

A STUDY OF TECHNOLOGICAL PROCESS FOR PILOT SCALE GLUCOMANNAN PRODUCTION LINE USING *AMORPHOPHALLUS KRAUSEI* RIZHOMES CULTIVATED IN AN GIANG PROVINCE

Dai Thi Lan¹, Le Ngoc Hung^{1*}, Mai Van Nam², Nguyen Thi Thanh Huong³, Tran Van Thanh⁴,
Nguyen Thi Huong¹, Le Thi Dieu Linh¹, Nguyen Thanh Tuan⁵

¹Vietnam Academy of Science and Technology, ²Hanoi University of Science and Technology

³TNU - University of Education, ⁴Vietnam University of Traditional Medicine

⁵VIPTAM Institute of Technology Application

ARTICLE INFO	ABSTRACT
<p>Received: 23/3/2021</p> <p>Revised: 29/4/2021</p> <p>Published: 29/4/2021</p>	<p>This paper focuses on the development and optimization of the technological process to produce purified GM powder on small scale production line using An Giang cultivated <i>Amorphophallus Krausei</i> rhizomes (200 kg per batch). The study includes improvement for technical parameters, solvents selection, production temperature conditions, quality assessment of refined glucomannan powder according to the preliminary standards approved in previous publication. The results showed that high yield and optimal product quality were achieved when using an antibrowning agent of 0.2% NaHSO₃; wet grinding technology in ethanol: water (1.5:1) solvent; ratio of solvents/ raw materials 2:1, grinding time is 20 minutes; followed by filtration by membrane filter (pore size <0.15 mm); GM powder is separated by horizontal centrifugation at 500 rpm and then dried in a refrigerating equipment at 10°C for up to 10 hours.</p>
<p>KEYWORDS</p> <p>Glucomannan powder</p> <p>Technology</p> <p>Standards</p> <p>Rizhome <i>Amorphophallus Krausei</i></p> <p>An Giang</p>	

NGHIÊN CỨU XÂY DỰNG QUY TRÌNH CÔNG NGHỆ PHÙ HỢP DÂY CHUYỀN QUY MÔ NHỎ SẢN XUẤT GLUCOMANNAN TỪ CỦ NỬA (*AMORPHOPHALLUS KRAUSEI*) THU HOẠCH TẠI AN GIANG

Đái Thị Lan¹, Lê Ngọc Hùng^{1*}, Mai Văn Nam², Nguyễn Thị Thanh Hương³, Trần Văn Thanh⁴,
Nguyễn Thị Hương¹, Lê Thị Diệu Linh¹, Nguyễn Thanh Tuấn⁵

¹Trung tâm Nghiên cứu và Chuyển giao công nghệ - VAST, ²Trường Đại học Bách khoa Hà Nội

³Trường Đại học Sư phạm - ĐH Thái Nguyên, ⁴Học viện Y dược học cổ truyền

⁵Viện ứng dụng công nghệ VIPTAM

THÔNG TIN BÀI BÁO	TÓM TẮT
<p>Ngày nhận bài: 23/3/2021</p> <p>Ngày hoàn thiện: 29/4/2021</p> <p>Ngày đăng: 29/4/2021</p>	<p>Nghiên cứu nhằm xây dựng và tối ưu hóa quy trình công nghệ sản xuất bột glucomannan tinh chế trên dây chuyền sản xuất liên tục quy mô 200 kg/mê từ nguyên liệu củ nửa Krausei trồng tại xã Thới Sơn, Tịnh Biên, An Giang. Quá trình nghiên cứu bao gồm: tối ưu hóa các thông số kỹ thuật, lựa chọn dung môi, điều kiện nhiệt độ sản xuất, đánh giá chất lượng sản phẩm bột glucomannan tinh chế theo tiêu chuẩn cơ sở được công bố trong công trình trước. Kết quả nghiên cứu cho thấy, dây chuyền sản xuất đạt năng suất cao và cho chất lượng sản phẩm tối ưu khi sử dụng chất chống nâu hóa là NaHSO₃ 0,2%; áp dụng công nghệ nghiền ướt trong dung môi ethanol : nước (1,5:1); tỷ lệ dung môi/ nguyên liệu củ Nửa tươi là 2:1, thời gian nghiền 20 phút; sử dụng màng lọc có kích cỡ lỗ lọc < 0,15 mm ngay sau khi nghiền ướt; tách bột GM bằng ly tâm ngang với tốc độ 500 vòng/phút và sấy khô bột GM nhằm thu sản phẩm bột GM tinh chế khô bằng thiết bị sấy lạnh ở 10°C trong tối đa 10 giờ.</p>
<p>TỪ KHÓA</p> <p>Bột glucomannan</p> <p>Công nghệ</p> <p>Tiêu chuẩn</p> <p>Củ Nửa <i>Amorphophallus Krausei</i></p> <p>An Giang</p>	

* Corresponding author. Email: ngoc10hung@yahoo.com

1. Giới thiệu

Cây Nưa thuộc chi *Amorphophallus* họ Ráy có khoảng 200 loài trên thế giới và 25 loài ở nước ta [1], [2]. Trong củ Nưa chứa glucomannan (GM) là một polysaccarit tan trong nước với phân tử lượng khoảng 200÷2000 Kda. GM tạo đông tốt và dung dịch có độ nhớt cao 20,000 ÷ 40,000 cp nên được sử dụng nhiều trong chế biến thạch, đậu phụ, đồ uống, tăng độ giòn của bánh, kẹo, mỳ miến.... Với tính chất lý hóa và dược lý là một chất xơ hòa tan có thể tích trương nở tăng 200 lần trong nước, cao nhất trong các chất xơ thiên nhiên, GM còn được sử dụng trong thực phẩm bảo vệ sức khỏe cho người béo phì, điều trị táo bón do khi đưa vào cơ thể sẽ tạo cảm giác no, giảm nhu cầu ăn, giảm cholesteron, lipoprotein và chất béo trung tính [3], [4]. Trong các loài Nưa được tìm thấy ở nước ta có Nưa *Konjac*, Nưa *Krausei* và Nưa *Corrugatus* có hàm lượng GM cao [2]. Nghiên cứu phát triển cây Nưa đã được tiến hành ở nước ta trong thời gian gần đây [5]. Tại xã Thới Sơn, Tịnh Biên, An Giang quá trình thu thập cho thấy loài Nưa *Krausei* khá phổ biến; trồng thử và thu hoạch để sản xuất bột GM trên dây chuyền sản xuất quy mô nhỏ.

