

NGHIÊN CỨU ĐIỀU KIỆN TỐI ƯU VÀ XÂY DỰNG QUY TRÌNH CHIẾT TÁCH TINH DẦU SẢ CHANH 20 KG/MẺ

Đến tòa soạn 8-9-2018

**Hoàng Thị Kim Vân, Nguyễn Văn Tuyên, Hoàng Thị Lý, Nguyễn Thị Hiền
Đặng Ngọc Định, Lê Thị Minh Hằng, Nguyễn Thanh Huyền, Bùi Thị Thơi**

Trường Đại học Công nghiệp Việt Trì

Nguyễn Hải Đăng

Trung tâm tiên tiến về Hóa sinh hữu cơ, Viện hóa sinh biển,

Viện Hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam

SUMMARY

DESIGN AND OPTIMIZATION OF THE STEAM DISTILLATION PROCESS IN PILOT SCALE FOR THE EXTRACTION OF ESSENTIAL OILS FROM CYMBOPOGON CITRATUS STAPF

Cymbopogon citratus was collected at Phu Tho province and was extract by steam distillation to obtain lemongrass essential oil. A survey of factors affecting recovery efficiency lemongrass essential oil was conducted. Finally, the distillation process lemongrass essential oil by steam distillation was optimized.

Keywords: lemon grass oil, steam distillation, *Cymbopogon citratus*

1. MỞ ĐẦU

Cây sả chanh tên khoa học *Cymbopogon Citratus* thuộc họ lúa Poaceae, có nguồn gốc ở vùng nhiệt đới và ôn đới ẩm [4],[5],[6]. Cây sả chanh là loại cây có tinh dầu trong lá và củ, được dùng làm gia vị và làm thuốc. Người ta sử dụng bẹ lá, lá, thân, rễ để ướp, nấu thực phẩm. Lá sả chanh thường dùng để nấu nước gội đầu cho sạch gàu, trơn tóc, tạo mùi thơm. Ngoài ra khi trồng sả chanh với hệ rễ phong phú, sả chanh là cây giữ đất, phủ đất, chống xói mòn ở nơi đất dốc, đất khô. Được dùng làm rau ăn, gia vị (nhân dân thường dùng ăn sống hoặc tẩm ướp các món ăn), nước chấm. Trong vườn chỗ có bụi sả, rắn thường phải tránh xa, người ta cho rằng vì sả có mùi thơm mà rắn rất kỵ. Theo tài liệu nước ngoài, ở Ấn Độ, sả chanh được dùng để làm thơm thức ăn, nước

hãm lá sả để giải khát. Sả chanh còn được dùng để sản xuất tinh dầu.

Năm 2012, nhóm tác giả Phùng Thị Ái Hữu đã chiết tách và xác định thành phần hóa học tinh dầu của cây sả chanh ở quận Cẩm Lệ - Đà Nẵng, đi từ nguyên liệu là củ sả và phương pháp sử dụng là chưng cất lôi cuốn hơi nước. Năm 2011, nhóm tác giả Phan Thị Minh Tâm và Nguyễn Thị Bích Hằng cũng đã tiến hành nghiên cứu qui trình chiết tách tinh dầu sả chanh bằng phương pháp chưng cất lôi cuốn nước thu được hàm lượng tinh dầu là 0,573% với chỉ số hóa lý như sau: chỉ số acid 14,02; chỉ số xà phòng 24,40; chỉ số este 10,38;

Tuy nhiên, hầu hết các công trình trên đều tập trung khảo sát thành phần hóa học và hoạt tính sinh học của tinh dầu và chưa nghiên cứu đầy đủ các yếu tố ảnh hưởng tới hiệu suất tách

chiết tinh dầu để làm cơ sở khoa học cho việc xây dựng quy trình sản xuất trên quy mô công nghiệp.

