

NGHIÊN CỨU CHIẾT TÁCH VÀ XÁC ĐỊNH THÀNH PHẦN HÓA HỌC CỦA TINH DẦU LÁ TÍA TÔ THU HÁI Ở TỈNH QUẢNG NAM

Nhận bài:

22 – 06 – 2017

Chấp nhận đăng:

25 – 09 – 2017

<http://jshe.ued.udn.vn/>

Trần Thị Ngọc Bích^{a*}, Đỗ Thị Thúy Vân^b

Tóm tắt: Tinh dầu lá tía tô ở tỉnh Quảng Nam thu được bằng phương pháp chưng cất lôi cuốn hơi nước với tỉ lệ lá tía tô tươi (g)/thể tích nước (ml); thời gian chưng cất đã khảo sát và được lựa chọn lần lượt là 100 g lá tía tô tươi/600 ml nước với thời gian chưng cất là 5 giờ. Thành phần hóa học của tinh dầu lá tía tô Quảng Nam được xác định bằng phương pháp GC-MS gồm 26 cấu tử (99,98%), các cấu tử chính gồm: Gamma-Asarone (35,12%), Caryophyllene (33,88%), d-Limonene (11,43%), Trans-alpha-Bergamotene (7,66%), Gamma-Murolene (4,58%), Humulene (3,83%). Trong đó có 2 cấu tử mới là Gamma-Asarone (35,12%) và Trans-alpha-Bergamotene (7,66%) được tìm thấy trong tinh dầu lá tía tô ở tỉnh Quảng Nam.

Từ khóa: tinh dầu lá tía tô; tía tô; chưng cất lôi cuốn hơi nước; Gamma-Asarone; Caryophyllene; d-Limonene.

1. Đặt vấn đề

Chất thơm nói chung hay tinh dầu nói riêng đã gắn liền với cuộc sống và gắn liền với nền văn minh của nhân loại từ hàng nghìn năm nay. Trong số hơn 550 loại cây có chứa tinh dầu đa dạng và phong phú ở Việt Nam thì tía tô là một trong những loại cây đang được nhiều nhà khoa học quan tâm nghiên cứu. Tía tô có tên khoa học là *Perilla frutescens* (L.) Britton, giới Plantae, lớp Magnoliopsida, bộ hoa môi (*Lamiales*), họ bạc hà (*Lamiaceae*), chi *Perilla* [6]. Ở Việt Nam, cây tía tô còn được gọi là cây từ tô, từ tô từ hay tô ngạnh, hom tô (tiếng Thái), phần cưa (tiếng Tày). Lá tía tô chứa 0,3-1,3% lượng tinh dầu theo chất khô. Loại tinh dầu này chứa một số thành phần chủ yếu là perilla aldehyde (55%), limonene (20-30%), α -pinene, β -caryophyllene, linalool và perilla alcohol,... [1, 2, 3, 6, 7, 10]. Tinh dầu tía tô thường được chiết tách từ lá tía tô bằng phương pháp chưng cất lôi cuốn hơi nước [8] hoặc trích li với dung môi hữu cơ [3]. Với hoạt tính sinh học và được lí cao,

tinh dầu lá tía tô có rất nhiều ứng dụng trong các lĩnh vực thực phẩm, y học và mỹ phẩm [11]. Tinh dầu chiết xuất từ lá tía tô có tác dụng kháng khuẩn, chống ngộ độc của cá, giảm triệu chứng trầm cảm, chống ung thư, giải cảm,... Loại tinh dầu này được sử dụng như chất tạo hương và làm ngọt nhân tạo trong các loại nước giải khát, nước sốt, thuốc lá,... Tinh dầu tía tô còn được biết đến như một chất bảo quản trong thực phẩm bởi hoạt tính kháng vi sinh vật và tính chống oxy hóa ưu việt của nó [4, 6, 10, 11].

Với giá trị sử dụng và giá trị kinh tế to lớn mà tinh dầu tía tô đem lại thì đây thực sự được coi là một sản phẩm quý và đáng được quan tâm. Xét về điều kiện tự nhiên, với nguồn nguyên liệu sẵn có thì ở Việt Nam nói chung và Quảng Nam nói riêng hoàn toàn có thể thu được nguồn lợi lớn từ việc sản xuất loại tinh dầu quý này. Từ những thực tế và những điều kiện thuận lợi trên, chúng tôi tiến hành nghiên cứu thu nhận và xác định thành phần hóa học của tinh dầu từ lá tía tô ứng dụng làm chất kháng khuẩn sinh học diệt bọ cánh cứng trong bảo quản nông sản, hướng đến tìm nguồn hoạt chất từ thiên nhiên, an toàn để sử dụng bảo quản và nâng cao giá trị nông sản.

