Nghiên cứu ảnh hưởng của một số yếu tố đến hiệu suất tinh dầu bưởi thu được bằng phương pháp có sự hỗ trợ vi sóng

Ngô Thị Cẩm Quyên[1,*], Trần Thiện Hiền[1], Trần Thị Kim Ngân[1], Nguyễn Anh Thư [1], Mai Huỳnh Cang[2], Nguyễn Tường Vân[3]

[1]Viện Kĩ thuật Công nghệ cao Nguyễn Tất Thành, Đại Học Nguyễn Tất Thành
[2]Bộ Môn Kĩ thuật Công nghệ Hóa học, Đại học Nông Lâm Tp. Hồ Chí Minh
[3]Khoa Dược, Đại Học Nguyễn Tất Thành
*ntcquyen@ntt.edu.vn

Tóm tắt

Tinh dầu vỏ bưởi có nhiều ứng dụng như nuôi dưỡng, kích thích mọc tóc, làm thức uống, ứng dụng trong dược phẩm. Gần đây, các phương pháp mới trong chiết xuất tinh dầu ngày càng được phát triển để thay thế các phương pháp truyền thống. Trong nghiên cứu này, tối ưu hóa hiệu suất tinh dầu từ vỏ bưởi đã được nghiên cứu bằng phương pháp chưng cất thủy nhiệt có sự hỗ trợ của vi sóng (MAHD). Chúng tôi thấy rằng, hiệu suất tinh dầu tối ưu của vỏ bưởi là 2% tương ứng với các yếu tố như tỉ lệ nguyên liệu và nước là 1:4ml/g, thời gian chiết xuất 45 phút và công suất vi sóng là 450W. Ngoài ra, tinh dầu còn được đo sắc kí khí khối phổ với thành phần hóa học của tinh dầu vỏ bưởi như: limonene (96,491%), β-myrcene (1,644%), α-Phellandrene (0,793%), 1R-α-Pinene (0,686%), Sabinene (0,248%). Phương pháp vi sóng hỗ trợ thủy phân (MAHD) cung cấp một loại tinh dầu có hàm lượng hợp chất cao hơn và tiết kiệm chi phí đáng kể, thời gian, năng lượng, nguyên liệu thực vật. MAHD là một công nghệ xanh và xuất hiện như một sự thay thế tốt để chiết xuất tinh dầu từ cây có mùi thơm.

Nhận 08.08.2019
Được duyệt 28.02.2020
Công bố 30.03.2020

Từ khóa
MAHD, GC-MS

® 2020 Journal of Science and Technology - NTTU

1 Giới thiệu

Những lo ngại về an toàn phụ gia hóa học đã thúc đẩy nhu cầu về chất bảo quản tự nhiên và đến lượt nó, đã thúc đẩy sự quan tâm khoa học đối với các loại tinh dầu và chiết xuất có nguồn gốc thực vật[1-4]. Trong số các nguồn nguyên liệu thảo mộc phong phú chứa tinh dầu có hoạt tính sinh học, vỏ trái cây họ cam quýt là một nguồn tinh dầu quen thuộc và phong phú. Bưởi da xanh (*Citrus grandis* (L.) Osbeck), thuộc họ Rutaceae[5]. Ngày nay, bưởi được trồng rộng rãi và chiếm tỉ lệ lớn trong sản xuất trái cây trên toàn thế giới[6]. Cây cũng được công nhận là một trong những loại thảo mộc mạnh trong y học cổ truyền.

Các loại tinh dầu từ cây có múi, chủ yếu có trong trái và lá; chứa nhiều loại chất chuyển hóa có hoạt tính sinh học như flavonoid, limonoid, coumarin và furanvitymarin, sterol, dầu dễ bay hơi, axit hữu cơ và kiềm. Các loại tinh dầu cây có múi cũng rất giàu các hợp chất hoạt tính sinh học, được công nhận cho các giá trị dược phẩm, sinh lí và dược lí. Như đã được chứng minh bởi nhiều nghiên cứu, tinh dầu cam quýt có đặc tính chống vi khuẩn, chống nhiễm trùng, kháng khuẩn, chống oxi hóa, chống ung thư, chống nấm, chống viêm và hạ đường huyết[7–9].

