

# TỐI ƯU QUÁ TRÌNH CHỨNG CẤT TINH DẦU TỎI LÝ SƠN NHIỀU TẾP (*ALLIUM SATIVUM L.*)

● NGUYỄN THỊ NGỌC LAN - NGUYỄN QUỐC DUY - ĐẶNG THANH THỦY

## TÓM TẮT:

Tỏi (*Allium sativum L.*) là một gia vị quen thuộc trong mỗi gia đình, cũng là một loại thảo dược được sử dụng phổ biến trong y học từ rất xưa. Ngày nay, tinh dầu tỏi được xem như là phương thuốc quý với nhiều công dụng. Quá trình chưng cất tinh dầu tỏi Lý Sơn nhiều tép (Quảng Ngãi) đạt hiệu suất cao nhất 3% với các thông số tối ưu chưng cất: thời gian chưng 150 phút, nồng độ muối 2%, thời gian ngâm 60 phút, tỉ lệ nước/ nguyên liệu 7/1. Tinh dầu tỏi Lý Sơn nhiều tép so với tỏi cô đơn Lý Sơn và tỏi Phan Rang chứa diallyl disulfide, allyl methyl trisulfide cao nhất được xác định bởi GC-MS. Tinh dầu tỏi Lý Sơn nhiều tép cũng cho thấy khả năng kháng oxy hóa cao thông qua khả năng bắt gốc tự do DPPH.

**Từ khóa:** tinh dầu, tỏi Lý Sơn, tỏi Phan Rang, chưng cất.

## 1. Đặt vấn đề

Tỏi (*Allium sativum L.*) là một trong những loại cây được sử dụng lâu đời nhất trong y học vì lợi ích sức khỏe của nó mang lại. Công dụng y học chính của tỏi là giảm huyết áp và cholesterol, chống nhiễm trùng và ngăn ngừa ung thư [1]. Các công dụng khác được đề xuất của tỏi bao gồm bảo vệ gan, chống giun sán, chống viêm, chống oxy hóa, kháng nấm và chữa lành vết thương,... Tỏi được trồng khắp thế giới và có nguồn gốc từ Trung Á, sau đó được mang sang Trung Quốc, Cận Đông và khu vực Địa Trung Hải [2]. Tại Việt Nam, loại cây này được trồng hầu hết ở các tỉnh thành, trong đó một số địa điểm nổi tiếng như: Lý Sơn - Quảng Ngãi, Hải Dương, Lâm Đồng, Khánh Hòa, Phan Rang,... Đặc biệt, trong số các loại tỏi của Việt Nam, tỏi Lý Sơn đã trở thành đặc sản nổi tiếng và là thương hiệu, nhãn hiệu của vùng - tỏi Lý Sơn, đã được Cục Sở hữu trí tuệ (Bộ Khoa học và Công nghệ) cấp chứng nhận số 19213/QĐ-SHTT ngày 10/12/2007.

Tỏi là một loại cây dễ trồng, có giá trị y học vô cùng quý. Chính vì vậy, các sản phẩm từ tỏi được quan tâm rộng rãi và dễ dàng tiếp cận người tiêu

dùng, trong đó phải kể đến tinh dầu tỏi. Hiện nay, thế giới đã có hàng loạt các nhãn hiệu tinh dầu tỏi nổi tiếng ra đời. Tỏi Việt Nam nói chung và tỏi Lý Sơn - Quảng Ngãi nói riêng đã được lọt vào danh sách “Top 10 đặc sản quà tặng nổi tiếng Việt Nam” của Tổ chức Kỷ lục Việt Nam năm 2017. Tuy nhiên, các nghiên cứu về việc chiết xuất tinh dầu và đánh giá khả năng sinh học của nó còn hạn chế. Trong nghiên cứu này, quá trình chưng cất tinh dầu tỏi Lý Sơn nhiều tép được tối ưu với các yếu tố: thời gian chưng cất, nồng độ muối ngâm, thời gian ngâm, tỷ lệ dung môi/nguyên liệu. Một số loại tỏi nổi tiếng ở Việt Nam được kể đến, như: tỏi Lý Sơn nhiều tép, tỏi cô đơn Lý Sơn, tỏi Phan Rang được tiến hành so sánh thành phần và khả năng kháng oxy hóa.

