

# NGHIÊN CỨU THÀNH PHẦN BAY HƠI CỦA CAO CHIẾT ETHANOL CỦA TRÂM HƯƠNG

## STUDY ON VOLATILE COMPONENTS FROM ETHANOLIC EXTRACT OF AGARWOOD (*AQUILARIA CRASSNA*)

Phan Thanh Sơn<sup>1\*</sup>, Nguyễn Văn Tiến Dũng<sup>2</sup>, Trần Quang Chiến<sup>2</sup>, Trần Minh Hiếu<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Trường Đại học Bách khoa – Đại học Đà Nẵng

<sup>2</sup>Lớp 18H2CLC2, Khoa Hóa, Trường Đại học Bách khoa – Đại học Đà Nẵng

\*Tác giả liên hệ: ptson@dut.udn.vn

(Nhận bài: 25/8/2022; Chấp nhận đăng: 01/10/2022)

**Tóm tắt** - Mục đích của nghiên cứu này là xác định các thành phần bay hơi trong cao trầm hương chiết từ gỗ trầm bằng dung môi ethanol. Dăm gỗ trầm hương nhân tạo từ cây Dó bầu thuộc chi *Aquilaria crassna* (Quảng Nam) được lựa chọn để thực hiện chiết xuất. Cao trầm (nhựa dầu) sau khi chiết được xác định tính chất bằng phân tích hồng ngoại và thành phần hóa học được xác định bằng sắc ký khí nhiệt phân kết hợp phổ khối lượng (Py-GC/MS). Các thành phần chính của cao trầm chiết được xác định gồm: benzylacetone (10,9%),  $\beta$ -Guaiene (9,18%), Eudesma-4(14),7(11)-diene, Eudesma-4(14),11(13)-dien-12-al (6,39%) và  $\gamma$ -Eudesmol (3,65%). Hiệu suất cao trầm chiết bằng ethanol đạt giá trị 1,5% và giá trị này phụ thuộc vào nguồn gốc trầm, loại mẫu, dung môi chiết và phương pháp chiết. Ngoài ra, phương pháp chiết bằng dung môi ethanol còn cho phép chiết tách được các cấu tử được liệt kê giá trị có trong trầm hương.

**Từ khóa** - Cao chiết; Trâm hương; *Aquilaria Crassna*; Chiết xuất bằng Ethanol

### 1. Đặt vấn đề

Trâm hương là một trong những loại gỗ có chứa thành phần tinh dầu với giá trị kinh tế cao. Nó tạo ra loại hương liệu độc đáo. Với các khả năng chống ký sinh trùng, diệt khuẩn, diệt nấm, mỹ phẩm, hương liệu nước hoa và thuốc của tinh dầu, đã thu hút được nhiều sự chú ý trên toàn cầu [1]. Các đặc điểm đáng chú ý của trâm hương như quý hiếm và có hương thơm đặc trưng nên đã được sử dụng trong nhiều thế kỷ làm hương trong các nghi lễ Phật giáo, Ấn Độ giáo và Hồi giáo. Trâm hương cũng có các tác dụng an thần về mặt dược liệu và được sử dụng như một loại thuốc an thần và giảm đau, đồng thời làm giảm các vấn đề về dạ dày, ho, thấp khớp và sốt cao trong các bài thuốc của Trung Quốc. Kim ngạch xuất khẩu trầm hương của Singapore mỗi năm ước tính đã vượt quá 1,2 tỷ đô la [2].

Nguồn chính của trầm hương đến từ trầm hương ở cây Dó bầu (*Aquilaria Crassna*), cây thực vật hạt kín thuộc họ Thymelaeaceae [2]. Phân bố của các loại gỗ trầm hương Bangladesh, Bhutan, India, Indonesia, Iran, Lào, Malaysia, Myanmar, Philippines, Singapore, Thái Lan và Việt Nam [3].

Thông thường gỗ của cây Dó bầu (*Aquilaria Crassna*) có màu trắng, mềm và không có nhựa thơm. Trong môi trường tự nhiên, trầm hương chỉ hình thành khi bị tác động

**Abstract** - A study on volatile components from ethanolic extract of agarwood (oleoresin) is the aim of this research. Agarwood oleoresin was extracted from agarwood chips (a part of the *Aquilaria crassna* trees) by ethanol extraction. Artificial agarwood chips from the *Aquilaria crassna* trees (at Quang Nam province) were used for extraction. The characteristic of Agarwood oleoresin was analyzed by FT-IR (Fourier-Transform Infra-Red) and the volatile components were determined by Py-GC/MS (Pyrolysis - Gas Chromatography-Mass Spectrometry). Agarwood oleoresin contains some common characteristic components, such as benzyl acetone (10.9%),  $\beta$ -Guaiene (9.18%), Eudesma-4(14),7(11)-diene, Eudesma-4(14),11(13)-diene-12-al (6.39%) and  $\gamma$ -Eudesmol (3.65%). The ethanol extraction yield can be reached 1.5% wt, this value depends on the origin of agarwood, methods, and extraction solvent. In addition, some of the valuable medicinal constituents in agarwood can be obtained by ethanol solvent extraction.

