

NGHIÊN CỨU CHIẾT XUẤT FLAVONOID TỪ VỎ TẮC (*Citrus japonica*) VÀ ĐÁNH GIÁ HOẠT TÍNH CHỐNG OXY HÓA CỦA SẢN PHẨM BỘT SẤY PHUN

Ngô Đại Nghiệp⁽¹⁾, Ngô Đại Hùng⁽²⁾

(1) Trường Đại học Khoa học tự nhiên, VNU-HCM; (2) Trường Đại học Thủ Dầu Một

Ngày nhận bài 29/4/2025; Chấp nhận đăng 29/5/2025

Liên hệ email: ndnghiep@hcmus.edu.vn

Tóm tắt

Flavonoid là nhóm hợp chất tự nhiên có nhiều hoạt tính sinh học, đặc biệt phổ biến trong lớp vỏ của các loài thuộc họ Citrus. Nghiên cứu này nhằm tìm ra các điều kiện thích hợp chiết xuất flavonoid từ vỏ tắc (*Citrus japonica*) bằng dung môi ethanol, đồng thời ứng dụng phương pháp sấy phun để tạo bột giàu hoạt chất. Các yếu tố khảo sát bao gồm: nồng độ ethanol, tỷ lệ nguyên liệu/dung môi (w/v), kích thước mẫu, nhiệt độ và thời gian chiết. Kết quả cho thấy điều kiện chiết xuất thích hợp là: ethanol 75%, tỷ lệ 1:20 (w/v), kích thước 0,125mm, ủ ở 70°C trong 45 phút. Dưới các điều kiện này, dịch chiết đạt hàm lượng flavonoid tổng số $7,362 \pm 0,010\text{mg/g}$ và giá trị EC_{50} (nồng độ cần thiết để loại bỏ 50% gốc tự do DPPH) là $3,240 \pm 0,050\mu\text{g/ml}$. Sau sấy phun, bột thu được có độ ẩm 2,76%, hiệu suất thu hồi 53,40%; flavonoid tổng số trong mẫu bột hòa nước là $5,809 \pm 0,015\text{mg/g}$ với EC_{50} là $5,590 \pm 0,030\mu\text{g/ml}$. Kết quả cho thấy vỏ tắc là nguồn nguyên liệu tiềm năng để phát triển sản phẩm bột giàu flavonoid ứng dụng trong lĩnh vực thực phẩm chức năng và y học tự nhiên.

Từ khóa: Flavonoid, hoạt tính chống oxy hóa, sản phẩm bột, sấy phun, vỏ tắc

Abstract

EXTRACTION OF FLAVONOIDS FROM KUMQUAT PEEL (CITRUS JAPONICA) AND EVALUATION OF THE ANTIOXIDANT ACTIVITY OF THE SPRAY-DRIED POWDER PRODUCT

Flavonoids are a group of natural compounds with diverse biological activities, commonly found in the peels of Citrus species. This study aimed to optimize the extraction conditions of flavonoids from the peel of *Citrus japonica* using ethanol as the solvent, and to apply spray-drying for powder production. The investigated parameters included ethanol concentration, sample-to-solvent ratio (w/v), sample particle size, extraction temperature, and duration. The appropriate extraction conditions were determined as follows: 75% ethanol, 1:20 (w/v) sample-to-solvent ratio, 0.125mm particle size, extraction at 70°C for 45 minutes. Under these conditions, the extract contained a total flavonoid content of $7.360 \pm 0.010\text{mg/g}$ and exhibited DPPH radical scavenging activity with an EC_{50} value (effective concentration 50%) of $3.240 \pm 0.050\mu\text{g/ml}$. After spray-drying, the resulting powder had a moisture content of 2.76% and a yield of 53.40%. When reconstituted in water, the powder sample showed a total flavonoid content of $5.809 \pm 0.015\text{mg/g}$ and an EC_{50} value of $5.590 \pm 0.030\mu\text{g/ml}$. These results highlight *C. japonica* peel as a promising raw material for the development of flavonoid-rich powders for use in functional foods and natural health products.

1. Giới thiệu

Trái tắc (*Citrus japonica*) là một loài cây có nguồn gốc từ khu vực châu Á, được trồng phổ biến tại Trung Quốc và nhiều quốc gia Đông Nam Á. Tại Việt Nam, loại quả này thường được sử dụng trong chế biến nước giải khát và các bài thuốc dân gian, nhờ vào hương vị đặc trưng cùng những lợi ích đối với sức khỏe. Với hàm lượng cao vitamin C và các vi chất thiết yếu, tắc là nguồn nguyên liệu dinh dưỡng có chi phí thấp. Tuy nhiên, hiện nay việc sử dụng chủ yếu chỉ tập trung vào phần nước cốt, trong khi phần vỏ – vốn giàu các hợp chất có hoạt tính sinh học như flavonoid (rutin) – lại chưa được khai thác hiệu quả. Các nghiên cứu gần đây đã khẳng định rằng chiết xuất từ vỏ *C. japonica* sở hữu đặc tính chống oxy hóa và kháng khuẩn đáng kể, góp phần nâng cao tiềm năng ứng dụng trong lĩnh vực thực phẩm chức năng và dược liệu tự nhiên (Al-Saman và cộng sự., 2019; Lou và Ho, 2017).

