

XÁC ĐỊNH MỘT SỐ THÔNG SỐ CÔNG NGHỆ HỢP LÝ TRONG QUÁ TRÌNH CHUNG CÁT TINH DẦU HỒI

Dương Văn Tài¹, Nguyễn Văn Sáng²

¹TS. Trường Đại học Lâm nghiệp

²Phòng Nông nghiệp huyện Văn Quan, Lạng Sơn

TÓM TẮT

Cây Hồi có tên khoa học là *Liciumverum* Hook được phân bố chủ yếu ở Lạng Sơn, Hồi là cây dược liệu quý đã được Cục sở hữu trí tuệ cấp chỉ dẫn địa lý cho tỉnh Lạng Sơn, hoa hồi sau khi thu hái là nguyên liệu để chưng cất ra tinh dầu hồi. Tinh dầu hồi là dược liệu quý được sử dụng trong y học và trong chế biến thực phẩm. Bài báo này giới thiệu kết quả nghiên cứu một số yếu tố ảnh hưởng đến công nghệ chưng cất tinh dầu hồi đó là: kích thước nguyên liệu đưa vào chưng và nhiệt độ chưng cất ảnh hưởng đến hiệu suất và thời gian chưng cất tinh dầu hồi. Sử dụng phương pháp nghiên cứu thực nghiệm và phương pháp giải bài toán tối ưu đa mục tiêu, đã xác định được một số thông số hợp lý trong công nghệ chưng cất tinh dầu hồi từ hoa hồi, đó là nhiệt độ chưng cất $t = 132^{\circ}\text{C}$ và nguyên liệu cho vào chưng cất với kích thước lọt qua mắt sàng $\phi = 5,5 \text{ mm}$.

Từ khóa: Cây hồi, chưng cất tinh dầu Hồi, tinh dầu Hồi

I. ĐẶT VẤN ĐỀ

Cây Hồi có tên khoa học là *Liciumverum* Hook, được phân bố chủ yếu ở tỉnh Lạng Sơn và đã được Cục sở hữu trí tuệ cấp chứng nhận chỉ dẫn địa lý cho tỉnh Lạng Sơn, Hồi là cây dược liệu quý hàng năm cây hồi ra hoa, hoa hồi sau khi thu hoạch là nguyên liệu để chưng cất ra tinh dầu hồi. Tinh dầu hồi là dược liệu quý được sử dụng trong y học và trong chế biến thực phẩm.

Hàng năm ở Lạng Sơn đã sản xuất ra hàng trăm tấn tinh dầu hồi phục vụ cho nhu cầu trong nước và xuất khẩu, đã mang lại hiệu quả kinh tế lớn cho địa phương, góp phần nâng cao đời sống cho đồng bào các dân tộc ở tỉnh Lạng Sơn. Ngày nay diện tích trồng Hồi càng ngày càng phát triển, sản lượng tinh dầu ngày càng tăng, đáp ứng nhu cầu trong nước và xuất khẩu.

Hiện nay việc chưng cất tinh dầu ở Lạng Sơn chủ yếu là các lò chưng cất bằng thủ công do các hộ gia đình tự xây dựng, chưng cất theo phương pháp truyền thống nên năng suất và hiệu suất thu hồi thấp, chất lượng tinh dầu không đáp ứng yêu cầu, giá thành sản xuất tinh dầu cao.

Để nâng cao hiệu suất, chất lượng tinh dầu của một số thiết bị đang sử dụng hiện nay ở địa phương, cần thiết phải tiến hành nghiên cứu xác định một số thông số công nghệ hợp lý trong quá trình chưng cất tinh dầu hiện nay, như vậy vừa tận dụng được thiết bị hiện có vừa nâng cao hiệu suất và chất lượng tinh dầu.

II. VẬT LIỆU VÀ PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

2.1. Vật liệu nghiên cứu

Nguyên liệu đầu vào cho quá trình chưng cất là loại hoa hồi được sử dụng phổ biến hiện nay đó là loại hoa hồi 8 cánh được thu hoạch tại huyện Văn Quan, tỉnh Lạng Sơn, hoa hồi sau khi thu hoạch về được phơi khô đến độ ẩm 15%.

