

Sản xuất tinh dầu gừng ở qui mô pilot bằng phương pháp chưng cất hydrodistillation

Đỗ Đình Nhật*, Huỳnh Việt Thắng**

Khoa Công nghệ Hóa và Thực Phẩm, Đại học Nguyễn Tất Thành

*ddnhat@ntt.edu.vn; **huynhvietthang4795@gmail.com

Tóm tắt

Trong nghiên cứu này, quá trình chiết xuất tinh dầu gừng bằng phương pháp chưng cất nước ở qui mô pilot đã được thực hiện. Các yếu tố ảnh hưởng đến hàm lượng tinh dầu của qui trình chưng cất tinh dầu gừng đã được nghiên cứu nhằm nâng cao hiệu suất sản xuất và ứng dụng ở qui mô công nghiệp. Kết quả của nghiên cứu cho thấy hiệu suất thu hồi tinh dầu cao nhất là 0,4% (tính theo vật liệu tươi), khi nguyên liệu được chưng cất sau khi lưu trữ ở nhiệt độ phòng trong 4 ngày, được xử lý bằng ép đùn, thời gian chưng cất là 150 phút tính từ giọt đầu tiên, tỉ lệ nguyên liệu nước là 1:2 (kg/l), nhiệt độ chưng cất là 130°C. Các phân tích định lượng và định tính của các loại tinh dầu được thực hiện bởi kỹ thuật GC-MS và phân tích cảm quan. Kết quả của nghiên cứu đã tạo ra tinh dầu gừng với hàm lượng các chất chính cao hơn so với một số công bố trước đó như α -Pinene (4.2-2.03%), Camphene (11.7-5.01%), 1,8-Cineol (15.6-5.67%), Zingiberene (11-10.62%), Geraniol (6.4-6%), β -Bisabolene (4.1-2.94%), β -Sesquiphellandrene (6.8-5.37%). Kết quả của nghiên cứu là tiền đề để có thể áp dụng sản xuất tinh dầu gừng ở qui mô lớn hơn.

Nhận 01.08.2018
Được duyệt 22.03.2019
Công bố 26.03.2019

Từ khóa
Chưng cất, tinh dầu
gừng, qui mô pilot

© 2019 Journal of Science and Technology - NTTU

1 Giới thiệu

Trong những năm gần đây, con người có xu hướng sử dụng các sản phẩm có nguồn gốc từ thiên nhiên. Trong đó, tinh dầu với nhiều công dụng hữu ích đã được ứng dụng trong nhiều lĩnh vực sản xuất và đời sống như y dược, thực phẩm, sản phẩm chăm sóc cá nhân... Chúng là nguồn nguyên liệu có nhiều tiềm năng, triển vọng với sự phát triển kinh tế xã hội của nước ta trong giai đoạn hiện tại cũng như trong tương lai[1]. Chúng có thể được chiết xuất từ thực vật bằng nhiều phương pháp trong đó phương pháp chưng cất nước đã được sử dụng rộng rãi và có thể áp dụng ở qui mô thương mại.

Tinh dầu gừng là một loại tinh dầu được chiết xuất từ củ gừng. Nó được sử dụng trong nhiều lĩnh vực như thực phẩm, dược phẩm và công nghiệp. Tinh dầu gừng có màu vàng nhạt, mùi cay nồng, thường được trích li bằng phương pháp chưng cất trực tiếp dùng dung môi nước. Các thành phần chính có trong tinh dầu gừng như α -Pinene, Camphene, Eucalyptol (1,8-Cineol), Nerol, Neral (β -Citral), Zingiberene, α -Curcumene, α -Farnesene, β -Sesquiphellandrene có chỉ số cao. Một số công dụng đặc trưng:

được sử dụng khá phổ biến như một loại gia vị[2]; được bổ sung vào các khẩu phần ăn để chữa bệnh buồn nôn[3]; chống say tàu xe[4]; chống oxy hóa và kháng viêm[5].

Tinh dầu gừng gồm các hợp chất bay hơi và chất tan tạo ra mùi hương đặc trưng và vị cay của gừng. Trong đó, hai hợp chất chức năng 6-gingerol và 6-shogaol tạo ra vị cay đặc trưng hơn các hợp chất khác có trong gừng[6]. Ngoài ra, chính hai hợp chất trên còn mang tính kháng khuẩn và được sử dụng trong điều trị các bệnh nhân bị suy giảm miễn dịch[7]. Từ thành phần của tinh dầu gừng, ta thấy được tác dụng dược lý của nó như: chống oxy hóa, kháng viêm, chống nôn, hỗ trợ tiêu hóa, tan máu bầm, chống xơ vữa động mạch, trị lạnh bụng, đầy hơi, ăn không tiêu, tiêu chảy, chống nôn, trị cảm cúm, ra mồ hôi, trị nhức đầu, nhức mỏi tay chân, tê thấp[8-15]. Tinh dầu có thể được chiết xuất từ nguyên liệu thực vật bằng một số phương pháp chiết xuất. Trong số các phương pháp, phương pháp chưng cất nước và hơi nước (hydrodistillation) đã được sử dụng rộng rãi, đặc biệt là cho sản xuất qui mô thương mại. Muhammad Arifuddin Fitriady và cộng sự đã nghiên cứu về điều chế tinh dầu gừng bằng phương pháp chưng cất lôi cuốn hơi nước thông qua nghiên cứu về ảnh hưởng của tốc độ dòng



hoi và thời gian chưng cất[16]. Tinh dầu gừng ở Fiji (Úc) được phân tích bằng GC/MS và một số sesquiterpenes chưa được báo cáo trước đó trong tinh dầu gừng đã được xác định bao gồm α -copaene, β -bourbonene, α -bergamotene, α -selinene, calamenene và cuparene. Thành phần của tinh dầu là không bình thường khi có hàm lượng neral và geraniol hơn nhiều so với tinh dầu gừng từ Ấn Độ, Úc, Nhật Bản và Châu Phi[17]. Có nhiều phương pháp để chiết xuất tinh dầu gừng, nhưng phương pháp chưng cất nước và hơi nước vẫn giữ được tính phổ biến vì chi phí thiết bị thấp, có thể dễ dàng áp dụng ở qui mô lớn.

