

# ẢNH HƯỞNG CỦA CÁC THAM SỐ CHIẾT SUẤT SIÊU TỐI HẠN TỐI HIỆU SUẤT VÀ HOẠT TÍNH CHỐNG OXY HÓA CỦA DẦU VỪNG ĐEN

Nguyễn Duy Bắc\*, Nguyễn Trọng Điệp\*,  
Chữ Văn Mên\*, Nguyễn Văn Long\*

## TÓM TẮT

Trong nghiên cứu này, ảnh hưởng của các tham số chiết suất siêu tới hạn tới hiệu suất và hoạt tính chống oxy hóa của dầu vừng đen được nghiên cứu. Việc tăng áp suất và tốc độ dòng CO<sub>2</sub> cải thiện hiệu suất, rút ngắn thời gian chiết xuất và tăng khả năng chống oxy hóa của dầu thu được. Hiệu suất chiết tăng khi kích thước tiểu phân được liệu giảm. Điều kiện chiết xuất tối ưu đạt được tại nhiệt độ 60°C, áp suất 350 bar, tốc độ dòng CO<sub>2</sub> 45g/phút, kích thước tiểu phân 315–800 µm và thời gian chiết là 180 phút.

## SUMMARY

### INFLUENCE OF SUPERCRITICAL FLUID EXTRACTION PARAMETERS ON THE YIELD AND ANTIOXIDANT ACTIVITIES OF BLACK SESAME OIL

In this study, changes in the yield and free radical-scavenging activity of black sesame oil under different extraction parameters were investigated. An increase in the pressure and the supercritical CO<sub>2</sub> flow rate improved the extraction yield, shortened the extraction time and increased the free radical-scavenging activity of extracted oil. The extraction yield increased as the particle size decreased depending on decreasing intra-particle diffusion resistance and increasing interfacial areas. The optimal conditions for extraction of black sesame oil were obtained at 60°C, 350 bar, 45g CO<sub>2</sub>/min, 315–800 µm of particle size and extraction time of 180 minutes.

## I. ĐẶT VẤN ĐỀ

Vừng đen (*Sesamum indicum* L.) là nguyên liệu giàu các chất chống oxy hóa. Các hoạt chất chống oxy hóa như sesamol, sesamolol và sesaminol được tìm thấy có hàm lượng cao trong vừng đen với nhiều hoạt tính sinh học tốt như khả năng chống tăng huyết áp [1], hoạt tính làm liền vết thương [2], giảm nguy cơ ung thư đại tràng [3], giảm các triệu chứng của viêm khớp [4], hạ lipid máu [5] và chống bệnh ruột viêm [6]. Tuy nhiên hoạt tính chống oxy hóa của dầu vừng thường bị giảm do chịu ảnh hưởng nhiều

của các điều kiện và phương pháp chiết. Các phương pháp chiết xuất truyền thống tạo ra sản phẩm dầu kém ổn định và có tồn dư dung môi độc hại.

Công nghệ chiết xuất siêu tới hạn là công nghệ mới đang được áp dụng trong công nghiệp sản xuất thuốc, thực phẩm và mỹ phẩm. Phương pháp này có nhiều ưu điểm hơn các phương pháp chiết xuất truyền thống như: nhiệt độ chiết thấp, ít gây phân hủy những chất nhạy cảm với nhiệt; có khả năng hòa tan chọn lọc và có thể điều chỉnh dễ dàng khi thay đổi nhiệt độ và áp suất; sản phẩm thu được tinh khiết, không còn tồn dư dung môi. Dung môi sử dụng thông thường nhất là CO<sub>2</sub> có đặc tính trơ, không độc và giá thành thấp. Đây là phương pháp an toàn với người sản xuất và thân thiện với môi trường. Hiện nay, Học viện Quân y đang tiến hành nghiên cứu chiết xuất dầu vừng đen bằng phương pháp chiết siêu tới hạn. Trong quá trình chiết xuất, nhiều thông số ảnh hưởng tới hiệu suất chiết và hoạt tính chống oxy hóa của sản phẩm dầu thu được [7]. Trong nghiên cứu này, chúng tôi đánh giá ảnh hưởng của các thông số chiết xuất siêu tới hạn tới hiệu suất và hoạt tính chống oxy hóa của dầu vừng đen.

## II. NGUYÊN LIỆU VÀ PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

### 2.1. Nguyên liệu và thiết bị

#### 2.1.1. Nguyên liệu:

Hạt vừng đen được mua ở Phố Lãn ông - Hà Nội vào tháng 8/2012. Nguyên liệu được nghiền mịn, sấy khô đến khi đạt hàm ẩm nhỏ hơn 5%, rây để lựa chọn kích thước tiểu phân thích hợp. 2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl (DPPH) của hãng Sigma Aldrich (Hàn Quốc). Các hóa chất khác đạt tiêu chuẩn tinh khiết phân tích. CO<sub>2</sub> lỏng có độ tinh khiết 99,5%.

