

TÁCH TINH DẦU VỎ QUẢ QUẮT BẰNG PHƯƠNG PHÁP CHUNG CẤT LÔI CUỐN HƠI NƯỚC CỔ ĐIỂN VÀ PHƯƠNG PHÁP NGÂM CHIẾT

Nguyễn Thị Mỹ Phượng,
 Trường Đại học An Giang, ĐHQG-HCM
 Email: ntmphuong@agu.edu.vn

Tóm tắt: Mục tiêu của nghiên cứu là xác định thành phần hóa học của tinh dầu vỏ quả quất trồng tại tỉnh Hậu Giang. Khảo sát các yếu tố ảnh hưởng trong quá trình chung cất tinh dầu bằng phương pháp chung cất lôi cuốn hơi nước cổ điển và phương pháp ngâm chiết bằng các dung môi hữu cơ. Xác định thành phần hóa học bằng sắc ký khí ghép khối phổ (GC-MS). Kết quả cho thấy thành phần hóa học trong tinh dầu thu được bằng phương pháp chung cất lôi cuốn hơi nước gồm 22 - 25 chất, trong đó hàm lượng của Limonene là 74,11%.

Từ khóa: tinh dầu, lá lốt, chung cất, ngâm chiết, GC-MS.

Nhận bài: 20/01/2021; Phản biện: 29/01/2021; Duyệt đăng: 02/02/2021.

1. Giới thiệu

Nguyên liệu được sử dụng trong nghiên cứu là vỏ quả quất được thu hái ở tỉnh Hậu Giang. Từ vỏ quả quất tách tinh dầu bằng hai phương pháp lôi cuốn hơi nước và phương pháp ngâm chiết bằng dung môi hexan. Thành phần hóa học tinh dầu được xác định bằng phổ GC-MS cho thấy thành phần hóa học trong tinh dầu thu được bằng phương pháp chung cất lôi cuốn hơi nước gồm 22 - 25 chất, trong đó hàm lượng của Limonene là 74,11%, còn thành phần hóa học trong tinh dầu thu được bằng phương pháp ngâm chiết với dung môi n-hexan thì chủ yếu là Limonene có hàm lượng rất cao 98,52%.

2. Thực nghiệm

2.1. Nguyên liệu

Quả quất *Citrus japonica*, thumb (Rutaceae) được thu hái ở Tỉnh Hậu Giang.

2.2. Xử lý nguyên liệu

Nguyên liệu là quả quất được thu mua ở xã Tân Hòa, huyện Châu Thành A, tỉnh Hậu Giang về lựa chọn sơ bộ, chọn những quả lớn xanh tươi, căng mọng, bỏ những quả vàng, héo, úng, bị sâu bệnh và những quả quá non và nhỏ. Sau khi vận chuyển đến phòng thí nghiệm đem rửa sạch với nước, để ráo và phơi trong bóng râm đến khi quả không còn đọng nước rửa. Sau đó lột lấy vỏ, cắt nhỏ, đem chung cất bằng phương pháp chung cất lôi cuốn hơi nước tiếp và phương pháp ngâm chiết.

2.3. Ly trích

Tinh dầu được ly trích bằng phương pháp chung cất lôi cuốn hơi nước cổ điển và phương pháp ngâm chiết với dung môi hexan.

Xác định thành phần tinh dầu lá lốt bằng phương pháp sắc ký ghép khối phổ (GC/MS) tại Trung tâm dịch

vụ phân tích thí nghiệm Trường Đại học Khoa học Tự nhiên Tp. Hồ Chí Minh.

Thuyết minh qui trình:

Với phương pháp chung cất lôi cuốn hơi nước, mỗi lần thí nghiệm sử dụng 300gam nguyên liệu xay nhỏ và 1000ml nước, còn với phương pháp ngâm chiết mỗi lần thí nghiệm cũng sử dụng 300gam nguyên liệu xay nhỏ và dung môi hexan vừa ngập nguyên liệu. Cả hai phương pháp đều tiến hành ly trích trong những khoảng thời gian nhất định. Sử dụng diethyl eter để ly trích tinh dầu, làm khan nước bằng Na_2SO_4 khan và cô quay thu hồi dung môi.