Tại Việt Nam, giá của nguyên liệu gừng thay đổi với biên độ rất lớn theo từng thời điểm cụ thể, do đó làm cho giá trị của sản phẩm này không ổn định và làm cho đời sống của người nông dân gặp nhiều khó khăn. Việc nâng cao giá trị kinh tế của các nông sản này được quan tâm, và sản xuất tinh dầu từ sản phẩm nông nghiệp này là một lựa chọn rất hứa hẹn, có thể nâng cao giá trị của các nông sản này. Các nghiên cứu về các phương pháp chiết xuất cũng như tối ưu hóa các thông số công nghệ để thu hồi tinh dầu từ củ gừng đã được thực hiện từ lâu và rất nhiều. Tuy nhiên, hầu hết các nghiên cứu được thực hiện trong bình cầu, ở qui mô phòng thí nghiệm. Từ nghiên cứu ở qui mô phòng thí nghiệm đến việc áp dụng ở qui mô công nghiệp là một chặng đường dài. Sự khác biệt về qui mô sản xuất sẽ ảnh hưởng đáng kể đến năng suất và chất lượng của các loại tinh dầu. Những nghiên cứu ở qui mô pilot là cần thiết để có thể dễ dàng áp dụng sản xuất trong thực tế. Do đó đề tài đã chọn và thực hiện nghiên cứu: “Sản xuất tinh dầu gừng ở qui mô pilot bằng phương pháp chưng cất”. Mục đích của nghiên cứu này là tối ưu hóa các yếu tố ảnh hưởng đến năng suất của quá trình chưng cất và đánh giá

chất lượng tinh dầu chiết xuất, xây dựng được qui trình sản xuất cho tinh dầu gừng hiệu suất cao ở qui mô pilot (10 kg/mẻ). Cụ thể là xây dựng qui trình chiết xuất tinh dầu gừng (tối ưu các thông số về nguyên liệu, cách xử lý mẫu, tỉ lệ nguyên liệu/nước, các thông số vận hành về nhiệt độ, áp suất thời gian chưng cất), đánh giá chất lượng của các loại tinh dầu thu được (tính chất vật lí, GC-MS).

2 Vật liệu và phương pháp

2.1 Nguyên liệu

Nguyên liệu được sử dụng trong nghiên cứu là củ gừng có nguồn gốc từ huyện Long Mỹ, tỉnh Hậu Giang, được phân phối bởi Công ty Cổ Phần Quốc Tế AOTA, địa chỉ: 38/4 Thạnh Mỹ Lợi, phường Thạnh Mỹ Lợi, quận 2, thành phố Hồ Chí Minh, Việt Nam. Hóa chất được sử dụng trong nghiên cứu là Na_2SO_4 tinh khiết, xuất xứ Trung Quốc, được cung cấp bởi Cửa hàng kinh doanh hóa chất và thiết bị Hóa Nam, quận 10, Tp. Hồ Chí Minh. Củ gừng sau khi mua về được rửa và lưu trữ tại nhiệt độ phòng (28°C) từ 0 đến 7 ngày và xác định độ ẩm để thực hiện các thí nghiệm nghiên cứu.

2.2 Thiết bị

Thiết bị được sử dụng trong nghiên cứu gồm thiết bị chưng cất có thể tích 70 lít gia nhiệt bằng dầu tải nhiệt, năng suất nhập liệu từ 10-20 kg/mẻ, thiết bị được làm bằng thép không gỉ và inox 304, chiều cao cột tháp là 2m. Ngoài ra, thiết bị còn có hệ thống ngưng tụ bằng nước giải nhiệt, bộ phận thu hồi sản phẩm ngưng tụ, hệ thống cảm biến và điều khiển nhiệt độ, đồng hồ áp suất. Thiết bị xử lý nguyên liệu gồm có máy ép đùn và máy cắt, năng suất 5 kg/phút. Tất cả các thí nghiệm được thực hiện ở phòng thực nghiệm sản xuất tinh dầu và các sản phẩm thiên nhiên, lầu 3, dãy B, cơ sở An Phú Đông, Đại Học Nguyễn Tất Thành.



a. Máy ép đùn



b. Máy cắt



c. Hệ thống chưng cất

Hình 1 Thiết bị sử dụng trong nghiên cứu

2.3 Qui trình chưng cất

Nguyên liệu sau khi nhập về được xử lý sơ bộ, loại bỏ những thành phần không đạt yêu cầu. Sau đó nguyên liệu được rửa sạch đất cát, bụi bẩn, vi sinh vật bám bên ngoài. Tiếp theo nguyên liệu được xử lý bằng máy ép đùn hoặc máy cắt để đạt được kích thước phù hợp với yêu cầu nghiên cứu. Nguyên liệu (nl) sau khi xử lý được cân 10kg/lô và nhập vào thiết bị chưng cất cùng với lượng nước phù hợp theo yêu cầu của mỗi thí nghiệm; lập

thông số nhiệt độ theo yêu cầu mỗi thí nghiệm và tiến hành chưng cất. Thời gian chưng cất được tính từ giọt lỏng đầu tiên thu được sau khi qua bộ phận ngưng tụ. Hỗn hợp gồm tinh dầu và nước chưng thu được sau khi qua bộ phận ngưng tụ được mang đi chiết để thu hồi tinh dầu. Tinh dầu thu được còn lẫn một ít nước nên được làm khan bằng muối Na_2SO_4 tinh khiết, sau đó tiến hành lọc để thu được tinh dầu tinh khiết.

