



TẠP CHÍ KHOA HỌC ĐẠI HỌC ĐỒNG THÁP
Dong Thap University Journal of Science

Chuyên san Khoa học Tự nhiên

ISSN 0866-7675 | e-ISSN 2815-567X



DOI: <https://doi.org/10.52714/dthu.15.2.2026.1753>

ĐÁNH GIÁ KHẢ NĂNG LÀM GIÀU POLYPHENOL TỪ CAO CHIẾT VỎ HẠT SEN BẰNG NHỰA MACROPOROUS

Trần Trung Tính¹, Mai Chí Bảo¹, Trần Thị Quế Trân¹ và Nguyễn Thị Hồng Hạnh^{2*}

¹Sinh viên, Khoa Sư phạm Khoa học Tự nhiên, Trường Sư phạm,
Trường Đại học Đồng Tháp, Việt Nam

²Khoa Sư phạm Khoa học Tự nhiên, Trường Sư phạm, Trường Đại học Đồng Tháp, Việt Nam

*Tác giả liên hệ, Email: nthanh@dthu.edu.vn

Lịch sử bài báo

Ngày nhận: 18/3/2025; Ngày nhận chỉnh sửa: 16/6/2025; Ngày duyệt đăng: 23/6/2025

Tóm tắt

Vỏ hạt sen là phần phụ phẩm của quá trình gia công hạt sen, thường bị bỏ đi hoặc phơi khô dùng làm chất đốt. Polyphenol là nhóm hợp chất có đặc tính kháng oxy hóa, có tác dụng bảo vệ tế bào khỏi sự tổn thương do các gốc tự do, ... đã được tìm thấy trong vỏ hạt sen. Với mong muốn nâng cao hàm lượng polyphenol tổng trong cao chiết vỏ hạt sen, đồng thời tận dụng được nguồn dược liệu thiên nhiên trong việc phòng chống bệnh cần phải có một phương pháp làm giàu hoạt chất hiệu quả. Hiện nay, nhựa macroporous đã và đang thu hút sự chú ý rộng rãi nhờ tiềm năng ứng dụng trong các quá trình hấp phụ, phân lập hay tinh chế các hợp chất có hoạt tính sinh học như phenolic, alkaloid, flavonoid, tannin, saponin... từ cao chiết thực vật. Với quy trình thực hiện và vận hành đơn giản, chi phí thấp, không sử dụng dung môi độc hại, có thể tái sử dụng thì việc làm giàu polyphenol bằng nhựa macroporous là một phương án khả thi. Trong bài báo này đã đánh giá một số yếu tố ảnh hưởng đến quá trình làm giàu polyphenol bằng nhựa macroporous. Kết quả cho thấy rằng nhựa HPD 750 có khả năng hấp phụ và giải hấp lần lượt là $18,96 \pm 0,16$ mg/g và $68,56 \pm 1,28$ % tương ứng với các điều kiện: nồng độ cao chiết 5.000 ppm, thời gian hấp phụ 30 phút, dung môi giải hấp ethanol 96% và thời gian giải hấp 180 phút. Hàm lượng polyphenol trong cao chiết trước và sau khi tiến hành làm giàu đã được xác định cho giá trị lần lượt là $363,89 \pm 6,27$ và $517,48 \pm 4,73$ mg GAE/g cao chiết. Từ kết quả này có thể thấy phương pháp làm giàu polyphenol bằng nhựa macroporous là hiệu quả.

Từ khóa: Làm giàu, macroporous, polyphenol, vỏ hạt sen.

Trích dẫn: Trần, T. T., Mai, C. B., Trần, T. Q. T., & Nguyễn, T. H. H. (2025). Đánh giá khả năng làm giàu polyphenol từ cao chiết vỏ hạt sen bằng nhựa macroporous. *Tạp chí Khoa học Đại học Đồng Tháp*, 15(2), 87-91. <https://doi.org/10.52714/dthu.15.2.2026.1753>

Copyright © 2026 The author(s). This work is licensed under a CC BY-NC 4.0 License.

EVALUATING THE ABILITY TO ENRICH THE POLYPHENOL CONTENT IN THE LOTUS SEED EPICARP EXTRACT BY MACROPOROUS RESIN

Tran Trung Tinh¹, Mai Chi Bao¹, Tran Thi Que Tran¹ and Nguyen Thi Hong Hanh^{2*}

¹Student, Faculty of Natural Sciences Teacher Education, School of Education, Dong Thap University, Viet Nam

²Faculty of Natural Sciences Teacher Education, School of Education, Dong Thap University, Viet Nam

*Corresponding author, Email: nthhanh@dthu.edu.vn

Article history

Received: 18/3/2025; Received in revised form: 16/6/2025.; Accepted: 23/6/2025

Abstract

The lotus seed epicarp is a byproduct of lotus seed processing, mostly discarded or dried for use as fuel. Polyphenols, a group of compounds with antioxidant properties that protect cells from damage caused by free radicals, have been found in the lotus seed epicarp. An effective enrichment method is required to enhance the total polyphenol content in lotus seed epicarp extract while utilizing natural medicinal resources for disease prevention. Currently, macroporous resins have been much concerned due to their potential applications in the adsorption, isolation and purification of bioactive compounds such as phenolics, alkaloids, flavonoids, tannins, and saponins from plant extracts. With a simple implementation and operation process, low cost, avoidance of toxic solvents, and the ability to be reused, the enrichment of polyphenols using macroporous resins is considered a feasible and promising approach. This study evaluates several factors affecting the polyphenol enrichment process using macroporous resin. The results show that HPD 750 resin exhibits good adsorption and desorption capacities, with values of 18.96 ± 0.16 mg/g and 68.56 ± 1.28 %, respectively, under the following conditions: extract concentration of 5,000 ppm, adsorption time of 30 minutes, desorption solvent of 96% ethanol, and desorption time of 180 minutes. The polyphenol content in the extract before and after enrichment was determined to be 363.89 ± 6.27 and 517.48 ± 4.73 mg GAE/g. From these results, it can be concluded that the polyphenol enrichment method using macroporous resin is effective.

Keywords: Enrichment, lotus seed epicarp, macroporous, polyphenol.

