

NGHIÊN CỨU THÀNH PHẦN HÓA HỌC CAO CHIẾT CÂY HÀM ẾCH (*SAURUSUS CHINENSIS* (LOUR.) BALL.) THU HÁI Ở TỈNH NINH BÌNH

STUDY ON THE CHEMICAL COMPOSITION OF THE EXTRACT
OF *SAURUSUS CHINENSIS* (LOUR.) BALL. FROM NINH BINH PROVINCE

Nguyễn Thị Hương^{1,*}, Lê Thế Hoài¹, Nguyễn Thị Thanh Mai¹,
Bùi Thị Thu Trang¹, Nguyễn Minh Việt¹,
Nguyễn Thị Mỹ Duyên², Đinh Phương Bình²

DOI: <https://doi.org/10.57001/huih5804.2025.396>

TÓM TẮT

Cây hàm ếch là một loại thực vật quý chứa nhiều hợp chất có hoạt tính sinh học quý thuộc các nhóm: lignan (sauchinone, saucerneol D, manassantin A, B), các steroid, terpenoid (β -caryophyllene, Humulene, Germacrene D) và đặc biệt nhóm flavonoid (quercetin, kaempferol, rutin, hyperoside, isoquercitrin) được đánh giá là có khả năng chống oxy hóa mạnh mẽ, giúp bảo vệ cơ thể khỏi tác động của các gốc tự do và hỗ trợ phòng ngừa nhiều bệnh lý mãn tính như tim mạch, ung thư và viêm nhiễm. Nghiên cứu này tiến hành xác định thành phần hóa học các chất trong cây Hàm ếch thu hái tại huyện Nho Quan (cũ), tỉnh Ninh Bình. Kết quả thu được trong tinh dầu Hàm ếch chứa 30 hợp chất trong đó hàm lượng myristicin cao nhất chiếm 15,32%. Kết quả định tính cao chiết cây Hàm ếch cho thấy sự có mặt của các nhóm chất như: flavonoid, anthocyanin, coumarin, saponi steroid, saponi triterpenoid và chrysophanic. Từ thân và lá cây Hàm ếch đã phân lập được hợp chất quercetin và chứng minh cấu trúc sản phẩm bằng các phương pháp phổ hiện đại như ¹H-NMR, ¹³C-NMR.

Từ khóa: Cây hàm ếch, tinh dầu, quercetin.

ABSTRACT

Saururus chinensis is a precious plant containing numerous bioactive compounds belonging to valuable groups such as lignans (sauchinone, saucerneol D, manassantin A, B), steroids, terpenoids (β -caryophyllene, humulene, germacrene D), and especially flavonoids (quercetin, kaempferol, rutin, hyperoside, isoquercitrin), which are recognized for their potent antioxidant properties. These compounds help protect the body from free radical damage and support the prevention of many chronic diseases, including cardiovascular disorders, cancer, and inflammation. This study aimed to identify the chemical constituents of *Saururus chinensis* collected in Nho Quan district, Ninh Binh province. This study aimed to identify the chemical composition of *Saururus chinensis* essential oil and isolate quercetin from the stem and leaf extracts. The results revealed that the essential oil contains 30 compounds, with myristicin being the most abundant at 15.32%. Qualitative analysis of the extract confirmed the presence of several bioactive groups, including flavonoids, anthocyanins, coumarins, steroid saponins, triterpenoid saponins, and chrysophanic acid. Furthermore, quercetin was successfully isolated from the stems and leaves of *Saururus chinensis*, and its structure was confirmed using modern spectroscopic methods such as ¹H-NMR and ¹³C-NMR.

Keywords: *Saururus chinensis*, essential oil, quercetin.

¹Trường Đại học Công nghiệp Hà Nội

²Sinh viên, Lớp 2021DHKTHH02, Trường Đại học Công nghiệp Hà Nội

*Email: huongnt1@hau.edu.vn

Ngày nhận bài: 13/8/2025

Ngày nhận bài sửa sau phản biện: 25/9/2025

Ngày chấp nhận đăng: 28/11/2025

1. GIỚI THIỆU

Cây Hàm ếch hay còn gọi là cây Tam Bạch Bảo (*Saururus chinensis* Baill, họ Lá giấp Saururaceae) phân bố tập trung ở các tỉnh vùng núi thấp, trung du và đồng bằng phía Bắc, là cây thuốc đã được sử dụng lâu đời và phổ biến trong cộng đồng ở nhiều nước phương Đông như: Trung Quốc, Việt Nam... để chữa nhiều chứng bệnh khác nhau, nổi bật là các bệnh ngoài da như: nhọt, viêm mủ da, eczema, lở loét...

Trên thế giới cho tới nay đã có nhiều nghiên cứu về thành phần hóa học và tác dụng dược lý của Hàm ếch cũng như các hoạt chất phân lập được có tác dụng sinh học như: chống viêm, bảo vệ gan, chống hen... Các nghiên cứu đã phân lập và xác định cấu trúc của nhiều hợp chất trong Hàm ếch thuộc các nhóm chất hóa học là: flavonoid, alkaloid, sterol, lignin, tamin và tinh dầu. Năm 1999, R. Li và cộng sự đã phân lập cao chiết ethanol từ phần trên mặt đất cây Hàm ếch thu được 8 chất trong đó aristolactam AII, daucosterol, quercetin, ellagic acid và corilagin lần đầu tiên được phân lập từ cây này [9]. Năm 2003, Hwang và cộng sự đã phân lập được sesquiterpene lignans, saucerneol D, saucerneol E và bốn lignans, manassantin A, manassantin B, (-)-saucerneol methyl ether, và (+)-saucerneol từ rễ cây Hàm ếch [7]. Nghiên cứu [13] đã tiến hành nghiên cứu thành phần hóa học dịch chiết ethanol, metanol phần thân cây hàm ếch. Qua đó chứng minh khả năng ngăn chặn sự hình thành iNOS và COX-2 trong đại thực bào RAW 264.7 kích thích bởi LPS trong dịch chiết ethanol. Năm 2013, Park G và cộng sự [11] tiến hành chiết 1,5kg phần thân và lá cây hàm ếch bằng dung dịch ethanol 80% thu được 100 gam cao chiết. Từ đó phân lập được 7 chất trong đó hợp chất SCF4 được xác định có khả năng chống viêm đại thực bào.

