

SO SÁNH HIỆU QUẢ TRÍCH LY CHẤT MÀU BETACYANIN TỪ VỎ QUẢ THANH LONG BẰNG VI SÓNG VÀ SIÊU ÂM

Mạc Xuân Hòa, Nguyễn Lâm Nhu, Nguyễn Thị Hồng Hạnh*

Trường Đại học Công nghiệp Thực phẩm TP.HCM

*Email: *hanhnguyen300995@gmail.com*

Ngày nhận bài: 15/6/2017; Ngày chấp nhận đăng: 25/9/2017

TÓM TẮT

Nghiên cứu này được thực hiện để so sánh hiệu quả trích ly chất màu betacyanin trong vỏ quả thanh long bằng vi sóng và siêu âm bằng phương pháp thực nghiệm. Ở cả hai phương pháp này, thời gian (0 - 110 giây đối với vi sóng; 0 - 25 phút đối với siêu âm) và công suất (200 W; 400 W; 600 W đối với vi sóng; 150 W, 187,5 W, 225 W đối với siêu âm) được khảo sát. Với trích ly bằng vi sóng, hiệu quả trích ly betacyanin cao nhất ($0,456 \pm 0,004$ mg/100g) được xác định ở thời gian 30 giây và mức năng lượng 600 W. Đối với trích ly bằng siêu âm, điều kiện trích ly betacyanin tốt nhất ($0,409 \pm 0,003$ mg/100g) là 10 phút với mức năng lượng 25% (187,5 W). Kết quả của nghiên cứu cho thấy trích ly bằng vi sóng đã làm giảm đến 95% thời gian trích ly so với trích ly bằng siêu âm.

Từ khóa: Betacyanin, trích ly bằng siêu âm, trích ly bằng vi sóng, vỏ thanh long.

1. GIỚI THIỆU

Thanh long là loại trái thuộc họ *Cactaceae*, bộ *Caryophyllales*. Nhiều nghiên cứu chỉ ra rằng trái thanh long chín chứa nhiều chất rắn hòa tan, các acid hữu cơ, protein và các chất khoáng khác như: K, Mg, Ca...[1-3]. Ngoài các thành phần kể trên, vỏ thanh long còn chứa nhiều betacyanin, là một chất màu tự nhiên và việc thu nhận betacyanin từ vỏ quả thanh long ngày càng được quan tâm nghiên cứu [4, 5]. Betacyanin đóng vai trò tạo màu đỏ-tím cho các loại hoa quả. Chúng có tác dụng thay thế các chất màu nhân tạo, tạo màu sắc đa dạng cho các loại thực phẩm cũng như đóng vai trò là một chất chống oxy hóa. Ngoài ra, theo một số nghiên cứu trước đây, betacyanin có nhiều trong củ dền, thanh long ruột đỏ và cả vỏ quả thanh long [2, 3].

Chất màu đóng vai trò quan trọng đối với mức độ chấp nhận của khách hàng. Trên thị trường hiện nay, việc sử dụng các chất màu nhân tạo ngày càng giảm mạnh do bản chất độc hại của nó. Vì vậy, ngày nay, người tiêu dùng ngày càng quan tâm hơn đến các sản phẩm có nguồn gốc thiên nhiên. Đây là các sản phẩm đã được khoa học chứng minh là an toàn hơn đối với sức khỏe người tiêu dùng. Với các lý do nêu trên, xu hướng thay thế các chất màu nhân tạo thành các chất màu tự nhiên đã được các nhà sản xuất hướng đến mặc dù giá thành của chúng có đắt hơn [2]. Để thu nhận chất màu tự nhiên từ thực vật, phương pháp trích ly bằng dung môi được sử dụng. Ngoài ra, để nâng cao hiệu quả quá trình trích ly, người ta còn sử dụng một số phương pháp khác để nâng cao hiệu quả quá trình như vi sóng, sóng siêu âm,...