1. Đặt vấn đề

Cây sen (*Nelumbo nucifera* Gaertn.) là loại thực vật thủy sinh lâu năm, thân rễ, có hoa thuộc họ *Nelumbonaceae* (Tungmunnithum & cs., 2018). Cây sen là một trong ít thực vật mà các bộ phận đều được sử dụng, vừa mang lại giá trị kinh tế, giá trị về trang trí, làm cảnh vừa được xem là một nguồn thảo dược quý (Dhanarasu & Al-Hazimi, 2013). Hạt sen có chứa một loạt các hợp chất như flavonoid, glycoside, phenolic, alkaloid,..., có tác dụng kháng oxy hóa, chống béo phì, phòng ngừa các bệnh về tim mạch,...(Arooj & cs., 2021). Lá sen chứa các hợp chất alkaloid, flavonoids, polysaccharide có khả năng hạn chế bệnh tiểu đường, chống rối loạn thần kinh, chống viêm, chống ung thư, bảo vệ gan,...(Wang & cs., 2021).

Ở nước ta, sen được trồng ở nhiều nơi. Tại địa bàn huyện Tháp Mười (Đồng Tháp) có khoảng 400 ha với năng suất bình quân hơn 3 tấn/ha, lợi nhuận từ việc trồng sen lãi gấp 4 – 6 lần so với trồng lúa. Sản lượng thu hoạch và gia công hạt sen hằng năm với năng suất lớn do đó lượng phụ phẩm vỏ hạt sen cũng nhiều đáng kể. Trong đó vỏ hạt sen được cho là có chứa một lượng đáng kể polyphenol (Shen & cs., 2019), một nhóm hợp chất được tìm thấy nhiều từ các loại thực vật trong tự nhiên, có đặc tính kháng oxy hóa, có tác dụng bảo vệ tế bào khỏi sự tổn thương do các gốc tự do và đã có nghiên cứu cho rằng polyphenol là chất kháng oxy hóa và chống ung thư đầy hứa hẹn (Srđić-Rajđić & Konić Ristić, 2016).

Hấp phụ là một trong những phương pháp làm giàu hoạt chất hiệu quả, giúp sơ bộ loại bỏ tạp chất. Phương pháp này được áp dụng thành công trong việc phân lập và làm giàu các hợp chất có hoạt tính sinh học như phenolic, flavonoid,...(Li & Chase, 2010). Hiện nay, việc ứng dụng nhựa macroporous trong việc hấp phụ ở nhiều lĩnh vực khác nhau như chiết xuất dược liệu, công nghệ sinh học, y sinh ngày càng được quan tâm và chú ý (Mattiasson & cs., 2009). Đã có khảo sát về việc làm giàu polyphenol trên cây dâu tằm bằng nhựa macroporous. Các loại nhựa được khảo sát gồm có: AB 8, ADS 17, HPD 100, D 101, DM 301. Kết quả cho thấy nhựa HPD 100 có khả năng hấp phụ và giải hấp tốt nhất với tỉ lệ thu hồi polyphenol đến 70% (Nguyen, 2021). Tương tự với việc làm giàu hàm lượng tổng flavonoid, polyphenol và chất kháng oxy hóa bằng nhựa hấp phụ macroporous trên lá của cây có tên khoa học là *Newbouldia laevis* cũng cho kết quả tốt, sau quá trình làm giàu hàm lượng polyphenol và flavonoid tổng lần lượt tăng từ 12% lên 33% và 30% lên 74% (Francis Umeogaju & cs., 2023). Đồng thời việc tối ưu hóa quá trình làm giàu polyphenol tổng từ chiết xuất ethanol của lá ôi (GEE) bằng cách sử dụng sáu loại nhựa hấp phụ macroporous bao gồm AB 8, D 101, X 5, ADS 17, S 400 và AD 7. Kết quả chỉ ra rằng việc xử lý chiết xuất GEE bằng nhựa macroporous AB 8 ở nồng độ 15 mg GEE/g nhựa, thời gian hấp phụ 45 phút, thời gian rửa giải 40 phút và nồng độ ethanol rửa giải 50% đã cải thiện flavonoid và nồng độ phenol của GEE lần lượt là 2 và 2,5 lần. Khả năng loại bỏ gốc DPPH, khả năng khử sắt của huyết tương (FRAP), hoạt tính chống tan máu và chống peroxide hóa của cao chiết sau khi làm giàu được cải thiện so với chiết xuất thô lần lượt là 1,5; 1,6; 1,4 và 1,88 lần (Francis Umeogaju & cs., 2023). Ở kết quả nghiên cứu khác cũng cho thấy nhựa D 101 có khả năng tinh chế cao lên đến 51% khi làm giàu polyphenol từ sản phẩm phụ tinh chế ngũ cốc (Wang & cs., 2019). Mức độ làm giàu polyphenol trong vỏ hạt phi bằng nhựa macroporous cũng đã được thực hiện. Trong nghiên cứu này, ba loại nhựa macroporous Amberlite được so sánh để đánh giá mức độ làm giàu polyphenol thông qua cơ chế hấp phụ và giải hấp. XAD 16 cho thấy khả năng hấp phụ cao nhất, với tỷ lệ thu hồi là 87,7%. Tỷ lệ giải hấp polyphenol cao nhất được quan sát thấy khi sử dụng dung dịch ethanol 70% với tốc độ dòng chảy là 1,5 thể tích lớp/h (Seif Zadeh & Zeppa, 2022).

Việc làm giàu các hoạt chất như polyphenol, flavonoid, alkaloid,... bằng nhựa macroporous với nhiều phương pháp khác nhau đã và đang được sử dụng phổ biến ở cả trong và ngoài nước. Với mỗi loại nhựa sẽ phù hợp để làm giàu cho những nhóm hợp chất khác

nhau, để lựa chọn ra loại nhựa phù hợp chủ yếu dựa vào đặc điểm của cao chiết thảo dược và đặc tính hóa lí của nhựa hấp phụ. Thông qua các kết quả nghiên cứu cho thấy việc sử dụng nhựa macroporous để làm giàu hoạt chất có nhiều ưu điểm như: thuận tiện, vận hành đơn giản, chi phí thấp và không sử dụng dung môi độc hại, dễ tái tạo sau khi sử dụng (Li & Chase, 2010; Okay, 2000). Vì thế nhựa macroporous được xem là một phương án khả thi dùng để cô lập và tinh chế một số hợp chất phenolic từ nhiều loại dịch chiết thực vật (Che Zain & cs., 2020).

Trong nghiên cứu này, chúng tôi tiến hành đánh giá các điều kiện ảnh hưởng đến khả năng hấp phụ và khả năng giải hấp polyphenol trên nhựa macroporous. Đồng thời đánh giá hàm lượng polyphenol tổng của cao chiết trước và sau quá trình làm giàu.