Đáng chú ý, các hoạt chất sinh học trong vỏ tắc đã được chứng minh có khả năng hỗ trợ phòng ngừa các bệnh liên quan đến stress oxy hóa, bao gồm cả ung thư (Koolaji và cộng sự., 2020). Theo báo cáo của Lou và cộng sự. (2016), chiết xuất ethanol từ vỏ tắc cho thấy hàm lượng flavonoid cao vượt trội so với phần thịt quả. Trên nền tảng đó, xu hướng nghiên cứu và ứng dụng phụ phẩm trái cây – đặc biệt là vỏ – đang được đẩy mạnh nhằm tạo ra các sản phẩm có giá trị gia tăng. Từ những tiềm năng trên, nghiên cứu này được thực hiện với mục tiêu tận dụng vỏ tắc như một nguyên liệu giàu flavonoid tự nhiên, đồng thời xác định các điều kiện thích hợp cho quá trình chiết xuất và sấy phun để tạo bột. Sản phẩm thu được hướng tới ứng dụng trong ngành thực phẩm chức năng, dễ hòa tan trong nước, hỗ trợ khả năng chống oxy hóa và góp phần phòng ngừa các bệnh mạn tính.

2. Vật liệu và phương pháp nghiên cứu

2.1. Chuẩn bị nguyên liệu và xử lý sơ bộ

Các quả tắc (*C. japonica*) được lựa chọn đảm bảo còn xanh, tươi, không sâu bệnh hay dập nát. Sau khi loại bỏ phần xơ và múi, vỏ được đem chần nhanh trong nước sôi trong 90 giây nhằm bất hoạt enzyme và bảo toàn thành phần hoạt tính. Mẫu sau đó được sấy ở 60°C trong 8 giờ cho đến khi độ ẩm dưới 8%. Vỏ sấy khô tiếp tục được nghiền mịn và rây thành các cỡ hạt 1mm, 0,5mm, 0,3mm và 0,125mm trước khi sử dụng cho các bước chiết xuất tiếp theo.

2.2. Thiết kế thí nghiệm chiết xuất

Quá trình chiết xuất được thực hiện theo phương pháp ngâm tĩnh trong ethanol của Huỳnh Kim Yên và cộng sự. (2022), với các biến số khảo sát bao gồm nồng độ ethanol (60-85%), tỷ lệ nguyên liệu/dung môi (1:10 đến 1:50, w/v), kích thước mẫu, nhiệt độ (50-75°C) và thời gian ủ (30-75 phút). Mỗi thí nghiệm được lặp lại ba lần. Sau chiết, dịch được lọc và định mức lên 50ml bằng ethanol tương ứng. Mẫu dịch chiết được sử dụng để phân tích hàm lượng flavonoid tổng số (TFC) và khả năng chống oxy hóa.

2.3. Xác định hàm lượng flavonoid tổng số

TFC được xác định dựa trên phản ứng tạo phức với $AlCl_3$ (Chang và cộng sự., 2002). Dung dịch quercetin chuẩn (20-100 μ g/ml) được dùng để xây dựng đường chuẩn. Phản ứng gồm quercetin, ethanol 96%, $AlCl_3$ 10%, CH_3COOK 1M và nước cất; hỗn hợp được ủ trong tối 30 phút trước khi đo hấp thụ quang ở 415nm. Dịch chiết từ mẫu được xử lý tương tự, thay quercetin bằng mẫu đã pha loãng.

TFC được tính theo công thức: $TFC = (x \times n \times V \times 10^{-3}) / m$ trong đó: TFC (mg quercetin/g mẫu), x là nồng độ đọc từ đường chuẩn, n là hệ số pha loãng, V thể tích định mức (ml) và m là khối lượng mẫu (g).

2.4. Đánh giá khả năng chống oxy hóa bằng DPPH

Khả năng bắt gốc tự do DPPH được khảo sát theo phương pháp của Gülçin và Alwasel (2023). Hòa tan 24mg DPPH trong ethanol 99,5%, định mức thành 100ml. Dung dịch thuốc thử DPPH pha theo tỉ lệ: hòa 10ml dung dịch gốc vào 45ml ethanol 99,5%. Đo độ hấp thụ ở bước sóng 517nm và điều chỉnh sao cho độ hấp thụ nằm trong khoảng $1,000 \pm 0,002$. Mỗi nghiệm thức bao gồm 1ml mẫu và 1,5ml DPPH, ủ trong tối 30 phút trước khi đo quang. Vitamin C được dùng làm đối chứng dương. Tỷ lệ % bắt gốc DPPH được tính theo công thức: $H (\%) = (OD_{\text{đối chứng}} - OD_{\text{mẫu}}) / OD_{\text{đối chứng}} \times 100$ trong đó: $OD_{\text{đối chứng}}$: Độ hấp thụ của dung môi pha mẫu và DPPH tại bước sóng 517nm, $OD_{\text{mẫu}}$: Độ hấp thụ của mẫu và DPPH tại bước sóng 517nm. Đồ thị hiệu suất bắt gốc theo nồng độ mẫu được xây dựng để tính EC_{50} – nồng độ chiết xuất cần để loại bỏ 50% gốc tự do DPPH (1,1-diphenyl-2-picrylhydrazyl). Mẫu có EC_{50} càng thấp cho thấy hoạt tính chống oxy hóa càng cao.

