

## NGHIÊN CỨU CÔNG NGHỆ TRÍCH LY TINH DẦU TỪ LÁ TÍA TÔ

Nguyễn Thị Hoàng Lan<sup>1</sup>, Bùi Quang Thuật<sup>2</sup>, Lê Danh Tuyên<sup>3</sup>,  
Ngô Thị Huyền Trang<sup>4</sup>, Đỗ Thị Trang<sup>4</sup>

<sup>1</sup>*Khoa Công nghệ thực phẩm, Trường Đại học Nông nghiệp Hà Nội*

<sup>2</sup>*Trung tâm Dầu, Hương liệu và Phụ gia thực phẩm, Viện Công nghiệp Thực phẩm*

<sup>3</sup>*Viện Dinh dưỡng Quốc gia*

<sup>4</sup>*Sinh viên K56, Khoa Công nghệ thực phẩm, Trường Đại học Nông nghiệp Hà Nội*

Email\*: hoanglan27@yahoo.fr

Ngày gửi bài: 04.04.2014

Ngày chấp nhận: 13.05.2014

### TÓM TẮT

Nghiên cứu được thực hiện trên lá tía tô với mục đích tìm ra phương pháp trích ly thích hợp và tối ưu hóa các thông số kỹ thuật của quy trình. Trích ly động là phương pháp thích hợp nhất được lựa chọn để khai thác tinh dầu lá Tía tô. Các thông số kỹ thuật của quy trình công nghệ được khảo sát để lựa chọn thông số thích hợp nâng cao hiệu suất trích ly và chất lượng tinh dầu. Các điều kiện tối ưu của quy trình là lá tía tô tươi được làm héo ở điều kiện tự nhiên đến độ ẩm 20% và xay mịn (2mm < d < 3mm). Nguyên liệu sau nghiền được trích ly 3 lần bằng dung môi ethanol 96% với tỷ lệ nguyên liệu/dung môi là 1/18 (g/ml), nhiệt độ trích ly 50°C và thời gian là 12 giờ. Sau khi trích ly, dịch trích ly được cô đặc bằng thiết bị cô quay chân không thu được tinh dầu Tía tô. Sản phẩm tinh dầu thu được có hương tía tô đặc trưng với các thành phần chính như: Perilla aldehyde 37,38%, Myristicine 26,39%, Limonene 5,95% có thể tạo hương thơm cho các sản phẩm thực phẩm và dược phẩm.

Từ khóa: Hiệu suất trích ly, tía tô, tinh dầu.

### Study on The Extraction Technology of Essential Oil from Perilla Leaves

#### ABSTRACT

*Perilla frutescens* is widely cultivated as a source of spices and medicine. The present study was carried out identify the most suitable oil extraction method and to optimize the extraction technique. Three extraction methods were used: static extraction at room temperature for 24 hours, dynamic extraction at 50°C with stirring speed of 400 rounds/min for 1 hours, and Soxhlet extraction at 80°C for 7 hours. Among three extraction methods, dynamic extraction was found as the most suitable method to extract essential oil from perilla leaves. For this method, fresh perilla leaves were withered in natural conditions to 20% moisture and were crushed to particle size of 2-3mm in diameter. The ground materials were then extracted 3 times by 96% ethanol at a ratio of 1 g ground leaves to 18mL solvent. Extraction was carried out at 50°C for 12 hours. After extraction, the extract was evaporated by rotary vacuum equipment to obtain essential oil. The essential oil obtained has perilla flavor characteristics with major components comprising of 37.38% perilla aldehyde, 26.39% myristicine and 5.95% limonene, which can be used as fragrance in food and pharmaceutical products

Keywords: Essential oil, extraction yield, perilla.

#### 1. ĐẶT VẤN ĐỀ

Việt Nam nằm trong vùng khí hậu nhiệt đới gió mùa nóng ẩm, mưa nhiều, cây cối tươi tốt quanh năm, thảm thực vật rất phong phú và đa dạng. Trong số hơn 550 loại cây có chứa tinh dầu ở

nước ta, tía tô là một trong những loại cây đang được nhiều nhà khoa học quan tâm nghiên cứu.