**Key words** - Oleoresin; Agarwood; *Aquilaria Crassna*; Ethanol extraction

bởi một số yếu tố bên ngoài gây ra các tổn thương vật lý trên cây, sự tấn công của côn trùng hoặc sự xâm nhập của vi sinh vật, nấm, thường là xung quanh các phần bị thương hoặc thối rữa của thân cây. Từ các tổn thương này, nhựa cây được tiết ra, bao bọc vết thương và từ đó hình thành nên những nốt gỗ trầm hương. Thực tế là các khu vực nhựa cây Dó bầu được biến đổi thành nhựa trầm hương (tinh dầu). Các khu vực này phân bố rải rác hoặc thành mảng liên tục trên thân cây mẹ [4].

Nhìn chung, tinh dầu hoặc nhựa dầu có thành phần phức tạp, phụ thuộc và vị trí địa lý của cây, phương pháp tạo dầu tự nhiên hay nhân tạo, thời gian và các yếu tố tự nhiên khác. Số lượng các cấu tử trong dầu có thể từ hàng chục đến vài trăm. Chúng tạo thành các hỗn hợp phức tạp từ các hợp chất dễ bay hơi khá kỵ nước đến các hợp chất bán bay hơi, thường có mùi nồng, hòa tan trong dung môi hữu cơ và không hòa tan trong nước. Terpenoids (mono- và hydrocarbon sesquiterpene) và các dẫn xuất oxy hóa của chúng (hydroxyl và cacbonyl), cùng với các axit béo, rượu, phenol, etc, andehit, xeton và este được coi là thành phần chính của tinh dầu [5].

Phương pháp thông thường để trích xuất tinh dầu Trâm hương từ gỗ Trâm hương là chưng cất lôi cuốn bằng hơi nước

<sup>1</sup> The University of Danang - University of Science and Technology (Phan Thanh Sơn)

<sup>2</sup> 18H2CLC2 class, Faculty of Chemical Engineering, The University of Danang - University of Science and Technology (Nguyen Van Tien Dung, Tran Quang Chien, Tran Minh Hieu)

(steam distillation) hoặc chưng trực tiếp bằng nước (hydrodistillation). Đây là hai phương pháp truyền thống và dễ thực hiện. Đối với chưng lôi cuốn bằng hơi nước, dòng hơi nước được dẫn qua vùng chứa nguyên liệu, quá trình gia nhiệt làm vỡ các túi, tế bào chứa tinh dầu trong gỗ, tinh dầu sau đó được kéo theo bởi hơi nước. Hỗn hợp hơi nước và tinh dầu được ngưng tụ và tách ra khỏi nhau do sự không hòa tan bởi hai cấu tử này. Ưu điểm của phương pháp chưng cất lôi cuốn hơi nước như: Quy trình đơn giản, thiết bị dễ chế tạo, ít sử dụng các phụ gia như trong phương pháp trích ly và hấp phụ. Tuy nhiên, phương pháp này chỉ áp dụng cho các loại tinh dầu có hàm lượng tinh dầu cao, một số cấu tử bị phân hủy bởi nhiệt độ, không thể tách được sáp và nhựa trong thành phần nguyên liệu mà đây là thành phần quan trọng có chứa tinh dầu và các chất định hương thường được dùng trong công nghiệp nước hoa. Mặt khác, lượng tinh dầu hòa tan trong nước không được tách ra làm giảm hiệu suất thu hồi, đồng thời tiêu tốn một lượng nước lạnh khá lớn cho việc ngưng tụ.

Đối với phương pháp chưng cất bằng hơi nước trực tiếp, hỗn hợp nguyên liệu và nước được gia nhiệt đến nhiệt độ sôi của nước, hơi nước sẽ kéo theo tinh dầu ra khỏi nguyên liệu, sau đó ngưng tụ và tinh dầu được tách ra khỏi nước do phân lớp. Phương pháp này thường được sử dụng ở quy mô nhỏ lẻ ở địa phương. Hạn chế của phương pháp là khó điều chỉnh các thông số về nhiệt độ, áp suất, thời gian chưng kéo dài gây tổn năng lượng. Mặt khác, chất lượng tinh dầu không cao do phần nguyên liệu ở bề mặt trao đổi nhiệt dễ bị cháy và do thiếu nước và quá nhiệt cục bộ.

Hiện nay, một phương pháp hiện đại đang được ứng dụng để chiết xuất tinh dầu ra khỏi nguyên liệu là sử dụng phương pháp chiết siêu tới hạn  $\text{CO}_2$ . Ở trạng thái siêu tới hạn,  $\text{CO}_2$  dễ dàng hòa tan hầu hết các cấu tử tinh dầu trong nguyên liệu và chiết ra khỏi nguyên liệu. Dung môi  $\text{CO}_2$  còn có tính chọn lọc cao, đặc biệt đối với thành phần nhựa trong nguyên liệu. Quá trình chiết siêu tới hạn được tiến hành ở nhiệt độ thường nên tinh dầu sau khi chiết giữ được mùi thơm, không bị biến tính. Hơn nữa, việc tách loại  $\text{CO}_2$  ra khỏi tinh dầu dễ dàng và không để lại vết dung môi cũng là một ưu điểm của phương pháp này. Tuy nhiên, thiết bị để thực hiện cho phương pháp chiết siêu tới hạn phức tạp, chi phí đầu tư cao nên phương pháp này còn chưa được phổ biến [6].

