

TRƯỜNG ĐẠI HỌC NGUYỄN TẤT THÀNH
KHOA KỸ THUẬT THỰC PHẨM VÀ MÔI TRƯỜNG



KHOÁ LUẬN TỐT NGHIỆP

**NÂNG CAO HÀM LƯỢNG HOẠT
CHẤT ALPHA-TERPINEOL TỪ
PHẦN CẶN TINH DẦU TRÀM NẤM
GÂN (*MELALEUCA
QUINQUENERVIA*) BẰNG PHƯƠNG
PHÁP CHỨNG CẮT PHÂN ĐOẠN**

TRỊNH LÊ MINH TÍNH

TP. HCM, tháng 09 năm 2023

TRƯỜNG ĐẠI HỌC NGUYỄN TẤT THÀNH
KHOA KỸ THUẬT THỰC PHẨM VÀ MÔI TRƯỜNG



KHOÁ LUẬN TỐT NGHIỆP

NÂNG CAO HÀM LƯỢNG HOẠT
CHẤT ALPHA-TERPINEOL TỪ
PHẦN CẶN TINH DẦU TRÀM NĂM
GÂN (*MELALEUCA*
QUINQUENERVIA) BẰNG PHƯƠNG
PHÁP CHUNG CẮT PHÂN ĐOẠN

TRỊNH LÊ MINH TÍNH

ThS. ĐỖ ĐÌNH NHẬT

TP. HCM, tháng 09 năm 2023

**CÔNG TRÌNH ĐƯỢC HOÀN THÀNH TẠI
TRƯỜNG ĐẠI HỌC NGUYỄN TẤT THÀNH**

Cán bộ hướng dẫn: (ghi tên và ký duyệt)

ThS. Đỗ Đình Nhật

Cán bộ chấm phản biện: (ghi tên và ký duyệt)

ThS. Nguyễn Thị Ngọc Lan

Khóa luận được bảo vệ tại HỘI ĐỒNG CHẤM BẢO VỆ LUẬN VĂN ĐẠI HỌC
TRƯỜNG ĐẠI HỌC NGUYỄN TẤT THÀNH, ngày 26 tháng 09 năm 2023

NHIỆM VỤ KHÓA LUẬN TỐT NGHIỆP

HỌ VÀ TÊN: **TRỊNH LÊ MINH TÍNH**

MSSV: **1911546818**

NGÀNH: **CÔNG NGHỆ KỸ THUẬT HÓA HỌC**

LỚP: **19DHH1A**

Tên Khóa luận:

Tiếng Việt: **NÂNG CAO HÀM LƯỢNG HOẠT CHẤT ALPHA-TERPINEOL TỪ PHẦN CẶN TINH DẦU TRÀM NĂM GÂN (*MELALEUCA QUINQUENERVIA*) BẰNG PHƯƠNG PHÁP CHUNG CẤT PHÂN ĐOẠN**

Tiếng Anh: **ENRICHMENT OF ALPHA-TERPINEOL FROM RESIDUE FRACTION OF *MELALEUCA QUINQUENERVIA* ESSENTIAL OILS BY FRACTIONAL DISTILLATION**

Nhiệm vụ Khóa luận:

- Xác định các tính chất vật lý và thành phần hóa học của cặn tinh dầu tràm Năm gân
- Tiến hành thực nghiệm khảo sát các ảnh hưởng của thông số quy trình chung cất phân đoạn nguyên liệu cặn tinh dầu tràm Năm gân để thu hồi hoạt chất α -Terpineol lớn hơn 70% bằng phương pháp chung cất phân tử:
 - Khảo sát ảnh hưởng của áp suất;
 - Khảo sát ảnh hưởng của lưu lượng nhập liệu;
 - Khảo sát ảnh hưởng của nhiệt độ bề mặt hóa hơi.
- Tối ưu hóa quy trình phân đoạn cặn tinh dầu tràm Năm gân với mục đích thu hồi hàm lượng α -Terpineol lớn hơn 70% bằng phương pháp chung cất phân tử.
- Đánh giá tính chất vật lý và thành phần hóa học của phân đoạn cặn tinh dầu tràm Năm gân thu được.

