

BỘ GIÁO DỤC VÀ ĐÀO TẠO
ĐẠI HỌC ĐÀ NẴNG

DAOSADET SYTHONGBAY

**NGHIÊN CỨU CHIẾT TÁCH, XÁC ĐỊNH
THÀNH PHẦN HÓA HỌC CỦA TINH DẦU VÀ
MỘT SỐ DỊCH CHIẾT RỄ CỦ NGHỆ TRẮNG
Ở TỈNH CHAMPASAK – LÀO**

Chuyên ngành : Hóa hữu cơ
Mã số : 60.44.01.14

TÓM TẮT LUẬN VĂN THẠC SĨ KHOA HỌC

Đà Nẵng - Năm 2015

Công trình được hoàn thành tại
ĐẠI HỌC ĐÀ NẴNG

Người hướng dẫn khóa học: **GS.TS ĐÀO HÙNG CUÔNG**

Phản biện 1: TS. Nguyễn Đức Anh

Phản biện 2: TS. Trần Mạnh Lục

Luận văn được bảo vệ trước Hội đồng chấm Luận văn tốt nghiệp thạc sĩ Khoa học họp tại Đại học Đà Nẵng vào ngày 20 tháng 12 năm 2015.

* Có thể tìm hiểu luận văn tại:

- Trung tâm Thông tin – Học liệu, Đại học Đà Nẵng
- Thư viện trường Đại học Sư phạm, Đại học Đà Nẵng

MỞ ĐẦU

1. Lý do chọn đề tài

Ở các nước Đông Nam Á có điều kiện khí hậu nhiệt đới ẩm nên thực vật phát triển phong phú và đa dạng với chủng loại, đó cũng là điều kiện thích hợp để trồng và phát triển các loại thực vật họ gừng Zingiberaceae. Các loại thực vật thuộc chi curcuma họ Zingiberaceae có rất nhiều đóng góp cho y học và cuộc sống của cộng đồng.

Chi nghệ (Curcuma) thuộc họ Zingiberaceae là loại cây thảo phân bố ở rừng hầu khắp Việt Nam cũng như nước Lào và nhiều nước trên thế giới, là thảo dược không có tính độc tính, gia vị lại độc đáo mang tính truyền thống nên nghệ đã trở thành cây thuốc quý, gần gũi trong đời sống hàng ngày.

Nói riêng nghệ trắng còn gọi là ngải trắng, ngải mọi, ngải sải. Tên khoa học Curcuma Mangga Val & Zijp... thuộc họ gừng là cây mọc hoang và trồng lấy củ thơm làm gia vị. Thân rễ chứa tinh dầu và chất đắng curcumin. Theo Đông y nghệ trắng vị cay tính mát, hành khí, giải uất, lượng huyết, lợi mắt, trừ vàng da. Nghệ trắng được dùng làm thuốc trong chữa các chứng bệnh. Chữa ho gà, thấp khớp, đau bụng kinh, bổ máu sau khi sinh, phong thấp, bong gân, sai khớp, chảy máu gan, nôn ra máu, đái ra máu, viêm gan... Curcuma Mangga Val & Zijp... có công dụng giá trị là thiết lập sự ổn định của tuần hoàn máu và điều trị ung của y học hiện đại. Còn lại nghệ trắng thường được sử dụng để làm thảo dược mỹ phẩm và như một gia vị trong một số loại thực phẩm: làm trắng da, mờ vết thâm nám, rạn da cho phụ nữ sau sinh....

Chính vì vậy nói về nghệ trắng ở quốc gia khác như nước Lào hiện nay có một số người dân đem nghệ trắng về trồng để làm thuốc trong gia đình hoặc xay thành bột bán nhưng quy mô rất nhỏ lẻ.

Trong khi có cây nghệ trắng phát triển rất ở đây, trên thị trường nghệ trắng có giá trị kinh tế. Chính vì vậy để góp phần vào việc tìm hiểu thêm về các nguồn nghệ trắng ở nước Lào, củ nghệ trắng mặc dù được trồng rất nhiều và phổ biến nhưng chưa có nhiều nguyên cứu về quy trình chiết tách từ nghệ. Chính vì vậy em quyết định chọn đề tài: **“Nghiên cứu chiết tách, xác định thành phần hóa học của tinh dầu và một số dịch chiết rễ củ nghệ trắng ở Tỉnh Champasak – Lào”** để làm đề tài luận văn tốt nghiệp của mình.

2. Mục đích nghiên cứu

- Xác định một số chỉ số vật lý, hóa học, thành phần hóa học, hàm lượng và cấu tạo một số chất có trong củ Nghệ trắng Lào.
- Xác định các thông số chiết tách của quá trình chiết có hàm lượng cao nhất.

3. Đối tượng và phạm vi nghiên cứu

3.1. Đối tượng nghiên cứu

- Rễ củ cây Nghệ trắng (Curcuma Mangga Val & Zijp...) thu hái tại Lào.

3.2. Phạm vi nghiên cứu

- Xác định một số chỉ tiêu vật lý của nguyên liệu như độ ẩm, hàm lượng tro, thành phần và hàm lượng kim loại nặng.
- Chiết tách tinh dầu thân rễ nghệ trắng Lào bằng phương pháp chưng cất lôi cuốn hơi nước.
- Chiết tách các cấu tử hữu cơ trong rễ củ cây Nghệ trắng khô bằng các dung môi: n- hexane, etyl axetat, diclometan, metanol.
- Định danh, xác định thành phần của các cấu tử trong rễ củ cây Nghệ trắng bằng phương pháp sắc kí khí ghép khối phổ (GC – MS).

