

NGHIÊN CỨU QUY TRÌNH CHIẾT XUẤT HOA KIM NGÂN (*LONICERA JAPONICA* THUNB.) BẰNG PHƯƠNG PHÁP TRÍCH NGÂM CÓ GIA NHIỆT VỚI HỖ TRỢ CỦA THIẾT BỊ CHÂN KHÔNG PVF

● LÊ THÚY NHUNG - ĐÀO THANH KHÊ - ĐỖ XUÂN DƯƠNG - PHAN THỊ NHƯ BÌNH
- LÊ TUẤN DỸ - NGUYỄN LÂM DUY - NGUYỄN KIM THỊNH

TÓM TẮT:

Hoa kim ngân (HKN) có nhiều hợp chất có hoạt tính sinh học chống ung thư, chống oxy hóa và khả năng kháng khuẩn cao. Kết quả của quá trình nghiên cứu cho thấy, HKN được chiết xuất bằng phương pháp trích ngâm, gia nhiệt có hỗ trợ của thiết bị chân không PVF với dung môi EtOH 50%, tỷ lệ nguyên liệu/dung môi 1/12, thời gian chiết 90 phút ở nhiệt độ 60°C và áp suất chân không -350 mmHg, qua 2 lần chiết thu được dịch chiết có màu vàng mật ong, mùi hương đặc trưng của HKN, pH đạt 5,6 và hàm lượng chlorogenic acid cao 716,14 µg/mL.

Từ khóa: hoa kim ngân, chiết xuất chân không PVF, cô đặc chân không PVF.

1. Đặt vấn đề

Kim ngân (*Lonicera japonica* Thunb.) hay còn gọi là Nhãn đông có nguồn gốc ở vùng Đông Nam Á, phân bố ở Trung Quốc, Nhật Bản và Triều Tiên. Ở Việt Nam, Kim ngân phân bố chủ yếu ở các vùng núi và trung du phía bắc như Quảng Ninh, Cao Bằng, Lạng Sơn, Bắc Giang, Hà Tây đến các tỉnh Tây Nguyên và đặc biệt ở An Giang (Đặng Văn Hùng và cộng sự, 2022). Bộ phận dùng của cây Kim ngân là hoa sắp nở (lần một số hoa đã nở) được sấy khô. Mùa hoa nở là từ tháng 3 ÷ 5 hàng năm. Hoa thơm khi mới nở có màu trắng, sau chuyển thành màu vàng. Vì trên cây cùng có cả hoa trắng và hoa vàng nên mới gọi là Kim ngân (Lê Thị Thu Hiền, 2010).

Trong Đông y, Kim ngân là vương dược giải độc bởi được liệu quý này chứa nhiều hợp chất có hoạt tính sinh học như tinh dầu (α -pinen, hex-1-en, hex-3-en-1-ol, cis và trans-2-methyl-2-vinyl-5-(α -hydroxy isopropyl)-tetrahydrofuran, geraniol, α -terpineol, alcol β -phenyl ethylic, carvacrol, eugenol, linalol, 2,6,6-trimethyl-2-vinyl-hydroxy tetra hydrydropyran); nhóm flavonoid (lonicerin, luteolin-7-glucoside, luteolin, kaempferol, quercetin,...), saponin (Đỗ Tất Lợi, 2014) và đặc biệt có chứa hợp chất chlorogenic acid (hợp chất giàu hoạt tính sinh học) khoảng 6% ở bộ phận HKN (Lê Thị Thu Hiền, 2010). Chlorogenic acid được xem là một trong những chất chính của HKN và được lựa chọn làm chất đánh giá chỉ tiêu chất lượng

của HKN trong Dược điển Việt Nam V (Phạm Quốc Tuấn và cộng sự, 2022). Vì vậy, HKN được lựa chọn làm đối tượng chính để nghiên cứu trong đề tài.

Việc chiết xuất các hợp chất có hoạt tính sinh học từ HKN không khó, nhất là ở quy mô nhỏ. Nhưng làm thế nào để lấy được các hợp chất này với hàm lượng cao, hiệu quả, tiết kiệm chi phí trên quy mô lớn lại là bài toán nan giải hơn nhiều. Đây chính là lý do khiến các nhà nghiên cứu không ngừng tìm cách cải tiến các phương pháp chiết xuất, từ truyền thống đến hiện đại, tiêu biểu như ngâm, hầm, sắc, chiết siêu tới hạn, thăng hoa, Soxhlet, vi sóng. Những phương pháp này có ưu điểm là nhanh gọn, không tốn nhiều tiền. Tuy nhiên, quy trình này lại cho sản phẩm chất lượng kém, có thể bị biến tính do vận hành ở nhiệt độ cao. Phương pháp ngâm trong dung môi như ngâm trong EtOH lại tốn nhiều thời gian, còn phương pháp chiết xuất siêu âm cũng rất tốt, nhưng việc sản xuất máy chiết siêu âm ở Việt Nam để ứng dụng ở quy mô pilot còn ít. Những phương pháp hiện đại hơn, hiệu quả hơn lại đòi hỏi chi phí đầu tư lớn, chưa thực sự phù hợp với các cơ sở sản xuất, doanh nghiệp quy mô vừa và nhỏ đang chiếm tỷ lệ lớn ở Việt Nam hiện nay (Đào Thanh Khê, 2023).