2.3 Các thông số công nghệ cần khảo sát

Bảng 1 các thông số công nghệ cần khảo sát (chiều theo hàng ngang)

Ảnh hưởng của thời gian chưng cất (phút)	Cứ mỗi 30 phút kể từ giọt lỏng đầu tiên đến khi quá trình chưng cất kết thúc					ĐK cố định: $T=125^\circ\text{C}$; tỉ lệ $\text{nl}/\text{H}_2\text{O}:1/1(\text{kg}/\text{l})$; Nl được ép đùn, nl tươi	Thông số tối ưu: Thời gian X_1	
Ảnh hưởng của nhiệt độ chưng cất ($^\circ\text{C}$)	120 $^\circ\text{C}$	125 $^\circ\text{C}$	130 $^\circ\text{C}$	135 $^\circ\text{C}$	140 $^\circ\text{C}$	ĐK cố định: tỉ lệ $\text{nl}/\text{nước}: 1/1(\text{kg}/\text{l})$; nl được ép đùn, nl tươi; X_1	Thông số tối ưu: Nhiệt độ X_2	
Ảnh hưởng của tỉ lệ nguyên liệu/nước (kg/l)	1:1 kg/l	1:2 kg/l	1:3 kg/l	1:4 kg/l		ĐK cố định: nl được ép đùn, nl tươi; X_1 ; X_2	Thông số tối ưu: Tỉ lệ X_3	
Ảnh hưởng của phương pháp xử lý nguyên liệu	Nguyên liệu được ép đùn		Nguyên liệu được cắt		Nguyên liệu được để nguyên		ĐK cố định: nl tươi; X_1 ; X_2 ; X_3	Thông số tối ưu: dạng X_4
Ảnh hưởng của thời gian lưu trữ nguyên liệu (ngày)	0 ngày	2 ngày	4 ngày	6 ngày	8 ngày	ĐK cố định: X_1 ; X_2 ; X_3 ; X_4	Thông số tối ưu: X_5 ngày	

2.5 Đánh giá tính chất của tinh dầu

➤ Đánh giá cảm quan

Để quan sát mẫu nên được tiến hành ở nơi có đủ ánh sáng, tránh ánh sáng trực tiếp, không có màu ở vùng lân cận và không có mùi lạ. Quan sát các đặc điểm về mùi, màu, trạng thái của tinh dầu. Kết quả phân tích được so sánh với các tiêu chuẩn TCVN 11891:2017.

➤ Tính chất vật lý:

Các tính chất vật lý của tinh dầu bao gồm tỉ trọng, chỉ số khúc xạ và độ quay cực được xác định tại phòng thí nghiệm Hóa Lý, Đại học Bách Khoa Tp.HCM lần lượt theo các tiêu chuẩn TCVN 8444, TCVN 8445, TCVN 8446.

➤ Phân tích GC-MS:

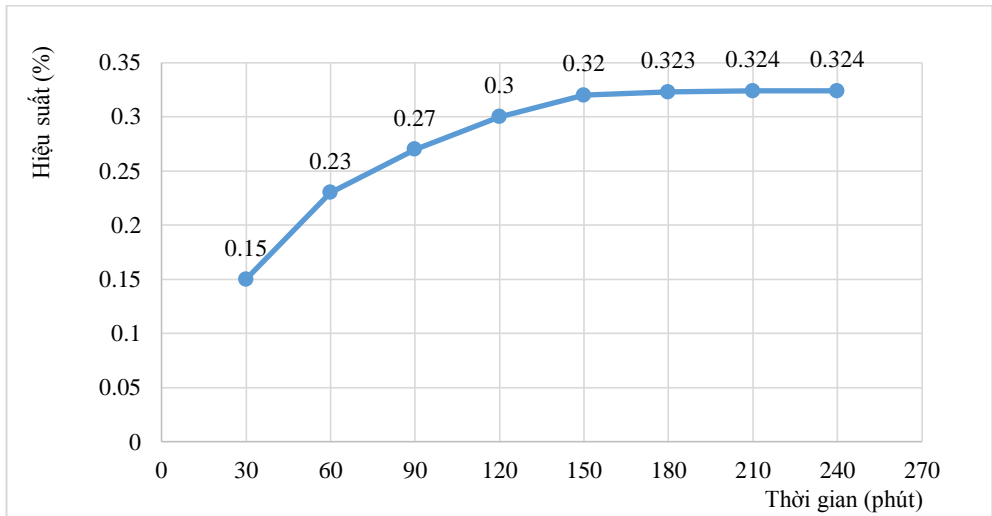
Tinh dầu sau khi chưng cất ở các điều kiện tối ưu được phân tích thành phần hoá học bằng máy sắc kí ghép khối phổ GC-MS tại Trung tâm Dịch vụ Phân tích Thí nghiệm thành phố Hồ Chí Minh - CASE. Điều kiện: SQ 456-GC (GC-MS) được sử dụng để phân tích GC-MS tinh dầu. Các hợp chất được tách trên cột mao quản MS-5 MS 30m x 0,25mm, độ dày màng 0,25 μm df. Một mẫu 1,0 μl được tiêm ở chế độ chia tách với tỉ lệ phân chia 100:1. Một hệ thống ion hóa electron, với năng lượng ion hóa 70eV, được sử dụng để phát hiện GC/MS. Chương trình nhiệt độ lò cột bắt đầu với nhiệt độ ban đầu là 50 $^\circ\text{C}$ được giữ trong 1 phút. Nhiệt độ lò được làm nóng với tốc độ 30 $^\circ\text{C}/\text{phút}$ đến nhiệt độ 80 $^\circ\text{C}$. Tiếp đó nhiệt độ lò được đun nóng với tốc độ từ