#### 2.1.2. Thiết bị, dụng cụ:

Thiết bị chiết xuất siêu tới hạn Thar MS2000 - Mỹ. Dung tích bình chiết 2000 mL, bình tách dung tích 1000 mL, điều khiển bằng máy vi tính, có tuần hoàn dung môi. Máy sắc ký khí Shimadzu

\* Học viện Quân y

Phân biệt khoa học: TS Vũ Bình Dương

- Nhặt. Cần phân tích Metler độ chính xác đến 0,1mg. Bộ chiết soxhlet.

## 2.2. Phương pháp nghiên cứu

- Phương pháp chiết xuất dầu vừng bằng dung môi hữu cơ:

Cần chính xác khoảng 50g vừng đen đã được chia nhỏ, hàm ẩm 2,8%. Cho nguyên liệu vào túi được gấp bằng giấy lọc cellulose acetat. Đặt túi vào dụng cụ chiết soxhlet dung tích 500ml. Lắp bình chiết với hệ thống ống dẫn, ống sinh hàn, ống ngưng, đặt lên nồi cách thủy. Đặt phễu lên miệng ống sinh hàn, rót dung môi qua phễu. Chiết bằng n-hexane (200ml) ở 50 – 60°C trong 8 giờ. Thu lấy phần dịch chiết, sau đó cất thu hồi dung môi ở 60°C dưới áp suất giảm. Chuyển dịch chiết trong bình cầu ra cốc có mô khô sạch. Tiếp tục loại dung môi bằng cách sấy ở 60°C trong vòng 1 giờ và súc khí CO<sub>2</sub> thu lấy phần dầu. Ly tâm phần dầu thu được ở trên với tốc độ 7000 vòng/ phút trong 10 phút. Thu lấy phần dầu, cân và xác định khối lượng. Thí nghiệm được lặp lại năm lần.

- Phương pháp chiết siêu tới hạn và thiết kế thí nghiệm

Cho bột vừng đen cho vào túi vải, nạp vào trong bình chiết. Cài đặt các thông số về nhiệt độ, áp suất, tốc độ dòng, bật máy và thiết bị làm lạnh. Khi đạt được các thông số như cài đặt, mở van để CO<sub>2</sub> lỏng từ bình chứa đi qua bộ phận làm lạnh sau đó được bơm nén để tăng áp suất. CO<sub>2</sub> được dẫn tiếp qua thiết bị làm nóng để nâng nhiệt độ, khi đó CO<sub>2</sub> lỏng sẽ chuyển thành trạng thái siêu tới hạn rồi được dẫn vào bình chiết. Tại bình chiết (đã nạp nguyên liệu) được kiểm soát về nhiệt độ và áp suất để duy trì CO<sub>2</sub> siêu tới hạn theo đúng các điều kiện khảo sát. Dầu vừng và các thành phần thân dầu khác được hòa tan trong CO<sub>2</sub> siêu tới hạn và được chiết ra khỏi nguyên liệu sau đó dẫn qua bộ phận giảm áp trước khi đến bình tách. Bình tách được kiểm soát để giảm áp suất và nhiệt độ, khi đó CO<sub>2</sub> ở

trạng thái siêu tới hạn chuyển thành trạng thái khí và mất khả năng hòa tan dầu vừng. Dầu vừng lắng xuống dưới và được lấy ra ngoài nhờ bộ phận lấy mẫu. CO<sub>2</sub> ở thể khí được dẫn sang bình ngưng tụ đã được làm lạnh để chuyển thành thể lỏng và sau đó được bơm nén tuần hoàn lại hệ thống và quá trình chiết xuất tiếp tục.

Sau các khoảng thời gian 30 phút, lấy dầu vừng, cân để xác định khối lượng dầu chiết được theo thời gian. Các thí nghiệm trong cùng điều kiện được lặp lại năm lần. Khối lượng dầu vừng được tính tinh theo khối lượng dầu chiết được ở các khoảng thời gian chia cho khối lượng nguyên liệu, biểu thị theo g dầu vừng/ 100g nguyên liệu. Trong nghiên cứu này, ảnh hưởng của các thông số quy trình được khảo sát, bao gồm: Nhiệt độ chiết: 40, 50, 60 và 70°C; Áp suất chiết: 200, 300, 350 và 400 bar; Tốc độ dòng CO<sub>2</sub>: 25, 30, 40 và 45g/ phút; Kích thước tiểu phân nguyên liệu: 800 – 1000 $\mu$ m và 315 - 800 $\mu$ m.