Phương pháp tách tinh dầu bằng vi sóng được thực hiện trên cơ sở sử dụng dao động với tần số cao để phá vỡ các túi chứa tinh dầu, từ đó tinh dầu được tách ra khỏi nguyên liệu. Phương pháp này cũng được tiến hành ở nhiệt độ thường và thời gian ngắn nên không gây phân hủy tinh dầu [7]. Tuy phương pháp này có nhiều ưu điểm, nhưng hiện nay vẫn đang ở qui mô phòng thí nghiệm hoặc qui mô pilot.

Các nghiên cứu gần đây dành nhiều sự quan tâm cho phương pháp chiết xuất cao hay nhựa dầu (hỗn hợp nhựa và tinh dầu – oleoresin), hoặc các dược chất như cannabis bằng dung môi [8], [9], [10]. Khi nguyên liệu được ngâm trong dung môi, dung môi sẽ thẩm thấu qua thành tế bào của nguyên liệu và hòa tan tinh dầu. Sau quá trình trích ly, tinh dầu được tách khỏi dung môi bằng phương pháp chưng ở nhiệt độ thấp. Trong các loại dung môi, ethanol được biết đến như là một dung môi phân cực thường được sử dụng trong công nghiệp chiết xuất polyphenol và không gây hại

đối với con người. Dung môi ethanol có một số ưu điểm khiến nó được sử dụng rộng rãi để chiết xuất như chi phí thấp, nhiệt độ sôi thích hợp và khả năng thâm nhập mạnh vào tế bào thực vật. Hầu hết các hợp chất hữu cơ có thể được hòa tan trong ethanol, ngoại trừ protein, pectin, tinh bột và polysaccharide [11]. Trên cơ sở phân tích đặc điểm của các phương pháp chiết xuất tinh dầu, nhựa dầu và tính khả thi khi thực hiện ở điều kiện phòng thí nghiệm, phương pháp chiết xuất bằng dung môi ethanol được lựa chọn để thực hiện chiết cao trầm hương.

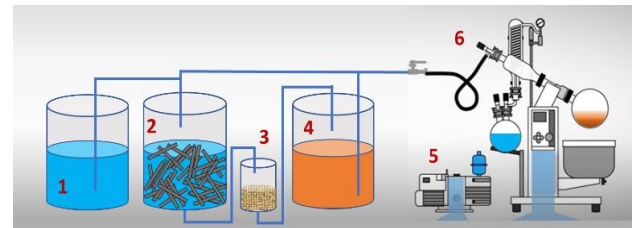
## 2. Nguyên liệu và phương pháp

### 2.1. Nguyên liệu

Nguyên liệu Trầm hương trong nghiên cứu này được lấy từ nguồn trầm nhân tạo từ cây Dó bầu, vùng trầm nhân tạo ở tỉnh Quảng Nam. Cây Dó bầu thuộc giống *Aquilaria Crassna* Pierre ex. Lecomte, loài Dó bầu chiếm đa số trong 4 loài Dó bầu phân bố ở Việt Nam [12]. Đơn vị cung cấp nguyên liệu là Công ty TNHH Vina Trầm, Đà Nẵng. Nguyên liệu được sấy khô, dạng dăm gỗ, không bao gồm phần giác trắng của cây Dó bầu. Nguyên liệu tương đối đồng đều với kích thước trung bình dài x rộng tương ứng là 4x0,7cm. Ethanol 96% là cồn thực phẩm được cung cấp bởi Công ty Cổ phần Tập đoàn Hóa chất Đức Giang. Kết quả phân tích GC/MS cho mẫu cồn này cho thấy, ngoài thành phần chính là ethanol còn có mặt của acetaldehyde và propanol với hàm lượng vết.

### 2.2. Hệ thống thiết bị chiết

Hệ thống chiết cao trầm hương dùng dung môi ethanol sử dụng trong đề tài theo sơ đồ nguyên lý như Hình 1. Hệ thống gồm bình chứa ethanol 1, khu vực chiết chứa nguyên liệu và ethanol 2, bình lọc 3 để tách tạp chất cơ học, bình chứa dịch chiết 4. Dịch chiết sau đó được đưa sang hệ thống cô quay chân không (5 và 6) để tách dung môi ra khỏi cao trầm.

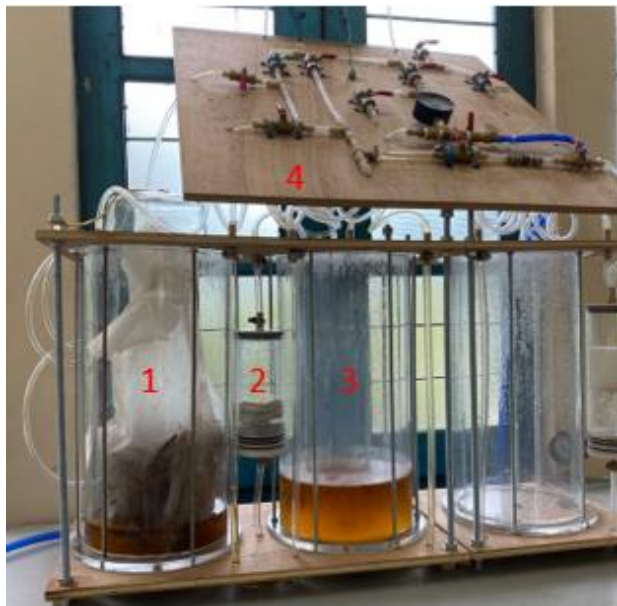


**Hình 1.** Sơ đồ khối hệ thống chiết tinh dầu trầm hương dùng ethanol  
1: Bình chứa ethanol, 2: Bình chiết, 3: Lọc cặn, 4: Bình chứa trung gian, 5: Bơm chân không, 6: Thiết bị cô quay chân không

