

**ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN**  
**TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC**

\*\*\*\*\*

**BÁO CÁO CHUYÊN ĐỀ 7 :**

**Quy trình sản xuất tinh dầu lá Mác mật với quy mô 50 kg/mẻ**

**ĐỀ TÀI**

**NGHIÊN CỨU GIÁ TRỊ DINH DƯỠNG, DƯỢC HỌC CỦA CÂY MÁC MẬT  
VÀ SẢN XUẤT MỘT SỐ SẢN PHẨM TỪ CÂY MÁC MẬT TẠI TỈNH  
LẠNG SƠN**

**Chủ nhiệm đề tài :**

**PGS. TS. Dương Nghĩa Bang**

**Cơ quan chủ trì :**

**Trường Đại học Khoa học, Đại học Thái Nguyên**

**Thái Nguyên- 2021**

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN  
TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC

\*\*\*\*\*

BÁO CÁO CHUYÊN ĐỀ 7 :

Quy trình sản xuất tinh dầu lá Mác mật với quy mô 50 kg/mẻ

ĐỀ TÀI

NGHIÊN CỨU GIÁ TRỊ DINH DƯỠNG, DƯỢC HỌC CỦA CÂY MÁC MẬT  
VÀ SẢN XUẤT MỘT SỐ SẢN PHẨM TỪ CÂY MÁC MẬT TẠI TỈNH  
LÂNG SƠN

Chủ nhiệm đề tài :  PGS. TS. Dương Nghĩa Bang

Cơ quan chủ trì : Trường Đại học Khoa học, Đại học Thái Nguyên

Xác nhận của đơn vị thực hiện



K.T. HIỆU TRƯỞNG  
PHÓ HIỆU TRƯỞNG  
PGS.TS. Phạm Thế Chính

Thái Nguyên- 2021

## Danh sách tham gia thực hiện

## MỤC LỤC

<b>1. Quy trình chuẩn bị mẫu thực cây mắc mật .....</b>	<b>5</b>
<b>2. Quy trình tách tinh dầu.....</b>	<b>5</b>
Để nghiên cứu các điều kiện tách tinh dầu, tạo được lựa chọn tốt nhất trong điều kiện có thể. Nhóm nghiên cứu khảo sát các yếu tố ở quy mô 10kg/mẻ.....5	
<b>2.1. Quy mô 10 kg mẫu/mẻ.....</b>	<b>5</b>
<b>2.1.1 Khảo sát tỉ lệ nước/ nguyên liệu .....</b>	<b>6</b>
<b>2.1.2 Nghiên cứu lựa chọn nhiệt độ cất .....</b>	<b>6</b>
<b>2.1.3 Nghiên cứu lựa chọn tốc độ dòng nước làm mát.....</b>	<b>6</b>
<b>2.2. Quy mô 50 kg mẫu/mẻ.....</b>	<b>6</b>
<i>Ở quy mô này thực hiện tương tự như quy mô 10 kg/mẻ trong thiết bị tương tự (hình 1) .....</i> 6	
<b>3. Kiểm nghiệm thành phần hóa học của tinh dầu bằng GC-MS.....</b>	<b>7</b>
<b>4. Kiểm nghiệm tinh dầu bằng sắc ký lớp mỏng (SKLM) .....</b>	<b>7</b>

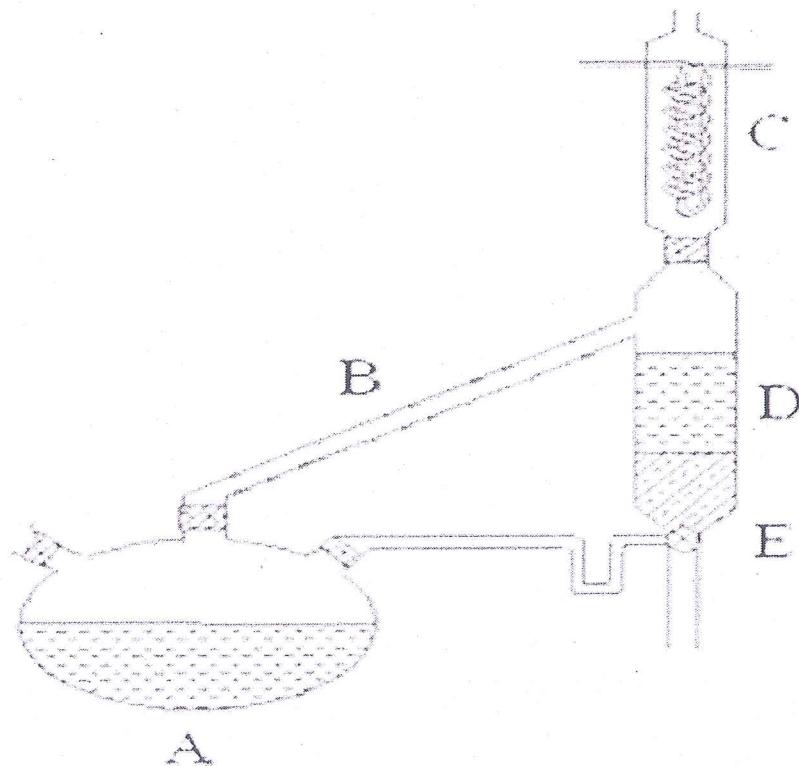
## 1. Quy trình chuẩn bị mẫu thực cây mắc mật

Mẫu nguyên liệu lá cây mắc mật, được thu hái vào tháng 9 năm 2019. Nguyên liệu tươi được rửa sạch, loại bỏ các phần hư hỏng tạp chất. Mẫu sau khi được làm sạch thì mang vào chung cất