Ở Việt Nam cho tới nay, các nghiên cứu về cây Hàm ếch chủ yếu tập trung vào thành phần hóa học trong tinh dầu, tính đa dạng sinh học và một số tác dụng sinh học của loài này. Đỗ Ngọc Đài, Trần Đình Thắng [2] đã khảo sát thành phần hóa học tinh dầu cây Hàm ếch thu hái tại huyện Thọ Xuân, tỉnh Thanh Hóa. Kết quả thu được 40 hợp chất trong đó thành phần chính của tinh dầu hàm ếch thu hái tại đây là safrol (19%), myristicin (13,3) và γ -elemen (10,9%). Các nghiên cứu Trần Văn Ôn và cộng sự về tính đa dạng sinh học của cây Hàm ếch thu hái tại thành phố Hà Nội và 4 tỉnh Hòa Bình (cũ), Nam Định (cũ), Thái Nguyên và Hải Phòng. Nghiên cứu cũng chỉ ra thành phần hóa học và tác dụng sinh học phần trên mặt đất của cây Hàm ếch thu hái tại xã Hương Sơn - huyện Mỹ Đức -

thành phố Hà Nội (cũ). Kết quả thu được 26 chất, trong đó hai chất có thành phần chính trong tinh dầu Hàm ếch thu hái tại đây là myristicin (58,645%), có thời gian lưu là 19,166 phút và safrole chiếm (10,383%), có thời gian lưu là 15,266 phút [4].

Cho đến nay chưa có nghiên cứu nào đi sâu phân lập chất từ cao chiết cây Hàm ếch thu hái tại huyện Nho Quan, tỉnh Ninh Bình (cũ). Trong bài báo này, chúng tôi tập trung nghiên cứu phân lập hợp chất quercetin, một chất có khả năng kháng viêm cao. Bên cạnh đó, chúng tôi cũng xác định các thành phần hóa học trong tinh dầu cây Hàm ếch được trồng tại tỉnh này góp phần làm phong phú hơn các nghiên cứu về loài cây này tại các vùng miền khác nhau [1, 3].

2. NGUYÊN LIỆU VÀ PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

2.1. Nguyên liệu

Thân, lá cây Hàm ếch (*Saururus chinensis* (Lour.) Ball.) được thu hái tại xã Văn Phương, huyện Nho Quan, tỉnh Ninh Bình (cũ). Mẫu tiêu bản cây được lưu trữ tại Viện Sinh thái và Tài nguyên Sinh vật - Viện Hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam.

Xử lý mẫu nguyên liệu: Thân, lá cây Hàm ếch sau khi lấy mẫu được rửa sạch, hong khô, xay nhỏ và bảo quản trong bao bì kín nhiệt độ 4°C để phục vụ cho việc nghiên cứu.

Hóa chất: Các hóa chất sử dụng trong nghiên cứu: Ethanol, methanol, n-hexan, ethylaxetat, diclometan, n-butanol, natri hydroxide 10% (NaOH), amoniac (NH₃), Sắt (III) chloride (FeCl₃).

2.2. Phương pháp nghiên cứu

Các thí nghiệm được thực hiện tại Khoa Công nghệ Hóa - Trường Đại học Công nghiệp Hà Nội.

2.2.1. Quy trình tạo cao chiết loài hàm ếch

Thân, lá cây Hàm ếch sau khi loại bỏ các lá úa, rửa sạch, hong khô tự nhiên, nghiền nhỏ. Tiến hành ngâm chiết siêu âm bằng cồn thực phẩm theo tỷ lệ 1:3 trong khoảng thời gian 30 phút ở nhiệt độ 40°C (lặp lại quá trình này 3 lần). Phần dung dịch sau đó được cô quay bằng thiết bị cô quay Buchi - Thụy Sĩ ở 100mbar, nhiệt độ 50°C. Cao chiết sau đó được bảo quản trong ngăn mát tủ lạnh [5, 7].

2.2.2. Quy trình tách chiết, xác định thành phần các chất trong tinh dầu Hàm ếch

Thân, lá cây hàm ếch được xử lý sơ bộ như trên, sau khi nghiền nhỏ được cất cuốn hơi nước trong khoảng thời gian 3 giờ, để ngưng tách phần tinh dầu sau đó làm khan

bằng Na_2SO_4 , tiến hành chạy GC/MS tại Khoa Công nghệ Hóa - Trường Đại học Công nghiệp Hà Nội với các điều kiện sau để xác định thành phần các chất.