Lá tía tô chứa 0,3-1,3% lượng tinh dầu theo chất khô (Yu et al., 2010). Tinh dầu lá tía tô từ lâu đã được sử dụng vào rất nhiều mục đích khác

nhau. Trên 30 hợp chất trong tinh dầu lá tía tô đã được xác định, trong đó thành phần bay hơi có 4 loại chính là monoterpene, sesquiterpene, phenylpropanoid và furylketone. Theo Đỗ Tất Lợi (2003) và Yu et al. (2010), loại tinh dầu này chứa thành phần chủ yếu là perilla aldehyde, limonene,  $\alpha$ -pinene,  $\beta$ -caryophyllene, linalool và perilla alcohol,... Chúng được sử dụng trong y học, sản xuất nước hoa, các loại mỹ phẩm, phụ gia thực phẩm. Các hợp chất perilla aldehyde, phenylpropanoid và  $\beta$ -caryophyllene trong tinh dầu có tác dụng ức chế các loại vi khuẩn gây ngộ độc thực phẩm như: *Sallmonella*, tụ cầu khuẩn, trực khuẩn lỵ, trực khuẩn đại tràng (Đỗ Huy Bích và cs., 2004). Tinh dầu lá tía tô còn có tác dụng khử mùi tanh hải sản rất hiệu quả, giải độc cua cá (Bumblauskien et al., 2009). Ở Nhật Bản và Hàn Quốc, tinh dầu lá tía tô được sử dụng để chế biến các món sashimi, mặn muối, món hầm, súp. Tại Mỹ, tinh dầu tía tô nằm trong danh mục các phụ gia thực phẩm được phép sử dụng. Ngoài sử dụng làm chất phụ gia, tinh dầu tía tô còn được sử dụng để bảo quản thịt, cá và các loại thực phẩm khác. Trong thành phần tinh dầu lá tía tô có chứa một dẫn xuất của perilla aldehyde có tên là perillartine. Chất này có vị ngọt gấp 2.000 lần đường mía và có calo rất thấp. Nó được sử dụng làm chất tạo ngọt thay thế tại Nhật Bản và Mỹ. Đặc biệt, đây còn là phụ gia quan trọng trong ngành sản xuất thuốc lá để giảm mùi hăng cay, làm cho sản phẩm có hương vị hài hòa hơn (Đỗ Tất Lợi, 2003; Başer et al., 2003; Yu et al., 2010). Theo Ripple et al. (2004), perillal alcohol và limonene có tác dụng ức chế sự tăng trưởng của các khối u vú, khối u gan, ung thư phổi ở chuột. Với tác dụng kháng khuẩn và tạo hương, tinh dầu tía tô được sử dụng nhiều trong sản xuất nước hoa, kem trị mụn, xà bông, sữa dưỡng thể, xông hơi, massage làm giảm căng thẳng, mệt mỏi, giúp cơ thể luôn tươi trẻ (Board, 1999).

Với giá trị sử dụng và giá trị kinh tế to lớn mà tinh dầu tía tô đem lại, đây thực sự là một sản phẩm quý và đáng được quan tâm. Để trích ly tinh dầu, có một số phương pháp như trích ly tĩnh: ngâm nguyên liệu trong dung môi cho tới khi đạt nồng độ chất hòa tan bão hòa; trong suốt quá trình trích ly, nguyên liệu và dung môi không được đảo trộn; trích ly động (có khuấy trộn): dung môi và nguyên liệu không thay đổi trong cùng một thiết bị trong suốt thời gian

trích ly, nguyên liệu và dung môi được đảo trộn nhờ cánh khuấy làm tăng sự tiếp xúc giữa hai pha, do đó hiệu suất trích ly cao hơn, thời gian trích ly giảm. Ngoài ra, trong công nghiệp khai thác tinh dầu, còn sử dụng một số phương pháp trích ly khác như: trích ly hồi lưu, trích ly bằng thiết bị sohxlet, trích ly CO<sub>2</sub> lỏng và CO<sub>2</sub> siêu tới hạn (Nguyễn Năng Vinh và cs., 2009). Tuy nhiên, ở nước ta chưa có công trình nào đề cập đến công nghệ trích ly tinh dầu từ lá cây tía tô trở thành hàng hóa có giá trị kinh tế cao. Lựa chọn phương pháp trích ly tinh dầu từ lá tía tô thích hợp và tối ưu hóa các yếu tố kỹ thuật của phương pháp đó để xây dựng được quy trình công nghệ trích ly tinh dầu từ lá tía tô phù hợp với điều kiện Việt Nam là mục tiêu của nghiên cứu này.

## 2. VẬT LIỆU VÀ PHƯƠNG PHÁP

### 2.1 Vật liệu

Lá tía tô giống *Perilla frutescens* var. *Frutescens* được thu hái tại Vân Nội - Đông Anh vào hai thời điểm lúc cây bắt đầu ra hoa và lúc cây ra hoa rộ. Nguyên liệu có chất lượng đồng đều, không bị sâu bệnh, được thu hái trong điều kiện khô ráo. Nguyên liệu lá tía tô tươi được làm héo ở điều kiện tự nhiên đến độ ẩm 20% và xay mịn ở kích thước 2mm < d < 3mm.