### 2.3. Quy trình chiết cao trầm hương bằng dung môi ethanol

Một khối lượng nguyên liệu 400g được cho vào hệ thống chiết, một thể tích dung môi ethanol có tỷ lệ khối lượng giữa dung môi và nguyên liệu là 10:1 được cho vào để thực hiện quá trình ngâm ủ nhằm mục đích để dung môi khuếch tán vào trong các tế bào gỗ để hòa tan tinh dầu. Sau thời gian ủ 1 ngày, dung môi được di chuyển từ vùng nguyên liệu sang bình chứa dịch chiết sau khi đi qua 1 bộ lọc nhằm tách các tạp chất cơ học. Dịch chiết sau đó được tuần hoàn trở lại vùng nguyên liệu để tiếp tục chiết tinh dầu. Quá trình này được đảm bảo cho việc khuếch tán các cấu tử tinh dầu trong dung môi ethanol, tăng hiệu quả của quá trình chiết. Dung môi và dịch chiết di chuyển trong hệ thống nhờ chênh lệch áp suất tạo bởi bơm chân không. Số

lần chiết được thực hiện trong 10 lần để đảm bảo chiết tối đa tinh dầu có trong các túi dầu của gỗ trầm hương. Quá trình chiết được thực hiện trong 15 phút. Dịch chiết sau đó được làm lạnh ở  $-20^{\circ}\text{C}$  trong 24 giờ để tách sáp trước khi đưa vào thiết bị cô quay chân không ở  $60^{\circ}\text{C}$  để tách dung môi và thu cao chiết. Cao chiết sau khi cô quay có dạng sệt, màu vàng đậm đến nâu. Hình 2 giới thiệu hệ thống chiết tách cao trầm hương bằng dung môi ethanol.



**Hình 2.** Hệ thống chiết cao chiết trầm hương dùng ethanol  
1: Bình chứa nguyên liệu, 2: lọc cặn, 3: Bình chứa dịch chiết,  
4: Hệ thống van điều khiển dòng kết nối với bơm chân không

## 2.4. Đánh giá thành phần đặc trưng của cao chiết trầm hương

### 2.4.1. Phân tích phổ hồng ngoại chuỗi Fourier (FT-IR)

Phổ hồng ngoại FTIR của mẫu được phân tích bằng máy đo quang phổ FTIR Nicolet 6700. Mẫu cao chiết được phân tán trên nền KBr và được nén thành viên với lực nén  $100\text{ kg/cm}^2$ . Phổ FTIR của mẫu được ghi trong khoảng số sóng từ  $400$  đến  $4000\text{ cm}^{-1}$  với độ phân giải  $4\text{ cm}^{-1}$ .

### 2.4.2. Phân tích Sắc ký khí nhiệt phân – Khối phổ (Py-GC/MS)

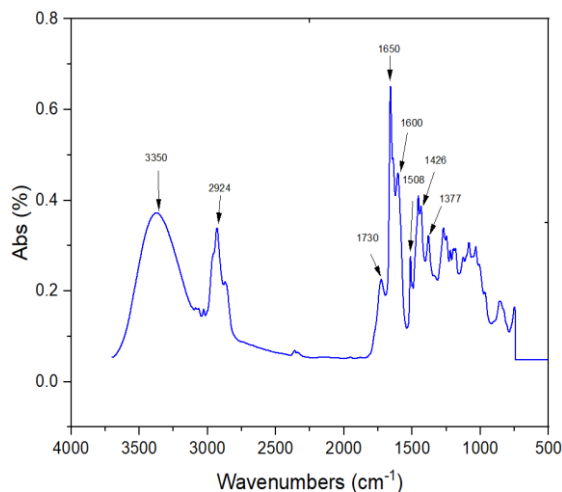
Thành phần các hợp chất trong cao chiết được phân tích bằng thiết bị sắc ký khí nhiệt phân nhanh (flash pyrolysis) kết hợp khối phổ. Quá trình nhiệt phân được thực hiện ở  $550^{\circ}\text{C}$  trong 12 giây trên thiết bị EGA/PY-3030D. Hỗn hợp hơi sau nhiệt phân được phân tích bằng máy sắc ký khí Trace 1300 serie GC có trang bị với đầu dò phổ khối ISQ7000 và cột UA5 (MS/HT)-30m-0.25F (đường kính  $0,25\text{mm}$ ). Kim phun được đặt ở nhiệt độ  $300^{\circ}\text{C}$ . Chương trình gia nhiệt được lập trình từ  $50$  đến  $320^{\circ}\text{C}$ . Nhiệt độ được tăng từ  $50^{\circ}\text{C}$  đến  $100^{\circ}\text{C}$  với tốc độ  $10^{\circ}\text{C/phút}$ , giữ ở  $100^{\circ}\text{C}$  trong 2 phút. Nhiệt độ sau đó tăng lên  $250^{\circ}\text{C}$  với tốc độ  $3^{\circ}\text{C/phút}$  và giữ trong 1 phút. Cuối cùng, nhiệt độ được tăng lên  $320^{\circ}\text{C}$  với tốc độ  $10^{\circ}\text{C/phút}$  và giữ trong 5 phút. Thể tích mẫu tiêm là  $0,5\text{ }\mu\text{l}$ , khí mang heli với lưu lượng là  $1,0\text{ ml/phút}$ . Chế độ dò phổ khối lượng quét đầy đủ dưới điện áp ion hóa tác động điện tử  $70\text{ eV}$  và nhiệt độ nguồn ion là  $230^{\circ}\text{C}$ . Khối phổ là được ghi lại trong phạm vi  $40\text{--}500\text{ a.m.u.}$  Các hợp chất được định danh trên cơ sở so sánh khối phổ với khối phổ trong thư viện phổ của thiết bị.

