DOI: 10.35382/18594816.1.40.2020.620

KHẢO SÁT THÀNH PHẦN HÓA HỌC TRONG LÁ VÀ TINH DẦU HOA NGỌC LAN TÂY (*Cananga odorata (Lam.)*) TẠI TỈNH BẾN TRE

Đoàn Nguyễn Minh Châu[1], Nguyễn Thành Tín[2]

STUDY OF THE CHEMICAL COMPOSITION IN LEAVES AND OIL OF Cananga odorata (Lam.) IN BEN TRE PROVINCE

Doan Nguyen Minh Chau[1], Nguyen Thanh Tin[2]

Tóm tắt – *Khảo sát thành phần hóa học trong lá và tinh dầu hoa ngọc lan tây (Cananga odorata (Lam.)) tại tỉnh Bến Tre được thực hiện với phương pháp chưng cất lôi cuốn hơi nước, ngâm chiết trong n-hexan và chiết Soxhlet lần lượt với các dung môi là n-hexan, dietyl ete. Kết quả đã xác định được điều kiện chưng cất và hàm lượng tinh dầu hoa ngọc lan tây theo trọng lượng tươi và thể tích nước là 1 : 3 (gam/ml) với thời gian chưng cất từ 3 đến 4 giờ. Hàm lượng tinh dầu hoa ngọc lan tây thu được theo trọng lượng khô là 1,10% – 1,26% và theo trọng lượng tươi là 0,56% – 0,65%. Kết quả nghiên cứu đã xác định được một số chỉ số vật lí và chỉ số hóa học của tinh dầu hoa ngọc lan: tinh dầu hoa ngọc lan tây ở Bến Tre có màu vàng, trong, có mùi thơm nồng và nhẹ hơn nước. Các chỉ số vật lí và hóa học của tinh dầu hoa ngọc lan tây tỉnh Bến Tre đo tại ba vùng đất khác nhau và thu hái trong cùng thời điểm cho thấy: tỉ trọng thay đổi từ 0,92 đến 0,95, chỉ số khúc xạ thay đổi từ 1,4952 – 1,4991, chỉ số axit thay đổi từ 0,13 – 0,38, chỉ số este thay đổi từ 37,55 – 38,11, chỉ số xà phòng hóa thay đổi từ 37,67 đến 38,49. Bằng phương pháp phân tích kết hợp sắc kí khí ghép khối phổ, nghiên cứu đã xác định được: thành phần hóa học chính của tinh dầu hoa ngọc lan tây ở ba vùng đều phù hợp với kết quả của các tác giả đã nghiên cứu về hoa ngọc lan tây ở Bắc Bộ và gồm các cấu tử sau: L-linalol, geraniol, geranyl axetat, benzyl benzoat, anđehit benzoic, etyl benzoat, D-germacren. Trong đó, thành phần chính của hoa ngọc lan tây trong dịch chiết n-hexan là: benzyl benzoat, D-germacren, L-linalol, β-caryophyllen; thành phần chính của hoa ngọc lan tây trong đietyl ete là: benzyl benzoat, geranyl axetat, anisyl axeton, D-germacren; thành phần chính của lá ngọc lan tây trong dịch chiết n-hexan gồm: L-linalol, trans-geraniol, geranyl axetat. Từ dịch chiết dung môi n-hexan của hoa ngọc lan tây, chúng tôi đã phân lập, tinh chế và xác định được cấu trúc của chất rắn kết*

[1]Khoa Khoa học Tự nhiên, Trường Đại học Cần Thơ
[2]Trường THPT Phan Văn Trị, huyện Giồng Trôm, tỉnh Bến Tre
Ngày nhận bài: 09/09/2020; Ngày nhận kết quả bình duyệt: 16/11/2020; Ngày chấp nhận đăng: 25/12/2020
Email: nguyenthanhtin2606@gmail.com
[1]College of Natural Sciences, Can Tho Univercity
[2]Phan Van Tri High School, Giong Trom Dictrict, Ben Tre Province
Received date: 09th September 2020; Revised date: 16th November 2020; Accepted date: 25th December 2020

tinh là benzyl benzoat.

Từ khóa: benzyl benzoat, chưng cất, n-hexan, ngọc lan tây.

Abstract – *Investigation of the chemical composition of Cananga odorata (Lam.) leaves and essential oil in Ben Tre Province was conducted with steam-enticing distillation method, extraction n-hexane and Soxhlet with the solvents of n-hexane, dietyl ether respectively. The results have determined the distillation conditions and the content of Cananga odorata (Lam.) essential oil by fresh weight and water volume is: 1: 3 (gram / ml) with distillation time: 3 to 4 hours. The content essential oil of Cananga odorata (Lam.) flower obtained in dry weight is 1.10% -1.26% and in fresh weight is 0.56% - 0.65%. The results of the study identified some physical and chemical indexes: the essential oil of Cananga odorata (Lam.) flower in Ben Tre is yellow, clear, has a stronger aroma and is lighter than water; Physical and chemical indices of the essential oil of Cananga odorata (Lam.) flower measured in three different lands of Ben Tre and collected during the same period showed: The density changed from 0.92 - 0.95; Refractive index varies from 1.4952 - 1.4991; The acid index varies from 0.13 to 0.38; The ester index ranged from 37.55 to 38.11; The saponification index ranged from 37.67 to 38.49. Mass Spectrometry-MS method has been identified that the main chemical composition the essential oil of Cananga odorata (Lam.) flower in three regions are consistent with the results of the authors who have studied the essential oil of Cananga odorata (Lam.) flower in the North and include the following components: L-linalol, geraniol, geranyl axetat, benzyl benzoat, anđehit benzoic, etyl benzoat, D-germacren,... In which, the main ingredents of Cananga odorata (Lam.) flower in n-hexane extract are: benzyl benzoate, D-germacren, L-linalol, β-caryophyllen; The main components when make in dietyl ether are: benzyl benzoate, geranyl acetate, anisyl acetone, D-germacren; The main ingredients of Cananga odorata (Lam.) leaf in n-hexane extract include: L-linalol, trans-geraniol, geranyl acetate,...From n-hexane solvent extract, we isolated, purified and determined the structure of the crystalline solid is benzyl benzoate.*

