



(12) **BẢN MÔ TẢ GIẢI PHÁP HỮU ÍCH THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN
GIẢI PHÁP HỮU ÍCH**

(19) **Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt nam (VN)**
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11) 
2-0001816

(51)⁷ **C07H 1/08, 13/08, A61K 36/77**

(13) **Y**

(21) 2-2016-00322

(22) 15.09.2016

(45) 25.09.2018 366

(43) 25.11.2016 344

(73) **PHÒNG THÍ NGHIỆM TRỌNG ĐIỂM CÔNG NGHỆ LỌC, HÓA DẦU (VN)**
Số 2 Phạm Ngũ Lão, quận Hoàn Kiếm, thành phố Hà Nội

(72) **Vũ Thị Thu Hà (VN), Hoàng Thân Hoài Thu (VN), Trần Văn Hiếu (VN), Trần Thị Thanh Thủy (VN), Cao Thị Thúy (VN)**

(54) **PHƯƠNG PHÁP TÁCH CHIẾT HỢP CHẤT GERANIIN TỪ VỎ QUẢ CHÔM
CHÔM (NEPHELIUM LAPPACEUM L.)**

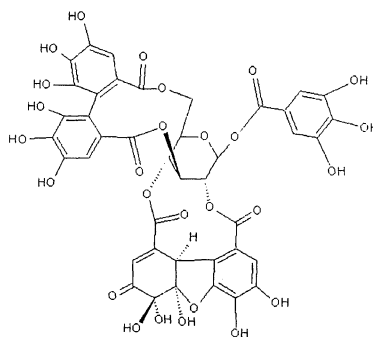
(57) Giải pháp hữu ích đề cập đến phương pháp tách chiết hợp chất geraniin từ vỏ quả chôm chôm. Phương pháp này cũng nhằm thu được các sản phẩm hữu ích khác như than sinh học để sử dụng trực tiếp làm nhiên liệu hoặc nguyên liệu cho tổng hợp hữu cơ và dầu sinh học, nhờ đó không phát sinh bã thải rắn từ quá trình ngâm chiết vỏ chôm chôm.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Giải pháp hữu ích đề cập đến phương pháp tách chiết hợp chất geraniin từ vỏ quả chôm chôm (*Nephelium lappaceum* L.) có hoạt tính hạ huyết áp và chống tiểu đường. Đồng thời, giải pháp cũng chú trọng đến việc xử lý bã thải sau quá trình tách chiết vỏ quả chôm chôm để thu dầu sinh học (biooil) và than sinh học (biochar). Dầu sinh học có thể được sử dụng trực tiếp làm nhiên liệu hoặc nguyên liệu cho tổng hợp hữu cơ. Than sinh học có thể sử dụng làm vật liệu hấp phụ kim loại nặng trong nước.

Tình trạng kỹ thuật của giải pháp hữu ích

Geraniin là hoạt chất có hoạt tính hạ huyết áp và chống tiểu đường. Geraniin được tìm thấy lần đầu tiên từ loài *Geranium thunbergii*. Sau đó, geraniin được xác định là thành phần chính của phân đoạn giàu tanin thuộc họ mỏ hạc (*Geraniaceae*) và họ thầu dầu (*Euphorbiaceae*) (đều thuộc bộ mỏ hạc-*Geraniales*) và phân bố trong họ mỏ hạc nhiều hơn trong họ thầu dầu. Đến nay, hoạt chất này được tìm thấy trong nhiều họ khác như họ Bồ hòn (*Sapindaceae*), họ Súng (*Nymphaeaceae*) và họ Côm (*Elaeocarpaceae*).



Hợp chất geraniin

Gần đây, geraniin cũng được tìm thấy có mặt trong vỏ quả chôm chôm. Các nhà máy chế biến chôm chôm xuất khẩu thường thải ra một lượng vỏ chôm

chôm rất lớn sau khi tách lấy thịt quả để đóng hộp. Theo thống kê sơ bộ, khối lượng vỏ chôm chôm chiếm khoảng 50% so với khối lượng quả chôm chôm trước khi chế biến. Với sản lượng chôm chôm ở Đông Nam Bộ, Tây Nam Bộ khoảng 358 nghìn tấn trên một vụ vào năm 2012, lượng vỏ chôm chôm thải ra rất lớn. Đây là nguồn nguyên liệu dồi dào cho việc xử lý để thu hồi các hợp chất có giá trị cao ứng dụng trong lĩnh vực dược phẩm và hữu cơ – hóa dầu.