2.5. Cô đặc dịch chiết và sấy phun tạo bột

Dịch chiết sau khảo sát được cô đặc bằng thiết bị cô quay chân không ở $60^{\circ}C$ cho đến khi loại bỏ hoàn toàn dung môi. Phần chất khô thu được được hòa tan lại trong nước để chuẩn bị cho quá trình sấy phun. Dung dịch sau cô quay được bổ sung maltodextrin 4% (w/v) nhằm hỗ trợ tạo bột và nâng cao hiệu suất sấy. Hỗn hợp được khuấy đồng nhất và sấy phun với các điều kiện: nhiệt độ đầu vào $160^{\circ}C$, đầu ra $70^{\circ}C$, tốc độ nạp 350ml/h, lưu lượng gió $0,4m^3/\text{phút}$. Sản phẩm bột thu được sẽ được cân, đo độ ẩm và đánh giá hiệu suất theo công thức: $HS(\%) = [(KL \text{ chất khô} + KL \text{ maltodextrin}) / KL \text{ sản phẩm bột}] \times 100$ trong đó: KL chất khô (g): Khối lượng chất khô còn lại của dịch sau khi cô quay, KL maltodextrin (g): Khối lượng maltodextrin bổ sung vào dịch đem đi sấy phun, KL sản phẩm bột (g): Khối lượng sản phẩm bột thu nhận sau sấy phun.

2.6. Phân tích và xử lý số liệu

Tất cả các nghiệm thức được thực hiện lặp lại ba lần. Dữ liệu được trình bày dưới dạng giá trị trung bình \pm độ lệch chuẩn. Phân tích phương sai một chiều (ANOVA) được thực hiện bằng Microsoft Excel for Office 365 nhằm đánh giá sự khác biệt có ý nghĩa giữa các điều kiện khảo sát.

3. Kết quả và biện luận

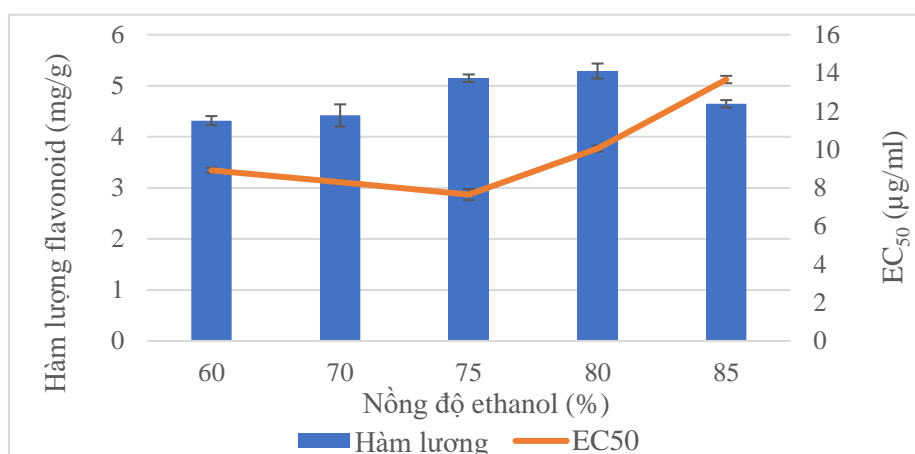
3.1. Kết quả khảo sát ảnh hưởng của nồng độ ethanol đến hiệu quả chiết xuất flavonoid và hoạt tính chống oxy hóa của dịch chiết vỏ tắc

Đường chuẩn giữa nồng độ quercetin và giá trị hấp thụ quang tại bước sóng 415nm được xây dựng theo phương pháp của Chang và cộng sự. (2002). Mối tương quan tuyến tính được xác định thông qua phương trình: $y = 0,0062x$ với $R^2 = 0,9995$, cho thấy độ tuyến tính cao. Phương trình này được sử dụng để tính TFC trong các mẫu khảo sát. Đồng thời, dựa trên phương pháp của Gülçin và Alwasel (2023), đường chuẩn giữa nồng độ vitamin C và hiệu suất bắt gốc DPPH (%) cho thấy sự tương quan logarit, với phương trình $y = 13,287\ln(x) + 2,5864$ với $R^2 = 0,984$. Từ đó, giá trị EC_{50} của vitamin C được xác định là $35,46\mu\text{g/ml}$ và được dùng làm chứng dương để so sánh với giá trị của các mẫu dịch chiết ở các nồng độ khảo sát.