Máy sắc ký khí ghép nối khối phổ (GC/MS) 7890B-5977A của hãng Agilent Technologies, Mỹ

- Tốc độ dòng khí He: 1ml/min, cột HP5-MS (30m x 0,250mm x 0,25 μ m)

- Nhiệt độ Inlet: 280°C, tỉ lệ chia dòng là 40:1

- Nhiệt độ Inface của MS: 280°C

- Chương trình nhiệt độ cột: 40°C giữ 2 phút; tăng nhiệt độ đến 240 °C với tốc độ 8°C/min.

2.2.3. Định tính một số nhóm chất chính trong cao chiết loài hàm ếch [3, 8]

Cao chiết từ thân và lá cây hàm ếch được tiến hành các thí nghiệm nhận biết sơ bộ các nhóm chất chính:

Nhóm flavonoid:

Lấy khoảng 1ml dịch chiết cao Hàm ếch cho vào bình nón, sau đó cho thêm 10ml ethanol 90% lắc đều hỗn hợp sau đó tiến hành các phản ứng định tính:

Phản ứng với dung dịch kiềm

Lấy 1 - 2ml dịch lọc cho vào ống nghiệm, sau đó cho thêm 3 - 5 giọt NaOH 10%, lắc đều dung dịch, quan sát hiện tượng.

Phản ứng với hơi amoniac (NH_3)

Chuẩn bị 2 tờ giấy lọc được đánh số 1 và 2, mỗi tờ giấy lọc được nhỏ 2 - 3 giọt dịch lọc, để khô cả hai tờ giấy lọc. Đem tờ giấy số 1 đặt lên miệng lọ amoniac đặc đã được mở nút, sau đó quan sát hiện tượng, so sánh với tờ giấy lọc số 2 để thấy sự khác biệt.

Phản ứng với Sắt (III) chloride (FeCl_3)

Lấy 1 - 2ml dịch lọc cho vào ống nghiệm, sau đó cho thêm 3 - 5 giọt NaOH 10%, lắc đều dung dịch, quan sát hiện tượng.

Nhóm coumarin

Cân khoảng 1 - 2g bột cây hàm ếch cho vào bình nón, sau đó cho thêm 10ml ethanol 90%, đem bình nón có chứa cây và dung dịch ethanol đặt trên bếp từ đun cách thủy sôi trong 3 - 5 phút. Sau đó đem đi lọc qua giấy lọc có gấp nếp để thu dịch lọc.

Lấy 2 ống nghiệm được đánh số thứ tự là 1 và 2. Cho vào mỗi ống nghiệm 1ml dịch lọc.

Ống 1: cho thêm 0,5ml dung dịch NaOH.

Ống 2: giữ nguyên.

Đun sôi cả hai ống nghiệm, để nguội rồi quan sát hiện tượng.

Sau đó thêm vào 2 ống nghiệm mỗi ống 2ml nước cất. Lắc đều rồi quan sát.

Nếu xác định có coumarin trong dịch chiết thì sau khi cho thêm NaOH 10% trở nên đậm hơn, chuyển thành màu nâu.

Nhóm anthocyanin

Cân khoảng 0,5 cho tới 1g cây hàm ếch cho vào bình nón, sau đó cho thêm 10ml nước, đem bình nón có chứa dược liệu và nước đặt trên bếp từ đun sôi cách thủy trong 3 - 5 phút. Sau đó đem đi lọc qua giấy lọc có gấp nếp để thu dịch lọc.

Cho 1 - 2ml dịch lọc vào ống nghiệm, thêm từ 3 - 4 giọt dung dịch HCl 10% vào trong ống nghiệm, lắc đều và quan sát hiện tượng. Nếu có sự xuất hiện của anthocyanidin màu của dịch lọc chuyển dần từ màu vàng đậm sang màu nâu.

Cho 1 - 2ml dịch lọc vào ống nghiệm, thêm từ 3 - 4 giọt dung dịch NaOH 10% vào trong ống nghiệm, lắc đều và quan sát hiện tượng. Nếu có anthocyanidin dung dịch sẽ chuyển sang màu xanh lam hoặc xanh lục trong môi trường kiềm.

Nhóm saponi steroid và saponin triterpenoid

Cân 1 - 2g bột cây hàm ếch cho vào bình nón dung tích 100ml, thêm 50 - 80ml ethanol 30%, khuấy đều và đun trực tiếp trên bếp điện đến khi sôi. Lọc dung dịch đã được đun nóng qua giấy lọc vào trong bình gạn lấy dịch chiết, để nguội dung dịch.

Lấy 2 ống nghiệm được đánh số thứ tự là 1 và 2. Cho vào mỗi ống nghiệm 1 - 2ml dịch lọc.

Ống 1: cho thêm 5ml dung dịch NaOH 0,1N.

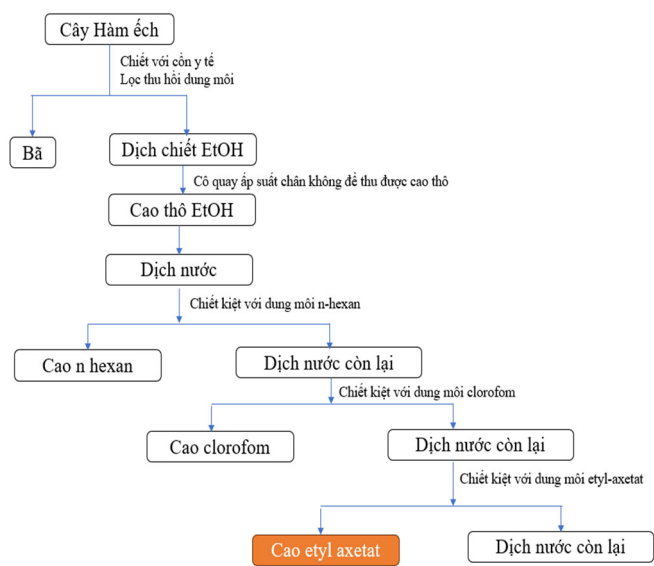
Ống 2: cho thêm 5ml dung dịch HCl 0,1N.