Đã có một số công trình nghiên cứu sử dụng vỏ quả chôm chôm để tách chiết geraniin. Ví dụ, các nhà khoa học tại Thái Lan và Malaysia đã tiến hành tách chiết geraniin từ vỏ quả chôm chôm bằng cách ngâm chiết bột vỏ chôm chôm với dung môi etanol, metanol (*Uma D.Palanisamy, 2010*) hoặc ete (*Thitilertdech, 2010*) khoảng 3 lần. Sau khi gộp các dịch chiết và tách loại dung môi dưới áp suất giảm để thu được cao chiết tổng. Cao chiết tổng được tiến hành sắc ký cột pha đảo C_{18} với dung môi rửa giải gradient nước/acetonitril (*Uma D.Palanisamy, 2010*) hoặc sắc ký cột Sephadex LH20 với dung môi rửa giải gradient nước/metanol (*Thitilertdech, 2010*). Tuy nhiên, metanol và acetonitril là các dung môi độc. Khi sử dụng các loại dung môi này, việc kiểm soát lượng dung môi tồn dư trong hoạt chất trong quá trình phân lập là không dễ dàng. Ngoài ra, bã chôm chôm sau khi tách chiết hoạt chất, chiếm khoảng 90% trọng lượng vỏ khô, chưa được xử lý, gây ô nhiễm môi trường.

Cũng đã có một số nghiên cứu về xử lý trực tiếp vỏ chôm chôm làm chất hấp phụ, chẳng hạn: hấp phụ thuốc nhuộm AY 17 (acid yellow 17) với dung lượng hấp phụ tối đa là 215,05 mg/g (*V.O. Njokua và cộng sự*); hấp phụ xanh metylen dung lượng hấp phụ tối đa bằng 231,34 mg/g (*Rasiyadah và cộng sự, 2012*); hấp phụ để thu hồi vàng có trong dung dịch vàng clorit, dung lượng tối đa được 2530 mg Au/g (*Rubcumintara và cộng sự, 2012*). Tuy nhiên, các nghiên cứu này chỉ tập trung xử lý trực tiếp vỏ chôm chôm thành vật liệu hấp phụ, các hợp chất có giá trị cao có trong vỏ chôm chôm như hợp chất geraniin chưa được nghiên cứu tách chiết.

Tuy nhiên, vẫn có nhu cầu về việc tìm kiếm phương pháp đơn giản, hiệu quả, ít độc hại và ít gây ô nhiễm môi trường để tách chiết được geraniin và các sản phẩm có ích khác là cần thiết.

Bản chất kỹ thuật của giải pháp hữu ích

Mục đích của giải pháp hữu ích là đề xuất phương pháp tách chiết hợp chất geraniin có hoạt tính hạ huyết áp và chống tiểu đường từ vỏ quả chôm chôm. Phần bã thải từ vỏ quả chôm chôm sau khi tách chiết được tận dụng để sản xuất các sản phẩm có ích khác như nhiên liệu sinh học và than sinh học ứng dụng để hấp phụ kim loại nặng trong nước thải.

Phương pháp tách chiết hợp chất geraniin từ vỏ quả chôm chôm (*Nephelium lappaceum L.*) bao gồm các bước:

a) nghiền mịn nguyên liệu vỏ quả chôm chôm thành dạng bột, sau đó ngâm chiết bột này trong dung môi etanol ở nhiệt độ phòng trong 24 giờ để thu được dịch chiết etanol và phần bã chiết, trong đó bột vỏ quả chôm chôm được ngâm chiết 3 lần với tỉ lệ etanol/bột vỏ chôm chôm (theo thể tích/khối lượng) của các lần ngâm chiết lần lượt nằm trong khoảng từ 5/1 đến 15/1, từ 3/1 đến 5/1, và từ 1/1 đến 3/1;

b) lọc phần dịch chiết etanol thu được và tách loại dung môi dưới áp suất giảm để thu được cao chiết tổng;