2. Vật liệu và phương pháp

2.1. Nguyên liệu

Cao vỏ hạt sen được chiết xuất theo nghiên cứu của nhóm tác giả nghiên cứu trước đó (Đặng, 2023). Nguyên liệu thô được thu mua vào tháng 06 năm 2024 ở cơ sở gia công hạt sen tại huyện Cao Lãnh, tỉnh Đồng Tháp. Mẫu thực vật được định danh dựa trên các đặc điểm mô tả hình thái theo bộ sách Cây cỏ Việt Nam quyển III (Phạm, 2003).

2.2. Hóa chất và thiết bị

2.2.1. Hóa chất

Ethanol (Et) 96% (Việt Nam), hydrochloric acid 36 – 38% (Trung Quốc), sodium hydroxide $\geq 96,0\%$ (Trung Quốc), folin – ciocalteu (Trung Quốc), sodium carbonate $\geq 98,0\%$ (Trung Quốc), gallic acid $\geq 98,5\%$ (Trung Quốc). Các loại nhựa bao gồm H 103, DM 301, D 101, ADS 17, AB 8, HPD 100, HPD 722, HPD 750 (Trung Quốc).

2.2.2. Thiết bị

Hệ thống đun hồi lưu, bộ cô quay chân không IKA WERKE RV06–ML, tủ sấy UNB200 Memmert, bể siêu âm Elma S100, cân phân tích Ohaus PA123, máy lắc tròn Phoenix RS – OS 20, máy đo quang phổ BK – S380 Biobase, micropipette Dragon Lab 100 – 1.000 μL , máy khuấy từ gia nhiệt.

2.3. Phương pháp nghiên cứu

2.3.1. Chiết cao vỏ hạt sen

Vỏ hạt sen sau khi được thu mua thì loại bỏ phần bị hư, rửa sạch, phơi khô. Sau đó xay nhuyễn thu được nguyên liệu bột vỏ hạt sen. Với mỗi lần chiết xuất, bột vỏ hạt sen được đun hồi lưu trong ethanol 70% (tỉ lệ 1:20 w/v) với thời gian 90 phút, nhiệt độ 60°C, lặp lại 3 lần. Dịch chiết tiến hành cô quay đuổi dung môi thu được cao chiết ethanol vỏ hạt sen (Đặng, 2023). Cao chiết được bảo quản trong tủ lạnh ở 4°C.

2.3.2. Hoạt hóa nhựa

Mục đích của việc hoạt hóa nhựa trước khi sử dụng là để loại bỏ tạp chất, lượng hóa chất dư thừa và kích hoạt các nhóm chức trên bề mặt giúp tăng cường khả năng hấp phụ, tăng độ tin cậy trong quá trình sử dụng. Ngâm nhựa trong ethanol 96%, sau 24 giờ rửa bằng nước cất. Tiến hành ngâm nhựa trong dung dịch NaOH 1,0 mol.L⁻¹ trong 6 giờ và rửa bằng nước cất đến pH = 7. Sau đó lại ngâm với dung dịch HCl 1,0 mol.L⁻¹ trong 6 giờ thì rửa bằng nước cất đến môi trường trung tính. Nhựa sau quá trình rửa tiến hành sấy ở 60°C trong 48 giờ. Trước khi sử dụng, cần ngâm nhựa trong ethanol 80%, 2 giờ. Sau đó lọc và sử dụng cho quy trình tiếp theo.

Bảng 1. Một số thông số vật lý và đặc điểm của các loại nhựa

Nhựa	Diện tích bề mặt (m ² /g)	Đường kính lỗ xốp trung bình (Å)	Đường kính hạt (mm)	Phân cực
AB 8	480 – 520	130 – 140	0,30 – 1,25	Yếu cực
ADS 17	90 – 150	200 – 300	0,30 – 1,25	Trung cực
D 101	400 – 600	100 – 120	0,20 – 0,60	Không phân cực
DM 301	≥ 330	130 – 170	0,30 – 1,25	Trung cực
HPD 100	650 – 700	85 – 90	0,30 – 1,20	Không phân cực
HPD 722	485 – 530	130 – 140	0,30 – 1,25	Yếu cực
HPD 750	650 – 700	85 – 90	0,30 – 1,20	Trung cực
H 103	900 – 1100	84 – 94	0,30 – 1,25	Không phân cực

Nguồn: (Chen & cs., 2018; Wang & cs., 2014; Yang & cs., 2014).

2.3.3. Xác định độ ẩm

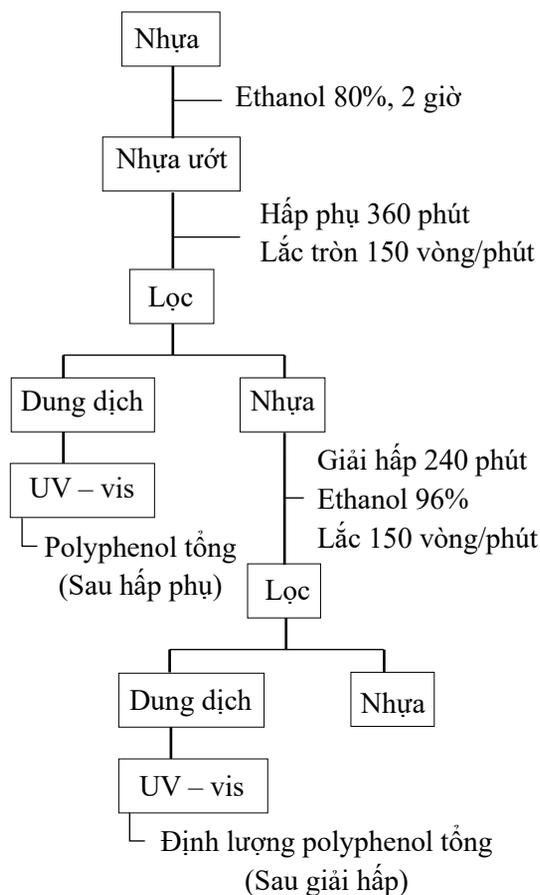
Độ ẩm của cao chiết được xác định bằng phương pháp mất khối lượng do làm khô theo Dược điển Việt Nam có hiệu chỉnh, sự giảm khối lượng của mẫu thử biểu thị bằng phần trăm khi tiến hành làm khô trong tủ sấy ở điều kiện nhiệt độ xác định (Hội đồng Dược điển Việt Nam, 2017). Cân chính xác 1,0 g cao chiết, sau đó sấy ở nhiệt độ 100°C trong tủ sấy cho đến khi khối lượng không đổi, từ đó xác định được độ ẩm.