Lắc đều 2 ống cùng lúc và quan sát chiều cao bọt của 2 ống nghiệm.

Nếu chiều cao ống 1 cao hơn ống 2 thì sơ bộ xác định được có mặt của saponi steroid.

2.2.4. Phân lập quercetin từ cao chiết loài hàm ếch.

Cao chiết ethanol hòa tan trong nước sau đó tiến hành chiết lần lượt với dung môi hữu cơ có độ phân cực tăng dần, n-Hexan, điclorometan và etyl axetat. Dịch chiết sau khi tiến hành tách khỏi pha nước sẽ được cất loại dung môi hữu cơ bằng thiết bị cô quay chân không thu được cao chiết tương ứng: cao n-hexan, cao điclorometan và cao etyl axetat. Phần dịch nước cất loại dung môi thu hồi được cạn nước.

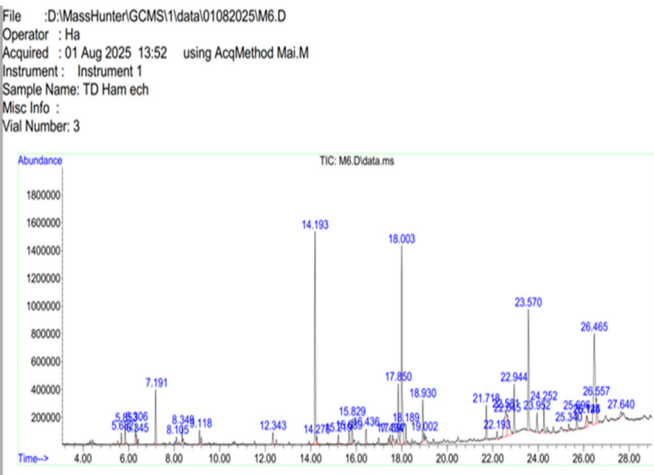


Hình 1. Sơ đồ quy trình tạo cao chiết ethyl axetat

500g Hàm ếch được ngâm chiết với EtOH 96°, dịch trích ly được thu hồi và cất thu hồi dung môi dưới áp suất giảm thu được 65g cao EtOH. Từ 65g cao thô EtOH hòa tan trong 300ml nước cất. Tiến hành chiết lần lượt với n-hexan, (chiết 3 lần, mỗi lần 300ml). Phần nước tiếp tục chiết với ethylaxetat (chiết 3 lần, mỗi lần 300ml). Dịch chiết ethylaxetat sau 3 lần chiết được gom lại và cất quay dưới áp suất giảm để loại bỏ dung môi thu được 5,9g. Cao ethylaxetat được đưa lên sắc ký cột silica gel, rửa giải bằng hệ dung môi với độ phân cực tăng dần từ n-hexan đến MeOH thu được 18 phân đoạn. Phân đoạn 17 được kết tinh và rửa trong ethanol thu được hợp chất B.HE2 (35mg).

3. KẾT QUẢ KHẢO SÁT

3.1. Kết quả phân tích thành phần hóa học trong tinh dầu hàm ếch



Hình 2. Kết quả chạy GC/MS tinh dầu Hàm ếch

Kết quả sau khi phân tích mẫu tinh dầu chiết xuất từ cây Hàm ếch tại huyện Nho Quan, tỉnh Ninh Bình (cũ) thu được 30 chất có hàm lượng lớn hơn 0,5% với thời gian lưu thể hiện trong hình 2.

Thành phần hóa học của tinh dầu được nhóm nghiên cứu phân tích, so sánh định danh như trong bảng 1 [2, 4].

Bảng 1. Thành phần hóa học các chất trong tinh dầu hàm ếch

STT	Thời gian lưu	Định danh	Hàm lượng
1	5,851	p-xylene	1,02
2	6,309	ethylbenzene	1,13
3	7,190	1R-alpha- Pinene	2,92
4	8,351	Propanoic acid, 3-ethoxy-, ethyl ester	0,71
5	9,118	Benzene, 1-methyl-4-(1-methylethyl)	0,78
6	12,345	1-Dodecene	0,73
7	14,194	Safrol	13,46
8	14,274	Tridecane	0,58
9	15,218	4-isopropyl-3,7-dimethyl-3a,3b,4,5,6,7-hexahydro-1h-cyclopenta [2,3] cyclopropa[1,2-a] benzene	0,57
10	15,687	Tricyclo [4.4.0.0(2,7)] dec-3-ene, 1,3-dimethyl-8-(1-methylethyl)-, st	0,74
11	15,830	1-Tetradecene	1,41
12	16,437	Bicyclo [7.2.0] undec-4-ene, 4,11,11-trimethyl-8-meth ylene-, [1R-(1R*,4E,9S*)]	1,03
13	17,850	Trimethyl [4-(2-methyl-4-oxo-2 pentyl) phenoxy] silane 4-(4-Hydroxyphenyl)-	4,16
14	18,004	1,3-benzodioxole, 4-methoxy-6-(2-propenyl) (Myristicin)	15,32
15	18,187	Naphthalene, 1,2,3,4,4a,7-hexahyd r o-1,6-dimethyl-4-(1-methylethyl)/cadina1,4 dien	1,24
16	18,931	1-hexadecene	2,38
17	21,718	1-octadecanol (rượu)	2,09
18	22,193	Cyclohexanol, 1-ethynyl-2-methyl-,cis	0,62
19	22,582	Rimuen	6,3
20	22,645	4-(2-Fluorenylazo)-m-cresol	3,94
21	22,942	2-cyclohexen-1-one, 3,5,5-trimethyl	3,3
22	23,572	5,7-dimethyl-2-oxabicycl-9-en-8-one 2-pyrimidinone.	8,48
23	23,950	Dibutyl phthalate	1,63
24	24,253	5E)-5-Icosene	2,23
25	25,340	Cyclohexadecane	0,64