^{a,b}Trường Đại học Sư phạm - Đại học Đà Nẵng

* Liên hệ tác giả

Trần Thị Ngọc Bích

Email: ttnbich@ued.udn.vn

Bài báo này trình bày kết quả nghiên cứu các điều kiện chiết tách tinh dầu lá tía tô bằng phương pháp chưng cất lôi cuốn hơi nước và xác định thành phần hóa học của tinh dầu lá tía tô Quảng Nam bằng phương pháp sắc kí khí ghép nối khối phổ GC-MS.

2. Thực nghiệm

2.1. Nguyên liệu

Nguyên liệu: Lá tía tô được thu hái vào tháng 5 năm 2017 tại Điện An, Điện Bàn, Quảng Nam khi cây chuẩn bị ra hoa và ra hoa rộ. Lá tía tô sử dụng cho quá trình chưng cất lôi cuốn hơi nước có chất lượng đồng đều, tươi và không bị sâu bệnh.

Lá tía tô sau khi được thu hái sẽ loại bỏ những lá hỏng, rửa sạch và để ráo nước.

2.2. Hóa chất và thiết bị

Hóa chất: Aceton, DMSO, natri sulphat khan, sunfocromic, nước cất,...

Các dụng cụ, thiết bị: Cốc thủy tinh, đĩa petri, các loại pipet, giấy lọc, cân phân tích, bình tỉ trọng, máy cô quay chân không, bộ chưng cất tinh dầu thực nghiệm cỡ nhỏ, khúc xạ kế Abbe, máy quang phổ Tecan, thiết bị sắc kí khí ghép nối khối phổ GC-MS tại Trung tâm Kiểm nghiệm Thuốc, Mỹ phẩm, Thực phẩm Thừa Thiên Huế.

2.3. Khảo sát các yếu tố ảnh hưởng đến quá trình chưng cất lôi cuốn hơi nước tinh dầu lá tía tô Quảng Nam

Tinh dầu lá cây tía tô Quảng Nam được thu nhận bằng phương pháp chưng cất lôi cuốn hơi nước với bộ chưng cất tinh dầu thực nghiệm tại phòng thí nghiệm Khoa Hóa, trường Đại học Sư phạm, Đại học Đà Nẵng.

2.3.1. Tỉ lệ rắn/lỏng (nguyên liệu)/lỏng (dung môi)

100 gam nguyên liệu rắn từ lá tía tô tươi được chưng cất lôi cuốn hơi nước ở nhiệt độ 80°C trong thời gian 2h với thể tích nước thay đổi từ 400 mL đến 800 mL.

2.3.2. Thời gian chưng cất lôi cuốn hơi nước

Chưng cất 100 gam nguyên liệu lá tía tô tươi với tỉ lệ rắn lỏng chọn được từ phần 2.3.1, trong các thời gian khác nhau từ 2h đến 6h.

2.4. Phương pháp xác định các chỉ tiêu nghiên cứu đánh giá chất lượng sản phẩm tinh dầu lá tía tô Quảng Nam [3, 5]

- Xác định chỉ số khúc xạ của tinh dầu theo TCVN 8445:2010;

- Xác định tỉ trọng của tinh dầu ở 20°C theo TCVN 8444:2010;

- Xác định chỉ số acid theo TCVN 8450:2010;

- Xác định chỉ số este theo TCVN 8451:2010;

- Đánh giá cảm quan tinh dầu theo TCVN 8460:2010;

- Xác định thành phần hóa học của tinh dầu lá tía tô bằng phương pháp sắc kí khí ghép nối khối phổ GC-MS.

Các thí nghiệm được lặp lại 3 lần và các giá trị trung bình được tính toán.

3. Kết quả và thảo luận

3.1. Kết quả khảo sát các điều kiện chưng cất lôi cuốn hơi nước tinh dầu lá tía tô Quảng Nam

3.1.1. Tỉ lệ rắn/lỏng

Kết quả chưng cất lôi cuốn hơi nước tinh dầu lá tía tô với các tỉ lệ rắn/lỏng khác nhau được trình bày trên Bảng 1.