- Đánh giá hoạt tính chống oxy hóa của dầu vừng đen chiết được ở các điều kiện khác nhau:

Pha các mẫu thử trong dung dịch DMSO thành các dãy nồng độ 2.500ppm; 1.000ppm; 500ppm; 200ppm; 100ppm. Tại mỗi điểm nồng độ của dãy thử, làm 1 mẫu thử, 1 mẫu trắng và 1 đối chứng:

+> Mẫu thử: 100 $\mu$ l mẫu + 100 $\mu$ l dd DPPH

+> Mẫu trắng: 100 $\mu$ l mẫu + 100 $\mu$ l MeOH

+> Chứng: 100 $\mu$ l DMSO + 100 $\mu$ l dd DPPH

Sau 30 phút làm phản ứng, đo độ hấp thụ tại bước sóng 517nm.

Công thức tính:

%Chống oxy hóa  $100 \cdot [1 - (A_{1m\text{u}} / A_{\text{chứng}})]$

$A_{\text{vàng}}$ ,  $A_{\text{trắng}}$ ,  $A_{\text{chứng}}$

Đo độ hấp thụ quang của mẫu thử, trắng, đối chiếu.

Lập biểu đồ liên quan giữa % chống oxy hóa và nồng độ, xác định nồng độ mà tại đó khả năng chống oxy hóa bằng 50% (IC<sub>50</sub>).

## III. KẾT QUẢ THỰC NGHIỆM VÀ BÀN LUẬN

### 3.1. Chiết xuất dầu vừng đen bằng dung môi hữu cơ

Kết quả được thể hiện ở bảng 1.

**Bảng 1.** Kết quả chiết dầu trong hạt vừng đen bằng dung môi hữu cơ

STT	Khối lượng nguyên liệu (g)	Khối lượng dầu (g)	Tỷ lệ % (kl/kl) dầu trong hạt vừng
1	50,15	20,56	39,84
2	50,31	20,49	40,72
3	50,45	20,96	41,54

4	50,12	19,36	38,62
5	50,26	20,72	41,23
6	50,06	19,16	38,28
Trung bình ± SD			40,04 ± 1,36

Ghi chú: Hàm ẩm nguyên liệu là 2,8%

Phương pháp điều chế dầu vừng bằng chiết soxhlet chiết với dung môi hữu cơ thường sử dụng trong kiểm định hoặc xác định hàm lượng dầu béo trong thực vật. Dung môi chiết có thể dùng ether dầu hòa, cloroform, n-hexane... Trong nghiên cứu này, chúng tôi sử dụng n-hexane để chiết xuất với mục đích là xác định tỷ lệ dầu vừng của nguyên liệu đầu vào, làm cơ sở để so sánh với phương pháp chiết siêu tới hạn. Kết quả ở bảng trên cho thấy: khối lượng dầu trong hạt vừng đen là 40,04 ± 1,36%. Dầu thu được có màu nâu đen, sản phẩm sau khi cô loại dung môi có nhiều cặn không tan, cặn này có thể là các tạp chất từ vỏ lẫn vào ảnh hưởng đến chất lượng

của dầu và tạo cho dầu có màu nâu đen. Một số nghiên cứu thì hàm lượng dầu trong hạt vừng đen thường dao động trong khoảng 40-60%, tuy nhiên hàm lượng này tùy thuộc vào giống loài, điều kiện khí hậu, thổ nhưỡng vùng thâm canh [7].

### 3.2. Ảnh hưởng của các thông số chiết siêu tới hạn tới hiệu suất chiết

#### 3.2.1. Ảnh hưởng của nhiệt độ:

Tiến hành chiết xuất dầu vừng đen ở cùng điều kiện: áp suất chiết 300bar, tốc độ dòng 40g/phút, kích thước tiểu phân được liệu 800 - 1.000 µm nhưng ở các nhiệt độ 40°C, 50°C, 60 và 70°C. Kết quả được trình bày ở bảng 2.