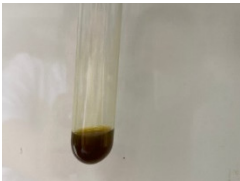
26	25,695	n-hexadecanoic acid	1,19
27	26,124	9,12,15 octadecatrienoic acid	1,02
28	26,467	1,2-Benzenedicarboxylic acid, bis(2-methylpropyl) ester	13,49
29	26,559	Octadec-1-ene / 5-icosene	2,29
30	27,640	1,2-Benzenedicarboxylic acid, bis(2-methylpropyl) ester	0,53

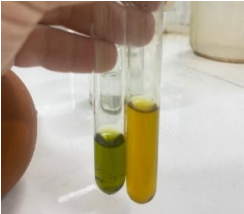
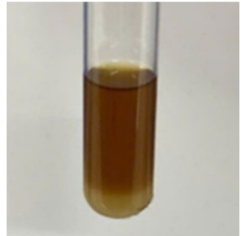
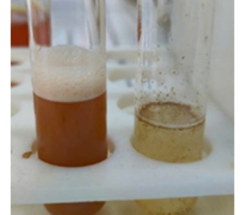
Bằng phương pháp phân tích sắc ký khí khối phổ đã xác định được 30 chất trong tinh dầu cây Hàm ếch thu hái tại huyện Nho Quan, tỉnh Ninh Bình (cũ). Trong đó, myristicin có hàm lượng lớn nhất chiếm 15,32%, safrol chiếm 13,46%. Theo kết quả nghiên cứu của Đỗ Ngọc Đài và Trần Đình Thắng [2], trong tinh dầu cây Hàm ếch thu hái tại tỉnh Thanh Hóa cho thấy hàm lượng myristicin chiếm 13,3%, safrol chiếm 19%. Trần Văn Ôn và cộng sự [4] khảo sát thành phần tinh dầu cây Hàm ếch tại xã Hương Sơn - huyện Mỹ Đức - thành phố Hà Nội, hàm lượng myristicin chiếm một tỷ lệ cao lên tới 58,645%, safrole chiếm (10,383%). Sự khác nhau này có thể tùy thuộc vào nơi sinh trưởng và điều kiện khí hậu, thổ nhưỡng hoặc do sự khác nhau về loài, thời điểm thu hái khác nhau.

3.2. Kết quả định tính các nhóm chất chính trong lá và thân cây hàm ếch

Sau khi tiến hành các thí nghiệm để khảo sát sự có mặt của các nhóm hợp chất có trong dịch chiết phần lá và thân cây hàm ếch, kết quả thu được thể hiện qua bảng 2.

Bảng 2. Kết quả định tính các nhóm chất chính trong cao chiết hàm ếch

Nhóm chất	Hiện tượng	Kết quả	Kết luận
Flavonoid	Dung dịch chuyển từ màu xanh sang màu nâu đất Thêm 1-2ml nước cất dd nhạt màu dần		++
	Phản ứng trên hơi amoniac đặc có màu đậm hơn		
	Dung dịch có màu xanh đen		

Anthocyanin	Dịch màu nhạt đi		---
	Dịch màu đậm lên		
Coumarin	Dd có màu vàng nâu		++
Chrysophanic	Lớp kiềm từ hồng chuyển dần sang nâu nhạt		+
Sơ bộ phân biệt Saponi steroid và saponi triterpenoid	Chiều cao bọt ống 1 lớn hơn ống 2		+

Chú thích: (-) Phản ứng âm tính; (+) Phản ứng dương tính; (++) Phản ứng dương tính rõ

Flavonoid là một trong những nhóm hợp chất polyphenol tự nhiên thường gặp trong thực vật có cấu trúc cơ bản là diphenylpropan ($C_6-C_3-C_6$). Khi tác dụng với dung dịch kiềm loãng tạo muối phenolat có màu nâu đất, riêng dẫn chất anthocyan có màu xanh, chalcone và auron có màu đỏ. Với hơi ammoniac khi nhỏ dịch chiết lên tờ giấy lọc, hơi trên miệng lọ ammoniac đặc, flavon, flavonol màu vàng của dịch chiết tăng lên, chalcone cho màu đỏ cam, anthocyanin cho màu xanh. Phản ứng tạo phức với muối Fe^{3+} cho màu xanh đen. Kết quả định tính đưa tới kết luận sơ bộ trong phần trên mặt đất của cây Hàm ếch có flavonoid. Trong khi đó nghiên cứu sơ bộ cho thấy sự vắng mặt của hợp chất anthocyanin hoặc hàm lượng quá nhỏ không thể phát hiện được bằng phương pháp định tính.

Coumarin là những dẫn xuất của α -pyron, thuộc nhóm hợp chất phenol, nhưng phần lớn nhóm OH phenol được

ether hóa bằng CH_3 hoặc mạch terpenoid. Khi phản ứng với dung dịch kiểm chuyển màu nâu rất rõ, chứng tỏ sự có mặt của coumarin trong loài cây này.