Ngày giao Khóa luận: 01/03/2023

Ngày hoàn thành nhiệm vụ: 09/2023

Họ tên cán bộ hướng dẫn: **ThS. ĐỖ ĐÌNH NHẬT**

Nội dung và yêu cầu KLTN đã được Hội Đồng chuyên ngành thông qua.

TP.HCM, ngày 26 tháng 09 năm 2023

TRƯỞNG BỘ MÔN

CÁN BỘ HƯỚNG DẪN

TS. Trần Thị Tường Vi

ThS. Đỗ Đình Nhật

TRƯỞNG/ PHÓ KHOA

.....

LỜI CẢM ƠN

Xin chân thành cảm ơn Ban Giám hiệu Trường Đại học Nguyễn Tất Thành, Ban Chủ nhiệm Khoa Kỹ thuật Thực phẩm và Môi trường, Quý Thầy/Cô trực thuộc bộ môn Công nghệ Kỹ thuật Hoá học và các anh/chị cán bộ phòng thí nghiệm của Khoa đã tận tình hướng dẫn, giảng dạy, truyền đạt kiến thức và đưa ra những lời khuyên, chỉ dẫn quý báu cho em trong suốt quá trình học tập tại trường.

Đặc biệt, em xin gửi lời tri ân sâu sắc đến Thạc sĩ Đỗ Đình Nhật – Giảng viên Khoa Kỹ thuật Thực phẩm và Môi trường, thầy đã định hướng giúp em đến với ngành Công nghệ Kỹ thuật Hoá học tại trường Đại học Nguyễn Tất Thành và đã có những hướng dẫn tận tình trong suốt quá trình học tập và nghiên cứu. Cảm ơn thầy đã tận tình hỗ trợ giúp em trong những kiến thức chuyên môn, kinh nghiệm thực tiễn và hoàn thiện những sai sót trong suốt thời gian hoàn thành Khóa luận Tốt Nghiệp để đạt kết quả tốt nhất.

Xin gửi sự biết ơn sâu sắc đến Bố, Mẹ và gia đình đã tạo điều kiện hỗ trợ cho con về mọi mặt trong suốt quá trình học tập tại bậc Đại học cũng như suốt khoảng thời gian thực hiện nghiên cứu Khóa luận Tốt nghiệp của con.

Dù đã có cố gắng trong quá trình hoàn thiện Khóa luận Tốt nghiệp, nhưng do những hạn chế về thời gian, kiến thức, đồng thời kinh nghiệm của bản thân còn hạn hẹp nên báo cáo không tránh khỏi những hạn chế và thiếu sót, rất mong nhận được những ý kiến nhận xét và đóng góp quý báu từ Quý Thầy/Cô Hội đồng và Cán bộ chấm phản biện.

Em xin trân trọng cảm ơn.

LỜI CAM ĐOAN

Tôi xin cam đoan đề tài “**NÂNG CAO HÀM LƯỢNG HOẠT CHẤT ALPHA-TERPINEOL TỪ PHẦN CẶN TINH DẦU TRÀM NĂM GÂN (MELALEUCA QUINQUENERVIA) BẰNG PHƯƠNG PHÁP CHUNG CẤT PHÂN ĐOẠN**” là công trình nghiên cứu của cá nhân tôi được thực hiện dưới sự hướng dẫn của **ThS. ĐỖ ĐÌNH NHẬT**. Những số liệu, kết quả và nội dung trình bày trong khóa luận này là các nghiên cứu nguyên thủy (original research) chưa được công bố trên bất kỳ tạp chí hay tài liệu học thuật nào cho đến thời điểm hiện tại.

Tôi ủy quyền sử dụng mọi nội dung trong nghiên cứu này cho **ThS. ĐỖ ĐÌNH NHẬT** trong các công bố khoa học, các nghiên cứu và đề tài cấp cao hơn (Thạc sĩ, Tiến sĩ) mà không có bất kỳ tranh chấp nào về quyền tác giả và sở hữu trí tuệ. Ngoài ra, tôi xác nhận tư cách đồng tác giả dưới tên **TRỊNH LÊ MINH TÍNH** với email liên hệ **1911546818@nttu.edu.vn** thuộc Khoa Kỹ thuật Thực phẩm và Môi trường (Đại học Nguyễn Tất Thành)

Tôi xin cam đoan những lời khai trên là đúng sự thật và hoàn toàn chịu trách nhiệm trước pháp luật về tính xác thực.

