

# **XÂY DỰNG QUY TRÌNH CÔNG NGHỆ CHUNG CÁT TINH DẦU HỒI TRONG PHÒNG THÍ NGHIỆM LÀM CƠ SỞ CHO VIỆC TÍNH TOÁN VÀ THIẾT KẾ HỆ THỐNG CHUNG CÁT TINH DẦU HỒI QUY MÔ NHỎ**

**Nguyễn Văn Dương, Vũ Thị Hoàng Phương**

*Trung tâm Nghiên cứu Lâm đặc sản*

## **TÓM TẮT**

Cơ sở cho việc tính toán và thiết kế bất kỳ một loại hình thiết bị chế biến nào cũng đều phải dựa trên những số liệu cụ thể về đặc điểm của nguyên liệu đầu vào và các thông số cơ bản của quy trình công nghệ chế biến. Việc thiết kế hệ thống chung cất tinh dầu Hồi quy mô nhỏ cũng không phải là ngoại lệ. Để làm cơ sở cho việc tính toán, chúng tôi đã tiến hành các thí nghiệm nhằm xác định các đặc tính của nguyên liệu quả Hồi cũng như các thông số của quá trình chung cất tinh dầu Hồi.

Các đặc tính của nguyên liệu quả Hồi tươi: hàm ẩm rất lớn, dao động từ 82,41 – 85,49 %, khối lượng riêng đồ đông: 642 – 676 g/dm<sup>3</sup> đối với dạng nguyên quả và 681 – 745 g/dm<sup>3</sup> đối với dạng cán dập. Hàm lượng tinh dầu dao động từ 12,96 – 16,78%, phụ thuộc vào địa phương lấy mẫu. Tồn thất tinh dầu do sấy 7,13 – 9,00 %.

Các thông số của quy trình công nghệ chung cất tinh dầu Hồi trong phòng thí nghiệm đã được xác định: thời gian cất kiệt: 480 phút đối với quả Hồi nghiền nhỏ, 750 phút đối với quả Hồi cán dập và 960 phút đối với quả Hồi để nguyên; tỷ lệ khối lượng phù hợp giữa nguyên liệu và dung môi là 1/8,5 – 1/11,5, phụ thuộc vào kích thước xử lý mẫu; tốc độ chung cất được xác định từ 3 - 5 ml dịch ngưng / phút.

## **ĐẶT VẤN ĐỀ**

Tất cả các bộ phận của cây Hồi đều có mùi thơm của tinh dầu. Như vậy, về mặt lý thuyết thì bộ phận nào của cây Hồi cũng có thể sử dụng làm nguyên liệu để chung cất tinh dầu. Song, trên thực tế, hầu như 100% sản lượng tinh dầu Hồi sản xuất ở nước ta đều được chung cất từ quả. Còn ở Trung Quốc, ngoài quả, người ta còn tiến hành chung cất tinh dầu Hồi từ lá. Chất lượng tinh dầu Hồi từ lá kém hơn rất nhiều so với chất lượng tinh dầu từ quả. Điểm đông của loại tinh dầu Hồi chung cất từ lá thường <14°C.

Công việc chung cất tinh dầu hồi ở các địa phương thuộc tỉnh Lạng Sơn đều dựa trên phương pháp chung cất lôi cuốn bằng hơi nước ở áp suất thường. Kết quả của những đợt khảo sát vừa qua cho thấy, các loại hình thiết bị chung cất hiện đang được người dân ở đây sử dụng là muôn hình muôn vẻ, các thông số kỹ thuật để chung cất tinh dầu Hồi cũng rất khác nhau, ở mỗi địa phương có một kiểu chung cất riêng.

Tại khu vực Chợ Bãi, huyện Văn Quan, nơi có nhiều lò chung cất tinh dầu Hồi hoạt động nhất của cả tỉnh Lạng Sơn, công việc chung cất tinh dầu Hồi của các chủ lò cũng hoàn toàn không giống nhau, họ làm theo cách riêng truyền thống của gia đình mình.