Nhờ cấu trúc có phần thân dầu và thân nước, saponin có khả năng tạo bọt, khả năng tạo bọt phụ thuộc vào phần genin, số và chiều dài mạch đường. Khi lắc với dung dịch NaOH, phần kỵ nước quy tụ vào trong bao bọc các bọt khí làm cột bọt dâng cao. Điều đó chứng tỏ trong dịch chiết cây Hàm ếch có chứa một lượng saponin.

3.3. Kết quả phân lập B-HE2 từ cao chiết loài hàm ếch

Tiến hành chạy sắc ký cột 5,9g cao chiết ethylaxetat bằng các hệ dung môi rửa giải có độ phân cực tăng dần: hệ dung môi n-hexan /etyl aetat từ tỷ lệ 100/0 đến tỷ lệ 0/100. Sau đó là etyl axetat/methanol từ tỷ lệ 100/0 đến tỷ lệ 75/25. Kết quả thu được 18 phân đoạn như bảng 3.

Gộp phân đoạn từ lọ 475-482 đem cô quay và tinh chế lại thu được hợp chất ký hiệu B-HE2.

Tiến hành xác định cấu trúc phân tử hợp chất B-HE2 bằng các phổ $^1\text{H-NMR}$ (600MHz, MeOD), Phổ $^{13}\text{C-NMR}$ (600Hz, MeOD).

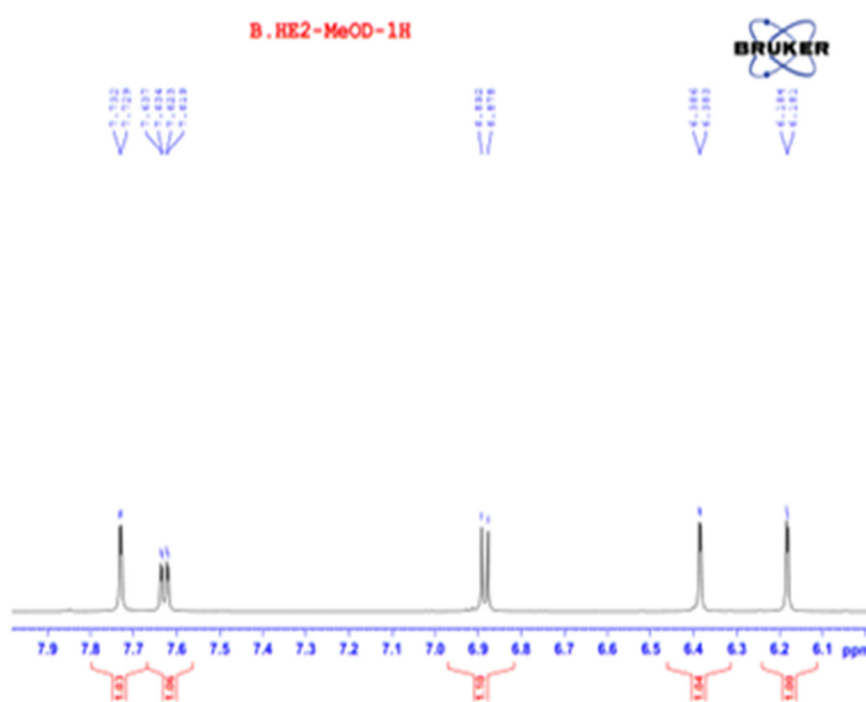
Bảng 3. Kết quả chạy các phân đoạn dịch chiết cây hàm ếch

STT	Hệ dung môi	Thể tích (ml)	Ống nghiệm
1	H 100%	800	5-15
2	H: E 90/10	600	52-60
3	H: E 80/20	600	81-85
4	H: E 70/30	500	102-106
5	H: E 60/40	600	143-147
6	H: E 70/30	600	161-167
7	H: E 60/40	600	198-202
8	H: E 50/50	400	227-229
9	H: E 40/60	500	238-241
10	H: E 30/70	600	259-266
11	H: E 20/80	700	291-305
12	H: E 10/90	600	327-230
13	E 100%	600	336-340
14	E:M 95/5	800	369-372