### 2.2. Phương pháp nghiên cứu

#### 2.2.1. Phương pháp trích ly

Tiến hành 3 phương pháp trích ly:

- Trích ly tĩnh ở nhiệt độ phòng, thời gian mỗi lần trích ly là 24 giờ.
- Trích ly động ở nhiệt độ 50°C, tốc độ khuấy 400 v/ph, thời gian trích ly 11 giờ
- Trích ly Soxhlet ở nhiệt độ 80°C, thời gian trích ly 7 giờ

Các thí nghiệm được tiến hành với cùng điều kiện:

- Dung môi trích ly: ethanol 96%,
- Số lần trích ly: 3 lần,
- Tỷ lệ nguyên liệu/dung môi: 1/16 (g/ml) với độ ẩm nguyên liệu là 20%,
- Độ mịn nguyên liệu là 2,0 < d ≤ 4,0 mm.

### 2.2.2. Phương pháp xác định ảnh hưởng của các điều kiện đến hiệu suất trích ly

Các thí nghiệm được tiến hành trên thiết bị trích ly tinh dầu thể tích 2L tại phòng thí nghiệm ở cùng điều kiện công nghệ. Phương pháp trích ly động có khuấy trộn liên tục với tốc độ 400 v/ph, dung môi sử dụng là ethanol 96%, số lần trích ly là 3 lần, tỷ lệ nguyên liệu/dung môi: 1/16, nhiệt độ trích ly là 50°C và thời gian trích ly: 11 giờ. Các yếu tố công nghệ được khảo sát là: loại dung môi, phương pháp trích ly, số lần trích ly, tỷ lệ nguyên liệu/dung môi, tốc độ khuấy trộn nguyên liệu, thời gian trích ly, nhiệt độ trích ly. Sau khi đã chọn được giá trị thích hợp của các yếu tố đã nghiên cứu, giá trị này được cố định trong các thí nghiệm tiếp theo để khảo sát ảnh hưởng của các yếu tố còn lại.

Thí nghiệm lựa chọn dung môi được khảo sát với 4 loại dung môi khác nhau: ethanol 96%, etyl acetat, n-Hexan và dicloetan. Thí nghiệm về ảnh hưởng của số lần trích ly đến hiệu suất trích ly được tiến hành với 1 lần, 2 lần, 3 lần, 4 lần. Để xác định ảnh hưởng của tỷ lệ nguyên liệu/dung môi đến hiệu suất trích ly được tiến hành ở các tỷ lệ 1/14, 1/16, 1/18, 1/20, 1/22. Nghiên cứu ảnh hưởng của tốc độ khuấy đến hiệu suất trích ly thực hiện ở các tốc độ 300, 400, 500 và 600 vòng/phút. Nghiên cứu ảnh hưởng của nhiệt độ trích ly đến quá trình trích ly được thực hiện ở 30°C, 40°C, 50°C, 60°C, 70°C. Để nghiên cứu ảnh hưởng của thời gian trích ly, tiến hành trích ly nguyên liệu trong thời gian 10, 11, 12, 13, 14 giờ.

Hiệu suất thu nhận tinh dầu tính theo lượng tinh dầu có trong nguyên liệu được xác định theo công thức

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 100}{m_2} (\%)$$

Trong đó:

$X_1$ : hiệu suất thu nhận tinh dầu so với lượng tinh dầu trong nguyên liệu (%)

$m_1$ : khối lượng tinh dầu thu được (g)

$m_2$ : khối lượng tinh dầu trong nguyên liệu (g)

### 2.3. Các chỉ tiêu nghiên cứu

- Xác định hàm lượng tinh dầu lá tía tô theo phương pháp chưng cất lôi cuốn theo hơi nước bằng bộ xác định hàm lượng tinh dầu nhẹ Clevender.

- Xác định độ ẩm của nguyên liệu bằng phương pháp chưng cất với toluene.

- Xác định chỉ số khúc xạ của tinh dầu theo TCVN 8445:2010.

- Xác định tỷ trọng tinh dầu ở 20°C theo TCVN 8444:2010.

- Chỉ số acid tinh dầu được xác định theo TCVN 8450:2010 chuẩn độ bằng dung dịch KOH 0,1N trong ethanol.

- Đánh giá cảm quan tinh dầu theo TCVN 8460:2010.

- Xác định thành phần hóa học của sản phẩm tinh dầu lá tía tô bằng phương pháp sắc kí khí khối phổ GC-MS.

- Các thí nghiệm được lặp lại 3 lần, số liệu thí nghiệm được xử lý thống kê bằng chương trình IRRISTAT 4.0 và Microsoft Excel.

## 3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

### 3.1. Đánh giá chất lượng nguyên liệu lá tía tô

Hàm lượng tinh dầu trong lá tía tô thay đổi theo từng thời kỳ sinh trưởng phát triển của cây. Nghiên cứu thành phần tinh dầu trong từng giai đoạn sinh trưởng cho thấy hàm lượng tinh dầu cao nhất trong giai đoạn cây bắt đầu trở hoa (Lee et al., 2009). Ở nghiên cứu này, húng tía lựa chọn lá tía tô thu hái tại thời điểm chuẩn bị ra hoa và ra hoa rộ làm nguyên liệu khai thác tinh dầu.