Tinh dầu chứa các chất dễ bay hơi được phân lập thông qua các phương pháp chiết xuất từ thực vật của một loài thực vật duy nhất. Hầu hết các loại dầu thực vật có thể được chiết xuất bằng cách sử dụng một dung môi nhất định sẽ xâm nhập vào tế bào thực vật, hòa tan và giải phóng dầu. Phương pháp chiết xuất dầu có thể thay đổi từ chưng cất đến chiết bằng dung môi. Gần đây, lò vi sóng đã được áp dụng trong việc chiết xuất tinh dầu và được coi là một phương pháp hiệu quả để cải thiện cả thành phần và năng suất của tinh dầu từ nguyên liệu[10–14].

Nếu các thành phần hoạt động bao gồm các giá trị trị liệu hoặc điều trị dự phòng ở người, thì điều quan trọng là phải thực hiện một trích xuất thích hợp để thu tinh dầu[10]. Bên cạnh đó, điều kiện chiết xuất thích hợp đảm bảo rằng các thành phần hoạt tính sinh học nội sinh có giá trị không bị hư hại và tiềm năng chức năng của nguyên liệu thô được bảo quản tốt trong suốt quá trình[11]. Do đó, việc tối ưu hóa các điều kiện chiết xuất của vỏ bưởi đóng vai trò thiết

yếu để tối đa hóa tiềm năng chống oxi hóa của tinh dầu. Quan trọng hơn, căng thẳng oxi hóa gây ra bởi ROS dưới sự thiếu hụt chất chống oxi hóa là một trong những cơ chế quan trọng làm kích thích sạm da và các rối loạn da liễu khác. Do đó, tối ưu hóa tiềm năng chống oxi hóa của chiết xuất vỏ bưởi là điều cốt lõi[12].

Mục đích của nghiên cứu này là để tối ưu hóa các điều kiện ảnh hưởng đến hiệu suất tinh dầu bưởi (*Citrus grandis (L.) Osbeck*) được chiết xuất qua phương pháp trích li tinh dầu có sự hỗ trợ vi sóng. Các yếu tố khảo sát của quá trình được xem xét bao gồm kích thước nguyên liệu, công suất vi sóng, tỉ lệ vỏ với nước và thời gian.

2 Phương pháp và vật liệu

2.1 Hóa chất, nguyên liệu

Bưởi da xanh được thu nhận từ tỉnh Bến Tre. Sau đó bưởi được rửa sạch, làm ráo, gọt vỏ. Vỏ được xay nhuyễn bằng máy xay sinh tố hiệu Sunhouse. Đem nguyên liệu thu được chưng cất trực tiếp bằng hơi nước. Natri sunfat khan (Na_2SO_4) được mua từ Sigma Aldrich (Mỹ). Nước khử ion được sử dụng làm dung môi để chiết xuất dầu lá bưởi bằng hệ thống tinh chế Milli-Q (Millipore, Hoa Kì)

2.2 Phương pháp trích li tinh dầu

Một thiết bị kiểu Clevenger được kết nối với lò vi sóng MW71E (do SAMSUNG Việt Nam sản xuất) để vận hành thủy điện hỗ trợ bằng lò vi sóng. Nguồn điện có công suất đầu ra tối đa 800W và điện áp 250v-50Hz. Thời lượng tối đa này được chứng minh là chiết xuất hoàn toàn tinh dầu MAHD từ mẫu được thực hiện trong 1 giờ[14]. Bình chứa 50g vỏ bưởi và nước cất được đặt trong khoang lò vi sóng. Tinh dầu chiết xuất sau đó được thu thập bởi một bộ ngưng tụ bên ngoài lò. Cuối cùng, dung dịch được sấy khô và khử nước để thu được tinh dầu nguyên chất.

