

BỘ GIÁO DỤC VÀ ĐÀO TẠO
ĐẠI HỌC ĐÀ NẴNG

PHẠM THIẾT QUỐC

**NGHIÊN CỨU TỔNG HỢP MUỐI KÉP
CỦA AXIT HIDROXI XITRIC ĐƯỢC CHIẾT TỪ
VỎ QUẢ BỨA TRÊN ĐỊA BÀN XÃ BÌNH HẢI,
HUYỆN BÌNH SƠN, TỈNH QUẢNG NGÃI**

Chuyên ngành: Hóa hữu cơ

Mã số : 60 44 27

TÓM TẮT LUẬN VĂN THẠC SĨ KHOA HỌC

Đà Nẵng – Năm 2013

Công trình được hoàn thành tại
ĐẠI HỌC ĐÀ NẴNG

Người hướng dẫn khoa học: **GS.TS. ĐÀO HÙNG CƯỜNG**

Phản biện 1: PGS. TS. Lê Thị Liên Thanh

Phản biện 2: TS. Trần Mạnh Lược

Luận văn sẽ được bảo vệ trước Hội đồng chấm Luận văn tốt nghiệp thạc sĩ khoa học họp tại Đại học Đà Nẵng vào ngày 31 tháng 05 năm 2013.

** Có thể tìm hiểu luận văn tại:*

- Trung tâm Thông tin- Học liệu, Đại học Đà Nẵng.
- Thư viện trường Đại học Sư phạm, Đại học Đà Nẵng.

MỞ ĐẦU

1. Tính cấp thiết của đề tài

Cây bứa- tên khoa học là *Garcinia oblongifolia* Champ. Ex Benth, thuộc họ bứa và chi bứa. Trên thế giới việc nghiên cứu cây bứa đã được chú trọng từ lâu. Tính đến nay, đã có hàng trăm công trình nghiên cứu về cây bứa bao gồm các lĩnh vực chiết tách, xác định thành phần hóa học các hợp chất hữu cơ, ứng dụng trong công nghệ thực phẩm và công nghệ dược phẩm. Đặc biệt trong những năm gần đây, các cấu tử có khối lượng nhỏ và phức tạp được chiết từ nhiều loài bứa (*Garcinia Cowa*, *Garcinia Combogia*, *Garcinia India*, *Garcinia AntroViridis*) trong đó có (-)-hydroxycitric axit (HCA; 1,2-dihydroxy propan- 1,2,3-triacboxylic axit), lacton của (-)-hydroxycitric axit có tính sinh học lý thú đã gây chú ý đối với các nhà hóa sinh, các bác sĩ chuyên khoa sức khỏe. Đó là khả năng điều chỉnh quá trình tổng hợp axit béo, sự hình thành lipid, sự ngon miệng và giảm cân. Đồng phân của (-)-HCA có vai trò quan trọng trong việc bảo vệ tim mạch, hiệu chỉnh các lipid và khả năng chịu đựng trong luyện tập thể thao.

Ở Việt Nam, cây bứa tương đối dễ trồng, phát triển tốt, cho năng suất cao và có mặt ở hầu hết các địa bàn trong cả nước, nhất là những vùng rừng núi phía Bắc, miền Trung, Tây Nguyên. Từ lâu, con người đã dùng lá, quả bứa để chế biến trong món ăn, chữa trị một số bệnh ngoài da,...

Cho đến nay, ở Việt Nam ta mặt dù đã có công trình nghiên cứu mang tính cơ bản về thành phần, tính chất, khả năng ứng dụng các hợp chất hóa học có trong cây bứa, nhưng chưa có công trình nghiên cứu tổng hợp muối kép của (-)- HCA có trong bứa. Mặt khác ngoài tác dụng giảm béo, muối kép của (-)-HCA còn bổ sung những nguyên tố vi lượng cho cơ thể. Đây là những vấn đề

rất đáng được quan tâm nghiên cứu nhằm góp phần quy hoạch, khai thác, chế biến và ứng dụng các sản phẩm của cây bứa một cách có hiệu quả, khoa học hơn.

Với những lý do trên, tôi chọn đề tài nghiên cứu với nội dung “Nghiên cứu tổng hợp muối kép của axit Hidroxi xitric được chiết từ vỏ quả bứa trên địa bàn xã Bình Hải, huyện Bình Sơn, tỉnh Quảng Ngãi”.

2. Mục tiêu nghiên cứu

- Xây dựng quy trình chiết tách axit hydroxycitric từ lá, vỏ quả bứa trên địa bàn xã Bình Hải, huyện Bình Sơn, tỉnh Quảng Ngãi.

- Xây dựng quy trình điều chế muối kép từ axit hydroxycitric chiết từ vỏ quả bứa trên địa bàn xã Bình Hải, huyện Bình Sơn, tỉnh Quảng Ngãi.

- Đóng góp thêm những thông tin, tư liệu khoa học về cây bứa, tạo cơ sở khoa học cho các nghiên cứu sâu về ứng dụng của axit hydroxycitric.

3. Đối tượng nghiên cứu

Lá, vỏ quả của cây bứa (*Garcinia oblongifolia* Champ. Ex Benth) thu hái tại xã Bình Hải huyện Bình Sơn tỉnh Quảng Ngãi.