**Bảng 1. Hàm lượng tinh dầu lá tía tô thu hái ở hai thời điểm**

Thời điểm thu hái	Độ ẩm (%)	Hàm lượng tinh dầu (% chất khô)
Chuẩn bị ra hoa	82,00	0,76
Ra hoa rộ	80,66	0,67

### 3.2. Chọn phương pháp trích ly tinh dầu lá tía tô

Phương pháp trích ly ảnh hưởng rất lớn tới hiệu suất trích ly cũng như chất lượng tinh dầu. Một chế độ trích ly thích hợp phải thỏa mãn được các yếu tố sau: cho hiệu suất tinh dầu cao; tinh dầu có chất lượng tốt; tốn ít dung môi, thời gian và năng lượng; công nghệ thiết bị không quá phức tạp.

Các mẫu thí nghiệm được thực hiện trong cùng điều kiện như đã nêu ở phần 2.2.1. Kết quả được thể hiện ở bảng 2.

**Bảng 2. Ảnh hưởng của phương pháp trích ly đến hiệu suất trích ly tinh dầu lá tía tô**

Phương pháp	Lượng tinh dầu thu được (g)	Hiệu suất thu nhận tinh (%)
Trích ly động	0,67	73,46 <sup>a</sup>
Trích ly tĩnh	0,39	42,99 <sup>c</sup>
Trích ly Soxhlet	0,59	64,69 <sup>b</sup>

Ghi chú: Các số liệu trong cùng một cột có số mũ khác nhau thì có giá trị khác nhau ở mức ý nghĩa  $\alpha=5\%$

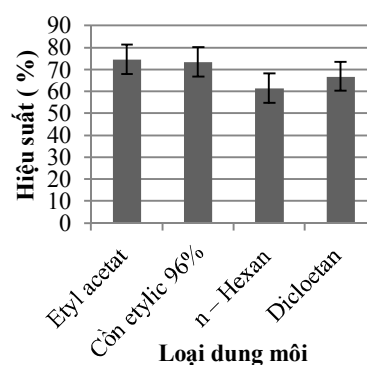
Bảng 2 cho thấy phương pháp trích ly động cho hiệu suất thu nhận tinh dầu cao nhất (73,46%) và được lựa chọn để trích ly tinh dầu lá tía tô.

### 3.3. Ảnh hưởng của các yếu tố trích ly đến hiệu suất trích ly tinh dầu lá tía tô

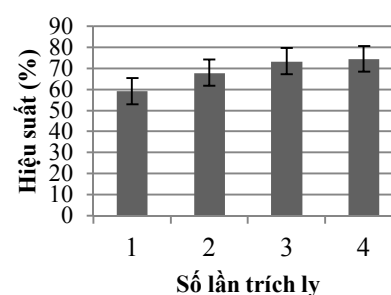
#### 3.3.1. Dung môi

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%, etyl acetat, n-hexan và dicloetan. Theo kết quả phân tích thống kê, hai loại dung môi etyl acetat và ethanol 96% cho hiệu suất trích ly tinh dầu lá tía tô cao nhất và không khác nhau ở mức ý nghĩa  $\alpha=5\%$  (Hình 1).



**Hình 1. Ảnh hưởng của loại dung môi đến hiệu suất trích ly tinh dầu lá tía tô**



**Hình 2. Ảnh hưởng của số lần trích ly đến hiệu suất trích ly tinh dầu lá tía tô**

Khi lựa chọn dung môi cho việc trích ly các sản phẩm dùng trực tiếp cho thực phẩm và dược phẩm, ngoài yếu tố hòa tan còn phải lưu ý tới tính độc hại của dung môi, tính rẻ tiền và dễ kiếm. Etyl acetat là dung môi dễ bay hơi nên tổn hao nhiều trong quá trình trích ly, lại đắt tiền và khó kiếm hơn ethanol 96%. Kết hợp các yếu tố trên, chúng tôi chọn dung môi ethanol 96% là dung môi thích hợp nhất cho quá trình trích ly tinh dầu tía tô và sử dụng cho nghiên cứu tiếp theo.

#### 3.3.2. Số lần trích ly

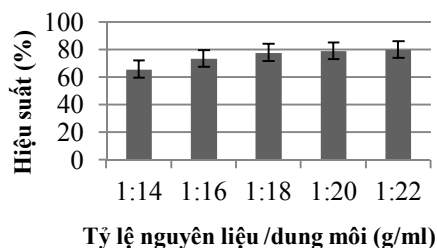
Theo lý thuyết, số lần trích ly càng nhiều, hàm lượng tinh dầu thu được càng cao. Tuy nhiên, khi trích ly tới một ngưỡng nhất định, lượng tinh dầu thu được tăng lên không đáng kể, trong khi lại phải tiêu tốn thời gian và dung môi để trích ly. Do đó, cần lựa chọn số lần trích ly thích hợp sao cho hiệu quả kinh tế cao nhất.