## 3. Kết quả và thảo luận

### 3.1. Hiệu suất của quá trình chiết

Hiệu suất cao chiết trầm hương được xác định bằng tỉ lệ khối lượng cao chiết (sau khi chiết, tách sáp và tách hoàn toàn dung môi) so với khối lượng nguyên liệu khô. Hiệu suất của phương pháp chiết bằng dung môi đạt giá trị  $1,5\%$  khối lượng. Ở Việt Nam, nghiên cứu của Đinh Thị Thu Thuy và cộng sự [12] về các hợp chất bay hơi của trầm hương Khánh Hòa từ các phương pháp chiết khác nhau cho thấy hiệu suất thu tinh dầu dao động ở giá trị  $0,25\text{--}0,32\%$  và phụ thuộc vào vùng nguyên liệu trầm hương, thời gian ngâm ủ, enzyme hỗ trợ và thời gian chưng cất. Đối với phương pháp chiết bằng dung môi chloroform và chiết siêu tới hạn bằng  $\text{CO}_2$ , hiệu suất cao chiết bằng  $0,15\%$  và  $0,27\%$  tương ứng [12]. Do khả năng hoạt động mạnh của ethanol thể hiện ở đặc tính của một dung môi phân cực, tuy nhiên ethanol còn có cả đặc tính không phân cực. Nó có thể tương tác với phân tử phân cực nhờ gốc hydroxyl và có thể tác dụng với phân tử không phân cực do bản chất của nhóm ethyl. Do đó, trong quá trình chiết, ethanol có khả năng hòa tan nhiều cấu tử trong trầm hương, các cấu tử như nhựa, sáp, các axit béo cũng bị hòa tan trong ethanol. Sau khi tách sáp thì các cấu tử nhựa và axit béo này vẫn tồn tại trong cao chiết, do đó làm tăng khối lượng dẫn đến tăng giá trị hiệu suất cao chiết thu được. Ngoài ra, nguyên liệu cho quá trình chiết có hay không lẫn phần giác gỗ Dó bầu cũng có thể ảnh hưởng đến giá trị hiệu suất này.

### 3.2. Kết quả phân tích hồng ngoại



**Hình 3.** Giản đồ phổ hồng ngoại của cao chiết trầm hương

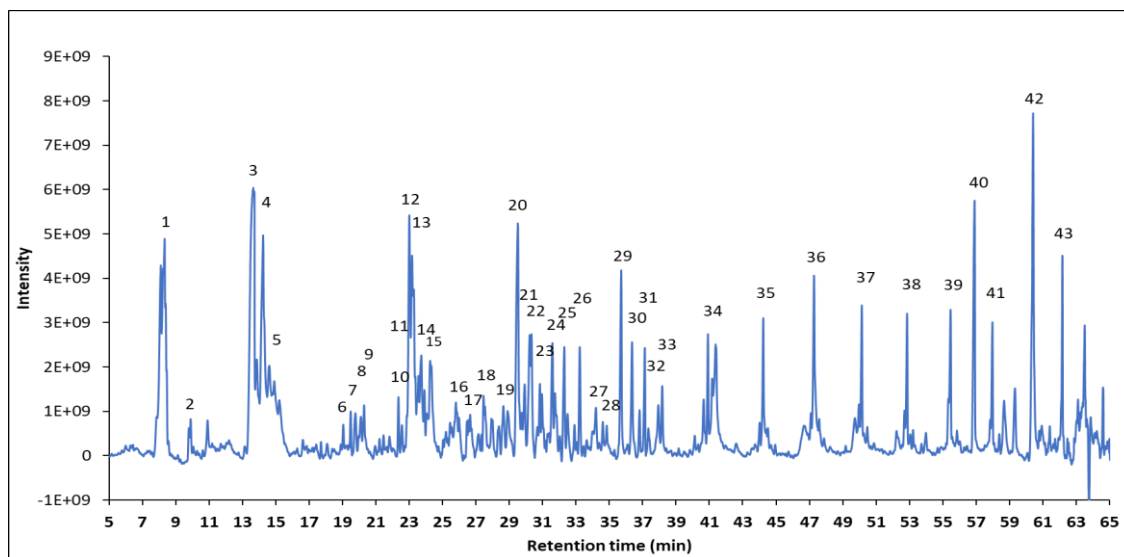
Hình 3 cho thấy, giản đồ phổ hồng ngoại của mẫu cao chiết trầm hương theo phương pháp chiết bằng ethanol. Nhóm chức đặc trưng ở dải hấp thụ ở số sóng  $3350\text{ cm}^{-1}$  là dấu hiệu của nhóm hydroxyl OH. Dao động của liên kết  $=\text{C-H}$  trong vòng thơm aromatic được quan sát thấy ở dải sóng hấp thụ  $3100\text{--}3000\text{ cm}^{-1}$ . Nhóm methyl được quan sát thấy ở số sóng  $2924\text{ cm}^{-1}$ , pic ở dải sóng hấp thụ  $1730\text{ cm}^{-1}$  đặc trưng cho các dao động hóa trị của liên kết  $\text{C=O}$  trong axit carboxyl và nhóm acetyl (hemicellulo), ở dải sóng  $1650\text{ cm}^{-1}$  đặc trưng cho dao động hóa trị của liên kết  $\text{C=O}$  trong lignin. Dao động ở số sóng  $1600, 1508\text{ cm}^{-1}$  thể hiện cho sự có mặt của liên kết  $\text{C-C}$  trong vòng thơm aromatic [13]. Dao động ở dải sóng  $1426\text{ cm}^{-1}$  đặc trưng cho dao động của aromatic skeletal kết hợp với dao động biến dạng của