Bảng 1. Kết quả chưng cất lôi cuốn hơi nước tinh dầu lá tía tô với các tỉ lệ rắn/lỏng khác nhau

TT	Khối lượng lá tía tô (g)	Thể tích nước (mL)	Thể tích tinh dầu (mL)	Hàm lượng tinh dầu (%)
1	100	400	0,2	0,18
2	100	500	0,3	0,27
3	100	600	0,4	0,36
4	100	700	0,4	0,36
5	100	800	0,4	0,36

Kết quả ở Bảng 1 cho thấy ở tỉ lệ rắn/lỏng = 100 g lá tía tô tươi/600 mL nước thì thể tích và hàm lượng tinh dầu lá tía tô thu được là lớn nhất (0,4 mL ứng với hàm lượng 0,36%). Khi thể tích nước càng tăng thì khả năng khuếch tán của tinh dầu vào nước càng lớn. Nước dễ dàng thâm thấu vào trong các lớp tế bào, làm phá vỡ túi tinh dầu và lôi cuốn tinh dầu theo hơi nước nên lượng tinh dầu trong nước càng cao. Tuy nhiên khi thể tích nước tăng từ 600 mL đến 800 mL thì hàm lượng tinh dầu thu hồi không tăng nữa. Bên cạnh đó, lượng nước quá nhiều sẽ làm giảm hiệu quả kinh tế của quá trình

chưng cất do tổn năng lượng cấp nhiệt, tăng thể tích thiết bị. Do đó, chúng tôi lựa chọn tỉ lệ rắn/lỏng = 100 g lá tía tô tươi/600 mL nước cho nghiên cứu tiếp theo.

3.1.2. Thời gian chưng cất

Kết quả thời gian chưng cất lôi cuốn hơi nước tinh dầu lá tía tô với tỉ lệ rắn/lỏng = 100 g lá tía tô tươi/600 mL nước được chọn ở mục 3.1.1 được trình bày trên Bảng 2.

Bảng 2. Kết quả chưng cất tinh dầu lá tía tô với các thời gian chưng cất khác nhau

TT	Tỷ lệ rắn/lỏng (g/mL)	Thời gian chưng cất (giờ)	Thể tích tinh dầu (mL)	Hàm lượng tinh dầu (%)
1	100/600	2	0,4	0,36
2	100/600	3	0,5	0,45
3	100/600	4	0,6	0,55
4	100/600	5	0,7	0,64
5	100/600	6	0,7	0,64

Kết quả ở Bảng 2 cho thấy tinh dầu lá tía tô đạt thể tích và hàm lượng lớn nhất (0,7 ml, ứng với hàm lượng 0,64%) với thời gian chưng cất 5 giờ. Khi thời gian chưng cất lôi cuốn hơi nước tiếp tục tăng thì hàm lượng tinh dầu không tăng nữa. So sánh kết quả thu được với nghiên cứu của Lê Ngọc Thạch và cộng sự (Hàm lượng tinh dầu lá tía tô Hóc Môn, thành phố Hồ Chí Minh đạt 0,22% sau 4,5 giờ chưng cất lôi cuốn 300 gam lá tía tô tươi/1200 ml nước) thì thấy thời gian chưng cất chỉ nhiều hơn 0,5 giờ nhưng hàm lượng tinh dầu lá tía tô Quảng Nam thu được cao gấp 2,91 lần tinh dầu lá tía tô Hóc Môn, thành phố Hồ Chí Minh khi tiến hành chưng cất lôi cuốn 100 gam lá tía tô tươi/600 ml nước. Như vậy, lá tía tô Quảng Nam là nguồn nguyên liệu thu nhận tinh dầu khá hiệu quả.

3.2. Kết quả đánh giá chất lượng sản phẩm tinh dầu lá tía tô Quảng Nam

3.2.1. Các chỉ tiêu cảm quan, chỉ số hóa lý cơ bản của tinh dầu lá tía tô Quảng Nam

Kết quả xác định một số chỉ số hóa lý đặc trưng và đánh giá cảm quan tinh dầu lá tía tô được trình bày trên Bảng 3.