2.2. Phương pháp nghiên cứu

- Thiết bị thí nghiệm được tiến hành tại phòng thí nghiệm chưng cất tinh dầu của Trung tâm Nghiên cứu Lâm đặc sản. Thiết bị thí nghiệm là hệ thống chưng cất tinh dầu chuyên dùng, chưng cất ở áp suất thường, gia nhiệt cho nồi chưng bằng hơi nước quá nhiệt áp suất cao. Chất lượng sản phẩm được đánh

giá qua màu sắc, tỷ trọng, chỉ số khúc xạ, điểm đông chủ yếu dựa trên các tiêu chuẩn ISO và của TCVN, Hàm lượng cấu tử Trans-anethol được xác định bằng phương pháp sắc ký khí kết hợp với khối phổ (GC-MS).

- Sử dụng lý thuyết về quá trình chưng cất để xác định các thông số ảnh hưởng đến hàm mục tiêu.

- Sử dụng phương pháp thực nghiệm để bố trí thí nghiệm và xử lý kết quả thí nghiệm, sử dụng lý thuyết giải bài toán tối ưu để xác định một số thông số hợp lý của công nghệ chưng cất tinh dầu hồi.

2.2.1. Chọn hàm mục tiêu nghiên cứu

Để đánh giá quá trình chưng cất tinh dầu hồi người ta thường sử dụng một số chỉ tiêu sau: năng suất, hiệu suất và chất lượng sản phẩm của quá trình chưng cất.

- Năng suất của quá trình chưng cất phụ thuộc vào thời gian chưng cất, thời gian chưng cất càng ngắn thì năng suất càng cao, năng suất cao giảm được chi phí nhiều liệu dẫn đến hiệu quả kinh tế cao. Do vậy chúng tôi chọn hàm mục tiêu là thời gian chưng cất.

- Hiệu suất chưng cất là chỉ tiêu quan trọng, hiệu suất càng cao cho sản phẩm càng nhiều hiệu quả kinh tế, do vậy chọn hàm hiệu suất làm hàm mục tiêu. Hiệu suất chưng cất là tỷ số giữa khối lượng tinh dầu hồi thu được trong quá trình chưng cất với khối lượng sản phẩm đưa vào nồi chưng, tính theo %.

Chất lượng sản phẩm là chỉ tiêu quan trọng, chất lượng càng cao giá trị sản phẩm càng tốt, chất lượng sản phẩm phụ thuộc vào quá trình chưng cất, chất lượng sản phẩm được đánh giá thông qua các chỉ tiêu như màu sắc tinh dầu, độ lẫn tạp chất, hàm lượng chất thơm...Việc đánh giá chất lượng tinh dầu cần phải có hệ thống thiết bị hiện đại. Do hạn chế về thời

gian, chúng tôi không chọn hàm mục tiêu chất lượng để tính toán mà chỉ coi nó là điều kiện cho các hàm mục tiêu khác.

Tóm lại: trong nghiên cứu này chúng tôi chọn hai hàm mục tiêu đó là hàm thời gian chưng cất ký hiệu τ , đơn vị tính là (phút), và hàm hiệu suất chưng cất sản phẩm ký hiệu là η đơn vị tính là (%).

2.2.2. Chọn tham số ảnh hưởng đến hàm mục tiêu

Từ kết quả phân tích phân cơ sở lý thuyết của quá trình chưng cất tinh dầu hồi, có nhiều yếu tố ảnh hưởng đến hàm mục tiêu, chúng được chia làm 2 nhóm chính bao gồm:

- Nhóm yếu tố về loại nguyên liệu, đây là yếu tố ngẫu nhiên, phụ thuộc vào loại nguyên liệu mang vào chưng cất, thời điểm thu hái nguyên liệu, địa điểm trồng nguyên liệu. Nhóm yếu tố này không điều khiển được, chúng tôi lấy ở một giá trị nhất định, khi thí nghiệm lấy một loại hoa, được trồng ở một địa điểm, thu hái trong cùng điều kiện.

