



XÁC ĐỊNH THÀNH PHẦN HÓA HỌC TINH DẦU VỎ QUẢ CHANH Ở ĐỒNG THÁP

Lê Thị Thanh Xuân¹, Nguyễn Minh Thảo¹

¹Trường Đại học Đồng Tháp

Thông tin chung:

Ngày nhận bài: 15/01/15

Ngày nhận kết quả bình duyệt:
02/02/15

Ngày chấp nhận đăng: 08/15

Title:

Identify chemical components of lemon essential oil in Dong Thap province

Từ khóa:

Quả chanh; Phương pháp chiết; Tinh dầu; Thành phần hóa học

Keywords:

Lemons; extracting methods; essential oil; chemical components

ABSTRACT

Lemon peel essential oil is extracted by distilling and entraining steam; then, essential oil obtained by distillation is removed water and impurities, is identified some indices of physicochemical and the chemical components in lemons essential oil by using GC/MS method. Some compounds in chloroform extract, ethanol liquid of lemon peel were qualitative with the reagent and citroflavonoid cup full methods.

TÓM TẮT

Chiết tinh dầu vỏ quả chanh bằng phương pháp chưng cất lôi cuốn hơi nước, tinh dầu thu được sau khi chưng cất được xử lý loại bỏ nước và tạp chất, sau đó tiến hành xác định một số chỉ số hóa lý và khảo sát thành phần hóa học các hợp chất có trong tinh dầu bằng phương pháp GC/MS. Định tính một số hợp chất trong dịch chiết chloroform, ethanol của vỏ quả chanh bằng các thuốc thử và bước đầu tách citroflavonoid toàn phần.

1. MỞ ĐẦU

Chanh (*Citrus Limonia Osbeck*) thuộc họ Cam quýt (*Rutaceae*) (Đỗ Tất Lợi, 2006), là cây ăn quả được trồng phổ biến ở Việt Nam nhất là ở vùng đồng bằng và miền Trung. Cây nhỏ, thân cành có gai, lá mọc so le, mép khía răng cưa, có mùi thơm đặc biệt. Hoa nhỏ có màu trắng, mọc đơn độc ở kẽ lá. Quả hình cầu hơi dẹt, nhiều hạt, vỏ mỏng nhẵn hay sần sùi, mùi thơm khi chín có màu vàng rực rất đẹp nhưng thường sử dụng khi còn xanh (Rashmi, Shanta, & Kanika, 2011). Quả chanh có vị chua, tính mát có tác dụng thanh nhiệt, lợi tiểu, giải độc nên chanh được dùng làm gia vị như nước giải khác rất được ưa chuộng. Uống nước chanh được xem là một liệu pháp bổ sung giúp giải độc, cải thiện thành mạch và hạ huyết áp. Theo đông y, lá, rễ và vỏ quả chanh có vị the, đắng, mùi thơm, tính ấm có tác dụng tán phong, giải nhiệt, hoạt huyết, thông kinh lạc, tiêu đờm, giảm ho, sơ tiết can khí. Ngoài ra còn rất tốt cho da và tóc, vỏ quả chanh có chứa tinh dầu và các

enzim có thể giúp cuộc sống chúng ta lành mạnh hơn. Vỏ quả chanh còn chứa lượng polimethoxylated flavones (PMF) nhiều gấp 20 lần so với các loại rau quả thông thường. Polimethoxylated flavones là chất chống oxy hóa thuộc nhóm flavonoid (Dilexa, Roimar, Jorge, Lianne, Miguel, & Alfredo, 2003).

2. THỰC NGHIỆM

2.1. Quy trình ly trích tinh dầu vỏ quả chanh

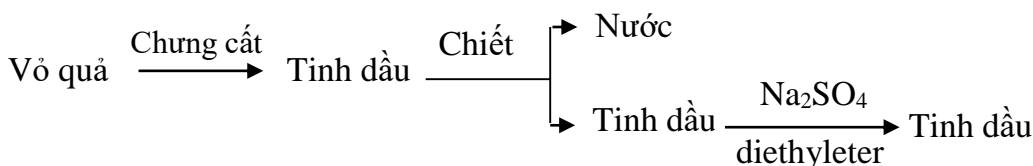
Thuyết minh qui trình

Quả chanh được thu hái trên địa bàn tỉnh Đồng Tháp. Chọn những quả tươi vừa chín tới, vỏ nhẵn, rửa để ráo nước, bỏ cuống, bóc ruột, lấy phần vỏ và xay nhuyễn (Phạm Thị Minh Chung, Phạm Duy Toàn, Nguyễn Thị Thảo, & Trần Lê Ngọc, 2009). Nguyên liệu sau khi xử lý sơ bộ cho vào bộ chưng cất lôi cuốn hơi nước. Tinh dầu sau khi chưng cất tiến hành làm khan bằng Na_2SO_4 . Thu

