong CDCl <sub>3</sub> [19]	26,4	21,4	185,3	19,0



**Hình 5:** Công thức lập thể trong không gian ba chiều của 1 và 2

carbon bậc bốn [ $\delta_H$  1,07 (3H, s, H<sub>3</sub>-29); 0,90 (3H, s, H<sub>3</sub>-28); 0,84 (3H, s, H<sub>3</sub>-26); 0,83 (3H, s, H<sub>3</sub>-23); 0,81 (3H, s, H<sub>3</sub>-25); 0,78 (3H, s, H<sub>3</sub>-27) và 0,65 (3H, s, H<sub>3</sub>-24)] và nhiều tín hiệu cộng hưởng ở vùng từ trường cao. Phổ <sup>13</sup>C NMR (Bảng 3) kết hợp với phổ DEPT 90 và DEPT 135 cho thấy các tín hiệu cộng hưởng ứng với 30 carbon gồm một carbon carbonyl của carboxylic acid [ $\delta_C$  181,9 (C-30)], hai carbon olefin của một nối đôi hoàn toàn thế [ $\delta_C$  133,88 (C-8) và 133,93 (C-9)], một nhóm oxymethine [ $\delta_C$  78,7 (C-3)], hai nhóm methine, 11 nhóm methylene, bảy nhóm methyl và sáu carbon bậc bốn. Như vậy hợp chất 3 là một triterpenoid có CTPT C<sub>30</sub>H<sub>48</sub>O<sub>3</sub>, có năm vòng, mang một nhóm carboxyl, một nối đôi C=C và một alcol bậc hai. So sánh các số liệu phổ trên với tài liệu tham khảo cho thấy hợp chất này là 20-epibryonolic acid (3), đã được phân lập từ cây *Coriaria intermedia* (họ Mã tang, Coriariaceae)<sup>23</sup>.

**Hợp chất 4:** thu được dưới dạng tinh thể hình kim màu trắng. Phổ <sup>1</sup>H và <sup>13</sup>C NMR (Bảng 3) kết hợp với phổ HSQC cho thấy các tín hiệu cộng hưởng ứng với 29 carbon trong đó có một carbon carbonyl [ $\delta_C$  199,8 (C-3)] và một nối đôi C=C tam hoá liên hợp với nhóm carbonyl [ $\delta_H$  5,72 (s, H-4);  $\delta_C$  171,8 (C-5) và 123,9 (C-4)], 6 nhóm methyl bao gồm 2 nhóm

methyl nối với carbon bậc bốn [ $\delta_H$  1,18 (3H, s, H<sub>3</sub>-19); 0,71 (3H, s, H<sub>3</sub>-18)];  $\delta_C$  17,6 (C-19); 12,1 (C-18)], 3 nhóm methyl nối với carbon bậc ba [ $\delta_H$  0,92 (3H, d, J= 6,5 Hz, H<sub>3</sub>-21); 0,83 (3H, d, J= 6,9 Hz, H<sub>3</sub>-27) và 0,81 (3H, d, J= 6,8 Hz, H<sub>3</sub>-26)];  $\delta_C$  19,2 (C-27); 18,9 (C-26) và 12,1 (C-21)] và một nhóm methyl nối với carbon bậc hai [ $\delta_H$  0,84 (3H, t, J= 7,4 Hz, H<sub>3</sub>-29)]. Ngoài ra còn có nhiều tín hiệu cộng hưởng ở vùng từ trường cao ứng với 8 nhóm methin và 11 nhóm methylen. Các kết quả trên cho thấy hợp chất 4 có công thức phân tử C<sub>29</sub>H<sub>48</sub>O và có độ bất bão hòa là 6. Trừ đi một nối đôi C=O và một nối đôi C=C, hợp chất này có bốn vòng. So sánh các số liệu phổ trên với tài liệu tham khảo cho thấy hợp chất này là stigmas-4-en-3-one (4), đã được tìm thấy trong cây gáo cam (*Nauclea officinalis*), thuộc họ Cà phê (Rubiaceae)<sup>24</sup>.

## KẾT LUẬN

Từ cao *n*-hexane của vỏ cây *Tiama* (*E. angolense*) thu hái tại Vườn Sầu tập Thực vật Trảng Bom; tỉnh Đồng Nai; bốn hợp chất đã được phân lập. Dựa vào kết quả phân tích phổ NMR và so sánh các số liệu phổ với tài liệu tham khảo, cấu trúc các hợp chất được xác định là 3-oxoolean-12-en-30-oic acid (1), 3-oxoolean-12-en-29-oic acid (2), 20-epibryonolic acid (3) và stigmas-4-en-3-one (4). Các hợp chất này lần đầu tiên được báo cáo hiện diện trong cây *Tiama*.