2. NGUYÊN LIỆU VÀ PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

2.1. Nguyên liệu

Nguyên liệu lá và củ sả tươi có nguồn gốc thị xã Phú Thọ. Sả thu mua đạt độ chín kỹ thuật (màu xanh đậm ở lá, thân cứng không mềm). Khi đó sả ổn định về lượng tinh dầu, sau đó lá và củ sả được phơi héo đến độ ẩm còn 50% so với ban đầu. Ở độ ẩm này, lá sả bảo quản được một số ngày ở nơi cất, hơn nữa, cất lá sả héo sẽ giảm được 35 % nhiên liệu và 27 % thời gian chưng cất. Trước khi đưa lá và củ sả vào nồi cất, cần chú ý loại các tạp chất như cỏ rác lẫn vào khi thu hái.

2.2. Phương pháp nghiên cứu

2.2.1. Chưng cất lôi cuốn hơi nước

Nguyên liệu được cắt nhỏ, cho vào thiết bị chưng cất lôi cuốn hơi nước, đun sôi đều, vừa phải, chưng cất trong thời gian khoảng 0 đến 210 phút. Sau đó, tinh dầu được tách nước và làm khô bởi muối Na_2SO_4 khan, NaCl khan. Tinh dầu sau đó được lưu giữ ở 0-5 °C cho đến khi sử dụng.

2.2.2. Hiệu suất thu hồi

Hiệu suất thu hồi tinh dầu sả chanh được tính theo công thức (1):

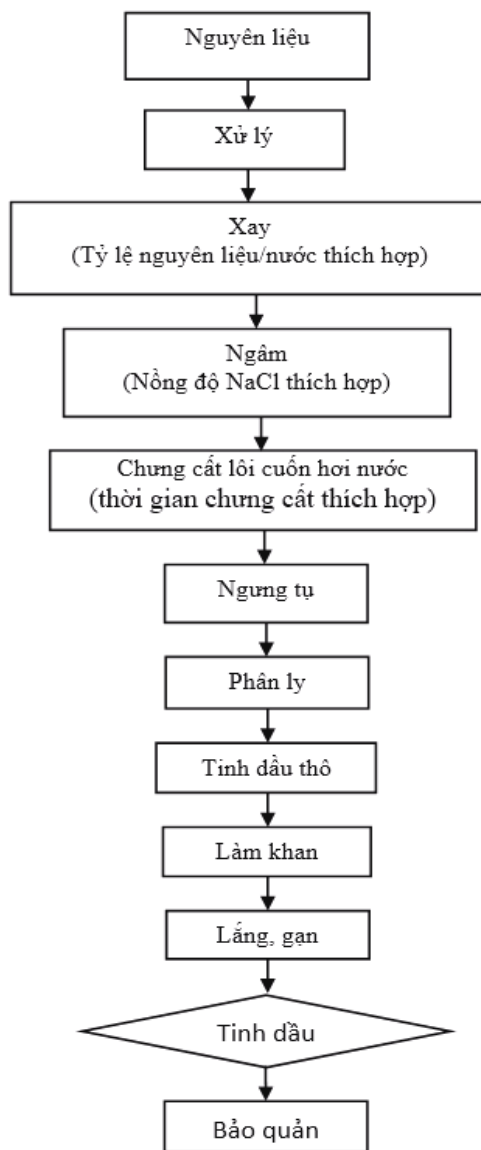
$$H = \frac{m_0}{m} \times 100\%$$

Trong đó: H – Hiệu suất thu hồi tinh dầu (%); m_0 – khối lượng tinh dầu thu được (g); m – khối lượng nguyên liệu (g).

3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

3.1. Quy trình tách chiết tinh dầu sả chanh

Chúng tôi đã xây dựng quy trình tách chiết tinh dầu bằng phương pháp chưng cất lôi cuốn hơi nước như Hình 1.