được tinh dầu sản phẩm, tinh dầu sản phẩm được lắc với diethylene, sau đó đuổi dung môi thu được

tinh dầu có màu vàng nhạt, có huỳnh quang xanh, mùi thơm dễ chịu và nhẹ hơn nước.

Sơ đồ ly trích tinh dầu chanh



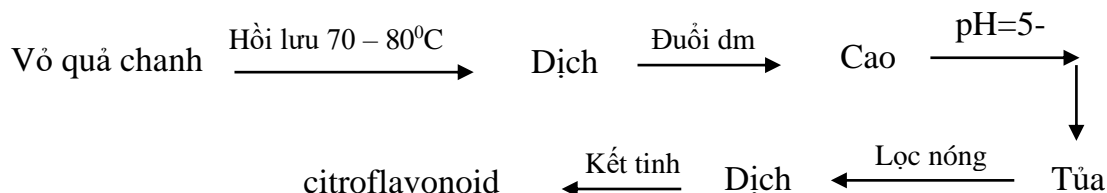
2.2. Quy trình tách Hesperidin từ vỏ quả chanh

Dịch chiết thu được đem cô quay thu hồi dung môi được cao ethanol, cao ethanol sau khi cô quay tiến hành acid hóa điều chỉnh pH=5-6 sẽ thu được tủa hoạt chất thô có màu vàng. Tủa tan trong cồn 70° sau đó lọc nóng để loại bỏ bã và tạp chất, thu được dịch lọc, dịch lọc đem kết tinh 24 giờ thu citroflavonoid toàn phần.

2.2.1. Chiết citroflavonoid toàn phần bằng ethanol

Thuyết minh qui trình

Vỏ quả chanh sau khi xử lý sơ bộ chúng tôi chiết nóng với cồn ở nhiệt độ 70 – 80°C trong 2 giờ.



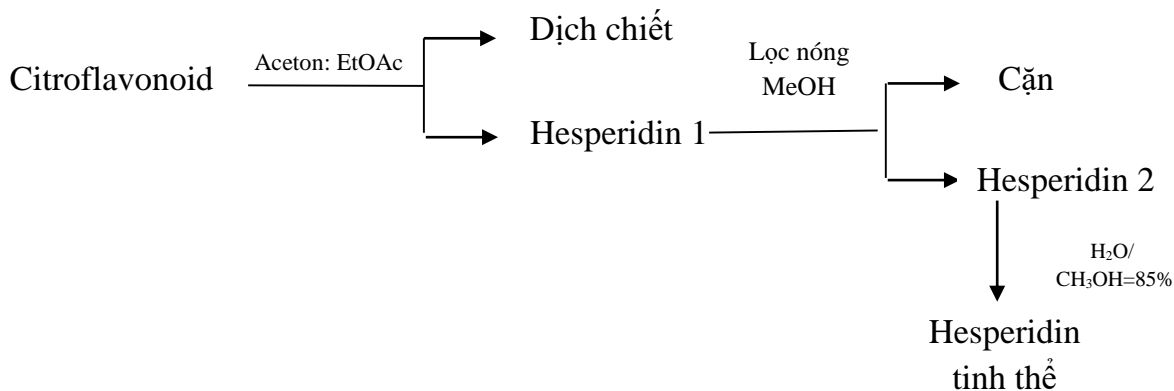
2.2.2. Tách và tinh chế hesperidin ra khỏi citroflavonoid toàn phần

lỏng, lần lượt bằng aceton:ethylacetat (3:1), với tỉ lệ rắn / lỏng là 1/5 trong 0,5 giờ.

