

NGHIÊN CỨU CHIẾT TÁCH VÀ XÁC ĐỊNH XANTHONES TỪ VỎ QUẢ MĂNG CỤT (*GARCINIA MANGOSTANA* L.)

A STUDY ON THE EXTRACTION AND DETERMINATION OF XANTHONES
FROM THE MANGOSTEEN FRUIT (*GARCINIA MANGOSTANA* L.)

Đào Hùng Cường, Đỗ Thị Thuý Vân

Trường Đại học Sư phạm, Đại học Đà Nẵng

TÓM TẮT

Trong bài báo này chúng tôi đã xác định một số tính chất vật lý của vỏ măng cụt như: Độ ẩm = 4,3%; hàm lượng hữu cơ = 86,4%; hàm lượng kim loại nặng phù hợp với tiêu chuẩn của Bộ y tế áp dụng cho rau quả khô. So sánh điều kiện chiết và các yếu tố ảnh hưởng đến quá trình chiết xanthon trong dung môi etanol bằng hai phương pháp chưng cất và Soxhlet, đã đưa ra chưng cất là phương pháp chiết tối ưu. Một số xanthon: Garcinon D được xác định bằng phương pháp LC-MS và IR.

ABSTRACT

In this study, we determined some of physical properties of *Garcinia mangostana* pericarp such as humidity = 4,3%, organic content = 86,4%; and the metal amount which agrees with standard of Department of Health for dry fruits. By comparing extract condition and effective factors for extraction xanthon in ethanol by boil for a long time distillation and soxhlet extraction, we suggest that boil for a long time distillation is the best method. Some of xanthon which are Garcinon D were determined by LC-MS and IR methods.

1. Đặt vấn đề

Quả măng cụt (*Garcinia mangostana* L.) nổi tiếng không chỉ là “Nữ hoàng của trái cây” mà còn được sử dụng rộng rãi trong y học nhân gian của nhiều nước để chữa bệnh tiêu chảy, lỵ vàng da,...[1, 2]. Nghiên cứu hoá thực vật cho thấy quả măng cụt chứa các hidroxy- và prenyl xanthon, flavonoid, triterpenoid. Các hợp chất này thể hiện hoạt tính kháng khuẩn, kháng nấm, chống khối u, kháng virus,...đặc biệt là xanthon có đặc tính giúp vết thương mau lành, chống oxy hoá, giảm đau, kháng khuẩn [3, 4]. Khi được sử dụng với liều cao để đắp ngoài da của chuột, chất này đã không gây phản ứng phụ, trị được mụn và vết thương lành rất nhanh, xanthon diệt được các vi khuẩn như: tụ cầu vàng kháng penicillin hoặc methicillin, liên cầu khuẩn...[5]. Do vậy đã thu hút sự quan tâm của các nhà khoa học trên thế giới và ở Việt Nam.

Công trình nghiên cứu này thông báo sự chiết tách và xác định xanthon trong dung môi etanol từ vỏ quả măng cụt bằng phương pháp chưng cất và chiết soxhlet. Cấu trúc xanthon được xác định qua phân tích dữ liệu phổ LC-MS và phổ IR [6].

2. Thực nghiệm

Nguyên liệu được lấy từ vườn cây trái của tỉnh Tây Ninh thuộc miền Tây Nam

Bộ vào tháng 7 năm 2008. Quả măng cụt sau khi được hái về thì lấy sạch ruột bên trong, còn lại lớp vỏ măng cụt màu nâu thẫm. Sau đó rửa thật sạch lớp vỏ bên ngoài, phơi khô và xay thành bột. Bột vỏ măng cụt được bảo quản trong lọ để ở nơi khô ráo, thoáng mát trong phòng thí nghiệm. Tiến hành xác định độ ẩm và hàm lượng hữu cơ bằng phương pháp trọng lượng. Xác định hàm lượng một số kim loại bằng máy quang phổ hấp thụ nguyên tử AAS. Khảo sát ảnh hưởng của dung môi đến hiệu suất của quá trình chiết xanthones bằng phương pháp cảm quan và UV-VIS. Bằng cảm quan tiến hành như sau: Ngâm nguyên liệu lần lượt vào các dung môi chiết như etanol, axeton, etylaxetat. Sau đó quan sát màu sắc của dịch ngâm. Bằng phương pháp UV-VIS thì sau khi ngâm lần lượt trong các dung môi chiết như trên thì tiến hành lọc lấy dung dịch, đem pha loãng và tiến hành đo UV-VIS thu được giá trị mật độ quang. Sau khi chọn được dung môi chiết thì tiến hành chiết bằng phương pháp chưng cất và phương pháp chiết soxhlet. Khảo sát các điều kiện chiết như thời gian, tỷ lệ R/L và các yếu tố ảnh hưởng như nhiệt độ, môi trường để tìm ra phương pháp chiết xanthones từ vỏ măng cụt tối ưu nhất. Cấu trúc xanthones trong dịch chiết được xác định bằng phương pháp LC-MS và IR.