Bởi vậy, việc xây dựng một quy trình công nghệ chung cất tinh dầu Hồi trong phòng thí nghiệm làm cơ sở cho việc thiết kế và chế tạo hệ thống chung cất tinh dầu Hồi quy mô nhỏ là một việc làm cấp thiết để giải quyết các nội dung mà đề tài “Thiết kế, chế tạo và chuyển giao hệ thống chung cất tinh dầu hồi quy mô nhỏ” đã đề ra.

## PHƯƠNG PHÁP, THIẾT BỊ SỬ DỤNG

Mẫu sử dụng để tiến hành các thí nghiệm là quả Hồi tứ quý tươi, được thu gom trên địa bàn 24 xã thuộc 5 huyện của tỉnh Lạng Sơn là Tràng Định, Cao Lộc, Văn Quan, Văn Lãng, Đình Lập và huyện Bình Liêu của tỉnh Quảng Ninh. Quả không bị thối mốc, còn nguyên cánh, hạt và cuống.

Để xây dựng quy trình chung cất tinh dầu hồi trong phòng thí nghiệm nhằm làm cơ sở cho việc thiết kế hệ thống chưng cất tinh dầu hồi quy mô nhỏ, ngoài việc sử dụng nguyên liệu quả hồi ở dạng nghiền nhỏ đúng như yêu cầu của ISO cũng như TCVN, chúng tôi còn tiến hành thí nghiệm thêm với 2 dạng nguyên liệu là quả Hồi để nguyên và quả Hồi cán dập. Hàm ẩm được xác định theo phương pháp tách nước bằng dung môi không cực trên thiết bị Dean-Stark. Dung môi được sử dụng là xylene.



*Thiết bị chưng cất tinh dầu Hồi trong phòng TN*

Xác định hàm lượng tinh dầu theo ISO 6571 (tương đương với TCVN 7039 – 2002 và Dược điển Việt Nam III, phụ lục 9, trang PL-141). Thời gian cất kiệt được tính từ thời điểm sôi đến khi không còn thấy xuất hiện thêm tinh dầu trong dịch ngưng. Trong điều kiện phòng thí nghiệm, tốc độ chưng cất được điều chỉnh bằng bộ cảm biến của bếp điện và khoảng cách từ nguồn nhiệt đến đáy bình chưng cất. Tốc độ chưng cất được khống chế trong khoảng từ 1 - 6 ml dịch ngưng / phút. Hiệu suất chưng cất được tính theo tỷ lệ phần trăm giữa hàm lượng tinh dầu thu được

theo phương pháp chưng cất bằng nước so sánh với phương pháp trích ly với dung môi Etanol trong thiết bị Soxhlet.

Để đánh giá mối tương quan giữa nhiệt độ chưng cất và thời gian cất kiệt, chúng tôi đã tiến hành thăm dò chưng cất bằng hơi bão hòa. Nhiệt độ của hơi bão hòa từ 100 – 140<sup>0</sup>C. Thí nghiệm này được thực hiện tại Labo của Trung tâm nghiên cứu tinh dầu và Chất thơm, Viện Khoa học và Công nghệ Việt Nam (ENTEROIL – nay là Cty Cổ phần Tinh dầu và Chất thơm).

Số lượng thí nghiệm lặp lại (cho 1 chỉ số): 5 thí nghiệm song song.

## KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

### Một số đặc tính của nguyên liệu quả Hồi tươi

*Xác định hàm ẩm, tỷ lệ khối lượng giữa các bộ phận và khối lượng riêng đồ đông của quả Hồi tươi*

*Bảng 1. Hàm ẩm, tỷ lệ khối lượng giữa các bộ phận và khối lượng riêng đồ đông của quả Hồi tươi*

No	Chỉ số thí nghiệm	Mẫu					
		Tràng Định	Cao Lộc	Văn Quan	Văn Lãng	Đình Lập	Bình Liêu
1	Hàm ẩm, [% khối lượng khô kiệt]:						

	- Nguyên quả (Q)	85,49	83,30	84,67	82,59	82,41	83,79
	- Cánh (Ch)	86,29	84,23	85,50	83,62	83,15	84,74
	- Cuống (Cg)	83,24	81,17	83,92	80,62	80,14	82,16
	- Hạt (H)	79,32	75,89	77,51	74,23	76,78	75,92
2	Tỷ lệ khối lượng giữa các bộ phận của quả tươi, [% khối lượng tươi / tươi]:						
	- Cánh / Quả (Ch/Q)	85,24	85,52	85,60	85,46	85,15	84,92
	- Cuống / Quả (Cg/Q)	5,96	5,21	4,98	5,35	5,91	6,02
	- Hạt / Quả (H/Q)	8,80	9,27	9,42	9,19	8,94	9,06
3	Khối lượng riêng đồ đông, [g/dm <sup>3</sup> ]						
	- Ở dạng nguyên quả	653	676	674	669	646	642
	- Cán dập	697	734	745	718	693	681

**Nhận xét:** hàm ẩm chứa trong nguyên liệu quả Hồi tươi là rất cao, trung bình chiếm tới 83,70% khối lượng của quả. Bộ phận cánh Hồi có hàm ẩm cao nhất, sau đó đến cuống và thấp nhất ở bộ phận hạt.

Trong quả Hồi tươi, khối lượng của bộ phận cánh Hồi là lớn nhất, chiếm từ 84,92 – 85,60%, sau đó đến khối lượng của hạt, chiếm 8,80 – 9,42% và khối lượng của bộ phận cuống là ít nhất, chỉ chiếm từ 4,98 – 6,02% khối lượng của quả tươi.

Khối lượng riêng đồ đông của quả Hồi tươi ở dạng cán dập trung bình là 728 g/dm<sup>3</sup>, còn của quả Hồi tươi ở dạng để nguyên là 660 g/dm<sup>3</sup>.

**Hàm lượng tinh dầu của quả tươi, cánh tươi, cuống tươi và hạt tươi. Tổn thất tinh dầu do sấy. Tỷ lệ phân bố hàm lượng tinh dầu giữa các bộ phận của quả Hồi tươi.**

Để xác định hàm lượng tinh dầu của quả Hồi sau khi sấy, chúng tôi đã tiến hành sấy quả Hồi tươi trong tủ sấy cơ bản ở nhiệt độ  $50 \pm 2^{\circ}\text{C}$ , có quạt hút, đến khi đạt được độ ẩm tương đối từ 13,0 - 13,5%. Các kết quả thí nghiệm được đưa vào bảng 2.

**Bảng 2. Hàm lượng tinh dầu của quả tươi, cánh tươi, cuống tươi và hạt tươi. Tổn thất tinh dầu do sấy**

No	Chỉ số thí nghiệm	Địa phương lấy mẫu					
		Tràng Định	Cao Lộc	Văn Quan	Văn Lãng	Đình Lập	Bình Liêu
1	Hàm lượng tinh dầu, [% khối lượng khô kiệt]						
	- Của quả tươi	13,36	16,61	16,78	14,57	12,91	12,07
	- Của cánh tươi	16,03	20,00	20,21	17,60	15,33	14,61
	- Của cuống tươi	5,35	6,09	6,31	5,72	5,21	5,04

	- Của hạt tươi	0,52	0,65	0,68	0,58	0,47	0,42
2	Hàm lượng tinh dầu của quả khô sau khi sấy, [% khối lượng khô kiệt]	12,44	15,22	15,27	13,38	11,95	11,21
3	Tổn thất tinh dầu do sấy [% so với lượng tinh dầu của quả tươi]	7,44	8,37	9,00	8,17	7,44	7,13
4	Tỷ lệ phân bố tinh dầu giữa các bộ phận của quả tươi, [%]						
	- Trong cánh	96,71	97,29	97,49	97,12	96,90	96,77
	- Trong cuống	2,77	2,17	1,97	2,33	2,63	2,73
	- Trong hạt	0,52	0,54	0,54	0,55	0,47	0,50

