

KHẢO SÁT HÀM LƯỢNG RUTIN CÓ TRONG THÀNH PHẦN HOA HÒE Ở HUYỆN TIỀN HẢI, TỈNH THÁI BÌNH, BƯỚC ĐẦU ỨNG DỤNG THỬ NGHIỆM BÀO CHẾ TRÀ HẠ ÁP

THE SURVEY OF RUTINE CONTENT OF SOPHORAE JAPONICAE BUDS IN TIEN HAI DISTRICT, THAI BINH PROVINCE, FIRST STEP APPLICATION MANUFACTURED ANTIHYPERTENSIVE TEA

Lương Thị Hoa Mai^{1,*}, Vũ Thị Phương¹, Trần Thị Mến¹, Nguyễn Thành Nam¹, Nguyễn Việt Toan¹, Nguyễn Thị Thanh Mai²

TÓM TẮT

Hàm lượng Rutin trong cặn chiết của nụ hoa hòe khô được trồng trên địa bàn huyện Tiền Hải, tỉnh Thái Bình được khảo sát và định lượng bằng phương pháp phân tích hiện đại. Kết quả cho thấy, nụ hoa hòe khô sau khi chiết với hai loại dung môi Ethyl Acetat và nước nóng đã được phân tích bằng phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao (HPLC), có hàm lượng Rutin lần lượt 71,87% và 69,38%. Bào chế thành công trà hạ áp đạt các tiêu chuẩn theo TCVN 11776-15:2017 và Quyết định số 46/2007/QĐ-BYT ngày 19/2/2007 của Bộ Y tế như hàm lượng tro trung bình 4,9188%, độ ẩm trung bình 4%, hàm lượng kim loại nặng không vượt quá quy định cho phép.

Từ khóa: Rutin, nụ hoa hòe, Tiền Hải, Thái Bình.

ABSTRACT

The content of Rutine in crude extract of *Styphnolobium japonicum* (L.) Schott planted at Tien Hai, Thai Binh was studied and quantified by modern analytical methods. As the result, dried *Styphnolobium japonicum* (L.) Schott flower buds which were extracted with Ethyl Acetate and hot water, analyzed by High Pressure Liquid Chromatography (HPLC) and showed the result had respectively 71.87% and 69.38% of Rutine in its component. Successfully manufactured antihypertensive tea meets the standards of TCVN 11776-15: 2017 and the Decision No. 46/2007/QĐ-BYT dated February 19, 2007 of the Ministry of Health as the average ash content of 4.9188%, moisture content of 4% on average, heavy metal content does not exceed the allowed level.

Keywords: Rutine, *Styphnolobium japonicum* (L.) Schott flower buds, Tien Hai, Thai Binh.

¹Lớp CNH2 - K12, Khoa Công nghệ Hóa, Trường Đại học Công nghiệp Hà Nội

²Khoa Công nghệ Hóa, Trường Đại học Công nghiệp Hà Nội

*Email: viettoan1997na@gmail.com

1. MỞ ĐẦU

Cây hoa hòe là loài cây thân gỗ, cao trung bình, thân thẳng và chòm lá tròn, cành nhỏ cong queo, nhánh của cây cũng rất nhỏ và mềm [1]. Cây hoa Hòe phân bố chủ yếu tại những quốc gia có khí hậu cận nhiệt và khí hậu nhiệt đới và được nhiều nơi như: Trung Quốc, Bắc Mỹ, Nhật Bản,... trồng nhiều để dùng làm thuốc. Ở Việt Nam, cây hoa Hòe

được trồng ở nhiều tỉnh như: Thái Bình, Hải Phòng, Ninh Bình, Nghệ An và các tỉnh Tây Nguyên [2]. Nụ hòe có vị đắng, tính bình có tác dụng hạ áp rất tốt. Về mặt hóa học, cặn chiết từ nụ hòe khô có thành phần chính là Rutin. Rutin là một vitamin P có tác dụng ngăn cản sự phá hủy của aderlin trong cơ thể con người, tăng cường sức bền của mao mạch [1].