4. Nội dung và phương pháp nghiên cứu

Nghiên cứu lý thuyết

Phương pháp thực nghiệm

- *Phương pháp chiết tách*

- *Phương pháp phân tích công cụ*: phương pháp sắc ký lỏng cao áp (HPLC), phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử (AAS)

- *Phương pháp kiểm tra vi sinh vật*: phương pháp kiểm tra các chỉ tiêu vi sinh vật (tổng vi sinh vật hiếu khí, E. Coli và tổng nấm men, nấm mốc).

5. Ý nghĩa khoa học và thực tiễn của đề tài

Ý nghĩa khoa học

Xây dựng quy trình tạo muối kép của HCA

Tạo cơ sở khoa học cho các nghiên cứu sâu về ứng dụng của axit hydroxyl xitric có trong quả Bứa và khả năng ứng dụng trong cuộc sống.

Ý nghĩa thực tiễn:

Tạo cặp muối kép của HCA.

Ứng dụng làm thực phẩm chức năng giảm béo.

6. Cấu trúc Luận văn

Gồm 3 chương.

Chương 1. Tổng quan- 34 trang

Chương 2. Nguyên liệu và phương pháp- 14trang

Chương 3. Kết quả và thảo luận- 23 trang

CHƯƠNG 1

TỔNG QUAN

1.1. CÂY BỨA

1.1.1. Đặc điểm, phân bố cây bứ

1.1.2. Phân loại bứ

1.2. AXIT HYDROXYCITRIC

1.2.1. Nguồn gốc (-)-HCA

1.3. HOÁ HỌC CỦA (-)-HCA

1.4. HÓA SINH CỦA (-)-HCA

1.4.1. Sự ức chế của enzyme chia tách muối citrat bởi (-)-HCA

1.4.2. Những ảnh hưởng của (-)-HCA lên sự tổng hợp chất béo và sự hình thành lipid

1.4.3. Hiệu quả của (-)-HCA trong sự tổng hợp xeton

1.4.4. Những tác động sinh học khác của (-)-HCA

1.5. (-)-HCA NHƯ MỘT TÁC NHÂN ĐIỀU CHỈNH CÂN NẶNG

1.6. MỘT SỐ LO NGẠI VỀ (-)-HCA

1.7. CÁC MUỐI KIM LOẠI CỦA (-)-HCA

1.7.1. Các loại muối kim loại của (-)-HCA

1.7.2. Một số nghiên cứu tạo muối kim loại của (-)-HCA

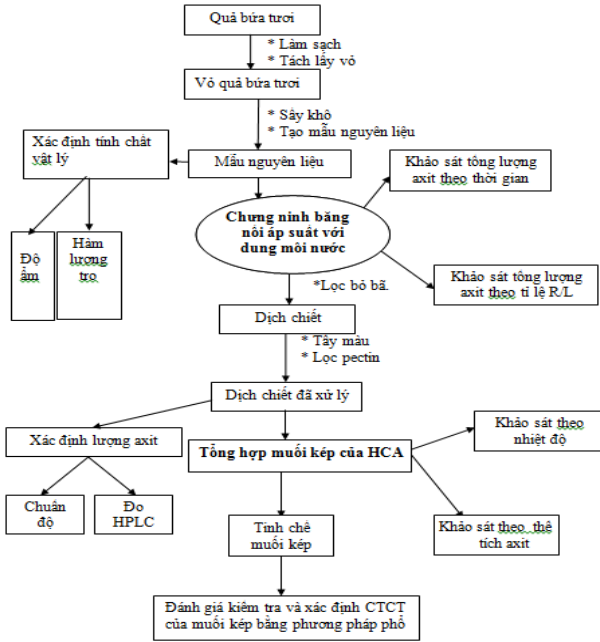
1.8. TÁC DỤNG CỦA CÁC MUỐI KIM LOẠI CỦA

CHƯƠNG 2

NGUYÊN LIỆU VÀ PHƯƠNG PHÁP

2.1. THIẾT BỊ, DỤNG CỤ, HÓA CHẤT

2.2. SƠ ĐỒ QUY TRÌNH THỰC NGHIỆM



2.3. NGUYÊN LIỆU

Vỏ quả Bứa được hái trên địa bàn xã Bình Hải huyện Bình Sơn tỉnh Quảng Ngãi

2.4. PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

2.4.1. Phương pháp vật lý

a. Phương pháp trọng lượng

b. Phương pháp xác định cấu trúc hóa học bằng quang phổ

c. Phương pháp sắc ký lỏng cao áp (HPLC)

d. Phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử (AAS)

e. Phương pháp phổ cộng hưởng từ hạt nhân

2.4.2. Phương pháp hóa học

a. Phương pháp chiết tách

b. Phương pháp chuyển hóa tạo muối kép của (-)-HCA

Sơ đồ tạo muối:

Thuyết minh quy trình tạo muối:

Lấy 200 ml dung dịch axit thu được bằng phương pháp chưng cất từ vỏ quả bứa khô dạng bột mịn đã được cô đặc sau khi tẩy màu bằng than hoạt tính và loại bỏ kết tủa pectin bằng cồn 96⁰ tác dụng dung dịch MgCO₃ hòa tan khuấy trong vòng 2 giờ ở điều kiện nhiệt độ là 80⁰C. Tiếp theo dung dịch Ca(OH)₂ 20% được thêm từ từ vào dung dịch trên, khuấy trong vòng 2 tiếng cho phản ứng xảy ra hoàn toàn thì xuất hiện kết tủa màu trắng, khuấy thì kết tủa này tan đi và tạo thành dung dịch có màu vàng nhạt (Hình 2.4). Tiếp theo dùng dung dịch axit HCA để chỉnh pH của dung dịch về bằng 8. Khuấy trong vòng 3 giờ. Sau đó dung dịch thu được trộn với khoảng 4 gam than hoạt tính, ngâm trong nước nóng ở 75⁰C trong vòng 1 giờ để tẩy màu. Lọc bỏ than hoạt tính, thu được dịch lọc. Dịch lọc đem cô cạn thì thu được chất rắn màu trắng (Hình 2.5 và 2.6). Chất rắn này ngâm rửa nhiều lần với cồn 60⁰. Sau đó đem sấy khô ở nhiệt độ 80⁰C trong vòng 24 giờ. Chất rắn này được xác định cấu trúc và thành phần bằng cách đem đo AAS, đo sắc kí ion, đo HPLC, đo phổ cộng hưởng từ hạt nhân.



Hình 2.4. Dịch HCA + MgCO₃ + Ca(OH)₂ chưa tẩy màu.



Hình 2.5. Dịch HCA + $MgCO_3$ + $Ca(OH)_2$ sau khi tẩy màu.



Hình 2.6. Muối HCCaMg sau khi sấy khô và tán nhỏ.

c. Phương pháp chuẩn độ (TCVN 4589-88)

CHƯƠNG 3

KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

3.1. KHẢO SÁT NGUYÊN LIỆU BỨA

3.1.1. Cây bứ

3.1.2. Thu nguyên liệu

Nguyên liệu được lấy ở thôn Vạn Tường, xã Bình Hải, huyện Bình Sơn, tỉnh Quảng Ngãi. Chọn các loại quả chín có vỏ màu vàng, mềm, ít nhựa, dễ dùng dao để tách lấy vỏ. Cơm bao quanh hạt dày, rõ ràng, màu trắng vàng

3.1.3. Xử lý nguyên liệu

Quả bứa sau khi thu hái cần làm sạch, tách lấy vỏ sau đó phơi khô và tán thành bột.



Hình 3.2. Vỏ quả bứa đã làm sạch Hình.3.2. Vỏ bứa khô dạng bột

3.2. XÁC ĐỊNH ĐỘ ẨM, HÀM LƯỢNG TRO CỦA NGUYÊN LIỆU

3.2.1. Độ ẩm của nguyên liệu

Độ ẩm trong vỏ quả bứa khô khoảng $8,39 \pm 0,26\%$, độ ẩm trung bình trong vỏ quả bứa là $8,39\%$. Với độ ẩm này, tôi đã bảo quản nguyên liệu trong thời gian dài làm thí nghiệm nhưng không bị hư hỏng.

3.2.2. Hàm lượng tro của nguyên liệu

Hàm lượng tro trong vỏ quả bứa khô khoảng $1,04 \pm 0,05 \%$. Hàm lượng tro trong vỏ quả bứa khô là rất thấp, chiếm khoảng $1,04 \%$ khối lượng vỏ quả bứa khô.

3.2.3. Kết quả khảo sát hàm lượng các kim loại nặng có trong vỏ quả bứa khô bằng phương pháp AAS

Bảng 3.3 Hàm lượng các kim loại nặng có trong vỏ quả búa

TT	Tên chỉ tiêu	Phương pháp	Đơn vị tính	Kết quả thử nghiệm	Hàm lượng cho phép (*) (mg/kg)
				B	
1	Pb	SMEWW311 3B: 2005	mg/Kg	0,174	2
2	Zn	SMEWW311 3B: 2005	mg/Kg	1,138	30
3	Cu	SMEWW311 3B: 2005	mg/Kg	0,956	40
4	As	TCVN 6626: 2000	mg/Kg	0,095	-
5	Fe	TCVN 6177: 1996	mg/Kg	2,358	1

Nhận xét: Ta thấy hàm lượng các kim loại nặng trong vỏ quả búa trên địa bàn xã Bình Hải, huyện Bình Sơn, tỉnh Quảng Ngãi ở mức cho phép. Do đó, người ta có thể sử dụng vỏ quả búa trên địa bàn xã Bình Hải, huyện Bình Sơn, tỉnh Quảng Ngãi làm thực phẩm

3.3. KHẢO SÁT CÁC YẾU TỐ ẢNH HƯỞNG ĐẾN TỔNG LƯỢNG AXIT THU ĐƯỢC BẰNG PHƯƠNG PHÁP CHUNG NINH

3.3.1. Khảo sát theo thời gian chung ninh

Kết quả khảo sát sự phụ thuộc của tổng lượng axit thu được trong vỏ búa khô vào thời gian chung ninh thực hiện trong nồi áp suất được biểu diễn ở bảng 3.4.

Bảng 3.4. Kết quả xác định sự phụ thuộc của tổng lượng axit thu được khi chiết từ vỏ quả búa khô dạng bột mịn theo thời gian chung ninh

Thời gian (ph)	Khối lượng mẫu (g)	Thể tích dung dịch sau khi cô đặc (ml)	Thể tích dung dịch NaOH 0,1N (ml)	Tổng lượng axit (g/100g)	Tổng lượng axit trung bình (g/100g)
30	10,272	30	4,5	9,074	9,275
			4,6	9,275	
			4,7	9,477	
40	10,279	30	5,8	11,687	11,754
			5,8	11,687	
			5,9	11,889	
50	10,175	30	7,6	15,567	15,778
			7,7	15,673	
			7,9	16,081	
60	10,196	30	9,1	18,486	18,553
			9,1	18,486	
			9,2	18,688	
70	10,347	30	9,0	18,016	18,216
			9,1	18,215	
			9,2	18,416	
80	10,257	30	8,3	16,760	17,029
			8,5	17,164	
			8,5	17,164	