Chiết xuất dược liệu bằng công nghệ chân không PVF là lựa chọn phù hợp để nghiên cứu trong đề tài với tiêu chí có thể ứng dụng trong điều kiện sản xuất thực tế, đây là phương pháp chiết xuất dùng áp suất chân không, thực hiện ở nhiệt độ thấp ($50 \div 85^{\circ}\text{C}$) và thời gian chiết nhanh (dưới 2 giờ). Dưới điều kiện thay đổi của áp suất chân không và dưới tác dụng của dung môi EtOH, dược liệu được co bóp liên tục. Khi áp suất âm, các hoạt chất sinh học đi ra khỏi cấu trúc của dược liệu. Khi áp suất về lại khí quyển, các dung môi di chuyển vào trong cấu trúc của dược liệu tạo thành một dòng đối lưu từ dược liệu ra ngoài và ngược lại. Áp lực co bóp này mạnh gần 1 kgf/cm^2 , xâm nhập nội cấu trúc của dược liệu. Ngoài hiệu suất chiết và giá thành, một trong những vấn đề để nhóm lựa chọn đó chính là hệ

thống thiết bị chiết xuất chân không PVF có độ an toàn cao cho người sử dụng, dễ vận hành và có khả năng ứng dụng rộng rãi tại các nhà máy (Đào Thanh Khê, 2023).

Xuất phát từ tình hình thực tế, nhóm nghiên cứu đã quyết định chọn đề tài “Nghiên cứu quy trình chiết xuất hoa kim ngân (*Lonicera japonica* Thunb.) bằng phương pháp trích ly có gia nhiệt với hỗ trợ của thiết bị chân không PVF”. Đồng thời, đánh giá các chỉ tiêu chất lượng; định tính các hợp chất có hoạt tính sinh học và định lượng chlorogenic acid có trong chiết xuất HKN.

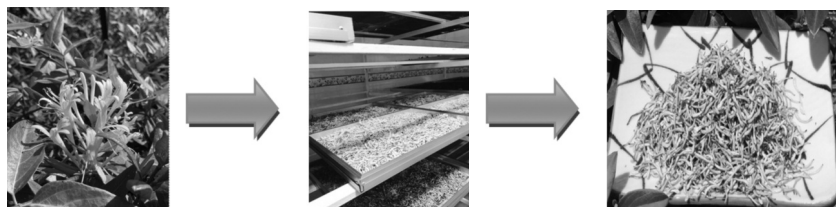
2. Đối tượng và phương pháp nghiên cứu

2.1. Đối tượng

2.1.1. Nguyên liệu chính

HKN được cung cấp bởi Công ty TNHH MTV TMDV Thái Minh Nguyên (ấp Long Hòa, huyện Chợ Mới, tỉnh An Giang) từ tháng 09 ÷ 12/2023. Dược liệu ở dạng tươi, được thu hái khi hoa chưa nở hoặc chớm nở, rửa sạch, để khô tự nhiên, rồi sấy lạnh để giữ các dưỡng chất quý có trong hoa. Thành phẩm HKN khô có màu vàng sẫm, mùi thơm đặc trưng đạt tiêu chuẩn an toàn vệ sinh thực phẩm ISO 22000:2018, được chứa trong túi nhôm và bảo quản trong tủ lạnh ở nhiệt độ $4 \div 8^{\circ}\text{C}$ tại Trung tâm Thí nghiệm thực hành Trường Đại học Công Thương Thành phố Hồ Chí Minh. (Hình 1)

Hình 1. Hoa kim ngân An Giang



Nguồn: Nhóm tác giả thực hiện

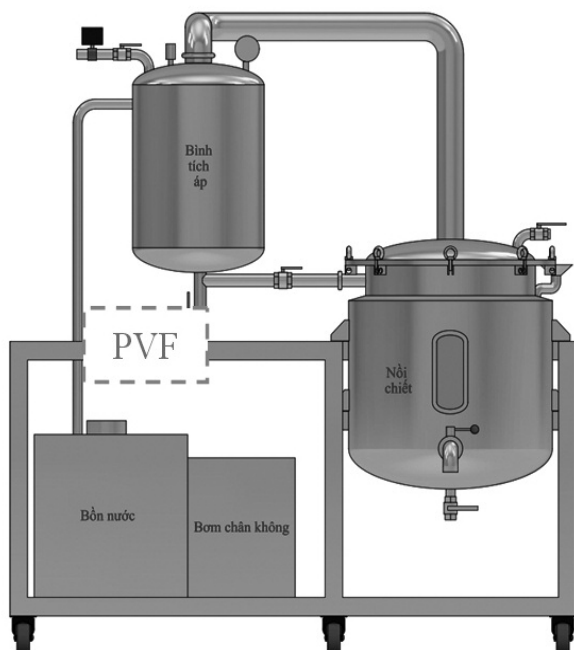
2.1.2. Dụng cụ, hóa chất và thiết bị phục vụ nghiên cứu

Hóa chất: potassium sorbate (Trung Quốc), EtOH 96° (Việt Nam), nước cất 2 lần (Việt Nam).