Các nồng độ ethanol được sử dụng bao gồm: 60%, 70%, 75%, 80% và 85% nhằm khảo sát ảnh hưởng của nồng độ dung môi ethanol đến hiệu quả chiết xuất flavonoid từ

vỏ tắc (*C. japonica*). Trong suốt quá trình khảo sát, các điều kiện chiết được giữ cố định: khối lượng mẫu vỏ tắc $0,2500 \pm 0,0005g$, kích thước mẫu 1mm, tỷ lệ mẫu/dung môi (w/v) là 1:20, nhiệt độ ủ $50^{\circ}C$ và thời gian chiết 30 phút. Hình 1 cho thấy hàm lượng flavonoid tổng số và hoạt tính bắt gốc tự do DPPH (EC_{50}) của các dịch chiết thu nhận được. Mẫu chiết bằng ethanol 75% và 80% cho hàm lượng flavonoid cao nhất, tuy nhiên không có sự khác biệt có ý nghĩa thống kê giữa hai nhóm này. Tuy nhiên, cả hai điều kiện này đều cho hiệu quả chiết xuất vượt trội so với các nồng độ ethanol còn lại. Đặc biệt, mẫu dịch chiết sử dụng ethanol 75% cho giá trị EC_{50} thấp nhất ($7,650\mu g/ml$), thể hiện khả năng bắt gốc tự do DPPH mạnh nhất, cao hơn vitamin C khoảng 4,6 lần. Kết quả này phù hợp với nghiên cứu của Al-Saman và cộng sự. (2019), cho thấy khả năng chống oxy hóa mạnh ở dịch chiết vỏ *C. japonica* trong dung môi ethanol ở nồng độ phù hợp.

Cơ sở cho hoạt tính này có thể được giải thích dựa trên nghiên cứu của Karamac và cộng sự. (2005), trong đó cho thấy các flavonoid như apigenin và flavone có khả năng bắt gốc tự do cao nhờ cấu trúc đặc trưng. Cụ thể, apigenin 7-O-glucoside chứa nhân aglycone apigenin với nhóm 4-oxo và liên kết đôi tại vị trí C2–C3, tạo nên hệ liên hợp có khả năng phân tán electron hiệu quả, từ đó làm tăng khả năng trung hòa gốc tự do. Do đó, điều kiện chiết bằng ethanol 75% được lựa chọn cho các khảo sát tiếp theo vì vừa thu được hàm lượng flavonoid cao vừa đạt hiệu quả chống oxy hóa tốt nhất.



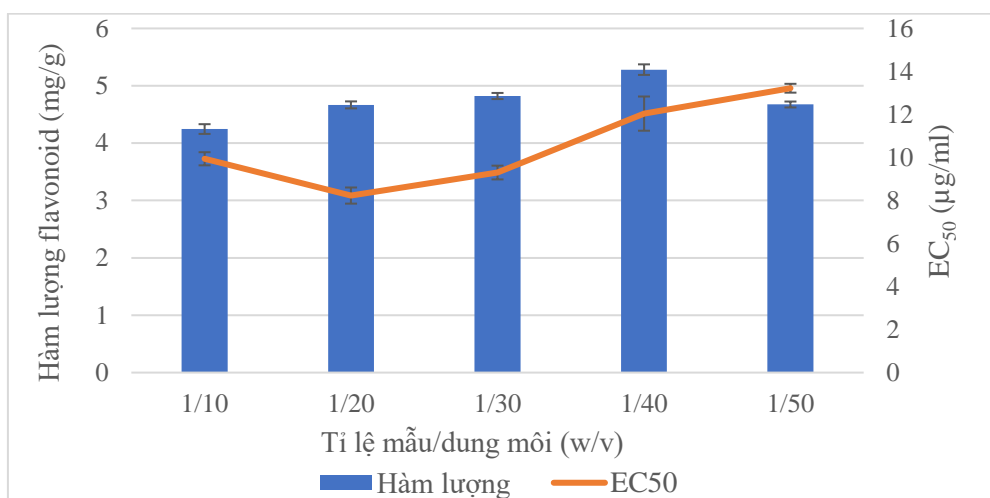
Hình 1. Biểu đồ thể hiện hàm lượng flavonoid chiết xuất và giá trị EC_{50} của các mẫu dịch chiết vỏ tắc ở các nồng độ ethanol khác nhau

3.2. Kết quả khảo sát ảnh hưởng của tỷ lệ mẫu/dung môi (w/v) đến hiệu quả chiết xuất flavonoid và hoạt tính chống oxy hóa của dịch chiết vỏ tắc

Nhằm đánh giá ảnh hưởng của tỷ lệ mẫu/dung môi (w/v) đến khả năng chiết xuất flavonoid từ vỏ tắc (*C. japonica*), các tỷ lệ mẫu/dung môi (w/v) được khảo sát bao gồm 1/10, 1/20, 1/30, 1/40 và 1/50, với các điều kiện chiết cố định: khối lượng mẫu $0,2500 \pm 0,0005g$, kích thước mẫu 1mm, dung môi ethanol 75%, nhiệt độ ủ $50^{\circ}C$ trong 30 phút.

Kết quả thể hiện ở hình 2 cho thấy tỷ lệ 1/40 cho hàm lượng flavonoid cao nhất và khác biệt có ý nghĩa thống kê so với các tỷ lệ còn lại. Tuy nhiên, mẫu có tỷ lệ 1/20 lại cho giá trị EC_{50} thấp nhất ($8,230\mu g/ml$), cho thấy khả năng bắt gốc tự do DPPH mạnh nhất, cao hơn vitamin C khoảng 4,3 lần. Khi tăng thể tích dung môi, hàm lượng flavonoid và hoạt tính chống oxy hóa ban đầu tăng lên do khả năng thẩm thấu dung môi tốt hơn. Tuy nhiên, tại các tỷ lệ dung môi cao hơn, hoạt tính chống oxy hóa có xu hướng giảm, có thể do sự đồng chiết các tạp chất phản ứng với flavonoid, làm suy giảm hoạt tính sinh học của chúng. Kết quả này khác biệt so với nghiên cứu của Kim và Lim (2020).