Nhận xét: Từ kết quả ở bảng 3.4 ta thấy khi tăng thời gian chưng cất thì tổng lượng axit tăng lên và đạt kết quả cao nhất sau 60 phút. Nếu tiếp tục tăng thời gian chưng cất thì lượng axit có tăng nhưng không đáng kể. Điều này có thể giải thích là khi đó lượng axit trong vỏ búa đã được chiết ra gần hết nên dù có tăng thời gian chưng cất thì lượng axit cũng không thể tăng lên nhiều được nữa. Vì vậy chúng tôi chọn thời gian chưng cất thích hợp là 60 phút, tổng lượng axit trung bình là 18,553 g/100g.

3.3.2. Khảo sát theo tỉ lệ rắn/lỏng (R/L)

Tiến hành chiết axit bằng phương pháp chưng cất trong nồi áp suất. Để khảo sát sự phụ thuộc của tổng lượng axit thu được trong vỏ quả bứa khô vào tỉ lệ rắn/lỏng, ta cố định các thông số áp suất và thời gian với các giá trị như sau:

Áp suất: 1,2atm.

Thời gian: 60 phút.

Đối với thông số thể tích nước, các giá trị biến thiên: 100 ml, 150 ml, 200 ml, 250 ml, 300 ml.

Kết quả khảo sát sự phụ thuộc của tổng lượng axit thu được trong vỏ bứa khô vào tỉ lệ rắn lỏng thực hiện trong nồi áp suất được biểu diễn ở bảng 3.5.

Bảng 3.5. Kết quả xác định sự phụ thuộc của tổng lượng axit thu được khi chiết từ vỏ quả bứa khô dạng bột mịn theo tỉ lệ rắn/lỏng

Thể tích dung môi (ml)	Khối lượng mẫu (gam)	Thể tích dung dịch sau khi cô đặc (ml)	Thể tích dung dịch NaOH 0,1N (ml)	Tổng lượng axit (gam/100 gam)	Tổng lượng axit trung bình (gam/100 gam)
150	10,272	30	9,206	18,552	18,554
			9,208	18,557	
			9,207	18,553	
200	10,247	30	9,241	18,668	18,665
			9,237	18,660	
			9,241	18,667	
250	10,085	30	9,253	18,992	19,005
			9,256	18,998	
			9,269	19,025	

300	10,115	30	9,188	18,802	18,805
			9,191	18,810	
			9,188	18,803	
350	10,216	30	9,269	18,782	18,778
			9,266	18,775	
			9,267	18,777	

Nhận xét: Từ kết quả mô tả ở đồ thị hình 3.6 cho thấy khi tăng lượng dung môi hay giảm theo tỷ lệ rắn lỏng thì tổng lượng axit chiết tách tăng dần. Khi tỷ lệ rắn/lỏng là khoảng 10,085g/250ml thì lượng axit đạt được lớn nhất và nếu tiếp tục tăng lượng dung môi thì lượng axit thu được giảm dần. Điều này có thể được giải thích như sau: Khi tăng lượng dung môi chiết tách trên một khối lượng chất rắn được chiết tách thì chúng ta tăng khả năng hòa tan của axit được chiết tách từ pha rắn sang pha lỏng nên lượng axit thu được tăng lên. Tuy nhiên, thời gian chiết (60 phút) và áp suất của nồi là cố định do đó năng lượng cung cấp cho hỗn hợp dung môi và mẫu không đổi. Vì vậy, khi tăng lượng dung môi lên thì lúc đầu lượng axit chiết được sẽ tăng. Nhưng lượng dung môi tăng lên nhiều quá thì thời gian cần thiết để làm sôi hỗn hợp dung môi và mẫu dài hơn, thời gian thực sự để chiết tách axit giảm, lượng axit chiết ra do chuyển động nhiệt sẽ giảm dần. Đồng thời khi cô cạn dịch chiết phải tiến hành lâu hơn nên làm cho một số axit hữu cơ nhẹ bay hơi, HCA bị lacton hóa một phần. Vì vậy, tỷ lệ rắn lỏng thích hợp là khoảng 10,085g/250ml, tổng lượng axit trung bình là 19,005g/100g.

3.4. XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG HCA TRONG MẪU CHỪNG NINH BẰNG PHƯƠNG PHÁP HPLC

3.4.1. Kết quả xây dựng đường chuẩn

Kết quả xây dựng đường chuẩn được thể hiện qua hình 3.7.

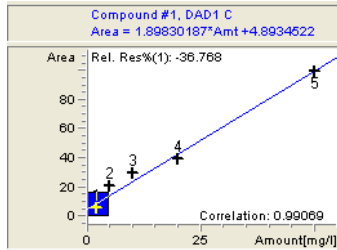
Phương trình đường chuẩn: $y = 1,89830187x + 4,8934522$

Trong đó:

y: diện tích pic của HCA.

x: nồng độ HCA.