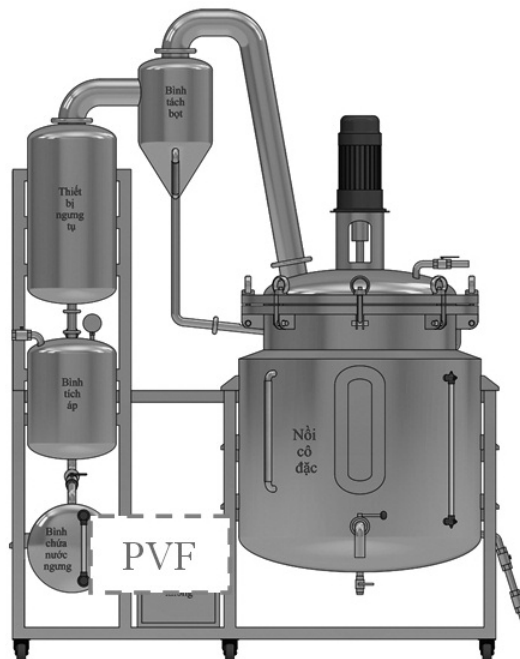
Dụng cụ: chai thủy tinh có nắp đậy 100 mL (Trung Quốc) đựng mẫu chiết xuất HKN và các dụng cụ khác trong phòng thí nghiệm.

Thiết bị: cân kỹ thuật GS Shinko (Nhật Bản), cân sấy ẩm hồng ngoại KETT FD-720 (Nhật Bản), máy chiết xuất chân không PVF (Hình 2) và máy cô đặc chân không PVF (Hình 3).

Hình 2. Máy chiết xuất chân không PVF



Hình 3. Máy cô đặc chân không PVF



Nguồn: Nhóm tác giả thực hiện

2.1.3. Thiết kế nghiên cứu

Thiết kế nghiên cứu dựa trên việc kế thừa có chọn lọc các nguồn tư liệu, tài liệu hiện có liên quan đến đối tượng và phương pháp nghiên cứu được công bố trong và ngoài nước. Từ đó, phát triển các ý tưởng thiết kế nghiên cứu tránh trùng lặp, tiết kiệm và rút ngắn thời gian đạt được mục tiêu hoàn thành sản phẩm khoa học của đề tài. Sử dụng quy trình chiết xuất dược liệu với sự hỗ trợ của thiết bị chân không PVF để tìm ra quy trình chiết xuất phù hợp với nguyên liệu lựa chọn là HKN và đối sánh sản phẩm thu được với các phương pháp chiết khác.

2.2. Phương pháp nghiên cứu

2.2.1. Phương pháp chiết xuất hoa kim ngân

Tiến hành trích ly HKN bằng phương pháp trích ngâm có gia nhiệt (hay còn gọi là trích nóng) theo mô tả trong nghiên cứu của nhóm nghiên cứu Rostagno M.A. and Prado J.M., 2013 và khảo sát các yếu tố ảnh hưởng đến hiệu suất chiết. Phương pháp này sau đó cũng được Võ Thị Kim Loan và cộng sự, 2019 thực hiện; Đào Thanh Khê và cộng sự, 2022 thực hiện cho kết quả đạt khá cao. Các bước thực hiện có sửa đổi cho phù hợp với điều kiện phòng thí nghiệm.

HKN được sấy khô có độ ẩm $< 12\%$ (theo Dược điển Việt Nam V) và được lọc qua rây có đường kính 3 mm sẽ được trích ly bằng phương pháp chiết ngâm có gia nhiệt với hỗ trợ của hệ thống thiết bị chiết chân không PVF. Sau quá trình trích ly bằng dung môi EtOH 50% với tỷ lệ nguyên liệu/dung môi là 1/12, ở áp suất chân không -350 mmHg, nhiệt độ 60°C trong 30 phút, lọc dịch chiết để thu nhận phần dịch trong. Bã chiết thu được thực hiện quá trình chiết lặp lại một lần nữa tương tự. Gộp tất cả dịch lọc lại và cô đuổi dung môi EtOH bằng hệ thống thiết bị cô đặc chân không PVF ở nhiệt độ 60°C cho đến khi mùi của HKN đặc trưng xuất hiện thì dừng lại, thu được dịch chiết chiết đậm đặc. Để nguội dịch chiết, bổ sung chất bảo quản với tỉ lệ 0,5% trên lượng dịch tổng, cho vào chai thủy tinh tối màu (100 mL) và bảo quản trong ngăn mát tủ lạnh ở nhiệt độ $15 \div 20^{\circ}\text{C}$.

2.2.2. Khảo sát phương pháp trích ly với sự hỗ trợ của thiết bị chiết xuất chân không PVF đến hiệu suất chiết hoa kim ngân

Tiến hành trích ly có gia nhiệt HKN ở điều kiện áp suất khí quyển (hệ 1) và ở áp suất chân không -350 mmHg (hệ 2) như quy trình ở Hình 3 để chọn ra

phương pháp thích hợp cho quá trình chiết xuất HKN phù hợp. Đồng thời, khảo sát các yếu tố ảnh hưởng đến quá trình trích ly như nồng độ dung môi EtOH (30%, 50%, 70% và 90%); tỷ lệ nguyên liệu/dung môi (1/10, 1/12, 1/14 và 1/16 (w/w)) và số lần chiết HKN (1 lần, 2 lần và 3 lần).