5 $^\circ\text{C}/\text{phút}$ đến 230 $^\circ\text{C}$. Tiếp theo nhiệt độ lò được đun nóng với tốc độ 25 $^\circ\text{C}/\text{phút}$ đến 280 $^\circ\text{C}$ và cuối cùng được giữ đẳng nhiệt trong 3 phút. Helium được sử dụng như một chất khí mang ở tốc độ dòng chảy là 1,5ml/phút. Phạm vi quét phân tử khối dao động 50–550amu trong khi nhiệt độ đường truyền MS được đặt ở 250 $^\circ\text{C}$.

3 Kết quả và bàn luận:

3.1 Ảnh hưởng của thời gian chưng cất:

Thời gian chưng cất phụ thuộc vào một số yếu tố như nguyên liệu thô, tỉ lệ nguyên liệu/dung môi, nhiệt độ, kích thước mẫu... Thời gian chưng cất càng lâu thì lượng tinh dầu càng cao. Tuy nhiên, đến một khoảng thời gian nhất định, lượng tinh dầu không tăng nữa, và nếu tiếp tục chưng cất có thể ảnh hưởng đến chất lượng của sản phẩm, sản phẩm có khả năng bị biến tính và tiêu tốn một lượng năng lượng không cần thiết dẫn đến tăng chi phí. Do đó, cần xác định thời gian chưng cất phù hợp. Khoảng thời gian chưng cất được tính từ giọt đầu tiên đến lượng tinh dầu thu được không thay đổi hoặc thay đổi không đáng kể. Các mẫu được sử dụng trong các thí nghiệm là mẫu tươi (độ ẩm là 77,15%) không được lưu trữ. Từ kết quả của nghiên cứu, biểu đồ (Hình 2) cho thấy mối tương quan giữa thời gian chưng cất và hiệu suất tinh dầu gừng thu được trong các thí nghiệm khác nhau.

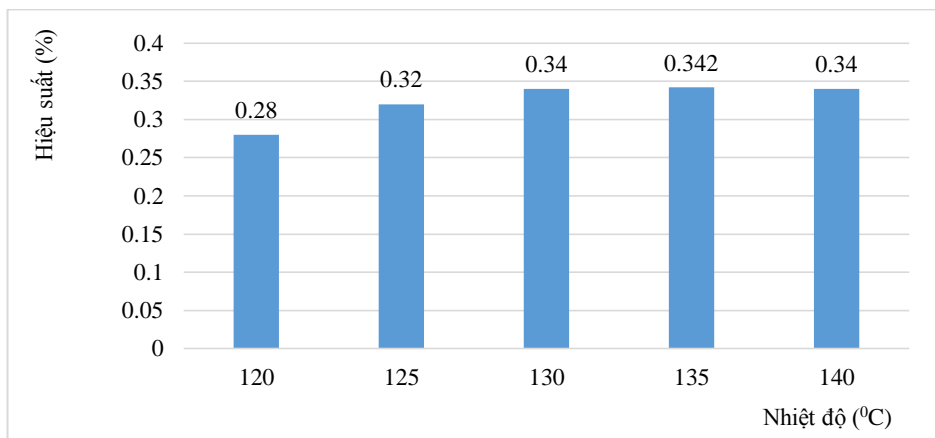


Hình 2 Ảnh hưởng của thời gian chưng cất lên hiệu suất tinh dầu gừng

Dựa trên ảnh hưởng của thời gian chưng cất đến hiệu suất tinh dầu gừng đã được thể hiện trong Hình 2, cho thấy, khi thời gian chưng cất là 3 giờ 30 phút (210 phút) từ giọt đầu tiên sẽ cho hiệu suất cao nhất là 0,324%, và hiệu suất không thay đổi khi tiếp tục chưng cất. Tuy nhiên, thời gian chưng cất tối ưu được chọn là 2 giờ 30 phút (150 phút) với hiệu suất là 0,32%, vì sau 2 giờ 30 phút (150 phút) hàm lượng dầu chỉ tăng 0,004%. Sự gia tăng này không đáng kể, bởi vì hàm lượng tinh dầu còn lại trong củ gừng không nhiều và hầu hết các thành phần có điểm sôi cao hơn, một phần tinh dầu được hòa tan trong nước ngưng tụ. Do đó, chúng tôi chọn thời gian chưng cất là 150 phút để tiến hành các khảo sát khác.