Hình 1. Quy trình chiết tách tinh dầu

Qua tham khảo tài liệu chúng tôi chọn các yếu tố ảnh hưởng đến hiệu suất thu hồi tinh dầu như sau

- Tỷ lệ nước/nguyên liệu, $X_1 = 1,0 \div 4,0$
- Nồng độ NaCl trong dịch ngâm $X_2 = 0 \div 15\%$
- Thời gian ngâm NaCl, $X_3 = 0 \div 80$ (phút)
- Thời gian chưng cất, $X_4 = 0 \div 210$ (phút)

Chuẩn bị nguyên liệu: Lá và củ sả sau khi thu mua được rửa sạch, gọt lấy phần vỏ xanh bên ngoài (chỉ Sả thu mua đạt độ chín kỹ thuật: màu xanh đậm ở lá, thân cứng không mềm). Cắt nhỏ sơ bộ nguyên liệu, xay: Cho nguyên

liệu vào máy xay, thêm nước sao cho tỷ lệ nguyên liệu/nước thích hợp.

- Ngâm muối: Thêm NaCl vào nguyên liệu đã xay nhỏ sao cho nồng độ NaCl trong hỗn hợp đạt 10%, rồi chuyển vào thùng chứa nguyên liệu của thiết bị chưng cất lôi cuốn hơi nước theo kiểu Clevenger (có hoàn lưu nước chung), đậy kín.

- Chưng cất: Tiến hành chưng cất hỗn hợp nguyên liệu đã xử lý dưới áp suất khí quyển (nhiệt độ dưới 98°C) trong 180 phút để thu tinh dầu.

- Ngưng tụ: Hỗn hợp hơi nước và tinh dầu thoát ra được đi vào ống sinh hàn của thiết bị chưng cất và sau đó được chảy vào bộ phận ngưng tụ.

- Phân ly: Để yên cho hỗn hợp thu được trong bộ phận ngưng tụ tách hoàn toàn thành 2 pha. Cho lớp tinh dầu bên trên chảy qua ống xiphông vào bình hứng để thu tinh dầu thô.

- Làm khan: Thêm NaCl khan vào bình chứa tinh dầu thô,

- Lắng gạn- Thu tinh dầu: Để lắng hỗn hợp trên. Cho phần tinh dầu đã làm khan bên trên chảy qua ống xiphông vào bình chứa sản phẩm.

- Bảo quản: Sản phẩm tinh dầu được cho vào các bình chứa hay lọ sẫm màu, đậy kín, bảo quản trong tối ở 2÷40°C cho đến khi đem phân phối.

3.2. Ảnh hưởng của tỷ lệ nguyên liệu/nước đến lượng tinh dầu thu được

Nguyên liệu: 1000g sả với khối lượng nước thay đổi là 2000g, 2500g, 3000g, 3500g, đồng thời bổ sung thêm muối sao cho đạt 5%. Thu được kết quả sau:

Bảng 1. Ảnh hưởng tỷ lệ nguyên liệu/nước

Tỷ lệ	1/2	1/2.5	1/3	1/3.5
Thời gian chưng cất (phút)	210	210	210	210
Lượng tinh dầu (ml)	6,32	6,43	6,55	6,54

Khi tăng tỷ lệ nguyên liệu/nước từ 1/2 đến

1/3,5 thì lượng tinh dầu tách chiết được cũng tăng theo. Tuy nhiên, nếu tiếp tục tăng tỷ lệ này lên thì lượng tinh dầu thu được lại giảm đi. Điều này có thể được giải thích như sau:

Khi gia nhiệt hỗn hợp nguyên liệu và nước thì nước sẽ thẩm thấu qua màng tế bào, thâm nhập vào bên trong các tế bào tiết tinh dầu làm chúng trương phồng lên rồi bị phá vỡ. Các cấu tử trong hỗn hợp tinh dầu có trong tế bào tiết sẽ được khuếch tán ra ngoài rồi bị lôi cuốn theo hơi nước. Nếu sử dụng tỷ lệ nguyên liệu/nước thấp thì lượng nước ngấm vào tế bào không đủ để hòa tan các chất keo của màng tế bào, do đó làm giảm tốc độ thẩm thấu của hơi nước vào bên trong tế bào và tốc độ khuếch tán tinh dầu ra ngoài.