Keywords: benzyl benzoate, Cananga odorata (Lam.), distillation, n-hexane.

I. ĐẶT VẤN ĐỀ

Từ xa xưa, con người đã biết ứng dụng của các cây cỏ xung quanh để trị bệnh, làm mĩ phẩm, diệt, xua đuổi, dẫn dụ côn trùng. Cùng với sự phát triển của khoa học, lĩnh vực hóa học ngày càng góp phần không nhỏ vào cuộc sống, ban đầu là những phát hiện thú vị, rồi đến những ứng dụng dân gian, sau đó, con người đã biết điều chế và tổng hợp rất nhiều chất mang đến cho đời sống nhân loại. Tuy nhiên, việc tổng hợp các chất đôi khi có những tác dụng phụ không mong muốn. Cho nên, trong ngành hóa học, các hợp chất thiên nhiên không ngừng phát triển nhằm chiết xuất ra những chất từ thiên nhiên để phục vụ con người trong nhiều lĩnh vực: y học, dược phẩm, gia vị, mĩ phẩm, nông nghiệp an toàn hơn đối với con người và môi sinh.

Chính vì vậy, việc phát hiện, khai thác và phát triển các loài thực vật có giá trị là một trong những vấn đề góp phần xây

dựng nền kinh tế nước ta hiện nay. Vì thế, các loài cây được sử dụng làm thuốc cũng như các loài cây có chứa tinh dầu đều là nguồn tài nguyên quý giá đang được nghiên cứu. Tinh dầu một số cây thuộc loài *Cananga odorata* có mùi thơm quyến rũ, có nhiều ứng dụng trong y học, dược phẩm, hương liệu, mĩ phẩm và có giá trị kinh tế cao. Tuy nhiên, sự nghiên cứu về thành phần hóa học, công dụng của các cây thuộc loài *Cananga odorata* chưa đầy đủ và không đồng nhất ở một số tài liệu. Để góp phần vào việc nghiên cứu về thành phần hóa học của tinh dầu trong hoa và các bộ phận khác của các cây thuộc loài *Cananga odorata* có ở trong nước, chúng tôi chọn thực hiện đề tài "*Khảo sát thành phần hóa học trong lá và tinh dầu hoa ngọc lan tây (Cananga odorata (Lam.)) tại tỉnh Bến Tre*".

II. TỔNG QUAN NGHIÊN CỨU

Ngọc lan tây có tên khoa học là *Cananga odorata (Lam.)* Hook.f, Thomson. Ở Việt Nam, ngọc lan tây còn được gọi là *hoàng lan, Ylang – Ylang, Ylang công chúa*.

Mô tả thực vật: Ngọc lan tây là cây gỗ lớn, cao trên 10 m, vỏ xám tro, nhánh không lông. Cây phát triển tối đa khi được trồng tại nơi có nhiều nắng và ưa thích các loại đất chua. Lá mọc so le theo hai hàng, phiến lá bầu dục, không lông, gân bên 9 – 10 đôi, cuống 7 – 9 mm. Hoa mọc thành từng cụm trên những nhánh ngắn không lá; cuống dài, lá đài ba, nhỏ, hình tam giác, cánh hoa sáu, thon hẹp, có màu vàng lục, nhị nhiều, lá noãn 8 – 10. Quả nằm trên cuống tạo thành một dạng tán, có dạng quả mọng, màu lục, với 3 – 8 hạt dẹt, bóng [1]. Về phân bố: ngọc lan tây có nguồn gốc ở Madagascar và các rừng mưa; có mặt ở Ấn Độ, Myanma, Thái Lan, Việt Nam, Malaysia, Indonesia, Philippin, đảo Irian (Bắc Australia). Ở Việt Nam, cây được trồng trong các công viên và nhiều nơi khác [1].

Về sinh thái: Cây ưa đất tốt, ẩm. Nhân giống bằng hạt, sinh trưởng nhanh. Ra hoa hầu như quanh năm. Hoa thường nở nhiều vào mùa khô [1].