2.3.4. Định lượng polyphenol bằng phương pháp so màu (Phương pháp Folin – Ciocalteu)

Hàm lượng polyphenol được xác định bằng phương pháp của Singleton và cộng sự (1999) có hiệu chỉnh. Quá trình tiến hành trong điều kiện tránh ánh sáng. Hỗn hợp phản ứng gồm 200 µL dịch chiết tác dụng với 2,5 mL dung dịch thuốc thử Folin – Ciocalteu 10%. Ủ khoảng 5 phút, sau đó thêm vào hỗn hợp 2,0 mL dung dịch Na₂CO₃ 10%. Ủ hỗn hợp 30 – 40 phút trong bóng tối, sau đó đo mật độ quang ở bước sóng 756 nm. Dựa trên phương trình đường chuẩn của gallic acid, từ đó xác định hàm lượng của polyphenol trong cao chiết vỏ hạt sen (Singleton & cs., 1999).

2.3.5. Khảo sát khả năng hấp phụ và giải hấp hoạt chất của một loại nhựa

Mỗi loại nhựa có đặc điểm và thông số vật lý khác nhau, nên khả năng hấp phụ và giải hấp đối với từng đối tượng cao chiết thảo dược cũng khác nhau. Để lựa chọn được loại nhựa phù hợp cho quá trình hấp phụ và giải hấp polyphenol trong cao chiết vỏ hạt sen. Nhóm nghiên cứu đã tiến hành khảo sát tám loại nhựa macroporous bao gồm: ADS 17, DM 301, AB 8, D 101, HPD 100, HPD 722 và HPD 750.



Hình 1. Quy trình hấp phụ và giải hấp trên nhựa macroporous

2.3.6. Khảo sát dung môi hòa tan cao chiết vỏ hạt sen

Có nhiều loại dung môi có khả năng hòa tan cao chiết, nhưng cần lựa chọn loại dung môi tối ưu để đạt hiệu quả hòa tan cao nhất. Ở thí nghiệm khảo sát này, các dung môi được lựa chọn để sử dụng bao gồm: nước cất, ethanol 20%, ethanol 40%, ethanol 60%, ethanol 80% và ethanol 96%. Quy trình khảo sát tiến hành với tỉ lệ cao chiết và dung môi là 1:200, sau đó tiến hành siêu âm trong 5 phút và so sánh độ hòa tan cao chiết của từng loại dung môi khác nhau để xác định dung môi phù hợp nhất.

2.3.7. Khảo sát các yếu tố ảnh hưởng đến khả năng hấp phụ

a. Khảo sát ảnh hưởng của nồng độ

Chuẩn bị dung dịch cao chiết có nồng độ lần lượt là 500; 1.000; 2.000; 3.000; 4.000; 5.000 và 7.500 ppm. Quá trình khảo sát sử dụng 1 gam nhựa ướt hấp phụ với 20 mL dịch chiết với dãy nồng độ tương ứng như trên trong 360 phút, ở nhiệt độ 25°C với tốc độ lắc tròn là 150 vòng/phút. Sau quá trình hấp phụ, giữ lại dịch chiết để phân tích.

b. Khảo sát ảnh hưởng của thời gian

Khi đã lựa chọn nồng độ phù hợp, tiến hành đánh giá khả năng hấp phụ theo thời gian. Mỗi mẫu thực hiện hấp phụ 1 gam nhựa đã hoạt hóa với 20 mL dịch chiết. Sau mỗi mốc thời gian 30; 60; 90; 120 và 180 phút thì tiến hành lọc mẫu, thu được dung dịch sau hấp phụ. Tiến hành phân tích đánh giá khả năng hấp phụ.

2.3.8. Khảo sát các yếu tố ảnh hưởng đến khả năng giải hấp

a. Khảo sát ảnh hưởng của dung môi

Chuẩn bị dịch chiết và tiến hành quá trình hấp phụ với các điều kiện đã được khảo sát. Quá trình hấp phụ kết thúc, lọc tách phần dịch chiết và nhựa. Phần nhựa vừa thu được giải hấp với các dung môi khác nhau bao gồm nước, ethanol 20%; 40%; 60%; 80% và 96% trong 240 phút (máy lắc, 150 vòng/phút). Tỷ lệ nhựa và dung môi là 1:20. Sau đó, lọc và giữ phần dịch chiết để phân tích.

b. Khảo sát ảnh hưởng của thời gian

Thực hiện quá trình hấp phụ theo các điều kiện đã khảo sát. Nhựa sau khi lọc, đem giải hấp với dung môi thích hợp đã lựa chọn và tiến hành đánh giá khả năng giải hấp theo thời gian. Các mẫu được hấp phụ với tỷ lệ 1 gam nhựa đã hoạt hóa với 20 mL dung môi. Các mốc thời gian khảo sát gồm 15; 30; 60; 90; 120; 180 và 240 phút. Tiến hành lọc mẫu, thu được dung dịch chiết và đem phân tích.

2.3.9. Đánh giá hàm lượng polyphenol tổng sau khi làm giàu

Cao chiết thu được sau quá trình làm giàu trong điều kiện đã khảo sát sẽ được định lượng polyphenol tổng theo phương pháp Folin – Ciocalteu. Khi đã xác định được hàm lượng phenol tổng trong cao làm giàu, sẽ tiến hành so sánh với hàm lượng polyphenol trong cao chiết ban đầu.

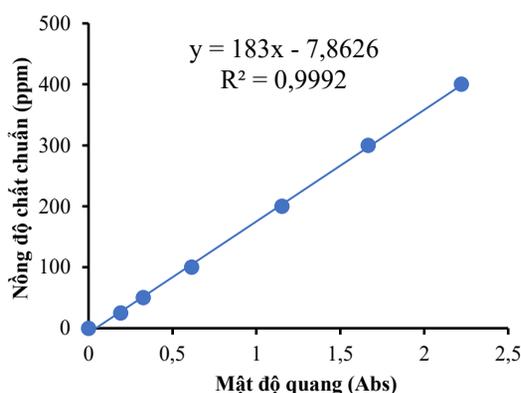
2.3.10. Xử lý số liệu

Các phép thực nghiệm được thực hiện lặp lại ba lần và kết quả được biểu thị bằng giá trị trung bình \pm độ lệch chuẩn. Dữ liệu của kết quả được phân tích chi tiết với công cụ Microsoft Excel.