## 2. Vật liệu, phương pháp

### 2.1. Vật liệu

Tỏi Lý Sơn nhiều tép, tỏi cô đơn Lý Sơn được thu mua tại huyện Lý Sơn (tỉnh Quảng Ngãi, Việt Nam). Tỏi Phan Rang được thu mua tại thành phố Phan Rang (tỉnh Ninh Thuận, Việt Nam). Các loại tỏi được thu hoạch vào tháng 6 năm 2020. Nguyên

liệu được đóng gói và vận chuyển đến Phòng thí nghiệm Khoa Công nghệ Kỹ thuật Thực phẩm và Môi trường (Trường Đại học Nguyễn Tất Thành). Tỏi thu mua về được tách riêng từng tép, lột vỏ, loại bỏ tép hỏng. Nguyên liệu chưa sử dụng sẽ được đóng gói chân không bằng túi PE, lưu trữ trong tủ mát (4°C). Hàm lượng ẩm của nguyên liệu trước khi chưng cất được xác định bởi cân sấy ẩm (MB45, Ohaus, Mỹ).

## 2.2. Phương pháp nghiên cứu

### 2.2.1. Ảnh hưởng các thông số công nghệ đến hiệu suất tinh dầu thu nhận

100g tỏi Lý Sơn nhiều tép được xay nhuyễn, cho vào bình cầu thủy tinh đáy tròn có dung tích 2000mL. Tiếp theo, dung dịch NaCl với nồng độ khảo sát được cho vào bình cầu. Nguyên liệu được ngâm theo thời gian khảo sát. Quá trình chưng cất được thực hiện bởi thiết bị chưng cất Clevenger (Techlab, Việt Nam). Công suất bếp được cố định 300W. Sau khi quá trình chưng cất kết thúc, tinh dầu và hydrosol được thu ở nhánh chiết. Tiến hành ly tâm 2000 rpm trong 10 phút. Tinh dầu được tách và loại nước bằng muối  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  khan. Tinh dầu thu nhận được lưu trữ trong lọ thủy tinh tối màu.

Các thông số vận hành được khảo sát lần lượt: thời gian chưng cất (90; 120; 150; 180; 210 phút), nồng độ muối (0; 1; 2; 3; 4%), thời gian ngâm (30; 60; 90; 120; 150 phút) và tỉ lệ nước/nguyên liệu (3/1; 5/1; 7/1; 9/1; 11/1). Các thông số này được khảo sát theo phương pháp luân phiên từng biến.

### 2.2.2. Hiệu suất tinh dầu

Hiệu suất tinh dầu (Y) được tính dựa trên khối lượng khô tuyệt đối:

$$Y(\%) = \frac{m_{eo}}{m(1-\alpha)} \times 100$$

Trong đó:

$m_{eo}$  - khối lượng tinh dầu (g); m - Khối lượng nguyên liệu (g);  $\alpha$  - độ ẩm của nguyên liệu (%).

### 2.2.3. Xác định thành phần của tinh dầu tỏi bởi phương pháp GC-MS

Hệ thống GC-MS (SCION SQ 456-GC/ SCION SQ select, SCION, Mỹ) được sử dụng để phân tích. Các chất khí lần lượt tách khỏi cột mao quản fused silica (Rxi-5ms, RESTEK, Mỹ). Cột có chiều dài 30 m, đường kính hạt 0.25 mm, độ dày màng 0,25 m. Chương trình nhiệt độ được thiết lập: nhiệt độ lò được gia tăng đến 5°C (giữ trong vòng 1 phút), sau đó tăng 3°C/phút đến 8°C và tiếp tục tăng 1°C/phút đến 23°C (giữ trong 2 phút) rồi tăng 25°C/phút đến 28°C (giữ trong 3 phút). Các thông số hệ thống được

thiết lập cố định: khí mang heli; tốc độ dòng 1 mL/phút; thể tích tiêm 2  $\mu\text{L}$ ; dây bước sóng quét: 1-3345m/z; nhiệt độ nguồn ion hóa là 25°C. Tất cả các khối khối được thu nhận ở chế độ tác động điện tử (EI) với điện áp ion hóa 70 eV.

