

NGHIÊN CỨU CHIẾT TÁCH VÀ XÁC ĐỊNH THÀNH PHẦN HÓA HỌC TINH DẦU TRÀM CỦA HUYỆN HUONG TRÀ TỈNH THỪA THIÊN HUẾ

Đến tòa soạn 20-11-2019

Hoàng Thị Kim Vân, Nguyễn Thị Kim Thoa, Nguyễn Thị Phương Thùy,

Đặng Ngọc Định, Lê Thị Minh Hằng

Trường Đại học Công nghiệp Việt Trì

Đinh Thị Thu Thủy

Viện Hóa học các hợp chất thiên nhiên, Viện Hàn lâm KH và CN Việt Nam

SUMMARY

STUDY AND DETERMINATION OF CHEMICAL COMPOSITION OF MELELEUCA OIL IN HUONG TRA - THUA THIEN HUE

Cajuput leaves : Collected in Huong Tra district, Thua Thien Hue province was tested for chemical composition by GC / MS method. The results showed that there are 41 substances in melaleuca oil with different levels. In which the substance occupies a large content in essential oils are Cineole 1.8 (25.38%) and Terpinolene (5.75%). By enticing steam distillation method, cajeput oil was obtained with an efficiency of 0.609%.

Key words: *Melaleuca essential oil, biological activity*

1. MỞ ĐẦU

Chi Tràm (danh pháp khoa học: *Melaleuca*) là một chi thực vật có hoa trong họ Đào kim nương. Theo các ước tính khác nhau chi này chứa 220-236 loài, tất cả đều có mặt ở Malaysia, Indonesia, New Guinea, quần đảo Solomon và Nouvelle – Calédonie [1].

Cây Tràm là loại cây gỗ nhỏ hay trung bình, thường xanh, cao 10 – 15m (đôi khi tới 20 – 25m), và đường kính có thể đạt 50 – 60cm. Đôi khi là cây bụi, cao 0,5 – 2m, nếu mọc ở vùng đồi cận cổ thân thường không thẳng; vỏ ngoài mỏng, xốp, màu trắng xám, thường bong thành nhiều lớp. Hệ rễ phát triển mạnh, lá đơn, mọc so le; phiến lá hình mác hay hình trái xoan hẹp, thường không cân đối, đầu nhọn hoặc tù, gốc tròn hoặc hơi hình nêm, dày, lúc non có lông mềm màu trắng bạc, sau nhẵn, màu xanh lục, gân chính 5 (đôi khi 6), hình cung, cuống lá ngắn, có lông [2].

Lá tràm có chứa nhiều tinh dầu Tinh dầu tràm được dùng xoa bóp ngoài chữa đau khớp, chân tay nhức mỏi, cảm mạo... Tinh dầu tràm đã được sử dụng làm nguyên liệu để sản xuất các loại cao xoa “ Thiên hương ”, dầu “ Nhật lệ ” “Dầu gió”... Những năm qua ngành dược Quảng Bình dùng tinh dầu tràm điều chế viên nang mềm “eucaseptyl”, dịch “tusinol” làm thuốc sát trùng đường hô hấp, giảm ho, long đờm, thông thoáng mũi, họng...[10]. Đặc tính ưu việt của dầu tràm là tính kháng khuẩn. Cho vài giọt dầu tràm trong chén nước nóng, hoặc thấm dầu tràm trong miếng bông gòn để ở các góc nhà sẽ giúp bầu không khí trong sạch hơn, chưa kể hương tràm thoang thoang cũng tạo cảm giác dễ chịu. Dầu tràm còn có tác dụng ức chế virus, nên dùng dầu tràm là một cách hiệu quả để phòng cúm[11]. Chính vì vậy chúng tôi nghiên cứu quy trình tách chiết tinh dầu tràm trồng. tại huyện Hương Trà, tỉnh Thừa Thiên