Dựa trên chỉ số EC₅₀, tỷ lệ mẫu/dung môi 1/20 được lựa chọn cho các khảo sát tiếp theo.

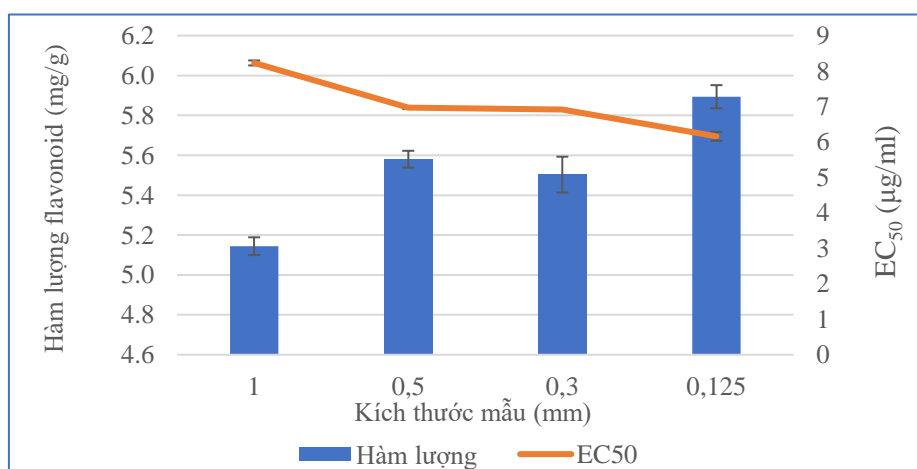


Hình 2. Biểu đồ thể hiện hàm lượng flavonoid chiết xuất và giá trị EC₅₀ của các mẫu dịch chiết ở các tỷ lệ mẫu/dung môi (w/v)

3.3. Kết quả khảo sát ảnh hưởng của kích thước mẫu đến hiệu quả chiết xuất flavonoid và hoạt tính chống oxy hóa của dịch chiết vỏ tắc

Nghiên cứu được thực hiện để đánh giá vai trò của kích thước nguyên liệu đến hiệu suất chiết và hoạt tính sinh học của dịch chiết. Các kích thước vỏ tắc khảo sát gồm: 1mm, 0,5mm, 0,3mm và 0,125mm. Các điều kiện chiết khác được cố định: khối lượng mẫu 0,2500 ± 0,0005g, tỷ lệ mẫu/dung môi 1/20 (w/v), ethanol 75%, 50°C, 30 phút. Hình 3 thể hiện sự thay đổi hàm lượng flavonoid và giá trị EC₅₀ theo kích thước mẫu. Mẫu có kích thước nhỏ nhất (0,125mm) cho hàm lượng flavonoid cao nhất, đồng thời có giá trị EC₅₀ thấp nhất (6,160µg/ml), cho thấy hoạt tính bắt gốc tự do DPPH mạnh hơn vitamin C khoảng 5,8 lần. Phân tích thống kê ANOVA cho thấy sự khác biệt có ý nghĩa giữa các nhóm, ngoại trừ mẫu 0,5mm và 0,3mm.

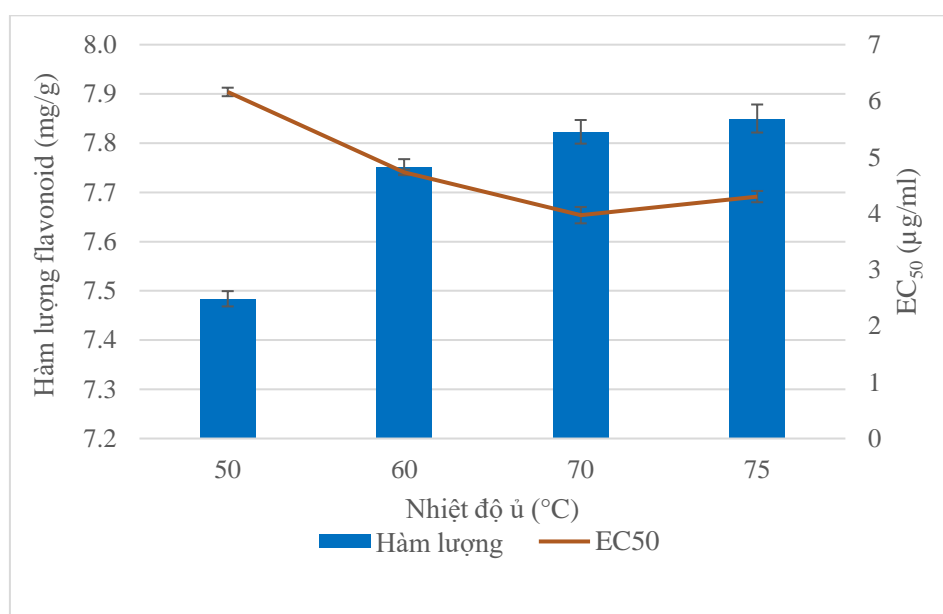
Giải thích cho kết quả trên, mẫu nhỏ có diện tích tiếp xúc lớn hơn giúp tăng hiệu quả trích ly. Kết quả phù hợp với nghiên cứu của Karsheva và cs. (2013), trong đó mẫu vỏ *Citrus mandarin* có kích thước d < 1mm cho hiệu quả chống oxy hóa cao hơn so với các nhóm có kích thước lớn hơn. Do đó, kích thước 0,125mm được chọn cho các khảo sát tiếp theo.