## 2. Quy trình tách tinh dầu

Để nghiên cứu các điều kiện tách tinh dầu, tạo được lựa chọn tốt nhất trong điều kiện có thể. Nhóm nghiên cứu khảo sát các yếu tố ở quy mô 10kg/mẻ

### 2.1. Quy mô 10 kg mẫu/mẻ



Hình 1

Cho 10 kg mẫu lá như đã chuẩn bị ở mục 1 vào bình A (100 lít) của thiết bị cát cuốn hơi nước (hình 1), cho 1 lít *n*-hexan vào bẫy D của thiết bị. Đun hồi lưu, hỗn hợp dầu-nước ngưng tụ tại sinh hàn C và được chảy vào bẫy D sau đó lội qua lớp *n*-hexan và lắng xuống, tinh dầu sẽ tan vào *n*-hexan trong bẫy D còn nước sẽ ở dưới và được hồi lưu trở lại bình A qua van điều khiển E. Thực hiện quá trình chung cất cho tới khi dịch dầu nước tháo ra có phản ứng âm tính với thuốc thử Bayers (sau 4h). Sau đó đem dịch nước này bão hòa bằng NaCl, tiếp theo chiết 2 lần nữa bằng *n*-hexan, mỗi lần 0,5 lít. Gộp tất cả các dịch chiết cùng

với 1 lít *n*-hexan ban đầu ở bình nón D được 2 l, làm khô bằng Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> khan, đem cát loại *n*-hexan ở áp suất thấp thì thu được x gam tinh dầu, hiệu suất 0,x % (so với khối lượng tươi), tinh dầu thu được là một chất lỏng màu xanh vàng, cường độ mùi mạnh, thơm đặc trưng và dễ chịu,  $n_D^{25} = 1,301$ .

### **2.1.1 Khảo sát tỉ lệ nước/nguyên liệu**

Các tỉ lệ nguyên liệu/nước theo khối lượng được khảo sát gồm: 3/1; 2.5/1; 2/1; 1.5/1; 1/1; 0.5/1;

Lặp lại các thí nghiệm như ở mục 2.1 thấy rằng thí lệ 1.5/1 cho tỉ lệ hiệu xuất tạo tinh dầu cao nhất 0.15%.

### **2.1.2 Nghiên cứu lựa chọn nhiệt độ cát**

Các nhiệt độ cát được khảo sát gồm: 100 °C (nước sôi thường), hoặc 110 °C (nước được thêm muối NaCl 15%).

Lặp lại quy trình như trên thấy rằng hiệu xuất thu tinh dầu khi tăng nhiệt độ không cao hơn đáng kể, và vận hành xử lý sau khi cát gây lãng phí. Do đó lựa chọn nhiệt hóa hơi nước 100 °C.

### **2.1.3 Nghiên cứu lựa chọn tốc độ dòng nước làm mát**

Lựa chọn tốc độ nước làm mát là điều kiện cần thiết để thu được tinh dầu tốt nhất gồm 40 lít/ phút, 30 lít/ phút, 20 lít/ phút, 10 lít/ phút tìm được tốc độ dòng tối ưu là 20 lít/ phút.

## **2.2. Quy mô 50 kg mẫu/mẻ**

*Ở quy mô này thực hiện tương tự như quy mô 10 kg/mẻ trong thiết bị tương tự (hình 1)*

Cho 50 kg mẫu lá mác mật tươi như đã chuẩn bị ở mục 1 vào bình A (300 lít) của thiết bị cát cuốn hơi nước (hình 1) bỏ bãy D. Đun hồi lưu, hỗn hợp dầu-nước ngưng tụ tại sinh hàn C, tinh dầu sẽ phân lớp, nước còn nước sẽ ở dưới và được hồi lưu trở lại bình A qua van điều khiển E. Thực hiện quá trình chung cát cho tới khi dịch dầu nước tháo ra có phản ứng âm tính với thuốc thử Bayers (sau 4h). hiệu suất 0,16% (so với khối lượng khô), tinh dầu thu được là một chất lỏng màu xanh vàng, cường độ mùi mạnh, thơm đặc trưng và dễ chịu,  $n_D^{25} = 1,301$ .

### 3. Kiểm nghiệm thành phần hóa học của tinh dầu bằng GC-MS

Mẫu tinh dầu được phân tích thành phần hóa học trên máy GC-MS 5980B: các chất được tách bằng cột mao quản và nhận biết bằng detetor chọn khói (MSD); thiết bị MS của hãng Hewllet Packard (USA), HP 5970A ghép trực tiếp với máy sắc ký khí HP 5980 II, cột HP-I (25m×0,2 mm đường kính trong; lớp phun dày 0,5μm tấm CP- sil 5CB). Máy hoạt động theo chương trình nhiệt độ lúc đầu dừng ở 60°C trong 3 phút, sau đó tăng dần nhiệt độ với tốc độ 5°C /phút cho đến khi nhiệt độ tăng đến 250°C thì dừng lại trong 30 phút. Tất cả các thành phần sau khi ra khỏi cột sắc ký mao quản được chuyển sang buồng bắn phá các phân tử bằng chùm năng lượng điện tử (70eV) và ghi khói phổ. Các chất được nhận biết bằng so sánh khói phổ của nó với với khói phổ của các chất chuẩn có trong thư viện máy, những chất có khói phổ trùng lặp trên 90% với khói phổ của chất chuẩn trong thư viện và phù hợp với quy luật phân giải của chúng thì được coi là đã nhận biết. Tinh dầu có hai thành phần chính là ageratochromene và caryophyllene oxide (Phụ lục kèm theo).