Do các tính chất đáng quý trên, cây Hòe đã được nhân giống và trồng ở nhiều nơi. Đến nay, có nhiều công trình nghiên cứu trong nước và ngoài nước nghiên cứu về hàm lượng của Rutin. Trong bài báo này, chúng tôi mở rộng quy mô nghiên cứu về loại cây hòe và thông báo về hàm lượng Rutin có trong nụ Hòe được trồng trên địa bàn huyện Tiền Hải tỉnh Thái Bình đồng thời nghiên cứu bào chế trà hạ áp.

2. PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

2.1. Các phương pháp xử lý mẫu

Mẫu nụ hòe được thu mua tại địa bàn huyện Tiền Hải, tỉnh Thái Bình vào tháng 10 năm 2019.

Nụ hòe tươi sau khi thu mua được sấy khô ở 60°C.

Cặn chiết thu được từ dịch chiết etyl axetat và dịch chiết nước nóng bằng cách chiết ngâm có hỗ trợ của bể rung siêu âm và cô quay loại dung môi dưới áp suất giảm.

2.2. Các phương pháp phân tích

Hai mẫu cặn chiết được đem phân tích bằng phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao HPLC. Phép đo thực hiện trên máy Agilent Technologies HPLC 1260 sử dụng detector UV bước sóng $\lambda_{max} = 350\text{nm}$, cột Eclipse XDB - C18 (4,6mm x 150mm, cỡ hạt 5 μm), lượng mẫu bơm 20 μl .

Mẫu nụ hòe sấy khô được đem đi khảo sát hàm lượng ẩm, hàm lượng tro và hàm lượng ion kim loại nặng.

3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

3.1. Hàm lượng Rutin có trong cặn chiết etyl axetat và nước nóng

Các mẫu rutin chuẩn mua từ hãng Sigma-Aldrich của Mỹ độ tinh khiết lên tới 99,99% được sử dụng xây dựng đường chuẩn với các nồng độ 20, 40, 80, 200, 400 $\mu\text{g}/\text{mL}$

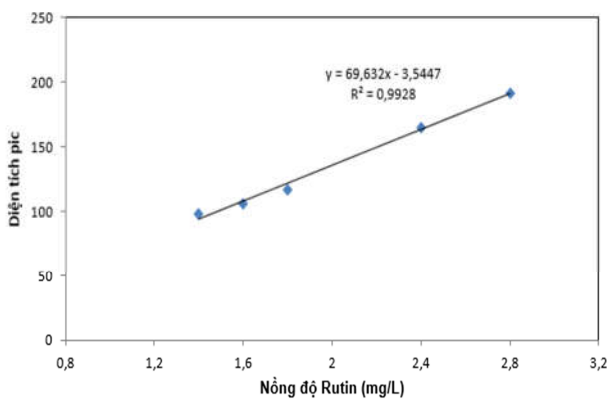
được tiến hành phân tích HPLC. Từ sắc ký đồ nhận được từ phép phân tích HPLC tổng hợp được bảng diện tích peak tương ứng với các nồng độ Rutin.

Kết quả diện tích peak với từng nồng độ Rutin tương ứng thể hiện trong bảng 1.

Bảng 1. Diện tích peak tính toán được từ phương pháp HPLC tương ứng với từng nồng độ Rutin

| Nồng độ Rutin (µg/ml) | Diện tích peak |
|-----------------------|----------------|
| 20 | 326,82 |
| 40 | 620,80 |
| 80 | 1457,04 |
| 200 | 3607,91 |
| 400 | 7143,80 |

Từ kết quả trên, đồ thị đường chuẩn thể hiện sự phụ thuộc của diện tích peak vào nồng độ rutin được chỉ ra trên hình 1.



Hình 1. Đồ thị đường chuẩn thể hiện mối quan hệ giữa diện tích peak và nồng độ rutin

Từ đồ thị có thể thấy sự phụ thuộc tuyến tính của diện tích peak vào nồng độ của chất chuẩn. Phương trình hồi quy thu được từ đồ thị là:

$$y = 69,632x - 3,5447$$

Trong đó:

y là diện tích peak của Rutin trên sắc ký đồ HPLC;

x là nồng độ của Rutin trong mẫu phân tích.

Hệ số tương quan của phương trình $R^2 = 0,9928$ cho thấy độ tin cậy cao của phương trình hồi quy.