c) phân lập cao chiết tổng thu được trên sắc ký cột pha đảo C_{18} với hệ dung môi rửa giải gradient nước/etanol theo tỉ lệ thể tích lần lượt là 100:0, 95:5, 90:10 để thu được 3 phân đoạn kí hiệu là NL1, NL2, và NL3; và

d) tách loại dung môi phân đoạn NL3 dưới áp suất giảm để thu được kết tủa geraniin màu vàng chanh, rửa kết tủa này 3 lần bằng nước cất, sau đó tái kết tinh lại trong hệ dung môi nước/etanol theo tỉ lệ thể tích nằm trong khoảng từ 1/1 đến 1/4 ở điều kiện nhiệt độ phòng, tinh thể geraniin thu được được rửa với nước ở nhiệt độ 10-30⁰C để thu được geraniin tinh khiết.

Theo một phương án khác, giải pháp hữu ích đề xuất phương pháp tách chiết hợp chất geraniin, trong đó phương pháp này còn bao gồm thêm bước nhiệt phân phân bã chiết thu được ở bước a) để thu được than sinh học và ngưng tụ khí thoát ra trong quá trình nhiệt phân để thu được dầu sinh học.

Phương pháp theo giải pháp hữu ích này cho phép phân lập được geraniin có độ tinh khiết cao, không sử dụng dung môi độc hại, nên có thể triển khai ở quy mô công nghiệp. Ngoài ra, toàn bộ bã chiết từ quá trình ngâm chiết vỏ chôm chôm được nhiệt phân để chế biến các sản phẩm có giá trị khác bao gồm than sinh học và dầu sinh học, nhờ đó không phát sinh bã thải rắn từ quá trình ngâm chiết vỏ chôm chôm.

Mô tả vắn tắt hình vẽ

Hình 1 là sơ đồ khối của quy trình xử lý vỏ chôm chôm theo giải pháp hữu ích.

Mô tả chi tiết giải pháp hữu ích

Thuật ngữ “ngâm chiết” được sử dụng trong giải pháp hữu ích này có nghĩa này là quá trình trích ly các hoạt chất trong nguyên liệu thực vật ra khỏi nguyên liệu bằng dung môi với thời gian tiếp xúc giữa nguyên liệu và dung môi tương đối dài từ 2-5 ngày.

Thuật ngữ “dịch chiết” được sử dụng trong giải pháp hữu ích này có nghĩa là dung dịch gồm dung môi và các chất hữu cơ có mặt trong nguyên liệu vỏ chôm chôm có thể tan trong dung môi trong quá trình chiết xuất.

Thuật ngữ “bã chiết” được sử dụng trong giải pháp hữu ích có nghĩa là phần rắn thu được từ bước ngâm chiết vỏ chôm chôm, sau khi tách thu dịch chiết chứa geraniin.

Thuật ngữ “hệ dung môi rửa giải” được sử dụng trong giải pháp hữu ích này có nghĩa là một hỗn hợp dung môi có tỷ lệ nhất định, đóng vai trò pha động

dùng để rửa giải các chất bị hấp phụ trên silica gel trong quá trình phân tách sắc ký.

Thuật ngữ “geraniin tinh khiết” được sử dụng trong giải pháp hữu ích có nghĩa là geraniin thu được từ bước kết tinh lại trong nước, có độ tinh khiết $\geq 96\%$ khối lượng.

Phương pháp xử lý vỏ chôm chôm được thể hiện trên hình 1. Vỏ chôm chôm được sử dụng trong giải pháp này là loại đã được tách ra khỏi phần thịt quả của quả chôm chôm, được rửa sạch với nước và sấy khô. Vỏ chôm chôm khô được nghiền mịn đến kích thước nằm trong khoảng từ 0,4mm-0,6mm được sử dụng làm nguyên liệu, sau đây được gọi là bột vỏ chôm chôm.