Hơn nữa, tỷ lệ nguyên liệu/nước quá thấp sẽ không tạo ra sự trương nở và áp lực cần thiết để phá vỡ hoàn toàn các túi tinh dầu cũng như không tạo đủ lượng hơi nước cần thiết để lôi cuốn tinh dầu ra khỏi hỗn hợp.

Do vậy trong trường hợp này, lượng tinh dầu chưng cất được sẽ ít. Tuy nhiên, nếu tỷ lệ nước quá nhiều (> 1/3) thì những cấu tử tinh dầu có tính phân cực khá cao sẽ tan nhiều vào nước, do vậy lượng tinh dầu thu được trong ống ngưng tụ cũng sẽ giảm đi. Chúng tôi chọn được tỷ lệ nguyên liệu/nước thích hợp là 1/3.

3.3. Ảnh hưởng nồng độ NaCl trong dịch ngâm

Lấy 1000g nguyên liệu cho vào máy xay điện, thêm vào đó một lượng nước cất với tỷ lệ nguyên liệu/nước thích hợp. Thêm NaCl vào hỗn hợp, trong đó nồng độ NaCl thay đổi lần lượt là: 0%, 5%, 10%, 15%. Xay trong 5 phút. Chuyển toàn bộ nguyên liệu đã xay vào bình cầu của hệ thống chưng cất và ngâm trong 120 phút.

Bảng 2. Ảnh hưởng của nồng độ NaCl

Nồng độ (%)	0	5	10	15
Thời gian chưng (phút)	210	210	210	210
Lượng tinh dầu (ml)	6,44	6,47	6,55	6,3

Chung hỗn hợp trong 210 phút dưới áp suất khí quyển. Đọc thể tích tinh dầu tách ra trên ống ngưng tụ và so sánh. Từ đó, chọn nồng độ NaCl thích hợp

Nhận xét: Từ kết quả thí nghiệm được trình bày ở Bảng 2 có thể nhận thấy rằng: thể tích tinh dầu thu được phụ thuộc vào nồng độ NaCl trong dịch ngâm nguyên liệu trước tiến hành chưng cất.

So với mẫu không ngâm NaCl, tất cả các mẫu được ngâm muối trước khi chưng cất (nồng độ NaCl thay đổi từ 5÷15% đều cho lượng tinh dầu thu hồi cao hơn đáng kể. Như vậy, rõ ràng việc thêm muối ăn vào dịch ngâm có tác dụng làm tăng hiệu suất thu hồi tinh dầu.

Một điều đáng lưu ý nữa là việc tăng hiệu suất tách tinh dầu không đồng biến với nồng độ NaCl. Khi tăng nồng độ muối từ 0% - 10% thì lượng tinh dầu chưng cất tăng theo. Nhưng nếu nồng độ NaCl vượt quá 10% thì lượng tinh dầu thu được lại giảm đi.

Tất cả những điều trên có thể được lý giải như sau:

- Lượng NaCl thêm vào dịch ngâm nguyên liệu không chỉ có tác dụng giúp tăng khả năng thẩm thấu của nước bên trong tế bào ra ngoài (kéo theo các cấu tử tinh dầu) mà còn làm tăng độ phân cực của dung dịch và giảm tương tác giữa các cấu tử tinh dầu (kém phân cực) với nước. Nhờ đó, tinh dầu dễ dàng bay hơi hơn trong quá trình chưng cất.

- Tuy nhiên, nếu ngâm nguyên liệu ở nồng độ NaCl quá cao (>15%) thì màng tế bào của nguyên liệu sẽ bị co rút lại làm giảm kích thước các lỗ xốp trên màng tế bào (hiện tượng co nguyên sinh), do đó quá trình khuếch tán các phân tử tinh dầu ra khỏi tế bào sẽ trở nên khó khăn hơn, từ đó làm giảm hiệu suất thu hồi tinh dầu.