Hình 3. Biểu đồ thể hiện hàm lượng flavonoid chiết xuất và giá trị EC₅₀ của các mẫu dịch chiết ở các kích thước mẫu

3.4. Kết quả khảo sát ảnh hưởng của nhiệt độ ủ đến hiệu quả chiết xuất flavonoid và hoạt tính chống oxy hóa của dịch chiết vỏ tắc

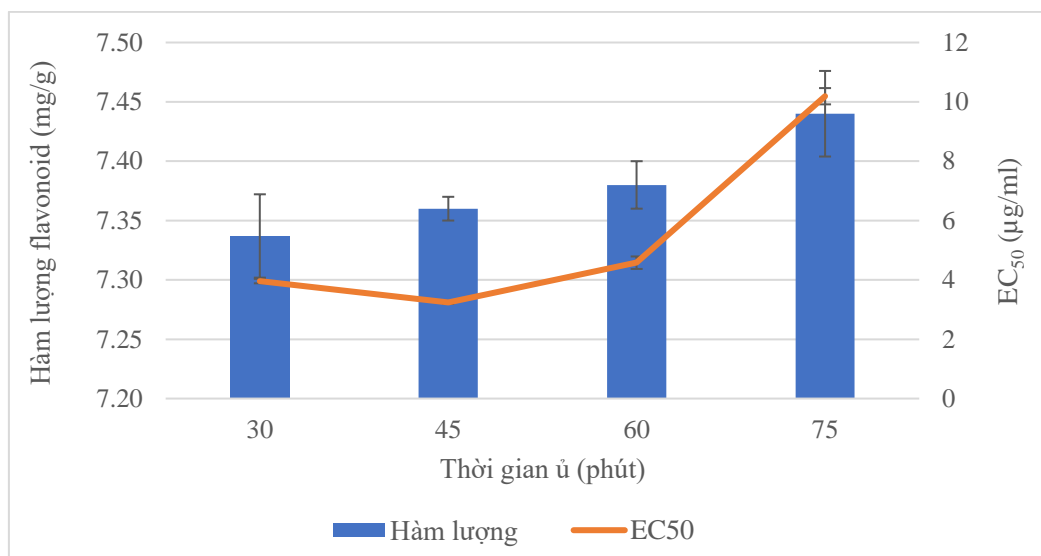
Để xác định ảnh hưởng của nhiệt độ đến quá trình trích ly, các mức nhiệt ủ được khảo sát bao gồm: 50°C, 60°C, 70°C và 75°C. Các điều kiện còn lại được giữ cố định: khối lượng mẫu 0,2500 ± 0,0005g, kích thước 0,125mm, tỷ lệ mẫu/dung môi 1/20, ethanol 75%, thời gian 30 phút. Hình 4 cho thấy, các mẫu 70°C và 75°C có hàm lượng flavonoid cao nhất. Tuy nhiên, chỉ mẫu 70°C cho giá trị EC₅₀ thấp nhất (3,960µg/ml), mạnh hơn vitamin C khoảng 8,9 lần. Giải thích kết quả này, theo nghiên cứu của Ioannou và cộng sự. (2000), hợp chất rutin – một flavonoid chính trong vỏ tắc (Wang và cộng sự., 2008) – có thể bị phân hủy ở nhiệt độ cao. Nhiệt độ 70°C là ngưỡng tối ưu để giải phóng flavonoid mà chưa làm biến tính chúng. Kết quả phù hợp với các nghiên cứu trước đây cho thấy rutin bị phân giải đáng kể từ 70°C trở lên (Chaaban và cộng sự., 2017). Do đó, nhiệt độ ủ 70°C được lựa chọn cho các khảo sát tiếp theo.



Hình 4. Biểu đồ thể hiện hàm lượng flavonoid chiết xuất và giá trị EC₅₀ của các mẫu dịch chiết ở các nhiệt độ ủ

3.5. Kết quả khảo sát ảnh hưởng của thời gian chiết đến hiệu quả chiết xuất flavonoid và hoạt tính chống oxy hóa của dịch chiết vỏ tắc

Các khoảng thời gian khảo sát bao gồm: 30, 45, 60 và 75 phút. Điều kiện cố định: khối lượng mẫu 0,2500 ± 0,0005g, kích thước 0,125mm, tỷ lệ mẫu/dung môi 1/20, ethanol 75%, nhiệt độ ủ 70°C. Hình 5 cho thấy hàm lượng flavonoid không có sự khác biệt đáng kể trong 30-60 phút, riêng mẫu 75 phút tăng đáng kể. Tuy nhiên, hoạt tính bắt gốc tự do DPPH cao nhất đạt được ở mẫu chiết 45 phút với EC₅₀ là 3,240µg/ml, mạnh hơn vitamin C là 10,9 lần. Theo Ioannou và cs. (2000), hoạt tính của rutin – hợp chất chính trong dịch chiết – có thể đạt đỉnh ở 45 phút và sau đó giảm do quá trình phân hủy. Việc tăng thời gian chiết sau 45 phút có thể thúc đẩy hình thành các sản phẩm oxy hóa thứ cấp làm giảm hoạt tính chống oxy hóa. Do đó, thời gian chiết thích hợp được chọn là 45 phút.