Trên thế giới có nhiều quy trình công nghệ sản xuất bột GM tinh chế; thường gồm bước tạo bột GM chất lượng thấp bằng công nghệ sấy khô trong dòng SO₂ và tách bằng thổi khí, tinh chế bột GM trong dung dịch muối SO₂ để tránh nâu hóa và loại tinh bột, đường tan, protein, chất khoáng,... rồi rửa bằng cồn, sấy khô thu bột có hàm lượng GM trên 80% [6]. Các nghiên cứu hóa học và chiết xuất GM trong nước sử dụng thiết bị nhập ngoại nên khả năng ứng dụng thực tế chưa rộng rãi [7]. Chúng tôi đã xây dựng thành công quy trình công nghệ hai giai đoạn cải tiến (nghiên ướt/ phân ly ly tâm - sấy lạnh) sản xuất bột GM tinh chế từ các loài Nưa hàm lượng GM cao, không qua giai đoạn sấy khô trong dòng SO₂ vừa phức tạp về đầu tư thiết bị vừa để lại lượng lưu huỳnh không nhỏ [8]. Hiện nay, trong nước chưa có công bố cũng như ứng dụng thực tế sản xuất GM từ củ nưa *Krausei* bằng dây chuyền sản xuất trong nước với chi phí sản xuất thấp, khả năng ứng dụng cao để sử dụng rộng rãi trong nước [2]. Trong bài báo này sẽ công bố các kết quả nghiên cứu quy trình công nghệ cải tiến hai giai đoạn phù hợp để sản xuất GM quy mô 200kg nguyên liệu củ nưa *Krausei* từ nguyên liệu thu hoạch tại mô hình trồng thử nghiệm được liệu ở xã Thới Sơn. Độ trương nở và chất lượng sản phẩm GM tinh chế sản xuất từ dây chuyền theo tiêu chuẩn cơ sở đã được công bố cũng được đánh giá trong khuôn khổ nghiên cứu này [2].

2. Phương pháp nghiên cứu

2.1. Vật liệu, hóa chất, thiết bị

Nguyên liệu: Củ Nưa *Krausei* thu hoạch tại xã Thới Sơn, Tịnh Biên, An Giang; giám định tên khoa học bởi ThS Nguyễn Phùng Hà, Trung tâm Tài nguyên thực vật, Viện Khoa học Nông Nghiệp Việt Nam và lưu giữ tiêu bản tại Trung tâm Nghiên cứu và Chuyển giao công nghệ, Viện Hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam.

Dung môi hóa chất: NaHSO₃ và ethanol tinh khiết của Merck (Đức). Nước lọc qua màng thẩm thấu ngược RO (reverse osmosis) sản xuất tại chỗ.

Dụng cụ, thiết bị: Cân kỹ thuật 50 kg (10⁻²), cân phân tích 220g (10⁻³) của hãng Yela (Nhật).

2.2. Phương pháp nghiên cứu

2.2.1. Hoàn thiện quy trình sản xuất bột GM tinh chế trên dây chuyền sản xuất quy mô nhỏ theo công nghệ hai giai đoạn cải tiến (nghiên ướt/ phân ly ly tâm - sấy lạnh):

Hoàn thiện thông số hoạt động của các thiết bị được chế tạo để công suất phù hợp quy mô 200 kg nguyên liệu củ Nưa tươi/mẻ như sau: Cân củ Nưa tươi (*m kg/mẻ*), đưa vào thiết bị rửa - bóc vỏ để đánh giá khả năng rửa sạch đất cát, gọt sạch vỏ cho hết lớp biểu bì màu xanh, đạt năng suất tối ưu phù hợp quy mô thiết kế. Củ đã bóc vỏ được nhúng qua bể chứa ethanol/nước có pha chất chống nâu hóa NaHSO₃ 0,2‰. Củ Nưa đã nhúng được đưa liên tục vào thiết bị nghiền ướt để nghiền, đồng thời củ và bột GM tách ra từ củ Nưa được bơm hồi lưu lại trong dung môi nghiền

ethanol/nước tỷ lệ phù hợp. Thiết bị được đánh giá khả năng củ được nghiền hết thành bột mịn kích thước đủ nhỏ để dịch nghiền rắn - lỏng đi qua lưới lọc kích cỡ lỗ < 0,15 mm ở đáy nhưng giữ lại xơ xenlulo của vỏ và củ cũng như thời gian nghiền thích hợp cho lượng củ đã ngâm. Dịch nghiền mang bột Nưa mịn đi trực tiếp sang thiết bị tách ly tâm tách pha lỏng chứa tinh bột và tạp chất tan trong ethanol/nước ra khỏi pha rắn là bột GM nằm lại trên mặt đĩa ly tâm quay. Thiết bị được đánh giá khả năng bột GM ẩm được đẩy dần, đủ nhanh và không tắc khỏi mặt đĩa theo lực ly tâm. Lấy bột GM thô, ẩm từ mặt đĩa ly tâm quay để sấy khô lạnh ở 10⁰-15⁰C trên thiết bị sấy lạnh rồi nghiền mịn thu bột GM thô độ mịn 120 mesh ($m_{GM\ thô}, kg$). Bột GM thô, nhão từ thiết bị tách ly tâm được đưa lại thiết bị nghiền ướt với tỉ lệ dung môi nghiền/ bột GM thô là 2/1 để tinh chế 4 lần. Sản phẩm rửa, ly tâm lần cuối được sấy lạnh và nghiền là bột GM tinh chế ($m_{GM\ tc}, kg$). Các thông số đánh giá công nghệ của dây chuyền thiết bị như sau:

- Hiệu suất GM thô được xác định theo công thức $H_{GM\ thô} = m_{GM\ thô} / (m \times h) \times 100 (\%)$, trong đó: Độ ẩm trung bình của củ Nưa tươi ký hiệu là h (%).