liên kết C-H [14]. Dải hấp thụ ở số sóng 1377– 1426  $\text{cm}^{-1}$  đặc trưng cho dao động biến dạng C-H trong vòng thơm [13]. Phổ đồ hồng ngoại cho thấy sự có mặt của các nhóm chức nhóm chất thơm aromatic, axit carbonxyl và acetyl, tuy nhiên để định danh các cấu tử trong cao chiết cần thực hiện phân tích bằng sắc ký kết hợp khối phổ GC/MS.

### 3.3. Kết quả phân tích sắc ký – khối phổ GC/MS

Phương pháp phân tích sắc ký khí nhiệt phân kết hợp

khối phổ Py-GC/MS được sử dụng để xác định thành phần các cấu tử có trong cao trầm hương. Kết quả cho thấy cao chiết trầm hương chiết bằng ethanol có 43 cấu tử, trong đó có 9 cấu tử chiếm 50%. Hình 4 thể hiện sắc ký đồ của mẫu cao chiết trầm hương theo thời gian lưu từ 5-65 phút. Thông tin về thời gian lưu (Retention Time-RT) và tỷ lệ thành phần các cấu tử được từ phân tích GC/MS được thể hiện trong Bảng 1. Tỷ lệ thành phần tương đối của các cấu tử được xác định trên cơ sở tương quan diện tích các pic.



Hình 4. Kết quả GC của mẫu cao chiết trầm hương chiết bằng dung môi ethanol

Bảng 1. Thành phần hóa học của cao chiết trầm hương chiết bằng dung môi ethanol

	Tên hợp chất	RT	%
1	Levomethol	8,20	2,30
2	1,2-15,16-Diepoxyhexadecane	9,92	3,17
3	2-Butanone, 4-phenyl	13,69	6,25
4	2-Butanone, 4-phenyl	14,23	4,65
5	Tricyclo[4.2.1.1(2,5)]deca-3,7-dien-9-one, 10-hydroxy-10-methyl-, stereoisomer	14,90	2,22
6	2,5-Octadecadiynoic acid, methyl ester	19,09	0,81
7	Dodecanoic acid, 3-hydroxy	19,47	0,8
8	10-Heptadecen-8-ynoic acid, methyl ester, (E)-	19,81	1,45
9	(1R,7S,E)-7-Isopropyl-4,10-dimethylenecyclodec-5-enol	20,30	1,88
10	$\beta$ -Guaiene	22,32	1,06
11	Eudesma-4(14),7(11)-diene	22,57	0,99
12	Eudesma-4(14),11(13)-dien-12-ol	23,02	3,35
13	$\beta$ -Guaiene	23,25	3,00
14	$\beta$ -Guaiene	23,76	1,79
15	2,5-Octadecadiynoic acid, methyl ester	24,31	3,34
16	2,5-Octadecadiynoic acid, methyl ester	25,87	1,59
17	Bicyclo[4,4,0]dec-2-ene-4-ol, 2-methyl-9-(prop-1-en-3-ol-2-yl)-	26,62	0,62
18	2,5-Octadecadiynoic acid, methyl ester	27,47	2,09
19	2,5-Octadecadiynoic acid, methyl ester	28,63	1,47
20	$\gamma$ -Eudesmol	29,52	3,65
21	$\beta$ -Guaiene	29,90	1,33
22	$\beta$ -Guaiene	30,32	2,00