Tp. Hồ Chí Minh, ngày 02 tháng 10 năm 2023

Tác giả luận văn

(Ký và ghi rõ họ tên)

Trịnh Lê Minh Tính

TÓM TẮT

Trong nghiên cứu này, cặn tinh dầu tràm Năm gân được tiến hành phân đoạn bằng phương pháp chưng cất phân tử nhằm nâng cao hàm lượng hoạt chất α -Terpineol trong tinh dầu. Các yếu tố ảnh hưởng đến quá trình phân đoạn tinh dầu được khảo sát bao gồm áp suất (Pa), nhiệt độ bề mặt hóa hơi ($^{\circ}\text{C}$) và lưu lượng nhập liệu (mL/phút), sau đó tối ưu hóa các yếu tố công nghệ bởi phương pháp đáp ứng bề mặt (RSM) để thu được phân đoạn có hàm lượng α -Terpineol cao nhất. Các phân đoạn cùng với mẫu tinh dầu thô và mẫu đối chứng được đánh giá khả năng chống gốc tự do bằng phương pháp DPPH \bullet và ABTS \bullet^{+} . Kết quả nghiên cứu chỉ ra trong khoảng áp suất 150–250 Pa, nhiệt độ bề mặt hóa hơi 30–40 $^{\circ}\text{C}$ và lưu lượng 1–2 mL/phút thu được hàm lượng α -Terpineol cao nhất. Đồng thời kết quả điều kiện tối ưu bao gồm áp suất 205,95 Pa, nhiệt độ bề mặt hóa hơi 35,32 $^{\circ}\text{C}$, lưu lượng tinh dầu 1,34 mL/phút phần phần trăm hoạt chất α -Terpineol tương ứng là 70,97% với độ thu hồi lên đến 70,8%. Các kết quả của phương pháp DPPH \bullet cho thấy phân đoạn nhẹ chống lại các gốc tự do cao hơn hẳn so với tinh dầu nguyên liệu và đối chứng α -Terpineol do có sự hiện diện thêm của các hoạt chất sinh học khác như Caryophyllene, Humulene, Guaiyl acetate, δ -Cadinene, Ngược lại, đối với phương pháp ABTS \bullet^{+} của phân đoạn nhẹ thấp hơn so với tinh dầu nguyên liệu và tương đương với đối chứng α -Terpineol.

ABSTRACT

*In this study, residue material of Niaouli essential oil (*Melaleuca quinquinervia* (Cav.) S.T. Blake) was fractionated by molecular distillation (Islam et al.) to enrichment the content of α -Terpineol in essential oil. Factors influencing the segmentation process surveyed included pressure (Pa), evaporate surface temperature ($^{\circ}$ C) and feed flow rate (mL/min), then optimization of these factors by response surface methodology (RSM) to obtain the fraction with the highest α -Terpineol content. Fractions, crude essential oil samples, and control samples were evaluated for free radical resistance using DPPH and ABTS methods. The results show that in the pressure range of 150–250 Pa, the evaporate surface temperature of 30–40 $^{\circ}$ C and the flow rate of 1–2 mL/min the highest α -Terpineol content is obtained. Simultaneous, optimum condition results include pressure 205.95 Pa, evaporate surface temperature 35.32 $^{\circ}$ C, essential oil flow 1.34 mL/min, the percentage of α -Terpineol is 70.97%, respectively, with a recovery of up to 70.8%. The results of the DPPH method showed that the mild fractionation against free radicals was significantly higher than that of raw oils and controls of α -terpineol due to the presence of other biologically active substances such as Caryophyllene, Humulene, Guainyl acetate, δ -Cadinene,.... In contrast, for the ABTS method the distillate fraction was lower than that of the raw essential oil and equivalent to the control α -Terpineol.*