Dịch chiết đậm đặc của HKN thu được ở hai hệ trích ly trên được tiếp tục cô đuổi dung môi bằng hệ thống thiết bị cô đặc chân không PVF ở nhiệt độ 60°C để thu được cao khô hoàn toàn.

2.2.3. Phương pháp đánh giá chất lượng chiết xuất hoa kim ngân

Chiết xuất HKN được kiểm tra các chỉ tiêu chất lượng như tổng số vi sinh vật đếm được, nhiễm vi sinh, nhiễm kim loại nặng, cảm quan (màu sắc, mùi hương), pH (dung dịch 1%) và được gửi mẫu đo tại Công ty TNHH Phân tích Kiểm nghiệm Việt Tín.

2.2.4. Phương pháp định tính các nhóm hợp chất có hoạt tính sinh học trong chiết xuất hoa kim ngân

Dựa vào các phản ứng tạo màu, tiến hành xác định sự có mặt của các hợp chất có hoạt tính như alkaloids, flavonoid, saponin, phenolic, tannin trong chiết xuất HKN theo mô tả trong nghiên cứu của các nhóm như Sofowara và các cộng sự (1993); Nguyễn Kim Phi Phụng (2007); Tiwari and Cummins (2013). Các bước thực hiện có sửa đổi cho phù hợp với điều kiện thí nghiệm.

2.2.5. Phương pháp định lượng Clorogenic acid có trong chiết xuất hoa kim ngân

Hàm lượng clorogenic acid là một trong những chỉ tiêu chính để đánh giá chất lượng dược liệu của HKN. Chỉ tiêu này cao chứng tỏ chất lượng dược liệu tốt và ngược lại. Hàm lượng clorogenic acid có trong chiết xuất HKN được xác định bằng phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao (HPLC) và được gửi mẫu đo tại Viện Kiểm nghiệm Thuốc TP.Hồ Chí Minh.

2.2.6. Phương pháp xử lý số liệu

Các thí nghiệm được lặp lại 3 lần, kết quả được xử lý với phần mềm Microsoft Excel 2016. Kết quả được thể hiện dưới dạng giá trị trung bình $\pm$ sai số.

3. Kết quả và thảo luận

3.1. Kết quả khảo sát phương pháp trích ly chiết xuất HKN với sự hỗ trợ của thiết bị chiết xuất chân không PVF

Việc lựa chọn phương pháp chiết xuất thích

hợp phụ thuộc vào bản chất của nguyên liệu thực vật, dung môi chiết xuất, nhiệt độ, áp suất, tỷ lệ nguyên liệu/dung môi và số lần chiết. Trong phạm vi nghiên cứu này, nhóm tác giả lựa chọn phương pháp chiết ngâm có gia nhiệt với hỗ trợ của thiết bị chân không PVF cho các khảo sát.

3.1.1. Kết quả khảo sát ảnh hưởng của nồng độ dung môi EtOH đến hiệu suất chiết

Hệ dung môi là một trong những yếu tố quan trọng nhất trong quá trình chiết xuất. Việc lựa chọn dung môi quyết định đến hiệu suất chiết và chất chiết được. Ethanol là dung môi được lựa chọn trong nghiên cứu này do có nhiều ưu điểm: EtOH là dung môi phân cực nên dễ hòa tan được nhiều hoạt chất có trong hoa kim ngân (clorogenic acid, quercetin, phenolic, tannin,...); có thể pha loãng với nước ở bất kỳ tỷ lệ nào, nên có thể pha loãng EtOH thành những nồng độ khác nhau theo yêu cầu chiết xuất đối với từng dược liệu. Ngoài ra, khi sử dụng EtOH có nồng độ trên 20% có khả năng ngăn cản sự phát triển của vi khuẩn và nấm trên dược liệu, tạo điều kiện cho quá trình bảo quản dịch chiết. Trong nghiên cứu này, nhóm tác giả lựa chọn EtOH 30%, EtOH 50%, EtOH 70% và EtOH 90%. Một số thông số của quá trình khảo sát được cố định bao gồm: tỷ lệ NL/DM là 1/12; chiết 1 lần với thời gian chiết 90 phút, ở nhiệt độ 60°C và áp suất -350 mmHg.

Kết quả ở Hình 4 cho thấy, khi thay đổi nồng độ EtOH thì hiệu suất chiết thay đổi. Khi chiết bằng EtOH 50% thì cho hiệu suất chiết cao nhất và giảm dần khi nồng độ EtOH tăng lên 70% và 90%. Nguyên nhân của sự thay đổi trên là do EtOH có thể trích ly nhiều hợp chất có độ phân cực khác nhau, nếu nồng độ EtOH càng cao, làm tăng khả năng thẩm thấu và khuếch tán của hoạt chất, dẫn đến hiệu suất trích ly cao HKN tăng. Tuy nhiên, nếu nồng độ EtOH tăng quá cao làm cho thành tế bào bị mất nước cục bộ dẫn tới hiện tượng các tế bào bị khô và co lại, quá trình trích ly bị cản trở bởi hiệu suất trích ly cao HKN bị giảm. Vì vậy, EtOH 50% được lựa chọn là nồng độ dung môi cho các nghiên cứu tiếp theo. Kết quả này hoàn toàn phù hợp với kết quả đã được công bố của các nhóm nghiên cứu Lê Thị Thu Hiền, 2010; Phan Phước Hiền và cộng sự, 2021.