4. Phương pháp nghiên cứu

4.1. Phương pháp lý thuyết

- Thu thập thông tin tài liệu liên quan đến đề tài.

- Xử lý các thông tin về lý thuyết để đưa ra các vấn đề cần thực hiện trong quá trình thực nghiệm.

4.2. Phương pháp thực nghiệm

- Phương pháp AAS xác định hàm lượng các kim loại nặng.
- Phương pháp chưng cất lôi cuốn hơi nước chiết tách tinh dầu thân rễ nghệ trắng Lào.

- Phương pháp chiết nóng soxhlet bằng các dung môi: n-hexan, etyl axetat, diclometan, metanol.

- Phương pháp sắc kí khí ghép khối phổ (GC – MS) để định danh các cấu tử chính có trong các dịch chiết và tinh dầu.

5. Nội dung nghiên cứu:

5.1. Nghiên cứu lý thuyết

5.2. Nghiên cứu thực nghiệm

- Xử lý mẫu, áp dụng các phương pháp trọng lượng, phân hủy mẫu phân tích để khảo sát độ ẩm, hàm lượng tro, hàm lượng kim loại nặng.

- Tách tinh dầu bằng phương pháp lôi cuốn hơi nước.

- Xác định các chỉ số vật lý của tinh dầu: tỷ trọng, chỉ số khúc xạ, tỉ khối tinh dầu.

- Xác định các chỉ số hóa học của tinh dầu: độ hòa tan trong metanol, chỉ số axit, chỉ số este, xà phòng hóa, chỉ số khúc xạ của tinh dầu nghệ.

- Chiết mẫu bằng phương pháp soxhlet với các dung môi n-hexan, etyl axetat, diclometan, metanol.

- Nghiên cứu, khảo sát quá trình chiết các thành phần có trong thân rễ nghệ trắng Lào với các dung môi n-hexan, etyl axetat, diclometan, metanol.

6. Ý nghĩa khoa học và thực tiễn của đề tài.

6.1. Ý nghĩa khoa học

- Cung cấp các thông tin khoa học về quy trình chiết tách và

thành phần cấu tạo một số hợp chất có trong thân rễ nghệ trắng Lào.

- Cung cấp các số liệu thực nghiệm cho các nghiên cứu tiếp theo sâu hơn về thân rễ Nghệ trắng Lào.

6.2. Ý nghĩa thực tiễn

- Cung cấp các tư liệu về quy trình chiết tách thân rễ nghệ trắng với các dung môi khác nhau, từ đó có thể đề ra quy trình ứng dụng trong thực tế.

- Giải thích một cách khoa học một số kinh nghiệm dân gian cũng như các bài thuốc cổ truyền về ứng dụng thân rễ nghệ trắng.

7. Bố cục của luận văn gồm 3 phần

Luận văn gồm 89 trang, trong đó có 24 Bảng và 26 Hình. Phần mở đầu 4 trang, kết luận và kiến nghị 3 trang, tài liệu tham khảo 2 trang. Nội dung của luận văn chia làm 03 chương:

Chương 1: Tổng quan 21 trang.

Chương 2: Nguyên liệu và phương pháp nghiên cứu 14 trang.

Chương 3: Kết quả và bàn luận 50 trang.

CHƯƠNG 1

TỔNG QUAN TÀI LIỆU

1.1. TỔNG QUAN VỀ HỌ GỪNG

1.2. THỰC VẬT HỌC VÀ HOÁ HỌC CHI CURCUMA

1.2.1. Tổng quan về chi nghệ

1.2.2. Thành phần hóa học

1.3. GIỚI THIỆU VỀ NGHỆ TRẮNG

1.3.1. Tên gọi

1.3.2. Phân loại khoa học

1.3.3. Đặc điểm sinh thái

a. Đặc điểm phân bố

b. Đặc điểm Hình thái

1.3.4. Thành phần hóa học

1.3.5. Kỹ thuật canh tác cây nghệ trắng

a. Thời vụ trồng

b. Kỹ thuật và mật độ trồng

1.3.6. Dược tính và công dụng của nghệ trắng

1.3.7. Một số bài thuốc trị bệnh từ thân rễ nghệ trắng Là

1.4. TÌNH HÌNH NGHIÊN CỨU CÂY NGHỆ TRẮNG Ở NƯỚC CỘNG HÒA DÂN CHỦ NHÂN DÂN LÀO

1.4.1. Giới thiệu về cây nghệ trắng Lào.

1.4.2. Đặc điểm sinh thái.

1.4.3. Công dụng của nghệ trắng Lào.

CHƯƠNG 2

NGUYÊN LIỆU VÀ PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

2.1. NGUYÊN LIỆU, HÓA CHẤT, DỤNG CỤ

2.1.1. Nguyên liệu

Thu gom nguyên liệu: Rễ củ nghệ trắng Lào được thu hái tại tỉnh Champasak – nước Lào.

Tên khoa học là *Curcuma zeodaria*, thuộc họ Gừng *Zingiberaceae*. Tên gọi khác: ngải trắng, nga truật, nghệ xanh...

Xử lý nguyên liệu: Thân rễ nghệ trắng Lào được thu hái về, loại bỏ tạp chất. Rửa thật sạch bằng nước, để ráo, xắt lát rồi phơi khô, nghiền thành bột mịn.