## LỜI CẢM ƠN

Nghiên cứu được tài trợ bởi Trường Đại học Khoa học Tự nhiên, ĐHQG-HCM trong khuôn khổ Đề tài mã số HH 2021-12.

## DANH MỤC TỪ VIẾT TẮT

br - broad: Tín hiệu rộng  
d - doublet: Tín hiệu đôi  
DEPT - Distortionless Enhancement by Polarization Transfer Khuếch đại Tín hiệu bằng Chuyển dịch Phân cực

**Bảng 3: Số liệu phổ 1H NMR (500 MHz) và 13C NMR (125 MHz) của 3 và 4 (J tính bằng Hz)**

Vị trí	3 trong CDCl3		4 trong CDCl3	
	$\delta_H$	$\delta_C$	$\delta_H$	$\delta_C$
1		35,0	2,01 m; 1,68 m	35,9
2		27,4	2,37 m	34,0
3	3,05 dd (11,0; 5,3)	78,7		199,8
4		38,7	5,72 s	123,9
5		50,5		171,8
6		19,1	2,26 m	33,1
7		27,5	1,83 m; 1,01 m	32,2
8		133,88	1,50 m	35,8
9		133,93	0,91 m	54,0
10		37,4		38,8
11		20,6	1,49 m	21,2
12		29,7	2,02 m; 1,13 m	39,8
13		37,1		42,6
14		41,8	1,10 m	56,1
15		25,0	1,33 m; 1,14 m	26,3
16		37,0	1,84 m; 1,29 m	28,3
17		30,8	1,10 m	56,2
18	2,26 d (15,6)	44,7	0,71 s	12,1
19		30,5	1,18 s	18,9
20		40,1	1,36 m	36,3
21		30,2	0,92 d (6,5)	17,6
22		34,3	1,31 m; 1,00 m	34,1
23	0,83 s	27,7	1,60 m; 1,10 m	24,4
24	0,65 s	15,4	0,94 m	46,0
25	0,81 s	19,7	1,65 m	29,4
26	0,84 s	22,0	0,81 d (6,8)	20,0
27	0,78 s	17,3	0,83 d (6,9)	19,2
28	0,90 s	31,0	1,44 m	23,3
29	1,07 s	32,7	0,84 t (7,4)	12,1
30		181,9		

HMBC - Heteronuclear multiple bond correlation: Tương quan dị hạt nhân qua nhiều liên kết (2-3).

HSQC - Heteronuclear single quantum correlation: Tương quan dị hạt nhân qua một liên kết.

m - multiplet: Tín hiệu đa

NMR - Nuclear magnetic resonance: Cộng hưởng Từ Hạt nhân

s - singlet: Tín hiệu đơn

t - triplet: Tín hiệu ba

### XUNG ĐỘT LỢI ÍCH

Chúng tôi cam đoan hoàn toàn không có bất cứ xung đột lợi ích nào.

### ĐÓNG GÓP CỦA CÁC TÁC GIẢ

Bùi Ngọc Dũng: tra cứu và tổng hợp tài liệu, ly trích và điều chế cao thô, phân lập hợp chất, viết bản thảo.

Nguyễn Thị Lệ Thu: phân lập chất, xử lý và phân tích phổ NMR, xác định cấu trúc hóa học.

Nguyễn Diệu Liên Hoa: kiểm tra cấu trúc hóa học, sửa và hoàn chỉnh bản thảo.

Trần Thu Phương: phân lập chất, xử lý và phân tích phổ NMR, xác định cấu trúc hóa học.

Nguyễn Trí Hiếu: phân lập chất, xử lý và phân tích phổ NMR, xác định cấu trúc hóa học.