Phương pháp trích ly bằng vi sóng giúp nâng cao hiệu quả trích ly so với phương pháp trích ly thông thường vì vi sóng tác động đến phân tử bên trong môi trường trích ly, làm chúng quay cực và dịch trích sẽ từ từ nóng lên, đồng thời áp suất bên trong của phân tử chất rắn cũng sẽ tăng lên. Phương pháp này đã được một số tác giả sử dụng để trích ly hợp chất

phenolic ở một số loại cây trồng [6, 7]. Gallo *et al* (2010) đã chiết xuất hợp chất phenolic từ 4 loài có tên *Cinnamomum zeylanicum*, *Coriandrumsativum*, *Cuminumcyminum* và *Crocus sativus*. Họ đã chứng minh được rằng phương pháp này làm giảm thời gian trích ly đáng kể [8]. Theo một nghiên cứu khác của Tsubaki *et al* (2010) cũng chỉ ra điều tương tự với nguyên liệu là bã trà xanh, bã trà oolong và bã trà đen [4, 9].

Phương pháp trích ly bằng siêu âm dùng năng lượng của sóng siêu âm hỗ trợ phá vỡ tế bào để tăng hiệu quả trích ly. Năng lượng siêu âm làm tăng dao động ở bề mặt, điều này có thể làm ảnh hưởng đến lớp ranh giới khuếch tán và tạo ra sự co giãn ở bề mặt vật liệu và từ đó ảnh hưởng đến quá trình truyền khối. Nhiều tác giả đã cho rằng, phương pháp siêu âm là một trong những phương pháp đầy triển vọng của quá trình trích ly [10]. Trên thực tế, đã có nhiều nhà nghiên cứu áp dụng phương pháp này cho việc trích ly các hợp chất phenolic trên các vật liệu khác nhau: hạt nho, lá olive [4, 11, 12].

Cho tới nay chưa có nghiên cứu nào được thực hiện để so sánh hiệu quả hỗ trợ trích ly betacyanin từ vỏ quả thanh long bằng hai phương pháp trên. Vì vậy, nghiên cứu này được tiến hành nhằm khảo sát ảnh hưởng của các thông số đầu vào và so sánh hiệu quả thu hồi betacyanin của hai phương pháp trích ly có vi sóng và trích ly có siêu âm.

2. VẬT LIỆU VÀ PHƯƠNG PHÁP

2.1. Vật liệu

2.1.1. Nguyên liệu

Nguyên liệu dùng để trích ly betacyanin là vỏ thanh long ruột trắng (*Hylocereus undatus*) có xuất xứ tỉnh Long An, trái chín hoàn toàn, vỏ không bị sâu hay dập nát và có khối lượng trung bình 500 g/quả. Thanh long mua về được rửa dưới vòi nước để làm sạch và tách vỏ quả. Vỏ quả thanh long được cắt nhỏ bằng dao, xay khô đồng đều bằng máy xay Philips (600 W). Mẫu được bảo quản lạnh ở -18 °C, khi sử dụng mẫu được rã đông qua đêm ở nhiệt độ phòng.

2.1.2. Thiết bị

Thiết bị vi sóng được sử dụng trong nghiên cứu là lò vi sóng Sharp, Nhật Bản, công suất tối đa 800 W.

Thiết bị siêu âm được sử dụng trong nghiên cứu là máy siêu âm Sonics, tần số 20 kHz, công suất cực đại 300 W.

2.2. Phương pháp

Mẫu sau khi rã đông được chứa trong becher 100 mL và bổ sung nước cất theo tỷ lệ nguyên liệu:nước cất là 1:19 (w/w) [13]. Tiếp theo, mẫu được đem trích ly bằng 2 phương pháp: vi sóng và siêu âm.

2.2.1. Trích ly betacyanin bằng phương pháp vi sóng

Quá trình trích ly được khảo sát ở 7 mốc thời gian (0 giây, 10 giây, 30 giây, 50 giây, 70 giây, 90 giây, 110 giây) và ba mức công suất là thấp (200 W), trung bình (400 W) và cao (600 W) (Bảng 1). Mẫu sau vi sóng được làm nguội đến nhiệt độ phòng bằng nước đá, định mức đến 50 mL và đem lọc qua giấy lọc Whatman số 4. Hiệu quả của quá trình trích ly sẽ được xác định thông qua hàm lượng betacyanin có trong dịch lọc. Ngoài ra, nhiệt độ cuối của mẫu cũng được ghi nhận ở mỗi mẫu trích ly bằng nhiệt kế thủy tinh 0 – 100 °C.

