



**Bài báo nghiên cứu**

**KHẢO SÁT THÀNH PHẦN CÁC HOẠT CHẤT NHÓM IRIDOID  
TRONG DỊCH CHIẾT TỪ RỄ CỎ ĐỊA HOÀNG (*Rehmannia glutinosa Libosch.*)  
BẰNG UHPLC VÀ LC-MSD-Trap-SL**

**Nguyễn Thị Mai<sup>1,2\*</sup>, Nguyễn Thị Thủy<sup>1</sup>, Trần Thị Thu Hương<sup>1</sup>,  
Ngô Duy Đông<sup>1</sup>, Lê Minh Quang<sup>1</sup>, Phạm Minh Đức<sup>1</sup>, Hà Minh Tuấn<sup>1</sup>**

<sup>1</sup>Trường Đại học Nông Lâm, Đại học Thái Nguyên, Việt Nam

<sup>2</sup>Trường Đại học Khoa học Tự nhiên, Đại học Quốc gia Hà Nội, Việt Nam

<sup>\*</sup>Tác giả liên hệ: Nguyễn Thị Mai – Email: [nguyenthimai82@tuaf.edu.vn](mailto:nguyenthimai82@tuaf.edu.vn)

Ngày nhận bài: 22-6-2021; ngày nhận bài sửa: 18-12-2021; ngày duyệt đăng: 19-12-2021

**TÓM TẮT**

Dung môi đóng vai trò rất quan trọng trong việc trích li các hợp chất tự nhiên bởi dung môi ảnh hưởng lớn đến thành phần của dịch chiết. Nghiên cứu này nhằm so sánh sự khác nhau về thành phần các hoạt chất nhóm iridoid trong các dịch chiết nước và ethanol của rễ cỏ địa hoàng (*Rehmannia glutinosa Libosch.*) bằng phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao (UHPLC) và sắc ký lỏng ghép khối phổ (LC-MSD-Trap-SL). Theo các số liệu của LC-MSD-Trap-SL, Jioglutoside B, Leonuride và Jioglutin E là những iridoid phân biệt sự khác nhau giữa hai dịch chiết. Trong khi đó, phân tích UHPLC cũng chứng minh rằng hàm lượng catalpol, 8-epiloganic axit và glutinoside trong dịch chiết nước cao hơn nhiều so với của dịch chiết ethanol (lớn hơn lần lượt là 126; 4,46 và 11,14 lần). Vì vậy, nghiên cứu này đề xuất sử dụng nước để chiết các hoạt chất iridoid có hoạt tính sinh học cao từ rễ cỏ địa hoàng, trong đó có catalpol, một iridoic glycoside nổi trội trong rễ cỏ địa hoàng.

**Từ khóa:** catalpol; iridoid; LC-MSD-Trap-SL; *Rehmannia glutinosa Libosch.*; UHPLC

**1. Giới thiệu**

Địa hoàng có tên khoa học là *Rehmannia glutinosa (Gaertn.) Libosch. ex Steud.*, thuộc chi Địa hoàng, họ Hoa Mồm chó (*Scrophulariaceae*). Địa hoàng là một loài cây dược liệu quý có nguồn gốc từ Trung Quốc, đã được phát hiện và sử dụng từ rất lâu. Trong những năm gần đây, Địa hoàng được trồng phổ biến ở nhiều tỉnh thành của nước ta như Hà Giang, Bắc Giang, Thái Bình, Phú Thọ, Bắc Kạn, Thái Nguyên...

Theo y học cổ truyền, củ của Địa hoàng được sử dụng làm hai loại vị thuốc là Sinh địa và Thục địa. Sinh địa có vị ngọt hơi đắng, tính hàn, vào 4 kinh Tâm, Can, Thận và Tiểu trường, có tác dụng thanh nhiệt, mát máu, ức chế huyết đường, lợi tiểu, mạnh tim nên thường

---

**Cite this article as:** Nguyen Thi Mai, Nguyen Thi Thuy, Tran Thi Thu Huong, Ngo Duy Dong, Le Minh Quang, Pham Minh Duc, & Ha Minh Tuan (2021). Investigation of the iridoid composition of extracts from di huang (*Rehmannia glutinosa Libosch.*) root using UHPLC and LC-MSD-Trap-SL. *Ho Chi Minh City University of Education Journal of Science*, 18(12), 2201-2212.

được dùng trong các bệnh thiếu máu, suy nhược, tiểu đường, chảy máu, rong kinh, trong khi đó Thực địa có vị ngọt, tính ấm, vào 3 kinh: Tâm, Can, Thận có tác dụng tư âm, dưỡng huyết, bổ thận, sáng mắt, thính tai, đen râu tóc (tu dưỡng), làm cường tráng cơ thể (Xu et al., 2012).

Các nghiên cứu gần đây cho thấy, trong thành phần dịch chiết từ củ của cây Địa hoàng có chứa nhiều các hợp chất có hoạt tính sinh học cao như các iridoid glycoside (catalpol, glutinoside, leonuride...), các glycoside phenethylalcohol... những thành phần chính tạo nên hoạt tính sinh học tổng thể của loại rễ củ này (Nguyen et al., 2003; Zhang et al., 2008; Xue et al., 2018; Wang et al., 2020). Để xác định và định lượng các thành phần này, Luo và cộng sự (1994) đã sử dụng HPLC-UV để định lượng catalpol, hoặc xác định riêng catalpol, 5-HMF và acteoside. Tuy nhiên, phương pháp này có độ nhạy thấp và chỉ xác định được các iridoid glycoside xuất hiện phổ hấp thụ ở vùng cuối của tia cực tím. Năm 2012, Xu và cộng sự đã xác định được các iridoid glycoside trong *Rehmanniae Radix* bằng phương pháp sắc kí lỏng hiệu năng cao sắc kí kết hợp với khối phổ ba tứ cực. Phương pháp này có độ nhạy cao và có nhiều chế độ quét hữu ích giúp phân mảnh để xác định danh tính các hợp chất, có thể định lượng đồng thời tám thành phần hoạt tính sinh học chính (bốn iridoid glycoside, ba glycoside phenethylalcohol và một furfural dẫn xuất) trong *Rehmanniae Radix* (Li et al., 2018).