- Nhóm yếu tố thuộc về công nghệ và thiết bị chưng cất bao gồm:

+ Nhiệt độ chưng cất, nhiệt độ chưng cất ảnh hưởng đến thời gian và hiệu suất chưng cất, nhiệt độ là yếu tố điều khiển được nên chúng tôi chọn tham số này để nghiên cứu.

+ Kích thước nguyên liệu cũng ảnh hưởng đến quá trình chưng cất, kích thước nguyên liệu là yếu tố điều khiển được, nên chúng tôi chọn yếu tố này để nghiên cứu.

+ Nhiệt độ hệ thống ngưng tụ cũng là yếu tố ảnh hưởng đến quá trình chưng cất, do điều kiện về thời gian nên chúng tôi lấy ở một giá trị nhất định để nghiên cứu.

Tóm lại: trong nghiên cứu này chúng tôi lựa chọn hai tham số để nghiên cứu đó là nhiệt độ nồi chưng ký hiệu là t , đơn vị tính là $^{\circ}\text{C}$, và

kích thước nguyên liệu ký hiệu là ϕ , cách tính là lọt qua mắt sàng với đường kính mắt sàng là ϕ , đơn vị tính mm.

2.2.3. Bố trí thí nghiệm

a) Nguyên liệu đưa vào chưng cất

Nguyên liệu đưa vào chưng cất là hoa hồi đã được phơi khô ở độ ẩm 15% được xử lý theo 5 loại kích thước ứng với 5 giá trị như sau:

- Loại 1 (ϕ_1) : Làm dập hoa hồi bằng máy cán, băm nhỏ với kích thước lọt qua mắt sàng $\phi=13\text{mm}$.
- Loại 2 (ϕ_2): Làm dập hoa hồi bằng máy cán, băm nhỏ với kích thước lọt qua mắt sàng $\phi=10\text{mm}$.
- Loại 3(ϕ_3): Cán dập và băm mát hoa hồi với kích thước nguyên liệu lọt qua mắt sàng $\phi=7\text{mm}$.
- Loại 4 (ϕ_4): Nghiền nhỏ hoa hồi bằng máy nghiền, kích thước nguyên liệu lọt qua mắt sàng $\phi=5\text{mm}$.

- Loại 5 (ϕ_5): Nghiền nhỏ hoa hồi, kích thước nguyên liệu lọt qua mắt sàng $\phi=2\text{mm}$.

b) Nhiệt độ chưng cất

Chúng tôi bố trí các mức thí nghiệm ở 5 nhiệt độ chưng đó là : $t_1= 115^\circ\text{C}$; $t_2=120^\circ\text{C}$; $t_3=125^\circ\text{C}$; $t_4= 130^\circ\text{C}$; $t_5= 135^\circ\text{C}$.

Mỗi thí nghiệm chúng tôi tiến hành lặp lại 3 lần, kết quả thí nghiệm được xử lý theo phương pháp thống kê toán học.

III. KẾT QUẢ NGHIÊN CỨU VÀ THẢO LUẬN

3.1. Sự ảnh hưởng của kích thước nguyên liệu đến thời gian và hiệu suất

Thí nghiệm được tiến hành như sau: thay đổi nguyên liệu đầu vào theo 5 loại trình bày ở trên, nhiệt độ chưng cất lấy ở giá trị 130 độ, Sau khi thí nghiệm chúng tôi thu được kết quả thí nghiệm ảnh hưởng của kích thước nguyên liệu đến hiệu suất và thời gian chưng cất, kết quả thí nghiệm sau khi xử lý được ghi ở bảng 01.