Ở Việt Nam, ngọc lan tây được trồng chủ yếu để lấy tinh dầu hoặc trồng làm cảnh. Ngọc lan tây bắt đầu ra hoa từ 02 năm tuổi. Khi đó, cây cao khoảng 2 m. Nhưng nếu trồng trên các khu vực đồi núi có độ cao khoảng 500 m so với mực nước biển thì phải sau 07 năm tuổi cây mới bắt đầu ra hoa. Cây ra hoa vào tháng 5 – 7, có quả tháng 8 – 10. Ở điều kiện khí hậu nhiệt đới, cây có thể ra hoa, kết quả hầu như quanh năm [2]. Ngọc lan tây đến 4 – 5 năm tuổi ra hoa rất nhiều và khai thác đến 50 năm. Mỗi cây cho khoảng 20 kg hoa /năm.

Hàm lượng tinh dầu trong hoa có từ 1 – 2%. Theo Lã Đình Mỡi và cộng sự [3], tinh dầu chứa trong hoa (1,6 – 1,7% hoa tươi), trong lá (0,10 – 0,14% ở lá tươi) và một lượng rất nhỏ trong quả. Bằng phương pháp GC/MS, chúng ta xác định được thành phần hoá học chủ yếu của tinh dầu ở hoa gồm: linalol (20,0 – 30,0%), benzyl benzoat (3,5 – 18,5%), germacren (3,5 – 18,5%), benzyl acetate (5,0 – 13,5%), cis-caryophyllen (1,5 – 13,5%) và α-farnesene (1,0 – 11,0%). Tinh dầu trong quả lại chứa chủ yếu là carbinen (34,3%), mycren (24,7%) và α-pinen (11,1%) [1] - [3].

III. VẬT LIỆU VÀ PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

A. Vật liệu và hóa chất nghiên cứu

- Mẫu vật: lá và hoa ngọc lan tây.
- Hóa chất: n-hexan, metanol, cloroform, dietyl ete, benzen, axeton.

B. Phương pháp nghiên cứu

1) Lấy mẫu và xử lí mẫu

Mẫu được lấy tại ba huyện: Giồng Trôm (MT-01), Chợ Lách (MT-02) và Mỏ Cày (MT-03) của tỉnh Bến Tre. Mẫu được lấy trên những cây ngọc lan tây có độ tuổi 05 năm và vào cùng một thời điểm. Mẫu sau khi rửa sạch, để ráo nước. Phần hoa được tiến hành theo hai hướng, phần 1: tiến hành chưng cất lôi cuốn hơi nước; phần 2: được sấy khô, sau đó ngâm chiết hoa và chiết soxhlet bằng dung môi hữu cơ. Phần lá đem sấy trong tủ sấy ở nhiệt độ 45°C, sau đó, nghiền nhỏ để chiết soxhlet bằng dung môi metanol thu lấy dịch cô tổng, hòa tan dịch cô vào nước sau đó chiết bằng dung môi n-hexan.

2) Xác định độ ẩm

Cân từ 1 g đến 4 g lá hoặc hoa cho vào đĩa thủy tinh, đem sấy ở nhiệt độ 103°C – 105°C trong thời gian 04 giờ, cân đĩa sau khi sấy và ghi lại kết quả. Tiếp tục sấy trong khoảng nửa giờ và cân đến khi khối lượng không đổi. Thực hiện hai lần. Độ ẩm được xác định theo công thức: $\%m = \frac{m_1 - m_2}{m_1} 100\%$

Trong đó:

m_1: khối lượng lá hoặc hoa trước khi sấy (g).

m_2: khối lượng lá hoặc hoa sau khi sấy (g).

3) Chưng cất và thu tinh dầu

Tinh dầu được thu bằng phương pháp chưng cất lôi cuốn hơi nước. Mỗi lần lấy 100 g hoa tươi, cắt nhỏ cho vào bình cầu đáy tròn, dung tích 500 ml, thêm nước cất đến khoảng 2/3 bình rồi lắp ống sinh hàn và bình hứng có thiết bị hồi lưu hơi nước. Đun trên bếp điện từ 3 đến 4 giờ. Thu phần tinh dầu không tan trong nước và nhẹ hơn nước có màu vàng sáng. Tinh dầu thu được tiến hành làm khô bằng Na_2SO_4 khan và giữ ở nhiệt độ 4 – 5°C [4].

4) Xác định hàm lượng tinh dầu thu được

Cân đúng 100 g nguyên liệu, cắt nhỏ cho vào bình cầu đáy tròn, dung tích 500 ml, thêm nước cất đến khoảng 2/3 bình rồi lắp ống sinh hàn và bình hứng có thiết bị hồi lưu hơi nước. Đun trên bếp điện từ 3 đến 4 giờ đến khi mức tinh dầu không còn tăng lên nữa. Để nguội, đọc thể tích tinh dầu ở trong bình hứng, tính tỉ lệ phần trăm. Tiến hành sấy khô kiệt nguyên liệu để tính độ ẩm, sau đó tính tỉ lệ phần trăm đối với nguyên liệu khô [4].

5) Xác định các chỉ số vật lí, chỉ số hóa học của tinh dầu

- Khối lượng được xác định trên cân phân tích BP 221 hiệu Satorius.
- Chỉ số khúc xạ được đo bằng máy đo khúc xạ kế hiệu Abbe (Nhật Bản), bước sóng từ 450 đến 1500 nm.
- Đo tỉ trọng bằng bình tỉ trọng có thể tích là 2 ml.
- Dùng phương pháp chuẩn độ để xác định chỉ số axit, chỉ số este, chỉ số xà phòng hóa [4].