Hệ số tương quan $R^2 = 0,99069$

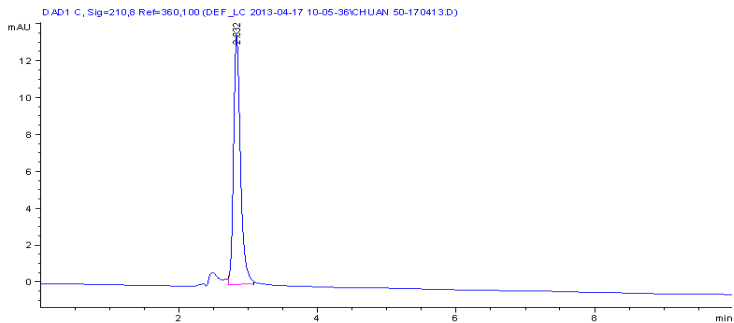


Hình 3.7. Đường chuẩn HCA.

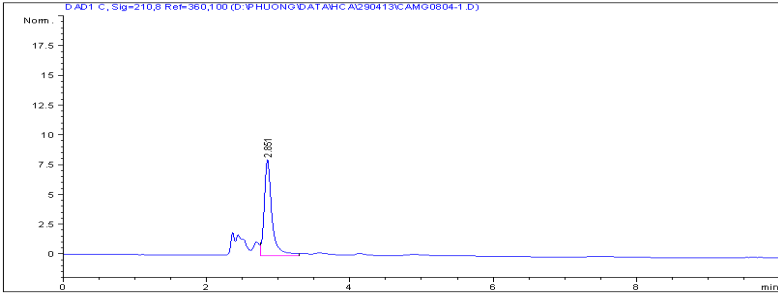
3.4.2. Kết quả xác định HCA trong vỏ quả búa khô

Mẫu được chuẩn bị bằng cách pha loãng 0,102 gam HCCaMg trong 25ml nước cất 2 lần. Lấy 0,3 ml định mức thành 25ml. Thể tích mẫu được tiêm vào HPLC là 20 μ l, HCA thu trực tiếp dựa vào diện tích pic bằng cách áp dụng hệ số pha loãng và sử dụng đường chuẩn.

Pic của chất chuẩn có thời gian lưu là 2,832 phút (hình 3.8), thời gian lưu của axit HCA chiết được là 2,851 phút (hình 3.9).



Hình 3.8. Sắc ký đồ của chất chuẩn



Hình 3.9. Sắc ký đồ mẫu vỏ búa khô chưng ninh trong nước

Thành phần axit HCA xác định bằng phương pháp HPLC được tính bằng công thức sau: $C_{HCA}(\text{ppm}) = (A - 4,8934522) / 1,89830187$

Lượng HCA (mg) trong mẫu phân tích = $C_{HCA}(\text{ppm}) * K_{pl} * 25 / 1000$

Trong đó: $C_{HCA}(\text{ppm})$: Nồng độ HCA tính bằng ppm

A: Diện tích pic sắc ký theo kết quả của sắc ký đồ là 59,91059

K_{pl} Hệ số pha loãng = 25/3

Vậy ta tính được lượng HCA trong mẫu phân tích là: 6,0029 mg. Theo lý thuyết thì lượng HCA trong 0,102g mẫu phân tích 0,08255g tương ứng với 82,55mg.

Nhận xét: Lượng axit HCA trung bình chưng ninh từ vỏ búa khô Bình Hải- Bình Sơn- Quảng Ngãi bằng 7,272%.

3.5. TỔNG HỢP MUỐI HCCAMG

3.5.1. Khảo sát ảnh hưởng của pH đến quá trình chuyển hoá tạo HCCaMg

Bảng 3.6. Kết quả khảo sát sự phụ thuộc của khối lượng muối thu được vào pH

STT mẫu	Khối lượng mẫu (g)	Lượng axit (g)	pH	Khối lượng muối lý thuyết (g)	Khối lượng muối thực tế (g)	Hiệu suất (%)
1	100,352	15,274	9,5	29,459	24,153	77,871
2	100,418	15,284	10	29,472	25,652	87,038
3	100,125	15,240	10,5	29,416	25,513	86,731
4	100,086	15,234	11	29,408	25,505	86,717

Nhận xét. Dựa vào bảng 3.6 ta thấy lượng muối tạo thành đạt hiệu suất cao nhất khi pH=10.

3.5.2. Khảo sát theo thể tích axit

Bảng 3.7. Kết quả khảo sát sự phụ thuộc của khối lượng muối thu được vào thể tích axit

STT mẫu	Khối lượng mẫu (g)	Lượng axit (g)	Thể tích axit (ml)	Khối lượng muối lý thuyết (g)	Khối lượng muối thực tế (g)	Hiệu suất (%)
1	100,315	15,268	100	29,452	25,634	87,038
2	100,305	15,266	150	29,450	25,658	87,123
3	100,247	15,257	200	29,438	25,712	87,344
4	100,414	15,282	250	29,470	25,705	87,224
5	100,102	15,234	300	29,409	25,646	87,205

Nhận xét: Từ kết quả ở mô tả ở bảng 3.7 cho thấy khi thể tích axit tăng lượng muối tăng dần và đạt khối lượng lớn nhất là 25,712g (H= 87,344%). Sau đó, nếu tiếp tục tăng thể tích axit thì lượng muối thu được giảm dần. Điều này có thể được giải thích như sau: Khi thể tích axit tăng nhiều quá, thể tích hỗn hợp 15mg.

Nếu lượng axit tăng nhiều quá sẽ làm cho thể tích hỗn hợp 16ang, tích số ion giảm dần, cân bằng điện ly của muối sẽ chuyển dịch theo chiều làm tăng tích số ion, tức là theo chiều hòa tan thành ion. Khi lọc, các ion sẽ trôi theo dịch lọc nên lượng muối thu được sẽ giảm. Vậy, thể tích axit thích hợp để tổng hợp muối là 200ml, khối lượng muối thu được trung bình đạt khoảng 25,712g (H= 87,344%).