### 2.2.4. Hoạt tính bất gổc tự do DPPH

Hoạt tính bất gổc tự do DPPH của tinh dầu tỏi được xác định theo phương pháp của Thaipong và đồng nghiệp [3]. 24 mg DPPH hòa tan vào 100 mL methanol, sau đó ủ ở 4°C trong 48 giờ, thu được dung dịch DPPH gốc. Dung dịch thuốc thử DPPH thu được khi pha loãng dung dịch DPPH gốc với methanol đến khi độ hấp thụ tại bước sóng 515 nm bởi máy đo quang phổ đạt  $1.1 \pm 0.02$  đơn vị. Để xác định hoạt tính bất gổc tự do DPPH, 2.85 mL thuốc thử DPPH được phản ứng với 0.15 mL mẫu trong ống nghiệm. Phản ứng diễn ra trong 30 phút ở điều kiện tối, độ hấp thụ được xác định tại bước sóng 515 nm bằng máy đo quang phổ. Khả năng kháng oxi hóa được tính bằng % chênh lệch giữa độ hấp thụ mẫu phân tích và mẫu trắng.

## 3. Kết quả và thảo luận

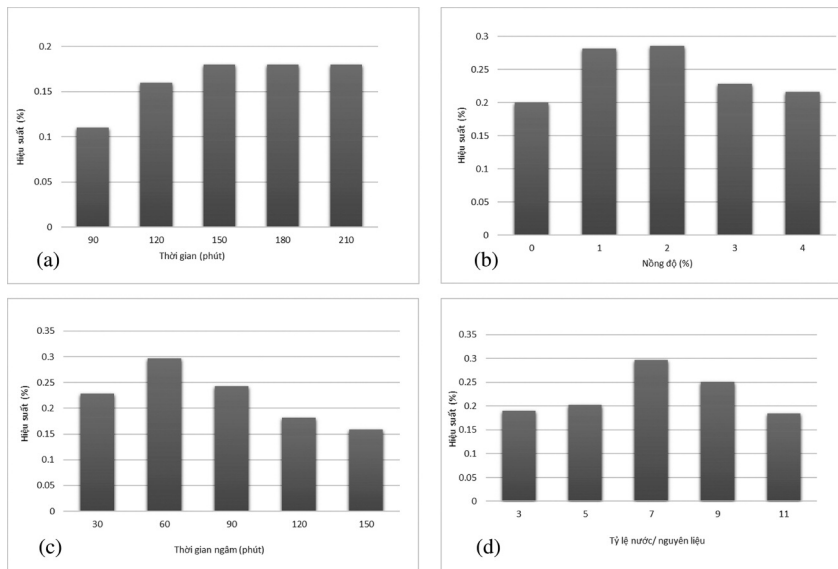
### 3.1. Ảnh hưởng của thông số công nghệ đến quá trình chưng cất tinh dầu tỏi

Trong quá trình chưng cất, có rất nhiều yếu tố khảo sát ảnh hưởng đến lượng tinh dầu thu nhận. Trong đó, yếu tố thời gian chưng cất được quan tâm và tiến hành khảo sát nhiều nhất.

Hình 1a cho thấy sự ảnh hưởng rõ ràng của yếu tố thời gian đến hàm lượng tinh dầu thu được. Trong khoảng thời gian từ khi ngưng tụ giọt đầu tiên cho đến 210 phút, hàm lượng tinh dầu tăng lên rõ rệt và đạt giá trị cao nhất 0.26% ở 150 phút. Sau đó, hàm lượng tinh dầu tăng hầu như không đáng kể. Khi chưng cất quá lâu, chất lượng tinh dầu sẽ giảm do sự biến tính vì nhiệt của một số hợp chất có trong tinh dầu [4]. Bên cạnh đó, chi phí năng lượng cần cung cấp cho quá trình chưng cất sẽ tăng. Do vậy, trong quá trình chưng cất này, thời gian chưng cất tối ưu được xác định là 150 phút.

Hiệu suất tinh dầu thu nhận thay đổi theo nồng độ muối sử dụng trong quá trình ngâm được thể hiện ở Hình 1b. Hàm lượng tinh dầu đạt giá trị cao nhất là 0.29% ở nồng độ NaCl 2%. NaCl có khả năng làm tăng khả năng thẩm thấu của nước vào tế bào, làm tăng độ phân cực của dung dịch, nhờ đó làm giảm lực tương tác giữa các cấu tử tinh dầu kém phân cực với nước. Do đó, tinh dầu sẽ dễ dàng thoát ra trong quá trình chưng cất. Nồng độ muối thấp không đủ để phá vỡ lớp nhũ tương làm giảm