**Nhận xét:**

- Hàm lượng tinh dầu của các mẫu là rất khác nhau.
- Trong quả Hồi tươi, bộ phận cánh có hàm lượng tinh dầu cao nhất, từ 14,61 – 20,21%, sau đó đến bộ phận cuống, từ 5,04 – 6,31% và thấp nhất là hàm lượng tinh dầu trong bộ phận hạt, chỉ từ 0,42 – 0,68%. Bởi vậy, nếu sử dụng làm nguyên liệu sản xuất tinh dầu thì không nên loại bỏ cuống của quả Hồi.
- Quá trình sấy đã làm tổn thất một lượng tinh dầu từ 7,13 – 9,00 % lượng tinh dầu của quả Hồi. Bởi vậy, nếu với mục đích sử dụng làm nguyên liệu để sản xuất tinh dầu thì không nên tiến hành sấy khô quả Hồi.
- Trong quả Hồi, sự phân bố tinh dầu chủ yếu nằm ở bộ phận cánh Hồi. Trong cuống chỉ chiếm một hàm lượng tinh dầu nhỏ, từ 1,27 – 2,97 % tổng lượng tinh dầu của quả. Còn trong hạt, sự phân bố của tinh dầu là không đáng kể.

**Sự ảnh hưởng của kích thước xử lý mẫu đến hàm lượng tinh dầu cất được**

Để biết kích thước xử lý mẫu có ảnh hưởng đến hàm lượng tinh dầu cất được hay không, chúng tôi đã tiến hành chưng cất 3 dạng nguyên liệu của quả Hồi tươi: để nguyên, cán dập (giống như trong thực tế sản xuất ở Việt Nam và Trung Quốc) và nghiền nát (đúng như yêu cầu của các tiêu chuẩn về phân tích nguyên liệu thực vật có dầu của ISO, của TCVN, của TAPPI ...). Kết quả ở bảng 3

*Bảng 3. Sự ảnh hưởng của kích thước xử lý mẫu đến hàm lượng tinh dầu cất được*

No	Chỉ số thí nghiệm	Địa phương lấy mẫu					
		Tràng Định	Cao Lộc	Văn Quan	Văn Lãng	Đình Lập	Bình Liêu
1	Hàm lượng tinh dầu thu được khi chưng cất nguyên quả tươi, [%]	13,36	16,61	16,78	14,57	12,91	12,07
	Thời gian cất kiệt, [phút]	960					
2	Hàm lượng tinh dầu thu được khi chưng	13,41	16,65	16,81	14,64	12,97	12,97

	cắt quả tươi cán dập, [%]						
	Thời gian cắt kiệt, [phút]	750					
3	Hàm lượng tinh dầu thu được khi chưng cất quả tươi nghiền nát, [%]	13,41	16,59	16,88	14,57	12,98	12,06
	Thời gian cắt kiệt, [phút]	480					

**Nhận xét:**

- Thời gian cắt kiệt phụ thuộc vào kích thước xử lý mẫu.
- Hàm lượng tinh dầu chưng cất được hầu như không phụ thuộc vào kích thước xử lý mẫu quả Hồi.
- Trong quá trình chưng cất nguyên liệu quả Hồi ở dạng nghiền nhỏ, thấy khối thể nguyên liệu dễ bị kết lại với nhau, tạo nhiều bọt trong bình cất.

**Thời gian cắt kiệt các dạng nguyên liệu quả Hồi khô**

Để xác định sự ảnh hưởng của hàm ẩm nguyên liệu đến thời gian cắt kiệt tinh dầu, chúng tôi đã tiến hành một số thí nghiệm về thời gian cắt kiệt của quả Hồi khô (ở độ ẩm 13,5%).