2.3 Phân tích mẫu

Sau quá trình chiết tách, dung dịch chứa tinh dầu được làm khô bằng natri sulfat khan, loại bỏ nước. Năng suất của tinh dầu chiết xuất được phân tích để đánh giá hiệu suất của MAHD trong việc chiết xuất tinh dầu bưởi. Hiệu suất tinh dầu của một lần chạy thử nghiệm được tính theo công thức sau (1):

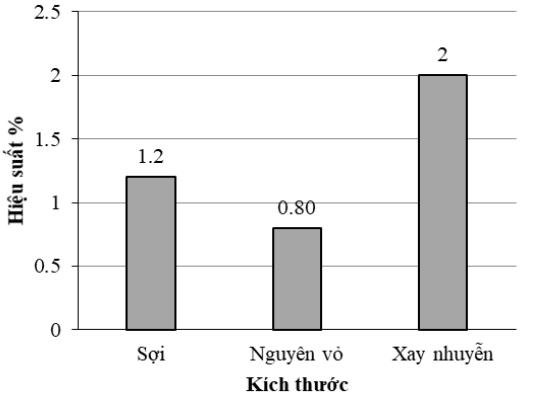
Năng suất của tinh dầu thu được (%) =

$$\frac{\text{Khối lượng tinh dầu thu được } (ml)}{\text{lượng nguyên liệu thô được sử dụng } (g)}$$

Phương pháp sắc kí khí khối phổ (GC-MS) được sử dụng để phân tích các thành phần có trong tinh dầu. 25ml mẫu tinh dầu trong 1,0ml n-hexan và khử nước bằng Na_2SO_4. Tên thiết bị: GC Agilent 6890 N, MS 5973 trơ. Cột HP5-MS, áp lực cột đầu 9,3 psi. GC-MS thu được trong các điều kiện sau: khí mang He; tốc độ dòng chảy 1,0ml/phút; chia 1:100; thể tích tiêm 1,0L; nhiệt độ tiêm 250°C; tiến độ nhiệt độ lò bao gồm giữ nhiệt ban đầu ở 50°C trong 2 phút, tăng lên 80°C ở 2°C/phút, tăng lên 150°C ở 5°C/phút, tăng lên 200°C ở 10°C/phút và tăng lên 300°C ở 20°C/phút trong 5 phút.

3 Kết quả và bàn luận

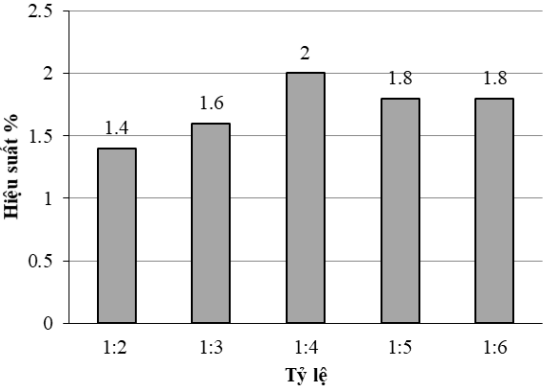
3.1 Ảnh hưởng của kích thước nguyên liệu



Hình 1 Ảnh hưởng của kích thước nguyên liệu

Hình 1 cho thấy kích thước của vỏ bưởi ảnh hưởng đến hiệu suất của tinh dầu. Hiệu suất của nguyên liệu xay nhuyễn (2%) cao gần gấp đôi so với cắt sợi (1,2%), nguyên liệu thô (0,8%). Nói chung, khi chúng ta thay đổi tỉ lệ kích thước vật liệu, hiệu suất thu được cũng như trọng lượng của tinh dầu không thay đổi đáng kể. Kết quả khảo sát cho thấy, tỉ lệ nguyên liệu thô càng nhỏ thì năng suất thu tinh dầu càng cao. Quá trình chiết xuất tinh dầu là một quá trình bao gồm thẩm thấu và hòa tan. Ban đầu, nước từ bên ngoài xâm nhập vào tế bào, sau đó nước hòa tan tinh dầu, dưới tác dụng của nhiệt, nước và tinh dầu bay hơi ra môi trường bên ngoài, sau đó là sự bay hơi của tinh dầu vào buồng chứa tinh dầu. Khi xay các nguyên liệu thô, các tế bào chứa dầu vỡ, dầu thoát ra môi trường bên ngoài và hơi nước bay lên cuốn theo tinh dầu vào buồng chứa tinh dầu. Ngoài ra, với nguyên liệu xay, tinh dầu trong suốt, không màu, có mùi tự nhiên hơn so với nguyên liệu không xay (tinh dầu màu vàng do tiếp xúc nhiệt kéo dài và không còn mùi tự nhiên).