MỞ ĐẦU

1. ĐẶT VẤN ĐỀ

Việt Nam là quốc gia có nguồn dược liệu rất lớn và đa dạng do thiên nhiên và thổ nhưỡng ban tặng, các loại dược liệu này có rất nhiều tiềm năng khai thác. Trong đó, tinh dầu thiên nhiên là nguồn nguyên liệu quan trọng có tính ứng dụng cao đối với các ngành công nghiệp mỹ phẩm, thực phẩm, hóa phẩm và dược phẩm. Tuy nhiên, một vấn đề cấp bách hiện nay là nguồn nguyên liệu này chưa được khai thác triệt để, chúng ta xuất khẩu nguyên liệu tinh dầu thô với giá rẻ, sau đó lại nhập khẩu các sản phẩm từ tinh dầu sau khi được tinh chế, xử lý với giá thành cao. Từ đó, việc nghiên cứu, áp dụng các công nghệ sản xuất đột phá mới tạo xu thế cạnh tranh cho các sản phẩm đạt chất lượng và giá thành tốt, giải quyết vấn đề “xuất thô, nhập tinh” là một mục tiêu cấp thiết hiện nay.

Tràm Năm gân (*Melaleuca quinquenervia* (Cav.) S.T. Blake) là loại dược liệu được du nhập từ Úc, và được phát triển mạnh ở nước ta trong những năm gần đây và diện tích trồng tăng lên hàng năm với hàng ngàn hecta trên khắp cả nước. Tràm Năm gân là một trong những loài có hàm lượng và chất lượng tinh dầu cao nhất trong hơn 42 loài tràm được nghiên cứu về tinh dầu. Hàm lượng tinh dầu trong lá tràm Năm gân tươi có thể đạt từ 1,3%–2,4%. Trong tinh dầu tràm Năm gân, 1,8–Cineole, Vidrioflo là thành phần hương chính chiếm hơn 60% (Ireland et al., 2002) và là hoạt chất chính được khai thác hiện nay.

Hiện nay, tinh dầu tràm Năm gân được các nhà máy khai thác hoạt chất chính 1,8–Cineole, là thành phần chính của tinh dầu này. Sau khi phân tách, tinh chế làm giàu hoạt chất 1,8–Cineole trong tinh dầu ứng dụng thương mại, phần cặn tinh dầu sau khi kết thúc phân tách chưa có hướng xử lý. Trong thành phần cặn tinh dầu tràm Năm gân còn nhiều hoạt chất có giá trị kinh tế cao, đặc biệt là α -Terpineol, một chất đóng vai trò quan trọng trong lĩnh vực công nghiệp dược mỹ phẩm, ngoài ra α -Terpineol thu hút sự quan tâm lớn vì nó có nhiều ứng dụng sinh học như một hợp chất chống oxy hóa, chống ung thư, chống co giật, chống loét, hạ huyết áp, chống buồn ngủ. Nó cũng được sử dụng để tăng cường khả năng thẩm thấu qua da, đồng thời cũng có đặc tính diệt côn trùng. Các công nghệ hiện tại trên thực tế chưa phân tách được hoạt chất này trong cặn tràm Năm gân.

Chính vì vậy nếu có thể sử dụng các nguồn nguyên liệu tinh dầu này để chế biến thành các nguyên liệu cho ngành công nghiệp dược mỹ phẩm, giá trị kinh tế của sản phẩm sẽ tăng lên rất nhiều. Mục tiêu này có thể đạt được nếu có sự đầu tư và nghiên cứu về công nghệ phân tách và tinh chế để thu hồi các hoạt chất có dược lý, đạt độ tinh khiết và tiêu chuẩn của nguyên liệu dược mỹ phẩm, từ đó tham gia vào các chuỗi cung ứng lớn về nguyên liệu trên thế giới.

Chung cất phân tử là một phương pháp phân tách hiện đại, có thể được sử dụng để tinh chế và phân đoạn các loại tinh dầu. Công nghệ này tạo ra các hợp chất, phân đoạn mục tiêu với độ tinh khiết cao, đáp ứng được các ứng dụng trong ngành dược phẩm, thực phẩm vốn đòi hỏi chất lượng cao từ nguồn nguyên liệu đầu vào trong suốt quá trình sản xuất các sản phẩm, cũng như tránh được các vấn đề độc tính khi sử dụng dung môi, hóa chất trong quá trình chiết xuất.