*Bảng 4. Sự phụ thuộc giữa thời gian cắt kiệt với kích thước xử lý mẫu quả Hồi khô*

No	Dạng nguyên liệu	Thời gian cắt kiệt, [phút]
1	Khô nguyên quả	650
2	Khô cán dập	480
3	Khô nghiền nhỏ	360

Tương tự như quả Hồi tươi, khi tiến hành chưng cất với các dạng nguyên liệu khác nhau của quả Hồi khô, thì thời gian cắt kiệt tỷ lệ thuận với độ lớn của kích thước xử lý mẫu. Thời gian cắt kiệt của các dạng nguyên liệu quả hồi khô luôn nhanh hơn so với các dạng nguyên liệu của quả Hồi tươi.

**Nhận xét:** Từ kết quả thu được qua những thí nghiệm đã làm ở trên, chúng tôi có được những nhận xét sơ bộ như sau:

- Nếu để sản xuất tinh dầu thì không cần thiết phải làm khô quả Hồi, vì:
- + Một lượng tinh dầu Hồi sẽ bị thất thoát trong quá trình phơi hoặc sấy khô (khi sấy với một chế độ sấy tương đối mềm ( $50 \pm 2^{\circ}\text{C}$ ), thì cũng đã làm mất đi 7,13 – 9,00 % khối lượng tinh dầu có trong quả tươi);
- + Hàm ẩm chứa trong quả Hồi tươi là rất cao (82,57 – 85,49 %), nên việc làm khô quả Hồi tươi là rất mất thời gian và tiêu tốn nhiều năng lượng (nếu sấy ở nhiệt độ  $50 \pm 2^{\circ}\text{C}$ , trong tủ sấy cơ bản có quạt hút, để làm giảm hàm ẩm quả Hồi xuống 13,0 - 13,5%, thì thời gian sấy liên tục cũng phải mất từ 48-52 giờ);
- + Chất lượng tinh dầu Hồi chưng cất từ quả tươi và từ quả khô hoàn toàn không có gì khác biệt (về màu sắc, tỷ trọng, chỉ số khúc xạ và điểm đông);
- Dạng nguyên liệu phù hợp nhất để chưng cất tinh dầu là quả Hồi tươi cán dập. Khi cán dập sẽ rút ngắn được thời gian chưng cất và tăng khối lượng riêng đồ đồng của nguyên liệu.

**Xác định các thông số của quá trình chưng cất tinh dầu Hồi trong phòng thí nghiệm**

Các thông số của quá trình chưng cất là đặc tính riêng cho từng loại hình thiết bị chưng cất tinh dầu. Đối với loại hình thiết bị thí nghiệm mà chúng tôi đã sử dụng thì các thông số của quá trình chưng cất tinh dầu Hồi được xác định như sau:

### Tỷ lệ phù hợp giữa khối lượng nguyên liệu và dung môi (nước)

Trong các tiêu chuẩn của Việt Nam cũng như của Quốc tế, lượng dung môi sử dụng trong quá trình thí nghiệm chưng cất xác định hàm lượng tinh dầu thường “đề” trong tình trạng quá “thừa”; bởi vì, khi xây dựng các tiêu chuẩn người ta không quan tâm đến các chỉ số về kinh tế, mà chỉ quan tâm đặc biệt đến mức độ chính xác của tiến trình thí nghiệm. Lượng dung môi được sử dụng thường cao gấp 20- 50 lần khối lượng mẫu.

Để xác định tỷ lệ khối lượng phù hợp giữa nguyên liệu quả hồi và nước, khối lượng quả hồi được quy về khối lượng khô kiệt, còn khối lượng nước được tính bao gồm cả lượng nước cho vào bình cất cộng với lượng nước nằm dưới dạng hàm ẩm của nguyên liệu.