Hình 5. Biểu đồ thể hiện hàm lượng flavonoid chiết xuất và giá trị EC₅₀ của các mẫu dịch chiết ở các thời gian ủ

Từ các kết quả trên, điều kiện chiết xuất flavonoid thích hợp được xác định là: ethanol 75%, tỷ lệ mẫu/dung môi 1/20 (w/v), kích thước 0,125mm, nhiệt độ ủ 70°C và thời gian chiết 45 phút. Dưới điều kiện này, dịch chiết thu được hàm lượng flavonoid tổng số là $7,362 \pm 0,010\text{mg/g}$ và giá trị EC₅₀ là $3,240 \pm 0,050\mu\text{g/ml}$.

3.6. Kết quả hàm lượng flavonoid và hoạt tính chống oxy hóa của sản phẩm bột vỏ tắc sau sấy phun

Sau khi hoàn tất quá trình khảo sát và xác định điều kiện chiết xuất thích hợp, dịch chiết vỏ tắc được đem cô quay nhằm loại bỏ hoàn toàn ethanol. Phần chất rắn thu được sau cô quay tiếp tục được hòa tan trong nước, sau đó bổ sung maltodextrin ở nồng độ 4% (w/v). Hỗn hợp được khuấy đồng nhất bằng máy khuấy từ và đưa đi sấy phun. Sản phẩm bột thu được 12,4g có dạng mịn, màu vàng nhạt, mùi thơm nhẹ đặc trưng của thảo mộc và dễ dàng hòa tan trong nước (hình 6). Hiệu suất thu hồi bột đạt 53,40%, cho thấy quy trình sấy phun đạt hiệu quả cao. Đồng thời, độ ẩm của bột chỉ ở mức 2,76%, đáp ứng yêu cầu về độ ổn định và khả năng bảo quản dài hạn của sản phẩm khô.



Hình 6. Sản phẩm bột vỏ tắc thu được sau sấy phun

Để đánh giá mức độ bảo toàn hoạt chất sinh học sau quá trình sấy phun, $0,2500 \pm 0,0001\text{g}$ bột vỏ tắc được hòa tan trong 50ml nước cất nhằm tạo mẫu dịch phân tích. Sau đó, tiến hành xác định hàm lượng flavonoid tổng số và giá trị EC₅₀ đối với hoạt tính bắt gốc tự do DPPH của mẫu dịch bột này và so sánh với mẫu dịch thu được trước khi sấy phun (bảng 1). Kết quả phân tích cho thấy, hàm lượng flavonoid trong dịch chiết sau sấy phun là 5,809

$\pm 0,015\text{mg/g}$, thấp hơn đáng kể $1,553\text{mg/g}$ so với giá trị $7,362 \pm 0,010\text{mg/g}$ đo được ở dịch chiết trước sấy phun. Sự khác biệt có ý nghĩa thống kê và được lý giải chủ yếu do sự pha loãng hàm lượng hoạt chất bởi maltodextrin được bổ sung trong quá trình sấy. Do đó, mỗi đơn vị khối lượng bột sau sấy chứa ít flavonoid hơn so với dịch gốc.

Bên cạnh đó, giá trị EC_{50} của mẫu sau sấy là $5,590 \pm 0,030\mu\text{g/ml}$, cao hơn so với $3,240 \pm 0,050\mu\text{g/ml}$ của dịch trước sấy, phản ánh sự suy giảm rõ rệt về hoạt tính bắt gốc tự do DPPH. Cụ thể, cần lượng flavonoid cao hơn $2,350\mu\text{g/ml}$ để đạt hiệu quả bắt 50% gốc tự do DPPH như ban đầu. Nguyên nhân được cho là do tác động của nhiệt độ cao trong quá trình sấy phun, có thể dẫn đến biến tính một phần các flavonoid nhạy nhiệt, làm giảm hiệu quả chống oxy hóa của sản phẩm cuối cùng.