3.2 Ảnh hưởng của nhiệt độ chưng cất:

Một trong những yếu tố quan trọng ảnh hưởng đến quá trình chưng cất tinh dầu là nhiệt độ. Nhiệt độ cao làm tăng tốc độ khuếch tán, sự đối lưu của dung môi và giảm độ nhớt dung dịch. Do đó, nó làm tăng hiệu quả chưng cất. Nhưng ở nhiệt độ cao, một số chất trong tinh dầu bị phân hủy và ảnh hưởng đến hiệu quả chiết xuất, đặc biệt là chất lượng của tinh dầu. Sau khi cố định thời gian chưng cất (150 phút), các thí nghiệm chưng cất đã được tiến hành. Các mẫu được sử dụng trong các thí nghiệm là mẫu tươi chưa được lưu trữ (độ ẩm là 77,15%). Sau khi thử nghiệm, mối tương quan giữa nhiệt độ chưng cất và hiệu suất của tinh dầu gừng chiết xuất sau khi chưng cất đã được thể hiện trong biểu đồ (Hình 3)



Hình 3 Ảnh hưởng của nhiệt độ chưng cất lên hiệu suất tinh dầu gừng

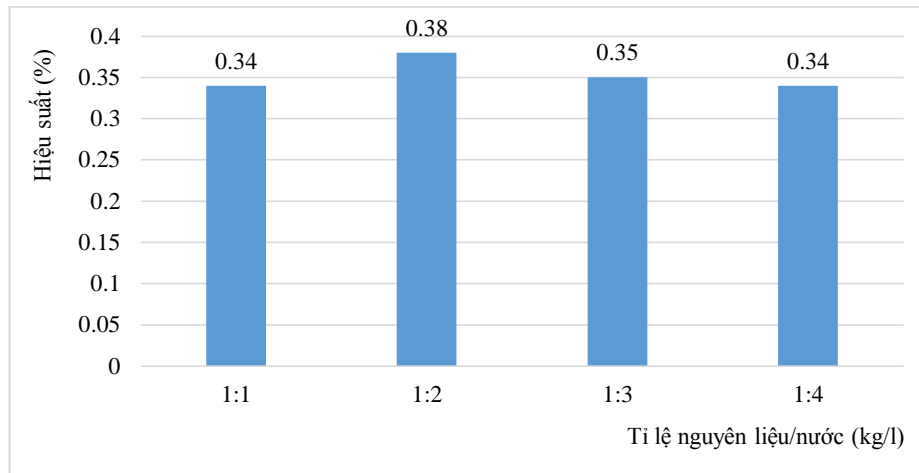
Hình 3 biểu diễn ảnh hưởng của nhiệt độ đến hiệu suất trích li tinh dầu gừng. Hiệu suất cao nhất là 0,342% tại nhiệt độ chưng cất là 135°C. Hiệu suất thấp hơn một chút, sau đó là 0,34% khi quá trình chưng cất được thực hiện ở 130°C hoặc 140°C và hiệu suất thấp nhất khi chưng cất ở 120°C. Có thể thấy rằng, nhiệt độ tăng dần đến tăng hiệu suất. Vì

hơi nước được sử dụng để tách các thành phần trong nguyên liệu, nhiệt độ chưng cất càng cao thì tốc độ bay hơi của nước càng cao, dẫn đến hơi nước thấm, hấp thụ tinh dầu trong các mô, sự khuếch tán cũng nhanh hơn. Tuy nhiên, hàm lượng tinh dầu trong vật liệu có giới hạn và đến một lúc nào đó lượng tinh dầu thu được tăng không đáng

kê. Dựa vào đồ thị có thể thấy sự khác biệt giữa hiệu suất trích li tinh dầu gừng ở 130°C và 135°C và 140°C là không đáng kể. Do đó, trong nghiên cứu này chọn nhiệt độ chưng cất tối ưu là 130°C để khảo sát các yếu tố khác.

3.3 Ảnh hưởng của tỉ lệ nguyên liệu/dung môi:

Sau khi cố định điều kiện chưng cất tối ưu được nghiên cứu ở trên, tiến hành nghiên cứu ảnh hưởng của tỉ lệ vật liệu và dung môi đến hiệu suất thu hồi tinh dầu. Kết quả của thí nghiệm được thể hiện ở Hình 4, cho thấy mối quan hệ giữa tỉ lệ vật liệu/dung môi và hiệu suất của tinh dầu gừng thu được trong các thí nghiệm khác nhau.

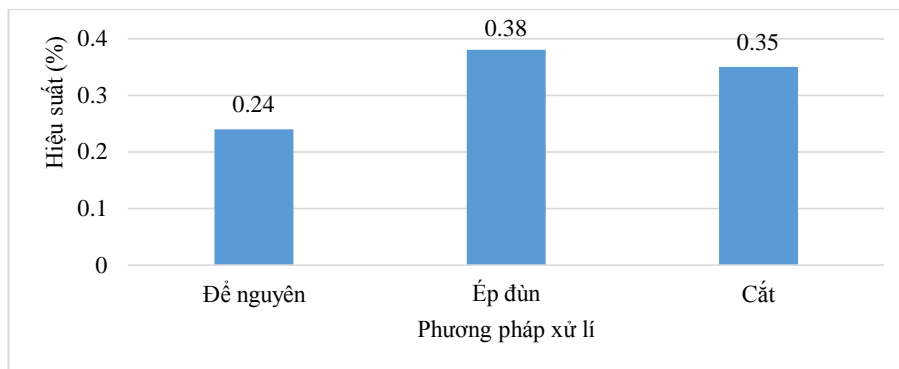


Hình 4 Ảnh hưởng tỉ lệ nguyên liệu/dung môi lên hiệu suất tinh dầu gừng

Trong chưng cất hydrodistalation, khi đun nóng hỗn hợp nước và vật liệu, nước thấm vào các mô có chứa tinh dầu, đến một lúc nào đó năng lượng đủ lớn sẽ phá vỡ các mô tinh dầu và tinh dầu được lôi kéo bằng hơi nước. Ảnh hưởng của tỉ lệ nguyên liệu/dung môi được thể hiện ở Hình 4. Nếu lượng nước quá ít nó không đủ để thấm và lôi kéo tinh dầu. Nếu lượng nước quá nhiều dẫn đến quá trình hòa tan, nhũ hóa tinh dầu và chi phí năng lượng tiêu tốn lớn. Do đó, một tỉ lệ phù hợp giữa nguyên liệu/nước là điều cần thiết. Trong nghiên cứu này, kết quả cho thấy với tỉ lệ nguyên liệu/nước là 1/2 cho hiệu suất cao nhất (0,38%) so với các tỉ lệ còn lại.