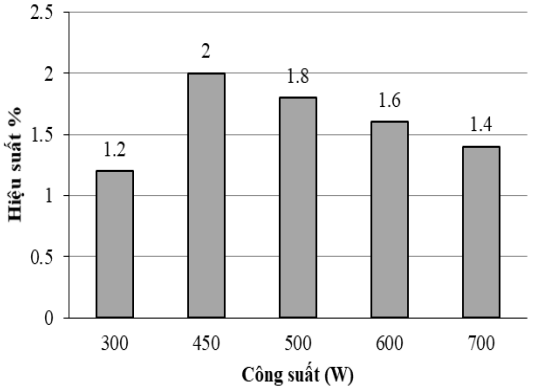
3.2 Ảnh hưởng tỉ lệ nguyên liệu vỏ với nước



Hình 2 Sự ảnh hưởng của tỉ lệ nguyên liệu và nước

Xác định khối lượng nguyên liệu phù hợp cho thiết bị chưng cất là điều cần thiết. Việc này đảm bảo rằng, khối lượng khi đưa vào thiết bị có thể được tối đa hóa mà không ảnh hưởng đến việc thu hồi tinh dầu. Tiến hành chưng cất tinh dầu từ vỏ bưởi với các tỉ lệ khác nhau của nguyên liệu/nước với thiết bị chưng cất từ 1:2 đến 1:6 và so sánh hiệu suất của tinh dầu để chọn tỉ lệ nguyên liệu/nước phù hợp nhất. Các kết quả được thể hiện trong Hình 2. Khi tỉ lệ nguyên liệu/nước thay đổi từ 1:2 thành 1:6, hiệu suất tinh dầu thu được cũng thay đổi nhưng không đáng kể. Kết quả khảo sát, cho thấy: khi tỉ lệ nguyên liệu/nước là 1:4, hiệu quả đạt được của tinh dầu là tối ưu. Tuy nhiên, với tỉ lệ 1:5-1:6, hiệu suất thu tinh dầu giảm nhưng không đáng kể. Mặt khác, để tận dụng tối đa khối lượng khi đưa vào thiết bị và hiệu quả kinh tế trong quá trình sản xuất, tỉ lệ khối lượng vật liệu/nước phù hợp nhất cho quá trình chưng cất là tỉ lệ 1:4 và tỉ lệ này được sử dụng trong thí nghiệm tiếp theo.