2.4. Thành phần hóa học

Thành phần hóa học của tinh dầu được xác định bằng phương pháp sắc ký khí ghép khối phổ GC-MS (Gas Chromatography - Mass Spectrometry), được tiến hành tại Trung tâm phân tích, Trường Đại học Khoa học tự nhiên Tp. Hồ Chí Minh.

3. Kết quả và bàn luận

3.1. Ly trích tinh dầu

3.1.1. Phương pháp chung cất lôi cuốn hơi nước cổ điển:

3.1.1.1. Khảo sát tỉ lệ nguyên liệu - nước:

Tiến hành khảo sát tỉ lệ với 300gam vỏ quả quất xay nhỏ, với thể tích nước từ 500 đến 1100ml, đun trong 1 giờ bằng phương pháp chung cất hơi nước đun nóng cổ điển. Kết quả được ghi nhận trong *bảng 1*.

Từ *bảng 1* cho thấy với 300 gam lá lốt cần có 1000ml nước để thu được tinh dầu với hiệu suất cao nhất.

3.1.1.2. Khảo sát thời gian chung cất:

Tiến hành chung cất từ 90 đến 210 phút, kết quả được ghi nhận trong *bảng 2*

Bảng 1. Thể tích tinh dầu thu được bằng phương pháp chưng cất lôi cuốn hơi nước cổ điển

STT	Lá lốt xay nhỏ (gam)	Nước cất (ml)	Thể tích tinh dầu (ml)
1	300	500	1,08
2	300	600	1,10
3	300	700	1,20
4	300	800	1,35
5	300	900	1,50
6	300	1000	1,70
7	300	1100	1,70

Bảng 2. Thể tích tinh dầu thu được bằng phương pháp chưng cất lôi cuốn hơi nước cổ điển

STT	Vỏ quả quất xay nhuyễn (gam)	Nước cất (ml)	Thời gian chưng cất (phút)	Thể tích tinh dầu (ml)
1	300	1000	90	1,9 ml
2	300	1000	120	2,7 ml
3	300	1000	150	3,6 ml
4	300	1000	180	3,5 ml
5	300	1000	210	3,5 ml

Từ kết quả trên cho thấy hàm lượng tinh dầu tăng theo thời gian chưng cất đến 150 phút thì đạt lượng tinh dầu cao nhất (3,6ml). Sau đó giảm xuống vì có thể thời gian chưng cất lâu và nhiệt độ cao làm bay hơi một phần tinh dầu của nguyên liệu. Vì vậy chúng tôi chọn thời gian chưng cất tối ưu là 150 phút để thực hiện các khảo sát với phương pháp chưng cất lôi cuốn hơi nước cổ điển.

3.1.2. Phương pháp ngâm chiết:

3.1.2.1. Khảo sát dung môi:

Trong quá trình trích ly, việc lựa chọn được loại dung môi thích hợp là một việc hết sức quan trọng, vừa đảm bảo trích ly được nhiều nhất các chất mong muốn, đáp ứng yêu cầu về kinh tế, vừa đảm bảo sức khỏe, an toàn khi sử dụng trong thực phẩm. Tiến hành khảo sát với 4 loại dung môi khác nhau là ethanol 96%, ethyl acetat, hexan và dichloetan. Theo kết quả phân tích thống kê, loại dung môi hexan cho hiệu suất trích ly tinh dầu lá lốt cao nhất (bảng 3).

Bảng 3. Thể tích tinh dầu thu được bằng phương pháp ngâm chiết trong các loại dung môi khác nhau

STT	Lá lốt xay nhỏ (gam)	Dung môi	Thời gian ngâm (ngày)	Thể tích tinh dầu (ml)
1	300	Hexan	5	1,5
2	300	Dichloetan	5	0,7
3	300	Ethyl acetat	5	0,5
4	300	Ethanol 96%	5	0,2

3.1.2.2. Khảo sát thời gian ngâm chiết:

Thời gian ngâm chiết càng dài, hiệu suất thu nhận sản phẩm càng tăng, nhưng đến một ngưỡng thời gian

nhất định thì lượng sản phẩm thu được tăng thêm không đáng kể, đồng thời có thể ảnh hưởng xấu đến chất lượng sản phẩm. Do vậy, cần xác định thời gian ngâm chiết cho thích hợp. Thời gian ngâm chiết được khảo sát là 3, 4, 5, 6, 8, 10 ngày. Thời gian ngâm chiết càng dài thì hiệu suất thu nhận tinh dầu càng cao. Tuy nhiên, khi thời gian tăng lên 6 và 8 ngày thì hiệu suất thu nhận tinh dầu có tăng nhưng không đáng kể. Thời gian ngâm chiết 5 ngày đã trích gần như tối đa lượng tinh dầu có trong nguyên liệu. Vậy thời gian 5 ngày đem lại hiệu quả cao nhất cho quá trình trích ly tinh dầu vỏ quả quất.