Kết quả khảo sát ảnh hưởng của số lần trích ly được thể hiện ở hình 2. Khi tăng số lần trích ly từ 1 lần lên 3 lần thì hiệu suất trích ly tăng khá cao, từ 59,21% lên 73,46%. Nhưng khi tăng từ 3 lên 4 lần thì hiệu suất không khác nhau ở mức ý nghĩa  $\alpha = 5\%$ . Do đó, chúng tôi lựa chọn số lần trích ly thích hợp là 3.

### 3.3.3. Tỷ lệ nguyên liệu/dung môi

Sử dụng càng nhiều dung môi để trích ly, khả năng khuếch tán của tinh dầu tía tô vào dung môi càng lớn nhưng nếu lượng dung môi quá lớn mà hiệu suất thu nhận tinh dầu tăng không đáng kể thì sẽ không hiệu quả: tốn dung môi, tốn thời gian và năng lượng để đuổi dung môi. Do vậy, xác định tỷ lệ nguyên liệu/dung môi thích hợp cho quá trình trích ly để đạt hiệu quả kinh tế cao nhất là cần thiết.

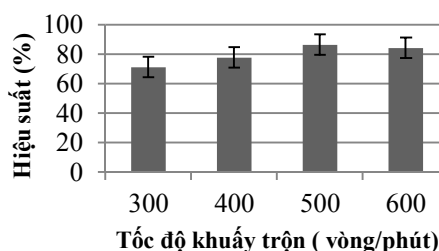
Các tỷ lệ nguyên liệu/dung môi được khảo sát là: 1/14, 1/16, 1/18, 1/20 và 1/22. Kết quả ở hình 3 cho thấy, mức 1/18 cho hiệu suất trích ly cao (77,85%) tương đương với tỷ lệ 1/20 và 1/22 trong khi lượng dung môi sử dụng ít hơn. Vì vậy, tỷ lệ nguyên liệu/dung môi 1/18 được lựa chọn để sử dụng cho các thí nghiệm tiếp theo.



Hình 3. Ảnh hưởng của tỷ lệ nguyên liệu/dung môi đến hiệu suất trích ly tinh dầu lá tía tô

### 3.3.4. Tốc độ khuấy trộn

Việc khuấy trộn nguyên liệu có ảnh hưởng rất lớn đến hiệu suất thu nhận tinh dầu vì sự thường xuyên đảo trộn giữa nguyên liệu và dung môi sẽ tạo điều kiện thuận lợi cho quá trình khuếch tán tinh dầu trong nguyên liệu vào dung môi. Do đó, chúng tôi tiến hành khảo sát ảnh hưởng của tốc độ khuấy trộn nguyên



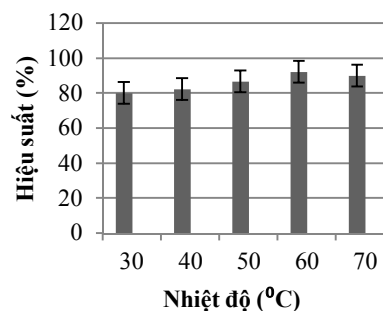
Hình 4. Ảnh hưởng của tốc độ khuấy trộn đến hiệu suất trích ly tinh dầu lá tía tô

liệu tới hiệu suất trích ly tinh dầu để tìm ra tốc độ khuấy trộn thích hợp. Các tốc độ được khảo sát là 300 v/ph, 400 v/ph, 500 v/ph, 600 v/ph.

Qua kết quả phân tích thống kê cho thấy tốc độ khuấy trộn nguyên liệu khác nhau có ảnh hưởng khác nhau tới hiệu suất thu nhận tinh dầu trong đó tốc độ khuấy trộn nguyên liệu là 500 v/ph cho hiệu suất thu nhận tinh dầu cao nhất là 86,62% (Hình 4). Khi tốc độ khuấy trộn là 600 v/ph, dịch trích ly rất khó lọc nên đã bị tổn thất phần nào tinh dầu trong quá trình lọc. Vì vậy, tốc độ 500 v/ph là tốc độ phù hợp cho các thí nghiệm tiếp theo.

### 3.3.5. Nhiệt độ trích ly

Nhiệt độ trích ly là một trong những yếu tố có ảnh hưởng rất lớn đến quá trình trích ly. Khi nhiệt độ càng cao nguyên liệu trương nở và tinh dầu sẽ linh động hơn, tạo điều kiện cho quá trình trích ly. Trái lại, nhiệt độ tăng cao sẽ thúc đẩy các biến đổi hóa học của các thành phần trong nguyên liệu, ảnh hưởng tới chất lượng



Hình 5. Ảnh hưởng của nhiệt độ đến hiệu suất trích ly tinh dầu lá tía tô

tinh dầu. Vì vậy, chúng tôi tiến hành khảo sát ở 5 mức nhiệt độ: 30°C, 40°C, 50°C, 60°C, 70°C.