3.1.2. Kết quả khảo sát ảnh hưởng của tỷ lệ nguyên liệu/dung môi đến hiệu suất chiết

Tỷ lệ nguyên liệu/dung môi là yếu tố ảnh hưởng đến khả năng trích ly. Lượng dung môi tối thiểu phải vừa ngập qua bề mặt của lớp nguyên liệu khoảng lớn hơn 1 cm, khi đó các lớp nguyên liệu mới có thể tiếp xúc với dung môi. Nếu tỷ lệ nguyên liệu/dung môi cao hơn nhiều so với bề mặt được thu được nhiều tạp trong quá trình chiết xuất, đồng thời còn mất nhiều thời gian trong quá trình thu hồi dung môi tạo cao đặc. Trong nghiên cứu này, nhóm tác giả lựa chọn tỷ lệ nguyên liệu/dung môi lần lượt là 1/10; 1/12; 1/14 và 1/16. Một số thông số của quá trình khảo sát được cố định bao gồm: EtOH 50%; chiết 1 lần với thời gian chiết 90 phút, ở nhiệt độ 60°C và áp suất -350 mmHg.

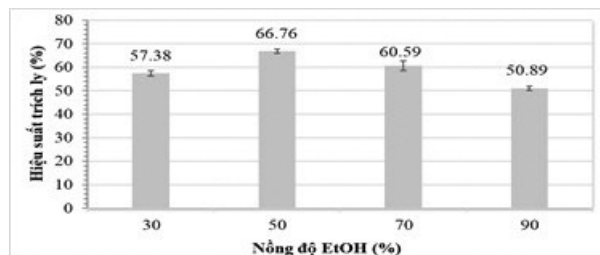
Kết quả nghiên cứu ở Hình 5 cho thấy, hiệu suất chiết xuất tăng dần khi tăng lượng dung môi và hiệu suất chiết thu được nhiều nhất ở tỷ lệ NL/DM là 1/12, khi tiếp tục tăng lượng dung môi thì hiệu suất thu được lại giảm xuống. Nguyên nhân của sự thay đổi này là do khi lượng dung môi quá ít (ở tỷ lệ 1/10) không đủ để hòa tan, trích ly hết lượng chất tan ra khỏi tế bào. Do đó, khi tiếp tục tăng lượng dung môi (ở tỷ lệ 1/12) thì hàm lượng chất tan thu được có sự tăng mạnh. Tuy nhiên, khi tiếp tục chiết với lượng dung môi quá nhiều (từ tỷ lệ 1/14 đến 1/16) trong khi hàm lượng chất tan của nguyên liệu là cố định nên sẽ nhanh chóng dẫn đến sự cân bằng giữa các pha, làm hiệu suất chiết không giảm. Vì vậy, tỷ lệ NL/DM được lựa chọn là 1/12 cho các nghiên cứu tiếp theo.

3.1.3. Kết quả khảo sát ảnh hưởng của số lần chiết đến hiệu suất chiết

Trong nghiên cứu này, nhóm tác giả lựa chọn số lần chiết HKN của quá trình chiết xuất lần lượt là 1 lần, 2 lần và 3 lần. Một số thông số của quá trình khảo sát được cố định bao gồm: EtOH 50%, thời gian chiết 90 phút, ở nhiệt độ 60°C và áp suất -350 mmHg.

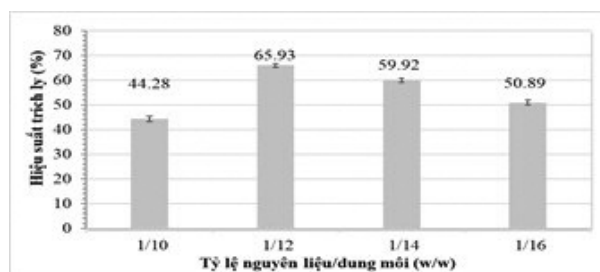
Kết quả nghiên cứu ở Hình 6 cho thấy, khi số lần chiết tăng từ 1 lần lên 2 lần thì lượng hoạt chất chiết được từ dược liệu cũng tăng lên, còn khi chiết 3 lần thì hiệu suất chiết lại tăng lên không đáng kể, do lượng chất cần chiết xuất còn lại trong nguyên liệu không còn nhiều. Chọn số lần chiết phù hợp sẽ tiết

Hình 4. Ảnh hưởng của nồng độ dung môi EtOH đến hiệu suất chiết



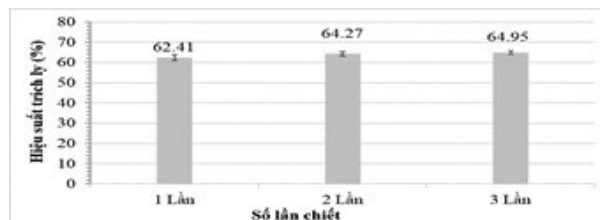
Nguồn: Nhóm tác giả thực hiện

Hình 5. Ảnh hưởng của tỷ lệ nguyên liệu/dung môi đến hiệu suất chiết



Nguồn: Nhóm tác giả thực hiện

Hình 6. Ảnh hưởng của số lần chiết đến hiệu suất chiết



Nguồn: Nhóm tác giả thực hiện

kiệm được cả về thời gian và chi phí. Vì thế, 2 lần chiết HKN được lựa chọn phù hợp cho những nghiên cứu tiếp theo.