Trước hết, bột vỏ chôm chôm được ngâm chiết trong dung môi etanol trong 24 giờ ở điều kiện nhiệt độ và áp suất môi trường. Sau đó, gạn ép bã để thu lấy dịch chiết. Bổ sung thêm dung môi etanol vào phần bã chiết để thực hiện quá trình ngâm chiết lần hai theo cách tương tự. Quá trình ngâm chiết được thực hiện từ 2 đến 5 lần, tốt nhất là ngâm chiết 3 lần nhằm thu được tối đa lượng hoạt chất mong muốn. Nếu số lần ngâm chiết lớn hơn 5, hiệu quả quá trình chiết giảm do hàm lượng geraniin trong nguyên liệu giảm, dung môi hòa tan các hợp chất không có hoạt tính từ nguyên liệu và gây tạp cho hoạt chất geraniin thu được, đồng thời gây lãng phí dung môi sử dụng. Trong lần ngâm chiết thứ nhất, tỉ lệ etanol/bột vỏ chôm chôm (theo thể tích/khối lượng) thích hợp nằm trong khoảng 5/1 đến 15/1, tốt hơn là nằm trong khoảng 8/1 đến 10/1. Nếu tỉ lệ etanol/bột vỏ chôm chôm thấp hơn 5/1, hiệu quả chiết sau mỗi lần ngâm chiết thấp, quá trình ngâm chiết phải tiến hành rất nhiều lần. Nếu tỉ lệ etanol/bột vỏ chôm chôm lớn hơn 15/1, hiệu quả chiết không cao hơn gây lãng phí dung môi sử dụng. Khi ngâm chiết lần thứ 2, tỉ lệ etanol/bột vỏ chôm chôm thích hợp nằm trong khoảng 3/1 đến 5/1. Khi ngâm chiết lần thứ 3, tỉ lệ etanol/bột vỏ chôm chôm thích hợp nằm trong khoảng từ 1/1 đến 3/1. Trong lần ngâm chiết thứ 4 và 5, tỉ lệ etanol/bột vỏ chôm chôm là 1/1. Thời gian mỗi lần ngâm chiết là 24 giờ.

Dịch chiết etanol sau các lần ngâm chiết được gộp lại, lọc qua giấy lọc và tách loại dung môi dưới áp suất giảm thu được cao chiết tổng.

Tiến hành phân lập cao chiết tổng thu được trên sắc ký cột pha đảo C_{18} (kích thước cột 6cm x 100cm, chiều cao pha tĩnh silica gel là 30cm) với hệ dung môi rửa giải là gradient nước/etanol theo tỉ lệ thể tích phối trộn của nước/etanol nằm trong khoảng 100% nước/0% etanol đến 90% nước/10% etanol, ưu tiên hệ dung môi rửa giải có tỷ lệ thể tích của nước/etanol là 100:0, 95:5, 90:10, tốc độ dòng 2 ml/phút. Trước hết, cao chiết tổng này được hòa vào nước theo tỉ lệ 1/1 (theo khối lượng/thể tích), được chuyển nhẹ nhàng vào cột, tránh xáo động lớp chất nhồi trong cột. Nước giúp cho cao chiết thấm đều lên silica gel. Dung môi rửa giải nước/etanol lần lượt được đưa vào cột, thu được tương ứng 3 phân đoạn kí hiệu NL1, NL2, và NL3. Kiểm tra sự có mặt của geraniin trong các phân đoạn thu được trên sắc ký bản mỏng. Hai phân đoạn đầu là NL1 và NL2 chứa hầu hết là tạp chất đường được tách loại. Phân đoạn NL3 là phân đoạn chứa hợp chất geraniin. Thu lấy phân đoạn NL3 và tiến hành tách loại dung môi dưới áp suất giảm ở nhiệt độ thích hợp trong khoảng 50⁰C đến 60⁰C thu được kết tủa geraniin.

Chất kết tủa geraniin thu được được đem rửa ba lần bằng nước cất, sau đó được tái kết tinh lại trong hệ dung môi nước/etanol để tách loại hoàn toàn tạp chất ra khỏi geraniin. Hệ dung môi, có tỉ lệ nước/etanol nằm trong khoảng 1/1 đến 1/4 (theo thể tích), tốt nhất là 1/3 để đảm bảo đồng thời quá trình hòa tan và kết tinh tốt nhất của geraniin ở nhiệt độ phòng. Dung dịch được để yên ở nhiệt độ phòng để kết tinh geraniin. Tách loại dịch lỏng thu được tinh thể geraniin màu vàng. Tinh thể được rửa nhiều lần bằng nước ở nhiệt độ từ 10⁰C đến 30⁰C và sấy khô trong chân không ở nhiệt độ 40⁰C để thu được geraniin tinh khiết. Ưu tiên sử dụng nhiệt độ của nước nằm trong khoảng 10⁰C đến 20⁰C. Ở nhiệt độ cao hơn 30⁰C, geraniin bị tan trong nước dẫn đến thất thoát sản phẩm. Ở nhiệt độ thấp hơn 10⁰C, khả năng hòa tan tạp chất giảm dẫn đến geraniin thu được có độ tinh khiết không cao.