Khối lượng khô kiệt ( $M_{NL}$ ) của mẫu đề thí nghiệm là 50 g; còn khối lượng nước ( $M_{H_2O}$ , kể cả hàm ẩm chứa sẵn trong mẫu) được lấy gấp từ 7 – 13 lần khối lượng mẫu (với các mức cách nhau 25 g, bằng 0,5 lần khối lượng mẫu).

Bảng 5. Tỷ lệ khối lượng giữa nguyên liệu và dung môi (nước)

Dạng NL	Tỷ lệ khối lượng giữa nguyên liệu và dung môi nước ( $M_{NL} / M_{H_2O}$ )													
	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---
	7,0	7,5	8,0	8,5	9,0	9,5	10,0	10,5	11,0	11,5	12,0	12,5	13,0	
Nguyên quả tươi	--	--	--	--	--	--	--	-	I	V	N	+	++	
Cán dập tươi	--	--	--	--	--	-	I	V	N	+	++	++	++	
Nghiền nhỏ tươi	--	--	--	--	-	I	V	N	+	++	++	++	++	
Nguyên quả khô	--	--	--	--	-	I	V	N	+	++	++	++	++	
Cán dập khô	--	--	--	-	I	V	N	+	++	++	++	++	++	
Nghiền nhỏ khô	--	-	I	V	N	+	++	++	++	++	++	++	++	

\* Ký hiệu trong bảng: -- là quá ít; - là ít; I là hơi ít; ++ là quá nhiều; + là nhiều; N là hơi nhiều; V là vừa phải.

Mặc dầu các thí nghiệm còn mang tính chất định tính nhiều hơn là định lượng, nhưng với các kết quả thu được ở bảng trên, thấy rằng:

- Với cùng một ẩm độ, kích thước của nguyên liệu càng bé thì lượng dung môi nước cần thiết cho quá trình chưng cất tinh dầu Hồi càng nhỏ;
- Lượng dung môi nước cần thiết (kể cả hàm ẩm của nguyên liệu) để chưng cất quả Hồi khô luôn ít hơn so với chưng cất quả Hồi tươi từ 1,5 lần khối lượng khô kiệt của nguyên liệu quả Hồi;

### Tốc độ và thời gian chưng cất

Tốc độ chưng cất được tính theo lượng ml dung dịch ngưng thu được trong 1 phút.

Bảng 6. Tốc độ và thời gian chưng cất

No	Tốc độ chưng cất [ml / phút]	Thời gian chưng cất, [phút]					
		Hồi tươi			Hồi khô		
		Nguyên quả	Cán dập	Nghiền nhỏ	Nguyên quả	Cán dập	Nghiền nhỏ
1	1	1480	840	580	830	630	420
2	2	1300	780	520	780	510	400
3	3	1180	765	<b>480</b>	740	490	<b>360</b>
4	4	1005	<b>750</b>	480	680	<b>480</b>	360
5	5	<b>960</b>	750	-	<b>650</b>	480	-
6	6	960	-	-	650	-	-

Với thiết bị chưng cất tinh dầu trong phòng thí nghiệm, tốc độ chưng cất phù hợp của 6 dạng nguyên liệu của quả hồi là:

- + Đối với quả Hồi khô và tươi nghiền nhỏ: 3 ml dịch ngưng / phút;
- + Đối với quả Hồi khô và tươi cán dập: 4 ml dịch ngưng / phút, và;
- + Đối với quả Hồi tươi và khô nguyên quả: 5 ml dịch ngưng / phút.

Lưu ý: Các dạng nguyên liệu từ quả hồi khô nên được ngâm trước khi chưng cất 12 - 14 giờ.