### 4. Kiểm nghiệm tinh dầu bằng sắc ký lớp mỏng (SKLM)

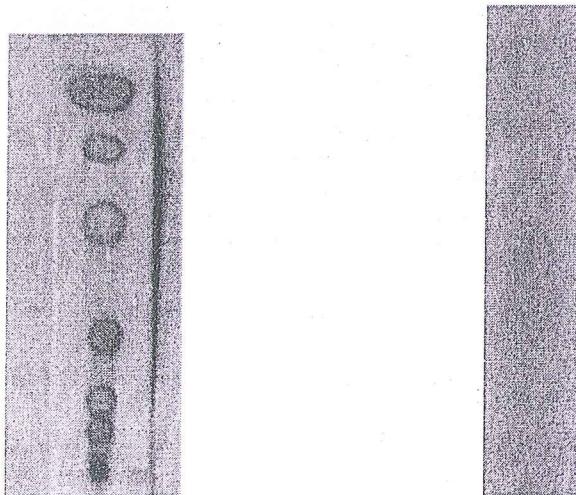
**Cho chất lên sắc ký:** Hoà tan hoàn toàn chất nghiên cứu bằng dung môi dùng để chiết sao cho dung dịch thu được không quá loãng hay quá đặc. Dùng capila thuỷ tinh lấy chất rồi chấm lên bản mỏng sao cho vết chất phải tròn, gọn, cách mép bên phải bản mỏng 0,5cm, cách chân bản mỏng 0,7cm. Vết nọ cách vết kia 0,5cm. Chiều dài bản mỏng 7cm.

**Tiến hành sắc ký lớp mỏng:** Pha hệ dung môi với tỷ lệ thích hợp cho vào bình sắc ký có nút nhám và lắc kỹ. Đặt một mảnh giấy lọc vào bình để bão hòa dung môi. Lượng dung môi lấy sao cho khi tiến hành triển khai SKLM không để cho dung môi ngập vết chất.

**Cho bản mỏng đã chấm vào bình sắc ký:** Bản mỏng được đặt nghiêng một góc 15°. Bình sắc ký phải để yên trong suốt quá trình triển khai. Khi trên tuyến dung môi cách mép trên 0,3 cm thì lấy bản mỏng ra. Làm khô bản mỏng,

sau đó hiện sắc phô dưới đèn tử ngoại sau đó bằng thuốc hiện vanillin/ $H_2SO_4$  1% và  $FeCl_3$  5%.

Kết quả khảo sát SKLM tinh dầu đơn đất được chỉ ra ở bảng 1, hình 2. Hệ dung môi tốt nhất là *n*-hexan/etyl axetat (98/2, v/v).



Hình 2. Kết quả phân tích sắc ký lớp mỏng tinh dầu

### Bảng 1. Kết quả sắc ký lớp mỏng tinh dầu

STT	R <sub>f</sub>	Vanilin/H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 1%	FeCl <sub>3</sub> 5%
1	0,95	Tím	-
2	0,81	Tím hồng	-
3	0,60	Tím nhạt	-
4	0,33	Tím đậm	-
5	0,17	Tím xám	-
6	0,10	Xanh	-

## Chủ nhiệm đề tài

## Người báo cáo

PGS. TS. Dương Nghĩa Bang

PGS. TS Pham The Chinh

**ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN**  
**TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC**

\*\*\*\*\*

**BÁO CÁO CHUYÊN ĐỀ 9 :**  
**Quy trình sản xuất rượu quả mác mật**

**ĐỀ TÀI**

**NGHIÊN CỨU GIÁ TRỊ DINH DƯỠNG, DƯỢC HỌC CỦA CÂY MÁC MẬT  
VÀ SẢN XUẤT MỘT SỐ SẢN PHẨM TỪ CÂY MÁC MẬT TẠI TỈNH  
LẠNG SƠN**

**Chủ nhiệm đề tài :**

**PGS. TS. Dương Nghĩa Bang**

**Cơ quan chủ trì :**

**Trường Đại học Khoa học, Đại học Thái Nguyên**

**Thái Nguyên- 2021**

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN  
TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC

\*\*\*\*\*

BÁO CÁO CHUYÊN ĐỀ 9 :  
Quy trình sản xuất rượu quả mác mật

ĐỀ TÀI

NGHIÊN CỨU GIÁ TRỊ DINH DƯỠNG, DƯỢC HỌC CỦA CÂY MÁC MẬT  
VÀ SẢN XUẤT MỘT SỐ SẢN PHẨM TỪ CÂY MÁC MẬT TẠI TỈNH  
LẠNG SƠN

Chủ nhiệm đề tài :

Bang

PGS. TS. Dương Nghĩa Bang

Cơ quan chủ trì :

Trường Đại học Khoa học, Đại học Thái Nguyên

Xác nhận của đơn vị thực hiện



KT. HIỆU TRƯỞNG  
PHÓ HIỆU TRƯỞNG  
PGS.TS. Phạm Thế Chính

Thái Nguyên- 2021

## Danh sách cán bộ thực hiện

## **10.1. Nghiên cứu lựa chọn quả mác mật và tiến hành sản xuất thử nghiệm rượu.**

Nhóm nghiên cứu đã tiến thành sản xuất thử nghiệm rượu mác mật từ quả mác mật tươi và mác mật khô.

### **10.1.1 Thử nghiệm với quả mác mật tươi**

Từ 100 kg quả mác mật thu mua, vè rửa sạch, để ráo nước, loại bỏ quả hỏng, dập, bỏ cuống. Chia thành 10 lô, mang thử nghiệm để lên men làm rượu. Kí hiệu các lô từ 1.1 đến 1.10.