Hình 5 cho thấy khi nhiệt độ trích ly tăng đến 60°C, hiệu suất thu nhận tinh dầu tăng và hiệu suất thu nhận tinh dầu đạt cao nhất (92,11%). Tăng nhiệt độ lên 70°C, hiệu suất thu nhận lại giảm (89,91%). Do đó, nhiệt độ 60°C là thích hợp cho quá trình trích ly tinh dầu tía tô.

### 3.3.6. Thời gian trích ly

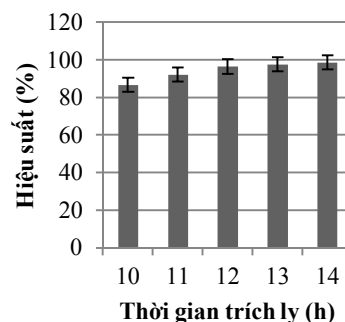
Thời gian trích ly càng dài, hiệu suất thu nhận sản phẩm càng tăng, nhưng đến một ngưỡng thời gian nhất định thì lượng sản phẩm thu được tăng thêm không đáng kể, đồng thời có thể ảnh hưởng xấu đến chất lượng sản phẩm. Do vậy, cần xác định thời gian trích ly cho thích hợp. Thời gian trích ly được khảo sát là 10, 11, 12, 13, 14 giờ.

Hình 6 cho thấy, thời gian trích ly càng dài thì hiệu suất thu nhận tinh dầu càng cao. Tuy nhiên, khi thời gian tăng lên 13 và 14 giờ thì hiệu suất thu nhận tinh dầu có tăng nhưng không đáng kể. Thời gian trích ly 12 giờ đã trích gần như tối đa lượng tinh dầu có trong nguyên liệu (96,49%). Vậy thời gian 12 giờ đem lại hiệu quả cao nhất cho quá trình trích ly tinh dầu tía tô.

## 3.4. Chất lượng sản phẩm tinh dầu lá tía tô

### 3.4.1. Các chỉ tiêu cảm quan, lý hóa cơ bản của sản phẩm

Để đánh giá chất lượng tinh dầu tía tô, chúng tôi tiến hành xác định một số chỉ số hóa



**Hình 6. Ảnh hưởng của thời gian đến hiệu suất trích ly tinh dầu lá tía tô**

**Bảng 3. Các chỉ tiêu hóa lý của các sản phẩm tinh dầu lá tía tô**

Các chỉ tiêu hóa lý	Kết quả
Tỷ trọng $d_{20}^{20}$	0,941
Chỉ số khúc xạ, $n_D^{20}$	1,496
Chỉ số acid (mg KOH/g)	0,94
Đánh giá cảm quan	Màu vàng sáng, vị cay, hương tía tô đặc trưng

lý đặc trưng của chúng. Các kết quả được thể hiện ở bảng 3.