15	E:M 90/10	700	415-421
16	E:M 85/15	600	438-445
17	E:M 80/20	500	475-482
18	E:M 75/25	400	499-505

H: n-hexan; E: Etyl Axetat, M: Metanol

3.4. Hợp chất B-HE2 và kết quả phổ

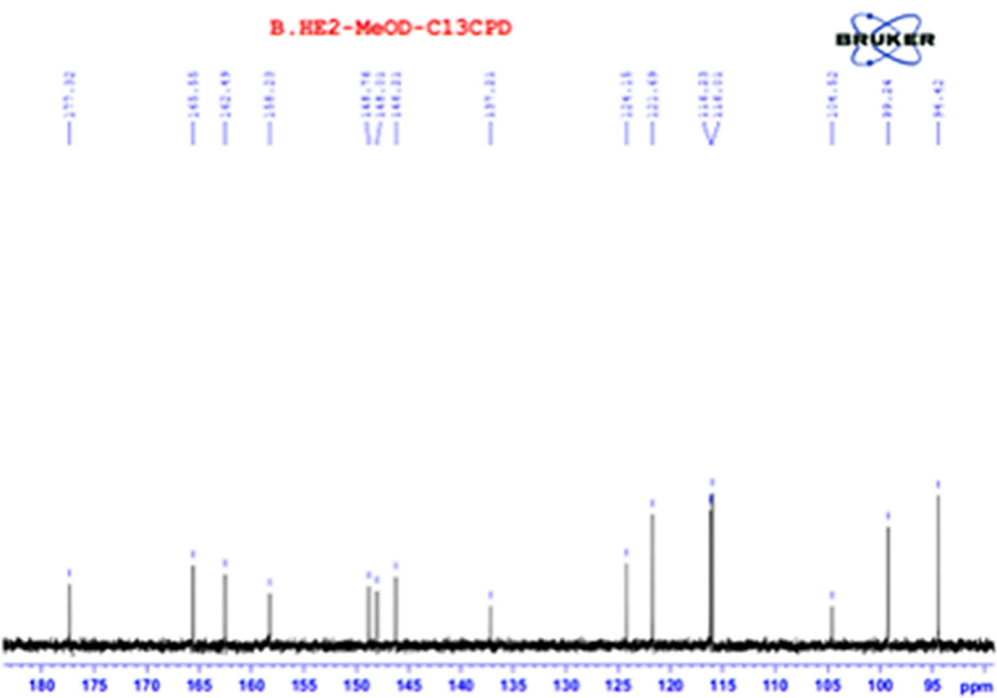


Hình 3. Phổ ^1H -NMR của hợp chất B-HE2

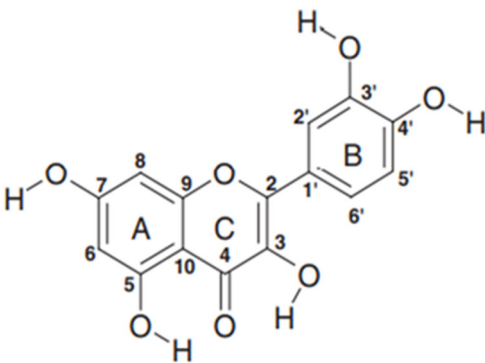
Trên dữ liệu phổ $^1\text{H-NMR}$ (hình 3) cho thấy các tín hiệu cộng hưởng của các olefin proton với các tín hiệu doublet tại $\delta\text{H} = 6,184$ (1H, d), $\delta\text{H} = 6,386$ (1H, d), $\delta\text{H} = 7,729$ (1H, d), $\delta\text{H} = 6,878$ (1H, d) và $\delta\text{H} = 7,619$ (1H, d).

Trên dữ liệu phổ ^{13}C -NMR của B-HE2 (hình 4) cho thấy tín hiệu cộng hưởng của 15 cacbon. Các tín hiệu trên phổ tại δ là 158,23 và 148,01 xác nhận sự có mặt của liên kết C-O và 177,32 là liên kết C=O. Các tín hiệu cộng hưởng 158,23; 162,49; 137,21; 146,21 và 148,01 là các tín hiệu của C-OH. Các tín hiệu 94,42; 99,24; 116,23 và 116,01 nằm ở vùng trường cao hơn do ảnh hưởng của 2 liên kết C-OH hoặc C=O về hai phía của chúng. Còn lại các tín hiệu 121,69; 124,15 và 121,69 là tín hiệu của các liên kết C trong vòng.

So sánh dữ liệu phổ của B-HE2 với phổ tham khảo quercetin [14] ta khẳng định được cấu trúc của B-HE2 là Quercetin.



Hình 4. Phổ ¹³C-NMR của hợp chất B-HE2



Hình 5. Công thức cấu tạo quercetin

Bảng 4. Các dữ liệu phổ ¹H-NMR, ¹³C-NMR của hợp chất B-HE2 so với Quercetin

Vị trí	B-HE2		Quercetin	
	δ_H (ppm)	δ_C (ppm)	δ_H (ppm)	δ_C (ppm)
2		148,01		147,75
3		137,21		135
4		177,32		175,89
5		158,23		160,77
6	6,184 (d,1H)	99,24	6,19 (d, 1H, J = 2Hz, Ar-H)	98,23
7		162,49		163,93
8	6,386 (d,1H)	94,42	6,41 (d, 1H, J = 2Hz, Ar-H)	93,40

9		158,23		156,17
10		116,01		115,09
1'		121,69		120,4
2'	7,619 (q,1H)	116,23	7,54 (q, 1H, J = 8,45Hz, Ar-H)	115,65
3'		146,21		145,10
4'		148,01		146,82
5'	6,878 (d,1H)	121,69	6,88 (d, 1H, J = 8,5Hz, Ar-H)	120,02
6'	7,729 (d,1H)	124,15	7,69 (d, 1H, J = 2,2Hz, Ar-H)	122,00

a: ¹H-NMR hợp chất B-HE2 dung môi đo MeOD, tần số đo 600MHz

b: ¹³C-NMR hợp chất B-HE2 dung môi đo MeOD, tần số đo 600MHz

Kết quả so sánh phổ ¹H-NMR và ¹³C-NMR của hợp chất tách chiết được so với quercetin cho thấy từ cao ethylaxetat nhóm nghiên cứu đã tách chiết thành công hợp chất quercetin.