Lô 1.1: Quả mác mật bỏ hạt thu được 5 kg thịt quả mác mật ủ men trực tiếp.

Lô 1.2: Quả mác mật được luộc qua nước sôi khoảng 3 phút, sau đó vớt ra để nguội, bỏ hạt và ráo nước rồi ủ men trực tiếp (khoảng 5.5 kg).

Lô 1.3: Quả mác mật bỏ hạt thu được 5 kg thịt quả, ủ cùng 1kg gạo sống, dùng men ủ trực tiếp.

Lô 1.4: Quả mác mật bỏ hạt thu được 5 kg thịt quả, ủ cùng 2 kg gạo sống, dùng men ủ trực tiếp.

Lô 1.5: Quả mác mật bỏ hạt thu được 5 kg thịt quả, ủ cùng 3 kg gạo sống, dùng men ủ trực tiếp.

Lô 1.6: Quả mác mật bỏ hạt thu được 5 kg thịt quả, ủ cùng 4 kg gạo sống, dùng men ủ trực tiếp.

Lô 1.7: Quả mác mật được luộc qua nước sôi, khoảng 3 phút, sau đó vớt để ráo nước, bỏ hạt rồi ủ cùng 1kg gạo đã nấu thành cơm cùng men.

Lô 1.8: Quả mác mật được luộc qua nước sôi, khoảng 3 phút, sau đó vớt để ráo nước, bỏ hạt rồi ủ cùng 2kg gạo đã nấu thành cơm cùng men.

Lô 1.9: Quả mác mật được luộc qua nước sôi, khoảng 3 phút, sau đó vớt để ráo nước, bỏ hạt rồi ủ cùng 3kg gạo đã nấu thành cơm cùng men.

Lô 1.10: Quả mác mật được luộc qua nước sôi, khoảng 3 phút, sau đó vớt để ráo nước, bỏ hạt rồi ủ cùng 1kg gạo đã nấu thành cơm cùng men.

Theo dõi các lô theo các ngày.

Lô 1.1 bị lên mốc sau 3 ngày (bỏ)

Các lô từ 1.3 đến 1.6 đều có mốc lên sau từ 3 đến 5 ngày. Do đó nhóm quyết định bỏ. Và loại bỏ quy trìnhủ trực tiếp.

Lô 1.2, lô 1.7, lô 1.8, lô 1.9 và lô 1.10 mang đi cất lấy rượu sau 12 ngày ủ.

Lô 1.2, lượng rượu thu được rất ít, vị rất chua, rượu đục.

Lô 1.7 có kết quả thu được rượu nhưng bị đục, rượu chua.

Lô 1.8 tương tự như 1.7

Lô 1.9 và lô 1.10, độ đục có giảm, độ chua có giảm, nhưng vẫn nhiều.

Không thấy được hương của quả mác mật.

Chính vì thế nhóm tiến hành nghiên cứu với quả mác mật khô.

#### **10.1.2 Nghiên cứu quy trình nấu rượu mác mật với quả mác mật khô.**

200 kg quả mác mật tươi, được rửa sạch, nhặt loại bỏ quả hỏng, tràn qua nước sôi và phơi khô, thu được 40 kg quả mác mật khô.

a) Nghiên cứu thử nghiệm lần lần 1.

- Sau nghiên cứu ở mục 10.1.1 nhóm nghiên cứu quyết định sử dụng quá trình lên men với gạo đã nấu thành cơm. Quả mác mật cũng được làm chín.
- Đầu tiên nhóm chia thành 2 lô đối chứng, thử nghiệm lượng vừa phải để tối ưu hóa quy trình.

Chia 2 lô.

Lô 2.1: 5 kg quả mác mật được bỏ hạt, nấu cùng 5 kg gạo, chín rồi ủ men.

Lô 2.2: 5 kg quả mác mật không bỏ hạt, nấu cùng 5 kg gạo, chín rồi ủ men.

Sau 12 ngày, mang đi cất. Cả lô 2.1 và lô 2.2 đều cho rượu trong, Tuy nhiên ở lô 2.2 thấy mùi hương mác mật rất rõ ràng. Ở lô 2.1 gần như không thấy được hương mác mật.

Từ kết quả này, nhóm nghiên cứu lựa chọn quả mác mật còn hạt để làm rượu.

Tiếp tục nghiên cứu tỉ lệ quả mác mật/ gạo để tìm tỉ lệ phù hợp tạo được rượu trong, có mùi thơm đặc trưng.

b) Nghiên cứu thử nghiệm tìm tỉ lệ mác mật/gạo

- ở lần nghiên cứu trước, nhóm nghiên cứu đã thử với tỉ lệ 1/1, rượu thu được có mùi măc mật hơi nặng; do đó nhóm nghiên cứu tiếp tục nghiên cứu ở các tỉ lệ thấp hơn.

- Lô 2.3: tỉ lệ 1 kg măc mật, 9 kg gạo
- Lô 2.4: tỉ lệ 2 kg quả măc mật, 8 kg gạo
- Lô 2.5: Tỉ lệ 3 kg măc mật, 7 kg gạo
- Lô 2.6: Tỉ lệ 4 kg măc mật, 6 kg gạo

Ở các lô này, quả măc mật nguyên hạt và gạo được trộn nấu chín cùng nhau sau đó mang ủ men.