Bảng 01. Ảnh hưởng của kích thước nguyên liệu đến hiệu suất và thời gian chưng cất

TT	Kích thước nguyên liệu	Hiệu suất chưng cất tinh dầu (%)				Thời gian chưng cất (phút)			
		η_1	η_2	η_3	η_{tb}	τ_1	τ_2	τ_3	τ_{tb}
1	Loại 1	16,68	16,71	16,65	16,68	955	962	963	960,0
2	Loại 2	16,80	16,83	16,84	16,82	753	747	755	751,6
3	Loại 3	16,98	17,03	16,94	16,98	565	570	574	569,6
4	Loại 4	16,77	16,75	16,73	16,75	518	523	524	521,6
5	Loại 5	16,72	16,71	16,75	16,72	475	480	483	479,3

Từ kết quả thí nghiệm ở bảng 01, sử dụng phần mềm toán học, chúng tôi thiết lập được phương trình tương quan giữa hàm mục tiêu và tham số ảnh hưởng như sau:

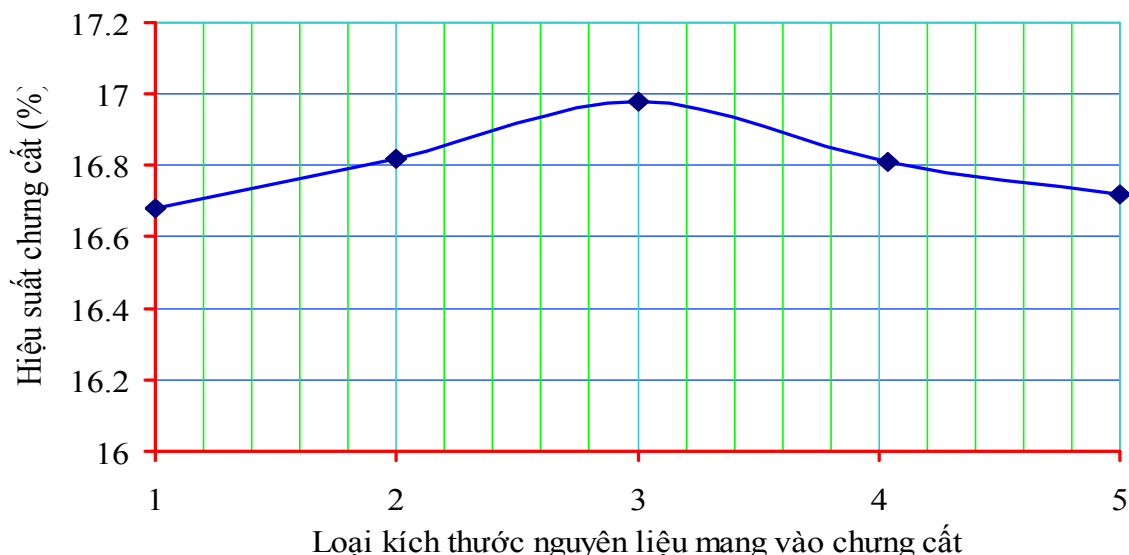
- Hàm hiệu suất ký hiệu η

Mô hình hồi quy: $\eta = 16,53+0,095\phi-0,007\phi^2$ (1)