Hình 2.1. Nguyên liệu rễ củ nghệ trắng khi sơ chế

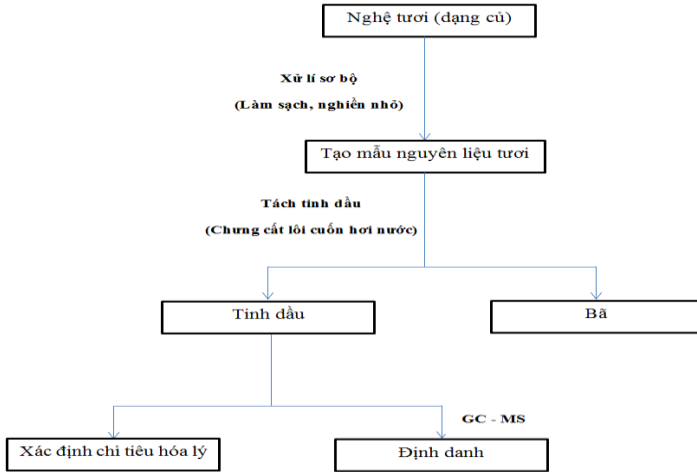
2.1.2. Hóa chất

2.1.3. Dụng cụ

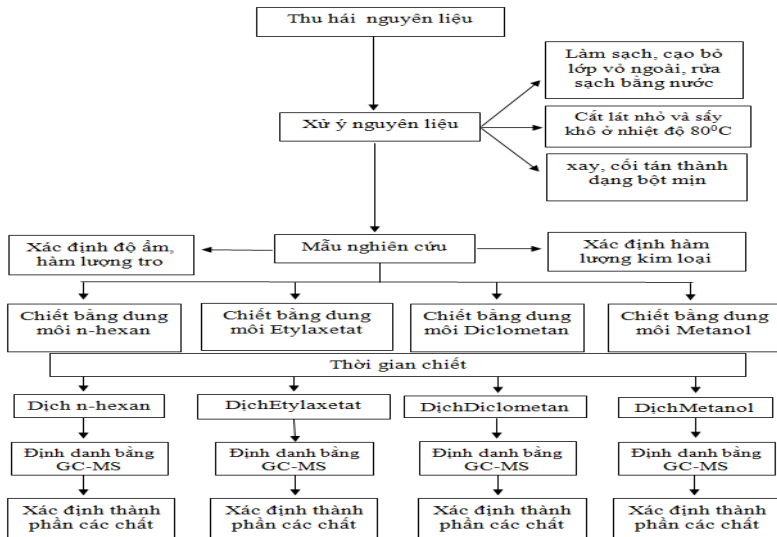
2.1.4. Các loại máy móc, thiết bị

2.2. CÁC NGHIÊN CỨU THỰC NGHIỆM

2.2.1. Sơ đồ nghiên cứu



Hình 2.2. Sơ đồ nghiên cứu thực nghiệm chiết tách tinh dầu nghệ trắng



Hình 2.3. Sơ đồ nghiên cứu thực nghiệm chiết tách bằng các dung môi hữu cơ

2.2.2. Xác định một số chỉ tiêu hóa lý

a. Độ ẩm

b. Hàm lượng tro

c. Xác định thành phần và hàm lượng các kim loại nặng

2.2.3. Phương pháp lôi cuốn hơi nước chưng cất tinh dầu.

a. Nguyên liệu

b. Chưng cất lôi cuốn hơi nước

c. Xác định chỉ số khúc xạ của tinh dầu thân rễ nghệ trắng

Lào

d. Xác định độ hòa tan của tinh dầu nghệ trắng trong etanol

e. Xác định chỉ số axit của tinh dầu nghệ trắng Lào

f. Xác định chỉ số este của tinh dầu nghệ trắng Lào

g. Chỉ số xà phòng hóa của tinh dầu nghệ trắng Lào

h. Xác định thành phần hóa học tinh dầu nghệ trắng Lào

2.2.4. Phương pháp chiết tách các thành phần hóa học từ thân rễ nghệ trắng Lào với các dung môi n-hexan, etyl axetat, diclometan, metanol bằng phương pháp Soxhlet

a. Khảo sát thời gian chiết tốt nhất đối với bột rễ cây thân rễ nghệ trắng Lào

b. Xác định thành phần hóa học có trong các dịch chiết thân rễ nghệ trắng Lào

CHƯƠNG 3

KẾT QUẢ VÀ BÀN LUẬN

3.1. KẾT QUẢ XÁC ĐỊNH MỘT SỐ CHỈ TIÊU HÓA LÝ

3.1.1. Độ ẩm

Độ ẩm trung bình của thân rễ nghệ trắng Lào tươi là 76,043%. Giá trị độ ẩm này là rất cao nên sau khi thu hoạch cần phải sấy khô để không làm hỏng nguyên liệu.

3.1.2. Xác định hàm lượng tro

Hàm lượng tro thân rễ nghệ trắng Lào là 1,935%. Hàm lượng tro thấp chứng tỏ trong thân rễ nghệ trắng chứa rất ít kim loại.