Như vậy, nồng độ NaCl trong dịch ngâm được cố định là 10%.

3.4. Ảnh hưởng thời gian ngâm

Lấy 1000g nguyên liệu cho vào máy xay điện, thêm vào đó một lượng nước cất và NaCl với tỷ lệ nguyên liệu/nước 1/3 và nồng độ NaCl

10% đã chọn. Xay trong 5 phút. Chuyển toàn bộ nguyên liệu đã xay vào bình cầu của hệ thống chưng cất.

Thay đổi thời gian ngâm nguyên liệu lần lượt là:

20; 40; 60; 80 (phút). Sau đó, chưng cất hỗn hợp trong 210 phút dưới áp suất khí quyển.

Đọc thể tích tinh dầu tách ra trên ống ngưng tụ và so sánh. Từ đó, chọn thời gian ngâm muối thích hợp.

Bảng 3. Ảnh hưởng của thời gian ngâm

Thời gian ngâm (p)	20	40	60	80
Thời gian chưng (p)	210	210	210	210
Lượng tinh dầu (ml)	6,34	6,50	6,55	6,54

Thời gian ngâm muối trước khi chưng cất cũng là một trong các yếu tố ảnh hưởng đến lượng tinh dầu thu được.

Từ kết quả ở Bảng 3 ta thấy:

Khi tăng thời gian ngâm muối từ 20÷60 phút thì lượng tinh dầu chưng cất tăng dần, nhưng nếu tiếp tục tăng thời gian ngâm lên tới 80 phút thì lượng tinh dầu thu được lại giảm đi. Điều này cho thấy nếu ngâm ở thời gian quá ngắn thì tác dụng của muối đến dung dịch chưa nhiều, do vậy lượng tinh dầu thu được vẫn còn ít, nhưng nếu kéo dài thời gian ngâm muối lên tới 80 phút thì một số cấu tử tinh dầu (chứa các nối đôi kém bền) có thể bị phân hủy bởi ánh sáng ở nhiệt độ phòng thành các phân tử dễ bay hơi và thất thoát ra môi trường trong quá trình chưng cất, từ đó làm giảm lượng tinh dầu chưng cất.

Do đó, chúng tôi chọn thời gian ngâm muối là 60 phút để thực hiện bước khảo sát tiếp theo.

3.5. Ảnh hưởng thời gian chưng cất

Theo phương pháp chưng cất lôi cuốn hơi nước, thực hiện với 1000g nguyên liệu sả củ, lượng nước là 3 lít, đun trong thời gian lần lượt là 120 phút, 150 phút, 180 phút và 210 phút (tính từ lúc bắt đầu xuất hiện giọt tinh dầu đầu tiên), thu được kết quả như bảng sau:

Bảng 4. Ảnh hưởng của thời gian chưng cất tới lượng tinh dầu sả chanh

Tỷ lệ nguyên liệu/nước	1/3	1/3	1/3	1/3
Thời gian ngâm(p)	60	60	60	60
Thời gian (phút)	120	150	180	210
Lượng tinh dầu (ml)	6,33	6,44	6,56	6,565

- Nhận xét: Từ Bảng 4 ta thấy lượng tinh dầu tăng theo thời gian chưng cất. Nhưng nếu kéo dài thời gian chưng cất thì tinh dầu hòa tan trong nước hoàn lưu chịu biến đổi nhiệt phân tách thành những phân tử nhỏ không ngưng tụ khiến lượng tinh dầu sẽ không tăng thêm nhiều nữa và làm tốn nhiều năng lượng chưng cất. Thời gian đun thích hợp cho lượng tinh dầu là khoảng 180 phút.