3. Thảo luận kết quả

3.1. Hàm lượng polyphenol trong cao chiết

Gallic acid là một acid hữu cơ thuộc nhóm polyphenol. Phương trình tuyến tính của gallic acid là $y = 183x - 7,8626$ ($R^2 = 0,9992$), trong đó trục y tương ứng nồng độ chất chuẩn gallic acid, trục x tương ứng giá trị độ hấp thụ quang (Abs).



Hình 2. Đường tuyến tính gallic acid chuẩn

Thực hiện quy trình định lượng polyphenol bằng phương pháp Folin – Ciocalteu. Kết quả cho thấy hàm lượng polyphenol tổng trong cao chiết vỏ hạt sen là $363,89 \pm 6,27$ mg GAE/g cao chiết. Kết quả phù hợp với kết quả của công trình của nhóm tác giả nghiên cứu trước đó (Đặng, 2023).

3.2. Độ ẩm của cao chiết

Độ ẩm là một thông số quan trọng trong việc đánh giá chất lượng mẫu. Để xác định độ ẩm của cao vỏ hạt sen, tiến hành như sau: Cân chính xác 1,00 gam cao chiết đặt trong tủ sấy ở nhiệt độ 100°C cho đến khi khối lượng không đổi. Kết quả cuối cùng cho thấy khối lượng cao còn lại là 0,92 gam. Từ đó, độ ẩm của cao chiết được xác định là 8,7%. Độ ẩm (x %) của cao chiết được tính theo công thức sau:

$$x (\%) = \frac{p - a}{a} \times 100$$

Trong đó:

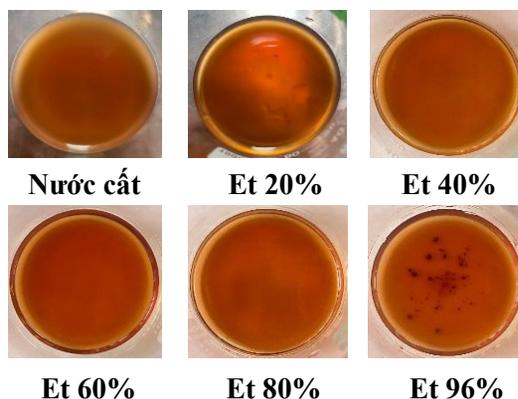
p là khối lượng cao trước khi sấy (gam)

a là khối lượng cao sau khi sấy (gam)

Với cao chiết vỏ hạt sen có độ ẩm là 8,7% đạt tiêu chuẩn về độ ẩm không quá 12,0% theo Dược điển Việt Nam (Hội đồng Dược điển Việt Nam, 2017).

3.3. Dung môi hòa tan cao chiết

Khi khảo sát các loại dung môi gồm nước cất, ethanol 20%, ethanol 40%, ethanol 60%, ethanol 80% và ethanol 96% thì ethanol 80% cho thấy khả năng hòa tan cao chiết tốt nhất, gần như hoàn toàn. Do đó, ethanol 80% được lựa chọn làm dung môi hòa tan cao chiết để tiến hành quá trình hấp phụ.



Hình 3. Mức độ hòa tan của cao chiết trong các dung môi

3.4. Khả năng hấp phụ và giải hấp của một số loại nhựa

Kết quả thể hiện ở Bảng 2 cho thấy đối với polyphenol trong cao vỏ hạt sen, nhựa HPD 750 có khả năng hấp phụ tốt nhất là $18,60 \pm 1,12$ mg/g. Độ giải hấp của các loại nhựa không có sự chênh lệch quá nhiều. Tuy nhiên, nhựa HPD 750 cho khả năng giải hấp cao hơn các loại nhựa khác, với độ giải hấp là $49,33 \pm 2,79$ %.

Bảng 2. Khả năng hấp phụ và giải hấp polyphenol trên một số loại nhựa

	Khả năng hấp phụ (mg/g)	Khả năng giải hấp (%)
AB 8	$17,08 \pm 1,49$	$35,08 \pm 1,96$
H 103	$11,43 \pm 3,26$	$38,80 \pm 4,42$

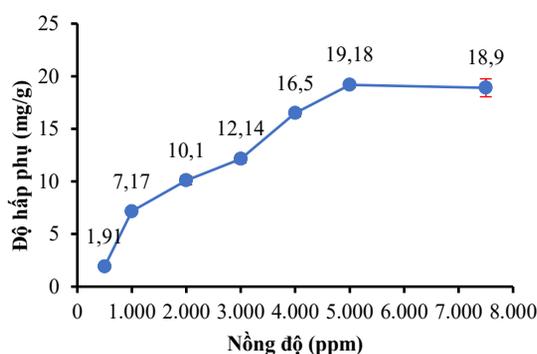
D 101	11,37 ± 3,03	38,35 ± 2,61
ADS 17	9,16 ± 2,20	44,15 ± 2,06
DM 301	10,95 ± 2,11	40,86 ± 1,78
HPD 100	13,21 ± 0,34	45,93 ± 1,65
HPD 722	16,77 ± 0,37	44,74 ± 1,83
HPD 750	18,60 ± 1,12	49,33 ± 2,79

Theo đặc tính hóa lý của tám loại nhựa được thể hiện ở Bảng 1 và kết quả thực nghiệm ở Bảng 2, khả năng hấp phụ polyphenol không chỉ liên quan đến diện tích bề mặt và đường kính lỗ xốp mà hiệu quả hấp phụ còn liên quan đến độ phân cực của nhựa. Sự hấp phụ polyphenol của nhựa macroporous không chỉ là do sự gắn kết của phân tử được hình thành bởi cấu trúc của lỗ xốp và diện tích bề mặt mà còn có thể do sự khuếch tán của tương tác van der Waals giữa chất hấp phụ và polyphenol. Yang và cộng sự cũng đã khảo sát nhựa để làm giàu vindoline, catharanthine và vinblastine từ cây dừa cạn Madagascar và chứng minh rằng HPD 750 có khả năng hấp phụ và giải hấp tốt nhất (Yang & cs., 2022).

Nhóm nghiên cứu nhận thấy HPD 750 là loại nhựa thích hợp cho quá trình làm giàu polyphenol trong cao chiết vỏ hạt sen. Tuy nhiên để có thể lựa chọn các điều kiện hấp phụ và giải hấp cho kết quả tối ưu nhất cần tiến hành nhiều khảo sát về các yếu tố ảnh hưởng đến quá trình làm giàu hoạt chất.