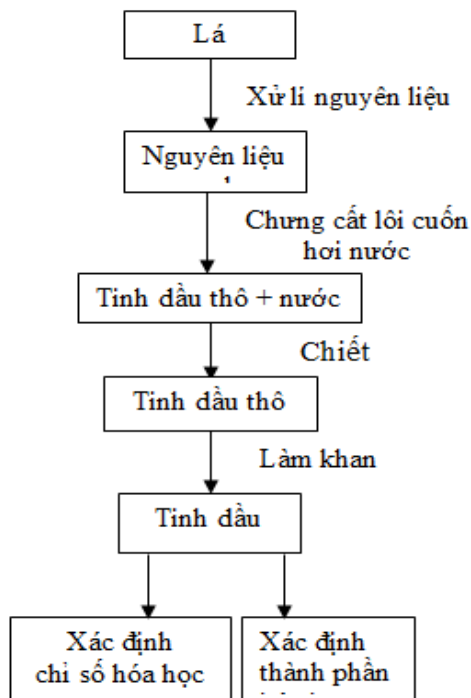
Huế và xác định thành phần hóa học. của chúng.

2. NGUYÊN LIỆU VÀ PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

2.1. Nguyên liệu

Nguyên liệu lá trà được thu mua về phải được làm sạch và cắt nhỏ.

2.2. Phương pháp



Hình 1. Sơ đồ quy trình tách chiết tinh dầu trà

2.2.1. Ảnh hưởng của tỷ lệ nước/nguyên liệu

Để xác định tỷ lệ nước/nguyên liệu thích hợp, chúng tôi tiến hành lô thí nghiệm sau:

Lấy 6000g nguyên liệu cho vào nồi chưng cất, thêm vào đó một lượng nước cất trong đó tỷ lệ

nước /nguyên liệu (ml/g) thay đổi lần lượt là: 1,5/1; 2,0/1; 2,5/1; 3/1; đồng thời bổ sung thêm muối NaCl sao cho đạt 5% (w/v). ngâm trong 60 phút. Chưng hỗn hợp trong 90 phút dưới áp suất khí quyển. Đọc thể tích tinh dầu tách ra trên ống ngưng tụ (có khắc vạch thể tích) và so sánh. Từ đó, chọn tỷ lệ nước/nguyên liệu thích hợp

2.2.2. Ảnh hưởng của NaCl trong dung dịch

Lấy 6000g nguyên liệu cho vào nồi, thêm vào đó một lượng nước cất với tỷ lệ nước/nguyên liệu thích hợp. Thêm NaCl vào hỗn hợp, trong đó nồng độ NaCl thay đổi lần lượt là: 0%, 5%, 10%, 15%, 20% (w/v) và ngâm trong 60 phút. Chưng hỗn hợp trong 90 phút dưới áp suất khí quyển. Đọc thể tích tinh dầu tách ra trên ống ngưng tụ và so sánh. Từ đó, chọn nồng độ NaCl thích hợp

2.2.3. Ảnh hưởng của thời gian chưng cất

Cho 6000g nguyên liệu vào bình cầu trong đó cố định các thông số đã chọn ở trên và tiến hành chưng cất. Cứ sau 15 phút ghi kết quả thể tích tinh dầu thu được cho đến khi thấy thể tích tinh dầu không tăng được nữa thì ngừng (Thời gian chưng cất được tính từ lúc hơi nước và tinh dầu ngưng tụ giọt đầu tiên trong ống ngưng tụ). Đánh giá kết quả dựa vào thể tích tinh dầu thu được.

3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

3.1. Ảnh hưởng của tỷ lệ nước/nguyên liệu

Bảng 1. Ảnh hưởng của tỷ lệ nước/ nguyên liệu.