So sánh hiệu quả trích ly chất màu betacyanin từ vỏ quả thanh long bằng vi sóng và siêu âm

Bảng 1. Hàm lượng betacyanin (mg/100 g) ở các điều kiện xử lý vi sóng khác nhau

Công suất (W)	Thời gian vi sóng (giây)						
	0	10	30	50	70	90	110
200	0,294 (0,007)	0,314 (0,003)	0,361 (0,007)	0,388 (0,002)	0,445 (0,007)	0,318 (0,006)	0,271 (0,019)
400	0,294 (0,007)	0,348 (0,001)	0,387 (0,004)	0,456 (0,010)	0,287 (0,007)	0,255 (0,007)	0
600	0,286 (0,001)	0,373 (0,001)	0,456 (0,003)	0,356 (0,005)	0	0	0

Hàm lượng betacyanin (mg/100 g) được trình bày dưới dạng trung bình (độ lệch chuẩn).

2.2.2. Trích ly betacyanin bằng phương pháp có siêu âm

Mẫu sau phối trộn nước cất (tỷ lệ 1:19 g/mL [13]) được cho ngay vào máy siêu âm, trích ly ở 6 mốc thời gian (0 phút, 5 phút, 10 phút, 15 phút, 20 phút, 25 phút) với ba mức công suất thấp (150 W), trung bình (187,5 W) và cao (225 W) (Bảng 2). Mẫu sau khi trích ly sẽ được làm nguội bằng nước đá đến nhiệt độ phòng, định mức đến 50 ml và lọc qua giấy lọc Whatman số 4. Hiệu quả của quá trình trích ly sẽ được xác định thông qua hàm lượng betacyanin có trong dịch lọc. Ngoài ra, nhiệt độ cuối của mẫu cũng được ghi nhận ở mỗi mẫu trích ly bằng nhiệt kế thủy tinh 0 - 100 °C.

Bảng 2. Hàm lượng betacyanin (mg/100 g) ở các điều kiện xử lý siêu âm khác nhau

Công suất (W)	Thời gian siêu âm (phút)					
	0	5	10	15	20	25
150	0,289 (0,004)	0,305 (0,003)	0,328 (0,003)	0,350 (0,002)	0,378 (0,003)	0,302 (0,012)
187,5	0,289 (0,001)	0,327 (0,002)	0,409 (0,004)	0,304 (0,006)	0,293 (0,003)	0,280 (0,002)
225	0,287 (0,003)	0,388 (0,003)	0,275 (0,005)	0,262 (0,003)	0,249 (0,001)	0,237 (0,002)

Hàm lượng betacyanin (mg/100 g) được trình bày dưới dạng trung bình (độ lệch chuẩn).

2.2.3. Phương pháp phân tích hàm lượng betacyanin trong dịch trích ly sau lọc

Dịch lọc trong bình tam giác sẽ được đem cân 2 g cho vào bình định mức 10 mL. Độ hấp thu được xác định ở bước sóng 538 nm bằng máy quang phổ PhotoLab 6100-VIS (320 - 1100 nm) để xác định hàm lượng betacyanin, từ đó xác định hiệu quả quá trình trích ly.

Hàm lượng betacyanin (mg/100 g) sẽ được tính thông qua [2]:

$$\text{Betacyanin (mg/100g)} = \frac{A.V.F.M.100}{\epsilon.L.W}$$

Trong đó:

A: Độ hấp thu

V: Thể tích bình định mức (10 mL)

F: Hệ số pha loãng
M: Phân tử lượng của betacyanin (550 g/mol)
 $\epsilon = 60000 \text{ L/mol.cm}$
L: Chiều dày cuvet (1 cm)
W: Khối lượng (g)

