

THÀNH PHẦN HOÁ HỌC CỦA TINH DẦU LOÀI TIÊU GIÉ TRẦN (*Piper gymnostachyum* C. DC.) Ở VƯỜN QUỐC GIA PÙ MÁT

LÊ ĐÔNG HIẾU

Trường Đại học Y khoa Vinh

TRẦN ĐÌNH THẮNG

Trường Đại học Vinh

TRẦN MINH HỘI

Viện Sinh thái và Tài nguyên sinh vật,

Viện Hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam

Chi Hồ tiêu (*Piper* L.) có khoảng 2.000 loài, là cây thân thảo hoặc thân leo, phân bố chủ yếu ở các vùng nhiệt đới trên thế giới [10]. Việt Nam có 42 loài, phân bố khắp cả nước [4, 5]. Tiêu gié trần (*Piper gymnostachyum* C. DC.) phân bố ở Ninh Bình (Cúc Phương), Nghệ An (Pù Mát), Thừa Thiên Huế (Bạch Mã) và có ở Lào, Campuchia [4]. Nghiên cứu về tinh dầu trong chi *Piper* đã có một số công trình điển hình như của Nguyễn Xuân Dũng và cộng sự (1996) đã công bố loài *Piper lolot* có thành phần tinh dầu ở lá và cành là β -caryophyllene (26,1- 30,9%); ở rễ là bornyl acetate (10,0%) [3]. Tinh dầu từ lá của loài *Piper bavinum* C. DC. được công bố với các thành phần chính là bicyclogermacrene (10,6%), globulol (5,7%), ledene (5,1%), α -pinene (4,4%), viridiflorol (3,5%), terpinen-4-ol (3,2%) và α -gurjunene (3,0%) [7]. Trong bài báo này, bước đầu chúng tôi công bố thành phần hóa học tinh dầu loài Tiêu gié trần (*Piper gymnostachyum* C. DC.) phân bố ở Vườn Quốc gia Pù Mát.

I. VẬT LIỆU VÀ PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

Nguồn nguyên liệu: Lá, cành loài Tiêu gié trần (*Piper gymnostachyum* C. DC.) với số hiệu (LĐH 266) được thu hái ở Vườn Quốc gia (VQG) Pù Mát vào tháng 8 năm 2012. Tiêu bản của loài này đã được định loại và lưu trữ ở Phòng Tiêu bản thực vật, Viện Sinh thái và Tài nguyên sinh vật, Viện Hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam.

Tách tinh dầu: Lá, cành tươi (1kg) được cắt nhỏ và chưng cất bằng phương pháp chưng cất lôi cuốn hơi nước trong thời gian 3 giờ ở áp suất thường [2].

Phân tích tinh dầu: Hoà tan 1,5mg tinh dầu đã được làm khô bằng natrisunfat khan trong 1ml metanol tinh khiết loại dùng cho sắc ký và phân tích phổ.

Sắc ký khí (GC): Được thực hiện trên máy Agilent Technologies HP 6890N Plus gắn vào detector FID của hãng Agilent Technologies, Mỹ. Cột sắc ký HP-5MS với chiều dài 30mm, đường kính trong (ID) = 0,25mm, lớp phim mỏng 0,25 μ m đã được sử dụng. Khí mang H₂. Nhiệt độ buồng bơm mẫu (Kỹ thuật chương trình nhiệt độ-PTV) 250°C. Nhiệt độ detector 260°C. Chương trình nhiệt độ buồng điều nhiệt: 60°C (2 min), tăng 4°C/min cho đến 220°C, dừng ở nhiệt độ này trong 10 min.

Sắc ký khí-khối phổ (GC/MS): Sắc ký khí-khối phổ (GC/MS): Việc phân tích định tính được thực hiện trên hệ thống thiết bị sắc ký khí và phổ ký liên hợp GC/MS của hãng Agilent Technologies HP 6890N. Agilent Technologies HP 6890N ghép nối với Mass Selective Detector Agilent HP 5973 MSD. Cột HP-5MS có kích thước 0,25 μ m $\times$ 30m $\times$ 0,25mm và HP1 có kích thước 0,25 μ m $\times$ 30m $\times$ 0,32mm. Chương trình nhiệt độ với điều kiện 60°C/2 phút; tăng

nhệt độ 4°C/l phút cho đến 220°C, sau đó lại tăng nhiệt độ 20°/phút cho đến 260°C; với He làm khí mang.