4. KẾT LUẬN

Về thành phần hóa học cây Hàm ếch thu hái tại huyện Nho Quan, tỉnh Ninh Bình được xác định bằng phương pháp GC/MS thấy được 30 chất có hàm lượng lớn hơn 0,5%. Trong đó myristicin có hàm lượng lớn nhất chiếm 15,32%, tiếp đó là safrol với hàm lượng 13,46%. Đã so sánh thành phần tinh dầu thu hái tại đây với các tỉnh như Thanh Hóa, Hà Nội cho thấy sự khác biệt về hàm lượng

các chất chính tại các vùng miền khác nhau. Đã sơ bộ xác định trong phần trên mặt đất có các nhóm chất: flavonoid, coumarin, chrysophanic và saponi. Từ dịch chiết loài Hàm ếch đã tiến hành chiết phân đoạn lần lượt thu được cao chiết n-hexan, ethylaxetat. Từ cao chiết ethylaxetat tiến hành chạy sắc ký cột thu được 18 phân đoạn, trong đó phân đoạn từ ống 475-482 cho thấy sự xuất hiện của hợp chất quercetin khi so sánh TLC. Tiến hành tinh chế lại và xác định cấu trúc của hợp chất bằng phương pháp phổ hiện đại như $^1\text{H-NMR}$, $^{13}\text{C-NMR}$. Kết quả khẳng định chất thu được là quercetin.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1]. Dược sĩ Thùy Dung, *Hàm Ếch (Trầu Nước - Saururus chinensis)*. Trung tâm thuốc Central Pharmacy, <https://trungtamthuoc.com/duoc-lieu/ham-ech>, ngày đăng: 06/03/2024, cập nhật: 11/09/2024.
- [2]. Đỗ Ngọc Đại, Trần Đình Thắng, "Thành phần hóa học của tinh dầu lá Hàm ếch - *Saururus chinensis* (Lour.) Hort. Ex Loud. Thu hái ở tỉnh Thanh Hóa," *Tạp chí Sinh học*, 32(2), 71-73, 2010.
- [3]. Phạm Thị Linh, *Cây Hàm ếch: Công dụng, cách dùng và một số bài thuốc Đông y*. Y học Cổ truyền, 2022.
- [4]. Trần Văn Ôn, Lưu Thị Gấm, *Nghiên cứu tính đa dạng sinh học, thành phần hóa học và một số tác dụng sinh học của loài Hàm ếch*. Trường Đại học Dược Hà Nội, 2010.
- [5]. Abdullah Alaklabi, Ibrahim A. Arif, Anis Ahamed, Radhakrishnan Surendra Kumar, Akbar Idhayadhulla, "Evaluation of antioxidant and anticancer activities of chemical constituents of the *Saururus chinensis* root extracts," *Journal of Biological Sciences*, 1387-1392, 2018.
- [6]. Chen Hong-jiang, Wu Lu-ling, Li Xiang, Chen Jian-wei, Chen Yong, "GC-MS analysis the essential oils of *Saururus chinensis* from different medicament portions and *Houttuynia cordata*," *Nat Prod Res Dev*, 23:675-679, 2011.
- [7]. Hwang B.Y., Lee J.H., Nam J.B., Hong Y.S., Lee J.J., "Lignans from *Saururus chinensis* Inhibiting the Transcription Factor NF- κ B," *Phytochemistry*, 64,3, 765-771, 2003.
- [8]. Kenjiro H., et al., "Inhibitory effects of *Saururus chinensis* extract on receptor for advanced glycation end-products-dependent inflammation and diabetes-induced dysregulation of vasodilation," *Int. J. Mol. Sci.*, 23, 5757-11, 2022.
- [9]. R Li, L Ren, Y Chen, "Chemical constituents of *Saururus chinensis* (Lour.) Bail," *National Center for Biotechnology Information*, 24(8), 479-81, 1999.
- [10]. Myung-Hwa Kang, Su-Mi An, Do-Hee Kim, "Physicochemical properties of dried *Saururus chinensis* and the antioxidative activities of water and 70% ethanol extracts," *Journal of Nutrition and Health*, 52(4): 399-407, 2019.
- [11]. Park G, Kim HG, Sim Y, Sung SH, Oh MS, "Sauchinone, a lignan from *Saururus chinensis*, protects human skin keratinocytes against ultraviolet B-induced photoaging by regulating the oxidative defense system," *Biol Pharm Bull*, 36:1134-9, 2013.
- [12]. Soon-Young L., Chulyung C., Seung-Sik C., Min-Hee K., Juyeon P., Yong, Jin Woo P., Dae-Hun P., "Saururus chinensis water-extract effectively controls asthma by ameliorating of Th1/Th2 imbalance and suppressing of NF- κ B/COX-2/PGE2-related inflammation," *Journal of Functional Foods*, 112, 105930, 2024.
- [13]. Yong Hyun Park, Jung-In Kim, Su Yeon Seo, Eunhye Lee, Hyeon Hoe Kim, "Aururus chinensis Baill inhibits proliferation and invasion of human renal cell carcinoma cells through inhibition of inhibitor of apoptosis protein," *Chinese Journal of Integrative Medicine*, 2016.
- [14]. Saeed Tavakoli, Farahnaz, Khalighi-Sigaroodi, Nafiseh Khoravi Dehaghi, "Isolation and purification of apigenin, quercetin and apigenin 7-O-glycoside from *Apium graveolens* L., *Petroselinum crispum* (Mill.) Fuss, *Allium cepa* L., respectively," *Journal of Medicinal Plants*, 21(83), 72-86, 2022.

AUTHORS INFORMATION

Nguyen Thi Huong¹, Le The Hoai¹, Nguyen Thi Thanh Mai¹, Bui Thi Thu Trang¹, Nguyen Minh Viet¹, Nguyen Thi My Duyen², Dinh Phuong Binh²

¹Hanoi University of Industry, Vietnam

²Student, 2021DHKTHH02 Class, Hanoi University of Industry, Vietnam