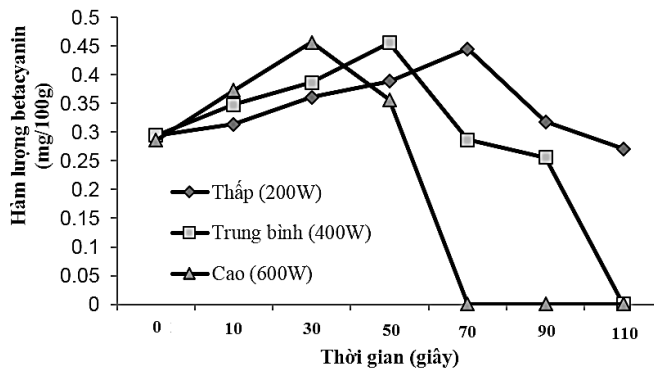
2.2.4. Phương pháp xử lý thống kê

Số liệu được xử lý bằng phần mềm JMP 10.0. Phương pháp phân tích phương sai 2 chiều (ANOVA, $\alpha = 0,05$) được thực hiện để xác định có sự khác biệt hay không giữa các điều kiện trích ly bằng vi sóng và siêu âm đến hàm lượng betacyanin. Để tìm ra sự khác biệt có nghĩa giữa mức năng lượng và thời gian trích ly, ANOVA 2 biến được sử dụng với $p \leq 0,05$.

3. KẾT QUẢ VÀ BÀN LUẬN

3.1. Ảnh hưởng của vi sóng lên hiệu quả trích ly betacyanin từ vỏ quả thanh long

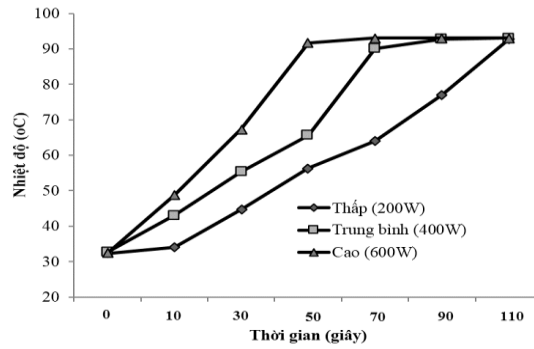
Kết quả thực nghiệm cho thấy cả thời gian và công suất vi sóng đều ảnh hưởng ý nghĩa lên hiệu quả trích ly betacyanin ($p < 0,05$). Theo đó, điều kiện trích ly có vi sóng giải thích được 99,88% sự thay đổi của hàm lượng betacyanin trong dịch trích ly ($R^2 = 0,9988$). Hình 1 cho thấy ở cả 3 mức công suất; hiệu quả trích ly (hàm lượng betacyanin) tăng dần và đạt cực đại trong một khoảng thời gian nhất định; khi thời gian tăng qua một mức tới hạn thì hiệu quả lại giảm. Cụ thể, thời điểm hiệu quả trích ly đạt cao nhất ở công suất 600 W, 400 W và 200 W lần lượt bằng 30 s; 50 s và 70 s. Như vậy, công suất vi sóng càng cao thì tốc độ trích ly càng nhanh.



Hình 1. Hàm lượng betacyanin biến đổi theo thời gian ở các mức công suất vi sóng

Ngoài ra, nhiệt độ cuối của mẫu cũng ảnh hưởng bởi điều kiện vi sóng ($p < 0,05$). Tốc độ tăng nhiệt độ của mẫu phụ thuộc vào công suất; công suất càng cao thì tốc độ tăng càng nhanh (Hình 2). Tuy nhiên, không có sự khác biệt ở nhiệt độ tối đa ở các mức công suất; không có mẫu nào có nhiệt độ trung bình tăng quá 90°C sau vi sóng.

Có mối quan hệ giữa nhiệt độ cuối của mẫu và hàm lượng betacyanin. Theo đó, nhiệt độ tăng dần (trong khoảng 0 – 50 s) thì hàm lượng betacyanin tăng; nhưng khi nhiệt độ tăng đến cực đại (90°C) thì cũng là thời điểm hiệu quả trích ly giảm (trung bình sau 50 s). Kết quả này phù hợp với công bố của Lim S. *et al* (2011) [14]; theo đó, tác giả cho rằng betacyanin là chất màu rất nhạy cảm với nhiệt độ cao và 90°C là nhiệt độ betacyanin bị phân hủy mạnh nhất.