3.4 Ảnh hưởng của phương pháp xử lí nguyên liệu (kích thước, dạng nguyên liệu)

Ở củ gừng, tinh dầu được chứa trong các túi, cấu tạo củ gừng có nhiều khoang và xơ nên nếu không xử lý cơ học củ gừng trước khi chưng cất, việc lôi cuốn tinh dầu sẽ rất khó khăn. Để khảo sát ảnh hưởng của kích thước và dạng nguyên liệu đến hiệu suất thu hồi tinh dầu, cố định thời gian 150 phút, bắt đầu chưng cất với các mẫu được xử lý khác nhau (cắt, ép đùn, để nguyên) ở nhiệt độ 130°C với tỉ lệ 1:2. Các mẫu được sử dụng trong các thí nghiệm là mẫu gừng tươi chưa được lưu trữ (độ ẩm là 77,15%). Kết quả khảo sát được thể hiện trong biểu đồ Hình 5.



Hình 5 Ảnh hưởng phương pháp xử lí nguyên liệu lên hiệu suất tinh dầu gừng

Hình 5 biểu diễn ảnh hưởng của kích thước nguyên liệu thô đến hiệu suất thu hồi tinh dầu gừng. Biểu đồ cho thấy phương pháp xử lí nguyên liệu ảnh hưởng nhiều đến hiệu suất chưng cất. Việc chiết xuất tinh dầu bằng phương pháp

chưng cất nước với vật liệu được xử lí ép đùn cho hiệu suất thu hồi tinh dầu cao nhất, sau đó là xử lí bằng phương pháp cắt và cuối cùng là để nguyên toàn bộ vỏ. Hiệu suất tinh dầu gừng lần lượt là 0,38%, 0,35%, 0,24%.

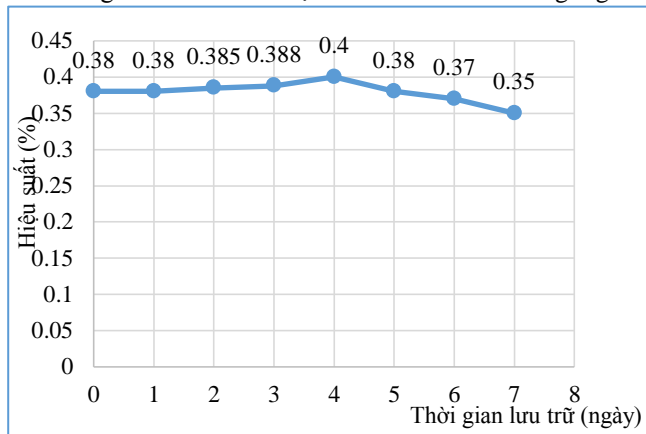
Đối với vật liệu được ép đùn, các tế bào chứa tinh dầu bị vỡ, nước dễ dàng xâm nhập vào các mô, tinh dầu sau đó dễ dàng bị hơi nước lôi cuốn theo. Do đó chúng tôi chọn ép đùn là phương pháp xử lí nguyên liệu để nghiên cứu các yếu tố tiếp theo.

3.5 Ảnh hưởng của thời gian lưu trữ nguyên liệu:

Bảng 2 Độ ẩm của nguyên liệu theo thời gian lưu trữ

Nguyên liệu	Thời gian lưu trữ (ngày)	Độ ẩm (%)
Gừng	0	77.15
	1	75.34
	2	72.53
	3	69.87
	4	66.12
	5	63.09
	6	58,78
	7	52,24

Thí nghiệm đã được tiến hành trên bảy mẫu trong điều kiện thời gian lưu trữ khác nhau (từ 0 đến 7 ngày). Các kết quả được ghi lại để vẽ một biểu đồ (Hình 6) cho thấy ảnh hưởng của thời gian lưu trữ đến hiệu suất thu hồi tinh dầu gừng.



Hình 6 Ảnh hưởng của thời gian lưu trữ nguyên liệu lên hiệu suất tinh dầu gừng

Hình 6 biểu diễn ảnh hưởng của thời gian lưu trữ đến hiệu suất chiết suất tinh dầu gừng. Kết quả cho thấy, hàm lượng tinh dầu từ ngày đầu tiên sau khi thu hoạch đến ngày thứ 4 thì tăng nhẹ 0,02%. Tuy nhiên, sau đó bắt đầu giảm dần từ ngày thứ 4 đến ngày thứ 7 (0,4%-0,35%). Theo các tài liệu nghiên cứu thì nguyên nhân có thể do các yếu tố sau: hàm lượng monoterpene giảm, sesquiterpene tăng; lượng nước trong gừng giảm bớt; lượng các cấu phần sinh ra nhiều hơn lượng mất đi[18]. Từ ngày thứ 4 trở đi, hàm lượng tinh dầu bắt đầu giảm dần, có thể do một số các cấu phần bị phân hủy theo thời gian tồn trữ như zingiberene và β -sesquiphellandrene dưới tác dụng của ánh sáng và không khí[19]. Qua khảo sát cho thấy, gừng sau khi thu hoạch 4 ngày cho hiệu suất cao nhất, 4 ngày sau khi thu hoạch là

thời điểm thích hợp để tiến hành chưng cất sản xuất tinh dầu và hạn chế lưu trữ quá 5 ngày, sẽ gây ảnh hưởng đáng kể đến hiệu suất thu hồi tinh dầu gừng.