Thuyết minh qui trình

- Citroflavonoid toàn phần được chiết ra từ vỏ quả chanh. Sau đó chúng tôi tiến hành tách hesperidin ra khỏi hỗn hợp citroflavonoid toàn phần. Thực hiện theo phương pháp chiết rắn –

- Tinh chế sản phẩm: hòa tan hesperidin thô với methanol ở nhiệt độ sôi theo tỉ lệ hesperidin/methanol là 1/200. Lọc dung dịch thu được qua giấy lọc để loại bỏ tạp chất không tan. Trung hòa nồng độ dung môi về 85% bằng nước, hesperidin kết tinh ở nhiệt độ phòng, rửa nhiều lần thu được hesperidin tinh thể.



3. KẾT QUẢ

3.1. Một số chỉ số hóa lý trong tinh dầu

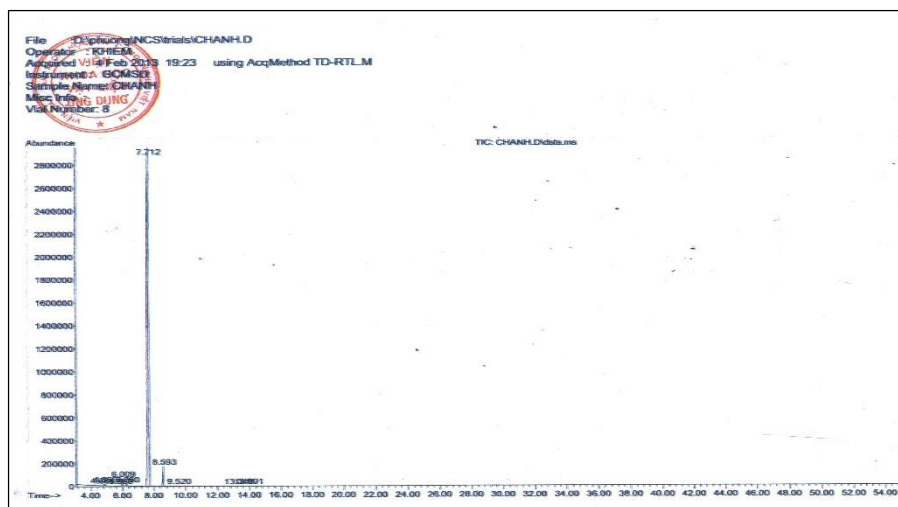
Bảng 1. Chỉ số hóa lý của tinh dầu

Mẫu	Tỉ trọng	Chỉ số axit	Chỉ số este hóa
Tinh dầu	0,8589 g/ml	0,6340	7,0586

Tinh dầu vỏ quả chanh có màu vàng nhạt, có huỳnh quang, mùi thơm dễ chịu và nhẹ hơn nước.

3.2. Thành phần hóa học của tinh dầu bằng phương pháp GC/MS

Mẫu tinh dầu chanh sau khi chiết, tách và làm khan chúng tôi gửi phân tích bằng phương pháp GC/MS tại Viện Khoa học Vật liệu Thành phố Hồ Chí Minh thu được kết quả sau:



Hình1. Phổ đồ GC/MS của tinh dầu

Từ kết quả phân tích phổ cho thấy, trong tinh dầu vỏ quả chanh có sự hiện diện của 10 peak với các thời gian lưu khác nhau. Nhưng chúng tôi nhận thấy thành phần hóa học của tinh dầu vỏ quả chanh chủ yếu là hợp chất limonene chiếm tỉ lệ 96,074%. Ngoài ra còn có sự hiện diện của một số

hợp chất khác như Terpinene; Pinene; 5-hexyn-1-ol; 1-propanol-3-mercapto-; 3-butynoic acid;... Tuy nhiên trong tinh dầu vỏ quả chanh nhận thấy có sự hiện diện của hợp chất polymethoxylated flavones (PMF) là hợp chất chống oxy hóa thuộc nhóm flavonoid.