Bã chiết sau cùng của quá trình ngâm chiết vỏ chôm chôm được phơi khô, sau đó được nhiệt phân trong môi trường khí trơ ở nhiệt độ thích hợp nằm trong khoảng 450-550°C, trong thời gian 30 phút. Ở nhiệt độ thấp hơn 450°C, quá trình nhiệt phân không triệt để. Ở nhiệt độ cao hơn 550°C, hiệu suất nhiệt phân không cao hơn đáng kể, gây lãng phí nhiệt. Khí thoát ra được ngưng tụ thu dầu sinh học. Chất rắn còn lại sau quá trình nhiệt phân là than sinh học. Than sinh học được ứng dụng để hấp phụ các kim loại nặng trong nước và dầu sinh học được sử dụng làm nhiên liệu hoặc nguyên liệu tổng hợp các hợp chất hữu cơ.

Ví dụ thực hiện giải pháp hữu ích

Giải pháp hữu ích sẽ được hiểu một cách rõ hơn từ các ví dụ dưới đây. Các ví dụ này chỉ có tính chất minh họa, nhưng không làm giới hạn phạm vi bảo hộ của giải pháp hữu ích.

Ví dụ 1

40g bột vỏ chôm chôm được ngâm chiết 3 lần trong ethanol với tỷ lệ của ethanol/bột vỏ chôm chôm cho các lần ngâm chiết lần lượt là 15/1, 5/1, và 3/1 (theo thể tích/khối lượng), ở nhiệt độ phòng. Thời gian ngâm chiết mỗi lần là 24 giờ. Gạn ép để tách riêng phần bã chiết và dịch chiết ethanol. Gộp các phần dịch chiết ethanol thu được sau 3 lần ngâm chiết, lọc qua giấy lọc và tách loại dung môi dưới áp suất giảm để thu được cao chiết tổng. Khối lượng cao chiết tổng thu được là 11,4g và phần bã chiết thu được là 28g.

Toàn bộ lượng cao chiết tổng được tiến hành phân tách trên cột sắc ký silica gel pha đảo C₁₈ (đường kính cột Φ =30mm, chiều cao pha tĩnh L=300mm), với hệ dung môi rửa giải là gradient nước/ethanol theo tỷ lệ thể tích 100:0 (thể tích dung môi 0,5 lít), 95:5 (thể tích dung môi 0,5 lít), 90:10 (thể tích dung môi 1 lít), tốc độ dòng 2 ml/phút để thu được 3 phân đoạn kí hiệu NL1, NL2 và NL3. Thu lấy phân đoạn NL3. Tiến hành tách loại dung môi của phân đoạn NL3 dưới áp suất giảm để thu được chất kết tủa geraniin với khối lượng

1,33g. Kết tinh trở lại geraniin trong hệ dung môi nước/etanol có tỉ lệ thể tích là 1/3. Tinh thể geraniin thu được được rửa sạch với nước lạnh ở nhiệt độ 20°C và sấy khô trong chân không ở 40°C. Khối lượng geraniin tinh khiết thu được là 0,92g, độ tinh khiết đạt 96%.

28g bã chiết thu được ở trên được sấy khô và nhồi vào ống phản ứng bằng thạch anh. Trước khi gia nhiệt, thổi khí N₂ với lưu lượng 40ml/phút đi qua ống phản ứng để đuổi hết không khí trong bình ra ngoài. Sau 15 phút thổi khí, giảm lưu lượng khí về mức 20 ml/phút, bật công tắc gia nhiệt và cài đặt nhiệt độ cho phản ứng nhiệt phân ở 550°C. Sau thời gian nhiệt phân 30 phút, tắt công tắc gia nhiệt. Khi nhiệt độ giảm xuống dưới 150°C thì ngừng thổi khí N₂. Sản phẩm thu được là 6,6g dầu sinh học và 5,1g than sinh học.