3.1.4. Kết quả khảo sát ảnh hưởng của áp suất đến hiệu suất chiết

Trong nghiên cứu này, chúng tôi lựa chọn khảo sát ảnh hưởng của áp suất đến quá trình chiết HKN ở điều kiện áp suất khí quyển và áp suất chân không (-350 mmHg). Một số thông số của quá trình khảo sát được cố định bao gồm: EtOH 50%, thời gian chiết 90 phút, ở nhiệt độ 60°C và số lần chiết là 2.

Từ kết quả đánh giá ở Bảng 1 cho thấy, chiết xuất HKN bằng phương pháp chiết ngâm có gia

Bảng 1. Đặc điểm của chiết xuất HKN được trích ly với sự hỗ trợ của thiết bị chân không PVF ở áp suất khí quyển và áp suất chân không -350 mmHg

STT	Chỉ tiêu thử nghiệm	Áp suất khí quyển	Áp suất chân không
1	Cảm quan (Màu sắc)	 Orche brown	 Honey yellow
2	Cảm quan (Mùi hương)	Mùi thơm đặc trưng của dược liệu	Mùi thơm đặc trưng của dược liệu
3	pH ở 25°C	5,0	5,6
4	Hiệu suất chiết cao hoa kim ngân (%)	63,39 ± 0,96	66,52 ± 0,62

Nguồn: Nhóm tác giả thực hiện

nhiệt với sự hỗ trợ của thiết bị chân không PVF trong dung môi EtOH 50%, thời gian chiết 90 phút, ở áp suất chân không -350 mmHg, nhiệt độ chiết

60°C, số lần chiết là 2 cho kết quả khả quan với hiệu suất chiết cao. Nhiệt độ sôi của dung môi thấp nên hoạt chất ít bị phân hủy, dịch chiết trong có màu vàng nhạt không bị lẫn nhiều tạp chất tan trong nước, không lắng cặn mịn, dung môi EtOH có thể được thu hồi và pH dịch chiết thu được gần với pH làn da. Do đó, phương pháp chiết xuất có gia nhiệt có hỗ trợ thiết bị chân không PVF là phương pháp chiết xuất phù hợp, dễ thực hiện và dễ triển khai ở các doanh nghiệp với quy mô sản xuất nhỏ và lớn.

3.2. Kết quả đánh giá chất lượng chiết xuất hoa kim ngân

Các chỉ tiêu hóa lý của chiết xuất HKN được kiểm tra tại Trung tâm phân tích kiểm nghiệm Việt Tín cho kết quả như ở Bảng 2 .

Từ kết quả đánh giá ở Bảng 2 cho thấy, chiết xuất HKN không bị nhiễm vi sinh, không phát hiện hàm lượng kim loại như Pb, As và Hg. Điều này cho thấy chiết xuất HKN được trích ly bằng phương pháp chiết ngâm có gia nhiệt với hỗ trợ của thiết bị chân không hoàn toàn phù hợp được lựa chọn để làm nguyên liệu thiên nhiên trong phối liệu các sản phẩm mỹ phẩm tự nhiên.

Bảng 2. Kết quả kiểm tra đánh giá các chỉ tiêu hóa lý của chiết xuất HKN

STT	Chỉ tiêu thử nghiệm	Phương pháp phân tích	Kết quả	Đơn vị tính
1	Tổng số vi sinh vật đếm được	ISO 21149: 2017 /AMD1:2022 TK. TCVN 7902: 2008 (Ref. ISO 15213 : 2003)	< 10	CFU/mL
2	Staphylococcus aureus	ISO 22718 : 2015/AMD1:2022	Không phát hiện	trong 0,1mL
3	Pseudomonas aeruginosa	ISO 22717 : 2015/AMD1:2022	Không phát hiện	trong 0,1mL
4	Candida albicans	ISO 18416 : 2015/AMD1:2022	Không phát hiện	trong 0,1mL
5	Chì (Pb) (*)	ACM 005 : 2013	Không phát hiện (LOD=0,04)	ppm
6	Arsen (As) (*)	ACM 005 : 2013	Không phát hiện (LOD=0,03)	ppm
7	Thủy ngân (Hg) (*)	ACM 005 : 2013	Không phát hiện (LOD=0,06)	ppm
8	Cảm quan (Màu sắc)	TCVN 5090 : 2008	Màu vàng mật ong	-
9	pH (Dung dịch 1%)	TCVN 5458 : 1991	5,6	-

Nguồn: Nhóm tác giả thực hiện

3.3. Kết quả định tính các nhóm hợp chất có hoạt tính sinh học trong chiết xuất hoa kim ngân

Kết quả định tính sơ bộ các nhóm hợp chất có hoạt tính sinh học trong chiết xuất HKN bằng phản ứng hóa học tạo màu được trình bày ở Hình 7 và Bảng 3.