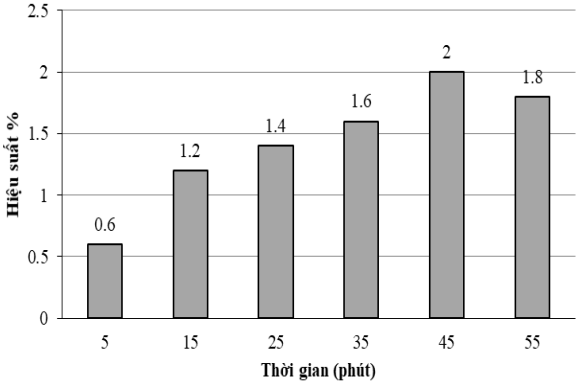
3.3 Ảnh hưởng của công suất máy vi sóng



Hình 3 Ảnh hưởng của công suất vi sóng lên hiệu suất tinh dầu

Hình 3 cho thấy tác dụng của năng lượng đối với chiết xuất tinh dầu bưởi. Việc tách các loại tinh dầu trong nước phụ thuộc rất lớn vào mật độ của các loại tinh dầu cũng như độ hòa tan của các thành phần trong nước. Do đó, vấn đề là tìm ra lượng nhiệt phù hợp cho từng loại tinh dầu. Kết quả trong Hình 3 cho thấy, khi công suất thay đổi từ 300W đến 700W, hiệu suất của tinh dầu thay đổi và giảm. Mỗi loại tinh dầu sẽ có nhiệt độ tác động phù hợp, nhưng nếu công suất quá cao sẽ làm giảm độ hòa tan của các thành phần tinh dầu trong nước, tinh dầu sẽ khó bị cuốn vào hơi nước trong quá trình chưng cất. Công suất chưng cất quá cao, cũng làm thay đổi chất lượng của tinh dầu thành phẩm. Đồng thời để đảm bảo tính kinh tế, sẽ chọn công suất 450W cho việc chưng cất tinh dầu (hiệu suất đạt được tinh dầu 2%).

3.4 Ảnh hưởng của thời gian đến quá trình chưng cất



Hình 4 Sự ảnh hưởng của thời gian trích li lên hiệu suất của tinh dầu.

Thời gian chưng cất ảnh hưởng đến hiệu suất của tinh dầu trong quá trình chiết xuất được thể hiện ở Hình 4. Từ kết quả thu được, cho thấy, khi thời gian chưng cất tăng từ 5 phút lên 45 phút, hiệu suất tinh dầu có sự gia tăng đáng kể. Tuy nhiên, thời gian chưng cất từ 45 phút trở lên gần như đã giảm. Thông qua các kết quả thu được từ các thí nghiệm trên, có thể thấy rằng hiệu suất thu hồi dầu đạt tối đa ở mức 45 phút với 2%. Về lí thuyết, thời gian chưng cất càng lâu thì lượng tinh dầu được thu thập càng nhiều. Tuy nhiên, trên thực tế, việc lựa chọn thời gian chưng cất thích hợp là điều cần thiết để đạt được hàm lượng dầu tối đa và hiệu quả kinh tế cao nhất. Để đảm bảo hiệu suất chưng cất của các loại tinh dầu cũng như hiệu quả kinh tế cao nhất, quyết định chọn 45 phút là thời điểm thích hợp cho quá trình chưng cất tinh dầu.

3.5 Thành phần hóa học của tinh dầu

Trong nghiên cứu này, 5 thành phần dễ bay hơi trong tinh dầu được chiết xuất từ vỏ bưởi chiếm 99,862% tổng hàm lượng tinh dầu bằng phương pháp sắc kí khí khối phổ (GC-MS). Thành phần chiếm nồng độ cao nhất là limonene 96,491%, tiếp theo là β-myrcene 1,644%, α-Phellandrene 0,793%, α-Pinene 0,686%, Sabinene 0,248%. Thành phần của các hợp chất dễ bay hơi trong tinh dầu có thể bị ảnh hưởng bởi các yếu tố môi trường, thời gian, quá trình chiết xuất và tùy thuộc vào đặc điểm địa lí của khu vực. Sự khác biệt giữa nồng độ của tinh dầu và kháng sinh tiêu chuẩn có thể được giải thích bởi thực tế là, các thành phần hoạt chất trong dầu chỉ bao gồm một phần của tinh dầu được sử dụng và nồng độ của các hoạt chất có thể thấp hơn nhiều so với kháng sinh tiêu chuẩn được sử dụng. Tinh dầu là một phức hợp của các hợp chất dễ bay hơi và có thể thể hiện hoạt động kháng khuẩn mạnh mẽ bởi một hợp chất chính duy nhất hoặc bởi tác dụng hiệp đồng hoặc đối kháng của các hợp chất khác nhau[15]. Trong nghiên cứu này, limonene và α-pinene, được tìm thấy có nhiều trong dầu, đã được báo cáo là có khả năng chống nấm[16,17].