3.6. Ảnh hưởng của thời gian sau thu hoạch đến hiệu suất phần lá sả đã héo

Theo phương pháp chưng cất lôi cuốn hơi nước, thực hiện với 1000g nguyên liệu sả lá đã héo, lượng nước là 3 lít, đun trong thời gian lần, 180 phút tính từ lúc bắt đầu xuất hiện giọt tinh dầu đầu tiên, thu được kết quả như bảng sau:

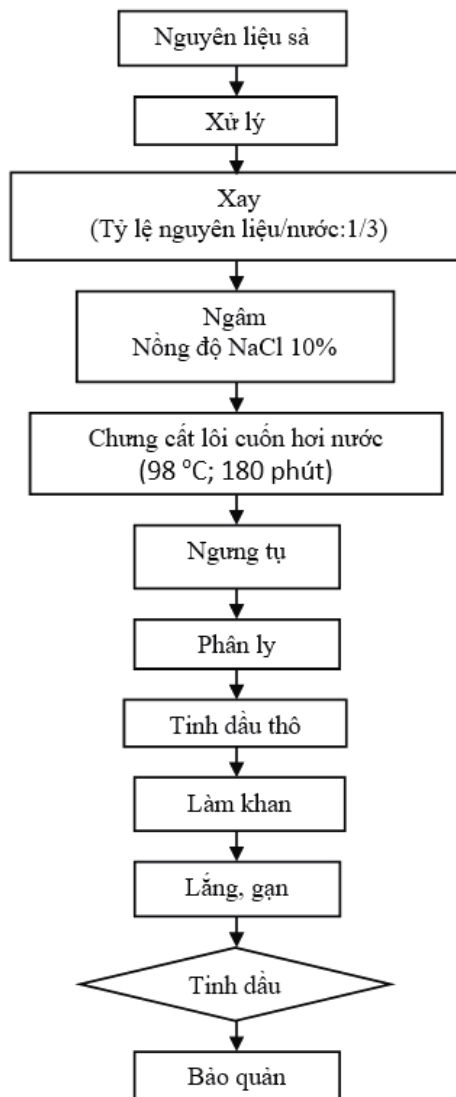
Bảng 5. Ảnh hưởng của thời gian sau thu hoạch đến hiệu suất của tinh dầu

Thời gian (ngày)	1	3	5	7
m(g) thực tế	1000	900	800	700
Tinh dầu thu được (ml)	6,6	5,8	5,3	4,6
Hiệu suất(%)	0,5	0,57	0,58	0,55

Nhận xét: Theo Bảng 5 ta thấy nguyên liệu càng héo thì lượng tinh dầu thu được sẽ giảm đi, nhưng hiệu suất thu hồi tinh dầu sẽ tăng lên. Tuy nhiên để nguyên liệu càng lâu thì hiệu suất thu hồi sẽ giảm đi, tiết kiệm nhiên liệu.

Thời gian thích hợp để tiến hành tách tinh dầu là 5 ngày sau khi thu hoạch.

3.7. Quy trình tối ưu tách chiết tinh dầu sả



Hình 2. Quy trình tách chiết tinh dầu tối ưu

3.8. Thiết kế các thông số cơ bản thiết bị

3.8.1. Thiết bị chưng

Thể tích nguyên liệu của nồi chưng cất được tính theo công thức:

$$V = \frac{M}{G} (m^3)$$

M – khối lượng nguyên liệu của một mẻ chưng cất, kg; M=20 kg

G - khối lượng riêng đồ đồng của nguyên liệu, kg/m³. G=650 kg/m³ trang 50 tài liệu [4]

$$V = \frac{20}{650} = 0,031\text{m}^3$$

Thể tích của Sả chiếm 75% thể tích thiết bị nên thể tích thiết bị là:

$$V = \frac{0,031}{75} \cdot 100 = 0,0413\text{m}^3$$

Chọn tỉ lệ giữa đường kính trong thân thiết bị chung cất với chiều cao thân thiết bị là 1,5. Ta có đường kính thân thiết bị là D:

$$V_{tb} = \frac{\pi \cdot D^2}{4} \cdot H$$

Trong đó: D - đường kính thiết bị,

H - chiều cao thiết bị, m

$$D = \sqrt[3]{\frac{4 \cdot V_{tb}}{1,5 \cdot \pi}} = \sqrt[3]{\frac{4 \cdot 0,0413}{1,5 \cdot 3,14}} = 0,327\text{m}$$