3. Kết quả và thảo luận

3.1. Một số tính chất vật lý

Kết quả khảo sát độ ẩm, hàm lượng hữu cơ và hàm lượng kim loại được thể hiện trong bảng 1.

Bảng 1. Độ ẩm, hàm lượng hữu cơ, hàm lượng kim loại trong vỏ măng cụt

| TCVL STT | Độ ẩm (%) | Hàm lượng hữu cơ (%) | TCVL Kim loại | m kim loại (mg/kg) |
|-----------------------|--------------|----------------------------|------------------|-----------------------|
| 1 | 4,4 | 85,54 | Zn ²⁺ | 19,8 |
| 2 | 4,2 | 86,17 | Cu ²⁺ | 15,6 |
| 3 | 3,8 | 87,51 | Pb ²⁺ | 1,58 |
| 4 | 5,1 | 87,54 | Fe ³⁺ | 33,3 |
| 5 | 4,0 | 87,50 | Na ⁺ | 280 |
| Kết quả trung bình | 4,3 | 86,85 | K ⁺ | 640 |

Độ ẩm trung bình trong vỏ măng cụt khô là 4,3%. Hàm lượng hữu cơ trung bình là 86,85 %. Hàm lượng các kim loại nặng trong bảng 1 phù hợp với tiêu chuẩn của Bộ Y tế nên không ảnh hưởng đến sức khỏe con người.

3.2. Khảo sát chọn dung môi chiết

Kết quả màu sắc và mật độ quang của các dịch ngâm trong các dung môi khác nhau được trình bày trong bảng 2.

Bảng 2. Màu sắc và mật độ quang của các dịch ngâm trong các dung môi khác nhau

| Dung môi | Bảng cảm quan | Bảng đo UV-VIS ($A(abs)$) |
|---------------|----------------|-----------------------------|
| Etyl axetat | Màu vàng nhạt | 2.121 |
| Axeton | Màu cam nhạt | 2.265 |
| Etanol | Màu cam | 2.377 |

Bảng cảm quan thì thấy cốc đựng dung môi etanol cho màu cam và theo kết quả đo UV-VIS thì mật độ quang ở cốc đựng dung môi etanol là lớn nhất từ đó cho thấy dung môi etanol là phù hợp nhất để chiết xanthones từ vỏ măng cụt.

3.3. Khảo sát điều kiện chiết đối với phương pháp chưng cất và chiết soxhlet

Kết quả khảo sát thời gian chiết, tỷ lệ R/L bằng phương pháp chưng cất và chiết soxhlet được thể hiện trong bảng 3.

Bảng 3. Thời gian chiết và tỷ lệ R/L bằng phương pháp chưng cất và chiết soxhlet

| Phương pháp | Phương pháp chưng cất | | | | Phương pháp chiết soxhlet | | | |
|-------------|-----------------------|-----------------|------------------|-----------------|---------------------------|-----------------|------------------|-----------------|
| | Thời gian chiết | | Tỷ lệ R/L | | Thời gian chiết | | Tỷ lệ R/L | |
| ĐK chiết | t (h) | m kết tủa (g) | Tỷ lệ R/L (g/ml) | m kết tủa (g) | t (h) | m kết tủa (g) | Tỷ lệ R/L (g/ml) | m kết tủa (g) |
| STT | | | | | | | | |
| 1 | 1 | 0,314 | 10/50 | 0,404 | 2 | 0,245 | 10/160 | 0,580 |
| 2 | 2 | 0,332 | 10/60 | 0,528 | 4 | 0,488 | 10/170 | 0,682 |
| 3 | 4 | 0,414 | 10/70 | 0,679 | 6 | 0,626 | 10/180 | 0,747 |
| 4 | 5 | 0,412 | 10/80 | 0,756 | 8 | 0,747 | 10/190 | 0,738 |
| 5 | 6 | 0,415 | 10/90 | 0,754 | 10 | 0,745 | 10/200 | 0,737 |