23	2,5-Octadecadiynoic acid, methyl ester	30,82	1,19
24	Eudesma-4(14),11(13)-dien-12-al	31,56	1,56
25	9,10-Secocholesta-5,7,10(19)-triene-3,24,25-triol, (3,5Z,7E)-	32,29	1,58
26	Eudesma-4(14),11(13)-dien-12-al	33,21	1,49
27	Epoxyoleic acid	34,18	1,27
28	Morphinan-4,5-epoxy-3,6-di-ol, 6-[7-nitrobenzofurazan-4-yl]amino	34,80	1,66
29	2(1H)Naphthalenone, 3,5,6,7,8,8a-hexahydro-4,8a-dimethyl-6-(1-methylethenyl)-	35,75	2,77
30	6-(1-Hydroxymethylvinyl)-4,8a-dimethyl-3,5,6,7,8,8a-hexahydro-1H-naphthalen-2-one	36,67	2,35
31	7-Methyl-Z-tetradecen-1-ol acetate	37,07	1,26
32	9-Octadecenoic acid, (2-phenyl-1,3-dioxolan-4-yl)methyl ester, trans	37,16	1,55
33	9-Octadecenoic acid, (2-phenyl-1,3-dioxolan-4-yl)methyl ester, trans	38,19	1,59
34	Agaricic acid	40,90	1,60
35	1-Hexadecanol, 2-methyl	44,24	2,98
36	Agaricic acid	47,28	5,02
37	1-Hexadecanol, 2-methyl	50,13	2,06
38	Octadecane 3-ethyl-5-(2-ethylbutyl)-	52,84	2,44
39	Oleic acid 3-(octadecyloxy)propyl ester	55,47	3,36
40	Diisooctyl phthalate	56,91	3,90
41	17-Pentatriacontene	57,96	3,09
42	N-(4-[[4-(diethylamino)benzylidene]amino]phenyl)acetamide	60,41	4,60
43	Octadecane 3-ethyl-5-(2-ethylbutyl)-	62,16	2,88

Các cấu tử chính xác định hương trầm gồm các sesquiterpene chiếm 31,11%, dẫn xuất của axit béo chiếm 28,70%, các hợp chất chứa oxi chiếm 22,89%. Các sesquiterpene đặc trưng cho mùi hương của cao chiết trầm hương được xác định bởi các cấu tử gồm: 2-Butanone, 4-phenyl (Benzylacetone (10,90%)),  $\beta$ -Guaiene (9,18%), Eudesma-4(14),7(11)-diene, Eudesma-4(14),11(13)-dien-12-al (6,39%),  $\gamma$ -Eudesmol (3,65%). Đây là các thành phần tạo nên mùi hương đặc trưng của trầm hương chất lượng [5], [15]. Trong đó, Benzylacetone đã được chứng minh ảnh hưởng tích cực lên hệ thống thần kinh. Các cấu tử chính này cũng được tìm thấy với tỉ lệ thành phần cao trong nghiên cứu chiết tinh dầu trầm hương bằng chưng cất của tác giả Z. Zainal Abidin và cộng sự [5].

Ngoài các thành phần cấu thành nên mùi hương của trầm hương, được chất dẫn xuất của morphin (Morphinan-4,5-epoxy-3,6-di-ol, 6-[7-nitrobenzofurazan-4-yl]amino, 1,66%) đã được tìm thấy trong mẫu cao chiết này. Đây là thành phần dược liệu có tác dụng giảm đau, an thần và có thể được dùng để điều trị bệnh tiểu đường [16].

Thành phần các hợp chất trong tinh dầu trầm hương hay nhựa dầu (oleoresin) trầm hương còn phụ thuộc vào nguồn gốc của trầm hay phương pháp chiết tách. Nghiên cứu về tinh dầu trầm hương và nhựa dầu trầm hương Khánh Hòa trong công bố của Đinh Thị Thu Thủy và cộng sự thể hiện rõ điều này [12]. Tinh dầu trầm hương Khánh Hòa chiết bằng chưng cất có các cấu tử hương chất lượng hơn, thành phần các cấu tử này chiếm tỷ lệ cao trong mẫu tinh dầu. Thành phần các cấu tử chính trong tinh dầu trầm hương Khánh Hòa gồm: Neopetasane (8,44%),  $\beta$ -Agarofuran (7,19%), Agarospirol (5,58%), Valenca-1(10),8-dien-11-ol (5,06%), Jinko-eremol (5,00%), Valerianol (4,93%),  $\beta$ -Eudesmol (4,08%), Benzylacetone (2,88%), Dihydrokaranone (2,82%), Selina-3,11-dien-9-ol (2,43%), 10-epi- $\gamma$ -eudesmol (2,31%) và Selina-3,11-dien-14-al (2,25%). Tuy nhiên, nếu chiết bằng dung môi chloroform thì lại thu được nhiều cấu tử hương mong muốn hơn như:  $\beta$ -Agarofuran (13,20%), Valerianol (5,88%),  $\beta$ -Eudesmol (5,48%), Jinko-eremol (5,19%), Dihydrokaranone (5,15%), Agarospirol (4,72%),  $\alpha$ -Eudesmol (4,71%), n-Hexadecanoic acid (3,94%), Epoxybulnesene (3,21%),  $\gamma$ -Eudesmol (2,66%) 3,65% và 10-epi- $\gamma$ -eudesmol (2,19%) [12].