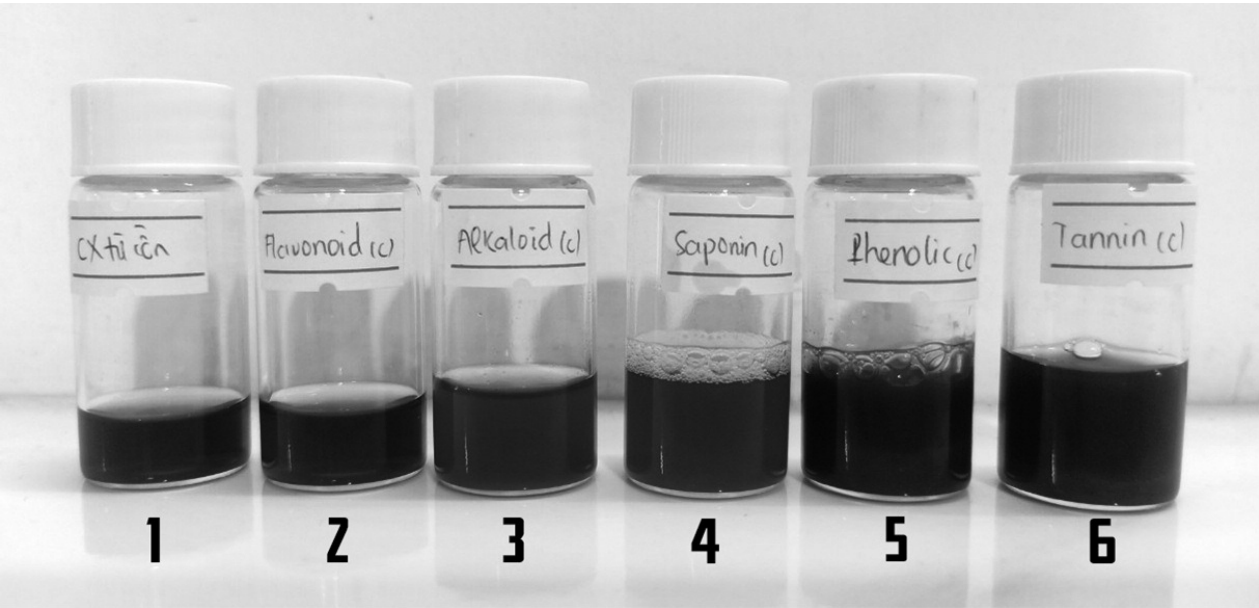
Kết quả phân tích định tính cho thấy, chiết xuất HKN thu được có sự hiện diện của các hợp chất có hoạt tính sinh học như flavonoid, alkaloid, saponin, phenolic và tannin. Các hợp chất phenolic và tannin được chứng minh có hoạt tính chống oxy hóa và

kháng khuẩn. Kết quả này phù hợp với kết quả nghiên cứu của Phạm Quốc Tuấn và cộng sự, 2022.

3.4. Kết quả định lượng Clorogenic acid có trong chiết xuất hoa kim ngân

Clorogenic acid là một trong những chất chính có trong HKN, được lựa chọn để đánh giá chỉ tiêu chất lượng của HKN theo Dược Điển Việt Nam V. Kết quả phân tích định lượng chiết xuất HKN (An Giang) cho thấy, hàm lượng clorogenic acid là $602,05 \div 716,14 \mu\text{g/mL}$, cao hơn so với các kết quả nghiên cứu của các đề tài khác, chẳng hạn như

Hình 7. Định tính các nhóm hợp chất có trong chiết xuất HKN



Nguồn: Nhóm tác giả thực hiện

Bảng 3. Kết quả phân tích sơ bộ thành phần các hợp chất có trong dịch chiết hoa kim ngân

STT	Nhóm hợp chất	Thuốc thử	Phản ứng dương tính	Kết quả định tính chiết xuất HKN
1	Flavonoid	NaOH 1% trong ethanol	Màu cam đỏ	+
2	Alkaloid	Dung dịch HCl 1M và thuốc thử Dragendorff	Tủa màu cam nâu	+
3	Saponin	Lắc mạnh dịch chiết với nước	Có bọt bền	++
4	Phenolic	Dung dịch FeCl ₃ 5% trong nước	Kết tủa màu xanh đen đậm và bền	++
5	Tannin	Dung dịch FeCl ₃ 10% trong	Dung dịch có màu xanh đen và bền	++

Lưu ý: (-): không có, (±): nghi ngờ, (+): có ít, (++) : có, (+++) : có nhiều.

Nguồn: Nhóm tác giả thực hiện

nghiên cứu của nhóm Y. Li và cộng sự (2018), hàm lượng của chlorogenic acid trong HKN chỉ đạt khoảng $25,85 \div 67,75 \mu\text{g/mL}$. Điều này cho thấy phương pháp trích ly HKN với sự hỗ trợ của thiết bị chân không PVF là phù hợp.

4. Kết luận

Nghiên cứu bước đầu đã xây dựng thành công quy trình sản xuất chiết xuất HKN bằng phương pháp chiết ngâm có gia nhiệt với hỗ trợ của thiết bị chân không PVF. Chiết xuất HKN thu được

bằng phương pháp trích ly này đáp ứng các chỉ tiêu có thể lựa chọn là nguyên liệu dùng trong phối chế các sản phẩm thực phẩm, dược phẩm và mỹ phẩm. Kết quả nghiên cứu đã chứng tỏ khả năng ứng dụng của các thiết bị chân không PVF trong công nghệ chiết xuất dược liệu là có tính khả thi và triển khai được trong thực tế bởi hiệu suất chiết cao, thời gian xử lý nhanh, hàm lượng hoạt chất chiết trong sản phẩm thu được tốt hơn so với các công bố trước đây ■

Lời cảm ơn:

Nhóm tác giả trân trọng cảm ơn Trường Đại học Công Thương Thành phố Hồ Chí Minh và Công ty TNHH Thiết bị Thực phẩm Pháp Việt đã hỗ trợ kinh phí và tạo điều kiện về cơ sở vật chất giúp chúng tôi hoàn thành nghiên cứu này.