Chung cất phân tử là một quá trình phức tạp liên quan đến các vấn đề truyền nhiệt, truyền khối, nhiều biến số liên quan đến quá trình chung cất phân tử ảnh hưởng đến sản lượng và chất lượng sản phẩm mong muốn. Quá trình này đòi hỏi một lượng lớn công việc thử nghiệm để tối ưu hóa các điều kiện vận hành quá trình chung cất, điều này có nghĩa là cần một lượng lớn thời gian và chi phí. Mặc dù đã được giới thiệu từ vài thập kỷ trước, tuy nhiên việc sử dụng phương pháp này trong thực tế vẫn còn nhiều hạn chế, cần có thêm nhiều nghiên cứu mới để bổ sung tư liệu góp phần áp dụng vào thực tế.

Do đó nghiên cứu phân tách nâng cao hàm lượng α -Terpineol trong cặn tinh dầu trầm Năm gân sẽ làm tăng giá trị kinh tế vốn có của loại tinh dầu này. Nội dung chính cần tập trung giải quyết tại nghiên cứu này là: **“Nâng cao hàm lượng hoạt chất α -Terpineol từ phần cặn tinh dầu trầm Năm gân (*Melaleuca quinquenervia*) bằng phương pháp chung cất phân đoạn”**.

2. MỤC TIÊU NGHIÊN CỨU

Mục tiêu của nghiên cứu là khảo sát ảnh hưởng của thông số quy trình chung cất phân đoạn nguyên liệu phân đoạn cặn tinh dầu trầm Năm gân (*Melaleuca quinquenervia* (Cav.) S.T. Blake) để nâng cao hàm lượng hoạt chất α -Terpineol trong tinh dầu bằng phương pháp chung cất phân tử. Về mặt thực tiễn có thể khẳng định giá trị kinh tế của nguồn nguyên liệu tinh dầu Việt Nam trên thị trường.

3. NỘI DUNG NGHIÊN CỨU

Xác định các tính chất vật lý và thành phần hóa học của cặn tinh dầu trầm Năm gân.

Tiến hành thực nghiệm khảo sát các ảnh hưởng của thông số quy trình chưng cất phân đoạn nguyên liệu cặn tinh dầu trầm Năm gân để thu hồi hoạt chất α -Terpineol lớn hơn 70% bằng phương pháp chưng cất phân tử:

- Khảo sát ảnh hưởng của áp suất;
- Khảo sát ảnh hưởng của lưu lượng nhập liệu;
- Khảo sát ảnh hưởng của nhiệt độ bề mặt hóa hơi.

Tối ưu hóa quy trình chưng cất phân đoạn cặn tinh dầu trầm Năm gân để thu nhận hàm lượng α -Terpineol lớn hơn 70% bằng phương pháp chưng cất phân tử.

Xác định thành phần hóa học của phân đoạn cặn tinh dầu trầm Năm gân thu được.

Xác định khả năng chống gốc tự do của các phân đoạn tinh dầu.

4. PHẠM VI NGHIÊN CỨU

Trong đề tài này, lựa chọn đối tượng nghiên cứu là Phân đoạn cặn tinh dầu Trầm năm gân được cung cấp từ Hợp tác xã dược liệu Trường Sơn, huyện Cam Lộ, tỉnh Quảng Trị. Sản xuất bằng phương pháp chưng cất lôi cuốn hơi nước, sau đó trải qua chưng cất phân đoạn để thu được phân đoạn tinh dầu cặn chứa α -Terpineol là hoạt chất chính.

Địa điểm thực hiện nghiên cứu: Hệ thống phòng thí nghiệm Khoa Kỹ thuật Thực phẩm và Môi trường, trực thuộc trường Đại học Nguyễn Tất Thành – Lầu 4, 331 Quốc lộ 1A, Phường An Phú Đông, Quận 12, Thành phố Hồ Chí Minh.