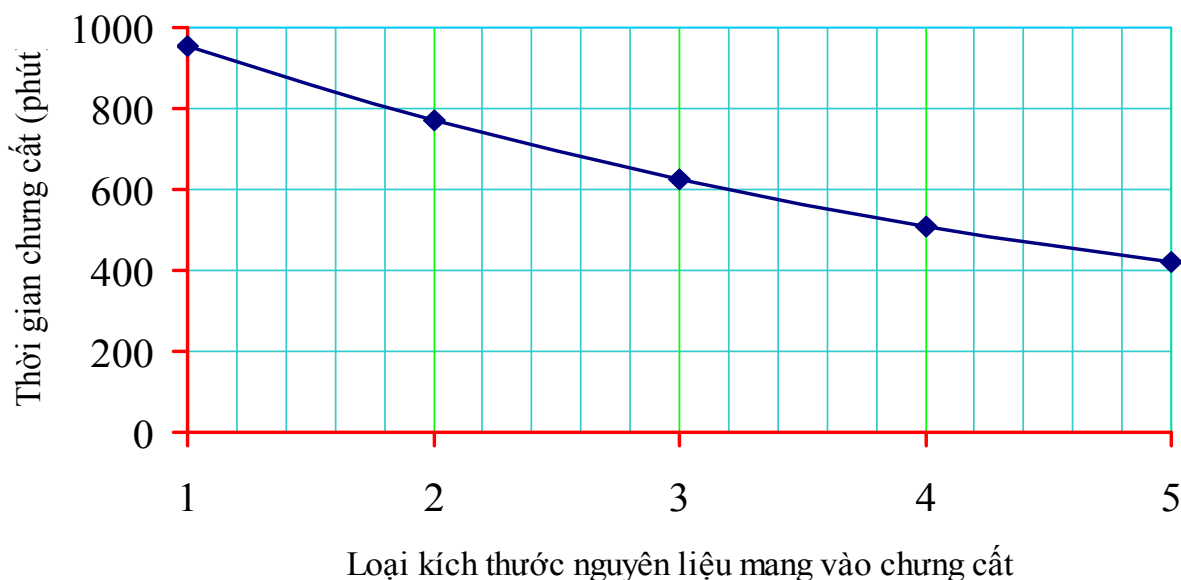
- Hàm thời gian chưng cất ký hiệu τ

Mô hình hồi quy: $\tau = 326,03+44,59\phi$ (2)

Từ kết quả hàm hồi quy (1) và (2) xây dựng được đồ thị tương quan giữa loại kích thước nguyên liệu với hàm hiệu suất và thời gian chưng cất như hình 01 và 02.



Hình 01. Đồ thị tương quan giữa kích thước nguyên liệu với hàm hiệu suất chưng cất



Hình 02. Đồ thị tương quan giữa kích thước nguyên liệu với hàm thời gian chưng cất

Nhận xét: từ đồ thị tương quan trên hình 01 và hình 02, ta nhận thấy tương quan giữa hàm hiệu suất với kích thước nguyên liệu là phi tuyến, hàm hiệu suất lớn nhất khi kích thước nguyên liệu ở loại 3. Tương quan giữa hàm thời gian với kích thước nguyên liệu là hàm tuyến tính, khi kích thước nguyên liệu càng nhỏ thì thời gian chưng cất ngắn, hàm thời gian chưng cất đạt giá trị nhỏ nhất khi kích thước nguyên liệu nhỏ nhất.

3.2. Ảnh hưởng của nhiệt độ chưng cất đến hàm hiệu suất và thời gian chưng cất

Thí nghiệm được tiến hành như sau: thay đổi nhiệt độ ở 5 mức như trình bày ở trên, kích thước nguyên liệu mang vào chưng cất ở loại 3, Sau khi thí nghiệm chúng tôi thu được kết quả thí nghiệm ảnh hưởng của nhiệt độ chưng cất đến hiệu suất và thời gian chưng cất, kết quả thí nghiệm sau khi xử lý được ghi ở bảng 02.

Bảng 02. Ảnh hưởng của nhiệt độ chưng cất đến hàm hiệu suất và thời gian chưng cất

TT	Nhiệt độ chưng cất (°C)	Hiệu suất chưng cất tinh dầu (%)				Thời gian chưng cất (phút)			
		η_1	η_2	η_3	η_{tb}	τ_1	τ_2	τ_3	τ_{tb}
1	115	16,62	16,65	16,67	16,64	735	739	742	738,6
2	120	16,78	16,73	16,75	16,75	651	655	647	651,0
3	125	16,85	16,81	16,87	16,84	575	570	573	572,6
4	130	16,96	16,99	16,94	16,96	461	466	458	461,6
5	135	16,81	16,85	16,83	16,83	445	448	442	445,0

Từ kết quả thí nghiệm ở bảng 02, sử dụng phần mềm toán học, chúng tôi thiết lập được phương trình tương quan giữa hàm mục tiêu và tham số ảnh hưởng như sau:

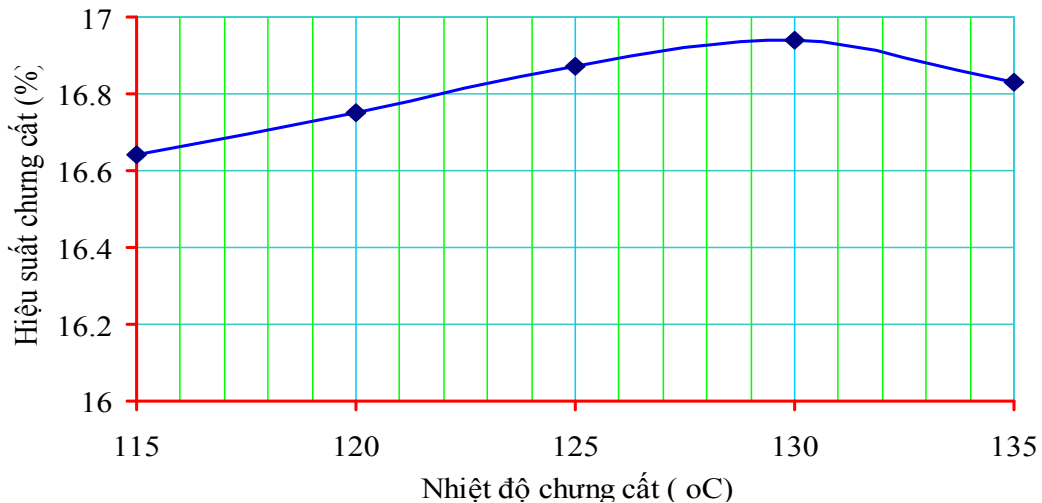
- Hàm hiệu suất chưng cất ký hiệu η

Mô hình hồi quy: $\eta = -10,406 + 0,425t - 0,0017t^2$ (3)

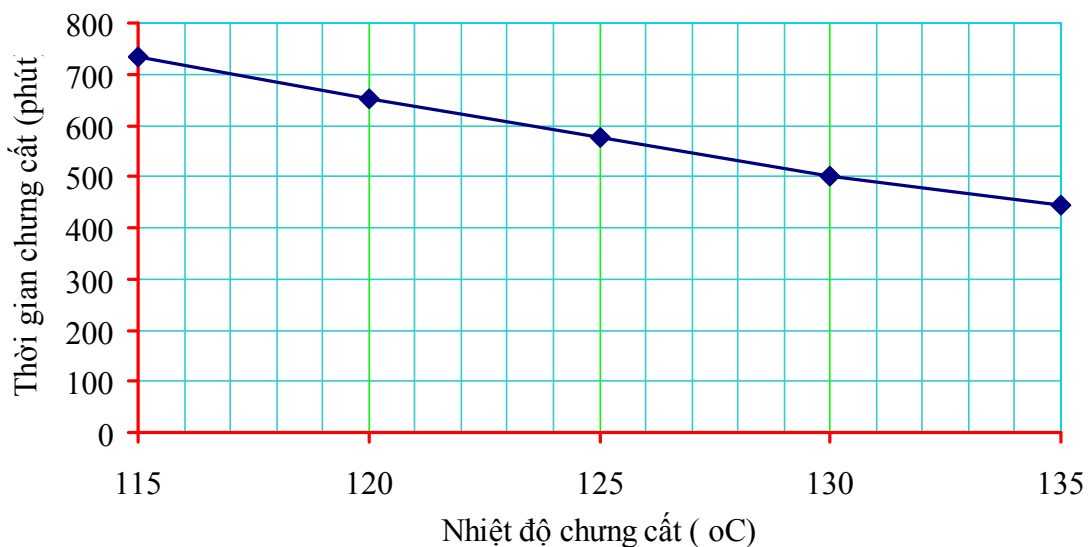
- Hàm thời gian chưng cất ký hiệu τ

Mô hình hồi quy: $\tau = 2513,4 - 15,52t$ (4)

Từ kết quả hàm hồi quy (3) và (4), ta dựng được đồ thị tương quan giữa nhiệt độ chưng cất với hàm hiệu suất và thời gian chưng cất như hình 03 và hình 04.