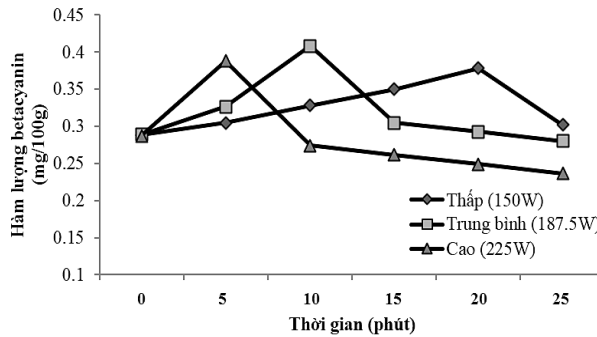


Hình 2. Sự thay đổi nhiệt độ đo được theo thời gian ở các mức công suất vi sóng

Như vậy khi trích ly bằng vi sóng, hàm lượng betacyanin cao nhất bằng 0,456 mg/100 g ở công suất 600 W trong 30 giây.

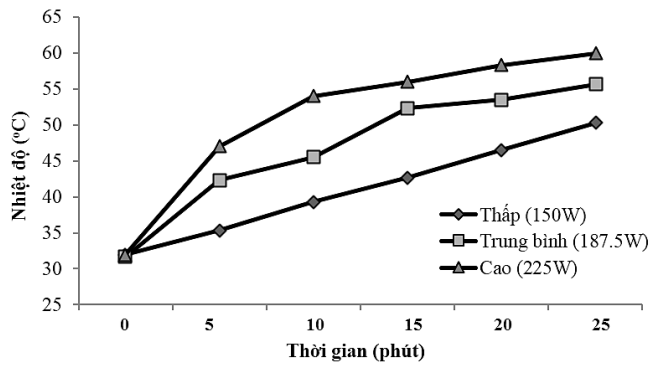
3.2. Ảnh hưởng của siêu âm lên hiệu quả trích ly betacyanin từ vỏ quả thanh long

Kết quả thực nghiệm cho thấy cả thời gian và công suất đều ảnh hưởng có nghĩa đến hiệu quả trích ly ($p < 0,05$). Hai yếu tố này giải thích được 99,46% sự thay đổi của hàm lượng betacyanin trong dịch trích ly ($R^2 = 0,9946$). Công suất siêu âm càng cao thì tốc độ trích ly càng nhanh. Cụ thể, thời gian để hàm lượng betacyanin đạt đến điểm cao nhất ở 150 W; 187,5 W và 225 W giảm dần và lần lượt bằng 20 phút; 10 phút và 5 phút.



Hình 3. Hàm lượng betacyanin (mg/100 g) biến đổi theo thời gian ở các mức công suất siêu âm

Nhiệt độ cuối của mẫu cũng chịu ảnh hưởng của công suất và thời gian siêu âm ($p < 0,05$). Theo đó, nhiệt độ cuối của mẫu càng cao khi công suất càng cao và thời gian càng dài (Hình 3). Nhiệt độ cao nhất bằng 60 °C ở mẫu trích ly tại 225 W trong 25 phút và nhiệt độ thấp nhất bằng 35 °C ở mẫu tại 150 W trong 5 phút. Tương tự với trích ly có vi sóng; có mối liên quan giữa nhiệt độ cuối của mẫu và hiệu quả trích ly ở trích ly có siêu âm. Theo đó, ở cả 3 mức công suất hiệu quả trích ly đều giảm sau khi nhiệt độ mẫu tăng quá mức trung bình 45 °C (sau 5 phút ở 225 W, sau 10 phút ở 187,5 W và sau 20 phút ở 150 W). Kết quả này phù hợp với công bố trước đây của Lê Thị Hồng Ánh và ctv [15], các tác giả đã khẳng định betacyanin bắt đầu bị phân hủy khi nhiệt độ tăng trên 40 °C; để bảo vệ chất màu betacyanin, trích ly bằng siêu âm chỉ nên thực hiện ở 30 – 40 °C. Kết hợp với yếu tố nhiệt độ, phản ứng oxi hóa do lượng oxi được trộn vào khi siêu âm cũng là nguyên nhân làm giảm hàm lượng betacyanin khi kéo dài thời gian trích ly [16].