3.1.3. Kết quả thành phần và hàm lượng kim loại nặng

Bảng 3.3. Thành phần và hàm lượng kim loại nặng trong thân rễ nghệ trắng Lào

STT	Tên kim loại	Kết quả (mg/kg)	Tiêu chuẩn (mg/kg)
1	Cu	10,88	30
2	Zn	65,39	40
3	Pb	0,26	2
4	Hg	KPH(<0,05)	1
5	As	KPH(<0,05)	1

Hàm lượng các kim loại nặng Cu, Pb, Hg, As của thân rễ nghệ trắng Lào không nằm trong khoảng cho phép theo quy định tại tiêu chuẩn Việt Nam (TCVN) cho vệ sinh thực phẩm (theo quyết định của bộ y tế số 505/BYT-QĐ ngày 13 tháng 4 năm 1992) về hàm lượng kim loại nặng tối đa cho phép trong rau quả sấy khô. Trong khi đó hàm lượng kim loại Zn vượt tiêu chuẩn cho phép, nhưng không lớn

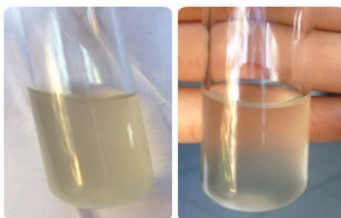
lắm. Như vậy có thể sử dụng thân rễ nghệ trắng dùng làm nguyên liệu thực phẩm và dược phẩm

3.2. KẾT QUẢ CHUNG CẮT LÔI CUỐN HƠI NƯỚC CHIẾT TÁCH TINH DẦU NGHỆ TRẮNG LÀO

3.2.1. Chung cất lôi cuốn hơi nước

Hàm lượng tinh dầu có trong thân rễ nghệ trắng Lào là 0,2356%

3.2.2. Đánh giá cảm quan tinh dầu thân rễ nghệ trắng Lào



Hình 3.1. Tinh dầu thân rễ nghệ trắng Lào sau khi làm khan

Bảng 3.5. Đánh giá cảm quan tinh dầu nghệ trắng

Tính chất	Tinh dầu thân rễ nghệ trắng Lào
Màu	Vàng nhạt
Mùi	Thơm đặc trưng
Vị	Cay, nồng

3.2.3. Xác định tỷ trọng tinh dầu thân rễ nghệ trắng Lào

Tỷ trọng trung bình của tinh dầu thân rễ nghệ trắng Lào là 0,966. Giá trị tỷ trọng này tương đương với các loại tinh dầu nghệ phổ biến trên thế giới và dự báo thành phần hóa học trong tinh dầu chủ yếu là các hydrocarbon và ancol.

3.2.4. Xác định chỉ số khúc xạ tinh dầu thân rễ nghệ trắng Lào

Chỉ số khúc xạ trung bình của tinh dầu củ nghệ trắng là

1,472. Chỉ số này tương ứng với các giá trị trung bình chỉ số khúc xạ đã được nhiều tài liệu công bố.

3.2.5. Kết quả độ hòa tan của tinh dầu nghệ trắng Lào trong methanol

Nhận xét: Thể tích etanol 96% và 85 % hòa tan 1ml tinh dầu lần lượt là 2,1ml và 3,2ml. Từ độ tan khoảng ½ thể tích tinh dầu trong etanol 96% và 1/3 thể tích tinh dầu trong etanol 85% cho phép dự đoán tinh dầu nghệ trắng có chứa khá nhiều các cấu tử đi-, tri tectenit. Chất lượng tinh dầu là tương đối tốt.

3.2.6. Xác định chỉ số axit tinh dầu thân rễ nghệ trắng Lào

Chỉ số axit trung bình của tinh dầu nghệ trắng Lào là 2,39. Đây là một chỉ số axit thấp, tinh dầu có chất lượng tốt, ít bị oxi hóa trong quá trình bảo quản và sử dụng.

3.2.7. Xác định chỉ số este tinh dầu thân rễ nghệ trắng Lào

Chỉ số este trung bình của tinh dầu thân rễ nghệ trắng Lào là 18,52. Giá trị trung bình này chỉ ra rằng trong tinh dầu nghệ trắng có ít các cấu tử este tạo mùi thơm đặc trưng.

3.2.8. Xác định chỉ số xà phòng hóa của tinh dầu thân rễ nghệ trắng Lào

Chỉ số xà phòng hóa trung bình tinh dầu nghệ trắng là 20,92.

3.2.9. Kết quả xác định thành phần hóa học tinh dầu thân rễ nghệ trắng Lào

Tinh dầu nghệ trắng sau khi được chưng cất bằng phương pháp chưng cất lôi cuốn hơi nước làm khan bằng Na_2SO_4 khan được mang đi phân tích GC-MS tại “Trung tâm đo lường chất lượng, số 2 Ngô Quyền, Thành phố Đà Nẵng” số 2 Ngô Quyền, thành phố Đà Nẵng.

Nhận xét:

Cấu tử có phần trăm cao nhất là 1,3-Cyclohexadiene, 5-(1,5-dimethyl-4-hexenyl)--2-methyl-, [S-(R,S*)]- với 10,72%; tiếp theo*

đó là β -Myrcene với 10,70%; Eucalyptol với 9,71%. Các cấu tử còn lại có phần trăm từ 0,03% - 3,34%, đó là: α -Pinene; Camphene; β -Phellandrene; β -Pinene; α -Phellandrene; 4-Carene; 1,3,6-Octatriene, 3,7-dimethyl-; Cyclohexene, 1-methyl-4-(1-methylethylidene)-; Camphor; Isoborneol; Borneol; 3-Cyclohexen-1-ol, 4-methyl-1-(1-methylethyl)-; 3-Cyclohexene-1-metanolaa4-trimethyl; 2-Cyclohexen-1-ol, 2-methyl-5-(1-methylethenyl)-trans; Cyclohexene, 1-methyl-4-(1-methylethylidene)-1-(1-methylethyl)-, (3R-trans)-; Cyclohexane, 1-ethenyl-1-methyl-2,4-bis(1-methylethenyl)-[1S-(1 α 2 β 4 β)]; Caryophyllene; α -Caryophyllene; 1,6-Cyclodecadiene, 1-methyl-5-methylene-8-(1-methylethyl)-, [s-(E,E)]-; Benzofuran, 6-ethenyl-4,5,6,7-tetrahydro-3,6-dimethyl-5-isopropenyl-trans-; Cyclohexene, 1-methyl-4-(5-methyl-1-methylene-4-hexenyl)-, (S)-; Naphthalene, 1,2,3,5,6,8a-hexahydro-4,7-dimethyl-1-(1-methylethyl)-(1S-cis)-; δ -Elemene; Artumerone; Tumerone; Neocurdione; 6,10-Dimethyl-3-(1-methylethyl)-6-cyclodecene-1,4-dione.