Trong nghiên cứu này, chúng tôi sử dụng phương pháp sắc kí lỏng hiệu năng cao (UHPLC) kết hợp với sắc kí lỏng ghép khối phổ sử dụng bẫy ion (LC-MSD-Trap-SL) để định danh và định lượng một số các iridoid chính trong dịch chiết nước và dịch chiết ethanol của rễ củ địa hoàng trồng tại Trung tâm Công nghệ cao, Trường Đại học Nông Lâm Thái Nguyên. Kết quả nghiên cứu này là cơ sở cho các nghiên cứu đầy đủ hơn về thành phần hóa học của rễ củ và lá của cây địa hoàng trồng tại Việt Nam.

## **2. Vật liệu và phương pháp nghiên cứu**

### **2.1. Vật liệu**

Củ cây Địa hoàng được thu hái tại Trung tâm Nghiên cứu Công nghệ cao của Trường Đại học Nông lâm, Đại học Thái Nguyên vào tháng 3/2020. Sau khi thu hái, củ này được rửa sạch đất, để ráo nước, cắt lát và đem sấy khô ở 50°C trong 48 giờ trước khi để nguội và xay nhỏ để tiến hành các thí nghiệm tiếp theo.

Acetonitrile và formic axit dùng cho LC-MS được mua từ Merck, Germany. Nước dùng trong các thí nghiệm là nước khử ion. Các hóa chất khác được sử dụng là hóa chất dùng cho phân tích.

### **2.2. Phương pháp nghiên cứu**

#### **2.2.1. Chuẩn bị dịch chiết**

Lấy 20g mẫu nguyên liệu cho vào cốc thủy tinh 500mL sau đó thêm vào 200mL dung môi nước hoặc ethanol 90% trước khi cốc được cho vào bể siêu âm và tiến hành siêu âm trong 4 giờ ở nhiệt độ phòng. Dịch chiết thô sau đó được đem lọc để loại bỏ bã và đem cô

đuổi bớt dung môi trên thiết bị cô chân không. Mẫu thu được từ dịch chiết bằng nước được kí hiệu là DHN, trong khi mẫu thu được từ dịch chiết bằng ethanol kí hiệu là DHE.

Sau đó, mẫu dịch chiết khô được hòa tan với acetonitrile 50% trong bình định mức và lọc bằng giấy lọc 0,45 $\mu$ m trước khi phân tích HPLC và LC-MS.

## 2.2.2. Định danh và định lượng các iridoid trong dịch chiết

### a. Điều kiện phân tích UV-Vis

Dịch chiết thu được xác định phổ hấp thụ bằng máy UV-Vis (UH5300 Spectrophotometer, Hitachi, Nhật Bản) tại bước sóng từ 190-700nm, tốc độ quét 400nm/phút.

### b. Điều kiện phân tích HPLC

Phân tích HPLC được thực hiện trên hệ thống sắc kí lỏng hiệu năng cao HPLC-MS Agilent Zorbax SB-C18 (4,6mm  $\times$  250 mm, 5  $\mu$ m) được trang bị hệ thống phân phối nhiều dung môi, khay mẫu tự động, máy dò tia photo-diode (PDA). Pha động gồm (A) dung dịch axit formic 0,2% và (B) acetonitrile chứa 0,2% axit formic. Gradient rửa giải được lựa chọn là 1% B (0-16 phút), 1-40% B (16-35 phút). Tốc độ dòng 0,9 mL  $\cdot$  min<sup>-1</sup>, nhiệt độ cột: 30  $^{\circ}$ C; dung tích mẫu: 10 $\mu$ L.

### c. Điều kiện phân tích LC-MS

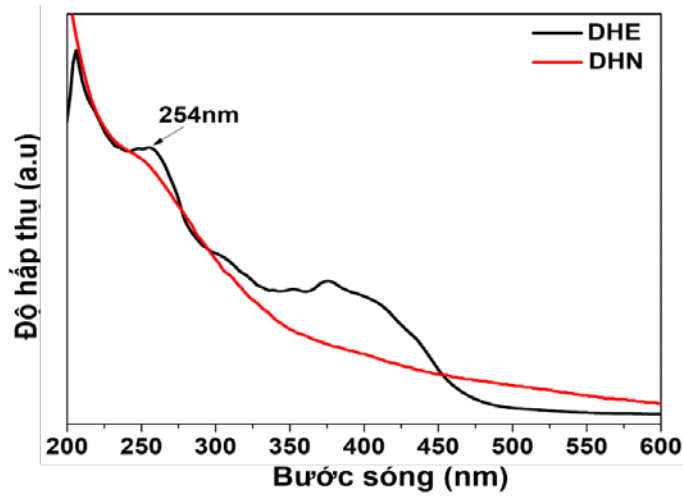
Phổ khối được thực hiện trên thiết bị phân tích khối phổ LC-MSD-Trap-SL của hãng Agilent Technologies với kĩ thuật ion hóa phun điện tử (ESI) với chế độ bắn phá ion âm (-MS). Điện áp mao quản là 3500 V, nhiệt độ nguồn ion được đặt ở 110  $^{\circ}$ C, phạm vi phát hiện từ 100-600.

Các dạng phân tử riêng lẻ của iridoid được xác định bằng cách so sánh với các tiêu chuẩn xác thực bằng phần mềm Chemstation Software của Agilent. Ngoài ra, chúng tôi còn sử dụng dữ liệu từ Massbank (<http://www.massbank.jp/>), Chemspider (<http://www.chemspider.com/>), METLIN ([https://www.agilent.com/en/product/liquid-chromatography-mass-spectrometry-lc-ms/lc-ms-application-solutions/life-sciences-solutions/metlin-metabolomics-database-library#zoomELIBRARY\\_595800](https://www.agilent.com/en/product/liquid-chromatography-mass-spectrometry-lc-ms/lc-ms-application-solutions/life-sciences-solutions/metlin-metabolomics-database-library#zoomELIBRARY_595800)) và CFM-ID (<https://cfmid.wishartlab.com/queries/c7634299a12c69a0a38dafaef96df0561fce91/status>) và các lí thuyết liên quan để xác định thành phần hóa học của dịch chiết. Chúng tôi đã thu thập tên cũng như công thức phân tử và công thức cấu tạo từ các nguồn này để xây dựng một cơ sở dữ liệu về thành phần hóa học của các iridoid có trong dịch chiết cần nghiên cứu (Liang et al., 2009).

## 3. Kết quả và thảo luận

### 3.1. Phát hiện sự có mặt của nhóm iridoid trong dịch chiết

Một trong những cơ sở để phát hiện sự có mặt của nhóm iridoid trong thành phần của dịch chiết là sử dụng phổ hấp thụ UV-Vis. Hình ảnh phổ UV-Vis của DHN và DHE được đưa ra trong Hình 1.