Sau 12 ngày thì mang rượu đi cát thu được kết quả thể hiện ở bảng sau

STT	Lô	Cảm quan về rượu thu được
1	2.3	Rượu trong, có hương măc mật nhẹ
2	2.4	Rượu trong, có hương măc mật rõ ràng
3	2.5	Rượu trong, có hương măc mật đậm, có váng dầu nổi lên ở rượu nhiều
4	2.6	Rượu trong, có hương măc mật rất đậm, có váng dầu nổi lên nhiều

Nhóm nghiên cứu tiếp tục mang rượu ở ở các tỉ lệ này ủ trong bình rượu bằng sành. Và theo dõi quá trình rượu thay đổi. Sau 6 tháng, mang ra kiểm tra cảm quan

Lô 2.3 mùi măc mật rất nhẹ

Lô 2.4 Mùi măc mật ở rượu vừa phải

Lô 2.5 và 2.6 váng dầu nhiều, mùi măc mật đậm.

Như vậy, về cảm quan thì tỉ lệ nguyên liệu quả măc mật/gạo là  $\frac{1}{4}$  là phù hợp.

Nhóm sử dụng tỉ lệ này cho các nghiên cứu tiếp theo.

c) Nghiên cứu thời gian ủ rượu theo mùa.

Nhóm nghiên cứu tiếp tục nghiên cứu thời gian ủ rượu vào mùa hè để theo dõi sự thay đổi.

Tỉ lệ quả mác mật/gạo được giữ nguyên là 2 kg mác mật, 8 kg gạo, nấu chín cùng nhau rồi ủ lên men. Thời gian nghiên cứu vào tháng 5 năm 2020, thấy rằng khoảng thời gian ủ rượu vào thời gian hè còn khoảng 8 đến 9 ngày là có thể mang cát rượu, thu được rượu trong, mùi thơm đặc trưng.

Như vậy, sau quá trình thử nghiệm, nhóm nghiên cứu tìm được tỉ lệ quả mác mật và gạo nấu cùng nhau là 1/4; ủ men khi cả rượu và mác mật đã nấu chín. Thời gian ủ vào mùa hè là 8 đến 9 ngày, thời gian ủ mùa đông là 12 ngày.

### 10.2 Khảo sát hàm lượng andehit có trong rượu

Để giữ được hương đặc trưng của mác mật trong rượu, nhóm nghiên cứu đã sử dụng quả mác mật nguyên hạt, vì thế quá trình nấu sẽ có dầu trong hạt bay hơi cùng rượu. Các hợp chất này sẽ chứa andehit, vì thế nhóm nghiên cứu đã tiến hành đáng giá khảo sát hàm lượng andehit có trong rượu sau khi nấu.

Ngoài ra, quá trình nấu rượu và chưng cất sẽ có một lượng nhỏ andehit sinh ra.

Tiêu chuẩn hàm lượng andehit có trong rượu là dưới 50 mg/lít với rượu trắng chưng cất từ gạo.

Nhóm đã khảo sát quá trình sau khi vừa cất từ lò ra 53 mg/lít. Đây là hàm lượng tương đối cao.

Nhóm đã nghiên cứu thử nghiệm để làm giảm lượng andehit có trong rượu.

Phương án 1: Sử dụng thiết bị lọc, loại bỏ andehit

Phương án 2: Dùng ủ rượu trong các bình sành với thời gian phù hợp.

Sử dụng hai phương án sau đó để cho kết quả andehit về ngưỡng 11 mg/l.

Mùi hương mác mật ở phương án 2 lưu lại thơm hơn phương án 1.

### 10.3 Khảo sát hàm lượng methanol trong rượu mác mật.

Sử dụng các tiêu chuẩn Việt Nam để kiểm nghiệm, nhóm nghiên cứu đã chứng minh được trong rượu mác mật được sản xuất không chứa methanol.

#### Kết luận:

- Sử dụng quả mác mật khô nguyên hạt cho kết quả rượu có mùi thơm đặc trưng
- Tỉ lệ quả mác mật/gạo là ¼ cho rượu có hương tốt nhất

- Nấu chín quả mác mật cùng gạo, sau đó mới trộn men.
- Thời gian ủ phù hợp tùy mùa, mùa hè từ 8 đến 9 ngày; mùa đông lạnh từ 11 đến 12 ngày cho lượng rượu tốt nhất.

**Chủ nhiệm đề tài**

PGS. TS. Dương Nghĩa Bang

**Người báo cáo**

PGS. TS Phạm Thế Chính

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN  
TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC

\*\*\*\*\*

BÁO CÁO CHUYÊN ĐỀ 11 :

Quy trình : Nghiên cứu bào chế thực phẩm bảo vệ sức khỏe viên nang cứng từ cao chiết có hoạt tính bảo vệ gan từ lá cây Mác mật

*ĐỀ TÀI*

NGHIÊN CỨU GIÁ TRỊ DINH DƯỠNG, DƯỢC HỌC CỦA CÂY MÁC MẬT VÀ SẢN XUẤT MỘT SỐ SẢN PHẨM TỪ CÂY MÁC MẬT TẠI TỈNH LẠNG SƠN

Chủ nhiệm đề tài :

PGS. TS. Dương Nghĩa Bang

Cơ quan chủ trì :

Trường Đại học Khoa học, Đại học Thái Nguyên

Thái Nguyên- 2021

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN  
TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC

\*\*\*\*\*

BÁO CÁO CHUYÊN ĐỀ 11 :

Quy trình : Nghiên cứu bào chế thực phẩm bảo vệ sức khỏe viên nang cứng từ cao chiết có hoạt tính bảo vệ gan từ lá cây Mác mật