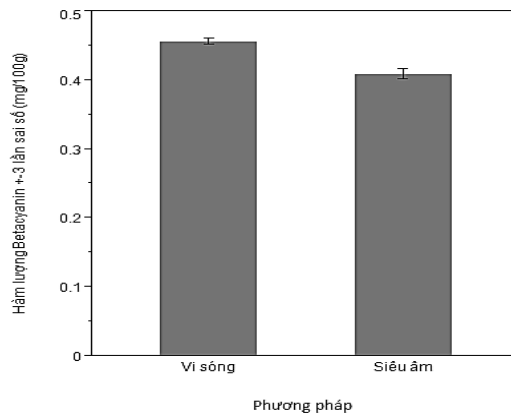


Hình 4. Sự thay đổi nhiệt độ đo được theo thời gian ở các mức công suất siêu âm

Như vậy khi trích ly bằng siêu âm, hàm lượng betacyanin đạt cao nhất bằng 0,409 mg/100 g ở công suất 187,5 W trong 10 phút.

3.3. Sự khác biệt về hiệu quả thu nhận betacyanin của trích ly bằng vi sóng và trích ly bằng siêu âm

Hàm lượng betacyanin ở điều kiện trích ly tốt nhất của hai phương pháp được so sánh. Kết quả phân tích thống kê cho thấy có sự khác biệt nghĩa về hiệu quả trích ly giữa hai phương pháp ($p < 0,05$).



Hình 5. Hàm lượng betacyanin (mg/100 g) thu được trong điều kiện tốt nhất của trích ly bằng vi sóng và trích ly bằng siêu âm

Cụ thể, phương pháp vi sóng cho hiệu quả trích ly cao hơn so với siêu âm (Hình 5). Ngoài ra, với thời gian trích ly tốt nhất bằng 30 giây thì trích ly có vi sóng giúp làm giảm đến 95% thời gian trích ly so với siêu âm (cần đến 10 phút để đạt hiệu quả trích ly cao nhất).