**Bảng 2.** Ảnh hưởng của nhiệt độ đến khối lượng dầu vừng đen chiết được

Thời gian (phút)	Khối lượng dầu vừng (g dầu/100g nguyên liệu) ở các nhiệt độ khác nhau theo thời gian, $\bar{X} \pm SD, n=5$			
	40°C	50°C	60°C	70°C
30	3,05 ± 0,25	3,28 ± 0,31	3,88 ± 0,31	4,12 ± 0,23
60	6,06 ± 0,54	6,44 ± 0,58	7,62 ± 0,64	7,86 ± 0,49
90	8,64 ± 0,75	9,37 ± 0,86	10,82 ± 0,82	10,95 ± 0,53
120	10,96 ± 0,85	12,03 ± 1,08	13,84 ± 1,15	13,78 ± 0,74
150	13,31 ± 1,15	14,55 ± 1,35	16,76 ± 1,23	16,49 ± 1,04
180	15,27 ± 1,22	16,72 ± 1,48	19,43 ± 1,52	19,07 ± 1,37

Kết quả ở bảng 2 cho thấy: nhiệt độ chiết khác nhau đã ảnh hưởng đến khối lượng dầu vừng chiết được. Ở cùng áp suất 300bar, khi tăng nhiệt độ từ 40°C lên 60°C đã làm tăng khối lượng dầu vừng ở các thời điểm theo xu hướng càng tăng nhiệt độ càng làm tăng khối lượng dầu vừng chiết được. Khi tiếp tục tăng nhiệt độ từ 60°C lên 70°C thì khối lượng dầu vừng chiết được tăng nhẹ ở thời điểm ban đầu, sau đó giảm xuống. Tổng lượng dầu vừng chiết ở 70°C và 60°C sau 180 phút là tương đương ( $p > 0,05$ ). Tuy nhiên, khối lượng dầu vừng thu được từ các điều kiện chiết trên đều thấp. So với dầu vừng chiết bằng phương pháp chiết soxhlet với n-hexane thì sau 180 phút chiết ở 60°C, 300bar, tốc độ dòng 40g/phút cho hiệu suất đạt 48,49%.

Một số nghiên cứu cho thấy: khi thay đổi nhiệt độ làm thay đổi tỷ trọng của CO<sub>2</sub> siêu tới

hạn nên làm biến đổi khả năng hòa tan. Trong nghiên cứu này chúng tôi khảo sát 40°C, 50°C, 60°C và 70°C, trong đó ở 60°C khối lượng dầu vừng chiết được là cao nhất. Do vậy, chúng tôi lựa chọn nhiệt độ chiết là 60°C để tiếp tục khảo sát. Nghiên cứu của Onur Doker và cộng sự [7] cho thấy: nhiệt độ chiết dầu vừng tốt nhất là 50°C cao hơn ở 40°C và 70°C. Sự khác biệt này có thể do tiến hành trên các thiết bị chiết xuất khác nhau.

#### 3.2.2. Ảnh hưởng của áp suất:

Từ khảo sát trên, chúng tôi lựa chọn được nhiệt độ chiết là 60°C để tiếp tục khảo sát ảnh hưởng của áp suất bằng cách chiết xuất ở 200, 300, 350 và 400 bar. Các điều kiện khác tương tự như khảo sát ảnh hưởng của nhiệt độ. Kết quả được trình bày ở bảng 3.

**Bảng 3.** Ảnh hưởng của áp suất đến khối lượng dầu vừng đen chiết được

Thời gian (Phút)	Khối lượng dầu vừng (g dầu/100g nguyên liệu) ở các áp suất chiết khác nhau theo thời gian, $\bar{X} \pm SD, n=5$							
	200bar		300bar		350bar		400bar	
30	2,11	$\pm 0,17$	3,88	$\pm 0,31$	5,16	$\pm 0,42$	5,24	$\pm 0,25$
60	4,01	$\pm 0,30$	7,62	$\pm 0,64$	9,92	$\pm 0,76$	10,31	$\pm 0,59$
90	5,81	$\pm 0,43$	10,82	$\pm 0,82$	14,23	$\pm 1,24$	14,83	$\pm 0,90$
120	7,47	$\pm 0,64$	13,84	$\pm 1,15$	18,49	$\pm 1,31$	19,27	$\pm 1,02$
150	8,92	$\pm 0,73$	16,76	$\pm 1,23$	22,58	$\pm 1,76$	23,48	$\pm 1,06$
180	10,25	$\pm 0,78$	19,43	$\pm 1,52$	26,28	$\pm 2,18$	27,47	$\pm 1,87$

Kết quả ở bảng 3 cho thấy: ở cùng điều kiện chiết về nhiệt độ, tốc độ dòng và kích thước tiểu phân, khối lượng dầu vừng chiết được phụ thuộc theo áp suất theo xu hướng càng tăng áp suất càng làm tăng khối lượng dầu vừng chiết được. Khối lượng dầu vừng chiết được tăng theo thứ tự từ 200 bar, 300bar, 350bar và 400bar. Trong đó, dầu vừng chiết ở 350bar và 400bar là tương đương nhau ( $p > 0,05$ ) và cao hơn hẳn khi chiết ở 200bar (gấp khoảng 2,5 lần).