Bảng 3.12. Kết quả định danh thành phần hóa học tinh dầu nghệ trắng Lào

STT	RT	Tên cấu tử	MW	Area
1	4.887	α -Pinene	136	0.55
2	5.138	Camphene	136	0.18
3	5.446	β -Phellandrene	136	0.07
4	5.571	β -Pinene	136	1.81
5	5.732	β -Myrcene	136	10.70
6	5.958	α -Phellandrene	136	0.15
7	6.102	4-Carene	136	0.11

STT	RT	Tên cấu tử	MW	Area
8	6.443	Eucalyptol	154	9.71
9	6.492	1,3,6-Octatriene, 3,7-dimethyl-		0.25
10	7.176	Cyclohexene, 1-methyl-4-(1-methylethylidene)-	136	3.34
11	8.215	Camphor	152	0.55
12	8.475	Isoborneol	154	0.24
13	8.615	Borneol	154	0.12
14	8.741	3-Cyclohexen-1-ol, 4-methyl-1-(1-methylethyl)-	154	0.21
15	9.011	3-Cyclohexene-1-metanol α 4-trimethyl	154	0.43
16	9.649	2-Cyclohexen-1-ol,2-methyl-5-(1-methylethenyl)-trans		0.03
17	11.855	Cyclohexene, 1-methyl-4-(1-methylethylidene)-1-(1-methylethyl)-,(3R-trans)-		0.45
18	13.171	Cyclohexane, 1-ethenyl-1-methyl-2,4-bis(1-methylethenyl)-[1S-(1 α 2 β 4 β)]		1.36
19	13.958	Caryophyllene	204	0.87
20	14.926	α -Caryophyllene	204	2.88
21	15.488	1,6-Cyclodecadiene, 1-methyl-5-methylene-8-(1-methylethyl)-, [s-(E,E)]-		1.52
22	15.983	1,3-Cyclohexadiene, 5-(1,5-dimethyl-4-hexenyl)-2-methyl-, [S-(R*,S*)]-		10.72

STT	RT	Tên cấu tử	MW	Area
23	16.063	Benzofuran, 6-ethenyl-4,5,6,7-tetrahydro-3,6-dimethyl-5-isopropenyl-trans-	216	3.13
24	16.142	Cyclohexene, 1-methyl-4-(5-methyl-1-methylene-4-hexenyl)-, (S)-		0.56
25	16.394	Naphthalene, 1,2,3,5,6,8a-hexahydro-4,7-dimethyl-1-(1-methylethyl)-(1S-cis)-		0.29
26	17.609	δ -Elemene	204	2.83
27	20.331	Ar-tumerone		1.12
28	20.447	Tumerone		1.29
29	21.647	Neocurdione	236	1.25
30	22.527	6,10-Dimethyl-3-(1-methylethyl)-6-cyclodecene-1,4-dione	236	0.71

3.3. KẾT QUẢ CHIẾT TÁCH CHẤT TỪ THÂN RỄ NGHỆ TRẮNG LÀO VỚI CÁC DUNG MÔI N-HEXAN, ETYL AXETAT, DICLOMETAN, METANOL BẰNG PHƯƠNG PHÁP SOXHLET

3.3.1. Khảo sát thời gian chiết tốt nhất đối với bột thân rễ nghệ trắng Lào

Sử dụng phương pháp chiết Soxhlet với lượng bột thân rễ nghệ trắng Lào khoảng 10g, với lần lượt các dung môi n-hexan, etyl axetat, diclometan, metanol ở nhiệt độ theo nhiệt độ sôi của dung môi. Tiến hành chiết 5 mẫu với thời gian khác nhau, lần lượt là 4, 6, 8, 10, 12

giờ. Thu dịch chiết, hút 10ml mỗi dịch chiết, cân, xác định khối lượng riêng dịch chiết, từ đó tính được phần trăm khối lượng chiết ra. Thu dịch chiết, cô đuổi dung môi trên bếp cách thủy ở 80⁰C đến cạn, gửi cần đến “Trung tâm đo lường chất lượng kỹ thuật, số 2 Ngô Quyền, Thành phố Đà Nẵng” để xác định thành phần hóa học.

a. Ảnh hưởng của thời gian đến hiệu quả chiết bằng dung môi n-hexan

Đối với dung môi n-hexan chúng tôi chọn thời gian chiết thích hợp là 8 giờ với tỉ lệ % khối lượng chiết ra là 6,7090 %.