Ví dụ 2

40g bột vỏ chôm chôm được ngâm chiết 3 lần trong etanol với tỷ lệ của etanol/bột vỏ chôm chôm cho các lần ngâm chiết lần lượt là 10/1, 5/1, 2/1 (theo thể tích/khối lượng), ở nhiệt độ phòng. Thời gian ngâm chiết mỗi lần là 24 giờ. Gạn ép để tách riêng phần bã chiết và dịch chiết etanol. Gộp các phần dịch chiết etanol thu được sau 3 lần ngâm chiết, lọc qua giấy lọc và tách loại dung môi dưới áp suất giảm để thu được cao chiết tổng với khối lượng 11,3g và phần bã chiết thu được là 28,2g.

Toàn bộ cao chiết tổng được tiến hành phân tách trên cột sắc ký silica gel pha đảo C₁₈ (đường kính cột Φ=30mm, chiều cao pha tĩnh L=300 mm), với hệ dung môi rửa giải là gradient nước/etanol, theo tỷ lệ thể tích 100:0 (thể tích dung môi 0,5 lít), 95:5 (thể tích dung môi 0,5 lít), 90:10 (thể tích dung môi 1lít), tốc độ dòng 2 ml/phút để thu được 3 phân đoạn kí hiệu NL1, NL2 và NL3. Thu lấy phân đoạn NL3. Tiến hành tách loại dung môi của phân đoạn NL3 dưới áp suất giảm để thu được chất kết tủa geraniin với khối lượng 1,4g. Kết tinh trở lại geraniin trong hệ dung môi nước/etanol có tỉ lệ thể tích là 1/3. Tinh thể geraniin thu được được rửa sạch với nước lạnh ở nhiệt độ 20°C và sấy

khô trong chân không ở 40°C . Khối lượng geraniin tinh khiết thu được là 1,03 g, độ tinh khiết đạt 98%.

28,2g bã chiết thu được ở trên được sấy khô và nhồi vào ống phản ứng bằng thạch anh. Trước khi gia nhiệt, thổi khí N_2 với lưu lượng 40ml/phút đi qua ống phản ứng để đuổi hết không khí trong bình ra ngoài. Sau 15 phút thổi khí, giảm lưu lượng khí về mức 20 ml/phút, bật công tắc gia nhiệt và cài đặt nhiệt độ cho phản ứng nhiệt phân ở 450°C . Sau thời gian nhiệt phân 30 phút, tắt công tắc gia nhiệt. Khi nhiệt độ giảm xuống dưới 150°C thì ngừng thổi khí N_2 . Sản phẩm thu được là 5,9g dầu sinh học và 6,5g than sinh học.

Ví dụ 3

40g bột vỏ chôm chôm được ngâm chiết 5 lần trong etanol với tỷ lệ của etanol/bột vỏ chôm chôm cho các lần ngâm chiết lần lượt là 7/1, 4/1, 2/1, 1/1, 1/1 (theo thể tích/khối lượng), ở nhiệt độ trong phòng. Gạn ép để tách riêng bã chiết và dịch chiết etanol. Gộp phần dịch chiết etanol thu được sau 5 lần ngâm chiết, lọc qua giấy lọc và tách loại dung môi dưới áp suất giảm để thu được cao chiết tổng với khối lượng 11,8g, và phần bã chiết thu được là 27,9g.

Toàn bộ cao chiết tổng được tiến hành phân tách trên cột sắc ký silica gel pha đảo C_{18} (đường kính cột $\Phi=30$ mm, chiều cao pha tĩnh $L=300\text{mm}$), với hệ dung môi rửa giải là gradient nước/etanol theo tỷ lệ thể tích 100:0 (thể tích dung môi 0,5 lít), 95:5 (thể tích dung môi 0,5 lít), 90:10 (thể tích dung môi 1lít), tốc độ dòng 2 ml/phút để thu được 3 phân đoạn kí hiệu là NL1, NL2 và NL3. Thu lấy phân đoạn NL3. Tiến hành tách loại dung môi của phân đoạn NL3 dưới áp suất giảm để thu được kết tủa geraniin với khối lượng 1,42g. Kết tinh trở lại geraniin trong hệ dung môi nước/etanol có tỉ lệ thể tích là 1/4. Tinh thể geraniin thu được được rửa sạch với nước lạnh ở nhiệt độ 10°C và sấy khô trong chân không ở 40°C . Khối lượng geraniin tinh khiết thu được là 0,83g, độ tinh khiết đạt 97%.