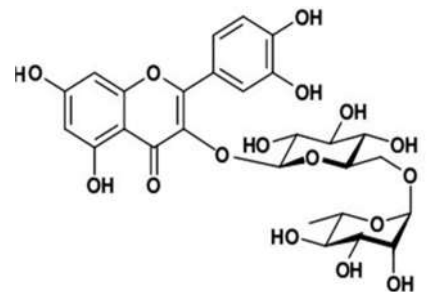
Mẫu cận chiết trong etyl axetat (mẫu 1) và nước nóng (mẫu 2) được phân tích HPLC nhận được bảng hàm lượng Rutin có trong từng mẫu. Kết quả nhận được thể hiện trong bảng 2.

Bảng 2. Nồng độ và hàm lượng Rutin có trong 2 mẫu cận chiết

| Mẫu rutin (g) | Diện tích peak | Nồng độ rutin theo đường chuẩn (µg/ml) | Rutin có trong mẫu | Hàm lượng (%) |
|----------------|----------------|--|--------------------|---------------|
| Mẫu 1 (0,0566) | 138,09 | 2,034 | 0,0407 | 71,87 |
| Mẫu 2 (0,0589) | 138,73 | 2,043 | 0,0409 | 69,38 |

Kết quả thu được từ phép phân tích HPLC cho thấy hàm lượng Rutin trong mẫu cận chiết trong 2 cận chiết đều khá cao (71,87% và 69,38%). Trong khi đó, thành phần Rutin trong nụ hoa hòe theo vùng trồng trên địa bàn tỉnh Thái Nguyên 34,03%, thành phố Hà Nội 24,94%, tỉnh Đắk Lắk 32,29 - 32,59%, Móng Cái - Nghệ An - Hòa Bình - Hưng Yên 30 - 31%. [3]. Sự khác nhau này có thể được giải thích do điều kiện khí hậu, thành phần đất, nước của các vùng khác nhau và cách chăm sóc, tưới tiêu của người dân các vùng khác nhau. Ngoài ra, việc thu hái ở các thời điểm khác nhau thì hàm lượng Rutin có trong nụ hoa hòe cũng khác nhau.

Rutine là một flavonoid, thuộc nhóm flavones. Cấu trúc có 2 nhóm -OH phenolic tự do. Theo Paris, Vairel thì rutine có hoạt tính vitamin P mạnh nhất. Theo Pawot cơ chế tác dụng của rutine là do nó có tác dụng ức chế sự phá hủy của adrenaline, adrenaline làm tăng sức chịu đựng của mao mạch do đó tăng sức bền mao mạch [8, 9].



Hình 2. Cấu trúc Rutine

3.2. Trà hạ áp

Tính chất cảm quan: Trà có vị ngọt thanh, hương thơm nhẹ, đặc trưng của các loài thảo mộc, màu đẹp.

Các dược liệu có trong trà gồm: hòe mễ, cúc hoa, hạ khô thảo, tam thất và cỏ ngọt.

Nhóm nghiên cứu sử dụng quy tắc phối trộn nguyên liệu dựa trên cơ sở các bài thuốc y học cổ truyền trong tài liệu tham khảo [4, 5] và dựa trên nguyên tắc tương đồng về mặt cấu trúc, kết hợp với nhau qua cầu nối liên kết hydro giữa các dị tố oxygen, nitrogen để hỗ trợ tăng dược lực và khả năng hòa tan dược chất mà không có phản ứng hóa học xảy ra.

3.3. Xác định các chỉ tiêu hóa lý của sản phẩm

Hình 3 ÷ 6 là kết quả khảo sát hàm lượng ẩm, hàm lượng tro, hàm lượng ion kim loại nặng, hàm lượng kim loại nặng trong sản phẩm bào chế được.