ĐỀ TÀI

**NGHIÊN CỨU GIÁ TRỊ DINH DƯỠNG, DƯỢC HỌC CỦA CÂY MÁC MẬT VÀ  
SẢN XUẤT MỘT SỐ SẢN PHẨM TỪ CÂY MÁC MẬT TẠI TỈNH LÂNG SON**

Chủ nhiệm đề tài :

N. Bang

PGS. TS. Dương Nghĩa Bang

Cơ quan chủ trì :

Trường Đại học Khoa học, Đại học Thái Nguyên

Xác nhận của đơn vị thực hiện



HIỆU TRƯỞNG  
PHÓ HIỆU TRƯỞNG  
PGS.TS. Phạm Thế Chính

Thái Nguyên- 2021

## Danh sách cán bộ thực hiện

## Nghiên cứu bào chế thực phẩm bảo vệ sức khỏe nang viên cứng từ cao chiết có hoạt tính bảo vệ gan từ cây mác mật

Trong chuyên đề này, chúng tôi tiến hành nghiên cứu bào chế thử nghiệm thực phẩm bảo vệ sức khỏe viên nang cứng từ cao chiết có hoạt tính bảo vệ gan.

Do các nghiên cứu về hoạt tính sinh học của hạt, thân, lá rễ cây mác mật đều thể hiện hoạt tính yêu với bảo vệ gan và lá cây mác mật có hoạt tính bảo vệ gan tốt nhất trong các phần của cây. Ngoài ra, lá cây mác mật thể hiện hoạt tính rất tốt với enzyme gây bệnh tiểu đường. Vì thế nhóm nghiên cứu đã tiến hành nghiên cứu thử nghiệm bước đầu tạo chế phẩm hỗ trợ điều trị tiểu đường.

Đầu tiên nhóm tiến hành các nghiên cứu để tạo cao chiết tổng. Sau đó nhóm tiến hành nghiên cứu tạo chế phẩm.

## Tổng quan về Phương pháp chiết

Chiết là phương pháp dùng một dung môi (đơn hay hỗn hợp) để tách lấy một chất hay một nhóm các chất từ hỗn hợp cần nghiên cứu. Trường hợp thường gặp nhất là sự chiết hoạt chất từ dung dịch nước vào dung môi hữu cơ. Dung môi có tỷ trọng nhỏ hơn sẽ ở lớp trên như: eter, benzene, các hydrocacbua, dung môi có tỷ trọng lớp hơn sẽ ở lớp dưới như: chloroform, tetrachloric carbon, dicloetan,... khi trộn lẫn 2 pha nước và dung môi hữu cơ với nhau, pha này có thể khuếch tán một ít sang pha kia nhưng về cơ bản một pha vẫn là nước và pha kia vẫn là dung môi hữu cơ. Khi lắc 2 pha lại với nhau, thể tích 2 pha khi lắc không bằng đúng như thể tích trước khi lắc. Tuy nhiên để cho đơn giản, giả thiết rằng thể tích của pha là không đổi khi lắc. Chiết nhằm mục đích điều chế hay phân tích.

### Độ phân cực của dung môi tăng dần từ ete dầu hỏa đến nước (Bảng 1)

Số thứ tự	Dung môi hữu cơ	Độ phân cực
1.	Petroleum ete	0.1
2.	n-Hexan	0.1
3.	Xyclohexan	0.2
4.	CCl <sub>4</sub>	1.6
5.	Toluene	2.4
6.	Diethyl ete	2.8
7.	Dichloro methane	3.1
8.	Chloroform	4.1
9.	Cloroform	4.6
10.	Acetone	4.8
11.	DMSO	7.2
12.	Methanol	8.8
13.	Nước	10.02

Bảng 1: Độ phân cực của một số dung môi hữu cơ thường dùng

Nguyên tắc:

- Phương pháp chiết xuất là bao gồm cả việc chọn dung môi, dụng cụ chiết và cách chiết.

Một phương pháp chiết xuất chỉ hiệu quả khi đã biết sơ bộ về thành phần của các chất cần chiết trong cây ra. Mỗi loại hợp chất có độ hòa tan khác nhau trong từng loại dung môi. Vì vậy không thể có một phương pháp chiết xuất chung áp dụng cho tất cả hợp chất thiên nhiên.

Phương pháp cổ điển để chiết một hợp chất thiên nhiên là dùng một dãy dung môi bắt đầu từ không phân cực đến phân cực mạnh để chiết, phân đoạn các hợp chất ra khỏi hợp chất thiên nhiên.

Ví dụ : Dãy dung môi: ete dầu, ete, clorofom, cồn và cuối cùng là nước

- Cách chiết thông dụng là chiết nóng bằng máy siêu âm hoặc chiết hồi lưu. Sau mỗi lần chiết với một loại dung môi cần làm khô hợp chất thiên nhiên rồi mới tiếp tục chiết với loại dung môi tiếp theo. Mỗi phân đoạn chiết, cất thu hồi dung môi và tiến hành phân tích riêng

- Dựa vào tính phân cực của dung môi và của các nhóm hợp chất ta có thể dự đoán sự có mặt của các chất trong mỗi phân đoạn chiết.

- Trong phân đoạn chiết ete và ete dầu sẽ có các hidrocacbon béo hoặc thơm, các thành phần của tinh dầu như monoterpen, các chất không phân cực như chất béo, carotene, các sterol, các chất màu thực vật, clorophyl.

- Trong dịch chiết clorofom sẽ có mặt sesquiterpen, diterpen, cumarin, quinon, các aglycol do glycozit thủy phân tạo ra, một số ancaloit bazơ yếu,...

- Trong dịch chiết nước sẽ có các glycozit, tannin, các đường, các hợp chất hidrat cacbon phân tử vừa pectin, các protein thực vật và muối vô cơ.