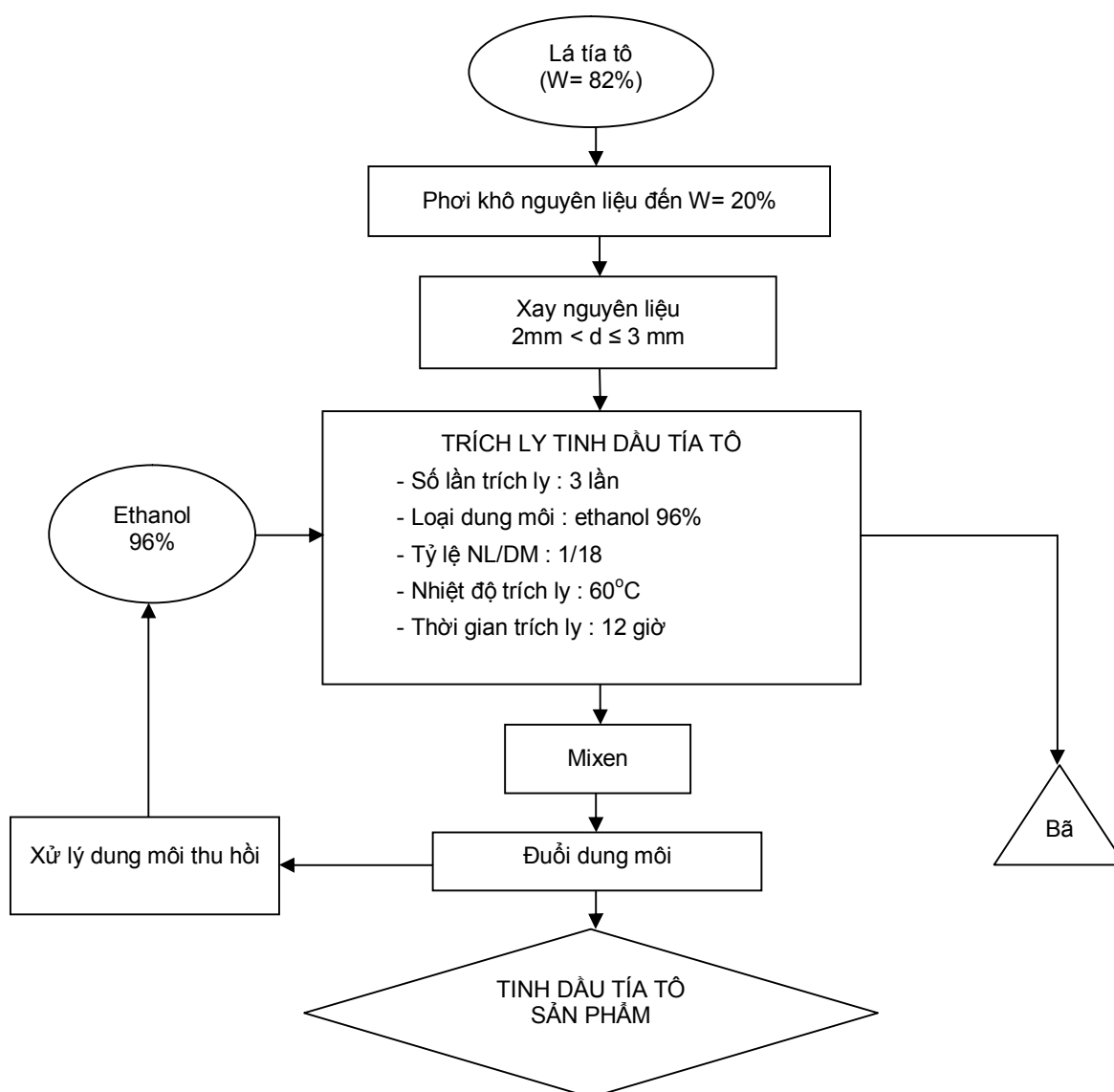
### 3.4.2. Thành phần các hợp chất bay hơi trong tinh dầu lá tía tô

Thành phần hóa học tinh dầu lá tía tô được xác định bằng phương pháp sắc ký khí nối ghép khối phổ GC-MS tại phòng phân tích hóa học - Viện Hóa học các hợp chất thiên nhiên - Viện Hàn lâm khoa học và công nghệ Việt Nam.

**Bảng 4. Các thành phần bay hơi chính có trong tinh dầu tía tô**

STT	Thành phần	Thời gian lưu (phút)	Hàm lượng (%)
1	Hexenal < 2E >	4,11	0,49
2	Hex-3-en-1-ol < Z >	4,14	0,71
3	$\alpha$ -Pinene	5,81	0,17
4	Benzaldehyde	6,43	2,04
5	Octen-3-ol	6,85	1,80
6	Octanol	7,30	0,22
7	Limonene	8,32	5,95
8	Benzyl alcohol	8,41	0,30
9	Benzene acetaldehyde	8,74	0,52
10	Linalool	10,47	2,32
11	Phenyl ethyl alcohol	10,90	0,26
12	unknow (93, 154, RI 1282)	16,16	4,91

13	Perilla aldehyde	16,34	37,38
14	Perilla alcohol	17,02	0,88
15	Eugenol	18,93	1,66
16	$\alpha$ -copaene	19,58	0,30
17	Caryophyllene	20,97	5,55
18	Humulene	22,03	0,84
19	Murolene	22,86	1,59
20	Zingiberene	23,21	2,38
21	Myristicine	24,09	26,39
22	Unknow (32, 278, RI 2125)	39,25	0,66
Total			97,32



Sơ đồ 1. Mô tả quy trình trích ly tinh dầu lá tía tô

Bảng 4 cho thấy tinh dầu chiết xuất từ lá tía tô Đông Anh bằng phương pháp trích ly chứa 22 hợp chất, xác định được 20 hợp chất chiếm 91,57%, trong đó thành phần chính là Perilla aldehyde (37,38%), Myristicine (26,39%), Limonene (5,95%), Caryophyllene (5,55%). Hàm lượng Perilla aldehyde rất cao cho thấy tinh dầu lá tía tô của Đông Anh có chất lượng và giá trị thương mại cao.

### 3.5. Quy trình công nghệ trích ly tinh dầu tía tô

Từ các kết quả nghiên cứu đã nêu trên, chúng tôi đề xuất quy trình trích ly thích hợp cho khai thác tinh dầu tía tô bằng phương pháp trích ly (Sơ đồ 1).