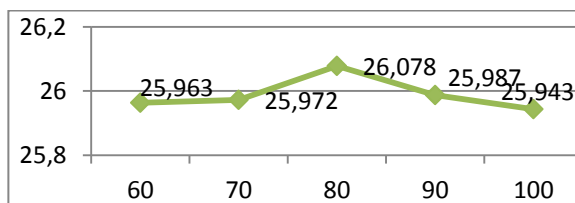
3.5.3. Khảo sát theo thời gian

Bảng 3.8. Kết quả khảo sát sự phụ thuộc của khối lượng muối thu được vào thời gian khuấy trộn

STT mẫu	Khối lượng mẫu (g)	Lượng axit (g)	Thời gian (phút)	Khối lượng muối lý thuyết (g)	Khối lượng muối thực tế (g)	Hiệu suất (%)
1	100,162	15,245	30	29,422	25,699	87,347
2	100,306	15,267	60	29,450	25,743	87,412
3	100,318	15,269	90	29,452	25,798	87,589
4	100,295	15,265	120	29,447	25,768	87,505

Nhận xét: Từ kết quả bảng 3.8 cho thấy khi tăng thời gian khuấy trộn thì khối lượng muối tăng và sau thời gian 90 phút thì khối lượng muối giảm không đáng kể. Vì vậy, thời gian khuấy 90 phút được chọn làm thời gian tối ưu với khối lượng muối thu được là 25,789g (H= 87,589%)

3.5.4. Khảo sát theo nhiệt độ



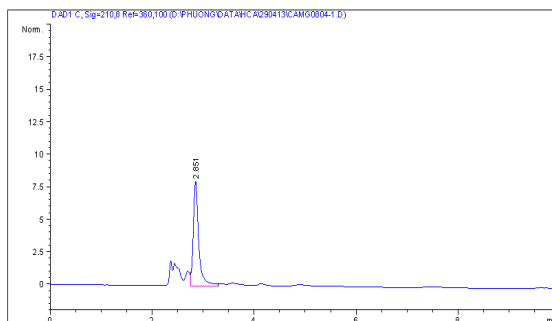
Hình 3.13. Đồ thị kết quả khảo sát sự phụ thuộc của lượng muối thu được vào nhiệt độ

Nhận xét: Từ kết quả ở bảng 3.9 và mô tả ở đồ thị hình 3.13 cho thấy khi nhiệt độ tăng lượng muối tăng dần và đạt khối lượng lớn nhất ở nhiệt độ chuyển hóa 80°C (26,078g hiệu suất 87,989%). Sau đó nếu tiếp tục tăng nhiệt độ thì lượng muối thu được có xu hướng giảm. Điều này có thể được giải thích như sau: Khi nhiệt độ tăng lên nhiều quá sẽ làm cho khả năng hòa tan của muối tăng. Khi lọc, các ion sẽ trôi theo cùng dịch lọc nên lượng muối thu được giảm dần. Vậy, nhiệt độ thích hợp để tổng hợp muối là 80°C

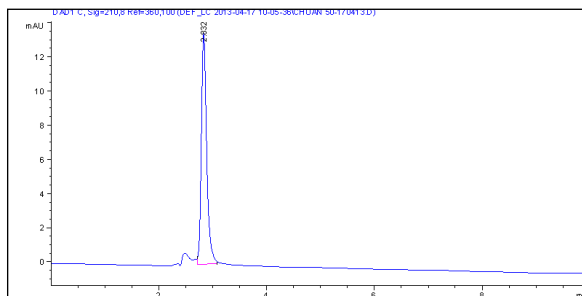
3.6. KIỂM TRA SẢN PHẨM MUỐI HCCAMG BẰNG PHƯƠNG PHÁP HPLC VÀ CÁC PHƯƠNG PHÁP PHỔ

3.6.1. Kiểm tra sản phẩm muối thu được bằng phương pháp HPLC

Sắc ký đồ của HCCaMg tổng hợp được trình bày ở hình 3.14



Hình 3.14. Sắc ký đồ của muối HCCaMg tổng hợp.



Hình 3.15. Sắc ký đồ của muối HCCa chuẩn

Kết quả đo phổ HPLC cho thấy thời gian lưu của muối canxi magie hydroxycitrat đã tổng hợp là 2,851 phút. Thời gian lưu của Canxi hydroxy citrate là 2,832 phút. Do đó bước đầu có thể kết luận là đã tổng hợp được muối canximagie hydroxycitrat.

Tuy nhiên, trên phổ đồ của muối đã tổng hợp thấy xuất hiện một số pic phụ nhỏ và muối HCCaMg tổng hợp được có phần trăm diện tích pic cao nhất so với tất cả các pic xuất hiện là 81,947%. Như vậy có thể kết luận rằng thành phần chính của muối tổng hợp được là muối canxi Magie hydroxycitrat, ngoài ra còn có một số ít tạp chất. Muối canxi magie hydroxycitrat trong muối điều chế chưa được tinh chế được xác định bằng HPLC có độ tinh khiết là 81,947%.