4 Kết luận

Nghiên cứu "sự ảnh hưởng của một số yếu tố đến hiệu suất tinh dầu bưởi thu được bằng phương pháp có sự hỗ trợ vi sóng" cho thấy, với kích thước vỏ bưởi được xay nhuyễn trong điều kiện công suất chiết tách từ lò vi sóng được cài đặt 450W, trong thời gian chiết suất 45 phút với tỉ lệ nước và nguyên liệu là 1:4ml/g, hiệu suất tinh dầu từ vỏ bưởi thu được đạt giá trị cao nhất là 2,0%. Tinh dầu này sau khi thu được làm khan với muối Na_2SO_4 và được kiểm tra đánh giá các thành phần, hàm lượng bằng phương pháp GC-MS. Kết quả cho thấy, trong tinh dầu bưởi có 5 thành phần chiếm 99,862% tổng khối lượng tinh dầu trong đó limonene 96,491 %, β-myrcene 1,644%, α-Phellandrene 0,793%, 1R-α-Pinene 0,686%, Sabinene 0,248%.

Lời cảm ơn

Nghiên cứu này được tài trợ bởi Quĩ Phát triển Khoa học và Công nghệ Đại học Nguyễn Tất Thành, mã số đề tài 2019.01.11/HĐ-KHCN.

Tài liệu tham khảo

1. T. T. Hien, N. P. T. Nhan, N. D. Trinh, V. T. T. Ho, and L. G. Bach, "Optimizing the Pomelo Oils Extraction Process by Microwave-Assisted Hydro-Distillation Using Soft Computing Approaches," Solid State Phenom., vol. 279, pp. 217–221, 2018.

2. S. Md Othman, M. Hassan, L. Nahar, N. Basar, S. Jamil, and S. Sarker, "Essential Oils from the Malaysian Citrus (Rutaceae) Medicinal Plants," Medicines, vol. 3, no. 2, p. 13, 2016.

3. D. L. Santos et al., "Chemical composition of essential oils of leaves, flowers and fruits of hortia oreadica," Brazilian J. Pharmacogn., vol. 26, no. 1, pp. 23–28, 2016.

4. N. T. Lan-Phi and T. T. Vy, "Chemical composition, antioxidant and antibacterial activities of peels' essential oils of different pomelo varieties in the south of Vietnam," Int. Food Res. J., vol. 22, no. 6, pp. 2426–2431, 2015.

5. J. Nishad et al., "Bioactive compounds and antioxidant activity of selected Indian pummelo (Citrus grandis L. Osbeck) germplasm," Sci. Hortic. (Amsterdam)., vol. 233, no. September 2017, pp. 446–454, 2018.

6. S. Q. Liew, G. C. Ngoh, R. Yusoff, and W. H. Teoh, "Acid and Deep Eutectic Solvent (DES) extraction of pectin from pomelo (Citrus grandis (L.) Osbeck) peels," Biocatal. Agric. Biotechnol., vol. 13, pp. 1–11, 2018.

7. S. Q. Liew, W. H. Teoh, C. K. Tan, R. Yusoff, and G. C. Ngoh, "Subcritical water extraction of low methoxyl pectin from pomelo (Citrus grandis (L.) Osbeck) peels," Int. J. Biol. Macromol., vol. 116, pp. 128–135, 2018.

8. L. Chen, Y. Lai, L. Dong, S. Kang, and X. Chen, "Polysaccharides from Citrus grandis L. Osbeck suppress inflammation and relieve chronic pharyngitis," Microb. Pathog., vol. 113, no. November, pp. 365–371, 2017.

9. M. Borusiewicz, D. Trojanowska, P. Paluchowska, Z. Janeczko, M. W. Petitjean, and A. Budak, "Cytostatic, cytotoxic, and antibacterial activities of essential oil isolated from Citrus hystrix," ScienceAsia, vol. 43, no. 2, pp. 96–106, 2017.