**Hình 1: Ảnh hưởng của các thông số công nghệ đến hiệu suất tinh dầu thu nhận**



a) Thời gian chưng, b) Nồng độ muối NaCl, c) Thời gian ngâm, d) Tỷ lệ dung môi/ nguyên liệu

khả năng hòa tan một số cấu tử không phân cực. Khi hàm lượng muối quá cao, môi trường bên ngoài có nồng độ chất tan cao hơn bên trong tế bào (chênh lệch áp suất thẩm thấu), nước từ tế bào sẽ đi ra ngoài, các lớp bên ngoài chứa dầu co lại, ngăn cản sự thoát dầu ra ngoài [5].

Thời gian ngâm nguyên liệu trong dung dịch muối có ảnh hưởng đáng kể đến hiệu suất tinh dầu thu nhận. Lượng tinh dầu thu được cao nhất với 0.3% ở 60 phút (Hình 1c). Khi thời gian đủ lâu, sẽ giúp cho tinh dầu thẩm thấu và thoát ra môi trường bên ngoài nên khi chưng cất thu được nhiều hơn đáng kể. Bên cạnh đó, muối sẽ làm tăng tỉ trọng của nước phá vỡ hệ nhũ tương tinh dầu - nước dẫn đến tinh dầu sẽ bị lôi cuốn đi dễ dàng hơn. Tuy nhiên, khi ngâm càng lâu, tinh dầu mất dạng nhũ tương càng nhiều làm giảm lượng dầu thu được [6].

Hàm lượng tinh dầu thu nhận được khảo sát khi thay đổi tỉ lệ nước/nguyên liệu (Hình 1d). Hiệu suất tinh dầu thu được là cao nhất là 3% với tỉ lệ nước/nguyên liệu là :7/1. Khi đun nóng hỗn hợp nước và nguyên liệu, nước sẽ tác động lên tế bào làm màng tế bào giãn nở và nước sẽ xuyên vào bên trong tế bào nơi chứa tinh dầu. Tế bào sẽ phình lên và vỡ ra giúp giải phóng tinh dầu ra bên ngoài. Tinh dầu được hơi nước lôi cuốn bay lên và ngưng tụ bên phần nhánh chiết. Nếu lượng nước quá ít không đủ

để hòa tan chất keo, thẩm thấu qua màng tế bào vào túi tinh dầu, khả năng phân tán tinh dầu vào nước kém, lượng nước bốc hơi không đủ để lôi kéo tinh dầu. Nếu lượng nước vừa đủ, nước dễ thấm vào nguyên liệu và hòa tan các thành phần cần chiết xuất nên hiệu suất chiết xuất tinh dầu tăng lên. Tuy nhiên, quá nhiều nước và tinh dầu sẽ tạo một hệ huyền phù bền, làm giảm lượng tinh dầu thu được. Bên cạnh đó, quá trình chưng cất sử dụng nhiều nước đòi hỏi nhiều năng lượng và thời gian để đun nóng. [7]

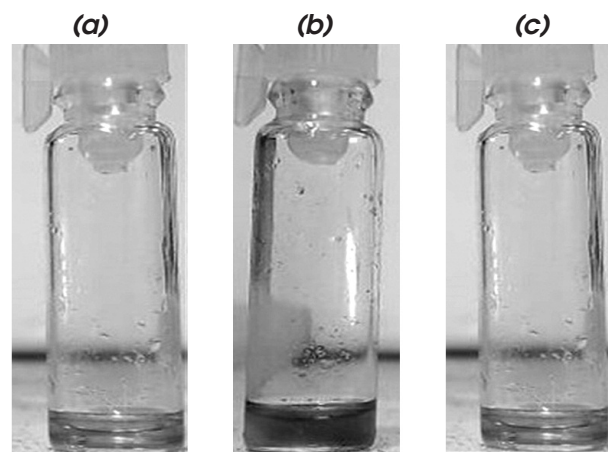
### 3.2. Đánh giá chất lượng tinh dầu

Tinh dầu thu nhận từ 3 loại tỏi: tỏi Lý Sơn nhiều tép, tỏi cô đơn Lý Sơn, tỏi Phan Rang, với điều kiện chưng cất: thời gian chưng 150 phút, nồng độ muối 2%, thời gian ngâm 60 phút, tỉ lệ nước/nguyên liệu 7/1.