## TÀI LIỆU THAM KHẢO

- Loupe D, Oteng-Amoako AA, Brink M. Plant Resources of Tropical Africa. Backhuys Publishes, Leiden, Netherlands. 2008;7:232-45.
- Chudnoff M. Tropical timbers of the world, Agriculture Handbook. 1984;(607).
- Hall JS, Medjibe V, Berlyn GP, Ashton PM. Seedling growth of three co-occurring Entandrophragma species (Meliaceae) under simulated light environments: implications for forest management in central Africa. Forest Ecology and Management. 2003;179(1-3):135-44.
- Happi GM, Ngadju BT, Green IR, Kouam SF. Phytochemistry and pharmacology of the genus Entandrophragma over the 50 years from 1967 to 2018: a 'golden' overview. The Journal of Pharmacy and Pharmacology. 2018;70(11):1431-60.
- Bickii J, Tchouya GR, Tchouankeu JC, Tsamo E. Antimalarial activity in crude extracts of some Cameroonian medicinal plants. African Journal of Traditional, Complementary, and Alternative Medicines : AJTCAM. 2006;4(1):107-11.
- Njar VC, Adesanwo JK, Raji Y. Methyl angolensate: the antiulcer agent of the stem bark of Entandrophragma angolense. Planta Medica. 1995;61(1):91-2.
- Orisadipe A, Amos S, Adesomoju A, Binda L, Emeje M, Okogun J. Spasmolytic activity of methyl angolensate: a triterpenoid isolated from Entandrophragma angolense. Biological & Pharmaceutical Bulletin. 2001;24(4):364-7.
- Nsiama TK, Okamura H, Hamada T, Morimoto Y, Doe M, Iwagawa T. Rings D-seco and B,D-seco tetranortriterpenoids from root bark of Entandrophragma angolense. Phytochemistry. 2011;72(14-15):1854-8.
- Orisadipe AT, Adesomoju AA, D'Ambrosio M, Guerriero A, Okogun JI, Okogun IJ. Tirucallane triterpenes from the leaf extract of Entandrophragma angolense. Phytochemistry. 2005;66(19):2324-8.
- Bickii J, Tchouya GR, Tchouankeu JC, Tsamo E. The antiplasmodial agents of the stem bark of Entandrophragma angolense (Meliaceae). African Journal of Traditional, Complementary, and Alternative Medicines : AJTCAM. 2006;4(2):135-9.
- Nsiama TK, Hiroaki O, Matsumi D, Yoshiki M, Tetsuo I, Munehiro N. Three mexicanolides from the root bark of Entandrophragma angolense. Heterocycles. 2008;75(1):157-64.
- Zhang WY, An FL, Zhao MM, Chen MH, Jian KL, Olga Q. Limonoids with diverse frameworks from stem barks of Entandrophragma angolense and their bioactivities. RSC Advances. 2016;6(99):97160-71.
- Happi GM, Wouamba SC, Ismail M, Kouam SF, Frese M, Lenta BN. Ergostane-type steroids from the Cameroonian 'white tiamia' Entandrophragma angolense. Steroids. 2020;156.
- Youn I, Wu Z, Papa S, Burdette JE, Oywaluja BO, Lee H. Limonoids and other triterpenoids from Entandrophragma angolense. Fitoterapia. 2021;150.
- Youn I, Han KY, Gurgul A, Wu Z, Lee H, Che CT. Chemical constituents of Entandrophragma angolense and their anti-inflammatory activity. Phytochemistry. 2022;201.
- Trinh BT, Bui DN, Nguyen LT, Nguyen HT, Nguyen CN, Nguyen LD. Triterpenoids from the bark of Entandrophragma angolense. Natural Product Research. 2023;37(2):240-7.
- Gottlieb HE, Kotlyar V, Nudelman A. NMR chemical shifts of common laboratory solvents as trace impurities. The Journal of Organic Chemistry. 1997;62(21):7512-5.
- Nick A, Wright AD, Rali T, Sticher O. Antibacterial triterpenoids from Dillenia papuana and their structure-activity relationships. Phytochemistry. 1995;40(6):1691-5.
- Kaneda N, Pezzuto JM, Kinghorn AD, Farnsworth NR, Santisuk T, Tuchinda P. Plant anticancer agents, L. cytotoxic triterpenes from Sandoricum koetjape stems. Journal of Natural Products. 1992;55(5):654-9.
- Seebacher W, Simic N, Robert W, Robert S. Complete assignments of <sup>1</sup>H and <sup>13</sup>C NMR resonances of oleanolic acid, 18 $\alpha$ -oleanolic acid, ursolic acid and their 11-oxo derivatives. Magnetic Resonance in Chemistry : MRC. 2003;41(8):636-8.
- Dais P, Plessel R, Williamson K, Hatzakis E. Complete <sup>1</sup>H and <sup>13</sup>C NMR assignment and <sup>31</sup>P NMR determination of pentacyclic triterpenic acids. Analytical Methods : Advancing Methods and Applications. 2017;9(6):949-57.
- Ngân NTN, Trường Đại học Khoa học Tự nhiên, ĐHQG-HCM. Khảo sát thành phần hóa học của trái trám (Syzygium cumini). Luận văn Thạc sĩ Hóa Hữu cơ. -HCM; 2022.
- Chang YS, Lin MS, Jiang RL, Huang SC, Ho LK. 20-Epibryonolic acid, phytosterols and ellagic acid from Coriaria intermedia. Phytochemistry. 1996;42(2):559-60.
- Su K, Gong M, Zhou J, Deng S. Study on chemical composition of Nauclea officinalis leaves. International Journal of Chemistry. 2009;1(2):77-82.