6) Ngâm chiết hoa bằng dung môi hữu cơ

Lấy 450,3 g hoa tươi đã nở có màu vàng đem rửa sạch, làm khô, sau đó, nghiền nhỏ và tiến hành ngâm trong dung môi n-hexan trong 07 ngày, sau đó thu lấy dịch chiết.

Tổng lượng dung môi đã dùng 1500 ml. Tổng dịch chiết thu được 1430 ml có màu vàng nhạt, mùi thơm nhẹ. Tiến hành cô đuổi dung môi thu được dịch cô có khối lượng 8,65 g, màu vàng đậm, mùi thơm nhẹ [4].

7) Li trích bằng Soxhlet

Chiết Soxhlet hoa ngọc lan tây bằng dung môi hữu cơ

Hoa đem rửa sạch làm khô trong bóng mát (tổng khối lượng hoa tươi 1195,5 g), sau đó, tiến hành chiết Soxhlet bằng dung môi metanol ở nhiệt độ 80°C cho đến khi dung môi trong bình hứng không còn màu. Tổng lượng dung môi đã dùng 800 ml metanol, tổng dịch chiết 740 ml có màu xanh, mùi thơm nhẹ. Cô loại bỏ dung môi bằng máy cất quay thu được dịch cô có thể tích 30 ml có màu xanh đen, mùi thơm nhẹ. Dịch cô được hòa tan vào nước (100 ml) và chiết lần lượt với dung môi n-hexan (400 ml), cloroform (345 ml) và dietyl ete (300 ml). Loại bỏ các dung môi bằng máy cất quay thu được các dịch cô n-hexan (màu xanh ngả vàng có khối lượng 18,04 g), dịch cô clorofrom (màu đen có khối lượng 3,09 g), dịch cô dietyl ete (màu vàng nhạt có khối lượng 1,28 g).

Chiết Soxhlet lá cây ngọc lan tây bằng dung môi hữu cơ

Lấy 320 g lá già cây ngọc lan tây được sấy khô và nghiền nhỏ, tiến hành chiết Soxhlet bằng metanol ở nhiệt độ 80°C cho đến khi dung môi trong bình hứng không còn màu. Tổng lượng dung môi đã dùng 500 ml metanol, tổng dịch chiết 470 ml, có màu xanh. Dịch chiết được cô đuổi hết dung môi bằng máy cất quay thu được dịch cô có tổng khối lượng 4,25 g có màu xanh đen, dạng sệt. Dịch cô tổng được hòa tan vào nước (100 ml), sau đó chiết bằng dung môi n-hexan (230 ml). Loại bỏ dung môi bằng máy cất quay thu được dịch cô có khối lượng 2,16 g, có màu vàng nhạt.

8) Xác định thành phần hóa học

Các cấu tử của tinh dầu, dịch chiết trong n-hexan và dietyl ete được xác định thành phần phần trăm và nhận diện bằng phương pháp GC/MS. Phổ được ghi trên máy GC/MS Engin 5989B MS lắp đặt tại Viện Hóa học – Viện Khoa học và Công nghệ Việt Nam. Trong đó, hệ GC có model 5898 series II (cột tách mau quản HP-5MS có kích thước: 30 m x 0,25 mm x 0,25 μm, khí mang heli, tốc độ dòng: 1 mm/phút, dung môi n-hexan) ghép máy MS-MD kèm ngân hàng dữ liệu WILEY275.L theo chương trình nhiệt độ: từ 45°C với 8°C/phút đến 200°C, từ 200°C với 15°C/phút đến 310°C, injector: 250°C, detector: 280°C.

9) Phân lập và tinh chế chất rắn

Dịch chiết hoa trong dung môi n-hexan được hòa tan vào hỗn hợp dung môi metanol : benzen : axeton thu được chất rắn màu trắng. Tiến hành lọc lấy chất rắn, rửa trong dung môi n-hexan. Cho chất rắn vào bình cầu 5 ml, cho từ từ dung môi vào bình, đun cách thủy đến sôi đồng thời lắc bình để hòa tan chất rắn. Khi dung dịch đã trong suốt lấy bình ra để nguội, sau đó cho vào tủ lạnh ở nhiệt độ 3 – 5°C và để yên trong 05 ngày, chúng ta thu được chất rắn kết tinh màu trắng (MT-08) có khối lượng 1,1023 g [4].

10) Xác định cấu trúc

Mẫu chất rắn kết tinh (MT-08) được đo phổ GC/MS và MS. Phổ được ghi trên máy GC/MS lắp đặt tại Trung tâm Khuyến nông An Giang. Trong đó, hệ GC dùng khí mang heli, tốc độ dòng: 1,2 mm/phút, dung môi n-hexan theo chương trình nhiệt độ: từ 60°C với 8°C/phút đến 180°C, từ 180°C với 15°C/phút đến 325°C, injector:

280°C, detector: 310°C.