Hình 03. Đồ thị tương quan giữa nhiệt độ chưng cất với hàm hiệu suất chưng cất



Hình 04. Đồ thị tương quan giữa nhiệt độ chưng cất với hàm thời gian chưng cất

Nhận xét: từ đồ thị tương quan trên hình 03 và hình 04 ta thấy tương quan giữa hàm hiệu suất với nhiệt độ chung cất là hàm phi tuyến, hàm hiệu suất đại cực đại khi nhiệt độ chung cất là 130⁰C. Tương quan giữa hàm thời gian với nhiệt độ chung cất là tuyến tính, hàm thời gian nhỏ nhất khi nhiệt độ chung cất là cao nhất.

3.3. Xác định các thông số công nghệ hợp lý trong quá trình chung cất tinh dầu Hồi

Mục đích của bài toán là tìm ra kích thước nguyên liệu và nhiệt độ chung cất để hàm hiệu suất chung cất là lớn nhất và thời gian chung cất nhỏ nhất, đây là bài toán đa mục tiêu, để giải bài toán này cần phải lựa chọn và xây dựng phương pháp giải. Phương pháp giải bài toán tối ưu được trình bày trong các tài liệu [4], [6]. Sau khi xác định được hai hàm mục tiêu η và τ theo công thức (1); (2); (3) và (4), sử dụng phương pháp tìm lời giải tối ưu tổng quát khi có mặt nhiều hàm mục tiêu [6], giải bài toán đa mục tiêu trên bằng phương pháp trao đổi giá trị phụ (Phương pháp nhân tử Lagrăngio).

Nội dung của phương pháp trao đổi giá trị phụ như sau: đưa bài toán tối ưu đa mục tiêu về bài toán tối ưu một mục tiêu thông qua hàm mục tiêu tổng Y_1 :

$$Y_1 \rightarrow \text{Max} \text{ Với } Y_j(x_i) < \varepsilon, j = 1, 2, \dots, m$$

Hàm mục tiêu dạng tổng được biểu diễn qua phiếm hàm Lagrăngio dạng:

$$F(x, \lambda) = Y_1(x) + \sum_{j=1}^m \lambda_{ji} [Y_j(x) - \varepsilon_j] \quad (5)$$

Trong đó λ_{ji} - Gọi là nhân tử Lagrăngio, có ý nghĩa như hàm trao đổi

$$\lambda_{ij} = \frac{\partial F}{\partial Y_j} \text{ Với } x \in X \text{ và } \varepsilon_j > 0$$

Tại điểm tối ưu thì: $Y_1(x^*) = F(x^*, \lambda^*)$ và

$$\frac{\partial F}{\partial x_i} = 0; \frac{\partial F}{\partial \lambda_{ji}} = 0$$

Do đó giải hệ (n+m) phương trình:

$$\frac{\partial F}{\partial X_i} = 0 ; i = 1, 2, \dots, n \quad Y_j - \varepsilon_j = 0 ; j = 1, 2, \dots, m$$

Từ các ẩn x_i và λ_{ij} sẽ tìm được các giá trị: $X_1^*, X_2^*, \dots, X_n^*$, từ đó xác định cực trị của hàm mục tiêu F. Căn cứ vào giá trị của λ_{ij}^* người ta chọn các giá trị ε_j để tìm lời giải phù hợp.

Áp dụng phương pháp giải bài toán tối ưu theo phương pháp trao đổi giá trị phụ, đưa các hàm mục tiêu (1) và (2) về hàm mục tiêu tổng F_1 , đưa hàm mục tiêu (3) và (4) về hàm mục tiêu tổng F_2

$$F_1 = 16,36 - 0,077\phi - 0,007\phi^2 \rightarrow \text{max} \quad (6)$$

$$F_2 = -7,404 + 0,4488t - 0,017t^2 \rightarrow \text{max} \quad (7)$$

Khảo sát hàm F_1 và F_2 tìm được giá trị $\phi = 5,5$ mm và $t = 132^{\circ}\text{C}$ cho hàm mục tiêu tổng F_1 và $F_2 \rightarrow \text{max}$, như vậy giá trị $\phi = 5,5$ mm và $t = 132^{\circ}\text{C}$ cho hàm hiệu suất chung cất tinh dầu hồi $\eta \rightarrow \text{max}$ và hàm thời gian chung cất $\tau \rightarrow \text{min}$.