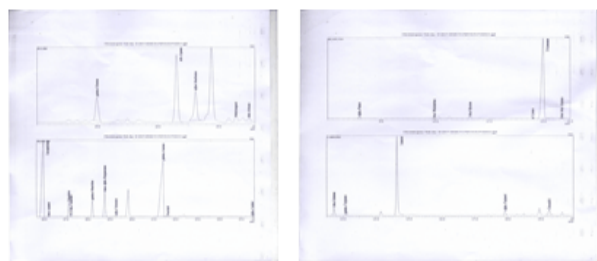
Bảng 3. Kết quả các chỉ số hóa lý và đánh giá cảm quan của tinh dầu lá tía tô Quảng Nam

STT	Các chỉ tiêu	Kết quả	Guenther [5]
1	Chỉ số khúc xạ, n_D^{20}	1,4960	1,4917 - 1,5018
2	Tỉ trọng, d_{20}^{20}	0,9097	0,9230 - 0,9380
3	Chỉ số acid (mg KOH/g)	0,64	1,00 - 1,50
4	Chỉ số este (mg KOH/g)	41,09	38,50 - 39,00
5	Đánh giá cảm quan	Chất lỏng dễ bay hơi, trong suốt, màu vàng nhạt. Có mùi thơm đặc trưng và có vị cay.	

Từ kết quả ở Bảng 3, cho thấy sản phẩm tinh dầu lá tía tô Quảng Nam thu được có chất lượng tương đối tốt. So sánh kết quả thu được với các nghiên cứu của Guenther [5] thì thấy tất cả các chỉ số đều khá phù hợp.

3.2.2. Thành phần hóa học của tinh dầu lá tía tô Quảng Nam

Kết quả thành phần hóa học của tinh dầu lá tía tô Quảng Nam được trình bày trên Hình 1 và Bảng 4.



Hình 1. Sắc ký đồ GC tinh dầu lá tía tô

Bảng 4. Kết quả thành phần hóa học của tinh dầu lá tía tô Quảng Nam

STT	RT (phút)	Tên thành phần	Area (%)
1	8,60	Alpha-Pinene	0,21

2	9,80	Beta-Phellandrene	0,05
3	10,65	Beta-Myrcene	0,23
4	11,80	p-Cymene	0,01
5	11,98	d-Limonene	11,43
6	12,35	Trans-beta-Ocimene	0,11
7	12,70	Beta-Ocimene	0,07
8	13,07	Gamma-Terpinene	0,01
9	14,65	Linalool	0,76
10	17,92	Alpha-Terpineol	0,04
11	19,25	Citronellol	0,08
12	22,98	Gamma-Elemene	0,16
13	23,05	Alpha-Copaene	0,45
14	23,68	Alpha-Bourbonene	0,22
15	25,29	Methyleugenol	0,03
16	25,01	Delta-Selinene	0,02
17	25,92	Caryophyllene	33,88
18	26,21	Beta-copaene	0,09
19	27,15	Humulene	3,83
20	27,22	(E)-beta-Famesene	0,24
21	28,19	Gamma-Muurolene	4,58
22	28,75	Trans-alpha-Bergamotene	7,66
23	29,28	Alpha-Farnesene	0,26
24	31,35	Gamma-Asarone	35,12
25	32,65	Nerolidol	0,38
26	35,54	Alpha-Cadinol	0,06

Kết quả trong Hình 1 và Bảng 4 cho thấy, đã xác định được 26 cấu tử (99,98%) trong tinh dầu lá tía tô Quảng Nam. Trong đó, cấu tử chiếm hàm lượng cao nhất là Gamma-Asarone (35,12%), tiếp theo là Caryophyllene (33,88%), d-Limonene (11,43%), Trans-alpha-Bergamotene (7,66%), Gamma-Muurolene (4,58%), Humulene (3,83%). Đây là những chất có hoạt tính sinh

học rất cao và kết quả này phù hợp với các công bố về thành phần tinh dầu lá tía tô ở Việt Nam và trên thế giới [2, 3, 5, 6, 7, 10]. Trong phạm vi tham khảo và so sánh các tài liệu tra cứu thì thấy trong tinh dầu lá tía tô Quảng Nam xuất hiện 2 cấu tử mới có hàm lượng cao là Gamma-Asarone (35,12%) và Trans-alpha-Bergamotene (7,66%). Ngoài d-Limonene là cấu tử được sử dụng như thuốc trừ sâu thực vật, chất diệt côn trùng thì cấu tử mới chiếm hàm lượng cao nhất Gamma-Asarone là allylbenzene của propenylbenzene alpha-asarone (một loại dầu thơm dễ bay hơi, được sử dụng để diệt các loại sâu bệnh) [9]. Đây có thể coi là một phát hiện rất có giá trị trong vấn đề sử dụng tinh dầu tía tô làm chất kháng khuẩn sinh học diệt bọ cánh cứng trong bảo quản nông sản, điều này hoàn toàn phù hợp với thực tiễn khi trồng cây tía tô thì không cần sử dụng hóa chất bảo vệ thực vật.