- Hiệu suất GM tinh chế được xác định theo công thức $H_{GM\ tc} = \text{Khối lượng GM tinh chế} \times \text{Hàm lượng GM trong bột GM tinh chế} / \text{Khối lượng GM trong củ Nưa tươi} (\%) = m_{GM\ tc} \times C_{GM\ tc} / (m \times h) (\%)$, trong đó: Hàm lượng GM trong bột GM tinh chế được xác định theo phương pháp so màu với chất hiện màu 3,5-dinitrosalicylic axit được ký hiệu là $C_{GM\ tc} (\%)$.

2.2.2. Nghiên cứu độ trương nở của bột GM tinh chế

Cân 0,1 gam bột GM tinh chế, hòa trong dung dịch ethanol với các nồng độ khác nhau từ 70% tới 99%. Khuấy trộn ở nhiệt độ thường rồi đem lọc qua giấy lọc để loại bỏ dịch lọc. Cân khối lượng tủa thu được. Độ trương nở của GM tinh chế: Độ hấp thụ nước đạt tới hạn khi cân bằng $W = (m_s - m_k) / m_k$; trong đó m_s là khối lượng của GM khi trương nở và m_k là khối lượng của GM khô.

2.2.3. Đánh giá các tiêu chuẩn khác của bột GM tinh chế

Hàm lượng GM được đo bằng phương pháp so màu với chất hiện màu 3,5-dinitrosalicylic axit [2]. Độ nhiễm khuẩn, hàm lượng asen, chì, độ ẩm được đo tương ứng theo Phụ lục 13.6, 9.4.2, 9.4.4 và 9.6 trong Dược điển Việt Nam V. Đo pH dung dịch bột GM tinh chế trong nước nồng độ 1 mg/ml bằng thiết bị đo Maritini (Rumani). Đo độ nhớt dung dịch nước GM nồng độ 1 mg/ml bằng máy đo độ nhớt Brookfield. Hàm lượng lưu huỳnh tồn dư được xác định bằng phương pháp trọng lượng. Các tiêu chuẩn được tiến hành đo tại phòng thí nghiệm của chúng tôi [2].

3. Kết quả và thảo luận

3.1. Kết quả nghiên cứu hoàn thiện quy trình sản xuất các bột GM tinh chế quy mô nhỏ

Đối với thiết bị trong dây chuyền, các thông số hoạt động của mỗi thiết bị theo từng bước tương ứng của quy trình được tối ưu hóa. Thí nghiệm xác định độ ẩm của củ Nưa tươi theo Dược điển Việt Nam V cho kết quả lượng nước trung bình trong củ Nưa dao động trong khoảng 78-80%.

3.2.1. Tối ưu hóa thông số hoạt động của thiết bị rửa - bóc vỏ

Bước 1 (Rửa - Bóc vỏ) của quy trình công nghệ được thực hiện trên thiết bị rửa - bóc vỏ. Đầu tiên, củ Nưa tươi được cân và đưa liên tục vào máy để rửa sạch hết đất cát, bụi bẩn. Tại đây, nguyên liệu được rửa sạch, gọt vỏ và lớp thượng bì màu xanh, để lại phần thịt củ màu vàng, vàng nhạt hoặc trắng, sau đó được đưa vào thùng có dung dịch NaHSO₃ nồng độ 0,2‰ trong 5 phút. Phần vỏ được tách riêng ra khỏi củ vào bể hứng thứ hai. Thông số hoạt động hợp lý cho quy trình sản xuất khi vận hành thiết bị rửa - bóc vỏ là bơm nước rửa 2.5 m³/giờ với áp suất hơn 1 atm. Với tốc độ quả lô rửa 100 vòng/phút, tuy thiết bị vận hành liên tục nhưng khi đưa mỗi mẻ củ nưa vào thì tối đa khoảng 45 kg mẻ củ không bị dồn vào cuối mỗi ngăn và đi ra dễ dàng, tối thiểu 8 kg củ Nưa và khối lượng rửa tối ưu cho một mẻ là 14 - 20 kg/mẻ trong 15 phút để được củ bóc vỏ hoàn

toàn nhưng phù hợp với năng suất thiết bị nghiền ướt. Như vậy, năng suất rửa - bóc vỏ tới 800 kg/ngày (ca 8 giờ làm việc).