Bảng 4. Thể tích tinh dầu thu được qua các lần thực nghiệm trên 300 gam vỏ quả quất bằng phương pháp ngâm chiết bằng dung môi hexane

SỐ THÍ NGHIỆM	KHỐI LƯỢNG NGUYÊN LIỆU (gam)	THỜI GIAN NGÂM (ngày)	THỜI GIAN CHUNG CẮT (phút)	THỂ TÍCH TINH DẦU
1	300	3	60	0,9 ml
2	300	4	60	1,4 ml
3	300	5	60	1,5 ml
4	300	6	60	1,51 ml
5	300	8	60	1,51 ml
6	300	10	60	1,51 ml

3.2. Thành phần hóa học: (xem bảng 5, 6)

Thành phần hóa học chính của tinh dầu vỏ quả quất trồng tại Hậu Giang thu được là D- Limonene (74,11%). So sánh với các nghiên cứu khác thì thành phần hóa học chính là D- Limonene thấp hơn nghiên cứu của của nhóm tác giả Lê Ngọc Thạch trường Đại học Khoa học Tự Nhiên (92,62% trồng tại tỉnh Tiền Giang), nhưng cao hơn của tác giả Trần Thị Ngọc Anh (64,71%, trồng tại Đồng Tháp). Kết quả cho thấy, thành phần hóa học của tinh dầu sẽ khác nhau nếu phương pháp chưng cất khác nhau, vị trí địa lý và điều kiện thổ nhưỡng khác nhau.

3.3. Chỉ số lý hóa

Đặc điểm	Chưng cất lôi cuốn hơi nước và ngâm chiết
Màu sắc	Trong suốt, không màu
Mùi	Thơm dịu nhẹ, có hương rất đặc trưng của vỏ quả quất
Tỷ trọng	0,733 g/ml
Chỉ số axit	0,4675
Chỉ số savon hóa	0,8415
Chỉ số este	0,374

4. Kết luận

Việc tách tinh dầu trong vỏ quả quất thu hái tại tỉnh Hậu Giang bằng phương pháp chưng cất lôi cuốn hơi nước, với 300 gam vỏ quả quất thì thời gian chưng cất tối ưu là 150 phút và thu được thể tích tinh dầu nhiều nhất là 3,6 ml. Còn việc tách tinh dầu trong vỏ quả quất bằng phương pháp ngâm chiết bằng dung môi thì dung môi hexane cho hiệu suất trích ly tinh dầu là cao nhất,

Bảng 5. Thành phần hóa học của tinh dầu thu được từ phương pháp chưng cất lôi cuốn hơi nước

STT	TÊN HỢP CHẤT	HÀM LƯỢNG (%)
1	D-Limonene	74,11
2	beta.-Myrcene	4,95
3	1-Propanol	2,98
4	beta.-Pinene	1,82
5	2-Cyclohexen-1-one, 2-methyl-5-(1-methylethenyl)-, (S)-	1,79
6	2,6-Octadien-1-ol, 3,7-dimethyl-, acetate, (E)-	1,51
7	1,6-Octadien-3-ol, 3,7-dimethyl-	1,46
8	2-Cyclohexen-1-ol, 2-methyl-5-(1-methylethenyl)-, cis-	1,31
9	Limonene oxide, cis-	1,29
10	3-Cyclohexene-1-methanol, .alpha.,.alpha.4-trimethyl-	1,16
11	1H-Cyclopenta[1,3]cyclopropa[1,2]benzene,octahydro-7-methyl-3-methylene-4-(1-methylethyl)-, [3aS-(3a.á,3b.á,4.á,7.á,7aS')]-	1,11
12	trans-p-Mentha-2,8-dienol	0,86
13	2-Cyclohexen-1-ol, 2-methyl-5-(1-methylethenyl)-, trans-	0,8
14	2-Cyclohexen-1-ol, 1-methyl-4-(1-methylethenyl)-, trans-	0,75
15	1-Octanol	0,74
16	Limonene oxide, trans-	0,71
17	Heptanal	0,53
18	Bicyclo[3.1.0]hexane, 4-methylene-1-(1-methylethyl)-	0,52
19	2-Naphthalenemethanol,decahydro-.á,á,4a-trimethyl-8-methylene-, [2R-(2á,4a.á,8a.á)]-	0,42
20	Bicyclo[2.2.1]heptane, 7,7-dimethyl-2-methylene-	0,4
21	Piperazine, 2-methyl-	0,39
22	Nonanal	0,38
	Tổng cộng	100,00