Việc xác nhận các cấu tử được thực hiện bằng cách so sánh các dữ kiện phổ MS của chúng với phổ chuẩn đã được công bố có trong thư viện Willey/Chemstation HP [1, 6, 8, 9, 10].

II. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

Hàm lượng tinh dầu từ lá và cành Tiêu gié trần (*Piper gymnostachyum* C. DC.) ở VQG Pù Mát đạt 0,15% và 0,10% theo nguyên liệu tươi. Tinh dầu được phân tích bằng phương pháp sắc ký khí (GC) và sắc ký khí khối phổ (GC/MS). 60 hợp chất được xác định có trong tinh dầu từ lá (chiếm 96,38% tổng lượng tinh dầu). Các thành phần chính của tinh dầu là bicyclogermacrene (10,67%), bicycloelemene (9,85%) và τ -muurolol (6,75%). Các hợp chất có tỷ lệ thấp hơn là germacren D (5,80%), α -cadinol (5,64%), δ -cadinene (4,71%), β -caryophyllene (4,67%), calamenene (4,74%), linalool (4,41%), α -pinene (3,65%), limonene (3,01%). Từ tinh dầu ở cành đã xác định được 33 hợp chất (chiếm 98,97% tổng lượng tinh dầu). Thành phần chính của tinh dầu gồm: Limonene (33,62%), α -phellandrene (27,80%) và α -pinene (18,61%).

Bảng 1

Thành phần hóa học tinh dầu loài Tiêu gié trần (*Piper gymnostachyum* C. DC.) ở VQG Pù Mát

TT	Hợp chất	RI	Lá	Cành
1	α -thujene	930	0,21	0,32
2	α -pinene	939	3,65	18,61
3	Camphene	953	0,90	0,23
4	Sabinene	976	0,20	1,48
5	β -pinene	980	0,85	3,37
6	β -myrcene	990	0,33	2,90
7	α -phellandrene	1006	1,99	27,80
8	α -terpinene	1017	0,06	0,50
9	Limonene	1032	3,01	33,62
10	(Z)- β -ocimene	1043	0,41	-
11	(E)- β -ocimene	1052	0,43	1,08
12	γ -terpinene	1061	0,06	0,07
13	α -terpinolene	1090	0,19	0,43
14	linalool	1100	4,41	0,07
15	alloocimene	1128	0,21	0,06
16	camphor	1145	0,08	-
17	borneol	1167	0,04	-
18	terpinen-4-ol	1177	0,07	-
19	α -terpineol	1189	0,10	-

TT	Hợp chất	RI	Lá	Cành
20	Methyl salicylate	1197	0,02	-
21	p-cumenol	1201	0,21	-
22	chavicol	1249	1,07	-
23	Cis-geraniol	1258	0,02	-
24	2-decenal	1259	0,03	-
25	bomyl acetate	1289	0,26	0,03
26	bicycloelemene	1327	9,85	0,80
27	α -cubebene	1351	0,47	0,03
28	eugenol	1356	0,15	0,11
29	cyclosativene	1371	0,08	-
30	α -copaene	1377	1,77	0,10
31	β -bourbonene	1385	-	0,04
32	β -cubebene	1388	0,57	-
33	β -elemene	1391	1,95	0,21
34	Methyl eugenol	1407	0,25	0,26
35	dodecanal	1411	0,02	-
36	α -gurjunene	1412	1,80	-
37	β -caryophyllene	1419	4,67	1,88
38	aromadendrene	1441	0,97	-
39	α -humulene	1454	1,49	-
40	2,6-di-butyl-2,5-xyclohexadiene-1,4-dione	1472	2,63	-
41	germacren D	1485	5,80	0,53
42	α -amorphene	1485	1,36	0,22
43	β -selinene	1486	-	0,68
44	(+)-epi-bicyclosesquiphellandrene	1489	-	0,04
45	cadina-1,4-diene	1496	2,15	-
46	bicyclogermacrene	1500	10,67	1,02
47	α -muurolene	1500	0,19	-
48	cadina-4,9-diene	1523	-	0,03
49	δ -cadinene	1525	4,71	0,46
50	spathoulenol	1578	0,97	-
51	globulol	1585	2,56	-
52	viridiflorol	1593	1,97	-

TT	Hợp chất	RI	Lá	Cành
53	τ -muurolol	1646	6,75	-
54	α -cadinol	1654	5,64	0,51
55	calamenene	1702	4,74	-
56	Farnesol	1718	0,25	-
57	Farnesyl acetate	1726	0,08	-
58	benzyl benzoat	1760	0,08	-
59	Hexadecanoic acid	1770	0,05	-
60	Benzyl cinnamate	2096	0,02	-
61	Phytol	2125	0,02	-
62	1,2-benzenedicarboxylic acid	1917	0,25	0,25
63	9-Octadecenamide (Z) -	2398	0,29	1,24
64	13-docosenamide (Z)-	2499	2,35	-
Tổng			96,38	98,97

Ghi chú: RI: Retention Index on HP-5MS capillary column.