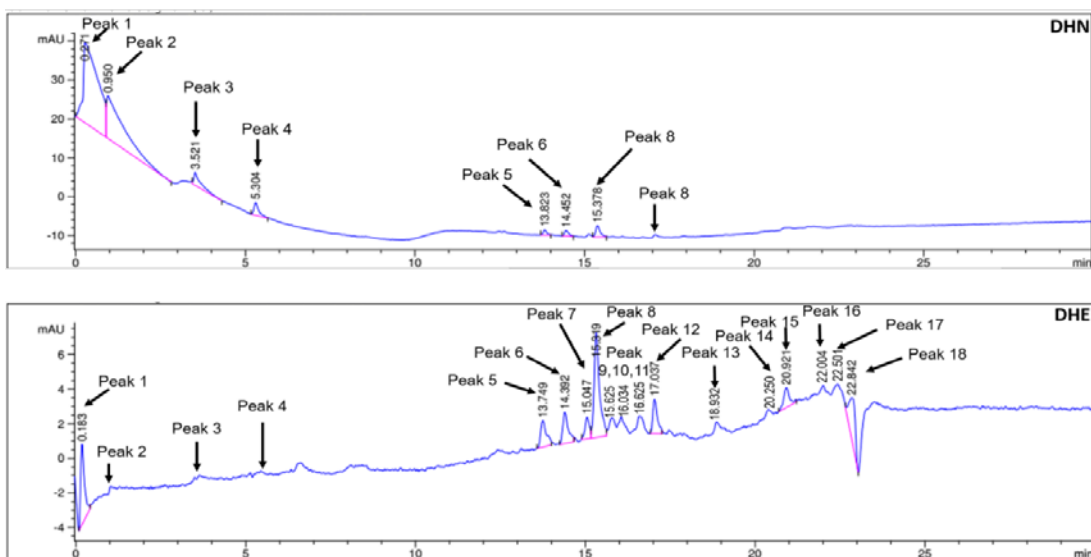


Hình 1. Phổ UV-Vis của DHE và DHN

Hình 1 cho thấy, có một peak hấp thụ (không rõ) xuất hiện tại 252,4 nm (đối với mẫu DHN) và một peak (rõ) tại 254 nm (đối với mẫu DHE). Các peak này chứng tỏ sự xuất hiện của nhóm iridodid trong thành phần dịch chiết (Suomi et al., 2000).

3.2. Định lượng các hoạt chất iridoid trong dịch chiết

Để định lượng hàm lượng các hoạt chất có trong DHE và DHN, phương pháp HPLC đã được dùng để khảo sát. Kết quả được đưa ra trong Hình 2. Từ Hình 2 ta thấy, trong mẫu DHE xuất hiện 18 peak trong khi chỉ có 08 peak xuất hiện trong mẫu DHN ứng với thời gian lưu từ 0-30 phút. Tuy nhiên, cường độ và diện tích các peak này có sự khác nhau đối với 2 mẫu khảo sát. Bên cạnh đó, các peak cũng xuất hiện chủ yếu về phía cuối của trục thời gian lưu. Kết quả là hoàn toàn phù hợp với nghiên cứu được thực hiện trong tài liệu tham khảo (Liang et al., 2013). Từ kết quả này cũng thấy rằng, ethanol là dung môi thích hợp hơn trong chiết các hoạt chất iridoid của rễ củ Địa hoàng.



Hình 2. Phổ HPLC của DHN và DHE

Việc định lượng các iridoid riêng lẻ trong dịch chiết được thực hiện bằng cách tính diện tích của từng peak sắc kí ion so với tổng diện tích các peak nhận diện được (Harrabi et al., 2009). Kết quả tính toán được đưa ra trong Bảng 1.

**Bảng 1.** Hàm lượng các iridoid trong mẫu DHE và DHN

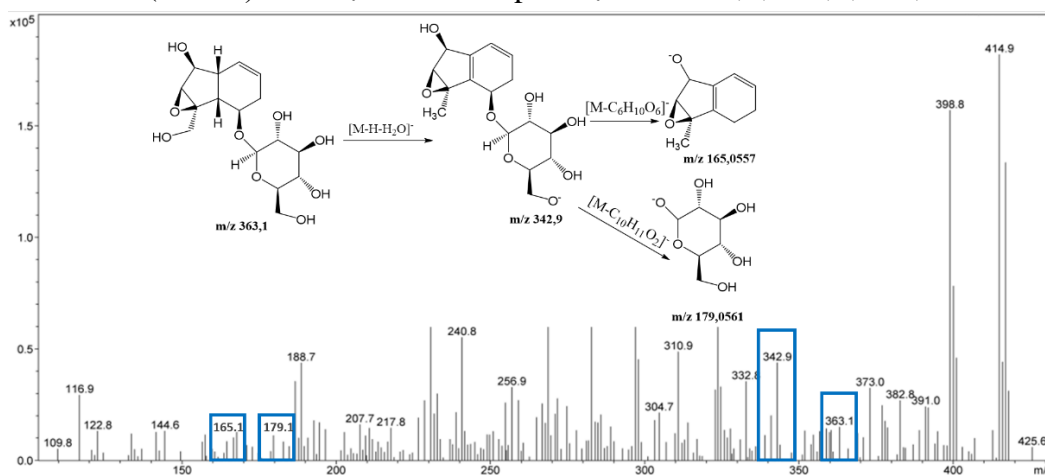
Peak	Thời gian lưu (phút)	Hàm lượng (%)
<b>DHN</b>		
1	0,271	46,99
2	0,95	41,50
3	3,521	3,66
4	5,304	4,58
5	13,823	0,61
6	14,452	0,61
7	15,378	1,91
8	17,042	0,15
<b>DHE</b>		
1	0,183	13,78
2	0,96	0,29
3	3,61	0,73
4	5,311	0,36
5	13,749	7,25
6	14,392	8,70
7	15,047	4,35
8	15,319	22,84
9	15,625	1,09
10	16,034	1,09
11	16,625	1,45
12	17,037	7,61
13	18,932	2,07
14	20,25	0,91
15	20,921	7,61
16	22,004	1,74
17	22,501	2,90
18	22,842	15,23

Từ Bảng 1 cho thấy, đối với mẫu DHN, peak 1 ( $t_R=0,271$ ) và peak 2 ( $t_R=0,95$ ) chiếm hàm lượng lớn nhất (lần lượt là 46,99 và 41,5%), trong khi, peak 8 ( $t_R=15,319$ ) và peak 18 ( $t_R=22,842$ ) lại chiếm tỉ lệ cao nhất đối với mẫu DHE. Thêm vào đó, trong DHN, các hoạt chất iridoid chỉ xuất hiện tại thời gian lưu lớn nhất là 17,042 phút, nhưng trong mẫu DHE xuất hiện thêm 10 hoạt chất (với thời gian lưu từ 15,625 đến 22,842 phút) mà không có trong DHN. Điều này chứng minh rằng, dung môi được sử dụng ảnh hưởng rất lớn đến hàm lượng cũng như thành phần của dịch chiết thu được.