TÀI LIỆU THAM KHẢO:

1. Đặng Văn Hùng, Trần Thị Lan, Nguyễn Quỳnh Nga, Nguyễn Thị Phương, Nguyễn Thị Hương (2022). Kết quả xác định tên khoa học và phân tích hàm lượng chlorogenic acid của các mẫu kim ngân hoa thu tại Hải Dương và Hà Nam. Tạp chí Khoa học & Công nghệ Việt Nam, 64(9) tr. 14-18.
2. Lê Thị Thu Hiền (2010). Nghiên cứu thiết lập chất chuẩn acid chlorogenic từ kim ngân hoa phục vụ công tác kiểm tra chất lượng thuốc. Luận văn thạc sĩ dược học - Trường Đại học Dược Hà Nội, 2010.
3. Đỗ Tất Lợi (2014). Những cây thuốc và vị thuốc Việt Nam. Nhà xuất bản Y học, tr. 75-77, 2014.
4. Đào Thanh Khê (2023). So sánh chiết xuất siêu âm và chiết xuất chân không PVF trong chiết xuất dược liệu. Khoa Công nghệ Hóa học, Trường Đại học Công Thương Thành phố Hồ Chí Minh.
5. Nguyễn Kim Phi Phụng (2007). Phương pháp cô lập hợp chất hữu cơ. Nhà xuất bản Đại học Quốc gia Thành phố Hồ Chí Minh, tr. 80-147.
6. Đào Thanh Khê, Lê Thúy Nhung (2022). Xây dựng quy trình sản xuất dịch chiết lá neem Ninh Thuận bằng phương pháp cô đặc chân không và ứng dụng trong phòng ngừa sâu bệnh. Tạp chí Công Thương, số 18 (2).
7. Võ Thị Kim Loan, Trần Quốc Thanh, Phạm Đình Duy (2019). Xây dựng công thức xà phòng từ cao lá khế (Averrhoa Carambola) hỗ trợ điều trị rôm sảy. Khoa Dược, Đại học Y Dược Thành phố Hồ Chí Minh, phụ bản tập 23, số 2, tr. 590-598.
8. Rostagno M.A and Prado J.M (2013). Natural product extraction principles and applications. The Royal Society of Chemistry, 230-275.
9. Sofowara A (1993). Medicinal Plants and Traditional Medicine in Africa. Spectrum Books Limited: Ibadan & Nigeria, 191-289.
10. Pham Quoc Tuan, Tran Thi Van Anh, Nguyen Thanh Hai, Ha Quang Loi, Dao Viet Hung, Ha Thanh Hoa, Nguyen Thi Minh Diep, Ngo Thi Xuan Thinh (2022). Flos Lonicerae: A Review of Chemical Structures and Biological Activities of Phenolic Derivatives. VNU Journal of Science: Medical and Pharmaceutical Science, 38(4), 13-32.
11. Tiwari U and Cummins E (2011). Fruit and vegetables. In: Handbook of plant food phytochemicals: Sources, stability and extraction. John Wiley & Sons, 105-137.

Ngày nhận bài: 29/01/2024

Ngày phản biện đánh giá và sửa chữa: 25/02/2024

Ngày chấp nhận đăng bài: 11/3/2024

Thông tin tác giả:

1. ThS. LÊ THÚY NHUNG^{1*}

2. ThS. ĐÀO THANH KHÊ¹

3. ĐỖ XUÂN DƯƠNG¹

4. PHAN THỊ NHƯ BÌNH¹

5. LÊ TUẤN DỸ¹

6. NGUYỄN LÂM DUY¹

7. NGUYỄN KIM THỊNH¹

¹Trường Đại học Công Thương Thành phố Hồ Chí Minh

**A STUDY ON THE EXTRACTION PROCESS
OF HONEYSUCKLE FLOWER (*LONICERA JAPONICA* THUNB.)
WITH THE USE OF HEATED IMMERSION EXTRACTION
AND PVF VACUUM DEVICE**

● Master. LE THUY NHUNG¹

● Master. DAO THANH KHE¹

● DO XUAN DUONG¹

● PHAN THI NHU BINH¹

● LE TUAN DY¹

● NGUYEN LAM DUY¹

● NGUYEN KIM THINH¹

¹ Ho Chi Minh City University of Industry and Trade

ABSTRACT:

Honeysuckle flower has many anti-cancer, antioxidant, and high-antibacterial biological activities. In this study, honeysuckle flower was extracted through the heated immersion extraction method with the support of a PVF vacuum device with solvent EtOH 50%, material/solvent ratio 1/12, an extraction time of 90 minutes at a temperature of 60°C, and a vacuum pressure of -350 mmHg. After two extractions, the extract has a honey yellow color, the characteristic scent of honeysuckle flower, a pH of 5.6, and a high chlorogenic acid content of 716.14 µg/mL.

Keywords: honeysuckle, vacuum extraction PVF, vacuum concentration PVF.