4. Kết luận

Qua nghiên cứu đã khảo sát và tìm được điều kiện chưng cất tinh dầu lá tía tô Quảng Nam bằng phương pháp chưng cất lôi cuốn hơi nước, cho hàm lượng tinh dầu lá tía tô cao nhất (0,64%) với tỉ lệ rắn/lỏng = 100 g lá tía tô tươi/600 mL nước và thời gian chưng cất là 5 giờ. Tinh dầu lá tía tô Quảng Nam thu được có hương thơm đặc trưng và đạt các chỉ tiêu chất lượng để sử dụng trong thực phẩm. Thành phần chính của tinh dầu là Gamma-Asarone (35,12%), Caryophyllene (33,88%), d-Limonene (11,43%), Trans-alpha-Bergamotene (7,66%), Gamma-Muurolene (4,58%), Humulene (3,83%). Đây là những chất có hoạt tính sinh học rất tốt, cho thấy tinh dầu lá tía tô Quảng Nam có chất lượng và giá trị thương mại cao.

Tài liệu tham khảo

- [1] Baokang Huang et al (2011). Comparison of HS-SPME with hydrodistillation and SFE for the analysis of the volatile compounds of Zisu and Baisu, two varietal species of *Perilla frutescens* of Chinese origin. *Food Chemistry*, Vol.125(1), 268-275.
- [2] Başerl. K.H.C et al (2003). Composition of the essential oil of *Perilla frutescens* (L.) Britton from Turkey. *Flavour and Fragrance Journal*, Vol.18(2), 122-123.
- [3] Nguyễn Thị Hoàng Lan và cộng sự (2014). Nghiên cứu công nghệ trích ly tinh dầu từ lá tía tô. *Tạp chí Khoa học và Phát triển*, 12(3), 404-411.
- [4] Nguyễn Thị Hoàng Lan và cộng sự (2015). Khả năng kháng khuẩn của tinh dầu lá tía tô. *Tạp chí*

- Khoa học và Phát triển*, 13(2), 245-250.
- [5] Nguyễn Thị Mùi (2014). *Nghiên cứu công nghệ chưng cất tinh dầu lá tía tô*. Trường Đại học Nông Lâm, Đại học Thái Nguyên.
- [6] Lê Ngọc Thạch và cộng sự (1999). *Khảo sát tinh dầu tía tô*. Trường Đại học KHTN TP.HCM.
- [7] Vũ Hùng Thái (2009). *Khảo sát thành phần hóa học của cây tía tô Perilla frutescens Britton họ lamiaceae*. Trường Đại học KHTN TP.HCM.
- [8] Nguyễn Thọ và Phạm Ngọc Thạch (2008). *Kỹ thuật sản xuất tinh dầu*. NXB Bách khoa Đà Nẵng.
- [9] Lê Văn Vàng và cộng sự (2013). Thành phần hóa học và cấu hình của asarone trong dịch trích thân rễ cây thủy xương bồ (Acorus sp.). *Tạp chí Khoa học Trường Đại học Cần Thơ*, 27, 104-110.
- [10] Chun Xue You (2014). Chemical composition and insecticidal activities of the essential oil of Perilla frutescens (L.) Britt. Aerial parts against two stored product insects. *Eur Food Res Technol*, 481-490.
- [11] He-ci Yu et al (2010). Perilla: The Genus Perilla. *Taylor & Francis*, tr.206.

RESEARCH ON EXTRACTION AND DETERMINATION OF CHEMICAL COMPOSITION OF ESSENTIAL OIL FROM PERILLA LEAVES IN QUANG NAM

Abstract: Essential oil of the Perilla leaves in Quang Nam obtained via the steam distillation method with a proportion of fresh Perilla leaves (g) / water (ml) and distillation time already examined, which are 100 g of fresh Perilla leaves/600ml water and 5 hours of distillation time respectively. The chemical composition of the essential oil from Perilla leaves in Quang Nam is determined via the GC-MS method that includes 26 components (99,98%), among which the main components are Gamma-Asarone (35,12%), Caryophyllene (33,88%), d-Limonene (11,43%), Trans-alpha-Bergamotene (7,66%), Gamma-Murolene (4,58%), Humulene (3,83%). Of these, Gamma-Asarone (35,12%) and Trans-alpha-Bergamotene (7,66%) are new components found in the essential oil from Perilla leaves in Quang Nam.

Key words: essential oil from Perilla leaves; Perilla; steam distillation; Gamma-Farnesene; Caryophyllene; d-Limonene.