IV. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

A. Kết quả về độ ẩm, hàm lượng, các chỉ số của tinh dầu hoa ngọc lan tây

Kết quả nghiên cứu cho thấy, độ ẩm của hoa ngọc lan tây trung bình 51,1% và ở lá trung bình là 33,61% (Bảng 1). Mẫu hoa tươi: 100,20 g. Tỉ lệ hoa tươi : thể tích nước là 1 : 3. Thời gian chưng cất là 4 giờ. Hàm lượng tinh dầu hoa ngọc lan tây ở ba vùng được trình bày ở Bảng 2.

Tinh dầu thu bằng phương pháp chưng cất lôi cuốn hơi nước có hồi lưu rất ổn định. Sau 30 phút chưng cất, tinh dầu bắt đầu thu được và sau khoảng 180 phút chưng cất, lượng tinh dầu thu được hầu như không thay đổi.

Từ Bảng 2 cho thấy, hàm lượng tinh dầu hoa ngọc lan tây ở ba vùng biến thiên từ 0,56% đến 0,65%. Hoa ngọc lan tây thu được ở huyện Giồng Trôm có hàm lượng tinh dầu cao nhất. Như vậy, hàm lượng tinh dầu hoa ngọc lan tây trồng ở Nam Bộ cao hơn ở Bắc Bộ [1], [3] và [5]. Kết quả đo các chỉ số vật lí và chỉ số hóa học của tinh dầu hoa ngọc lan tây được trình bày trong Bảng 3.

Từ kết quả phân tích trên cho thấy:

- Tỉ trọng tinh dầu hoa ngọc lan tây nhỏ hơn tỉ trọng của nước.
- Chỉ số khúc xạ của tinh dầu nằm trong khoảng 1,4952 – 1,4991. Điều này chứng tỏ tinh dầu hoa ngọc lan tây có khả năng chứa những hợp chất có nhóm chức este hoặc nhân thơm.
- Hàm lượng axit tự do có trong tinh dầu hoa ngọc lan tây từ 0,13 đến 0,38 ở ba mẫu phân tích.
- Chỉ số este lần lượt ở ba mẫu MT-03 là 37, 55; MT-01 là 37, 96 và mẫu MT-02 là 38,11. Kết quả này là số liệu làm cơ sở để tiếp tục xác định thành phần hóa học có trong hoa ngọc lan tây của 03 mẫu.

Bảng 1: Độ ẩm của lá và hoa cây ngọc lan tây

Mẫu	Hoa (%)	Lá (%)
MT1	51,4a	33,65b
MT2	51,04b	33,76a
MT3	50,85c	33,43c
Trung bình	**51,1**	**33,61**
CV (%)	**0,0055**	**0,0051**

Bảng 2: Hàm lượng tinh dầu hoa ngọc lan tây thu được ở ba vùng

	MT-01	MT-02	MT-03
Thể tích tinh dầu (ml)	0,65	0,62	0,56
Mẫu tươi (%)	0,65	0,62	‘0,56
Mẫu khô (%)	1,26	1,21	1,10

B. Thành phần hóa học tinh dầu hoa ngọc lan tây

Các cấu tử có hàm lượng cao (trên 3%) trong tinh dầu hoa ngọc lan tây ở ba vùng được trình bày tóm tắt trong Bảng 4.

Từ Bảng 4, ta thấy tinh dầu hoa ngọc lan tây thu được ở ba vùng đều có thành phần chính giống nhau gồm: geranyl axetat, L-linalol, benzyl benzoat, geraniol, các thành

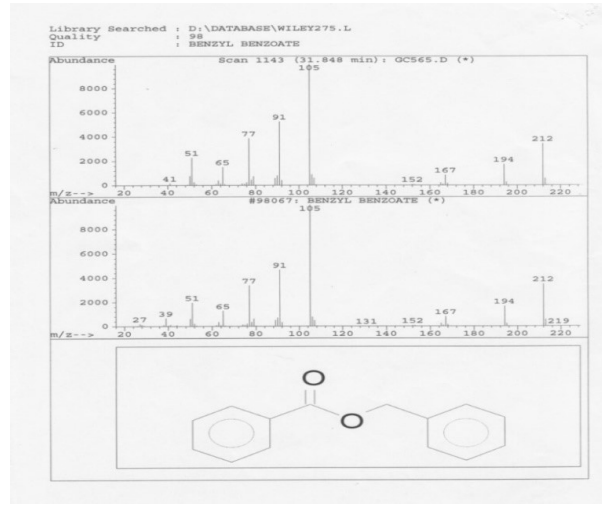
Bảng 3: Các chỉ số vật lí và hóa học của tinh dầu hoa ngọc lan tây

Đặc điểm và chỉ số	Tinh dầu hoa ngọc lan tây		
	MT-01	MT-02	MT-03
Màu sắc	trong, màu vàng đậm, nhẹ hơn nước	trong, màu vàng đậm, nhẹ hơn nước	trong, màu vàng nhạt, nhẹ hơn nước
Mùi	Thơm nồng	Thơm nồng	Thơm nhẹ
Tỉ trọng	0,92	0,93	0,95
Chỉ số khúc xạ	1,4962	1,4991	1,4952
Chỉ số axit	0,29	0,38	0,13
Chỉ số este	37,96	38,11	37,55
Chỉ số xà phòng hóa	38,25	38,49	37,67