### Hiệu suất chưng cất

Trên thực tế việc trích ly tinh dầu từ nguyên liệu thực vật chỉ được tiến hành thí nghiệm với các dạng nguyên liệu có kích thước nhỏ. Bởi vậy, để xác định hiệu suất chưng cất tinh dầu Hồi bằng dung môi nước so với trích ly bằng Etanol, chúng tôi chỉ triển khai các thí nghiệm với 2 dạng nguyên liệu nghiền nhỏ của quả Hồi tứ quý tươi và khô lấy ở Văn Quan, Lạng Sơn.

Bảng 7. Hiệu suất chưng cất

No	Chỉ số thí nghiệm	NL nghiền nhỏ	
		Tươi	Khô
1	Hàm lượng tinh dầu thu được khi chưng cất với nước, [%]	16,88	15,31

2	Hàm lượng tinh dầu thu được khi trích ly với Etanol, [%]	17,37	15,70
3	Hiệu suất chưng cất, [%]	97,2	97,5

Hiệu suất thu hồi tinh dầu bằng phương pháp chưng cất với nước đạt từ 97,2 – 97,5 % so với khối lượng tinh dầu thu hồi được bằng phương pháp trích ly với Etanol trong thiết bị Shoclet. Từ kết quả này, ta có thể khẳng định, việc sử dụng dung môi là nước để chưng cất tinh dầu từ nguyên liệu quả Hồi là phù hợp.

**Thời gian chưng cất tinh dầu Hồi bằng hơi nước bão hòa**

Các thang nhiệt độ được chọn là: 115°C, 120°C, 125°C, 130°C, 135°C và 140°C.

*Bảng 8. Mối tương quan giữa nhiệt độ và thời gian chưng cất*

No	Nhiệt độ chưng cất [°C]	Thời gian chưng cất, [phút]					
		Quả hồi tươi			Quả hồi khô		
		Nguyên quả	Cán dập	Nghiền nhỏ	Nguyên quả	Cán dập	Nghiền nhỏ
1	100*	960	750	480	650	480	360
2	115	940	735	465	630	470	350
3	120	915	710	440	595	455	335
4	125	880	680	415	565	435	315
5	130	840	650	400	535	415	300
6	135	790	625	380	510	400	285
7	140	750	600	360	560	390	270
Tỷ lệ thời gian rút ngắn: [(1) – (7)] / (1), [%]		10,40	20,00	25,00	13,80	18,75	25,00

\* Số liệu trong hàng này là thời gian chưng cất bằng nước ở áp suất thường

Nhận xét

-Thời gian chưng cất tỷ lệ nghịch với nhiệt độ;

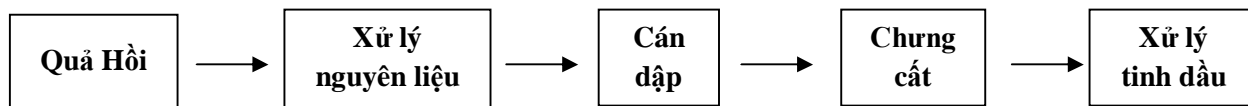


-Khi chưng cất tinh dầu Hồi ở nhiệt độ 140°C bằng hơi bão hòa, thời gian chưng cất được rút ngắn từ 10,40% ở dạng nguyên quả tươi đến 25,00% ở dạng nghiền nhỏ so với thời gian chưng cất ở áp suất thường (100°C).

## Quy trình công nghệ chưng cất tinh dầu Hồi trong phòng thí nghiệm

### Sơ đồ các bước triển khai

Từ kết quả thu được ở những thí nghiệm trên đây, một sơ đồ công nghệ chưng cất tinh dầu Hồi trong phòng thí nghiệm được xây dựng, gồm các bước sau:



### Nội dung các bước tiến hành

#### - Xử lý nguyên liệu

Sau khi lấy về, quả Hồi phải được xử lý sơ bộ, nhằm loại bỏ các tạp chất cơ học chứa lẫn như lá, cành vụn, vỏ cây, đất cát ... (không nên loại bỏ cuống của quả Hồi, vì cuống quả Hồi có chứa một hàm lượng tinh dầu khá cao, từ 5,49 – 6,01 %).