- Khi cần chiết lấy toàn bộ thành phần trong hợp chất thiên nhiên thì dung môi thích hợp nhất là cồn 80%. Còn, nhất là metanol được xem là dung môi vạn năng. Nó hòa tan được các chất không phân cực đồng thời cũng có khả năng tạo dây nối hidro với các nhóm phân cực khác

- Dịch chiết còn sau khi cất loại dung môi sẽ thu được dịch chiết toàn phần chứa hầu hết hợp chất thiên nhiên.

Khi cần tách phân đoạn các hợp chất trong cao thì sử dụng một dãy dung môi không hòa lẫn với nước và có độ phân cực từ yếu đến mạnh. Ví dụ dãy dung môi: ete dầu, ete, clorofom, etila axetat, butanola.

Cách chiết: Có hai cách chiết : chiết ở nhiệt độ thường và chiết nóng. Mỗi cách chiết có dung môi và thiết bị riêng.

- Hai cách chiết thông thường ở nhiệt độ thường là ngâm kiệt và ngâm phân đoạn. Phương pháp ngâm kiệt cho kết quả tốt hơn vì chiết được nhiều hoạt chất và ít tổn dung môi, nhất là khi áp dụng cách chiết ngâm kiệt ngược dòng.
- Chiết nóng: nếu dung môi là các chất bay hơi thì áp dụng cách chiết liên tục và chiết hồi lưu. Nếu dung môi là nước thì sắc hoặc hâm phân đoạn.
- Dụng cụ chiết liên tục thông thường là bình Soxhlet. Có thể tự lắp lấy dụng cụ chiết liên tục. Nếu chiết nóng hồi lưu thì nên chiết phân đoạn ít nhất là hai lần để chiết hết hoạt chất.
- Tính phân cực của hợp chất tự nhiên có quan hệ đến vấn đề chiết hợp chất thiên nhiên. Một yếu tố khác cũng có ảnh hưởng đến vấn đề chiết là các enzym vốn luôn có mặt trong cây. Trong quá trình chế biến, chiết nếu không khống chế được hoạt tính của men thì các glicozit có thể bị thủy phân một phần hoặc toàn phần làm thay đổi tính phân cực, do đó thay đổi độ hòa tan của hợp chất đối với dung môi.
- Dung môi dùng để chiết các hợp chất khỏi các hợp chất thiên nhiên rất đa dạng và thay đổi tùy theo bản chất của mỗi loại hợp chất thiên nhiên. Cơ sở để lựa chọn một dung môi chiết là tính phân cực của hợp chất chứa trong hợp chất thiên nhiên và của dung môi
- Chiết đơn (Chiết một lần): thường cho hiệu suất thấp. Chiết lặp (chiết nhiều lần): nếu hệ số phân bố không đủ lớn để chiết một lần thì phải chiết thêm nhiều lần. Nghĩa là sau khi chiết một lần, trong dung dịch còn lại một lượng chất tan đáng kể thì thường người ta thêm một lượng dung môi chiết mới và chiết một hay nhiều lần nữa. Hiệu suất cao hơn hiệu suất chiết đơn nhưng tổn dung môi, thời gian và công suất.

- Chiết ngược dòng: Phương pháp này dựa trên nguyên tắc cho dung môi chiết vào dung dịch cần chiết chạy ngược chiều nhau. Hai pha tiếp xúc chặt chẽ, pha trộn và di chuyển ngược chiều nhau. Đây là một quá trình liên tục.
- Mục tiêu của sự phân chia ngược dòng là tách hai hay nhiều chất tan ra bằng một loạt sự phân chia giữa hai pha lỏng-lỏng.

### Nghiên cứu quy trình tạo cặn chiết với cây măc mật.

Dựa vào các kết quả thu được của các phương pháp thử hoạt tính sinh học từ lá, vỏ thân và rễ cây măc mật. Chúng tôi thấy rằng lá măc mật có một hoạt tính đặc biệt quý là hoạt tính ức chế enzyme gây bệnh tiểu đường. Vì thế chúng tôi quyết định lựa chọn tạo cặn chiết tổng EtOH từ cặn chiết này để nghiên cứu quy trình tạo cao chiết cây măc mật ứng dụng vào tạo sản phẩm hỗ trợ tiểu đường.

Chúng tôi tiến hành thử nghiệm 2 phương pháp chiết với dung môi EtOH.

Phương pháp 1: Phương pháp, ngâm chiết thông thường

Phương pháp 2: Phương pháp chiết có thiết bị siêu âm.

#### Bước 1: Xử lý mẫu:

100 kg mẫu lá được thu mua, rửa sạch, và loại bỏ các lá hỏng, sau đó được thái nhỏ, sấy khô trong tủ sấy mẫu ở nhiệt độ 40 -50°C, thu được 12 kg lá khô.

Chia làm 2 phần nghiên cứu

- Phần 1: Áp dụng phương pháp 1. Mẫu được ngâm 10 ngày trong ethanol (25 lít), mỗi ngày được khấy trộn 1 lần. Sau đó được lọc và thu dịch lọc, phần bã được ngâm thêm 1 lần như thế, rồi lại lọc thu dịch lọc. Gộp 2 dịch lọc quay khô bằng máy cát quay chân không ở 60 °C, thu được 600 gram cao chiết.
- Phần 2 Mẫu khô được nghiền nhỏ, bỏ xung methanol (3 lần x 10 L) và đánh siêu âm ở 40°C
- Phần dịch methanol thu được sau khi lọc qua giấy lọc được tiến hành cát loại dung môi bằng máy cát quay chân không ở 50°C, thu được dịch chiết methanol tổng.