3.2.2. Tối ưu hóa thông số hoạt động và quy trình công nghệ trên thiết bị nghiền ướt

3.2.2.1. Tối ưu hóa thông số hoạt động thiết bị nghiền ướt

Bước 2 (Nghiền ướt) là bước trọng tâm đầu tiên và lần đầu tiên được áp dụng sản xuất bột GM được thực hiện trên thiết bị nghiền ướt. Lượng dung dịch nghiền cồn/nước chỉ được đưa vào tối đa là 20 lít, mở van đáy mở van tuần hoàn dịch nghiền (chỉ mở 1/2 van) bật bơm tuần hoàn dịch, khi bơm chạy ổn định thì đưa nguyên liệu vào, chú ý tối đa cho một mẻ nghiền là 45 kg củ (tốt nhất nên đưa vào khoảng 25-30 kg nguyên liệu một mẻ). Thực hiện quá trình nghiền tuần hoàn dịch nghiền đến khi nào thử trên vòi hồi lưu đạt yêu cầu thì mở van dịch chuyển sang thiết bị phân ly ly tâm (chỉ mở 1/2 van) và khép dần rồi đóng kín van hồi lưu, khi gần hết dịch đưa thêm một ít dung dịch nghiền vào để rửa và đẩy hết sản phẩm nghiền ra ngoài. Quá trình nghiền ướt cũng đồng thời là quá trình rửa, làm sạch hoạt chất glucomannan rắn không tan và không bị trương nở khỏi các chất tan trong dung dịch cồn - nước. Quá trình này nâng cao hàm lượng glucomannan rất nhiều trong bột sản phẩm. Sau khi kết thúc trình nghiền, hỗn hợp trên được bơm ra để phân ly tách phần chất lỏng và phần chất rắn có kích thước hạt dưới kích thước hạt của mặt lưới lọc sử dụng trong thiết bị phân ly ly tâm (lọc). Sau khi bơm hết toàn bộ dung dịch nghiền sang thiết bị phân ly ly tâm thì tắt bơm, mở cửa xả bã để đẩy bã ra ngoài.

Thông số tối ưu cho thiết bị nghiền ướt trong dây chuyền khi bơm tuần hoàn dung dịch nghiền cồn/nước tối ưu là 60 - 100 lít/phút, kích thước mắt lưới buồng nghiền 90 mesh (155 μ m). Trong điều kiện này, tổng thể tích hữu dụng buồng nghiền kể cả thể tích củ là 40 lít nên thể tích hữu dụng buồng nghiền trên dung dịch nghiền cồn/nước là 20-25 lít. Khi sử dụng thể tích dung dịch nghiền cồn/nước cao hơn thì sẽ bắn dung dịch nhiều và thiết bị chạy khá bị ồn cũng như rung. Thể tích dưới buồng nghiền khuấy và lưới lọc là 80 lít bao gồm cả ống bơm được xác định thể tích lưu từ 1,0 - 1,5 lít. Năng suất tối ưu là 120 kg nguyên liệu củ Nưa/giờ tương đương khoảng 1.000 kg củ Nưa tươi (cả vỏ)/ngày (ca 8 giờ làm việc).

3.2.2.2. Ảnh hưởng của nồng độ dung môi ethanol trong bước nghiền ướt đến khối lượng sản phẩm bột GM tinh chế

Chúng tôi tiến hành đưa nguyên liệu củ Nưa tươi liên tục vào máy nghiền với khối lượng khoảng 30 kg/mẻ để đảm bảo phù hợp thể tích buồng nghiền thô 40 lít. Đồng thời chúng tôi cũng bơm dung môi chiết ethanol/nước với tỉ lệ thể tích dung môi (lít) và nguyên liệu củ Nưa (kg) là 2:1 vào thiết bị nghiền. Dung môi chiết ethanol/nước được pha từ cồn thực phẩm 96% và sử dụng cồn tuyệt đối để đạt nồng độ ethanol sử dụng từ 45% tới 99%. Thời gian nghiền liên tục lần 1 là trong 20 phút thì hết lượng củ nưa nguyên liệu. Dịch nghiền ướt ra khỏi máy nghiền đi qua lưới lọc kích cỡ hạt nhỏ hơn 0,15 mm và được phân ly ly tâm ngang để thu sản phẩm bột có dạng bột mịn nhão là bột GM thô. Sản phẩm được sấy lạnh để xác định khối lượng (KL bột GM thô). Để thu được bột GM tinh chế, chúng tôi đưa bột GM thô dạng nhão từ thiết bị phân ly ly tâm ngang vào lại thiết bị nghiền ướt với cùng tỉ lệ dung môi nghiền/bột GM nhão là 2:1 để tinh chế lần 2. Sản phẩm bột GM được rửa lần 1 thu từ thiết bị phân ly ly tâm ngang lại được đưa vào thiết bị nghiền ướt để tinh chế lần 2 tới lần thứ 4. Sản phẩm thu được sau khi nghiền 5 lần là bột GM tinh chế (KL GM tc) được sấy lạnh.

Bảng 1 cho thấy 6 nồng độ ethanol/nước được pha giao động từ 45% (tương đương nồng độ rượu có thể sản xuất bằng chưng cất thủ công) qua 50%, 60%, 80% (pha chế từ cồn thực phẩm tiêu chuẩn) và 96% (cồn thực phẩm tiêu chuẩn) tới 99% (ethanol tinh khiết) và sử dụng chiết tách GM từ củ Nưa tươi. Do trong củ Nưa tươi có tới 78 - 80% là nước, nồng độ ethanol điều chỉnh của dung dịch nghiền trong quá trình nghiền ướt giảm từ 13% tới 28% khi nồng độ ethanol sử dụng tăng.

Bảng 1. Ảnh hưởng của nồng độ dung môi ethanol trong bước nghiền ướt

Cethanol sử dụng (%)	Cethanol điều chỉnh (%)	KL củ Nưa tươi (m, kg)	KL GM thô (m _{GM} thô, kg)*	Hiệu suất GM thô (%)*	KL GM tinh chế (m _{GM tc} , kg)**	Hàm lượng GM trong GM tinh chế (%)**	Hiệu suất GM tinh chế (%)
45	32	30.02	2.85	43.15	1.58	80.01	19.14
50	36	29.81	4.47	68.16	2.67	79.82	32.50
60	43	29.91	6.51	98.93	3.66	81.46	45.31
80	58	30.18	6.63	99.86	3.78	83.18	47.36
96	69	29.70	6.49	99.33	3.92	84.07	50.44
99	71	30.60	6.69	99.38	4.07	84.30	50.97

*: Nghiền trong ethanol/nước 1 lần, **: Nghiền - tinh chế tiếp trong ethanol/nước thêm 4 lần