#### - Cán dập

Sau khi xử lý, nguyên liệu quả Hồi dùng để chưng cất nên được cán dập. Công việc cán dập quả Hồi sẽ được thực hiện trên máy cán 2 lu, không chế khe hở giữa 2 lu quay từ 3,0 – 3,5 mm.

#### - Chưng cất

Các thông số của quá trình chưng cất tinh dầu là đặc tính riêng của từng loại thiết bị thí nghiệm được sử dụng. Có rất nhiều yếu tố ảnh hưởng đến quá trình chưng cất. Các thông số của quá trình chưng cất tinh dầu Hồi trong phòng thí nghiệm (bằng thiết bị đã nói ở trên) được xác định như sau:

- Tỷ lệ khối lượng giữa quả hồi và nước:  $M_{NL} / M_n = 8,5 - 11,5$ , phụ thuộc vào dạng nguyên liệu sử dụng;
- Tốc độ chưng cất: 3 ml dịch ngưng / phút đối với dạng nguyên liệu nghiền mịn; 4 ml dịch ngưng / phút đối với dạng nguyên liệu cán dập và 5 ml dịch ngưng / phút đối với dạng nguyên liệu để nguyên quả;
- Thời gian chưng cất: 960 phút đối với quả tươi nguyên quả, 750 phút đối với quả tươi cán dập, 480 phút đối với quả tươi nghiền nhỏ và quả khô cán dập, 650 phút đối với quả khô nguyên quả, và 360 phút đối quả khô nghiền mịn. Còn khi chưng cất bằng hơi nước bão hòa ở 140°C, thời gian cất kiệt được rút ngắn từ 10,40 – 25,00 % so với thời gian cất kiệt ở áp suất thường (100°C);
- Hiệu suất chưng cất: đạt từ 97,2 – 97,5% so với khối lượng tinh dầu Hồi thu được khi trích ly với dung môi Etanol.

#### - Xử lý sản phẩm tinh dầu

Tinh dầu Hồi thu được trong quá trình chưng cất vẫn còn chứa lẫn một ít nước. Mặc dầu với hàm lượng không đáng kể, nhưng nước sẽ làm ảnh hưởng lớn đến chất lượng của tinh dầu Hồi.

Bởi vậy sau khi chưng cất xong, tinh dầu Hồi phải được khử bỏ nước bằng cách để lắng yên một ngày đêm trong phễu chiết, tách bỏ lớp nước phía dưới. Để dễ dàng hơn cho quá trình phân lớp, có thể cho thêm một ít muối ăn để làm tăng tỷ trọng của nước còn lẫn trong tinh dầu. Tách bỏ lớp nước phía dưới. Lớp tinh dầu còn lại phía trên phễu chiết vẫn còn chứa lẫn một lượng nước rất ít và sẽ được khử bỏ nốt bằng cách xử lý với sulphat natri khan trong bình khử.

## **TÀI LIỆU THAM KHẢO**

- 1 Lã Đình Mỡi, 2001. Tài nguyên thực vật có tinh dầu ở Việt Nam, Nhà xuất bản Nông nghiệp, Hà Nội.
- 2 Nguyễn Năng Vinh, Nguyễn Thị Minh Tú, 2009. Công nghệ chất thơm thiên nhiên, Nhà xuất bản Bách khoa Hà Nội.
- 3 Phan Thị Phương Thảo, 2008. Công nghệ mới trích ly tinh dầu từ quả Hồi. Báo Tuổi trẻ và Khoa học, Số ra ngày 24/7/2008.
- 4 Cu Q., Perineau F., Goepfert G., 1990. GC/MS Analysis of Star Anise oil. Jurnal of Essential oil research 2, pp.91-92.
- 5 Susan Curtis. Essential oil, 2003. Method of extraction. Description ... Aurum Press Ltd. London.