TT	1	2	3	4
Khối lượng nước (g)	9000	12000	15000	18000
Khối lượng nguyên liệu (g)	6000	6000	6000	6000
Thời gian chưng cất chung cất (phút)	90	90	90	90
Lượng tinh dầu (ml)	36	40	40	39

Khi tăng tỷ lệ nước/nguyên liệu từ 1,5/1 đến 2,5/1 (v/w) thì lượng tinh dầu tách chiết được

cũng tăng theo. Tuy nhiên, nếu tiếp tục tăng tỷ lệ này lên thì lượng tinh dầu thu được lại giảm đi. Điều này có thể được giải thích như sau:

Khi gia nhiệt hỗn hợp nguyên liệu và nước thì nước sẽ thẩm thấu qua màng tế bào, thâm nhập vào bên trong các tế bào tiết tinh dầu làm chúng trương phồng lên rồi bị phá vỡ. Các cấu tử trong hỗn hợp tinh dầu có trong tế bào tiết sẽ được khuếch tán ra ngoài rồi bị lôi cuốn theo hơi nước. Nếu sử dụng tỷ lệ nước/nguyên liệu thấp thì lượng nước ngấm vào tế bào không đủ để hòa tan các chất keo của màng tế bào, do đó làm giảm tốc độ thẩm thấu của hơi nước vào bên trong tế bào và tốc độ khuếch tán tinh dầu ra ngoài. Hơn nữa, tỷ lệ nước/nguyên liệu quá thấp sẽ không tạo ra sự trương nở và áp lực cần thiết để phá vỡ hoàn toàn các túi tinh dầu cũng như không tạo đủ lượng hơi nước cần thiết để lôi cuốn tinh dầu ra khỏi hỗn hợp. Do vậy trong trường hợp này, lượng tinh dầu chưng cất được sẽ ít. Tuy nhiên, nếu tỷ lệ nước quá nhiều (> 2,5/1 v/w) thì những cấu tử tinh dầu có tính phân cực khá cao sẽ tan nhiều vào nước, do vậy lượng tinh dầu thu được trong ống ngưng tụ cũng sẽ giảm đi. Như vậy, tỷ lệ nước/nguyên liệu thích hợp là 2/1 (v/w).

3.2. Ảnh hưởng nồng độ % của muối.

Bảng 2. Ảnh hưởng nồng độ % của muối

Mê	1	2	3	4
Lượng nguyên liệu (g)	6000	6000	6000	6000
Nồng độ muối (%)	0	5	10	15
Tinh dầu thu được (ml)	40	42	45	44

Bảng 3. Ảnh hưởng của thời gian chưng cất

TT	1	2	3	4
Khối lượng nước (g)	12.000	12.000	12.000	12.000
Khối lượng nguyên liệu (g)	6000	6000	6000	6000
Thời gian chưng cất (phút)	60	90	120	150
Lượng tinh dầu (ml)	30	40	47	46

Nhận xét: Từ bảng 3 ta thấy lượng tinh dầu tăng theo thời gian chưng cất. Nhưng nếu kéo dài thời gian chưng cất thì tinh dầu hòa tan

Nhận xét: So với mẫu không ngấm NaCl, tất cả các mẫu được ngấm muối trước khi chưng cất (nồng độ NaCl thay đổi từ 5÷15% w/v) đều cho lượng tinh dầu thu hồi cao hơn đáng kể. Như vậy, rõ ràng việc thêm muối ăn vào dịch ngấm có tác dụng làm tăng hiệu suất thu hồi tinh dầu.

Khi tăng nồng độ muối từ 0% - 10% (w/v) thì lượng tinh dầu chưng cất tăng theo. Nhưng nếu nồng độ NaCl vượt quá 10% thì lượng tinh dầu thu được lại giảm đi.

Tất cả những điều trên có thể được giải thích

- Lượng NaCl thêm vào dịch ngấm nguyên liệu không chỉ có tác dụng giúp tăng khả năng thẩm thấu của nước bên trong tế bào ra ngoài (kéo theo các cấu tử tinh dầu) mà còn làm tăng độ phân cực của dung dịch và giảm tương tác giữa các cấu tử tinh dầu (kém phân cực) với nước. Nhờ đó, tinh dầu dễ dàng bay hơi hơn trong quá trình chưng cất.