Kết quả xác định hiệu suất GM thô từ lần nghiền đầu tiên trong bảng 1 cho thấy, khi nồng độ ethanol/nước thấp dưới 50% thì có tới 32 - 57% GM bị trương nở với nước nên không thu hồi được, còn khi nồng độ ethanol trên 60% thì hầu như GM không bị trương nở nên hiệu suất thu hồi GM thô đạt tới 99%. Trong tất cả các nồng độ ethanol/nước khảo sát, khi tăng dần nồng độ ethanol/nước từ 45 - 99% thì chất lượng sản phẩm GM tinh chế đều cao đạt yêu cầu chất lượng từ 79,82 - 84,30% GM. Hàm lượng GM tinh chế thấp nhất xấp xỉ 80% khi sử dụng nồng độ ethanol/nước thấp từ 45 - 60%, còn khi sử dụng nồng độ ethanol/nước cao hơn 80% đến tuyệt đối thì hàm lượng GM tinh chế trong sản phẩm thu được là cao nhất cũng chỉ khoảng 84%. Mặt khác, hiệu suất quá trình chiết - tinh chế GM tăng từ 19,14 - 32,50% khi nồng độ ethanol/nước trong khoảng 45 - 50% lên đạt 45,31 - 50,97% và thay đổi không đáng kể với nồng độ ethanol/nước từ 60 - 99%. Có thể giải thích lý do khi tăng nồng độ của ethanol từ 45% lên tới 60% thì hiệu suất GM thô tăng rất nhanh là do ở nồng độ ethanol thấp, lượng nước trong dung môi sau khi điều chỉnh với lượng nước từ củ Nưa giao động trong khoảng 57 - 68% là khá lớn nên dễ tạo gel làm trương nở một phần chất GM dẫn đến giảm lượng GM thô thu được.

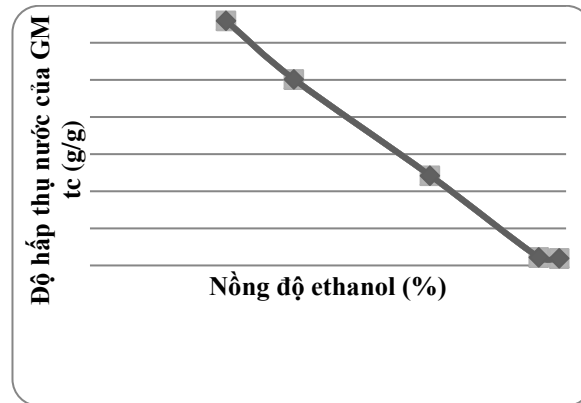
Có thể giải thích lý do khi tăng nồng độ của ethanol thì hiệu suất GM tinh chế tăng là do khi nồng độ ethanol/nước giảm, lượng nước trong dung môi nhiều hơn sẽ tạo gel làm trương nở một phần chất GM nên giảm lượng GM tinh chế thu được. Do được rửa tới 5 lần bằng dung dịch ethanol/nước cùng nồng độ nên chất lượng GM tinh chế đều cao và đạt tiêu chuẩn cơ sở đã công bố là trên 80%. Do ethanol tuyệt đối (99%) cũng như thực phẩm (96%) có giá thành đắt hơn nhiều lần mà ethanol/nước 60% (tỉ lệ 1,5:1) đã cho hiệu suất tách chiết và hàm lượng của GM tinh chế trong sản phẩm tốt nên chúng tôi lựa chọn ethanol nồng độ này để thực hiện quá trình chiết tách.

3.2.2.3. Ảnh hưởng nồng độ ethanol khi nghiền đến độ trương của sản phẩm bột GM tinh chế

Các sản phẩm bột GM tinh chế sản xuất được với điều kiện nghiền ướt trong dung dịch ethanol nồng độ khác nhau đều có hàm lượng GM cao trên 80% (bảng 2) nhưng các tính chất hóa lý khác có thể khác nhau, trong đó có độ giữ nước. Chúng tôi nghiên cứu độ trương nở của các sản phẩm bột GM tinh chế sản xuất trong điều kiện nồng độ dung môi ethanol/nước khi nghiền ướt củ Nưa khác nhau. Do ở nồng độ ethanol/nước thấp dưới 45%, lượng bột GM bị trương nở tới trên 56% nên chúng tôi không xác định độ trương nở của bột GM tinh chế thu được trong điều kiện này.

Bảng 2. Ảnh hưởng nồng độ ethanol khi nghiền đến độ trương của sản phẩm bột GM tinh chế

Nồng độ ethanol (%)	Độ hấp thụ nước của GM tc (g/g)
50	330
60	251
80	121,33
96	11
99	10



Hình 1. Ảnh hưởng của nồng độ ethanol khi nghiền đến độ trương của sản phẩm bột GM tinh chế

Kết quả đo độ trương nở của các sản phẩm GM tinh chế sản xuất ở các nồng độ ethanol khác nhau khi nghiền thể hiện trong bảng 2 và hình 1 cho thấy, khi nồng độ ethanol/nước tăng dần đều từ 50% lên 99% thì độ trương nở của GM tinh chế giảm mạnh và đều từ 330 lần xuống còn 10 lần. Khi nồng độ ethanol tăng trong khoảng 50 - 80% thì độ trương nở tuy giảm đều nhưng tốc độ giảm dưới 3 lần từ 330 g/g xuống còn 120 g/g. Trong khi đó, với nồng độ ethanol tăng trên 80% tới 99% thì bột GM tinh chế có độ trương nở giảm đều nhưng tỉ lệ giảm mạnh tới 12 lần: độ hấp thụ nước của GM tinh chế giảm từ 121 g/g xuống chỉ còn 10 g/g.