3.5. Ảnh hưởng của nồng độ đến khả năng hấp phụ

Quá trình khảo sát được thực hiện với dãy nồng độ dịch chiết từ 500–7.500 ppm nhằm đánh giá ảnh hưởng của nồng độ đầu vào đến hiệu quả hấp phụ polyphenol trên nhựa HPD 750. Kết quả được thể hiện ở Hình 4 và Bảng 3 cho thấy khả năng hấp phụ (mg polyphenol/g nhựa) có xu hướng tăng tỷ lệ thuận với nồng độ dung dịch trong khoảng từ 500–5.000 ppm.



Hình 4. Khả năng hấp phụ polyphenol ở các nồng độ khác nhau

Cụ thể, khi nồng độ dịch chiết tăng từ 500 ppm lên 5.000 ppm, lượng polyphenol hấp phụ tăng từ $1,91 \pm 0,21$ mg/g lên $19,18 \pm 0,24$ mg/g. Sự gia tăng này phản ánh hiện tượng tăng gradient nồng độ giữa pha lỏng và pha rắn, từ đó làm tăng động lực khuếch tán polyphenol từ dung dịch đến bề mặt nhựa, giúp quá trình hấp phụ diễn ra hiệu quả hơn. Tuy nhiên, tại nồng độ 7.500 ppm, lượng polyphenol hấp phụ đạt $18,90 \pm 0,85$ mg/g, tương đương với giá trị tại 5.000 ppm. Điều này cho thấy tại nồng độ cao, bề mặt nhựa đã gần đạt trạng thái bão hòa, các

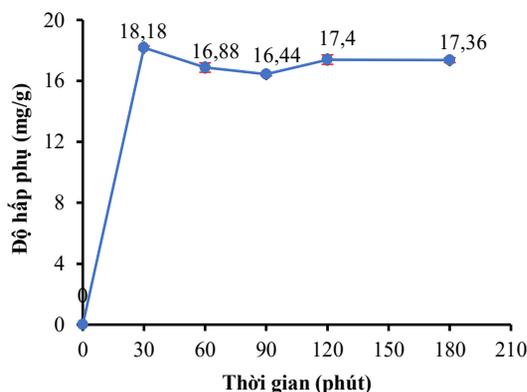
vị trí hấp phụ sẵn có bị chiếm gần hết, dẫn đến hiệu suất hấp phụ không còn tăng đáng kể. Do đó, nồng độ 5.000 ppm được chọn để tiến hành khảo sát các bước tiếp theo.

Bảng 3. Khả năng hấp phụ polyphenol ở các nồng độ khác nhau

Nồng độ	Khả năng hấp phụ (mg/g)
500	1,91 ± 0,21
1.000	7,17 ± 0,11
2.000	10,10 ± 0,42
3.000	12,14 ± 0,38
4.000	16,50 ± 0,35
5.000	19,18 ± 0,24
7.500	18,90 ± 0,85

3.6. Ảnh hưởng của thời gian đến khả năng hấp phụ

Với nồng độ 5.000 ppm và tiến hành khảo sát ở các mốc thời gian từ 30 – 180 phút. Kết quả cho thấy khả năng hấp phụ ở các mốc thời gian tương đối như nhau, để tối ưu hóa cho quá trình hấp phụ thì thời gian được chọn là 30 phút. Tại thời điểm 30 phút thì quá trình hấp phụ đạt trạng thái cân bằng động. Đặc điểm này có thể được giải thích dựa trên cấu trúc vật liệu là nhựa HPD 750 có diện tích bề mặt lớn, hệ thống mao quản phát triển tốt và kích thước lỗ xốp phù hợp với kích thước phân tử polyphenol, từ đó thúc đẩy quá trình khuếch tán bề mặt và hấp phụ diễn ra nhanh. Kết quả cho thấy nhựa HPD 750 có khả năng hấp phụ nhanh, giúp tiết kiệm thời gian hấp phụ.

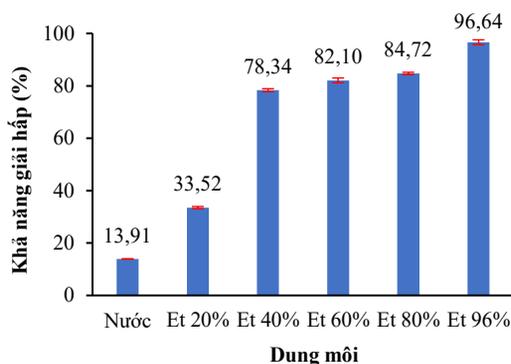


Hình 5. Khả năng hấp phụ polyphenol theo thời gian

3.7. Ảnh hưởng của dung môi đến khả năng giải hấp

Khi lựa chọn dung môi giải hấp ngoài việc xem xét về khả năng giải hấp còn xét về khía cạnh an toàn đối với con người và môi trường, dung môi xanh như ethanol và nước là những lựa chọn được ưu tiên sử dụng làm dung dịch giải hấp. Quá trình khảo sát các loại dung môi giải hấp gồm nước, ethanol 20%, ethanol 40%, ethanol 60%, ethanol 80% và ethanol 96%.

Tỷ lệ giải hấp polyphenol trên nhựa HPD 750 đối với các loại dung môi khác nhau được trình bày ở Hình 6. Kết quả cho thấy phần trăm giải hấp tăng dần khi nồng độ ethanol tăng. Ethanol 96% có khả năng giải hấp cao nhất là $96,64 \pm 0,94\%$ do đó được lựa chọn làm dung môi giải hấp.

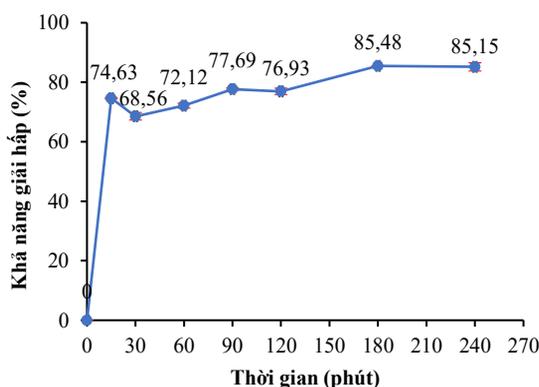


Hình 6. Khả năng giải hấp polyphenol của các loại dung môi

Các dung môi có thành phần ethanol cao (như ethanol 96%) có độ phân cực thấp hơn nước, làm tăng khả năng hòa tan các phân tử nước của phân tử polyphenol, đồng thời phá vỡ các tương tác van der Waals và $\pi - \pi$ với bề mặt nhựa. Ngoài ra ethanol 96% có khả năng làm giảm năng lượng tương tác giữa polyphenol và nhựa, tạo điều kiện cho polyphenol khuếch tán ra khỏi bề mặt hấp phụ nhanh chóng và hiệu quả.