27,9g bã chiết thu được ở trên được sấy khô và nhồi vào ống phản ứng bằng thạch anh. Trước khi gia nhiệt, thổi khí N_2 với lưu lượng 40ml/phút đi qua

ống phản ứng để đuổi hết không khí trong bình ra ngoài. Sau 15 phút thổi khí, giảm lưu lượng khí về mức 20 ml/phút, bật công tắc gia nhiệt và cài đặt nhiệt độ cho phản ứng nhiệt phân ở 550°C . Sau thời gian nhiệt phân 30 phút, tắt công tắc gia nhiệt. Khi nhiệt độ giảm xuống dưới 150°C thì ngừng thổi khí N_2 . Sản phẩm thu được là 6,6g dầu sinh học và 5,0g than sinh học.

Ví dụ 4

0,15g than sinh học thu được ở ví dụ 1 được cho vào 25ml dung dịch Pb (II) có nồng độ 50,04 mg/l, khuấy ở tốc độ 100 vòng/phút, ở nhiệt độ phòng (25°C) trong khoảng thời gian 60 phút. Nồng độ còn lại của dung dịch Pb (II) là 5,23mg/l.

Ví dụ 5

0,15g than sinh học thu được ở ví dụ 2 được cho vào 25ml dung dịch Pb(II) có nồng độ 50,04 mg/l, khuấy ở tốc độ 100 vòng/phút, ở nhiệt độ phòng (25°C) trong khoảng thời gian 70 phút. Nồng độ còn lại của dung dịch Pb(II) là 6,57mg/l.

Hiệu quả đạt được của giải pháp hữu ích

Phương pháp theo giải pháp hữu ích cho phép tách chiết được hoạt chất geraniin có hoạt tính hạ huyết áp và chống tiểu đường từ vỏ chôm chôm phế thải. Ngoài ra, việc tận dụng bã chiết từ phương pháp theo giải pháp hữu ích không những tạo ra các sản phẩm có giá trị như dầu sinh học và than sinh học mà còn giúp giảm phát sinh bã thải rắn, làm giảm ô nhiễm môi trường.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp tách chiết hợp chất geraniin từ vỏ quả chôm chôm (*Nephelium lappaceum* L.) bao gồm các bước:

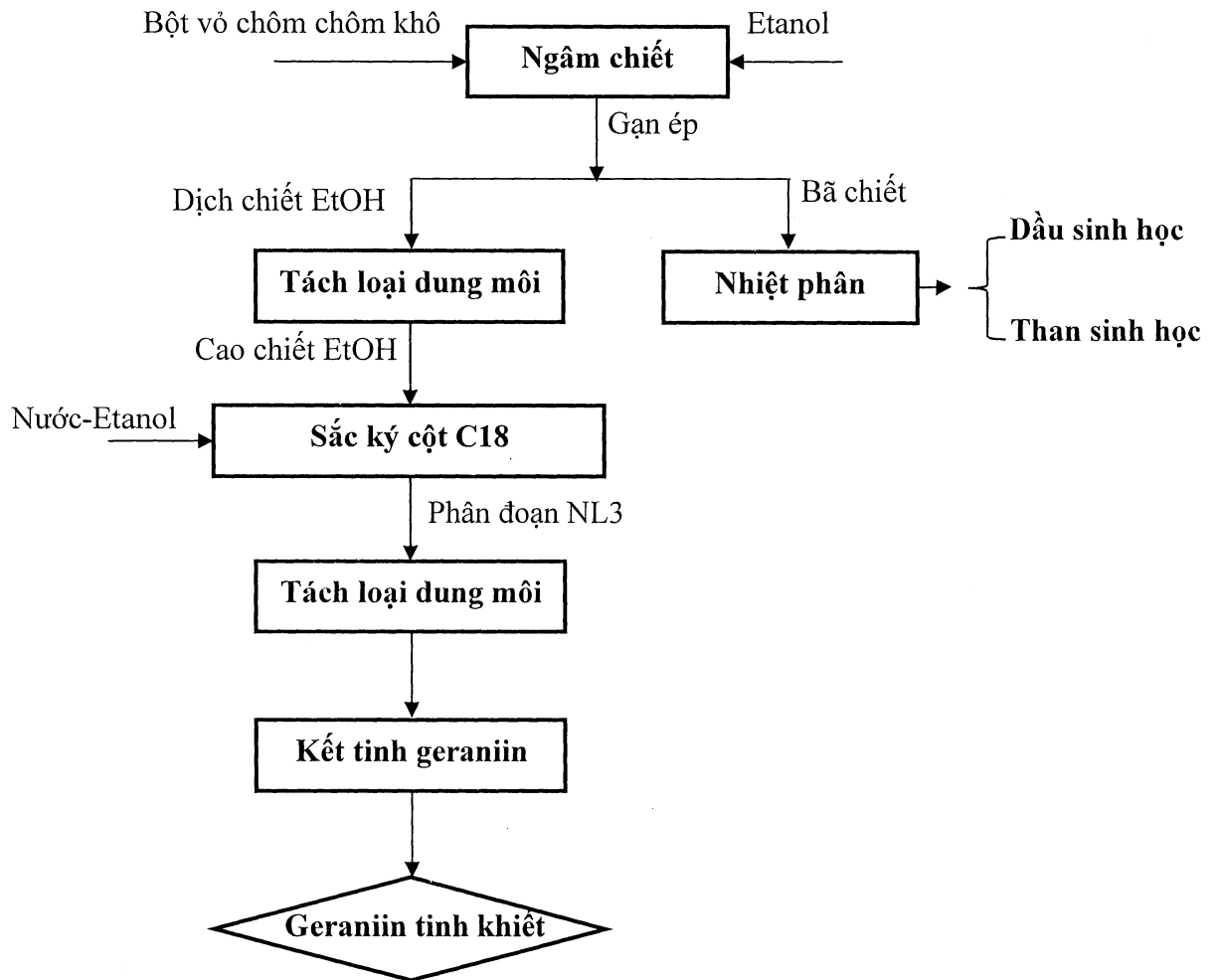
a) nghiền mịn nguyên liệu vỏ quả chôm chôm thành dạng bột, sau đó ngâm chiết bột này trong dung môi etanol ở nhiệt độ phòng trong 24 giờ để thu được dịch chiết etanol và phần bã chiết, trong đó bột vỏ quả chôm chôm được ngâm chiết 3 lần với tỉ lệ etanol/ bột vỏ chôm chôm (theo thể tích/khối lượng) của các lần ngâm chiết lần lượt nằm trong khoảng từ 5/1 đến 15/1, từ 3/1 đến 5/1, và từ 1/1 đến 3/1;

b) lọc phần dịch chiết etanol thu được và tách loại dung môi dưới áp suất giảm để thu được cao chiết tổng;

c) phân lập cao chiết tổng thu được trên sắc ký cột pha đảo C_{18} với hệ dung môi rửa giải nước/etanol theo tỉ lệ thể tích lần lượt là 100:0, 95:5, 90:10 để thu được 3 phân đoạn kí hiệu là NL1, NL2, và NL3; và

d) tách loại dung môi phân đoạn NL3 dưới áp suất giảm để thu được kết tủa geraniin màu vàng chanh, rửa kết tủa này 3 lần bằng nước cất, sau đó tái kết tinh lại trong hệ dung môi nước/etanol theo tỷ lệ thể tích nằm trong khoảng từ 1/1 đến 1/4 ở điều kiện nhiệt độ phòng, tinh thể geraniin thu được được rửa với nước ở nhiệt độ 10-30°C, sau đó sấy khô trong chân không để thu được geraniin tinh khiết.

2. Phương pháp tách chiết hợp chất geraniin theo điểm 1, trong đó phương pháp này còn bao gồm bước nhiệt phân bã chiết thu được ở bước a) để thu được than sinh học và ngưng tụ khí thoát ra trong quá trình nhiệt phân để thu được dầu sinh học.



Hình 1: Quá trình xử lý vỏ chôm chôm theo giải pháp hữu ích