Độ trương nở của sản phẩm GM tinh chế thể hiện độ hấp thụ nước đạt tới hạn khi cân bằng. Lúc này các hydrogel của bột GM đạt đến trạng thái cân bằng lúc trương nở nên độ hấp thụ nước đạt tới giá trị tới hạn là độ hấp thụ nước khi cân bằng. Khi nồng độ ethanol gần tuyệt đối là 96% hoặc 99% thì mức độ trương nở của bột GM tinh chế rất thấp và tương đương nhau (10-11%) nhưng hiệu suất thu GM tinh chế là cao nhất (13,3%). Điều này được lý giải là do khi nghiền với nồng độ ethanol cao, ái lực của ethanol với nước mạnh hơn so với ái lực của GM khi tạo liên kết hydrogel và trương nở nên sau khi làm khô bột GM thì các phân tử GM này khó tạo liên kết hydrogel lại với phân tử nước hơn dẫn đến độ hấp thụ nước giảm mạnh; đồng thời do hàm lượng nước thấp nên lượng GM tạo hydrogel thấp dẫn đến hiệu suất thu GM tinh chế cao. Sản phẩm bột GM tinh chế thu được trong điều kiện nồng độ ethanol/nước dưới 80% có độ trương nở cao hơn tới trên 30 lần với sản phẩm thu được khi sử dụng ethanol tuyệt đối cho thấy khi hàm lượng nước cao hơn, dù một phần bột GM bị trương nở trong quá trình nghiền và tinh chế dẫn đến hiệu suất thu sản phẩm thấp hơn không đáng kể (12,2 - 12,5%) nhưng độ trương nở cao hơn nên tính ứng dụng cao hơn. Như vậy điều kiện chiết GM hợp lý khi nghiền là tỉ lệ dung môi ethanol/nước là 1,5/1 (hay 60%) và tỉ lệ thể tích dung môi (l)/khối lượng nguyên liệu (kg) là 2/1 cho sản phẩm bột GM tinh chế có chất lượng tốt và năng suất tối ưu.

3.2.3. Tối ưu hóa thông số hoạt động của thiết bị phân ly ly tâm ngang

Bước 3 (Ly tâm) là bước trọng tâm thứ hai và lần đầu tiên được áp dụng sản xuất bột GM được thực hiện trên thiết bị phân ly ly tâm ngang. Sản phẩm dạng bột mịn nhão sau khi nghiền được lọc qua màng lọc kích cỡ lỗ < 0,15 mm. Loại bỏ phần dịch chứa chủ yếu tinh bột và tạp chất còn thu sản phẩm là phần GM rắn từ bề mặt đĩa ly tâm. Tốc độ ly tâm hợp lý là 500 vòng/phút. Lượng bột GM tinh chế có kích thước lớn hơn lưới lọc nằm lại trên mặt đĩa ly tâm và tự động chảy ra vành ngoài của đĩa ly tâm, rơi vào thùng hứng bột nhão. Khi kết thúc bơm dịch ethanol/nước khỏi máy nghiền ướt thì ly tâm tiếp trong 5 phút đến khi bột nhão không được đẩy khỏi mặt đĩa ly tâm thì dừng. Tổng thời gian cả bơm và ly tâm đến ráo là 40 phút thì dừng hẳn và có thể tách bột nhão ra khỏi mặt đĩa ly tâm. Nếu ly tâm cho ráo thêm 20 phút thì tổng thời gian lên tới 60 phút nhưng bột GM tinh chế khá khô và đóng chắc trên mặt đĩa ly tâm nên khó lấy sản

phẩm ra. Do đó chúng tôi chọn thời gian chạy ly tâm liên tục hợp lý là 40 phút với lượng mẫu nghiên cứu 20 kg/mẻ thu được khoảng 1,8-2 kg bột GM nhão. Sản phẩm ra khỏi đĩa máy ly tâm trong khi quay là chất rắn dạng bột hơi ướt, độ ẩm tới 30%, kích cỡ hạt nhỏ hơn 90 mesh (tương đương 125 μm). Như vậy, năng suất tối ưu của thiết bị phân ly ly tâm ngang khi chạy ở chế độ mẻ là 200 kg củ Nưa tươi/ngày (ca 8 giờ làm việc).

3.2.4. Tối ưu hóa thông số hoạt động của thiết bị sấy lạnh

Bước 4 (Sấy lạnh) là bước trọng tâm cuối cùng và lần đầu tiên được áp dụng sản xuất bột GM được thực hiện trên thiết bị sấy lạnh. Đưa mỗi mẻ sấy lạnh là 30 kg bột GM tinh chế sau khi ra khỏi máy ly tâm được đưa vào máy sấy lạnh để tách nước. Độ ẩm trung bình khi thu bột GM tinh chế nhão trên bề mặt đĩa ly tâm tới 30%. Trong quá trình sấy lạnh, sau 60 phút lại kiểm tra độ ẩm và tơi của bột GM tinh chế bằng cách bóp nhẹ bằng tay đến khi bột tơi thì sấy tiếp 20 phút rồi dừng. Xác định độ ẩm của bột GM tinh chế sấy lạnh và đánh giá cảm quan chất lượng bột.

Bảng 3 cho thấy khi nhiệt độ của thiết bị sấy lạnh tăng từ 10°C lên nhiệt độ phòng thì thời gian sấy bột GM nhão đến khi khô không thay đổi nhiều dù áp suất hơi nước bão hòa trong dòng khí sấy lạnh tăng gần 4 lần. Tuy nhiên lúc này độ ẩm của sản phẩm bột GM tinh chế cũng cao hơn từ 7,3% tới 9,1% do độ ẩm tương đối trong khí sấy lạnh cao hơn. Như vậy khi tăng nhiệt độ thì lượng nước được kéo ra khỏi bột GM nhão gần như nhau nhưng độ ẩm của sản phẩm cuối khác nhau. Việc mất nước do sấy lạnh khác với khi sấy ở nhiệt độ cao trên 70-80°C thì nước mất đi do hấp thụ nhiệt lượng được cấp vào và hóa thành hơi bay đi. Tại nhiệt độ trên 20°C, bột GM khô bắt đầu có màu xám lại không đảm bảo chất lượng. Khi sấy GM nhão ở nhiệt độ cao không có SO_2 thì bột GM chuyển màu nâu. Như vậy, thông số tối ưu quá trình sấy lạnh là ở 10°C, tốc độ quạt 2500 $\text{m}^3/\text{giờ}$ và công suất 0,75kW.