Để đánh giá ảnh hưởng của áp suất chiết, chúng tôi khảo sát từ 200 đến 400bar, đây cũng là khoảng khảo sát chính khi chiết xuất dầu béo. Thông thường, khi tăng áp suất chiết sẽ tăng khả năng hòa tan của dầu béo trong  $CO_2$  siêu tới hạn nên tăng được khối lượng chiết xuất. Tuy nhiên, sự tăng này phụ thuộc vào cả thông số nhiệt độ. Trên thực tế, khi chúng tôi chiết ở áp suất

100bar cho khối lượng dầu vừng rất thấp nên chúng tôi khảo sát bắt đầu ở 200bar. Còn ở áp suất trên 350bar khả năng hòa tan của dầu trong  $CO_2$  siêu tới hạn biến thiên không đáng kể, đồng thời không an toàn đối với hệ thống thiết bị nên thông thường chỉ khảo sát đến áp suất 400bar. Kết quả trên cho thấy, chiết dầu vừng ở áp suất chiết 350bar là thích hợp nhất. Kết quả nghiên cứu của chúng tôi cũng phù hợp với nghiên cứu của Onur Doker và cộng sự [7]: tăng áp suất làm tăng tỷ lệ dầu vừng chiết được.

### 3.2.3. Ảnh hưởng của tốc độ dòng $CO_2$ :

Sau khi khảo sát lựa chọn được nhiệt độ và áp suất chiết, tiếp tục khảo sát ảnh hưởng của tốc độ dòng  $CO_2$  ở các mức là 25g/phút, 30g/phút, 40g/phút và 45g/phút. Kết quả được trình bày ở bảng 4.

**Bảng 4.** Ảnh hưởng của tốc độ dòng  $CO_2$  đến tỷ lệ dầu vừng đen

Thời gian (phút)	Khối lượng dầu vừng (g dầu/100g nguyên liệu) chiết ở các tốc độ dòng $CO_2$ khác nhau theo thời gian, $\bar{X} \pm SD, n=5$			
	25g/phút	30g/phút	40g/phút	45g/phút
30	3,29 $\pm 0,22$	4,62 $\pm 0,39$	5,16 $\pm 0,40$	5,44 $\pm 0,48$
60	6,45 $\pm 0,51$	8,89 $\pm 0,75$	9,84 $\pm 0,79$	10,48 $\pm 0,85$
90	9,43 $\pm 0,77$	12,75 $\pm 1,02$	14,23 $\pm 1,15$	15,23 $\pm 1,32$
120	12,01 $\pm 0,95$	16,54 $\pm 1,31$	18,49 $\pm 1,42$	19,85 $\pm 1,65$
150	14,17 $\pm 1,16$	19,92 $\pm 1,54$	22,58 $\pm 1,88$	24,36 $\pm 2,45$
180	16,19 $\pm 1,35$	23,36 $\pm 1,89$	26,28 $\pm 2,37$	28,48 $\pm 2,48$
210	18,25 $\pm 1,57$	26,72 $\pm 2,46$	29,96 $\pm 2,76$	32,39 $\pm 2,69$
240	20,15 $\pm 1,80$	29,86 $\pm 2,42$	33,35 $\pm 2,73$	36,24 $\pm 2,98$

Kết quả ở bảng 4 cho thấy: Tốc độ dòng  $CO_2$  ảnh hưởng rõ rệt đến tỷ lệ dầu vừng chiết được, càng tăng tốc độ dòng  $CO_2$  càng làm tăng khối lượng dầu vừng tại tất cả các thời điểm chiết. Trong đó, ở tốc độ dòng  $CO_2$  45g/phút thu được tỷ lệ dầu vừng cao nhất. Như vậy, khi tăng tốc độ dòng làm tăng khối lượng chiết xuất nên có thể rút ngắn được thời gian chiết. Sau 120 phút

chiết ở tốc độ dòng  $CO_2$  45g/phút cho tỷ lệ dầu vừng tương đương sau 240 phút chiết ở tốc độ dòng 25g/phút.

Kết quả nghiên cứu của chúng tôi là phù hợp các nghiên cứu của Onur Doker và cộng sự: tăng tốc độ dòng làm tăng tỷ lệ dầu vừng chiết được [7]. Tuy nhiên, tốc độ dòng còn phụ thuộc vào từng loại thiết bị, với loại thiết bị có dung tích

bình chiết khoảng vài mililit thì tốc độ dòng chi khoảng vài g/phút là thích hợp. Nhưng với thiết bị chiết của chúng tôi có dung tích bình chiết 2000 ml thì khoảng tốc độ dòng chảy từ 20 - 45g/phút là phù hợp nhất. Từ kết quả nghiên cứu, chúng tôi lựa chọn tốc độ dòng  $CO_2$  là 45g/phút.