- Tuy nhiên, nếu ngấm nguyên liệu ở nồng độ NaCl quá cao (>15% w/v) thì màng tế bào của nguyên liệu sẽ bị co rút lại làm giảm kích thước các lỗ xốp trên màng tế bào (hiện tượng co nguyên sinh), do đó quá trình khuếch tán các phân tử tinh dầu ra khỏi tế bào sẽ trở nên khó khăn hơn, từ đó làm giảm hiệu suất thu hồi tinh dầu. Như vậy, nồng độ NaCl trong dịch ngấm được cố định là 10% .

3.3. Ảnh hưởng thời gian chưng cất đến lượng tinh dầu thu được

trong nước hoàn lưu chịu biến đổi nhiệt phân tách thành những phân tử nhỏ không ngưng tụ

hiện hao hụt tinh dầu. Thời gian đun thích hợp cho lượng tinh dầu là 120 phút.

3.4. Xác định các chỉ số hóa học

3.4.1. Chỉ số axit (A_x). Xác định theo TCVN 189:193

Bảng 4. Kết quả xác định chỉ số axit

TN	$G_{mẫu}$ (ml)	V_{KOH} (ml)	A_x	Trung bình
1	0,8865	0,1	0,5527	0,5502
2	0,8936	0,1	0,5483	
3	0,8915	0,1	0,5496	

Nhận xét: Từ Bảng 4. Kết quả thực nghiệm xác định chỉ số axit, ta được giá trị trung bình là 0,5502

3.4.2. Chỉ số este (E_s). Xác định theo TCVN 189:193

Bảng 5. kết quả xác định chỉ số este trong tinh dầu thu được

TN	$G_{mẫu}$ (ml)	V_0 (ml)	V_1 (ml)	E_s	Trung bình
1	0,8865	23,60	23,30	9,213	

2	0,8936	23,60	23,30	9,140	9,172
3	0,8915	23,60	23,30	9,162	

Nhận xét: Từ Bảng 5. Kết quả thực nghiệm xác định chỉ số este, ta được giá trị trung bình là 9,1723.

3.4.3. Chỉ số xà phòng hóa

Bảng 6. Kết quả xác định chỉ số xà phòng hóa

TN	A_x	E_s	X_p	Trung bình
1	0,5527	9,2139	9,7666	9,7225
2	0,5483	9,1407	9,689	
3	0,5496	9,1622	9,7118	

Nhận xét: Từ bảng 6 Kết quả thực nghiệm xác định chỉ số xà phòng, ta được giá trị trung bình là 9,7225.

3.5. Kết quả xác định thành phần hóa học bằng GC/MS (MODEL GCMS QP2010 Ultra SHIMADZU – NHẬT)

Viện Hoá học các hợp chất thiên nhiên – Viện Hàn lâm khoa học và Công nghệ Việt Nam (18-Hoàng Quốc Việt – Quận Cầu Giấy – Hà Nội).

Bảng 7. Kết quả phân tích thành phần hóa học bằng GC/MS

TT	Time	RI	hit %	Tên hóa học	integral	%
1	10.11	931	98	Thujene < a- >	3661886	0.68
2	10.38	940	95	Pinene < a- >	10871685	2.03
3	11.24	968	57	Benzaldehyde	742557	0.14
4	11.78	985	93	Pinene < b- >	4914832	0.92
5	12.01	993	93	Myrcene	4420103	0.8
6	12.62	1011	80	Phellandrene < a- >	3993859	0.74
7	13.02	1023	93	Terpinene	689704	1.27
8	13.30	1031	100	Cymene < o- >	8601374	1.59
9	13.45	1036	93	Limonene	17853805	3.71
10	13.59	1040	76	Cineole 1,8	132743950	25.38
11	14.46	1065	94	Terpinene < g- >	29621983	5.46
12	15.52	1096	86	Terpinolene	31145305	5.75
13	15.84	1105	79	Linalool	17217043	3.18
14	18.42	1178	69	Terpineol < d- >	709646	0.13
15	18.79	1189	72	Terpinen – 4 – ol	4636777	0.86
16	19.27	1202	85	Terpineol < a- >	29726116	5.51
17	21.23	1259	63	Geraniol	864774	0.16
18	25.49	1386	35	Ylangene < a- >	3743900	0.69
19	25.65	1391	87	Copaene < a- >	1375671	0.25
20	27.18	1439	91	Caryophyllene < E- > (= caryophyllene < b- >)	26584608	4.98