# Triterpenoids and a sterol from the bark of *Entandrophragma angolense*

Nguyen Thi Le Thu<sup>1,2</sup>, Nguyen Dieu Lien Hoa<sup>1,2</sup>, Tran Thu Phuong<sup>1,2</sup>, Nguyen Tri Hieu<sup>1,2</sup>, Bui Ngoc Dung<sup>1,2,\*</sup>



Use your smartphone to scan this QR code and download this article

<sup>1</sup>Faculty of Chemistry, University of Science, Vietnam National University – Ho Chi Minh City

<sup>2</sup>Vietnam National University, Ho Chi Minh City, Vietnam

## Correspondence

**Bui Ngoc Dung**, Faculty of Chemistry, University of Science, Vietnam National University – Ho Chi Minh City

Vietnam National University, Ho Chi Minh City, Vietnam

Email: bndung@hcmus.edu.vn

## History

- Received: 26-02-2023
- Revised: 17-05-2024
- Accepted: 17-03-2026
- Published Online: 27-03-2026

## DOI :

<https://doi.org/10.32508/stdjns.v10i1.1270>



## Copyright

© VNUHCM Press. This is an open-access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution 4.0 International license.

## ABSTRACT

*Entandrophragma angolense* (Welw) C. DC., a large tree belonging to the family Meliaceae. This species is predominantly distributed across tropical Africa, where it represents a significant botanical resource. The tree is highly valued for its durable and aesthetically pleasing timber, which is extensively utilized in furniture manufacturing, light construction, and boat building. The tree is used in folk medicine for the treatment of colds, fever, malaria, stomach pain, peptic ulcers, swellings, earache, arthritic or rheumatic pain and ophthalmia. The extensive ethnopharmacological applications of this species suggest the presence of bioactive secondary metabolites, making it a compelling candidate for phytochemical investigation. Limonoids, triterpenoid, steroids and fatty acids had been found in the species. This paper presented the results of isolation and structure determination of four compounds from an *n*-hexane extract of the bark of the species collected in Trang Bom botanical garden, Dong Nai province. The collected bark samples were air-dried and ground into powder, The extraction was carried out using a Soxhlet extractor with *n*-hexane and ethyl acetate, respectively, as the solvents. The solvents were removed using a rotary evaporator to obtain *n*-hexane and ethyl acetate extracts. Within the scope of this study, the investigation was focused on the *n*-hexane extract. Repeated column chromatography over silica gel, RP-18 and Sephadex LH-20 on the *n*-hexane extract produced four compounds. Analysis of NMR spectra (<sup>1</sup>H and <sup>13</sup>C NMR, DEPT 90, DEPT 135, HSQC and HMBC) and comparison of the spectral data with those in literature revealed that the isolated compounds comprising three triterpenoids, 3-oxoolean-12-en-30-oic acid (**1**), 3-oxoolean-12-en-29-oic acid (**2**) and 20-epibryonolic acid (**3**), together with a sterol, stigmatas-4-en-3-one (**4**). This is the first time that all the compounds have been found from this species. The findings expand the chemical profile of the species and are consistent with the prevalence of triterpenoid and steroidal metabolites within the Meliaceae, thereby providing a basis for further studies on bioactivity and chemotaxonomic significance.

**Key words:** *Entandrophragma angolense*, isolation, chemical structure elucidation, triterpenoids, sterol

**Cite this article :** Thu N T L, Hoa N D L, Phuong T T, Hieu N T, Dung B N. **Triterpenoids and a sterol from the bark of *Entandrophragma angolense***. VNUHCM J. Adv. Res. Nat. Sci. 2026, 10(1):3564-3571

This article was published during the journal's renaming from *Journal of Science & Technology Development Journal – Advanced Research in Natural Sciences* (ISSN: 2588-106X) to *Journal of VNUHCM Journal of Advanced Research in Natural Sciences*; the new ISSN is currently pending assignment. **3571**