3.6.2. Kiểm tra hàm lượng Ca, Mg trong mẫu muối tổng hợp bằng phổ AAS và sắc ký trao đổi ion

Tiến hành đo AAS của mẫu muối tổng hợp ta được kết quả sau:

Bảng 3.10. Kết quả xác định hàm lượng một số kim loại trong muối tổng hợp

TT	Kim loại	Phương pháp thử (AAS)	Kết quả (g/kg)
1	Ca	TK AOAC 999.11 – 2007	132
2	Mg	TK AOAC 999.11 – 2007	34,7

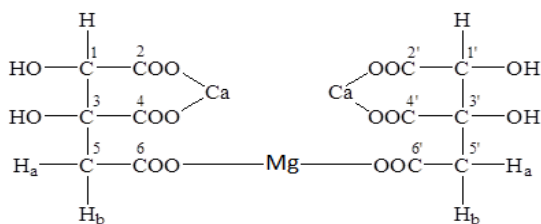
Kiểm tra hàm lượng của ion Ca^{2+} và Mg^{2+} ta được kết quả:

Bảng 3.11. Kết quả xác định hàm lượng một số ion kim loại trong muối tổng hợp

TT	Kim loại	Phương pháp thử	Đơn vị tính	Kết quả
1	Ca^{2+}	TCVN 6660: 2000	%	13,51
2	Mg^{2+}	TCVN 6660: 2000	%	4,031

Hàm lượng Ca trong muối tổng hợp theo AAS là 132 g/kg tương ứng với 13200 mg/kg chiếm 13,2 %, hàm lượng Mg trong muối tổng hợp theo AAS là 34,7 g/kg tương ứng với 3470 mg/kg chiếm 3,47 %.

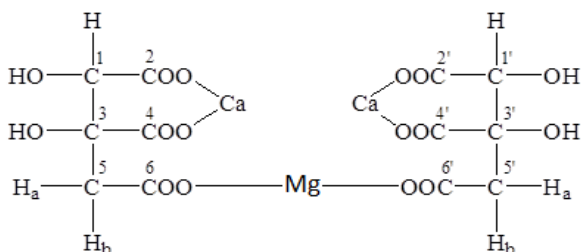
Lượng ion trao đổi của Ca^{2+} chiếm 13,51 % và Mg^{2+} chiếm 4,03 %. Theo như công thức dự kiến (hình 3.16) thì hàm lượng Ca chiếm 15,564 % và Mg chiếm 4,669 % ta thấy độ chênh lệch không đáng kể và bước đầu đã tạo muối thành công với hiệu suất là 86,8%. Công thức dự kiến:



Hình 3.16. Cấu trúc muối Canxi Magie của (-)-HCA

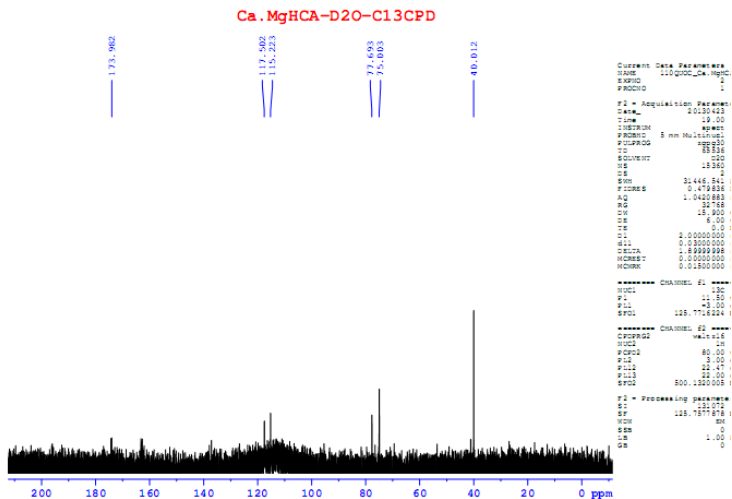
3.6.3. Kiểm tra sản phẩm muối HCCaMg bằng phổ cộng hưởng từ hạt nhân

Để kiểm tra sản phẩm muối HCCaMg tạo thành ta chụp phổ cộng hưởng từ hạt nhân $^1\text{H-NMR}$ và $\text{C}^{13}\text{-NMR}$



Hình 3.16. Cấu trúc muối Canxi Magie của (-)-HCA

Phổ $\text{C}^{13}\text{-NMR}$ của muối HCCaMg được thể hiện ở hình 3.17 và kết quả phân tích dữ liệu phổ được tóm tắt tại bảng 3.12 dưới đây