Bảng 4: Thành phần chính trong tinh dầu hoa ngọc lan tây ba vùng

STT	Hợp chất	Hàm lượng (%)		
		MT-01	MT-02	MT-03
1.	L-linalol	10,97	**14,83**	11,96
2.	geraniol	8,15	**10,38**	6,27
3.	geranyl axetat	11,73	**12,81**	8,65
4.	benzyl benzoat	10,52	15,91	**19,74**
5.	andehit benzoic	**8,72**	2,49	1,81
6.	1-metoxy-4-metylbenzen	**8,00**	2,16	-
7.	etyl benzoat	**5,00**	1,12	1,49
8.	cinnamyl axetat	**5,22**	1,09	-
9.	D-germacren	4,58	4,19	**5,51**
10.	fanesol	3,56	0,08	**5,35**
11.	α-farnesen	-	**4,24**	-
12.	β-caryophyllen	2,30	2,32	**3,02**
13.	metyl isoeugeol	1,15	-	**5,61**

phần monotecpenoit khác, sesquitecpen, este có khác nhau. Đặc biệt, hàm lượng các cấu tử có giá trị trong kĩ nghệ hương liệu như geranyl axetat, geraniol, L-linalol, trong tinh dầu hoa ngọc lan tây ở vùng Chợ Lách có hàm lượng tương đối cao hơn hai vùng còn lại. Điều này cho thấy rằng cây ngọc lan tây được trồng trên những vùng khác nhau có thành phần, hàm lượng các cấu tử cũng khác nhau. Mẫu tinh dầu hoa ngọc lan tây ở vùng Mỏ Cày có hàm lượng benzyl benzoat cao nhất (19,74%) trong ba vùng.

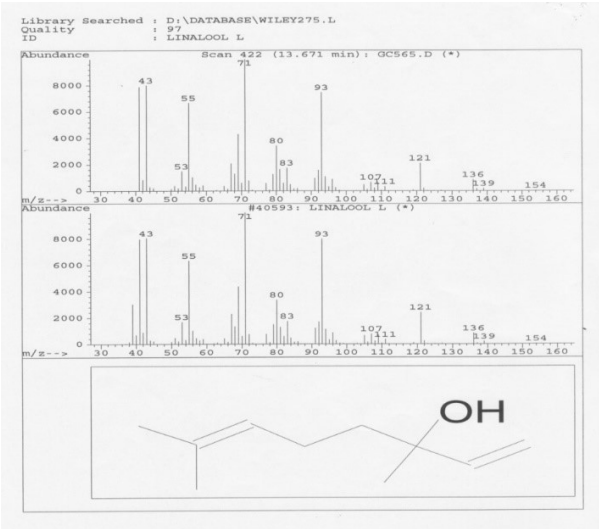


Hình 1: Phổ khối lượng Benzyl benzoat

C. Thành phần hóa học của hoa trong dịch chiết n-hexan thu được bằng phương pháp ngâm chiết và chiết Soxhlet

Các cấu tử có hàm lượng cao (trên 3%) trong dịch chiết hoa ngọc lan tây được trình bày trong Bảng 5.

Bảng 5 cho thấy tuy thành phần các cấu tử trong dịch chiết hoa ngọc lan tây

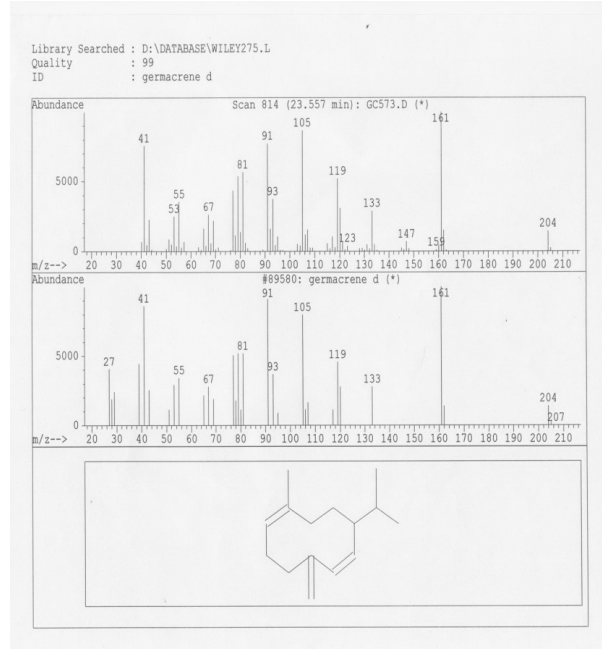


Hình 2: Phổ khối lượng L-linalol

Bảng 5: Thành phần chính của hoa ngọc lan tây trong n-hexan thu được bằng phương pháp ngâm chiết và phương pháp chiết Soxhlet

STT	Hợp chất	Hàm lượng (%)	
		MT-04	MT-04B
1	benzyl benzoat	**49,15**	26,18
2	D-germacren	**11,41**	6,94
3	L-linalol	**7,94**	3,69
4	farnesen	-	**7,49**
5	geranyl axetat	-	**20,89**
6	β-caryophyllen	3,07	**3,40**
7	trans-geraniol	3,44	**4,53**
8	3,7,11-trimetyldodeca-2,6,10-trien-1-ol	**6,69**	1,36

thu được bằng hai phương pháp tương đối giống nhau nhưng hàm lượng của các cấu tử thu được thì khác nhau. Nếu thực hiện bằng phương pháp ngâm chiết, hàm lượng của benzyl benzoat (49,15%), D-germacren (11,41%) cao hơn phương pháp chiết Soxhlet. Trong khi đó, nếu thực hiện bằng phương pháp chiết Soxhlet thì chúng ta thu được thêm một số cấu tử mà phương pháp ngâm chiết không thể thực hiện được, trong đó, có cấu tử geranyl axetat chiếm hàm lượng tương đối cao (20,89%), kết quả này phù hợp với nghiên cứu của Phạm Văn Ngọt và cộng sự [8].