### 3.3. Định danh các iridoid trong mẫu dịch chiết

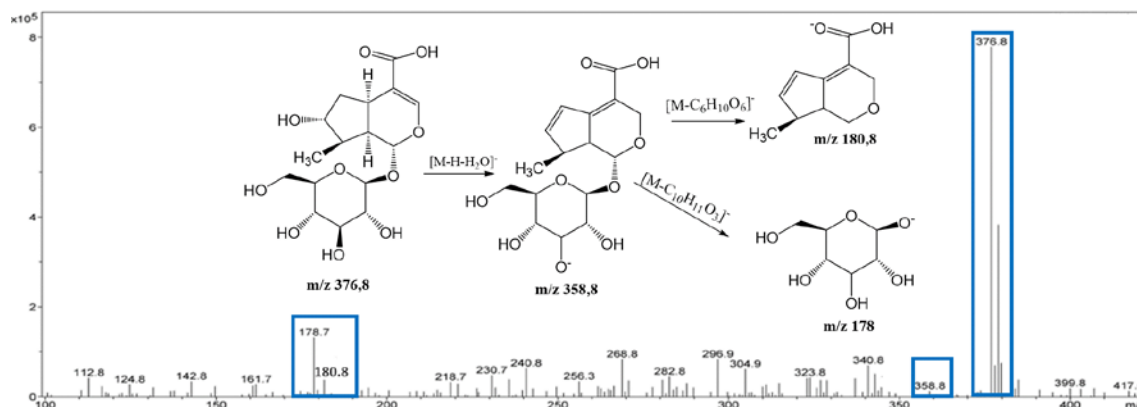
Có 7 iridoid trong mẫu DHN và 9 iridoid trong mẫu DHE đã được định danh bằng LC-MSD-Trap-SL nhờ so sánh về thời gian lưu và dữ liệu phân mảnh có sẵn trong phần mềm Chemstation Software của Agilent và một số cơ sở dữ liệu khác về khối phổ. Trong mẫu DHN, các iridoid: catalpol (1), 8-epiloganin axit (2), glutinoside (3), Jioglutin C (4), Jioglutin B (5), Rehmaglutoside A (6) và Geniposide (7) đã được phát hiện. Các iridoid này cũng được tìm thấy trong DHE. Tuy nhiên, trong DHE còn phát hiện thêm được 3 iridoid khác là Jioglutoside B, Leonuride và Jioglutin E. Kết quả được trình bày trong Bảng 2. Từ Bảng 2 cho thấy, số lượng các hoạt chất iridoid chiết được bằng dung môi ethanol nhiều hơn so với chiết bằng dung môi nước.

Peak 2 ứng với thời gian lưu  $t_R = 0,95$  phút,  $m/z$  363,1, công thức phân tử theo tính toán lí thuyết là  $C_{15}H_{22}O_{10}$  phù hợp với hợp chất catalpol. Khi bắn phân tử này bằng kĩ thuật (-) ESIMS/MS (Hình 3) thu được các mảnh peak tại  $m/z$ : 342,9; 179,1; 165,1.



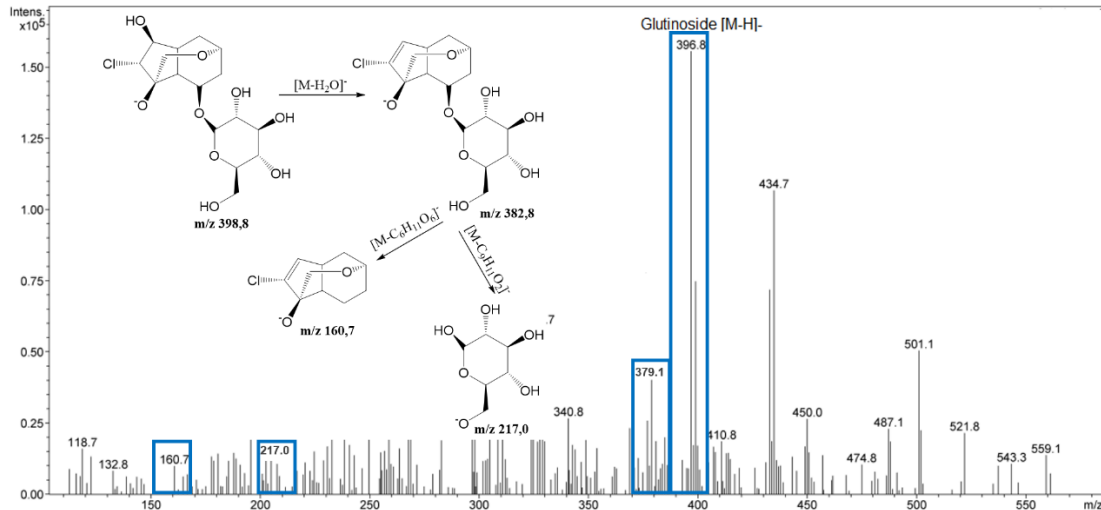
Hình 3. Phổ ESIMS của dạng phân tử catalpol và sự phân mảnh

Peak 3 ứng với thời gian lưu  $t_R = 3,521$  phút,  $m/z$  376,8, công thức phân tử theo tính toán lí thuyết là  $C_{16}H_{24}O_9$  phù hợp với hợp chất 8-epiloganic axit. Khi bắn phân tử này bằng kĩ thuật (-) ESIMS/MS (Hình 4) thu được các mảnh peak tại  $m/z$  358,8; 180,8 và 178.