Sau khi chiết tạo cặn tổng xong. Nhóm nghiên cứu tiến hành nghiên cứu đóng viên nang.

## **Quy trình đóng viên nang**

Nhóm nghiên cứu đã tiến hành quy trình đóng thử nghiệm viên nang theo đúng khuyến cáo của bộ y tế theo tiêu chuẩn GMP gồm 7 bước.

### **Bước 1: Chuẩn bị nguyên liệu và vỏ viên nang**

Sau khi đã hoàn thiện công thức thuốc, đơn vị sản xuất sẽ tiến hành chuẩn bị nguyên liệu. Mỗi nguyên liệu sẽ được kiểm định chất lượng riêng biệt để đảm bảo độ an toàn cũng như dược tính của sản phẩm.

Lúc này, việc chuẩn bị vỏ nang của thuốc cũng được thực hiện. Nó sẽ được sản xuất với thành phần, màu sắc cũng như định lượng phù hợp.

### **Bước 2: Trộn nguyên liệu theo đúng công thức theo quy trình sản xuất viên nang cứng**

Sau khi có được các loại nguyên liệu cần thiết, cơ sở sản xuất sẽ tiến hành xay, rây, cán hay pha chế chúng lại theo đúng tiêu chuẩn. Đặc biệt, việc này cần được kiểm nghiệm một cách kỹ lưỡng để đảm bảo chất lượng của thuốc sau khi hoàn thiện.

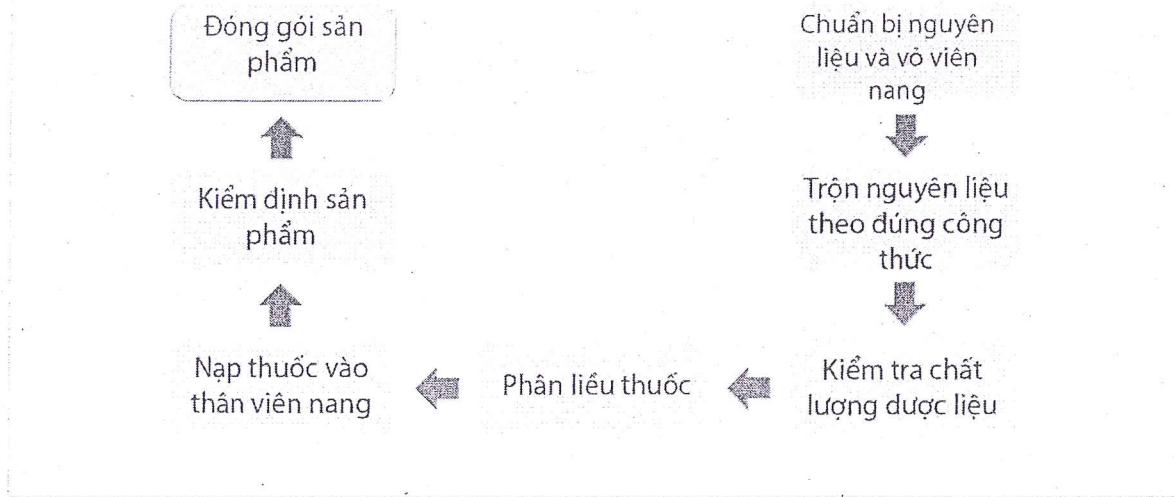
### **Bước 3: Kiểm tra chất lượng dược liệu**

Khi đã trộn xong, dược liệu cần được kiểm định chất lượng một lần nữa. Khi đã đạt được những tiêu chuẩn cần thiết nó mới đủ điều kiện để đóng viên cũng như tạo ra thành phẩm. Việc này sẽ được thực hiện bởi những chuyên viên độc lập đến từ Bộ Y tế và các cơ quan chức năng.

### **Bước 4 quy trình sản xuất viên nang cứng: Phân liều thuốc**

Sau khi kiểm tra chất lượng, đảm bảo độ đồng nhất, dược liệu bên trong sẽ được tiến hành phân liều. Từ đó, đảm bảo có được sự đồng đều về khối lượng, dược chất có trong từng viên nang cứng. Nếu không được thực hiện bởi những chuyên gia có kinh nghiệm, bước này thường có nhiều sai lệch ảnh hưởng tới chất lượng thành phẩm.

## Quy trình sản xuất viên nang cứng theo tiêu chuẩn GMP



### Bước 5: Nạp thuốc vào thân viên nang

Với máy chuyên dụng, kỹ thuật cao, việc nạp thuốc vào thân nang hiện nay đã đơn giản hơn rất nhiều. Từng phần thuốc sẽ được nạp vào bên trong thân nang. Sau đó, nắp nang sẽ được đóng vào để tránh làm dược liệu bị rơi ra ngoài.

### Bước 6: Kiểm định sản phẩm

Sau khi dược liệu đóng vào nang, nang thuốc sẽ được làm sạch lần cuối cùng. Sau đó, mẫu thuốc sẽ được lấy ngẫu nhiên để mang đi kiểm nghiệm, đánh giá chất lượng. Lúc này, giấy phép kinh doanh và sử dụng sản phẩm cũng được cấp cho sản phẩm.

### Bước 7 quy trình sản xuất viên nang cứng: Đóng gói sản phẩm

Hầu hết các loại viên nang cứng trên thị trường đều được đóng vỉ hoặc đóng lọ. Trong nghiên cứu của mình mới dừng lại ở sản xuất thử nghiệm nhóm nghiên cứu đã tiến hàng đóng viên nang vào lọ.