với 300 gam vỏ quả quất thì thời gian ngâm tối ưu là 5 ngày và sau đó chưng cất trong 1 giờ thì lượng tinh dầu thu được là 1,5 ml. Tinh dầu vỏ quả quất thu được từ hai phương pháp đều trong suốt, không màu, có mùi thơm đặc trưng dễ chịu và có cảm giác sáng khoái.

Bảng 6. Một số thành phần hóa học của tinh dầu thu được từ phương pháp ngâm chiết bằng dung môi hexane

STT	TÊN HỢP CHẤT	HÀM LƯỢNG (%)
1	Limonene	98,52
2	á-Pinene	1,48
3	Bicyclo[3.1.0]hexane, 4-methylene-1-(1-methylethyl)-	-
4	1S-á-Pinene	-
	Tổng cộng	100,00

Thành phần hóa học trong tinh dầu thu được bằng phương pháp chưng cất lôi cuốn hơi nước gồm 22 - 25 chất, trong đó hàm lượng của Limonene là 74,11%, còn thành phần hóa học trong tinh dầu thu được bằng phương pháp ngâm chiết với dung môi hexan thì chủ yếu là Limonene có hàm lượng rất cao 98,52%. Qua nghiên cứu cũng cho thấy trong tinh dầu vỏ quả quất thu hái ở tỉnh Hậu Giang có chứa thành phần của chất 7,7-dimethyl-2-methylen bicyclo[2.2.1] heptane (0,4%), đây là chất có hoạt tính giải lo âu mà trong các tinh dầu cùng loài không có. □

Tài liệu tham khảo

- [1]. Đỗ Tất Lợi, (1995), *Những cây thuốc và vị thuốc Việt Nam*, NXB Khoa học kỹ thuật Hà Nội.
- [2]. Nguyễn Kim Phi Phụng, (2007), *Phương pháp cô lập hợp chất hữu cơ*, NXB Đại học Quốc gia TP. Hồ Chí Minh.
- [3]. Lê Ngọc Thạch, (2003), *Tinh dầu*, NXB Đại học Quốc gia TP. Hồ Chí Minh.
- [4]. Nguyễn Thị Lý, Lê Thị Đề Oanh, Phan Thị Bảo Vy, Huỳnh Mai Thảo. *Tách tinh dầu và alkaloid từ quả quất (Citrus japonica Thumb)*. Hội nghị Khoa học và Công nghệ lần thứ 9, Khoa Công nghệ và Hóa học - Đại học Bách khoa TP Hồ Chí Minh.
- [5]. Nguyễn Thị Thảo Trân, Trịnh Hoàng Hiếu, Lê Ngọc Thạch, *Khảo sát tinh dầu vỏ trái và lá Tắc (Fortunella japonica, Thumb)*, Tạp chí phát triển KH&CN, tập 12, số 10 - 2009, Trường Đại học Khoa học tự nhiên, Đại học Quốc gia TP. Hồ Chí Minh.

Separation of kumquat peel oil using the classical steam distillation and extraction method

Nguyen Thi My Phuong

An Giang University, Vietnam National University, Ho Chi Minh City

Email: ntmphuong@agu.edu.vn

Abstract: The objective of the study is to define the chemical composition of kumquat peel oil grown in Hau Giang province and investigate the influencing factors in essential oil distillation using classical steam distillation and extraction with organic solvents. The chemical composition is defined by gas chromatography mass spectrometry (GC-MS). The results show that the chemical composition of essential oils obtained by steam distillation method consists of 22-25 substances, of which Limonene's content is 74.11%.

Keywords: Essential oils, kumquat peels, distillation, extraction, GC-MS.