### 3.2.4. Ảnh hưởng của kích thước tiểu phân nguyên liệu:

Sau khi khảo sát lựa chọn được các điều kiện về nhiệt độ, áp suất chiết và tốc độ dòng  $CO_2$ , chúng tôi tiếp tục khảo sát ảnh hưởng của kích thước tiểu phân nguyên liệu với hai loại kích thước là: 800 - 1000  $\mu m$  và 315 - 800  $\mu m$ . Kết quả được trình bày ở bảng 5.

**Bảng 5.** Ảnh hưởng của kích thước tiểu phân đến chiết xuất dầu vừng đen

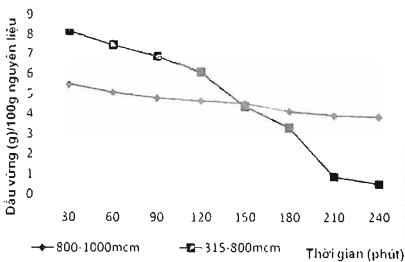
Thời gian (phút)	Tỷ lệ dầu vừng đen (g dầu/100 g nguyên liệu) chiết với kích thước nguyên liệu khác nhau, $\bar{x} \pm SD, n=5$					
	800-1000mm			315-800mm		
30	5,44	$\pm$	0,48	8,15	$\pm$	0,58
60	10,48	$\pm$	0,85	15,58	$\pm$	0,92
90	15,23	$\pm$	1,32	22,45	$\pm$	1,82
120	19,85	$\pm$	1,65	28,48	$\pm$	1,95
150	24,36	$\pm$	2,45	32,82	$\pm$	2,86
180	28,48	$\pm$	2,48	36,12	$\pm$	3,08
210	32,39	$\pm$	2,69	36,98	$\pm$	3,29
240	36,24	$\pm$	2,98	37,48	$\pm$	3,48

Kết quả ở bảng 5 cho thấy: Giảm kích thước nguyên liệu làm tăng tỷ lệ dầu vừng chiết được tại tất cả các thời điểm. Ở kích thước 315 - 800  $\mu m$  cho tỷ lệ dầu vừng cao hơn (từ 1,03 đến 1,5 lần) khi chiết ở kích thước nguyên liệu 800 - 1200  $\mu m$ . Ảnh hưởng của kích thước tiểu phân trong chiết xuất siêu tới hạn cũng giống với các phương pháp chiết xuất khác, vì khi giảm kích thước tiểu phân sẽ làm tăng tổng diện tích tiếp xúc giữa dung môi với tiểu phân được liệm và làm

giảm bề dày lớp khuếch tán nên làm tăng hiệu suất chiết.

Khi giảm kích thước nguyên liệu thì tỷ lệ dầu vừng chiết được chủ yếu ở thời điểm ban đầu (Hình 1). Với kích thước từ 315 - 800  $\mu m$ , sau 180 phút chiết cho tỷ lệ dầu vừng tương đương với sau 240 phút chiết ở kích thước từ 800 - 1000  $\mu m$ , do vậy giảm kích thước nguyên liệu sẽ rút ngắn được thời gian chiết xuất.

**Hình 1.** Dầu vừng chiết được tại từng thời điểm với kích thước nguyên liệu khác nhau



### 3.2.5. Hoạt tính chống oxy hóa của dầu vừng chiết ở các điều kiện khác nhau:

Tiến hành đánh giá hoạt tính chống oxy hóa của dầu vừng thu được ở các điều kiện chiết xuất khác nhau, kết quả thể hiện ở bảng 6.

**Bảng 6.** Mẫu dầu vừng chiết xuất ở các điều kiện khác nhau

C (ppm)		2.500	1.000	500	200	100
logC		3,4	3,0	2,7	2,3	2,0
% chống OXH	CO <sub>2</sub> 45g/phút, 300 bar, 70°C.	50,12	39,83	30,47	23,52	18,06
	CO <sub>2</sub> 45g/phút, 300 bar, 60°C.	53,09	42,38	33,42	25,03	19,21
	CO <sub>2</sub> 45g/phút, 300 bar, 50°C.	56,29	43,94	34,37	26,54	20,37
	CO <sub>2</sub> 45g/phút, 300 bar, 40°C.	63,97	51,06	39,06	30,16	23,15
	CO <sub>2</sub> 45g/phút, 200 bar, 60°C.	48,38	38,07	29,12	22,48	17,26
	CO <sub>2</sub> 45g/phút, 400 bar, 60°C.	61,89	49,48	37,85	29,23	22,43
	CO <sub>2</sub> 45g/phút, 350 bar, 60°C.	61,38	48,89	37,48	28,94	22,39
	CO <sub>2</sub> 40g/phút, 350 bar, 60°C.	56,48	45,29	33,69	26,63	20,44
	CO <sub>2</sub> 30g/phút, 350 bar, 60°C.	50,57	40,37	31,88	23,84	18,30
CO <sub>2</sub> 25g/phút, 350 bar, 60°C.	40,51	31,54	24,12	18,63	14,30	