3.6 Tính chất cảm quan và vật lí của tinh dầu gừng:

Tính chất cảm quan và vật lí của tinh dầu gừng được thể hiện trong bảng dưới đây:

Bảng 3 Tính chất cảm quan và vật lí của tinh dầu gừng

Nguyên liệu	Màu	Mùi	Trạng thái	Tỉ trọng (g/ml)	Chỉ số khúc xạ	Độ quay cực
Tinh dầu gừng	Vàng nhạt	Mùi thơm nồng đặc trưng của gừng	Trong suốt	0.8820	1.4892	-2°37'

Kết quả từ Bảng 3 cho thấy các tính chất cảm quan và vật lí của tinh dầu gừng là đặc tính đặc trưng của chúng theo tiêu chuẩn TCVN 11891:2017, tất cả đều cho thấy các loại tinh dầu thu được có chất lượng tốt.

3.7 Kết quả phân tích GC-MS:

Sau thực nghiệm, GC/MS là phương pháp kiểm nghiệm tối ưu nhất để có thể biết được chất lượng tinh dầu. Tiến hành chưng cất với các thông số tối ưu nhất thu được từ các khảo sát để thu tinh dầu gừng. Tinh dầu gừng được gửi phân tích ở CASE thu được kết quả như sau.

Bảng 4 Kết quả phân tích GC/MS của tinh dầu gừng.

Số	Thành phần	%
1	α -Pinene	4.2
2	Camphene	11.7
3	1,8-Cineol	15.6
4	β -Citral	3.9
5	Geraniol	6.4
6	α -Citral	5.8
7	Zingiberene	11
8	α -Farnesene	7.7
9	β -Bisabolene	4.1
10	β -Sesquiphellandrene	6.8
11	36 Other components	22.8
Total		100

So sánh với kết quả GC/MS của báo cáo khoa học khác về tinh dầu gừng của cùng loại, gừng gió sử dụng phương pháp chưng cất lôi cuốn hơi nước thì một số thành phần chính của mẫu thí nghiệm đạt chỉ số cao hơn và một số thấp hơn [20, 21].

Bảng 5 Bảng so sánh kết quả mẫu thí nghiệm

Số	Thành phần	Mẫu thí nghiệm	Mẫu so sánh 1	Mẫu so sánh 2
1	α -Pinene	4.2	2.03	1.04
2	Camphene	11.7	5.01	2.5
3	1,8-Cineol	15.6	5.67	-
4	Geraniol	6.4	6	0.62
5	Zingiberene	11	10.62	32.2
6	β -Bisabolene	4.1	2.94	1.3
7	β -Sesquiphellandrene	6.8	5.37	10.9

4 Kết luận

Trong nghiên cứu này, quá trình chưng cất hydrodistillation được áp dụng để chưng cất tinh dầu gừng. Các thông số tối ưu của quá trình chưng cất đã được đưa ra. Cụ thể: hiệu

suất cao nhất là 0,4% (tính theo vật liệu tươi) khi nguyên liệu được chưng cất sau khi lưu trữ ở nhiệt độ phòng trong 4 ngày, được xử lý bằng ép đùn, thời gian chưng cất là 150 phút tính từ giọt đầu tiên, tỉ lệ nguyên liệu nước là 1:2 (kg/l), nhiệt độ chưng cất là 130°C. Chất lượng các loại tinh dầu được phân tích bằng đánh giá cảm quan, xác định các tính chất vật lý đặc trưng và phân tích GCMS, kết quả cho thấy tinh dầu thu được đạt chất lượng tốt, phù hợp các tiêu chuẩn TCVN.

Do thời gian nghiên cứu hạn chế, nhóm nghiên cứu chỉ có thể giải quyết một số vấn đề liên quan tới quá trình chưng cất. Do đó, nhóm nghiên cứu đưa ra những kiến nghị sau: Nghiên cứu động học của quá trình chưng cất tinh dầu gừng, thay đổi khối lượng nguyên liệu chưng cất để có thể thấy được ảnh hưởng của khối lượng nguyên liệu, từ đó có thể định hướng mở rộng áp dụng ở qui mô sản xuất lớn hơn.