TT	Time	RI	hit %	Tên hóa học	integral	%
21	27.42	1447	62	Elemene < g- >	738053	0.14
22	27.62	1453	73	Guaiene < a- >	1053854	0.20
23	27.78	1458	80	Guaia – 6,9 – diene	804168	0.15
24	27.98	1465	83	Muurola – 3,5 – dien < cis >	2043942	0.38
25	28.27	1474	99	Humulene < a- >	16972293	3.29
26	28.83	1492	95	Chamigrene < b- >	551318	0.48
27	28.97	1496	90	Amorphene < a- >	2457511	1.14
28	29.30	1507	30	Selinene < b- >	25567758	4.86
29	29.43	1511	86	Amorphene < g- >	1298406	0.34
30	29.55	1515	92	Selinene < a- >	17792422	3.47
31	29.79	1523	78	Amorphene < d- >	8541749	1.61
32	30.25	1539	70	Cadinene < d- >	590189	0.15
33	30.97	1563	89	Selina – 3,7 (11) – dien	3820851	0.70
34	31.47	1580	87	Germacrene B	1501892	0.30
35	32.28	1607	37	Caryophyllene oxide	1691797	0.31
36	32.57	1617	59	Guaiol (= Champacol)	23529598	4.45
37	33.62	1654	42	Eudesmol < g- >	14629425	2.72
38	33.87	1663	68	Hinesol	1549381	0.36
39	34.25	1677	62	Eudesmol < b- >	4039285	2.46
40	34.31	1679	80	Eudesmol < a- >	4048778	2.74
41	34.60	1689	49	Bulnesol	6238279	1.17
				Tổng số		95.66

Từ bảng kết quả ta thấy, trong tinh dầu trầm có 41 chất với hàm lượng khác nhau. Trong đó chất chiếm hàm lượng lớn trong tinh dầu là Cineole 1,8 (25.38%) và Terpinolene (5.75%). So sánh với hàm lượng tinh dầu trầm tại vùng Tân Đông, Mộc Hóa, Long An nghiên cứu hàm lượng Cineole 1,8 (20.18%) và Terpinolene (4.35%) ta thấy: Hàm lượng tinh dầu lá trầm ở Huế cao hơn hàm lượng tinh dầu ở Long An.

4. KẾT LUẬN

Từ các kết quả nghiên cứu trên đây có thể rút ra các kết luận sau

1/ Điều kiện tối ưu để tách chiết tinh dầu trầm bằng phương pháp chưng cất lôi cuốn hơi nước như sau: Tỷ lệ nước/nguyên liệu là 2/1 (v/v), ngâm ở nồng độ NaCl là 10% (w/v), và thời gian chưng cất là 120 phút. Hiệu suất tách chiết tương ứng là 0.619%

2/ Bằng phương pháp chưng cất lôi cuốn hơi nước đã thu được tinh dầu trầm. Có chỉ số hóa học của tinh dầu là . Chỉ số acid: $A_x = 0,5502$; chỉ số xà phòng hóa: $X_p = 9,7225$; chỉ số este: $E_s = 9,1723$

3/ Bằng phương pháp sắc ký khí ghép khối phổ (GC-MS) đã xác định được 41 chất với hàm lượng khác nhau. Trong đó chất chiếm hàm lượng lớn trong tinh dầu là Cineole 1,8 (25.38%) và Terpinolene (5.75%)

TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. https://vi.wikipedia.org/wiki/Chi_Tràm
2. <http://www.caycongrinh.com.vn/cay-congrinh/cay-tram>

(Xem tiếp Tr. 67)