Bảng 3. Tối ưu hóa nhiệt độ sấy lạnh bột GM tinh chế

Nhiệt độ sấy lạnh (°C)	Thời gian sấy (phút)	Độ ẩm GM tinh chế (%)	Cảm quan	Áp suất hơi nước bão hòa (Pa)
10	125	7,3	Màu sáng, mùi đặc trưng amin	1225
15	120	7,8	Màu sáng, mùi đặc trưng amin	1701
20	120	8,2	Bắt đầu xám, mùi đặc trưng amin	2333
25	115	8,8	Màu hơi xám, mùi đặc trưng amin	3130
Nhiệt độ phòng	110	9,1	Màu xám, mùi đặc trưng amin	4234

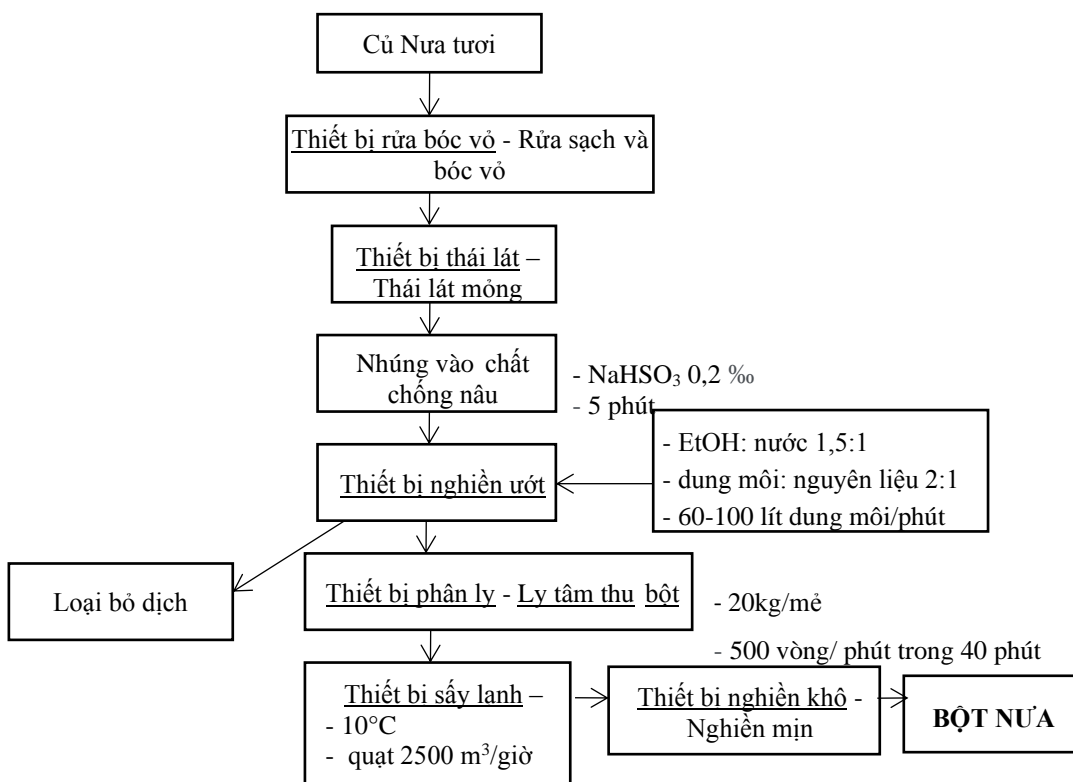
Với thông số trên, lượng nước tách được trung bình là 8 kg nước/giờ ở 10°C. Khi sử dụng cả 2 buồng sấy với 18 khay sấy cho năng suất 250 - 300 kg/mẻ và thời gian sấy trung bình là 6-10 giờ/mẻ phụ thuộc độ ẩm ban đầu của bột GM nhão thu được trên mặt đĩa ly tâm. Đây cũng là năng suất tối đa 250 - 300 kg/ngày (ca làm việc 8 giờ) của thiết bị sấy lạnh theo dây chuyền. Sản phẩm bột GM sấy lạnh có dạng bột tơi, độ ẩm dưới 10%, đồng đều về màu sắc. Công nghệ sấy lạnh được ứng dụng có ưu điểm không làm nâu hóa bột nưa ẩm trong quá trình sấy với thời gian dài mà không sử dụng khí SO_2 .

3.2.5. Đánh giá chất lượng sản phẩm bột GM tinh chế

Sản phẩm bột GM tinh chế sản xuất trên dây chuyền trong điều kiện tối ưu được đánh giá các chỉ tiêu hàm lượng glucomannan, độ nhiễm khuẩn, hàm lượng kim loại nặng asen và chì, độ pH, độ ẩm tại phòng thí nghiệm của chúng tôi theo phương pháp công bố trong bộ Tiêu chuẩn cơ sở [2]. Kết quả trong bảng 4 cho thấy sản phẩm bột GM tinh chế sản xuất trên dây chuyền được chúng tôi thiết kế, chế tạo và trên quy trình được xây dựng phù hợp đạt chất lượng so với TCCS đã công bố và Tiêu chuẩn GB/T 18104-2000 Fine konjac powder của Trung Quốc cho bột glycomannan loại tinh.