#### 4. Kết luận

Phương pháp chiết cao trầm hương bằng dung môi ethanol cho thấy, hiệu suất chiết cao, cải thiện so với phương pháp chưng cất bằng hơi nước. Số lượng cấu tử trong thành phần hóa học của cao chiết được chiết ra nhiều (43 cấu tử được định danh). Các hợp chất thơm có giá trị của cao chiết trầm hương như benzylacetone,  $\beta$ -Guaiene, Eudesma-4(14),7(11)-diene, Eudesma-4(14),11(13)-dien-12-al,  $\gamma$ -Eudesmol được xác định bởi phân tích Py-GC/MS. Phương pháp chiết dung môi ethanol còn cho phép thu được một số cấu tử dược liệu có giá trị. Ngoài ra, việc có thể chiết bằng dung môi ở nhiệt độ thường và chưng cất

tách dung môi bằng cô quay chân không có thể sẽ giảm một lượng năng lượng tiêu tốn so với phương pháp chưng cất truyền thống để chiết tinh dầu trầm hương.

**Lời cảm ơn:** Bài báo này được tài trợ bởi Trường Đại học Bách khoa – Đại học Đà Nẵng với đề tài có mã số: T2021-02-16.

#### TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] K. Husnu Can Baser, Gerhard Buchbauer, *Handbook of Essential Oils: Science, Technology, and Applications, Second Edition*, CRC Press, 2015.
- [2] Y. Liu *et al.*, "Whole-tree Agarwood-Inducing Technique: An Efficient Novel Technique for Producing High-Quality Agarwood in Cultivated Aquilaria sinensis Trees", *Molecules*, 18 (3), 2013, pp. 3086–3106.
- [3] R. Kalra and N. Kaushik, "A review of chemistry, quality and analysis of infected agarwood tree (Aquilaria sp.)", *Phytochem. Rev.*, 16 (5), 2017, pp. 1045–1079.
- [4] B. Robert and van B. Henry, "Cultivated agarwood", US20020194780A1, Dec 26, 2002.
- [5] M. Samadi, Z. Zainal Abidin, H. Yoshida, R. Yunus, and D. R. Awang Biak, "Towards Higher Oil Yield and Quality of Essential Oil Extracted from Aquilaria malaccensis Wood via the Subcritical Technique", *Molecules*, 25 (17), 2020, p. 3872.
- [6] B. Díaz-Reinoso, A. Moure, H. Domínguez, and J. C. Parajó, "Supercritical CO<sub>2</sub> Extraction and Purification of Compounds with Antioxidant Activity", *J. Agric. Food Chem.*, 54 (7), 2006, pp. 2441–2469.
- [7] Z.-S. Zhang, L.-J. Wang, D. Li, S.-S. Jiao, X. D. Chen, and Z.-H. Mao, "Ultrasound-assisted extraction of oil from flaxseed", *Sep. Purif. Technol.*, 62 (1), 2008, pp. 192–198.
- [8] M. P. Lazarjani, O. Young, L. Kebede, and A. Seyfoddin, "Processing and extraction methods of medicinal cannabis: a narrative review", *J. Cannabis Res.*, 3 (1), 2021, p. 32.
- [9] R. Canals, M. C. Llaudy, J. Valls, J. M. Canals, and F. Zamora, "Influence of Ethanol Concentration on the Extraction of Color and Phenolic Compounds from the Skin and Seeds of Tempranillo Grapes at Different Stages of Ripening", *J. Agric. Food Chem.*, vol. 53, (10), 2005, pp. 4019–4025.
- [10] R. D. Offeman, S. K. Stephenson, G. H. Robertson, and W. J. Orts, "Solvent extraction of ethanol from aqueous solutions using biobased oils, alcohols, and esters", *J. Am. Oil Chem. Soc.*, 83 (2), 2006, pp. 153–157.
- [11] G. Liao *et al.*, "(2-Phenylethyl)chromone derivatives in artificial agarwood from Aquilaria sinensis", *Fitoterapia*, 110, 2016, pp. 38–43.
- [12] D. T. T. Thuy, T. T. Tuyen, N. Q. Chien, T. T. T. Thuy, H. T. Bich, and T. Q. Toan, "Comparative study on volatile compounds of agarwood from Khanh Hoa province extracted by different methods", *Vietnam J. Sci. Technol.*, 56 (4A), 2018, p. 266.
- [13] R. L. Shriner, Ed., *The systematic identification of organic compounds*, 8th ed.; Wiley, 2004.
- [14] T. Rashid, C. F. Kait, and T. Murugesan, "A Fourier Transformed Infrared Compound Study of Lignin Recovered from a Formic Acid Process", *Procedia Eng.*, 148, 2016, pp. 1312–1319.
- [15] N. Ismail, N. A. Mohd Ali, M. Jamil, M. H. F. Rahiman, S. N. Tajuddin, and M. N. Taib, "A Review Study of Agarwood Oil and Its Quality Analysis", *J. Teknol.*, 68(1), 2014, pp. 27–42.
- [16] B. S. Ajilore, T. O. Oluwadairo, O. S. Olorunnisola, O. S. Fadahunsi, and P. I. Adegbola, "GC–MS analysis, toxicological and oral glucose tolerance assessments of methanolic leaf extract of Eucalyptus globulus", *Future J. Pharm. Sci.*, 7 (1), 2021, p. 162.