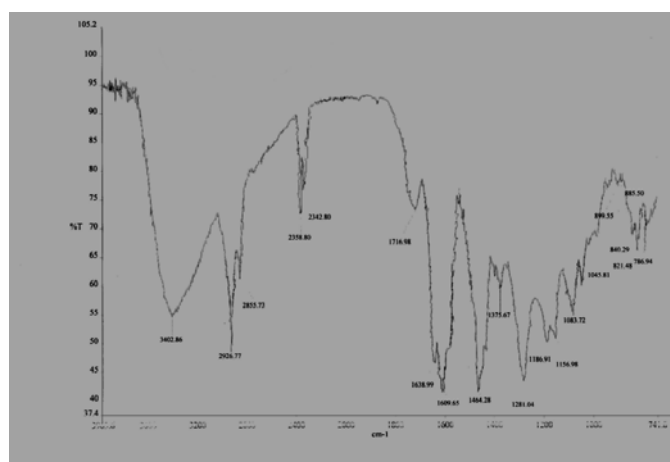
Đối với phương pháp chưng cất: Thời gian chiết tối ưu là 4h; tỷ lệ R/L tối ưu là 10/80 thu được khối lượng kết tủa là 0,414. Đối với phương pháp chiết soxhlet thì thời gian chiết tối ưu là 8h, tỷ lệ R/L tối ưu là 10/180 với lượng kết tủa thu được là 0,747. Như vậy, phương pháp chưng cất có hiệu quả chiết xanthones cao hơn.

3.4. Xác định cấu trúc các hợp chất chính trong dịch chiết từ vỏ măng cụt

3.4.1. Phổ IR

Phổ IR của xanthones được thể hiện trong hình 1.

Phân tích phổ IR ta xác định được các tần số dao động của các nhóm chức được trình bày trong bảng 4.