b. Thành phần hóa học trong dịch chiết n-hexan

Phương pháp GC-MS đã định danh được 27 cấu tử có trong dịch chiết thân rễ nghệ trắng Lào. Cấu tử có phần trăm cao nhất là *Benzofuran, 6-ethenyl-4,5,6,7-tetrahydro-3,6-dimethyl-5-isopropenyl-, trans-* với 19,79%; các cấu tử còn lại có phần trăm từ 0,02% - 4,99%, đó là: *α-Pinene; Camphene; β-Pinene; β-Myrcene; α-Phelladrene; 3-Carene; 1,3-Cyclohexadiene, 1-methyl-4-(1-methylethyl)-; Benzene, 1-methyl-4-(1-methylethyl)-; D-Limonene; Eucalyptol; Cyclohexene, 1-methyl-4-(1-methylethylidene)-; Camphor; Isoborneol; Borneol; 3-Cyclohexen-1-ol, 4-methyl-1-(1-methylethyl)-, (R)-; 3-Cyclohexene-1-metanol, α,α4-trimethyl-; Cyclohexene,4-ethenyl-4-methyl-3-(1-methylethenyl)-1-(1-methylethyl)-, (3R-trans)-; Cyclohexane,1-ethenyl-1-methyl-2,4-bis(1-methylethenyl)-[1S-(1α,2β,4β)]-; Caryophyllene;δ-Elemene;α-Caryophyllene;1H-Cyclopenta[1,3]cyclopropa[1,2]benzene,octahydro-7-methyl-3-methylene-4-(1-methylethyl)-,[3αS-(3αα,3bβ,4β,7α,7αS*); α-Farnesene;6,10-Dimethyl-3-(1-methylethyl)-6-cyclodecene-1,4-dione; Stigmasterol; β-Sitosterol.*

c. Ảnh hưởng thời gian đến hiệu quả chiết bằng dung môi etyl axetat

Chúng tôi chọn thời gian chiết thân rễ nghệ trắng Lào bằng etyl axetat là 8 giờ, với tỉ lệ % khối lượng chiết ra là 5,3342%.

d. Thành phần hóa học dịch chiết etyl axetat

Phương pháp GC-MS đã định danh được 27 cấu tử có trong dịch chiết etyl axetat thân rễ nghệ trắng Lào. Cấu tử có phần trăm cao nhất là *Benzofuran, 6-ethenyl-4,5,6,7-tetrahydro-3,6-dimethyl-5-isopropenyl-, trans-* với 19,79%; các cấu tử còn lại có phần trăm từ 0,02% - 4,99%, đó là: *α -Pinene; Camphene; β -Pinene; β -Myrcene; α -Phelladrene; 3-Carene; 1,3-Cyclohexadiene, 1-methyl-4-(1-methylethyl)-; Benzene, 1-methyl-4-(1-methylethyl)-; D-Limonene; Eucalyptol; Cyclohexene, 1-methyl-4-(1-methylethylidene)-; Camphor; Isoborneol; Borneol; 3-Cyclohexen-1-ol, 4-methyl-1-(1-methylethyl)-, (R)-; 3-Cyclohexene-1-metanol, $\alpha,\alpha,4$ -trimethyl-; Cyclohexene, 4-ethenyl-4-methyl-3-(1-methylethenyl)-1-(1-methylethyl)-, (3R-trans)-; Cyclohexane, 1-ethenyl-1-methyl-2,4-bis(1-methylethenyl)-[1S-(1 α , 2 β , 4 β)]-; Caryophyllene; δ -Elemene; α -Caryophyllene; 1H-Cyclopenta[1,3]cyclopropa[1,2]benzene, octahydro-7-methyl-3-methylene-4-(1-methylethyl)-, [3 α S-(3 $\alpha\alpha$, 3 $\beta\beta$, 4 β , 7 α , 7 α S*)]; α -Farnesene; 6,10-Dimethyl-3-(1-methylethyl)-6-cyclodecene-1,4-dione; Stigmasterol; β -Sitosterol.*

e. Ảnh hưởng của thời gian đến hiệu quả chiết bằng dung môi diclometan

Chúng tôi chọn thời gian chiết thích hợp của thân rễ nghệ trắng Lào bằng diclometan là 8 giờ, với tỉ lệ % khối lượng chiết ra là 4,973%.

f. Thành phần hóa học trong dịch chiết diclometan

Phương pháp GC-MS đã định danh được 23 cấu tử có trong

dịch chiết diclometan thân rễ nghệ trắng Lào. Cấu tử có phần trăm cao nhất là *Benzofuran, 6-ethenyl-4,5,6,7-tetrahydro-3,6-dimethyl-5-isopropenyl-, trans-* với 24,48%%; tiếp theo là δ -Elemene với 7,74%; các cấu tử còn lại có phần trăm từ 0,05% - 2,72%, đó là: α -Pinene; Camphene; β -Pinene; Benzene, 1-methyl-4-(1-methylethyl)-; D-Limonene; Eucalyptol; Cyclohexene, 1-methyl-4-(1-methylethylidene)-; Camphor; Isoborneol; Borneol; 3-Cyclohexen-1-ol, 4-methyl-1-(1-methylethyl)-, (R)-; 3-Cyclohexene-1-metanol, α,α -4-trimethyl-; Cyclohexene,4-ethenyl-4-methyl-3-(1-methylethenyl)-1-(1-methylethyl)-, (3R-trans)-; Cyclohexane,1-ethenyl-1-methyl-2,4-bis(1-methylethenyl)-[1S-(1 α ,2 β ,4 β)]-; Caryophyllene ; α -Caryophyllene; 1H-Cyclopenta[1,3]cyclopropa[1,2] benzene,octahydro-7-methyl-3-methylene-4-(1-methylethyl)-,[3aS-(3 $\alpha\alpha$,3 $\beta\beta$,4 β ,7 α ,7 α S*)]; α -Farnesene;6,10-Dimethyl-3-(1-methylethyl)-6-cyclodecene-1,4-dione; Stigmasterol; β -Sitosterol.