10. G. Khalili, A. Mazloomifar, K. Larijani, M. S. Tehrani, and P. A. Azar, "Solvent-free microwave extraction of essential oils from Thymus vulgaris L. and Melissa officinalis L.," Ind. Crops Prod., vol. 119, no. March, pp. 214–217, 2018.

11. R. Manouchehri, M. J. Saharkhiz, A. Karami, and M. Niakousari, "Extraction of essential oils from damask rose using green and conventional techniques: Microwave and ohmic assisted hydrodistillation versus hydrodistillation," Sustain. Chem. Pharm., vol. 8, no. March, pp. 76–81, 2018.

12. Z. Liu, Y. Zu, and L. Yang, "A process to preserve valuable compounds and acquire essential oils from pomelo flavedo using a microwave irradiation treatment," Food Chem., vol. 224, pp. 172–180, 2017.

13. M. Gavahian, A. Farahnaky, R. Farhoosh, K. Javidnia, and F. Shahidi, "Extraction of essential oils from Mentha piperita using advanced techniques: Microwave versus ohmic assisted hydrodistillation," Food Bioprod. Process., vol. 94, pp. 50–58, 2015.

14. H. S. Kusuma and M. Mahfud, "Microwave-assisted hydrodistillation for extraction of essential oil from patchouli (Pogostemon cablin) leaves," Period. Polytech. Chem. Eng., vol. 61, no. 2, pp. 82–92, 2017.

15. C. C. Liolios, O. Gortzi, S. Lalas, J. Tsaknis, and I. Chinou, "Liposomal incorporation of carvacrol and thymol isolated from the essential oil of Origanum dictamnus L. and in vitro antimicrobial activity," Food Chem., 2009.

16. J. C. Matasyoh, J. J. Kiplimo, N. M. Karubiu, and T. P. Hailstorks, "Chemical composition and antimicrobial activity of essential oil of Tarchonanthus camphoratus," Food Chem., 2006.

17. M. Viuda-martos, Y. Ruiz-navajas, J. Fernández-lópez, and J. Perez-álvarez, "Antibacterial activity of lemon (citrus lemon L.), mandarin (citrus reticulata L.), grapefruit (citrus paradisi L.) and orange (citrus sinensis L.) essential oils," J. Food Saf., vol. 28, no. 4, pp. 567–576, Oct. 2008.

The effect of some factors on the performance of grapefruit essential oil obtained by microwave-assisted hydrodistillation method

Ngo Thi Cam Quyen[1,*], Tran Thien Hien[1], Tran Thi Kim Ngan[1], Do Nguyen Anh Thu[1], Mai Huynh Cang[2], Nguyen Tuong Van[3]
[1]NTT Hi-Tech Institute, Nguyen Tat Thanh University
[2]Department of Chemical Engineering and Processing, Nong Lam University, Ho Chi Minh City
[3]Deparment of Pharmacy, Nguyen Tat Thanh University
*ntcquyen@ntt.edu.vn

Abstract In this study, Grapefruit peel oil has many applications such as nourishing and stimulating hair. Recently, new methods of extracting essential oils have been increasingly developed to replace traditional methods. In this study, optimizing the oil yield from bark peel was studied by the method of hydrothermal distillation with the support of microwave (MAHD). We found that the optimal oil yield of grapefruit peel was 2% corresponding to factors such as the ratio of raw materials and water of 1: 4 (ml/g), extraction time of 45 (minutes) and capacity. microwave is 450 (W). In addition, the essential oil was also taken to measure iron gas with spectral distribution with the chemical composition of grapefruit peel oil such as limonene (96.491%), followed by β-myrcene (1.644%), α-Phellandrene (0.793%), 1R-α-Pinene (0.686%), Sabinene (0.248%). Microwave assisted hydrolysis method (MAHD) provides an essential oil with higher compound content and significant cost savings, in terms of time, energy and plant material. MAHD is a green technology and appears as a good alternative to extracting essential oils from aromatic plants.

Keywords MAHD, GC-MS