#### 3.2.1. Đánh giá cảm quan

Về màu sắc tinh dầu tỏi Lý Sơn nhiều tép có màu vàng nhạt hơn so với tinh dầu tỏi cô đơn Lý Sơn có màu vàng cam. Riêng tinh dầu tỏi cô đơn Lý Sơn có màu vàng cam. Về mùi, tinh dầu tỏi nhiều tép có mùi hăng và cay nhất trong 3 loại. Tinh dầu tỏi cô đơn Lý Sơn ít hăng nhất. (Hình 2)

**Hình 2: Đánh giá cảm quan các loại tinh dầu tỏi**



(a) Tinh dầu tỏi Lý Sơn nhiều tép, (b) Tinh dầu tỏi cô đơn Lý Sơn, (c) Tinh dầu tỏi Phan Rang

**Bảng 1. So sánh thành phần 3 loại tinh dầu tỏi Việt Nam và 2 loại tinh dầu tỏi thế giới**

| Thành phần              | Tỏi Lý Sơn nhiều tép | Tỏi Phan Rang | Tỏi cô đơn Lý Sơn | Tỏi Tunisian | Tỏi Argentinean |
|-------------------------|----------------------|---------------|-------------------|--------------|-----------------|
| Diallyl disulfide       | 20.26                | 14.8          | 17.56             | 44.6         | 34              |
| Allyl trisulfide        | 29.6                 | 58.03         | 0.85              | 27.7         | 24              |
| Allyl methyl trisulfide | 20.88                | 10.08         | 14.35             | 11.8         | 13.1            |
| Ethylbenzene            | 3.7                  | 3.8           | -                 | -            | -               |
| Diallyl sulfide         | 1.14                 | 0.71          | -                 | 4.1          | 2.2             |
| Thành phần khác         | 8.8                  | 14.9          | 70                | 11,8         | 26,7            |

*Thành phần của tỏi Tunisian và tỏi Argentinean theo nghiên cứu Chekki và cộng sự [7]*

### 3.2.2. Thành phần của tinh dầu tỏi

Theo công bố của Chekki và cộng sự (2014), tinh dầu tỏi có các thành phần chính như diallyl disulfide, allyl trisulfide, allyl methyl trisulfide, diallyl sulfide,... [7]

Trong 3 loại tỏi (tỏi Lý Sơn nhiều tép, tỏi cô đơn Lý Sơn, tỏi Phan Rang), tinh dầu thu nhận từ tỏi Lý Sơn nhiều tép có thành phần diallyl disulfide, allyl methyl trisulfide cao nhất (20.26%, 20.88%), tiếp đến là tỏi cô đơn Lý Sơn (20.88%; 14.35%), thấp nhất là tỏi Phan Rang (14.8%; 10.08%). Tuy nhiên, hàm lượng allyl trisulfide của tỏi Phan Rang lại cao nhất với 58.03%, tiếp đến là tỏi nhiều tép Lý Sơn với 29.6%, thấp nhất là tỏi cô đơn 0.85%. Riêng thành phần ethylbenzene, diallyl sulfide không được tìm thấy trong tỏi cô đơn. Khi so sánh thành phần tinh dầu tỏi Lý Sơn nhiều tép với 2 loại tinh dầu tỏi trên thế giới là Tunisian và Argentinean, hàm lượng allyl trisulfide, allyl methyl trisulfide cao hơn (29.6% so với 27.7% và 24%) và (20.88% so với 11.8% và 13.1%), tuy nhiên lại thấp hơn về hàm lượng diallyl disulphide, diallyl sulfide

(20.26% so với 44.6% và 34%) và (1.14% so với 4.1% và 2.2%).

### 3.2.3. So sánh khả năng bắt gốc tự do DPPH

Khả năng kháng oxy hóa của tinh dầu tỏi Lý Sơn nhiều tép cao nhất (56,26%), tiếp đến là tinh dầu tỏi cô đơn Lý Sơn (36.5%) và thấp nhất là tỏi Phan Rang (17.36%). Năm 2006, Chung và cộng sự đã từng chứng minh hoạt tính kháng oxy hóa của tinh dầu tỏi được quyết định bởi allyl methyl trisulfide, diallyl disulphide [8].