4. KẾT LUẬN

Cả vi sóng và siêu âm đều ảnh hưởng ý nghĩa lên hiệu quả trích ly chất màu betacyanin. Trích ly bằng vi sóng đạt hiệu quả thu nhận betacyanin cao nhất bằng $0,456 \pm 0,004$ mg/100 g ở thời gian 30 giây và công suất 600 W. Trong khi đó, trích ly bằng siêu âm cho hiệu quả thu nhận betacyanin cao nhất bằng $0,409 \pm 0,003$ mg/100 g tại thời gian 10 phút và công suất 187,5 W. Hai phương pháp này có triển vọng trong ứng dụng trích ly betacyanin và chất màu tự nhiên nói chung để ứng dụng làm phụ gia sản thực phẩm.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. Yin M. C., Hsu P. C., and Chang H. H. - In vitro antioxidant and antibacterial activities of shallot and scallion, *Journal of Food Science* **68** (2003) 281-284.
2. Thirugnanasambandham K. and Sivakumar V. - Microwave assisted extraction process of betalain from dragon fruit and its antioxidant activities, *Journal of the Saudi Society of Agricultural Sciences* **16** (1) (2015) 41-48.
3. Priatni S. and Pradita A. - Stability study of betacyanin extract from red dragon fruit (*Hylocereus polyrhizus*) peels, *Procedia Chemistry* **16** (2015) 438-444.
4. Ince A. E., Sahin S., and Sumnu G. - Comparison of microwave and ultrasound-assisted extraction techniques for leaching of phenolic compounds from nettle, *Journal of Food Science and Technology* **51** (2014) 2776-2782.
5. Chandrasekara A., Naczek M., and Shahidi F. - Effect of processing on the antioxidant activity of millet grains, *Food Chemistry* **133** (2012) 1-9.
6. Beejmohun V., Fliniaux O., Grand É., Lamblin F., Bensaddek L., Christen P., *et al.* - Microwave-assisted extraction of the main phenolic compounds in flaxseed, *Phytochemical Analysis* **18** (2007) 275-282.
7. Proestos C. and Komaitis M. - Application of microwave-assisted extraction to the fast extraction of plant phenolic compounds, *LWT-Food Science and Technology* **41** (2008) 652-659.
8. Gallo M., Ferracane R., Graziani G., Ritieni A., and Fogliano V. - Microwave assisted extraction of phenolic compounds from four different spices, *Molecules* **15** (2010) 6365-6374.
9. Tsubaki S., Sakamoto M., and Azuma J.-i. - Microwave-assisted extraction of phenolic compounds from tea residues under autohydrolytic conditions, *Food Chemistry* **123** (2010) 1255-1258.
10. Esclapez M., García-Pérez J., Mulet A., and Cárcel J. - Ultrasound-assisted extraction of natural products, *Food Engineering Reviews* **3** (2011) pp. 108.
11. Ghafoor K., Choi Y. H., Jeon J. Y., and Jo I. H. - Optimization of ultrasound-assisted extraction of phenolic compounds, antioxidants, and anthocyanins from grape (*Vitis vinifera*) seeds, *Journal of Agricultural and Food Chemistry* **57** (2009) 4988-4994.
12. Japón-Luján R., Luque-Rodríguez J., and De Castro M. L. - Dynamic ultrasound-assisted extraction of oleuropein and related biophenols from olive leaves, *Journal of Chromatography A* **1108** (2006) 76-82.
13. Cejudo-Bastante M. J., Hurtado N., Delgado A., and Heredia F. J. - Impact of pH and temperature on the colour and betalain content of Colombian yellow pitaya peel (*Selenicereus megalanthus*), *Journal of Food Science and Technology* **53** (2016) 2405-2413.
14. Lim S., Yusof Y., Chin N., Talib R., Endan J., and Aziz M. - Effect of extraction parameters on the yield of betacyanins from pitaya fruit (*Hylocereus polyrhizus*) pulps, *Journal of Food, Agriculture & Environment* **9** (2011) 158-162.
15. Lê Thị Hồng Ánh và ctv. - Nghiên cứu ứng dụng kỹ thuật siêu âm trong sản xuất chất màu tự nhiên từ trái thanh long, Đề tài NCKH cấp Bộ Công thương 2016.

16. Wong Y.-M. and Siow L.-F. - Effects of heat, pH, antioxidant, agitation and light on betacyanin stability using red-fleshed dragon fruit (*Hylocereus polyrhizus*) juice and concentrate as models, *Journal of Food Science and Technology* **52** (2015) 3086-3092.

ABSTRACT

COMPARISON OF MICROWAVE AND ULTRASOUND-ASSISTED EXTRACTION FOR LEACHING BETACYANIN FROM DRAGON FRUIT PEELS

Mac Xuan Hoa, Nguyen Lam Nhu, Nguyen Thi Hong Hanh*

Ho Chi Minh City University of Food Industry

*Email: *hanhnguyen300995@gmail.com*

Extraction of betacyanin from dragon fruit peels by microwave and ultrasound was studied by experimental method. In both microwave and ultrasound-assisted extractions, effects of extraction time (10-110 sec for microwave; 5-25 min for ultrasound) and different powers (200 W, 400 W, 600 W for microwave; 150 W, 187.5 W, 225 W for ultrasound) were investigated. In microwave-assisted extraction, the highest betacyanin (0.456 mg/100 g) was obtained in 30 sec and 600 W powers. For ultrasound-assisted extraction, the condition which acquired the highest betacyanin (0.409 mg/100 g) was 10 min and 187.5 W powers. Microwave reduced extraction time by 95% and betacyanin obtained in this method was higher (0.456 mg/100 g) compared with (0.409 mg/100 g).

Key words: Microwave, ultrasound, betacyanin, dragon fruit peels.