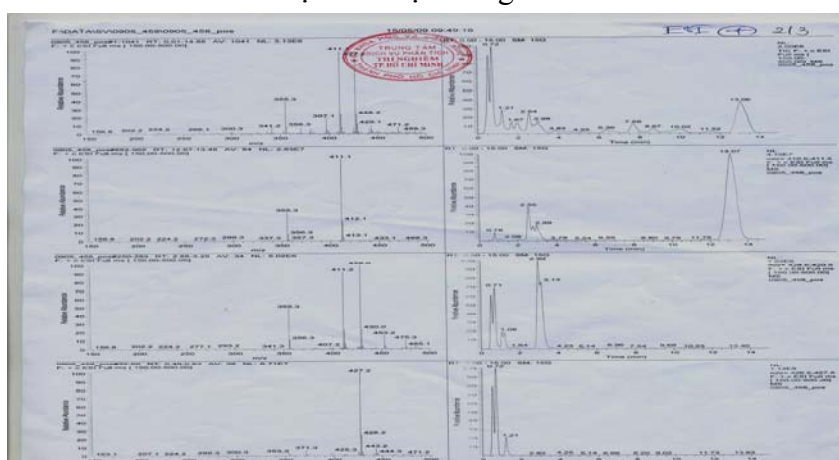
Hình 1. Phổ IR của xanthones

Bảng 4. Kết quả phổ IR

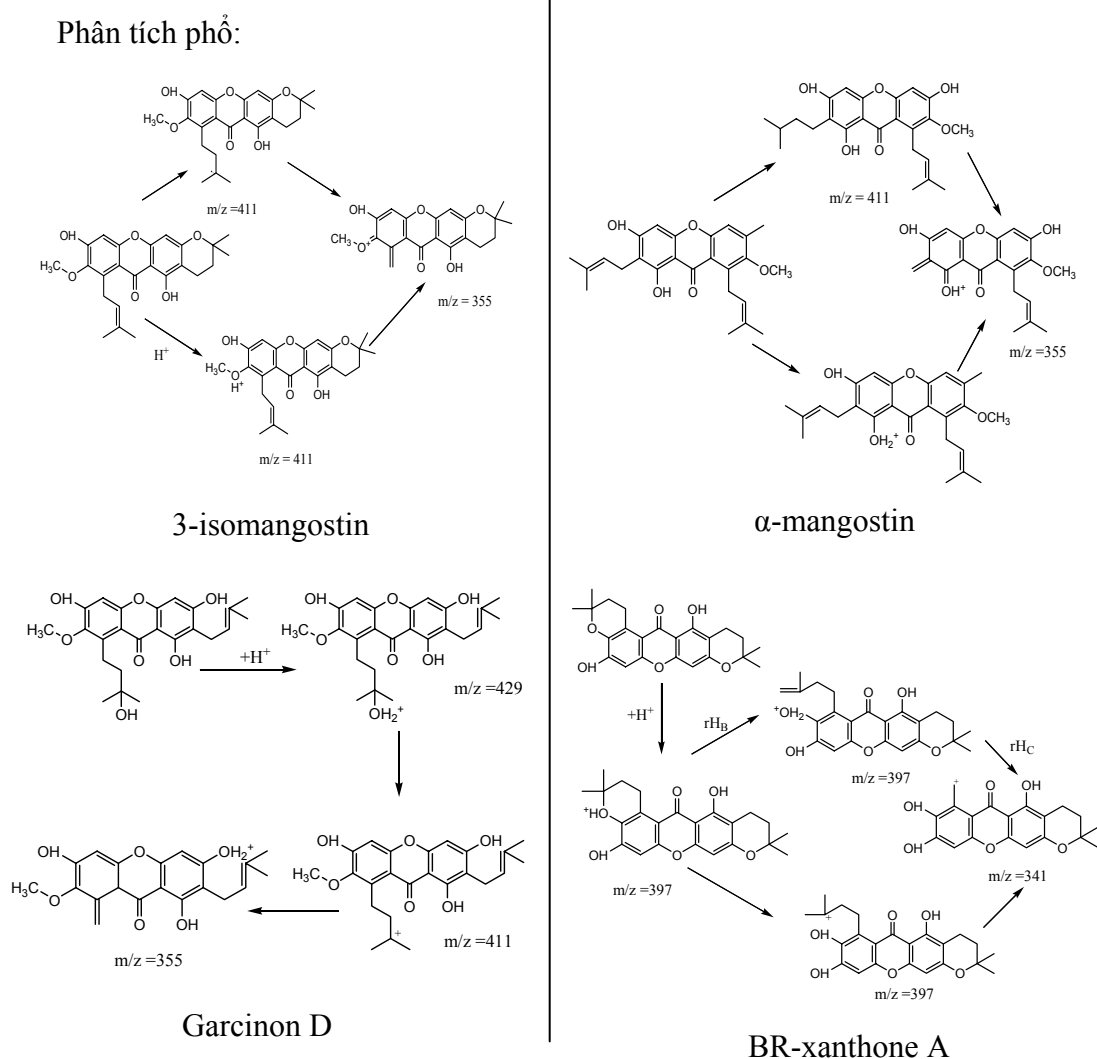
| Tần số (nm ⁻¹) | Loại nhóm chức | Tần số (nm ⁻¹) | Loại nhóm chức |
|----------------------------|---------------------------------------------------------|----------------------------|----------------------------|
| 3402 | - OH của phenol | 1716 | C=O |
| 2926 | - OH có liên kết H nội phân tử | 1609 | Nhân thơm |
| 2855 | -OCH ₃ , - CH ₂ ,-CH ₃ | 1638 | C=C liên hợp C=O |
| 1464 | Dao động biến dạng của anken δ _{CH} | 1375 | Dao động biến dạng của -OH |
| 1281,1045 | Liên kết =C-O-C | 1156,1083 | Liên kết -C-O-C |
| 899 | Nối đôi giữa mạch | 885,840 821,786 | Nhân thơm thế |

3.4.2. Phổ LC-MS

Phổ LC-MS của xanthones được thể hiện trong hình 2.