3.8. Ảnh hưởng của thời gian đến khả năng giải hấp

Sau khi đã xác định được các điều kiện cho quá trình hấp phụ và dung môi cho quá trình giải hấp, thì tiến hành đánh giá ảnh hưởng của thời gian đến quá trình giải hấp. Kết quả cho thấy quá trình giải hấp xảy ra nhanh, tại thời điểm 15 phút thì khả năng giải hấp đã đạt $74,63 \pm 0,24\%$. Theo thời gian, khả năng giải hấp polyphenol có xu hướng tăng nhẹ và bắt đầu đạt trạng thái cân bằng tại 180 phút, thời gian đủ để giải hấp lượng polyphenol.



Hình 7. Khả năng giải hấp polyphenol theo thời gian

Hiệu suất giải hấp cao ngay từ 15 phút đầu là do giai đoạn 0–15 phút thì nồng độ polyphenol cao tại bề mặt nhựa giúp khuếch tán nhanh vào dung môi, nhờ vậy tốc độ giải hấp diễn ra mạnh. Giai đoạn từ 15–180 phút phân tử polyphenol còn lại nằm sâu trong cấu trúc mao quản, phải trải qua quá trình khuếch tán nội bộ chậm hơn. Do đó, tốc độ giải hấp giảm dần và đạt trạng thái cân bằng khi lượng polyphenol khuếch tán ra ngoài bằng với lượng bị giữ lại bởi nhựa.

3.9. Đánh giá hàm lượng polyphenol trong cao chiết làm giàu

Từ cao chiết ban đầu thông qua quá trình làm giàu với các điều kiện đã được khảo sát, kết quả cho thấy hàm lượng polyphenol tổng cải thiện từ $363,89 \pm 6,27$ lên $517,48 \pm 4,73$ mg GAE/g cao chiết, tương ứng tăng từ 36,34% lên 51,75%. Từ đó cho thấy phương pháp làm giàu hợp chất polyphenol có trong cao chiết vỏ hạt sen bằng nhựa macroporous là một phương án khả thi và có hiệu quả.

Hiện nay chưa có báo cáo nào được công bố về việc sử dụng nhựa HPD 750 cho quá trình làm giàu polyphenol trên cao chiết vỏ hạt sen. Tuy nhiên, đã có nhiều công trình nghiên cứu về việc ứng dụng nhựa macroporous trong quá trình phân lập hay tinh chế hoạt chất thuộc họ phenolic trên nhiều đối tượng khác nhau. Chẳng hạn, việc làm nâng cao hàm lượng polyphenol tổng ở lá của cây có tên khoa học là *Newbouldia laevis* bằng nhựa X5 cho kết quả tốt, sau quá trình làm giàu hàm lượng polyphenol từ 12% tăng lên 33% (Francis Umeogaju & cs., 2023). Hay ở báo cáo khác cũng cho thấy nhựa macroporous có khả năng tinh chế hoạt chất cao, với D 101 có khả năng tinh chế lên đến 51% khi làm giàu polyphenol từ sản phẩm phụ tinh chế ngũ cốc (Wang & cs., 2019) hay XAD 16 với tỷ lệ thu hồi polyphenol là 87,7% đối với vỏ hạt phỉ (Seif Zadeh & Zeppa, 2022). Từ kết quả đó nhận thấy cùng là hợp chất polyphenol nhưng trên các đối tượng nhau thì quá trình làm giàu sẽ tương ứng với các loại nhựa khác nhau.

Ngoài ra, nghiên cứu hiện tại đã cho thấy phương pháp hấp phụ bằng nhựa macroporous đã được áp dụng thành công để làm giàu hoạt chất polyphenol trong cao chiết vỏ hạt sen.

4. Kết luận

Nhựa macroporous là polymer ổn định về mặt hóa lý với thông số vật lý và đặc điểm cấu trúc khác nhau, vì vậy tương ứng mỗi loại nhựa sẽ phù hợp để sử dụng hấp phụ hay tinh chế các hoạt chất khác nhau. Với HPD 750 là loại nhựa phân cực trung bình, có diện tích bề mặt và kích thước lỗ lớn cung cấp nhiều vị trí hoạt động phù hợp cho việc các phân tử polyphenol kích thước tương đối có thể khuếch tán và gắn kết hiệu quả với bề mặt hấp phụ. Sau giai đoạn hấp phụ, nhựa được giải hấp để thu hồi hoạt chất, đồng thời loại bỏ tạp chất.

Trong nghiên cứu này, nhựa HPD 750 đã được đánh giá là phù hợp cho quá trình làm giàu polyphenol trong cao chiết vỏ hạt sen, được đặc trưng bằng các điều kiện đã khảo sát: nồng độ cao chiết 5.000 ppm, thời gian hấp phụ 30 phút, dung môi giải hấp ethanol 96% và thời gian giải hấp 180 phút. Điều này dẫn đến khả năng hấp phụ và giải hấp polyphenol tăng lên. Hàm lượng polyphenol tổng được cải thiện từ $363,89 \pm 6,27$ GAE mg/g đối với cao ban đầu lên tới $517,48 \pm 4,73$ GAE mg/g đối với cao làm giàu, tăng 153,59 mg GAE/g.

Việc làm giàu polyphenol có trong vỏ hạt sen bằng nhựa macroporous là một phương pháp hiệu quả giúp loại bỏ các tạp chất và giữ lại các hoạt chất có lợi. Đây là một phương pháp với nhiều điểm nổi bật: có thể sử dụng đa dạng cho việc hấp phụ hoạt chất thiên nhiên khác nhau tùy thuộc vào đặc điểm của cao chiết và đặc tính của nhựa; quy trình đơn giản, chi phí thấp và không sử dụng dung môi hóa chất độc, giúp bảo vệ môi trường.

Lời cảm ơn: Nghiên cứu này được hỗ trợ bởi đề tài mã số SPD2024.02.13.