Chọn D= 0,35 m

Chiều cao thiết bị: H= 1,5.D= 350.1,5 = 525 cm

Vậy thể tích thiết bị lúc này sẽ là:

$$V_{tb} = \frac{3,14 \cdot 0,35^2}{4} \cdot 0,525 = 0,05\text{m}^3$$

3.8.2. Thiết bị ngưng tụ

- Nhiệt độ nước mát đầu vào là $t_1 = 25^\circ\text{C}$

- Nhiệt độ nước mát đầu ra là $t_2 = 45^\circ\text{C}$

- Nhiệt độ hơi nóng đi vào: $T_D = 98^\circ\text{C}$

- Nhiệt độ nước ngưng đi ra: $T_C = 35^\circ\text{C}$

- Lượng hơi nước: L=2,083 (kg/h)

Ống truyền nhiệt được làm bằng thép không gỉ Inox 304. Kích thước ống: 25x2 (mm)

Hệ số truyền nhiệt K= 500 W/m².độ

Hiệu số nhiệt độ trung bình được tính như sau trang 5 tài liệu [9]

$$\Delta t = \frac{(T_D - t_2) - (T_C - t_1)}{\ln \frac{T_D - t_2}{T_C - t_1}}$$

Qua đó ta có, bề mặt truyền nhiệt được xác định qua trang 3 tài liệu [9]:

$$F = \frac{Q}{K \cdot \Delta t} (m^2)$$

Trong đó:

Q: Lượng nhiệt truyền qua thành ống theo

phương vuông góc

F: diện tích truyền nhiệt, (m²)

Δt : Hiệu số nhiệt độ giữa hai phía thành ống

K: Hệ số truyền nhiệt.

Bề mặt truyền nhiệt:

$$F = \frac{1463}{500 \cdot 26,2} = 0,112\text{m}^2$$

Chiều dài ống truyền nhiệt

$$L = \frac{F}{\pi \cdot d_{tb}} = \frac{0,112}{3,14 \cdot 23 \cdot 10^{-3}} = 1,62\text{m}$$

4. KẾT LUẬN

Xây dựng quy trình tách chiết tinh dầu sả chanh với nguyên liệu 20 kg sả ở thị xã Phú Thọ ta thu được lượng tinh dầu là 133,33 ml, tương đương hiệu suất 0,58%

TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. Võ Văn Chi, Vũ Văn Chuyên, Phan Nguyên Hồng, Trần Hợp, (1973), *Cây cỏ thường thấy ở Việt Nam*, tập 1, NXB KHKT.
2. Nguyễn Văn Đàn, Ngô Ngọc Khuyển, (1999), *Hợp chất thiên nhiên dùng làm thuốc*, NXB y học Hà Nội.
3. Trần Tứ Hiếu, (2015) phần 3 - *Các phương pháp phân tích công cụ*, NXBKHK
4. Đỗ Tất Lợi, (1985), *Tinh dầu Việt Nam*, NXB Y học TP HCM.
5. Đỗ Tất Lợi, (1992), *Những cây thuốc và vị thuốc*, NXB KHKT Hà Nội.
6. Lê Ngọc Thạch, (2003), *Tinh dầu*, NXB ĐHQG Hà Nội.
7. Nguyễn Quốc Châu Thanh, (2013), *Khóa luận Tốt Nghiệp Ly Trích Và Khảo sát thành phần hóa học của tinh dầu sả chanh*, Trường Đại Học Cần Thơ.
8. Dược điển Việt Nam, (2013), NXB Y học.
9. Tập thể tác giả, (2006), *Sổ tay quá trình và thiết bị công nghệ hóa chất tập 1*, NXB KHKT Hà Nội.