g. Ảnh hưởng thời gian đến hiệu quả chiết bằng dung môi metanol

Đối với dung môi metanol chúng tôi chọn thời gian chiết thích hợp là 8 giờ, tỷ lệ % khối lượng sản phẩm chiết ra là 7,927%.

h. Thành phần hóa học dịch chiết methanol

Phương pháp GC-MS đã định danh được 21 cấu tử có trong dịch chiết metanol thân rễ nghệ trắng Lào. Cấu tử có phần trăm cao nhất là *Benzofuran, 6-ethenyl-4,5,6,7-tetrahydro-3,6-dimethyl-5-isopropenyl-, trans-* với 19,63%%; tiếp theo là δ -Elemene với 6,04%; các cấu tử còn lại có phần trăm từ 0,04% - 3,14%, đó là: 2-Furanmetanol; Camphene; Limonene; Eucalyptol; Cyclohexene, 1-methyl-4-(1-methylethylidene)-; Camphor; Isoborneol; Borneol; 3-Cyclohexene-1-metanol, α,α -4-trimethyl-; Cyclohexene,4-ethenyl-4-

methyl-3-(1-methylethenyl)-1-(1-methylethyl)-, (3R-trans)-; α -Cubebene; Naphthalene, 1,2,3,4,4a,5,6,8a-octahydro-4a,8-dimethyl-2-(1-methylethenyl)-,[2R-(2 α ,4 $\alpha\alpha$,8 $\alpha\beta$.)]-; Caryophyllene ; α -Caryophyllene; 1H-Cyclopenta[1,3]cyclopropa[1,2] benzene,octahydro-7-methyl-3-methylene-4-(1-methylethyl)-,[3 α S-(3 $\alpha\alpha$,3 $\beta\beta$,4 β ,7 α ,7 α S)]; α -Farnesene;6,10-Dimethyl-3-(1-methylethyl)-6-cyclodecene-1,4-dione; Hexadecane-1,2-diol; β – Sitosterol.*

3.3.2. Kết quả tổng hợp thời gian chiết và thành phần định danh.

Bảng 3.21. Thời gian chiết thích hợp để thu % cao chiết tốt nhất của các dịch chiết

STT	Dung môi	Thời gian (h)	Hiệu suất (%)
1	n-hexan	8	6,7090
2	Etyl axetat	8	5,3342
3	Diclometan	8	4,973
4	Metanol	8	7,927

Bảng 3.22. Thành phần định danh các cấu tử trong các dịch chiết thân rễ nghệ trắng Lào.

STT	Cấu tử định danh	Thành phần định danh (%)			
		n-hexan	Etyl axetat	Dilometan	Metanol
1	2-Furanmethanol	-	-	-	0.06
2	α -Pinene	0.12	0.12	0.05	0.05
3	Camphene	0.15	0.15	0.06	-
4	β -Pinene	0.17	0.17	0.06	-
5	β -Myrcene	0.10	0.10	-	-
6	α -Phelladrene	0.03	0.03	-	-

STT	Cấu tử dinh danh	Thành phần dinh danh (%)			
		n-hexan	Etyl axetat	Dilometan	Metanol
7	3-Carene	0.02	0.02	-	-
8	1,3-Cyclohexadiene, 1-methyl-4-(1-methylethyl)- (α -Terpinene)	0.04	0.04	-	-
9	Benzene, 1-methyl-4-(1-methylethyl)- (<u>p-Cymene</u>)	0.04	0.04	0.05	-
10	Limonene	-	-	-	0.09
11	D-Limonene	0.16	0.16	0.08	
12	Eucalyptol	3.00	3.00	1.59	3.14
13	Cyclohexene, 1-methyl-4-(1-methylethylidene)- (Terpiolene)	0.55	0.55	0.29	0.39
14	Camphor	0.77	0.77	0.88	1.06
15	Isoborneol	0.19	0.19	0.22	0.32
16	Borneol	0.06	0.06	0.07	0.12
17	3-Cyclohexen-1-ol, 4-methyl-1-(1-methylethyl)-, (R)-	0.09	0.09	0.08	-
18	3-Cyclohexene-1-methanol, α , α 4-trimethyl- (α - Terpineol)	0.20	0.20	0.17	0.20

STT	Cấu tử định danh	Thành phần định danh (%)			
		n-hexan	Etyl axetat	Dilometan	Metanol
19	Cyclohexene, 4-ethenyl-4-methyl-3-(1-methylethenyl)-1-(1-methylethyl)-, (3R-trans)-	0.59	0.59	0.68	0.73
20	α -Cubebene	-	-	-	0.04
21	Cyclohexane, 1-ethenyl-1-methyl-2,4-bis(1-methylethenyl)-[1S-(1 α ,2 β -,4 β -)]-	1.84	1.84	2.11	-
22	Caryophyllene	0.65	0.65	0.77	0.66
23	δ -Elemene	4.99	4.99	7.74	6.04
24	α -Caryophyllene	1.56	1.56	1.73	1.58
25	1H-Cyclopenta[1,3]cyclopropa[1,2]benzene, octahydro-7-methyl-3-methylene-4-(1-methylethyl)-, [3aS-(3 α ,3 β ,4 β ,7 α ,7 α S*)	1.54	1.54	1.76	1.59