Như vậy giá trị hợp lý của tham số đầu vào là kích thước nguyên liệu mang vào chung cất lọt qua mắt sàng $\phi = 5,5$ mm; nhiệt độ chung cất $t = 132^{\circ}\text{C}$, với thông số này cho hiệu suất chung cất tinh dầu hồi cao nhất thời gian chung cất ngắn.

IV. KẾT LUẬN

Từ kết quả nghiên cứu thực nghiệm đã xác định được qui luật ảnh hưởng của kích thước nguyên liệu hoa hồi mang vào chung cất và nhiệt độ chung cất đến hiệu suất và thời gian chung cất theo phương trình hồi qui (1), (2), (3) và (4). Bằng phương pháp giải bài toán tối ưu đa mục tiêu, đã xác định được thông số công nghệ hợp lý trong quá trình chung cất đó là: nguyên liệu được chung cất phải cán dập và băm nhỏ với kích thước lọt qua mắt sàng $\phi = 5,5$ mm, nhiệt độ chung cất là 132⁰C, với thông số công nghệ này cho hiệu suất chung cất tinh dầu hồi lớn nhất và thời gian chung cất là ngắn.

V. TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. Nguyễn Ngọc Bình, Trần Quang Việt (2002), *Cây hồi (Illicium verum Hook.)*, Nxb Nông nghiệp.
2. Bộ môn thực phẩm (1968), *Kỹ thuật sản xuất tinh dầu*, Đại học Bách khoa Hà Nội.
3. Ninh Khắc Bản, (2008), *Báo cáo nghiên cứu nâng cao năng suất và chất lượng các sản phẩm từ cây Hồi (Illicium verum Hook.) ở Lạng Sơn*.
4. Nguyễn Văn Bi (1987), “*Phương pháp lập và giải bài toán tối ưu trong công nghiệp rừng*”, Thông tin khoa học kỹ thuật Đại học Lâm nghiệp, trang 34-36.
5. Nguyễn Văn Bi (1996), “*Một số phương pháp tuyển chọn máy thiết bị khai thác lâm sản và cơ giới hóa nông lâm nghiệp miền núi*”, Thông tin khoa học lâm nghiệp, trang 42-45.
6. Nguyễn Văn Bi (1997), “*Về việc giải bài toán tối ưu đa mục tiêu trong công nghiệp rừng*”, Thông tin khoa học lâm nghiệp, trang 42-27.
7. Lưu Đàm Cư, Trương Anh Thư (2005), *Thành phần hóa học của tinh dầu Hồi Lạng Sơn*, Nxb khoa học và kỹ thuật, Hà Nội.

**DETERMINE SOME REASONABLE TECHNOLOGICAL PARAMETERS
IN DISTILLATION PROCESS OF ANISE ATTAR**

Duong Van Tai, Nguyen Van Sang

SUMMARY

Anise, which is mainly found in Lang Son province of Vietnam, has the scientific name *Licumverum* Hook. It is a precious medicinal plant which has been conferred the geographical indication for Lang Son province by the National Intellectual Property of Vietnam. After harvesting, anise flower is used as raw material to distill attar. Attar of anise is a precious medicinal herb used in medicine and food processing. This paper introduces researched results on factors affecting the distillation technology for getting anise attar such as: size of raw material, temperature and time of distillation process. With application of experimental methods of single-factor and multi-factors, the optimal parameters have been identified, namely, the distillation temperature is at 132°C and the suitable sizes of raw material for distillation are particles which pass the screen with a wire distance of $\phi = 5.5$ mm.

Keywords: *Anise, distillation of anise attar, attar of anise*

Người phản biện: TS. Nguyễn Thị Minh Nguyệt

Ngày nhận bài: 03/01/2013

Ngày phản biện: 28/02/2013

Ngày quyết định đăng: 07/6/2013