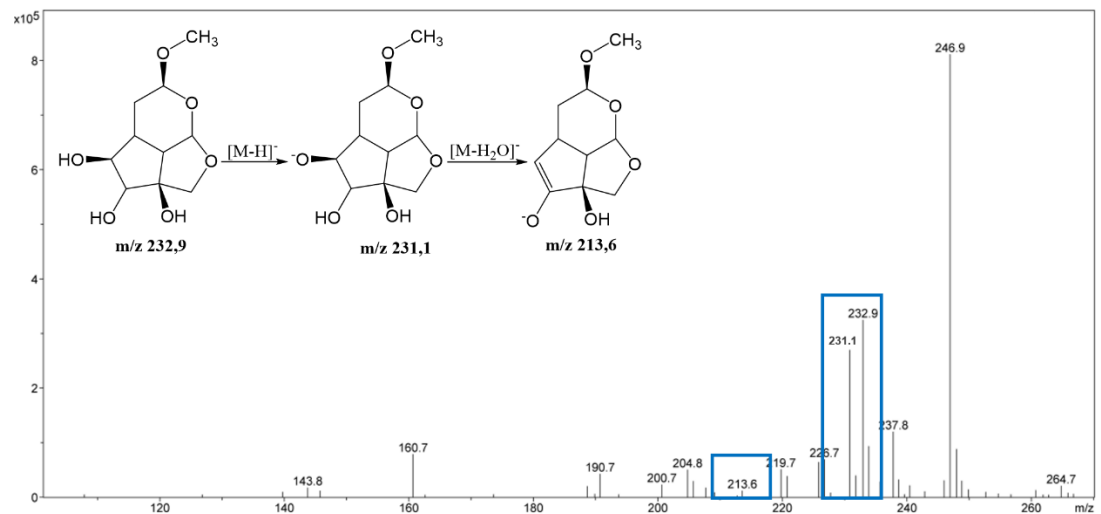
Hình 4. Phổ ESIMS của dạng phân tử 8-epiloganic axit và sự phân mảnh

Peak 4 ứng với thời gian lưu  $t_R=5,304$  phút,  $m/z$   $[M-H]^-$  396,8, công thức phân tử theo tính toán lí thuyết là  $C_{15}H_{23}O_{10}Cl$  phù hợp với hợp chất glutinoside. Khi bắn phân tử này bằng kĩ thuật (-) ESIMS/MS (Hình 5) thu được các mảnh peak tại  $m/z$  379,1; 217; 160,7.



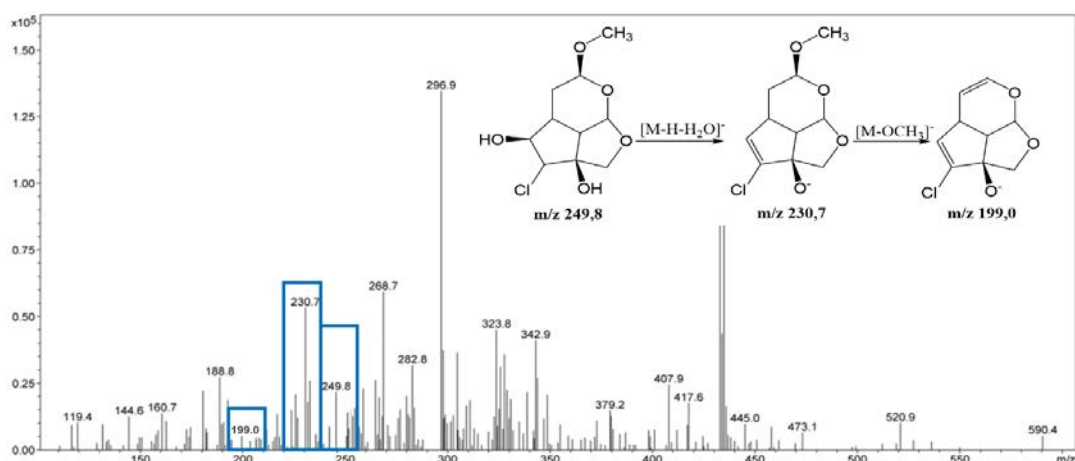
**Hình 5.** Phổ ESIMS của dạng phân tử Glutinoside và sự phân mảnh

Peak 5 ứng với thời gian lưu  $t_R = 13,823$  phút,  $m/z$  232,8, công thức phân tử theo tính toán lí thuyết là  $C_{10}H_{16}O_6$  phù hợp với hợp chất Jioglutin C. Khi bắn phân tử này bằng kĩ thuật (-) ESIMS/MS (hình 6) thu được các mảnh peak tại  $m/z$  231,1 và 213,6.



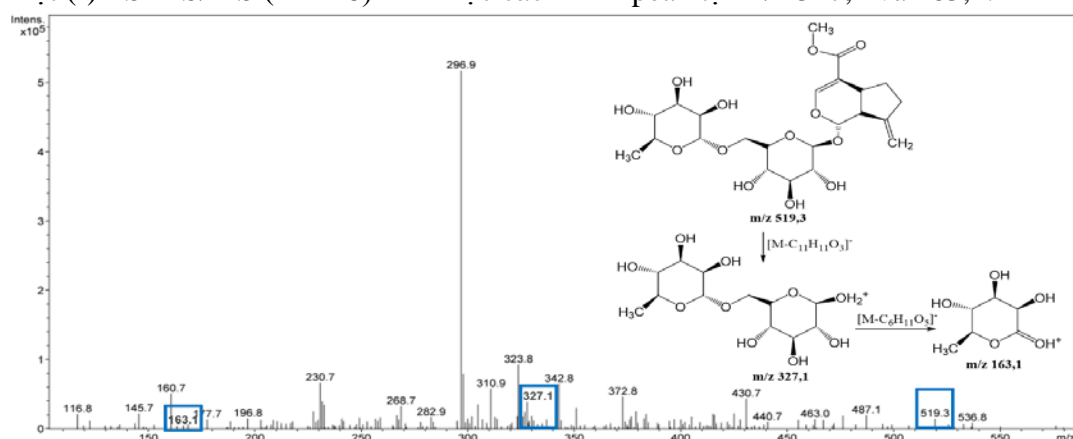
**Hình 6.** Phổ ESIMS của dạng phân tử Jioglutin C và sự phân mảnh

Peak 6 ứng với thời gian lưu  $t_R = 14,452$  phút,  $m/z$  249,8, công thức phân tử theo tính toán lí thuyết là  $C_{10}H_{15}O_5Cl$  phù hợp với hợp chất Jioglutin B. Khi bắn phân tử này bằng kĩ thuật (-) ESIMS/MS (hình 7) thu được các mảnh peak tại  $m/z$  230,7 và 199,0.