Tài liệu tham khảo

Arooj, M., Imran, S., Inam-Ur-Raheem, M., Rajoka, M. S. R., Sameen, A., Siddique, R.,...Aadil, R. M. (2021). Lotus seeds (*Nelumbinis semen*) as an emerging therapeutic seed: A comprehensive review. *Food Science & Nutrition*, 9(7), 3971-3987. <https://doi.org/10.1002/fsn3.2313>

- Che Zain, M. S., Lee, S. Y., Teo, C. Y., & Shaari, K. (2020). Adsorption and Desorption Properties of Total Flavonoids from Oil Palm (*Elaeis guineensis* Jacq.) Mature Leaf on Macroporous Adsorption Resins. *Molecules*, 25(4), 778. <https://doi.org/10.3390/molecules25040778>
- Chen, Q., Zhang, T.-T., & Jiang, J.-G. (2018). Adsorption and Desorption Behaviour of the Flavonoids from *Rubus chingii* Hu Fruit on Macroporous Adsorption Resins. *Chiang Mai Journal of Science*, 45(1), 331-341.
- Đặng, T. H. N., Trần, Đ. K., Phạm, D. K., Nguyễn, H. T. & Nguyễn, T. H. H., (2023). Khảo sát hoạt tính kháng oxy hóa dịch chiết gương sen. *Tap chí Khoa học Đại học Đồng Tháp*, 12(8), 112-120. <https://doi.org/10.52714/dthu.12.8.2023.1159>
- Dhanarasu, S., & Al-Hazimi, A. (2013). Phytochemistry, pharmacological and therapeutic applications of *Nelumbo nucifera*. *Asian Journal of Phytomedicine and Clinical Research*, 1, 123-136.
- Hội đồng Dược điển Việt Nam. (2017). *Dược điển Việt Nam* (Tập 2). Nhà xuất bản Y học
- Li, J., & Chase, H. A. (2010). Development of adsorptive (non-ionic) macroporous resins and their uses in the purification of pharmacologically-active natural products from plant sources. *Natural product reports*, 27(10), 1493-1510. <https://doi.org/10.1039/c0np00015a>
- Mattiasson, B., Kumar, A., & Galaev, I. (2009). *Macroporous Polymers: Production Properties and Biotechnological/Biomedical Applications* (1st ed.). CRC Press. <https://doi.org/10.1201/9781420084627>
- Nguyen, L. N. N., Dong, T. T. T. & Le, X. T., . (2021). Study on the enrichment of polyphenols contents in the extract of white mulberry plants. The 8th Science and Technology Symposium for OISP Students, Ho Chi Minh City University of Technology, 79.
- Okay, O. (2000). Macroporous copolymer networks. *Progress in Polymer Science*, 25(6), 711-779. [https://doi.org/10.1016/S0079-6700\(00\)00015-0](https://doi.org/10.1016/S0079-6700(00)00015-0)
- Phạm, H. H. (2003). *Cây cỏ Việt Nam: An Illustrated Flora of Vietnam* (Quyển III). NXB Trẻ.
- Seif Zadeh, N., & Zeppa, G. (2022). Recovery and Concentration of Polyphenols from Roasted Hazelnut Skin Extract Using Macroporous Resins. *Foods*, 11(13), 1969. <https://doi.org/10.3390/foods11131969>
- Shen, Y., Guan, Y., Song, X., He, J., Xie, Z., Zhang, Y.,... Tang, D. (2019). Polyphenols extract from lotus seedpod (*Nelumbo nucifera* Gaertn.): Phenolic compositions, antioxidant, and antiproliferative activities. *Food Science & Nutrition*, 7(9), 3062 - 3070. <https://doi.org/10.1002/fsn3.1165>
- Singleton, V. L., Orthofer, R., & Lamuela-Raventós, R. M. (1999). Analysis of total phenols and other oxidation substrates and antioxidants by means of folin-ciocalteu reagent. *Methods in Enzymology*, 299, 152-178. [https://doi.org/10.1016/S0076-6879\(99\)99017-1](https://doi.org/10.1016/S0076-6879(99)99017-1)
- Srdić-Rajić, T., & Konić Ristić, A. (2016). Antioxidants: Role on Health and Prevention. *Encyclopedia of Food and Health*, 227-233. <https://doi.org/10.1016/b978-0-12-384947-2.00038-6>
- Tungmunnithum, D., Pinthong, D., & Hano, C. (2018). Flavonoids from *Nelumbo nucifera* Gaertn., a Medicinal Plant: Uses in Traditional Medicine, Phytochemistry and Pharmacological Activities. *Medicines (Basel)*, 5(4). <https://doi.org/10.3390/medicines5040127>
- Umeogaju, F., Akaninwor, J. O., Essien, E., Amadi, B. A., Chukeze, E., & Nwafor, I. R. (2023). Macroporous adsorptive resin-assisted enrichment of polyphenol from *Psidium guajava* leaves improved its in vitro antioxidant and anti-hemolytic properties. *Preparative Biochemistry & Biotechnology*, 53(7), 841-848. <https://doi.org/10.1080/10826068.2022.2150932>

- Umeogaju, F., Akaninwor, J. O., Essien, E., Amadi, B. A., Chukeze, E., & Ononamadu, C. J. (2023). Macroporous Resin-assisted Enrichment of Total Flavonoids, Polyphenols and Antioxidants from *Newbouldia laevis* Leaf Extracts. *Tropical Journal of Natural Product Research*, 7(1), 2270-2278. <https://doi.org/10.26538/tjnpr/v7i1.28>
- Wang, D., Wang, S., Du, Q., Wang, N., Liu, S., Wang, X., & Jinghui, J. (2014). Optimization of Extraction and Enrichment of Steroidal Alkaloids from Bulbs of Cultivated *Fritillaria cirrhosa*. *BioMed research international*, 2014, 258402. <https://doi.org/10.1155/2014/258402>
- Wang, X., Wang, S., Huang, S., Zhang, L., Ge, Z., Sun, L., & Zong, W. (2019). Purification of Polyphenols from Distiller's Grains by Macroporous Resin and Analysis of the Polyphenolic Components. *Molecules*, 24(7). <https://doi.org/10.3390/molecules24071284>
- Wang, Z., Cheng, Y., Zeng, M., Wang, Z., Qin, F., Wang, Y.,...He, Z. (2021). Lotus (*Nelumbo nucifera* Gaertn.) leaf: A narrative review of its Phytoconstituents, health benefits and food industry applications. *Trends in Food Science & Technology*, 112, 631-650. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2021.04.033>
- Yang, J., Zhang, L., Zhu, G., & Li, L. (2014). Separation and enrichment of major quinolizidine type alkaloids from *Sophora alopecuroides* using macroporous resins. *Journal of Chromatography B*, 945-946, 17-22. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.jchromb.2013.11.023>
- Yang, X., Zhao, R., Wang, H., Ben, A., Lin, H., Zhang, X.,...Yang, L. (2022). Resin adsorption as a means for the enrichment and separation of three terpenoid indole alkaloids: Vindoline, catharanthine and vinblastine from *Catharanthus roseus* extracts in ionic liquid solution. *Industrial Crops and Products*, 187, 115351. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2022.115351>