Bảng 2. Thành phần hợp chất có trong tinh dầu

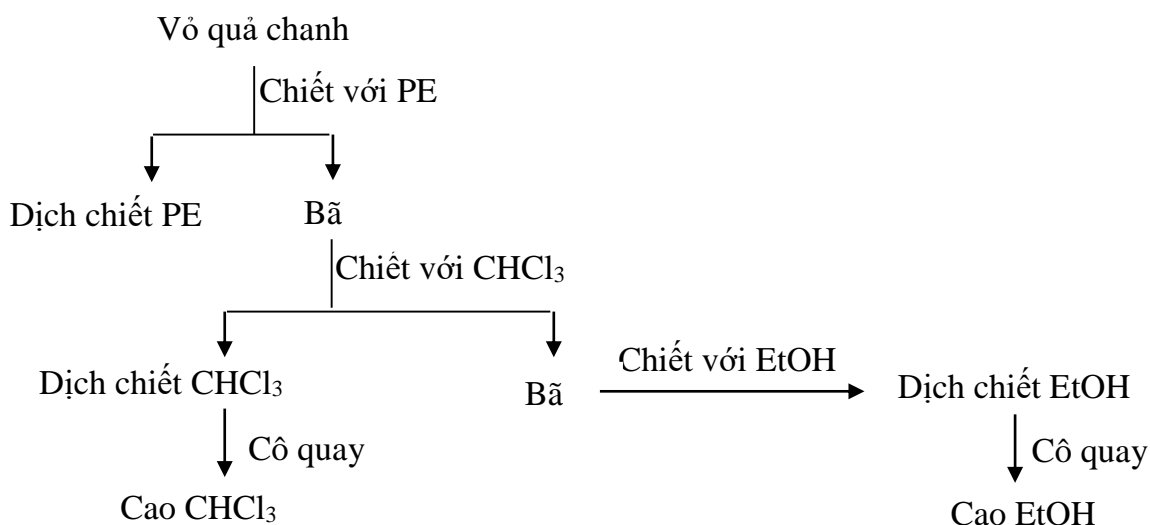
STT	Thời gian lưu	Tên hợp chất	Hàm lượng (%)
1	4,681	1-propanol-3-mercapto-	0,025
2	4,869	5-hexyn-1-ol	0,042
3	5,850	3-butynoic acid	0,201
4	6,009	Pinene	0,217
5	6,280	Ciclopentyl-1-propyne	0,037
6	7,712	Limonene	96,074

7	8,593	Polymethoxylated flavones	2,403
8	9,520	Terpinene	0,918
9	13,346	1-propene	0,028
10	13,991	7-octen-2-ol-2-metyl-6-methylene	0,056

3.3. Định tính thành phần hóa học một số hợp chất hữu cơ trong vỏ quả chanh

Quả chanh thu hái tại nhà vườn mang về xử lý sạch và bóc lấy vỏ, vỏ quả chanh được cắt nhỏ và được chiết với từng hệ dung môi (ether dầu hỏa; clorofom; ethanol) sau đó loại bỏ bã thu từng phân đoạn dịch chiết, cô quay đũa dung môi thu

Quy trình chiết từ vỏ quả chanh



Trong dịch chiết clorofom từ vỏ quả chanh cho thấy vỏ quả chanh có chứa nhiều hợp chất của flavonoid và alkaloid. Flavonoid là hợp chất khá phân cực nên khi thử với dịch chiết của dung môi có tính phân cực chúng hiện rất rõ với các thuốc thử của flavonoid, trong dịch chiết dung môi ethanol nhóm flavonoid thể hiện rất rõ với các thuốc thử H_2SO_4 ; $FeCl_3$ với $K_3Fe(CN)_6$. Do flavonoid là hợp chất có ứng dụng trong y học như chống oxy hóa; thực phẩm chức năng; giải lo âu (Dương Phước An, Huỳnh Thị Bích Tuyền, &

được cao clorofom và ethanol. Cao thu được chúng tôi tiến hành định tính sự hiện diện của các hợp chất hữu cơ có trong cao bằng các thuốc thử (H_2SO_4 ; $FeCl_3$; Wager; $K_3Fe(CN)_6$; Mayer; Tollen; Fellinh; dd $Pb(CH_3COO)_2$; $FeCl_3$ 1% trong nước).

Nguyễn Ngọc Khôi, 2010) nên trong vỏ quả chanh hàm lượng flavonoid khá cao, do đó chúng ta có thể thực hiện tiếp quy trình tách hesperidin từ vỏ quả chanh. Ngoài ra trong dịch chiết clorofom có sự hiện diện của flavonoid nhưng không rõ so với dịch chiết ethanol, bên cạnh còn có mặt của hợp chất alkaloid; glicosid và tanin. Nhận thấy trong vỏ quả chanh có chứa nhiều hợp chất của flavonoid vì vậy chúng tôi tiến hành quy trình chiết citroflavonoid toàn phần và hesperidin từ vỏ quả chanh.