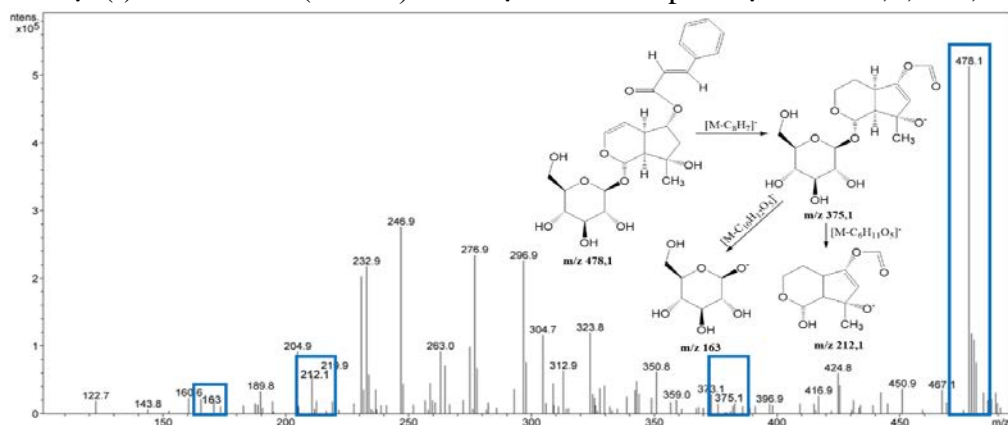
**Hình 7.** Phổ ESIMS của dạng phân tử Jioglutin B và sự phân mảnh

Peak 7 ứng với thời gian lưu  $t_R = 15,047$  phút,  $m/z$  519,3 công thức phân tử theo tính toán lí thuyết là  $C_{23}H_{34}O_{13}$  phù hợp với hợp chất Jioglutoside B. Khi bắn phân tử này bằng kĩ thuật (-) ESIMS/MS (Hình 8) thu được các mảnh peak tại  $m/z$  327,1 và 163,1.



**Hình 8.** Phổ ESIMS của dạng phân tử Jioglutoside B và sự phân mảnh

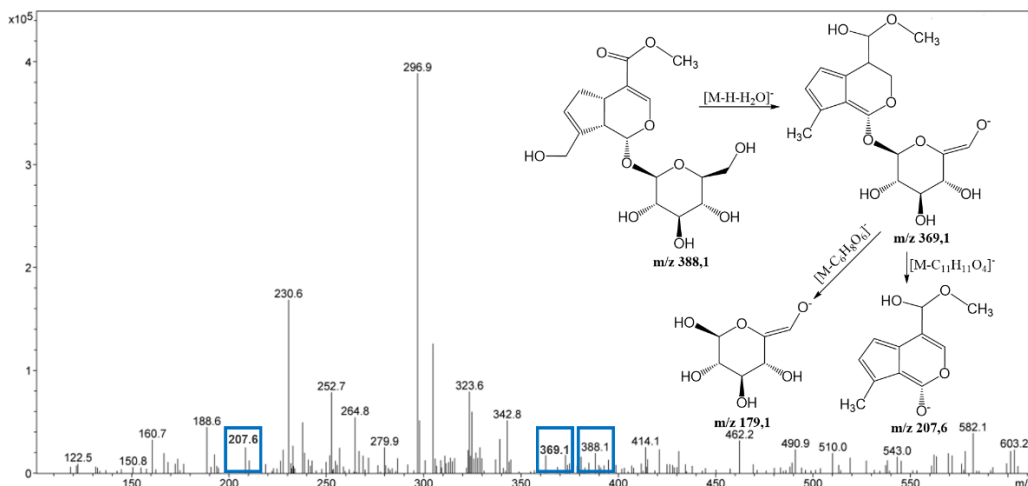
Peak 7 ứng với thời gian lưu  $t_R = 15,319$  phút,  $m/z$  478,1 công thức phân tử theo tính toán lí thuyết là  $C_{24}H_{30}O_{10}$  phù hợp với hợp chất Rehmaglutoside A. Khi bắn phân tử này bằng kĩ thuật (-) ESIMS/MS (Hình 9) thu được các mảnh peak tại  $m/z$  375,1; 212,1 và 163.



**Hình 9.** Phổ ESIMS của dạng phân tử Rehmaglutoside A và sự phân mảnh

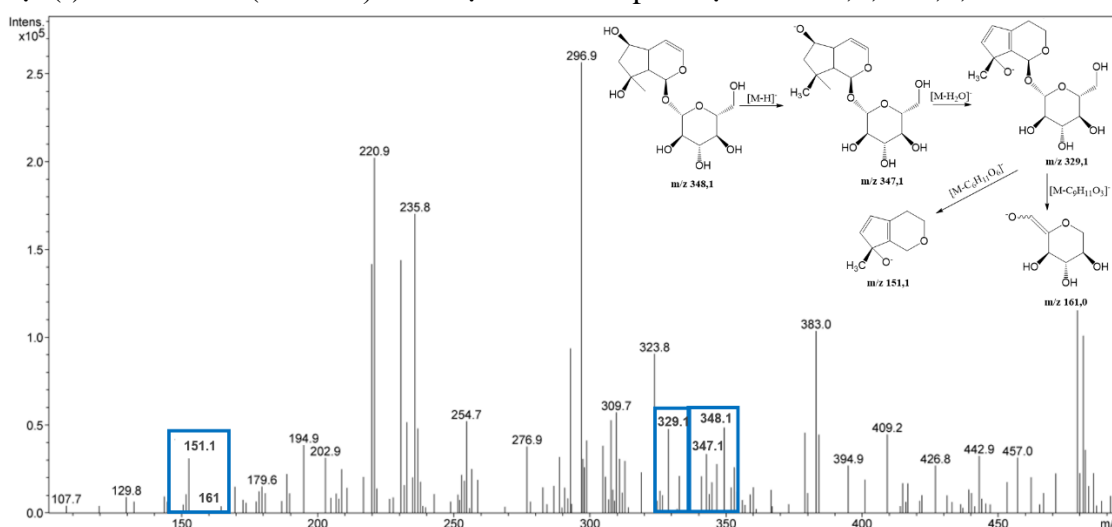


Peak 8 ứng với thời gian lưu  $t_R = 17,042$  phút,  $m/z$  388,1 công thức phân tử theo tính toán lí thuyết là  $C_{17}H_{24}O_{10}$  phù hợp với hợp chất Geniposide. Khi bắn phân tử này bằng kĩ thuật (-)ESIMS/MS (Hình 10) thu được các mảnh peak tại  $m/z$  369,1; 207,1.