STT	Cấu tử định danh	Thành phần định danh (%)			
		n-hexan	Etyl axetat	Dilometan	Metanol
26	Naphthalene, 1,2,3,4,4a,5,6,8a-octahydro-4a,8-dimethyl-2-(1-methylethenyl)-, [2R-(2 α ,4 α ,8 α β .)]-(α selinene)	-	-	-	0.82
27	Benzofuran, 6-ethenyl-4,5,6,7-tetrahydro-3,6-dimethyl-5-isopropenyl-, trans-(Curzerene)	19.79	19.79	24.48	19.63
28	α -Farnesene	4.33	4.33	2.72	2.84
29	6,10-Dimethyl-3-(1-methylethyl)-6-cyclodecene-1,4-dione (Curdione)	0.72	0.72	0.62	0.58
30	Hexadecane-1,2-diol	-	-	-	0.15
31	Stigmasterol	0.21	0.21	0.31	
32	β -Sitosterol	0.96	0.96	1.02	0.13

Qua quá trình khảo sát ảnh hưởng của thời gian đến quá trình chiết tách, thu được thời gian chiết tốt nhất đối với dung môi n-hexan là 8 giờ; dung môi etyl axetat là 8 giờ; dung môi diclometan là 8 giờ; dung môi metanol là 8 giờ. Khối lượng cần chiết ra được với dung môi metanol ở thời gian tốt nhất là lớn nhất với 7,927%.

Bằng phương pháp GC-MS, một số thành phần trong thân rễ nghệ trắng Lào khô đã được xác định. Tổng kết đã xác định được 32 cấu tử khác nhau từ 4 dịch chiết thân rễ nghệ trắng Lào khô, trong đó, dịch chiết n-hexan và etyl axetat định danh được nhiều cấu tử nhất với 27 cấu tử. Trong 4 dịch chiết có các cấu tử chung là *α -Pinene*; *Eucalyptol*; *Cyclohexene, 1-methyl-4-(1-methylethylidene)-*; *Camphor*; *Isoborneol*; *Borneol*; *3-Cyclohexene-1-methanol, α, α -4-trimethyl-*; *Cyclohexene, 4-ethenyl-4-methyl-3-(1-methylethenyl)-1-(1-methylethyl)-, (3R-trans)-*; *Caryophyllene*; *δ -Elemene*; *α -Caryophyllene*; *1H-Cyclopenta[1,3]cyclopropa[1,2]benzene, octahydro-7-methyl-3-methylene-4-(1-methylethyl)-, [3aS-(3 $\alpha\alpha$, 3b β , 4 β , 7 α , 7aS*)*; *Benzofuran, 6-ethenyl-4,5,6,7-tetrahydro-3,6-dimethyl-5-isopropenyl-, trans-*; *α -Farnesene*; *6,10-Dimethyl-3-(1-methylethyl)-6-cyclodecene-1,4-dione*; *β -Sitosterol*

Cấu tử *Benzofuran, 6-ethenyl-4,5,6,7-tetrahydro-3,6-dimethyl-5-isopropenyl-, trans- (Curenzen)* và *δ -Elemene* với phần trăm ở các dịch chiết đều cao.

KẾT LUẬN VÀ KIẾN NGHỊ

Kết luận

1. Qua nghiên cứu thực nghiệm, tôi đã thu được một số chỉ số vật lý của nguyên liệu như sau:

- Độ ẩm trung bình của thân rễ nghệ trắng Lào tươi là 76,043%;

- Hàm lượng tro trung bình của thân rễ nghệ trắng Lào khô là 1,935%;

- Hàm lượng kim loại nặng là Cu (10,88 mg/kg), Zn (65,39 mg/kg), Pb (0,26 mg/kg); As (<0,05 mg/kg); Hg (<0,05 mg/kg).

2. Đã chiết tách được tinh dầu thân rễ nghệ trắng Lào bằng phương pháp chưng cất lôi cuốn hơi nước, và xác định được các thông số vật lý, hóa học của tinh dầu như sau:

- Hàm lượng tinh dầu có trong thân rễ nghệ trắng Lào là 0,2356%;

- Tỷ trọng tinh dầu thân rễ nghệ trắng Lào là 0,966;

- Chỉ số khúc xạ của tinh dầu thân rễ nghệ trắng Lào là 1,472;

- Chỉ số axit của tinh dầu thân rễ nghệ trắng Lào là 2,39;

- Chỉ số este của tinh dầu thân rễ nghệ trắng Lào là 18,52;

- Chỉ số xà phòng hóa tinh dầu thân rễ nghệ trắng Lào là 29,92;

- Thể tích etanol 96% và 85 % hòa tan 1ml tinh dầu lần lượt là 2,1ml và 3,2ml.

3. Đã xác định được thời gian chiết thích hợp nhất để thu các dịch chiết với hiệu quả cao: n-hexan 8 giờ (6,7090%), etyl axetat 8 giờ (5,3342%); diclometan 8 giờ (4,973%); methanol 8 giờ (7,927%).

4. Bằng phương pháp GC-MS đã định danh được một số cấu tử trong tinh dầu và dịch chiết: 30 cấu tử trong tinh dầu, 27 cấu tử

trong dịch chiết hexan, 27 cấu tử trong dịch chiết etyl axetat, 23 cấu tử trong dịch chiết diclometan và 21 cấu tử trong dịch chiết methanol.

Kiến nghị

- Tiếp tục nghiên cứu tách chiết các cấu tử có hoạt tính sinh học có trong thân rễ nghệ trắng Lào để ứng dụng vào chăm sóc sức khỏe.

- Tiếp tục nghiên cứu và xác định thành phần hóa học có trong thân rễ nghệ trắng Lào khô bằng các dung môi khác.

- Tiếp tục nghiên cứu thân rễ nghệ trắng Lào ở các địa phương khác.