Bảng 1. Hàm lượng flavonoid tổng số và giá trị EC_{50} của mẫu dịch chiết vỏ tắc trước và sau khi sấy phun

Tên mẫu	Mẫu dịch chiết vỏ tắc trước sấy phun	Mẫu dịch chiết vỏ tắc sau sấy phun
Hàm lượng flavonoid (mg/g)	$7,362 \pm 0,010$	$5,809 \pm 0,015$
Giá trị EC_{50} ($\mu\text{g/ml}$)	$3,240 \pm 0,050$	$5,590 \pm 0,030$

4. Kết luận

Sau quá trình khảo sát các yếu tố ảnh hưởng đến hiệu quả chiết xuất, điều kiện thích hợp để thu nhận dịch chiết giàu flavonoid từ vỏ tắc (*C. japonica*) bằng phương pháp ngâm tĩnh trong dung môi ethanol được xác định là: nồng độ ethanol 75%, tỷ lệ mẫu/dung môi 1:20 (w/v), kích thước mẫu 0,125mm, nhiệt độ 70°C và thời gian chiết 45 phút. Ở điều kiện này, dịch chiết thu được có hàm lượng flavonoid tổng số đạt $7,360 \pm 0,010\text{mg/g}$ và giá trị EC_{50} là $3,240 \pm 0,050\mu\text{g/ml}$, cho thấy hoạt tính chống oxy hóa mạnh.

Dịch chiết sau đó được đem đi sấy phun để tạo sản phẩm bột. Kết quả cho thấy bột thu được có dạng mịn, màu vàng nhạt, toí xốp, mùi thơm thảo mộc nhẹ và hòa tan tốt trong nước. Bột thành phẩm có độ ẩm thấp (2,76%) và hiệu suất thu hồi đạt 53,40%, cho thấy quy trình sấy phun đạt hiệu quả cao. Khi hoàn nguyên bột trong nước để đánh giá lại hoạt tính, mẫu dịch thu được có hàm lượng flavonoid tổng số là $5,809 \pm 0,015\text{mg/g}$ và giá trị EC_{50} là $5,590 \pm 0,030\mu\text{g/ml}$, phản ánh sự suy giảm nhất định về hoạt tính bắt gốc tự do sau quá trình sấy nhưng vẫn ở mức có tiềm năng ứng dụng cao trong thực phẩm chức năng.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

[1] Al-Saman, M. A., Abdella, A., Mazrou, K. E., Tayel, A. A., & Irmak, S. (2019). Antimicrobial and antioxidant activities of different extracts of the peel of kumquat (*Citrus japonica* Thunb). *Journal of Food Measurement and Characterization*, 13(3), 3221-3229.

[2] Chaaban, H., Ioannou, I., Chebil, L., Slimane, M., Gérardin, C., Paris, C., Charbonnel, C., Chekir, L., & Ghouli, M. (2017). Effect of heat processing on thermal stability and antioxidant activity of six flavonoids. *Journal of Food Processing and Preservation*, 41(5), e13203.

[3] Chang, C. C., Yang, M. H., Wen, H. M., & Chern, J. C. (2002). Estimation of total flavonoid content in propolis by two complementary colorimetric methods. *Journal of Food and Drug Analysis*, 10(3), 178-182.

[4] Gulcin, İ., & Alwasel, S. H. (2023). DPPH radical scavenging assay. *Processes*, 11(8), 2248.

- [5] Huỳnh Kim Yến, Nguyễn Trọng Tuân, Trần Thanh Mến, Trương Thị Tú Trân, Trần Hoàng Lâm, Lê Bích Tuyền, Huỳnh Văn Quốc Cảnh, Lê Huỳnh Như, & Trần Vi Khan (2022). Nghiên cứu quy trình chiết tách polyphenol có hoạt tính chống oxy hóa từ lá Hồng sim (*Rhodomyrtus tomentosa*) - Phú Quốc. *Tap chí Khoa học Trường Đại học Cần Thơ*, 58(2), 18-27.
- [6] Ioannou, I., Chekir, L., & Ghoul, M. (2020). Effect of heat treatment and light exposure on the antioxidant activity of flavonoids. *Processes*, 8(9), 1078.
- [7] Karamać, M., Kosińska, A., & Pegg, R. B. (2005). Comparison of radical-scavenging activities for selected phenolic acids. *Polish Journal of Food and Nutrition Sciences*, 14/55(2), 165-170.
- [8] Karsheva, M., Kirova, E., & Alexandrova, S. (2013). Natural antioxidants from citrus mandarin peels: Extraction of polyphenols; effect of operational conditions on total polyphenols contents and antioxidant activity. *Journal of Chemical Technology and Metallurgy*, 48(1), 35-41.
- [9] Kim, D. S., & Lim, S. B. (2020). Extraction of flavanones from immature *Citrus unshiu* pomace: Process optimization and antioxidant evaluation. *Scientific Reports*, 10(1), 19950.
- [10] Koolaji, N., Shammugasamy, B., Schindeler, A., Dong, Q., Dehghani, F., & Valtchev, P. (2020). Citrus peel flavonoids as potential cancer prevention agents. *Current Developments in Nutrition*, 4(5), nzaa025.
- [11] Lou, S. N., & Ho, C. T. (2017). Phenolic compounds and biological activities of small-size citrus: Kumquat and calamondin. *Journal of Food and Drug Analysis*, 25(1), 162-175.
- [12] Lou, S. N., Lai, Y. C., Hsu, Y. S., & Ho, C. T. (2016). Phenolic content, antioxidant activity and effective compounds of kumquat extracted by different solvents. *Food Chemistry*, 197, 1-6.
- [13] Wang, Y. C., Chuang, Y. C., & Hsu, H. W. (2008). The flavonoid, carotenoid and pectin content in peels of citrus cultivated in Taiwan. *Food Chemistry*, 106(1), 277-284.