### 4. Kết luận

Quá trình chưng cất tinh dầu tỏi nhiều tép Lý Sơn thu nhận hàm lượng tinh dầu cao nhất là 3% với các thông số tối ưu chưng cất: thời gian chưng 150 phút, nồng độ muối 2%, thời gian ngâm 60 phút, tỉ lệ nước/nguyên liệu 7/1. Tinh dầu được thu nhận từ 3 loại tỏi quý ở Việt Nam: tỏi Lý Sơn nhiều tép, tỏi cô đơn Lý Sơn, tỏi Phan Rang với điều kiện chưng cất tối ưu cho thấy có màu và vị hăng khác nhau. Tỏi Lý Sơn nhiều tép chứa 2 thành phần diallyl disulfide, allyl methyl trisulfide cao nhất (20.26%, 20.88%) và có hoạt tính kháng oxy cao nhất ■

### TÀI LIỆU THAM KHẢO:

1. Ronald Ross Watson and V.R. Preedy. (2010). *Bioactive foods in promoting health: Chapter 16 - Garlic and Heart Health*. Netherland: Elsevier.
2. Londhe, V., et al. (2011). Role of garlic (*Allium sativum*) in various diseases: An overview. *Journal Of Pharmaceutical Research And Opinion*, 1, 129-134.
3. Thaipong, K., et al. (2006). Comparision of ABTS, DPPH, FRAP, and ORAC assays for estimating antioxidant activity from guava fruit extracts. *Journal of Food Composition and Analysis*, 19, 669-675.
4. Stanojević, L.P., et al. (2015). The yield, composition and hydrodistillation kinetics of the essential oil of dill seeds (*Anethi fructus*) obtained by different hydrodistillation techniques. *Industrial Crops and Products*, 65, 429-436.
5. Gámiz-Gracia, L. and M.D. Luque de Castro. (2000). Continuous subcritical water extraction of medicinal plant essential oil: comparison with conventional techniques. *Talanta*, 51(6), 1179-85.

6. Liu, W.-Y., et al. (2018). Influence of flaxseed gum and NaCl concentrations on the stability of oil-in-water emulsions. *Food Hydrocolloids*, 79, 371-381.
7. Chekki, R.Z., et al. (2014). Chemical composition, antibacterial and antioxidant activities of Tunisian garlic (*Allium sativum*) essential oil and ethanol extract. *Mediterranean Journal of Chemistry*, 3(4), 947-956.
8. Chung, L.Y. (2006). The antioxidant properties of garlic compounds: allyl cysteine, alliin, allicin, and allyl disulfide. *Journal of Medicinal Food*, 9(2), 205-213.

**Ngày nhận bài: 2/11/2021**

**Ngày phản biện đánh giá và sửa chữa: 2/12/2021**

**Ngày chấp nhận đăng bài: 12/12/2021**

*Thông tin tác giả:*

**1. ThS. NGUYỄN THỊ NGỌC LAN**

**2. ThS. NGUYỄN QUỐC DUY**

**3. ThS. ĐẶNG THANH THỦY**

**Khoa Kỹ thuật Thực phẩm và Môi trường, Trường Đại học Nguyễn Tất Thành**

## **OPTIMIZING THE DISTILLATION PROCESS OF THE ESSENTIAL OIL EXTRACTED FROM LY SON GARLIC WITH MANY CLOVES (*ALLIUM SATIVUM L.*)**

● Master. **NGUYEN THI NGOC LAN**<sup>1</sup>

● Master. **NGUYEN QUOC DUY**<sup>1</sup>

● Master. **DANG THANH THUY**<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Faculty of Environmental and Food Engineering  
Nguyen Tat Thanh University

### **ABSTRACT:**

Garlic (*Allium sativum L.*) is a familiar spice and it has also been used as a popular herb since ancient times. Garlic essential oil is considered a valuable remedy with many benefits. The distillation process of the essential oil extracted from Ly Son garlic achieves the highest efficiency of 3% with these following optimal distillation conditions: the distillation time of 150 minutes, 2% salt concentration, soaking time of 60 minutes, percentage water/material ratio of 7/1. The GC-MS methods results show that the Ly Son garlic essential oil has the highest content of diallyl disulfide and allyl methyl trisulfide compared to that of Ly Son lonely garlic essential oil and Phan Rang garlic essential oil. Ly Son garlic essential oil with many cloves also has a high antioxidant capacity with its DPPH free radical scavenging ability.

**Keywords:** essential oil, Ly Son garlic, Phan Rang garlic, distillation.