Bảng 4. Các chỉ tiêu chất lượng của sản phẩm GM tinh chế

Thông số	GM tinh chế	GM tinh chế (Tiêu chuẩn GB/T 18104-2000 Fine konjac powder, Trung Quốc)
Cỡ hạt (mesh)	91,6% trên 120 mesh	Trên 90,0% trên 120 mesh
GM (% khô)	85,5%	Từ 80-90%
Độ nhớt (mPals)	30.600	Trên 30.000
Độ ẩm (%)	7,4	Nhỏ hơn 10
Độ tro (%)	1,7	Nhỏ hơn 3,0
Pb (mg/kg)	0,2	Nhỏ hơn 0,8
As (mg/kg)	0,2	Nhỏ hơn 3,0
SO ₂ (g/kg)	0,192	Nhỏ hơn 0,3
pH	5,9	5,0 - 7,0
Độ nhiễm khuẩn CFU/g	Đạt yêu cầu	Nhỏ hơn 3.000
Mùi	Mùi đặc trưng	đặc trưng Konjac



Hình 2. Sơ đồ quy trình công nghệ sản xuất bột Nưa tinh chế



Hình 3. Ảnh khay sản phẩm sau phân ly ly tâm trước khi sấy



Hình 4. Bột Nưa thành phẩm

Hình 2 mô tả sơ đồ quy trình công nghệ sản xuất bột Nưa tinh chế khô trên dây chuyền công nghệ. Các sản phẩm được mô tả tại hình 3 và hình 4.

4. Kết luận

Nghiên cứu đã xây dựng quy trình công nghệ chế biến các sản phẩm bột Nưa, bột Nưa kỹ thuật và bột Nưa tinh chế qui mô pilot với nguyên liệu đầu vào 200 kg củ Nưa tươi/ngày theo thông số tối ưu gồm: (1) Rửa và bóc vỏ trên máy rửa - bóc vỏ, sử dụng chất chống nâu hóa là NaHSO₃ 0,2%/o; (2) Nghiền ướt củ Nưa bóc vỏ trong dung môi ethanol : nước (1,5:1); tỷ lệ dung môi/nguyên liệu củ Nưa tươi là 2:1, thời gian nghiền 20 phút; sử dụng màng lọc kích cỡ lỗ < 0,15 mm ngay sau khi nghiền ướt; (3) Kết hợp bơm trực tiếp dịch nghiền bột GM rắn và dịch ethanol/nước để tách bột GM bằng ly tâm ngang với tốc độ 500 vòng/phút; (4) Sấy khô bột GM nhằm thu sản phẩm bột GM tinh chế khô bằng thiết bị sấy lạnh ở 10°C trong tối đa 10 giờ.

Các sản phẩm bột GM tinh chế sản xuất trên dây chuyền được chế tạo đều đạt tiêu chuẩn cơ sở đã được công bố trước đây [2] và tương đương sản phẩm nhập khẩu của Trung Quốc [9] với hàm lượng của glucomannan trong bột GM tinh chế trên 80% để có thể sử dụng trong công nghiệp dược.

Lời cảm ơn

Các tác giả cảm ơn đề tài mã số KHCN-TNB/14-19/C21 thuộc Chương trình Tây Nam Bộ và dự án Đầu tư xây dựng PTN chuyên ngành hóa dược đã hỗ trợ để thực hiện nghiên cứu này.

TÀI LIỆU THAM KHẢO/ REFERENCES

- [1] V. D. Nguyen, T. A. Ha, V. T. Bui, and A. T. Truong, "Fourth species of *Amorphophallus* (Araceae) with their high value," *Proceeding of the 3th National Scientific Conference on Ecology and Biological Resources*, 2011.
- [2] N. H. Le, Final report of the grant "Research on growing and developing methods for some species of *Amorphophallus* (*Amorphophallus* Blume ex Decne) and technological process technology for glucomannan manufacture in the Central Highlands," Grant number TN3/C11, the Central Highlands Program 3, 2015.
- [3] Li et al., "Grain-size effect on the structure and antiobesity activity of konjac flour," *Journal of Agricultural Food Chemistry*, vol. 53, pp. 7404-7407, 2005.
- [4] S. Passaretti, M. Franzoni, and U. Comin, "Action of glucomannans on complaints in patients affected with chronic constipation: a multicentric clinical evaluation," *Ital J Gastroenterol*, vol. 23, no. 7, pp. 421-425, 1991.
- [5] T. H. Nguyen, T. H. Duong, V. M. K. Nguyen, C. H. Nguyen, "Effects of plant conditions and density on growth and development of Nua tubers in the Central Highlands," *Vietnam Journal of Agricultural Science and Technology*, vol. 61, no. 8, pp. 59-60, 2017.
- [6] Oshashi, *Clarified Konjac Glucomannan*, United State Patent, no. 3973008, 2000.
- [7] N. T. An, D. T. Thien, N. T. Dong, P. L. Dung, and V. D. Nguyen, "Isolation and characteristics of polysacchride from *Amorphophallus corrugatus* in Vietnam," *Carbohydrate Polymers*, vol. 84, pp. 64-68, 2011.
- [8] T. T. Do, T. T. Lai, V. M. K. Nguyen, M. H. Le, V. T. Tran, H. V. Nguyen, and N. H. Le, "Comparison of laboratory processes for producing Glucomannan flours from *amorphophallus* plant in Vietnam and their characterization," *Proceedings of scientific workshop on "Progress and trends in science and technology, Commemorating 10 years of partnership between the Vietnam Academy of Science and Technology and the Russian foundation for basic research"*, 2016.
- [9] W. Fang and P. Wu, "Variations of Konjac glucomannan (KGM) from *Amorphophallus konjac* and its refined powder in China," *Food Hydrocolloids*, vol. 18, no. 1, pp. 167-170, 2004, doi:10.1016/s0268-005x(03)00044-4.