Từ kết quả trên ta tính được phương trình biểu diễn sự phụ thuộc của nồng độ chất thử với khả năng chống oxy hóa. Dựa vào phương trình trên ta tính được IC<sub>50</sub> của mẫu tại các điều kiện (CO<sub>2</sub> 45g/phút, 350 bar, 70°C); (45g/phút, 300 bar, 60°C); (45g/phút, 300 bar, 50°C); (45g/phút, 300 bar, 40°C); (45g/phút, 200 bar, 60°C); (45g/phút, 400 bar, 60°C); (45g/phút, 350 bar, 60°C); (40g/phút, 350 bar, 60°C); (30g/phút, 350 bar, 60°C); (25g/phút, 350 bar, 60°C) lần lượt là: 2.780,89;

2.043,49; 1.642,33; 932,96; 3.384,84; 1.060; 1.103,83; 1.583,68; 2.584,56 và 9.379,87 ppm.

Kết quả cho thấy khả năng chống oxy hóa của mẫu dầu vừng chiết ở điều kiện 45g/phút, 300bar, 40°C là cao nhất, tiếp đến là mẫu dầu vừng chiết ở điều kiện 45g/phút, 400bar, 60°C và 45g/phút, 350bar, 60°C. Từ các khảo sát trên, chúng tôi đã lựa chọn được các thông số chiết xuất (bảng 7) từ đó xây dựng được qui trình chiết xuất dầu vừng đen bằng phương pháp CO<sub>2</sub> siêu tới hạn.

**Bảng 7.** Thông số của qui trình chiết xuất dầu vừng đen bằng CO<sub>2</sub> siêu tới hạn

STT	Tên thông số	Thông số qui trình
1	Áp suất chiết	350 bar
2	Nhiệt độ chiết	60°C
3	Tốc độ dòng	45 g/ phút
4	Kích thước nguyên liệu	315 - 800 µm
5	Thời gian chiết	180 phút

#### IV. KẾT LUẬN

Các thông số chiết xuất siêu tới hạn có ảnh hưởng rõ rệt đến hiệu suất chiết và vận hoạt tính chống oxy hóa của dầu vừng thu được. Việc tăng áp suất và tốc độ dòng CO<sub>2</sub> cải thiện hiệu suất, rút ngắn thời gian chiết xuất và tăng khả năng chống oxy hóa của dầu thu được. Hiệu suất chiết tăng khi kích thước tiểu phân được giảm. Điều kiện chiết xuất tối ưu đạt được tại nhiệt độ 60°C, áp suất 350 bar, tốc độ dòng CO<sub>2</sub> 45g/phút, kích thước tiểu phân 315-800 µm và thời gian chiết là 180 phút.

#### TÀI LIỆU THAM KHẢO

- J. Wichitsranoi, N. Weerapreeyakul, P. Boonsiri, C. Settassatian, N. Settassatian, N. Komanasin, S. Sirijaichingkul, Y.

- Teerajetgul, N. Rangkadilok, N. Leelayuwat, *Antihypertensive and antioxidant effects of dietary black sesame meal in pre-hypertensive humans*, Nutrition Journal (2011), 10.
- K. Kiran, M. Asad, *Wound healing activity of Sesamum indicum L seed and oil in rats*, Indian Journal of Experimental Biology (2008), 46, 777-782.
- M. Kim, M. K. Jeong, P. Chang, J. Lee, *Radical scavenging activity and apoptotic effects in HT-29 human colon cancer cells of black sesame seed extract*, International Journal of Food Science and Technology (2009), 44, 2106-2112.
- S. B. Eftekhari, H. M. Khadem, B. Alipoor, M. A. Malek, J. M. Asghari, A. Moghaddam, *Effects of sesame seed supplementation on clinical signs and symptoms in patients with knee osteoarthritis*. Int. J. Rheum Dis (2013), 16(5), 578-82.

- J. S. Asgary, M. Rafieian-Kopaei, S. Najafi, E. Heidarian, A. Sahebkar, *Antihyperlipidemic effects of Sesamum indicum L. in rabbits fed a high-fat diet*. Scientific World Journal, (2013) 9(4), 365892.
6. P. K. Kondamudi, H. Kovelamudi, G. Mathew, P. G. Nayak, C. M. Rao, R. R. Shenoy, *Modulatory effects of sesamol in*

*dinitrochlorobenzene-induced inflammatory bowel disorder in albino rats*. Pharmacol Rep. (2013), 65(3), 658-665.