Bảng 3. Định tính sự hiện diện các hợp chất hữu cơ

Hợp chất hữu cơ	Thuốc thử	Cao Clorofom	Cao Ethanol
Flavonoid	H ₂ SO ₄	+	++
	FeCl ₃ ^{với} K ₃ Fe(CN) ₆	+	++
alkaloid	Wanger	++	+
	Mayer	+	+
Glycosid	Tollen	-	+
	Fellinh		
Tanin	ddFeCl ₃ 1% trong H ₂ O dd Pb(CH ₃ COO) ₂	-	+

3.4. Định danh nhóm chức bằng IR của hesperidin

Từ kết quả phân tích phổ hồng ngoại (IR) chúng tôi nhận thấy tương ứng với các nhóm chức sau:

- * 3546,54 cm⁻¹; 3474,02 cm⁻¹ và 3428,93 cm⁻¹: chứng tỏ có nhóm -OH liên kết hidro mạnh.
- * 2980,39 cm⁻¹; 2938,49 cm⁻¹ và 2915,87 cm⁻¹: chứng tỏ có nhóm -CH (béo).
- * 2850.13 cm⁻¹: γ_{CH} chứng tỏ có nhóm -OCH₃ (aryl ete ở tần số cao).
- * 1606,46 cm⁻¹; 1520,32 cm⁻¹; 1468,78 cm⁻¹; 1443,83 cm⁻¹ và 1402,15 cm⁻¹: chứng tỏ có nhóm C=C (thơm).
- * 1647,98 cm⁻¹: chứng tỏ có nhóm C=O.
- * 1299,39 cm⁻¹; 1278,01 cm⁻¹; 1241,85 cm⁻¹; 1204,63 cm⁻¹; 1184,08 cm⁻¹; 1156,30 cm⁻¹; 1132,28 cm⁻¹; 1096,83 cm⁻¹; 1069,42 cm⁻¹; 1053,60 cm⁻¹; 1032,88 cm⁻¹ và 1012,80 cm⁻¹: chứng tỏ có nhóm -CO.
- * 1358.31 cm⁻¹ và 1340.97 cm⁻¹: γ_{O-H} đồng phẳng
- * 974.55 cm⁻¹: chứng tỏ có nhóm C=C liên hợp với nhóm C=O.

Bằng phương pháp phổ hồng ngoại (IR) đã nhận danh được các nhóm chức: -OH; -CH (béo); -OCH₃; C=C (thơm); C=O; -CO.

4. KẾT LUẬN

Quả chanh thu hái tại nhà vườn ở Cao Lãnh - Đồng Tháp, qua quá trình xử lý bóc lấy vỏ, đã tiến hành chiết tinh dầu bằng phương pháp chưng cất lôi cuốn hơi nước và định danh thành phần hóa

học trong tinh dầu vỏ quả chanh bằng phương pháp GC/MS nhận thấy thành phần hóa học chủ yếu trong tinh dầu vỏ quả chanh là hợp chất limone. Tiến hành định tính bằng một số thuốc thử với các dịch chiết clorofom và ethanol nhận thấy sự hiện diện rất rõ của nhóm flavonoid và alkaloid. Tách hợp chất citroflavonoid toàn phần và hesperidin với dung môi ethanol.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- Dilexa, V., Roimar, R., Jorge, L., Lianne, A.; Miguel, A., & Alfredo, U. (2003). *The essential oil of Coleus amboinicus Loureiro chemical coamposition and evaluation of insect anti-feedant effects Ciencia*. Scietific Journal from the Experimental Faculty of Sciences at La Universidad del Zulia.
- Dương Phước An, Huỳnh Thị Bích Tuyền, & Nguyễn Ngọc Khôi. (2010). Khảo sát hoạt tính giải lo âu của một số tinh dầu từ vỏ quả cây chi Citrus họ Rutaceace. *Tạp chí y học TP.HCM*, 14(1).
- Đỗ Tất Lợi. (2006). *Những cây thuốc và vị thuốc Việt Nam*. NXB Y học
- Phạm Thị Minh Chung, Phạm Duy Toàn, Nguyễn Thị Thảo, & Trần Lê Ngọc. (2009). Khảo sát tinh dầu vỏ trái và lá quýt đường (Citrus Reticulata Blanco) trồng tại Tiền Giang. *Tạp chí dược liệu*, 14(3), 145 – 150.
- Rashmi, S., Shanta, B., & Kanika, K. (2011). Colus aromaticus benth – A nutritive medicinal plant of potential therapeutic value. *International Journal of Pharma and Bio Sciences*, 2(3), 488 – 500.