Hình 3: Phổ khối lượng D-Germacren

D. Thành phần dịch chiết lá trong n-hexan

Thành phần hóa học lá ngọc lan tây trong dịch chiết n-hexan (MT-05) được xác định bằng phương pháp GC/MS. Thành phần hóa học lá ngọc lan tây trong dịch chiết n-hexan chứa 32 cấu tử, trong đó có 15 cấu tử đã được định danh như Bảng 6.

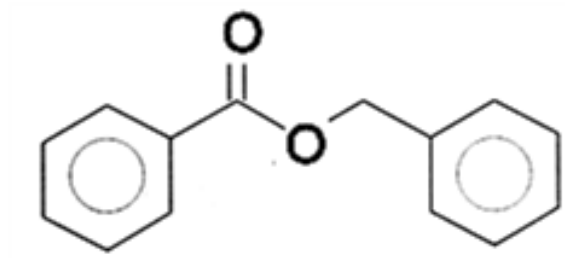
Bảng 6 cho thấy, thành phần chính trong lá ngọc lan tây là L-linalol (19,06%), trans-geraniol (13,03%), geranyl axetat (10,72%). Các cấu tử còn lại chiếm hàm lượng thấp (dưới 5%).

Bảng 6: Thành phần hóa học trong lá ngọc lan tây

STT	RT (phút)	(%)	Hợp chất
1	7,54	0,95	andehit benzoic
2	**10,58**	**19,06**	**L-linalol**
3	11,86	2,28	phenyl metylat
4	11,98	0,97	etyl benzoat
5	**13,84**	**13,03**	**trans-geraniol**
6	14,26	3,20	trans-anetol
7	**15,89**	**10,72**	**geranyl axetat**
8	16,79	4,88	β-caryophyllen
9	17,13	1,48	3-phenylprop-2-en axetat
10	17,33	2,16	α-humulen
11	17,77	3,41	D-germacren
12	18,39	1,78	δ-cadinen
13	19,51	4,53	(-)-caryophyllen oxit
14	21,47	4,05	farnesol
15	23,25	2,55	farnesyl axetat
Chưa định danh		**24,95**	

Bảng 7: Số khối (m/z) một số mảnh chính trong phổ MS của mẫu MT-08

m/z	Mảnh ion
167	$C_6H_5\overset{+}{C}HC_6H_5$
105	$C_6H_5C\equiv\overset{+}{O}$
91	$C_6H_5\overset{+}{C}H_2$
77	$C_6H_5^+$
65	$C_5H_5^+$
51	$C_4H_4^+$



Hình 4: Chất rắn trong mẫu MT-08 là benzyl benzoat, có công thức cấu tạo

E. Phân lập và xác định cấu trúc chất rắn kết tinh

Mẫu chất rắn kết tinh (MT-08) được hòa tan vào dung môi n-hexan và phân tích trên máy GC/MS chỉ thu được một cấu tử duy nhất. Tiến hành đo phổ MS của mẫu MT-08, chúng tôi xác định được M = 212; các mảnh chính m/z = 167, 105, 91, 77, 65 và 51. So sánh với thư viện phổ WILEY275 và NIST147 (Hình 5) cho biết, mẫu MT-08 có các mảnh chính trùng với phổ chuẩn của benzyl benzoa, kết quả phù hợp với mô tả của các nghiên cứu [1], [2], [5] và [7].

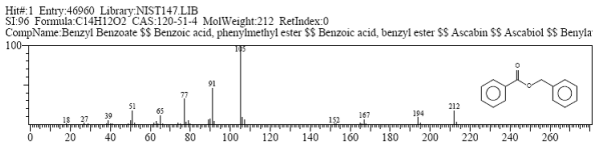
V. KẾT LUẬN VÀ ĐỀ NGHỊ

A. Kết luận

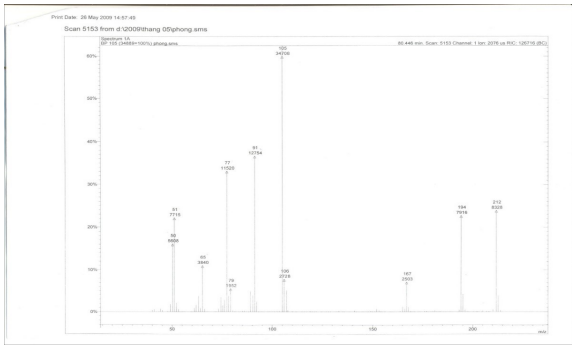
Qua quá trình nghiên cứu, chúng tôi đã đạt được một số kết quả sau:

Xác định được điều kiện chưng cất và hàm lượng tinh dầu hoa ngọc lan tây theo trọng lượng tươi và khô: tỉ lệ hoa tươi (gam)/thể tích nước (ml) để chưng cất là 1 : 3 với thời gian chưng cất từ 3,5 đến 4 giờ. Hàm lượng tinh dầu hoa ngọc lan tây thu được theo trọng lượng khô là 1,10% – 1, 2 6% và theo trọng lượng tươi là 0,56% – 0,65%.