Onur Dökera, Uğur Salginb, Nuray Yildiza, Mihrican Aydoğmuşa, Ayla Çalimlia *"Extraction of sesame seed oil using supercritical CO<sub>2</sub> and mathematical modeling"*, Journal of Food Engineering, (2010), 97, 360-366.

## HIỆU QUẢ ĐIỀU TRỊ CHẢY MÁU TIÊU HÓA DO LOÉT DẠ DÀY TÁ TRÀNG BẰNG PHƯƠNG PHÁP ĐIỆN ĐÔNG LƯỠNG CỰC QUA NỘI SOI

Lê Quang Đức\*, Trần Việt Tú\*\*, Nguyễn Quang Duật\*\*

### TÓM TẮT

Chảy máu tiêu hóa do loét dạ dày tá tràng là một cấp cứu thường gặp, cần được chẩn đoán và có thái độ xử trí cầm máu sớm bằng các biện pháp can thiệp cầm máu qua nội soi.

**Mục tiêu:** Nhằm đánh giá hiệu quả điều trị của phương pháp điện đông lưỡng cực trong cầm máu chảy máu do loét dạ dày tá tràng.

**Phương pháp:** Nghiên cứu thực hiện trên 41 BN chảy máu tiêu hóa do loét dạ dày và hành tá tràng, tiến hành nội soi can thiệp cầm máu bằng phương pháp điện đông lưỡng cực, đánh giá kết quả cầm máu ban đầu và kết quả sau 72 giờ, nhận xét một số chỉ tiêu kỹ thuật.

**Kết quả:** Cầm máu ban đầu đạt 87,8%. Kết quả cầm máu chung đạt kết quả 100%, không có BN chảy máu tái phát, không có BN phải điều trị ngoại khoa. Không có tác dụng phụ của điện đông. Thời gian trung bình là 14,0 ± 7,8 phút.

**Từ khóa:** chảy máu tiêu hóa, cầm máu, điện đông lưỡng cực.

### SUMMARY

#### THE EFFECT OF BIPOLAR ELECTROCOAGULATION ON ENDOSCOPIC TREATMENT OF GASTRIC ULCER HEMORRHAGE

The endoscopic bipolar electrocoagulation was performed in 41 patients with gastric ulcer hemorrhage. The result showed that initial hemostasis 87,8%, hemostasis 100%, no re-current bleeding, no

side effects of bipolar electrocoagulation. The average time is about 14,0 ± 7,8 minutes.

**Keywords:** gastric ulcer hemorrhage, hemostasis, bipolar electrocoagulation.

### I. ĐẶT VẤN ĐỀ

Chảy máu tiêu hóa là một trong những cấp cứu y học thường gặp với tỷ lệ nhập viện hàng năm khoảng 100 ca trên 100.000 dân, do nhiều nguyên nhân gây ra, thường gặp nhất là chảy máu do loét DD-TT, với tỷ lệ từ 50 - 70% số các trường hợp chảy máu đường tiêu hóa trên. Cầm máu qua nội soi là một biện pháp can thiệp tiên bộ trong việc kiểm soát BN có chảy máu tiêu hóa, giúp giảm tỷ lệ tử vong và phẫu thuật, đồng thời là lựa chọn đầu tiên trong điều trị cầm máu chảy máu tiêu hóa [1]. Có nhiều phương pháp cầm máu qua nội soi, trong đó cầm máu bằng điện đông [5]. Chúng tôi tiến hành nghiên cứu đề tài này nhằm: "**Đánh giá kết quả điều trị cầm máu chảy máu tiêu hóa do loét dạ dày tá tràng qua nội soi của phương pháp điện đông lưỡng cực đơn thuần.**"

### II. ĐỐI TƯỢNG VÀ PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

**2.1. Đối tượng nghiên cứu:** 41 bệnh nhân chảy máu do loét dạ dày, hành tá tràng được chẩn đoán và điều trị tại khoa Nội Tiêu hóa - Bệnh viện đa khoa tỉnh Hải Dương từ 10/2010 đến tháng 10/2012. Chẩn đoán chảy máu tiêu hóa do loét dạ dày tá tràng với các tiêu chuẩn là lâm sàng có nôn ra máu hoặc đi ngoài phân đen, nội soi có hình ảnh chảy máu ở Forrest I và Forrest II A, B. Tiêu chuẩn loại trừ: chảy máu

\* Bệnh viện Đa khoa tỉnh Hải Dương

\*\* Bệnh viện 103

Phản biện khoa học: PGS.TS Vũ Văn Khiêm