Bảng 3. Kết quả khảo sát hàm lượng ẩm

| STT | m ₀ (g) | m ₁ (g) | m ₂ (g) | W (%) |
|------------------|--------------------|--------------------|--------------------|-------|
| 1 | 25,045 | 0,999 | 26,366 | 3,8 |
| 2 | 21,828 | 0,997 | 22,792 | 4 |
| 3 | 25,614 | 1 | 26,574 | 4,3 |
| 4 | 25,853 | 1,001 | 28,820 | 4,1 |
| 5 | 25,788 | 1 | 26,760 | 3,8 |
| Độ ẩm trung bình | | | | 4 |

Bảng 4. Kết quả khảo sát hàm lượng tro

| STT | m ₀ (g) | m ₁ (g) | m ₂ (g) | W (%) |
|--------------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------|
| 01 | 25,045 | 0,999 | 25,417 | 1,2 |
| 02 | 21,828 | 0,997 | 21,891 | 6,3 |
| 03 | 25,614 | 1 | 25,662 | 4,8 |
| 04 | 25,853 | 1,001 | 25,913 | 5,994 |
| 05 | 25,788 | 1 | 25,651 | 6,3 |
| Hàm lượng tro trung bình | | | | 4,9188 |

Bảng 5. Kết quả khảo sát hàm lượng ion kim loại nặng theo % và ppm

| STT | Chỉ tiêu | Đơn vị | Kết quả |
|-----|----------|--------|---------|
| 01 | Mg | % | 30,5 |
| 02 | P | % | 7,6 |
| 03 | K | % | 20,5 |
| 04 | Ca | % | 7,1 |
| 05 | Fe | ppm | 140 |
| 06 | Mn | ppm | 59 |
| 07 | Zn | ppm | 224,7 |
| 08 | Sr | ppm | 67,7 |

Bảng 6. Kết quả khảo sát hàm lượng kim loại nặng theo mg và ppm

| STT | Chỉ tiêu | Đơn vị | Kết quả |
|-----|----------|--------|---------|
| 01 | Mg | mg | 1522,8 |
| 02 | P | mg | 380,5 |
| 03 | K | mg | 1029 |
| 04 | Ca | mg | 353 |
| 05 | Fe | ppm | 700 |
| 06 | Mn | ppm | 295 |
| 07 | Zn | ppm | 591,77 |
| 08 | Sr | ppm | 338,5 |

4. KẾT LUẬN

Qua nghiên cứu, nhóm tác giả đã:

+ Xác định được hàm lượng Rutin trong nụ hòe khô chiếm khá cao (71,87% và 69,38 %), có thể trồng và phát triển mẫu hòe này để phục vụ chiết xuất Rutin.

+ Bào chế thành công trà hạ áp.

+ Xác định hàm lượng ẩm 4%, hàm lượng tro gần 5% và hàm lượng ion kim loại nặng thỏa mãn tiêu chuẩn Việt Nam.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1]. Đỗ Tất Lợi, 2006. *Những cây thuốc và vị thuốc Việt Nam*. NXB Y học Hà Nội.
- [2]. Võ Văn Chi, 1996. *Từ điển cây thuốc Việt Nam*. NXB Y học Hà Nội.
- [3]. Nguyễn Thị Thu Huyền, 2010. *Khảo sát nguồn nguyên liệu nghiên cứu nâng cao hiệu suất tách chiết và chất lượng Rutin từ nụ hoa hòe Việt Nam*. Luận án Tiến sĩ.
- [4]. Ngô Tinh, Trần Vũ Phi. *Toàn bộ những phương pháp bí truyền dân gian Trung Hoa*. NXB Đà Nẵng.
- [5]. Hy Lân Hoàng Văn Vinh. *Cây thuốc vị thuốc Đông Y*. NXB Hà Nội.
- [6]. Cục quản lý Y dược cổ truyền, Bộ Y tế, 2007. *Tiêu chuẩn Việt Nam*.
- [7]. Cục quản lý Y dược cổ truyền, Bộ Y tế, 2017. *Tiêu chuẩn Việt Nam*.
- [8]. E. B. J. L. T. M. L Paniwnyk, 2001. *The extraction of rutine from flower buds of Sophora japonica*.
- [9]. SI Balbaa, AY Zaki, AM El Shamy, 1974. *Total Flavonoid and Rutine Content of the Different Organs of Sophora japonica L. s.l.* Journal of Association of Official Analytical Chemists.
- [10]. Z. V. C. É. H. M. Malagutti AR, 2006. *Determination of Rutine in Green Tea Infusions Using Square-Wave Voltammetry with a Rigid Carbon-Polyurethane Composite Electrode*.