Xác định được một số chỉ số vật lí và chỉ số hóa học của tinh dầu hoa ngọc lan tây: tinh dầu hoa ngọc lan tây ở tỉnh Bến Tre



Hình 5: Phổ MS của benzyl benzoat trong thư viện NIST147



Hình 6: Phổ MS của chất rắn kết tinh (MT-08)

có màu vàng, trong, mùi thơm nồng và nhẹ hơn nước. Các chỉ số vật lí và hóa học của tinh dầu hoa ngọc lan tây ở tỉnh Bến Tre đo tại ba vùng đất khác nhau và thu hái trong cùng thời kì cho thấy, tỉ trọng thay đổi từ 0,92 đến 0,95, chỉ số khúc xạ thay đổi từ 1,4952 – 1,4991, chỉ số axit thay đổi từ 0,13 đến 0,38, chỉ số este thay đổi từ 37,55 đến 38,11, chỉ số xà phòng hóa thay đổi từ 37,67 đến 38,49. Bằng phương pháp phân tích kết hợp sắc kí khí ghép khối phổ đã xác định được: thành phần hóa học chính của tinh dầu hoa ngọc lan tây ở ba vùng, đều phù hợp với kết quả của các tác giả đã nghiên cứu về hoa ngọc lan tây ở Bắc Bộ và gồm các cấu tử sau: L-linalol, geraniol, geranyl axetat, benzyl benzoat, anđehit benzoic, etyl benzoat, D-germacren. Thành phần chính của hoa ngọc lan tây trong dịch chiết n-hexan là: benzyl benzoat, D-germacren, L-linalol, β-caryophyllen, trong dịch chiết đietyl ete là: benzyl benzoat, geranyl axetat, anisyl axeton, D-germacren. Thành phần chính của lá ngọc lan tây trong dịch chiết n-hexan gồm: L-linalol, trans-geraniol, geranyl axetat. Từ dịch chiết trong dung môi n-hexan của hoa ngọc lan tây đã phân lập, tinh chế và xác định được cấu trúc của chất rắn kết tinh là benzyl benzoat.

B. Đề nghị

Tiếp tục nghiên cứu dịch chiết hoa ngọc lan tây bằng nhiều dung môi hữu cơ khác, khảo sát nhiều phương pháp li trích nhằm tìm dung môi và điều kiện li trích tối ưu.

Nghiên cứu hoạt tính sinh học của tinh dầu hoa ngọc lan tây và bào chế thuốc từ thành phần của cây ngọc lan tây.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

[1] Worwood, Valerie Ann. *The Complete Book of Essential Oils & Aromatherapy*. Macmillan London Limited; 1991.

[2] Hookf, Thom. Bibliography on canaga odorata (lam). *Medicinal and aromatic plant abstracts*. 1989; 11(1):220–223.

[3] Lã Đình Mỡi, Dương Đức Huyến. Cây hoàng lan (*Cananga odorata (Lamk.))* Hook.f, Thomson. *Tài nguyên thực vật Đông Nam Á*. Hà Nội: Nhà Xuất bản Nông nghiệp. 2002: 3–9.

[4] Lê Thị Anh Đào, Đặng Văn Liếu. *Thực hành hóa học hữu cơ*. Hà Nội: Nhà Xuất bản Đại học Sư phạm; 2005.

[5] Phan Minh Giang, Nguyễn Diệu Hương, Phan Tống Sơn. Góp phần nghiên cứu thành phần hoá học tinh dầu hoa hoàng lan (Cananga odorata (Lamb.) Hook f. et Thomas, Annonaceae) của Vietnamese. *Tạp chí Dược học*. 2001; 41(7):9–11.

[6] Đỗ Đình Rãng, Đoàn Thanh Trường, Trịnh Khắc Sáu, Nghiêm Xuân Trường. Góp phần nghiên cứu nghiên cứu thành phần hóa học hoa hoàng lan ở Cầu Giấy – Hà Nội. *Tạp chí Hóa học và Công nghệ Hóa chất*. 2001; 2(67):29–32.

[7] Oyen L.P.A, N.X. Dung. *Plant Resources of South-East Asia No. 19, Essential Oil Plants*. Backhuys Publishers, Leiden, Netherlands; 1999.

[8] Phạm Văn Ngọt, Nguyễn Thị Ánh Tuyết, Trần Thụy Kim Hà. Nghiên cứu hàm lượng và thành phần hóa học của tinh dầu hoàng lan (*Cananga odorata (Lamk.)* Hook.f, Thomson) trồng ở huyện Giồng Trôm, tỉnh Bến Tre. *Tạp chí Khoa học: Khoa học tự nhiên, Trường Đại học Sư phạm Thành phố Hồ Chí Minh*. 2009; 16:95–102.