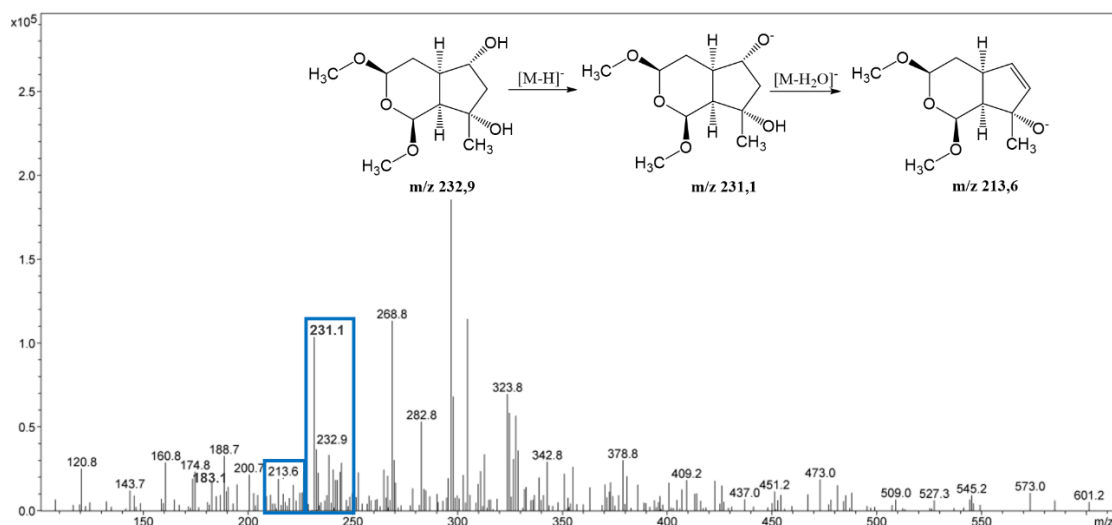
Hình 10. Phổ ESIMS của dạng phân tử Geniposide và sự phân mảnh

Peak 15 ứng với thời gian lưu  $t_R = 20,921$  phút,  $m/z$  348,1 công thức phân tử theo tính toán lí thuyết là  $C_{15}H_{24}O_9$  phù hợp với hợp chất Leonuride. Khi bắn phân tử này bằng kĩ thuật (-) ESIMS/MS (Hình 11) thu được các mảnh peak tại  $m/z$  347,1; 329,1; 161 và 151,1.



Hình 11. Phổ ESIMS của dạng phân tử Leonuride và sự phân mảnh

Peak 18 ứng với thời gian lưu  $t_R = 22,842$  phút,  $m/z$  232,9 công thức phân tử theo tính toán lí thuyết là  $C_{11}H_{20}O_5$  phù hợp với hợp chất Jioglutin E. Khi bắn phân tử này bằng kĩ thuật (-) ESIMS/MS (Hình 12) thu được các mảnh peak tại  $m/z$  231,1; 213,6.



Hình 12. Phổ ESIMS của dạng phân tử Jioglutin E và sự phân mảnh

Bảng 2. Các hợp chất xác định được trong dịch chiết

Peak	t <sub>R</sub> (phút)	m/z lí thuyết	m/z thực tế	Phân mảnh	Công thức phân tử	Hợp chất xác định
<b>DHN</b>						
1	0,271	-	-	-	-	Không xác định
2	0,95	362,4	363,1	342,9; 179,1; 165,1	C <sub>15</sub> H <sub>22</sub> O <sub>10</sub>	Catalpol
3	3,521	376,1295	376,8	358,8; 180,8 và 178	C <sub>16</sub> H <sub>24</sub> O <sub>10</sub>	8-epiloganic axit
4	5,304	396,0238	398,8	379,1; 217; 160,7	C <sub>15</sub> H <sub>23</sub> O <sub>10</sub> Cl	Glutinoside
5	13,823	232,0946	232,9	231,1; 213,6	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub> O <sub>6</sub>	Jioglutin C
6	14,452	250,0608	249,8	230,7; 199,0	C <sub>10</sub> H <sub>15</sub> O <sub>5</sub> Cl	Jioglutin B
7	15,378	478,1838	478,1	375,1; 212,1; 163	C <sub>24</sub> H <sub>30</sub> O <sub>10</sub>	Rehmaglutoside A
8	17,042	388,1353	388,1	369,1; 207,1 và 179,1	C <sub>17</sub> H <sub>24</sub> O <sub>10</sub>	Geniposide
<b>DHE</b>						
1	0,183	-	-	-	-	Không xác định
2	0,953	362,4	363,1	342,9; 179,1; 165,1	C <sub>15</sub> H <sub>22</sub> O <sub>10</sub>	Catalpol
3	3,58	376,1295	376,8	358,8; 180,8 và 178	C <sub>16</sub> H <sub>24</sub> O <sub>10</sub>	8-epiloganic axit
4	5,311	396,0238	396,9	379,1; 217; 160,7	C <sub>15</sub> H <sub>23</sub> O <sub>10</sub> Cl	Glutinoside
5	13,749	232	232,8	231,1; 213,6	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub> O <sub>6</sub>	Jioglutin C
6	14,392	250	249,8	230,7; 199,0	C <sub>10</sub> H <sub>15</sub> O <sub>5</sub> Cl	Jioglutin B
7	15,047	518,1999	519,3	519,3; 327,1; 163,1	C <sub>23</sub> H <sub>34</sub> O <sub>13</sub>	Jioglutoside B
8	15,319	478,1838	478,1	375,1; 212,1; 163	C <sub>24</sub> H <sub>30</sub> O <sub>10</sub>	Rehmaglutoside A
9	15,625	-	-	-	-	Không xác định
10	16,034	-	-	-	-	Không xác định
11	16,625	-	-	-	-	Không xác định
12	17,037	388,1353	388,9	369,1; 207,1 và 179,1	C <sub>17</sub> H <sub>24</sub> O <sub>10</sub>	Geniposide
13	18,932	-	-	-	-	Không xác định
14	20,25	-	-	-	-	Không xác định
15	20,921	348,5	348,1	347,1; 329,1; 161; 151,1.	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub> O <sub>9</sub>	Leonuride
16	22,004	-	-	-	-	Không xác định
17	22,501	-	-	-	-	Không xác định
18	22,842	232,1203	232,9	231,1; 213,6	C <sub>11</sub> H <sub>20</sub> O <sub>5</sub>	Jioglutin E

#### 4. Kết luận

Nghiên cứu đã khảo sát được sự ảnh hưởng của dung môi chiết đến thành phần nhóm iridoid trong hai mẫu DHN và DHE. Kết quả nghiên cứu cho thấy quá trình trích ly các hợp chất iridoid từ củ cây địa hoàng ảnh hưởng lớn bởi dung môi. Trong khi nước có khả năng chiết xuất tốt các hoạt chất như catalpol, 8-epiloganic axit và glutinoside thì ethanol lại là dung môi thích hợp hơn để thu hồi Rehmaglutoside A, Jioglutin B và Jioglutin E. Các hoạt chất iridoid trong dịch chiết cũng đã được xác định hàm lượng và định danh nhờ UHPLC và LC-MSD-Trap-SL và các cơ sở dữ liệu thích hợp. Đây sẽ là cơ sở cho những nghiên cứu sâu hơn về thành phần hóa học cũng như thành phần các iridoid trong dịch chiết từ củ địa hoàng được trồng tại Việt Nam.