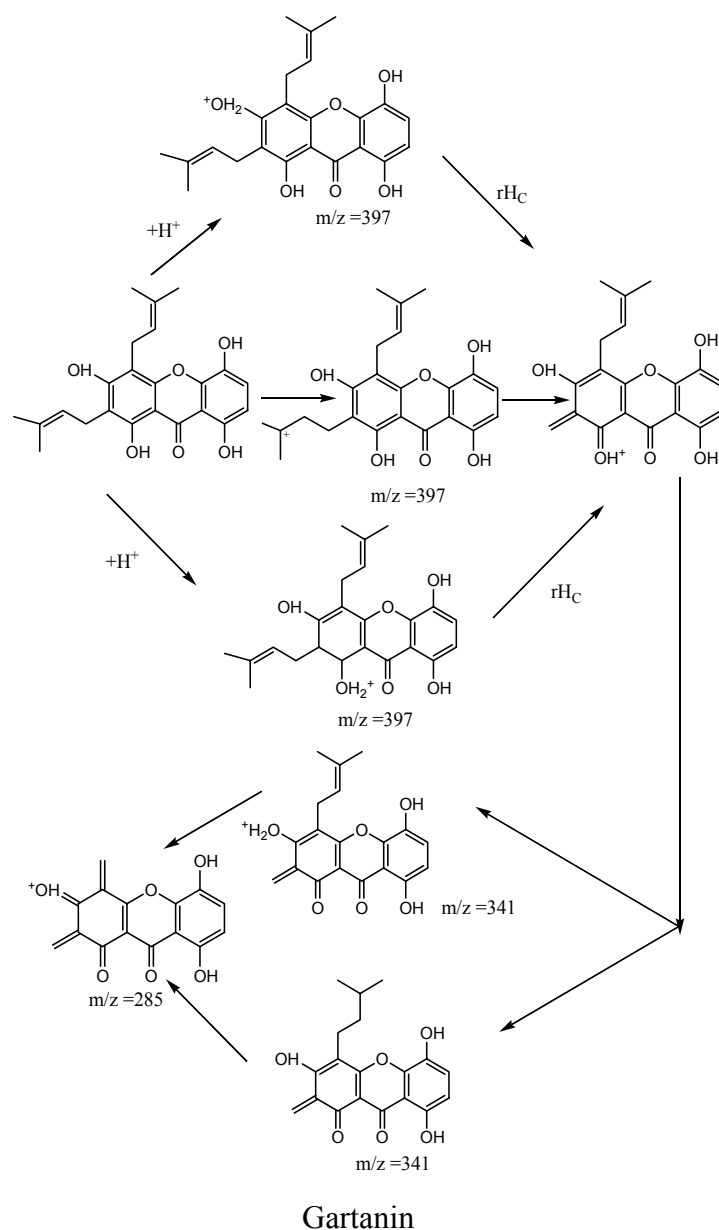
Hình 2. Phổ LC-MS của xanthones



Từ phổ LC-MS và dữ liệu trong thư viện chuẩn, qua phân tích chúng tôi định danh được những xanthonen có trong dịch chiết từ vỏ măng cụt bằng dung môi etanol trong bảng 5.

| STT | Thời gian lưu (t _r) | m/z | Định danh | Hàm lượng % |
|-----|---------------------------------|-------|---------------------|-------------|
| 1 | 13,58 | 397.1 | Gartanin | 5.0 |
| 2 | 13,58 | 397.1 | BR-xanthone A | 0.38 |
| 3 | 13,06 | 411.1 | 3-isomangostin | 2.47 |
| 4 | 13,07 | 411.1 | α -mangostin | 27.46 |
| 5 | 13,40 | 429.0 | Garcinon D | 1.29 |

Bảng 5. Kết quả phổ LC-MS



4. Kết luận

- Các tính chất vật lý: Độ ẩm = 4,3%; hàm lượng hữu cơ = 86,4%; hàm lượng kim loại nặng phù hợp với tiêu chuẩn của Bộ y tế áp dụng cho rau quả khô.

- Điều kiện chiết tối ưu: dung môi chiết tối ưu là etanol. Đối với dung môi etanol thời gian chiết tối ưu bằng phương pháp chưng cất là 4h và tỉ lệ R/L tối ưu là 10g nguyên liệu:80ml dung môi.

- Bước đầu xác định được năm dẫn xuất của xanthenes (Gartanin (5.0%), α -mangostin (27.46%), 3-isomangostin (2.47%), BR-xanthone A (0.38%), Garcinon D (1.29%)) trong dịch chiết vỏ măng cụt bằng dung môi etanol từ phổ IR và LC-MS.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1]. Đỗ Tất Lợi. *Những cây thuốc và vị thuốc Việt Nam*. Nhà xuất bản y học Hà Nội.
- [2]. *Cây thuốc và động vật làm thuốc ở Việt Nam* (Tập2). Nhà xuất bản khoa học và kỹ thuật.
- [3]. *Măng cụt* – Bách khoa toàn thư mở Wikipedia.
- [4]. Nguyễn Văn Đậu. *Phân lập sáu xanthones từ vỏ măng cụt*. Tạp chí hóa học, T.47 (4A), Tr.299-303, 2009.
- [5]. Sunit Suksamrarn, Narisara Suwannapoch, Piniti Ratananukul, Natana Aroonlerk, and Apichart Suksamararn. *Xanthones from the Green Fruit Hulls of Garcinia mangostana*. J. Nat. Prod. 2002, 65, 761-763.
- [6] Nguyễn Hữu Đĩnh, Trần Thị Đà. *Ứng dụng một số phương pháp phổ nghiên cứu cấu trúc phân tử*. Nhà xuất bản giáo dục-1999.