Tài liệu tham khảo

1. Lã Đình Mới, L.Đ.C., Trần Minh Hợi, Trần Thái Duy, Ninh Khắc Bản., *Tài nguyên thực vật có tinh dầu tại Việt Nam*. Nhà xuất bản Nông nghiệp., 2002. 2.
2. Ravindran, P.N., & Babu, K. N. (Eds). *Ginger: the genus Zingiber*. CRC Press, 2004.
3. Chrubasik S., P.M.H., Roufogalis B.D., *Zingiberis rhizoma: a comprehensive review on the ginger effect and efficacy profiles*. Phytomedicine, 2005. 12(9): p. 684-701.
4. Kawai, T., Kinoshita, K., Koyama, K. and Takahashi, K., *Anti-emetic principles of Magnolia obovata and Zingiber officinale*. Planta Med., 1994. 60: p. 17-20.
5. Shogi N., I.A., Takemoto T., Ishida Y., Ohizumi Y., *Cardiotonic principles of ginger (Zingiber officinale Roscoe)*. Journal of Pharmaceutical Sciences, 1982. 71(10): p. 1174-1175.
6. Zancan K. C., M.O.M.M., Ademir J. Petenate, M. Angela A. Meireles., *Extraction of ginger (Zingiber officinale Roscoe) oleoresin with CO₂ and co-solvents: a study of the antioxidant action of the extracts*. Journal of Supercritical Fluids, 2002. 24: p. 57-76.
7. Hiserodt R.D., F.S.G., Rosen R.T., *Isolation of 6-, 8-, and 10-gingerol from ginger rhizome by HPLC and preliminary evaluation of inhibition of Mycobacterium a_{ium} and Mycobacterium tuberculosis*. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 1998. 46: p. 2504-2508.
8. Ravindran, P.N.N.B., K., *Ginger: The Genus Zingiber, Medicinal And Aromatic Plants: Industrial Profiles*. The New York Botanical Garden, 2005. 41: p. 297-305.
9. Pharmacol, J.C., *Ginger lowers blood pressure through blockade of voltage-dependent calcium channels*. Journal of Cardiovasc Pharmacol, 2005. 45(1): p. 74-80.
10. Lei H, W.Q., Wang Q, Su A, Xue M, Liu Q, Hu Q., *Characterization of ginger essential oil/palygorskite composite (GEO-PGS) and its anti-bacteria activity*. Materials Science & Engineering. C, Materials for biological applications., 2017. 73(381-387).
11. Ali., S.S.a.M., *Inhibitory effects of ginger (Zingiber officinale Roscoe) essential oil on leukocyte migration in vivo and in vitro*. Asian Pacific Journal of Tropical Biomedicine, 2011. 65(1): p. 241-246.
12. Sasidharan1 Indu, A.N.M., *Comparative Chemical Composition And Antimicrobial Activity Fresh & Dry Ginger Oils (Zingiber Officinale Roscoe)*. Journal Of Current Pharmaceutical Research, 2010. 2: p. 40-43.
13. Black CD, H.M., Hurley DJ, O'Connor PJ., *Ginger (Zingiber officinale) Reduces Muscle Pain Caused by Eccentric Exercise*. The Journal of Pain, 2010. 11(9): p. 894-903.

14. F. Bakkali, S.A., D. Averbeck, M. Idaomar., *Biological effects of essential oils – A review*. Food and Chemical Toxicology, 2008. 46(2): p. 446-475.
15. YU, Y., Zi-MingWANG, Yu-Tang(LI, Tie-ChunCHENG, Jian-Hua LIU, Zhong-YingZHANG, Han-Qi, *Non-polar Solvent Microwave-Assisted Extraction of Volatile Constituents from Dried Zingiber Officinale Rosc*. Chinese Journal of Chemistry, 2007. 25: p. 346-350.
16. Muhammad Arifuddin Fitriady, A.S., Egi Agustian, Salahuddin, and Deska Prayoga Fauzi Aditama., *Steam distillation extraction of ginger essential oil Study of the effect of steam flow rate and time process*. AIP Publishing., 2017. 1803(1): p. 020032-1 - 020032-10.
17. Smith, R.M.a.R., J. M., *The essential oil of ginger from Fiji*. Phytochemistry, 1981. 20: p. 203-206.
18. Sasidharan1 Indu, A.N.M., *Comparative Chemical Composition And Antimicrobial Activity Fresh & Dry Ginger Oils (Zingiber Officinale Roscoe)*. Journal Of Current Pharmaceutical Research, 2010. 2: p. 40-43.
19. Connell, D.W.J., R.A., *Composition And Distinctive Volatile Flavor Characteristics Of The Essential Oil From Australian-Grown Ginger*. J. Sci. Food Agric, 1971. 22: p. 93-95.
20. Suresh V Nampoothiri, V.V.V., Beena Joy, M M Sreekumar, A Nirmala Menon, *Comparison of Essential oil Composition of Three Ginger Cultivars from Sub Himalayan Region*. Asian Pacific Journal of Tropical Biomedicine, 2012. 2(3): p. S1347-S1350.
21. Kiên, T.T.Á.N.v.N.V., *Khảo sát các yếu tố ảnh hưởng đến quá trình chưng cất tinh dầu gừng*. Tạp chí Khoa học - Đại học Cần Thơ, 2011. 19b: p. 62-69.

Production of ginger essence oil on pilot scale by hydrodistillation

Do Dinh Nhat *, Huynh Viet Thang

Faculty of Chemical and Food Technology, Nguyen Tat Thanh University

*ddnhat@ntt.edu.vn; **huynhvietthang4795@gmail.com

Abstract This research introduces the hydro-distillation process for a pilot scale equipment. The production of ginger (*Zingiber officinale*) essence oil and the effects of several factors (i.e time, temperature, ratio of solid/solvent...) on yield and quality were studied. The quantitative and qualitative analyses of the essence oils were performed by GC/MS and sensory analysis. The ginger essential oil has the optimum yield at 0,4% (compared with fresh material), when extracted in certain conditions (storage time of 4 days , being grinded, material-water ratio of 1:2, distillation time of 150 minutes from first drop, temperature of 130°C). The result of GCMS was that ginger essence oil has higher levels of major constituents compared to some of the previous publications. The results of test indicated that ginger essence oil has good qualities which are suitable to the national standards of Vietnam.

Keywords hydrodistillation, ginger essence oil, pilot scale.