Qua bảng 1 cho thấy, trên cùng 1 cây thì sự tích lũy tinh dầu ở trong các bộ phận cũng khác nhau. Ở lá đã xác định được 60 hợp chất trong khi ở cành mới xác định được 33 hợp chất; thành phần chính cũng biến đổi như α -pinene ở lá chiếm 3,65% trong khi ở cành là 18,61%; ngoài ra các hợp chất khác cũng tương tự như α -phellandrene và limonene.

III. KẾT LUẬN

Hàm lượng tinh dầu từ lá và cành Tiêu gié trần (*Piper gymnostachyum*) ở VQG Pù Mát là 0,15% và 0,10% theo nguyên liệu tươi. 60 hợp chất được xác định có trong tinh dầu từ lá chiếm 96,38% tổng lượng tinh dầu. Các thành phần chính của tinh dầu là bicyclogermacrene (10,67%), bicycloelemene (9,85%) và τ -muurolol (6,75%). Từ tinh dầu ở cành đã xác định được 33 hợp chất chiếm 98,97% tổng lượng tinh dầu. Limonene (33,62%), α -phellandrene (27,80%) và α -pinene (18,61%) là các thành phần chính của tinh dầu.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- Adams R. P., 2001. Identification of Essential Oil Components by Gas Chromatography/Quadrupole Mass Spectrometry. Allured Publishing Corp, Carol Stream, IL, 456 p.
- Bộ Y tế, 1971. Dược điển Việt Nam. NXB. Y học, Hà Nội, tập 1: 733-734.
- Nguyen Xuan Dung, Le Thanh, Ta Thi Khoi, Piet A. Leclercq, 1996. Journal of Essential Oil Research, 8 (6): 649-652.
- Nguyễn Kim Đào, 2003. Danh lục các loài thực vật Việt Nam. NXB. Nông nghiệp, Hà Nội, tập 2: 115-122.
- Phạm Hoàng Hộ, 1999. Cây cỏ Việt Nam. NXB. Trẻ, Tp. Hồ Chí Minh, quyển 1: 288-301.
- Joulain D., Koenig W. A., 1998. The Atlas of Spectral Data of Sesquiterpene Hydrocarbons. E. B. Verlag, Hamburg, 658 pp.

7. Lesueur D., A. Bighelli, J. Casanova, Tran Minh Hoi, Tran Huy Thai, 2009. Journal of Essential Oil Research, 21 (1): 16-18.
8. Stenhagen E., S. Abrahamsson, F. W. McLafferty, 1974. Registry of Mass Spectral Data. Wiley, New York, 1654 pp.
9. Swigar A. A., R.m. Siverstein, 1981. Monoterpenes. Aldrich, Milwaukee, 130 pp.
10. Wu Z., Raven P. H. (eds), 1999. Flora of China, Science Press, Beijing, and Missouri Botanical Garden Press, St. Louis, USA, vol. 4: 110-131.

CHEMICAL COMPOSITION OF ESSENTIAL OIL OF THE *Piper gymnostachyum* FROM PU MAT NATIONAL PARK

LE DONG HIEU, TRAN DINH THANG, TRAN MINH HOI

SUMMARY

The content of the essential oil obtained from *Piper gymnostachyum* C. DC. (collected from Pumat National Park in August 2012), by steaming distillation was analyzed by Capillary GC and GC/MS methods which produced results of 0.15% and 0.1% respectively. 60 compounds in this essential oil were identified and are found to be equivalent to 96.38% of the compounds in the essential oil from the leaf of *Piper gymnostachyum*. The major components of the essential oil are bicyclogermacrene (10.67%), bicycloelemene (9.85%) and τ -muurolol (6.75%). 33 compounds were identified in the stems and are found to be equivalent to about 98.97% of the total composition of the oil. The major components of the essential oil were limonene (33.62%), α -phellandrene (27.80%) and α -pinene (18.61%)