❖ **Tuyên bố về quyền lợi:** Các tác giả xác nhận hoàn toàn không có xung đột về quyền lợi.

#### TÀI LIỆU THAM KHẢO

- Harrabi, S., Herchi, W., Kallel, H., Mayer, P., & Boukhchina, S (2009). Liquid chromatographic-mass spectrometric analysis of glycerophospholipids in corn oil. *Food Chem*, 114, 712-716. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2008.09.092>
- Johanna Suomi, Heli Siren, Kari Hartonen, & Marja-Liisa Riekkola (2000). Extraction of iridoid glycosides and their determination by micellar electrokinetic capillary chromatography. *Journal of Chromatography A*, 868, 73-83. [https://doi.org/10.1016/S0021-9673\(99\)01170-X](https://doi.org/10.1016/S0021-9673(99)01170-X)
- Jun Xu, Jie Wu, Ling-Ying Zhu, Hong Shen, Jin-Di Xu, Soren Rosendal Jensen, Xiao-Bin Jia, Qing-Wen Zhang, & Song-Lin Li (2012). Analytical Methods: Simultaneous determination of iridoid glycosides, phenethylalcohol glycosides and furfural derivatives in *Rehmanniae Radix* by high performance liquid chromatography coupled with triple-quadrupole mass spectrometry. *Food Chemistry*, 135, 2277-2286. <http://dx.doi.org/10.1016/j.foodchem.2012.07.006>
- Lian-Wen Qi, Chun-Yun Chen, & Ping Li (2009). Structural characterization and identification of iridoid glycosides, saponins, phenolic acids and flavonoids in *Flos Lonicerae Japonicae* by a fast liquid chromatography method with diode-array detection and time-of-flight mass spectrometry. *Rapid Commun. Mass Spectrom*, (23), 3227-3242. doi: 10.1002/rcm.4245
- Nguyen T. H. A, Sung .T. V, Franke . K, & Wessjohann L. A. (2003). Original articles: Phytochemical studies of *Rehmannia glutinosa* rhizomes. *Pharmazie*, 58, 8. Retrieved from <https://www.researchgate.net/publication/10573921>
- Qiande Liang, Jing Ma, Zengchun Ma, Yuguang Wang, Hongling Tan, Chengrong Xiao, Ming Liu, Beibei Lu, Boli Zhang, & Yue Gao (2013). ORIGINAL ARTICLE: Chemical comparison of dried rehmannia root and prepared rehmannia root by UPLC-TOF MS and HPLC-ELSD with multivariate statistical analysis. *Acta Pharmaceutica Sinica B*, 3(1), 55-64. <http://dx.doi.org/10.1016/j.apsb.2012.11.001>

- Ru-Xue Zhang, Mao-Xing Li, & Zheng-Ping Jia (2008). Review: *Rehmannia glutinosa*: Review of botany, chemistry and pharmacology. *Journal of Ethnopharmacology*, 117, 199-214. doi:10.1016/j.jep.2008.02.018
- Shujuan Xue, Lili Wang, Suiqing Chen, & Yongxian Cheng (2018). Article: Simultaneous Analysis of Saccharides between Fresh and Processed Radix *Rehmanniae* by HPLC and UHPLC-LTQ-Orbitrap-MS with Multivariate Statistical Analysis. *Molecules*, 23, 541. doi:10.3390/molecules23030541
- Wenting Li, Hao Wu, Chong Gao, Dan Yang, Depo Yang, & Jiangang Shen (2018). Radix *Rehmanniae* Extract Ameliorates Experimental Autoimmune Encephalomyelitis by Suppressing Macrophage-Derived Nitrate Damage. Original research, *Frontiers in Physiology*, 9, 864. doi: 10.3389/fphys.2018.00864
- Xin Wang, Cuiting Wu, Ming Xu, Cong Cheng, Youping Liu, Xin Di (2020). RESEARCH ARTICLE: Optimisation for simultaneous determination of iridoid glycosides and oligosaccharides in Radix *Rehmannia* by microwave assisted extraction and HILIC-UHPLC-TQ-MS/MS. *Phytochemical Analysis*, 31(3), 1-9. doi: 10.1002/pca.2900

---

**INVESTIGATION OF THE IRIDOID COMPOSITION OF EXTRACTS  
FROM DI HUANG (*Rehmannia glutinosa* Libosch.) ROOT USING UHPLC AND LC-MSD-Trap-SL**

*Nguyen Thi Mai*<sup>1,2\*</sup>, *Nguyen Thi Thuy*<sup>1</sup>, *Tran Thi Thu Huong*<sup>1</sup>,

*Ngo Duy Dong*<sup>1</sup>, *Le Minh Quang*<sup>1</sup>, *Pham Minh Duc*<sup>1</sup>, *Ha Minh Tuan*<sup>1</sup>

\*Corresponding author: *Nguyen Thi Mai* – Email: *nguyenthimai82@tuaf.edu.vn*

Received: June 22, 2021; Revised: December 18, 2021; Accepted: December 19, 2021

**ABSTRACT**

*This research compares the difference of iridoid composition between the extracts collected from Di huang root (*Rehmannia glutinosa* Libosch.) using UHPLC and LC-MSD-Trap-SL. According to the data obtained from LC-MSD-Trap-SL, Jioglutoside B, Leonuride, and Jioglutin E were the iridoids to distinguish the variation of two extracts. Meanwhile, UHPLC analysis also demonstrated that the content of catalpol, 8-epologanic acid, and glutinoside of aqueous extract was much higher than that of ethanol extract (126; 4.46 and 11.14 times higher, respectively). Therefore, it is suggested to use water for extraction of the iridoid active compounds with high biological activity from Di huang root which contained catalpol, an iridoic glycoside dominating in Di huang root.*

**Keywords:** catalpol; iridoid; LC-MSD-Trap-SL; *Rehmannia glutinos* Libosch; UHPLC