*Quy trình công nghệ trích ly tinh dầu tía tô:*

Lá tía tô (độ ẩm 82%) được phơi héo ở điều kiện tự nhiên đến độ ẩm 20% và xay đến độ mịn  $2\text{mm} < d \leq 3\text{mm}$ . Nguyên liệu khô đã nghiên cứu được đem trích ly 3 lần bằng dung môi ethanol 96% với phương pháp trích ly động: Nhiệt độ trích ly là 60°C; trích ly 3 lần, lần 1: tỷ lệ nguyên liệu/dung môi là 1/8, thời gian trích ly 5 giờ, lần 2: tỷ lệ nguyên liệu/dung môi là 1/5, thời gian trích ly 4 giờ, lần 3: tỷ lệ nguyên liệu/dung môi là 1/5, thời gian trích ly là 3 giờ. Sau khi trích ly, dịch trích ly được cô đặc bằng thiết bị cô quay chân không thu được tinh dầu tía tô.

### 4. KẾT LUẬN

Nghiên cứu đã lựa chọn được thời điểm thu hái nguyên liệu thích hợp cho trích ly tinh dầu lá tía tô là lúc cây bắt đầu ra hoa (hàm lượng tinh dầu so với tổng lượng chất khô là 0,76%) và phương pháp phù hợp cho quá trình trích ly tinh dầu lá tía tô là phương pháp trích ly động có khuấy trộn nguyên liệu liên tục với tốc độ khuấy là 500 vòng/phút. Quy trình công nghệ trích ly tinh dầu tía tô theo phương pháp này cho hiệu suất thu nhận tinh dầu đạt 73,46% với các thông số kỹ thuật tối ưu là độ ẩm nguyên liệu khoảng 20%; kích thước bột nghiên  $2\text{mm} < d \leq 3\text{mm}$ ; dung môi trích ly là ethanol 96%; tỷ lệ nguyên liệu/dung môi 1/18; 3 lần

trích ly; thời gian trích ly 12 giờ; nhiệt độ trích ly 60°C; Tinh dầu tía tô thu được có hương thơm đặc trưng đạt các chỉ tiêu chất lượng để sử dụng trong thực phẩm. Thành phần chính của tinh dầu là Perilla aldehyde (37,38%), Myristicine (26,39%), Limonene (5,95%), Caryophyllene (5,55%). Tỷ lệ cao Perillaldehyde cho thấy tinh dầu lá tía tô Đông Anh có chất lượng và giá trị thương mại cao.

### TÀI LIỆU THAM KHẢO

- Başer. K.H.C., B. Demirci., A. A. Donmez (2003). Composition of the essential oil of *Perilla frutescens* (L.) Britton from Turkey. *Flavour and Fragrance Journal*. 18(2): 122-123.
- Đỗ Huy Bích và cộng sự (2004). Cây thuốc và động vật làm thuốc ở Việt Nam, tập 2. Nhà xuất bản Khoa học kỹ thuật, Hà Nội, tr. 943-949.
- Board N (1999). The Complete Technology Book Of Essential Oils (Aromatic Chemicals). National Institute Of Industrial Res., p. 460-464.
- Bumblauskien L., J. Vandas., J. Valdimaras., M. Ramute and R. Ona (2009). Preliminary analysis on essential oil composition of *Perilla L.* Cultivated in Lithuania. *Acta Poloniae Pharmaceutica, Drug Research*, 66(4): 409-413.
- Lee Y-J and Y. Chwen-Ming (2009). Seasonal Changes of Growth and Leaf Perillaldehyde in *Perilla frutescens* (L.) Britton. *J. Taiwan Agric. Res*, 58: 114-124.
- Đỗ Tất Lợi (2003). Những cây thuốc và vị thuốc Việt Nam. Nhà xuất bản Khoa học và Kỹ thuật, Hà Nội, tr. 648-649.
- Ripple G. H., M. N. Gould., R. Z. Arzooonian., D. Alberti., C. Feierabend (2004). *Clin. Cancer Res*, 6: 390.
- Tiêu chuẩn Việt Nam (2010). Tinh dầu - Xác định tỷ trọng tương đối ở 20°C. TCVN 8444:2010, ISO 279: 1998.
- Tiêu chuẩn Việt Nam (2010). Tinh dầu - Xác định chỉ số khúc xạ. TCVN 8445:2010, ISO 280:1998.
- Tiêu chuẩn Việt Nam (2010). Tinh dầu-Xác định trị số axit. TCVN 8450:2010, ISO 1242:1999.
- Tiêu chuẩn Việt Nam (2010). Tinh dầu-Đánh giá cảm quan. TCVN 8460:2010.
- Nguyễn Năng Vinh và Nguyễn Thị Minh Tú (2009). Công nghệ chất thơm thiên nhiên. Nhà xuất bản Bách Khoa, Hà Nội.
- Yu H-C., K. Kenichi., M. Haga (2010). *Perilla: The Genus Perilla*. Taylor & Francis, 206p.