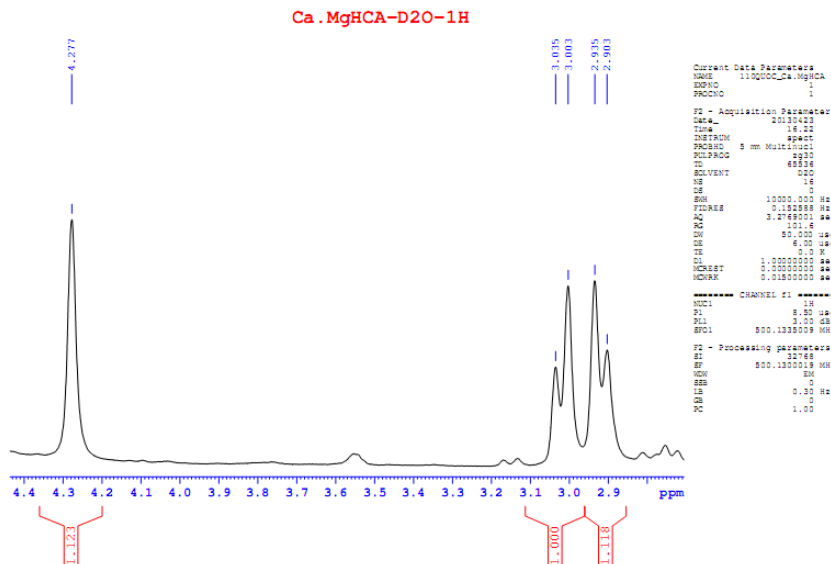


Hình 3.17. Phổ đồ C^{13} -NMR của muối HCCaMg

Bảng 3.12. Kết quả phổ C^{13} -NMR của muối HCCaMg

Số TT	$\delta C (D_2O) (ppm)$	Kết quả thể hiện
1	40,012	Methylene carbon ($-CH_2-$): C-5 và C-5'
2	75,003	Methine carbon ($\begin{array}{c} \text{---CH---} \\ \end{array}$): C-1 và C-1'
3	77,693	Carbon bậc 4 ($\begin{array}{c} \\ \text{---C---} \\ \end{array}$): C-3 và C-3'
4	173,982	Carbon của nhóm carbonyl: C-2, C-2', C-4, C-4', C-6 và C-6'

Phổ 1H -NMR của muối HCCaMg được thể hiện ở hình 3.18 và kết quả phân tích dữ liệu phổ được tóm tắt ở bảng 3.13.



Hình 3.18. Phổ đồ $^1\text{H-NMR}$ của muối HCCaMg

Bảng 3.13. Kết quả phổ $^1\text{H-NMR}$ của muối HCCaMg

Số TT	δ H (D2O) (ppm)	Kết quả thể hiện
1	Doublet: 2,903 và 2,935	Ha-5 và Ha-5'
2	Doublet: 3,003 và 3,035	Hb-5 và Hb-5'
3	Singlet: 4,277	H-1 và H-1'

3.6.4. Kiểm tra hàm lượng canxi và các kim loại nặng trong sản phẩm muối HCCa

Để có thể sử dụng muối canxi magie hydroxycitrat trong thực phẩm, cần phải tiến hành kiểm tra hàm lượng canxi và các kim loại nặng khác có trong sản phẩm muối HCCa bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử (AAS).

TT	Tên kim loại	Phương pháp thử (AAS)	Kết quả (mg/kg)	Hàm lượng cho phép (*) (mg/kg)
1	Pb	SMEWW3113B: 2005	0,673	2
2	Cu	SMEWW3113B: 2005	1,647	30
3	Zn	SMEWW3113B:2005	2,372	40
4	Fe	TCVN6626: 2000	2.982	-
5	As	TCVN6626: 2000	0.107	1
6	Mg	TK AOAC 968.08 – 2007	3470	-
7	Canxi	TK AOAC 968.08 – 2007	13200	-

KẾT LUẬN VÀ KIẾN NGHỊ

Kết luận

Trong đề tài nghiên cứu chúng tôi đã thu được một số kết quả như sau:

1/ Độ ẩm trong vỏ búa khô: 8,39 %, Hàm lượng tro trong vỏ búa khô: 1,04 %

2/ Hàm lượng các kim loại nặng trong vỏ quả búa khô ở mức cho phép.

3/ Đã đề xuất quy trình chiết tách thành công HCA từ vỏ quả búa khô trên địa bàn xã Bình Hải huyện Bình Sơn tỉnh Quảng Ngãi. Với điều kiện thích hợp là:

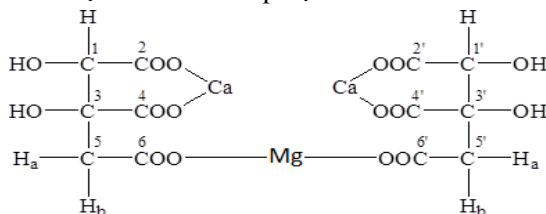
- Tỷ lệ rắn lỏng là 10,085g/250ml
- Thời gian tối ưu là 60 phút
- Áp suất là 1,2 atm

4/ Đã thực hiện thành công phản ứng chuyển hóa tạo muối kép HCCaMg với điều kiện:

- Nhiệt độ 80⁰C
- Thời gian 90 phút
- pH = 10
- Thể tích axit 200ml

Hiệu suất cao nhất của quá trình tạo muối là 87,987 %

5/ Đã kiểm tra sản phẩm muối HCCaMg tạo thành bằng phổ cộng hưởng từ hạt nhân, sắc ký lỏng cao áp (HPLC), AAS các thông số phân tích và tín hiệu phổ của muối kép tổng hợp phù hợp với công thức cấu tạo của muối kép dự kiến sau:



6/ Kết quả xác định hàm lượng một số kim loại nặng của sản phẩm muối HCCaMg tổng hợp được nằm trong khoảng cho phép.

Kiến nghị

1/ (-)-HCA có tính năng chống béo phì hiệu quả được cung cấp chủ yếu dưới dạng các muối. Vì vậy, chúng ta nên tiếp tục nghiên cứu theo hướng điều chế và ứng dụng các muối của (-)-HCA ở dạng muối kép để tăng hiệu quả trong sản xuất dược liệu hay thực phẩm chức năng với mục đích giảm cân.

2/ Nghiên cứu xây dựng quy trình chiết tách (-)-HCA từ vỏ quả bứa theo quy mô công nghiệp để sản xuất thực phẩm giảm cân chứa (-)-HCA tại Việt Nam.