

NÂNG CAO HÀM LƯỢNG D-LIMONENE TRONG TINH DẦU BƯỞI BẰNG PHƯƠNG PHÁP PHÂN ĐOẠN CHÂN KHÔNG

● NGUYỄN ĐÌNH PHÚC - NGÔ THỰC TRÍ NGUYỄN - NGUYỄN NGỌC DUY
- NGUYỄN HOÀNG PHI BẢO - LƯU XUÂN CƯỜNG

TÓM TẮT:

Nghiên cứu này sử dụng phương pháp chưng cất phân đoạn chân không nhằm thu được phân đoạn tinh dầu bưởi giàu D-Limonene. Các yếu tố ảnh hưởng đến quá trình chưng cất phân đoạn tinh dầu bưởi như áp suất, công suất bếp và chiều cao cột chưng cất được khảo sát. Kết quả cho thấy hàm lượng D-Limonene tăng từ 67,92% lên 92,3% đối với quy mô phòng thí nghiệm tại công suất 90W, áp suất chân không 500mmHg và cột chưng cất 300mm.

Từ khóa: tinh dầu bưởi, hàm lượng D-Limonene, phương pháp phân đoạn chân không.

1. Đặt vấn đề

Tinh dầu từ lâu đã được mệnh danh là “món quà của thiên nhiên” nhờ vô số những công dụng trong chăm sóc sức khỏe và làm đẹp. Đa số các thành phần của tinh dầu có các công dụng tốt, như: tạo hương thơm, kháng khuẩn, tăng cường sức khỏe. Tinh dầu được sử dụng làm nguyên liệu trong nhiều lĩnh vực khác nhau như thực phẩm, mỹ phẩm, tẩy rửa vệ sinh,... Sản phẩm từ tinh dầu khá phổ biến, như: nước hoa, mỹ phẩm, sữa tắm, xà phòng, tạo hương vị cho đồ uống, thực phẩm và các sản phẩm tẩy rửa vệ sinh gia dụng khác.

Hiện nay, nhu cầu thị trường sử dụng các sản phẩm thiên nhiên ngày càng tăng, trong đó tinh dầu tự nhiên để làm đẹp cũng được nhiều người quan tâm. Nhờ đó, tinh dầu bưởi ngày càng được biết đến

hơn, với các công dụng như thư giãn cơ thể, chống lão hóa, kháng khuẩn và giảm cân. Hoạt chất D-Limonene có nhiều tác dụng hơn như chống oxy hóa, giúp thư giãn, làm giảm căng thẳng và mệt mỏi.

Trong tinh dầu bưởi, thành phần D-Limonene chưa cao. Vì vậy, để ứng dụng dựa trên những hiệu quả tốt của hoạt chất đó, chúng ta cần phải nâng cao hàm lượng D-Limonene trong tinh dầu bưởi. Tinh dầu bưởi có hàm lượng D-Limonene cao là chất tự nhiên hiệu quả để sản xuất một số mỹ phẩm chăm sóc da, chống ung thư và oxy hóa. Từ đó, tinh dầu bưởi có hàm lượng D-Limonene cao sẽ được quan tâm hơn, làm tăng giá trị của tinh dầu bưởi truyền thống và tăng doanh thu cho doanh nghiệp sản xuất.

Với mong muốn tăng hàm lượng D-Limonene trong tinh dầu bưởi, chưng cất phân đoạn là một trong những phương pháp phù hợp. Nhằm nâng cao giá trị của tinh dầu bưởi, đề tài “Nghiên cứu chưng cất phân đoạn tinh dầu bưởi để nâng cao hàm lượng hoạt chất D-Limonene” được lựa chọn để thực hiện quá trình nghiên cứu.

2. Đối tượng và phương pháp nghiên cứu

2.1. Nguyên liệu

Tinh dầu bưởi được thu mua từ Công ty Aota, tại số 38 đường Thạnh Mỹ Lợi, phường Thạnh Mỹ Lợi,

quận 2, Thành phố Hồ Chí Minh. Tinh dầu có màu hơi vàng nhạt, có mùi bưởi đặc trưng, hàm lượng D-Limonene 67,92%.

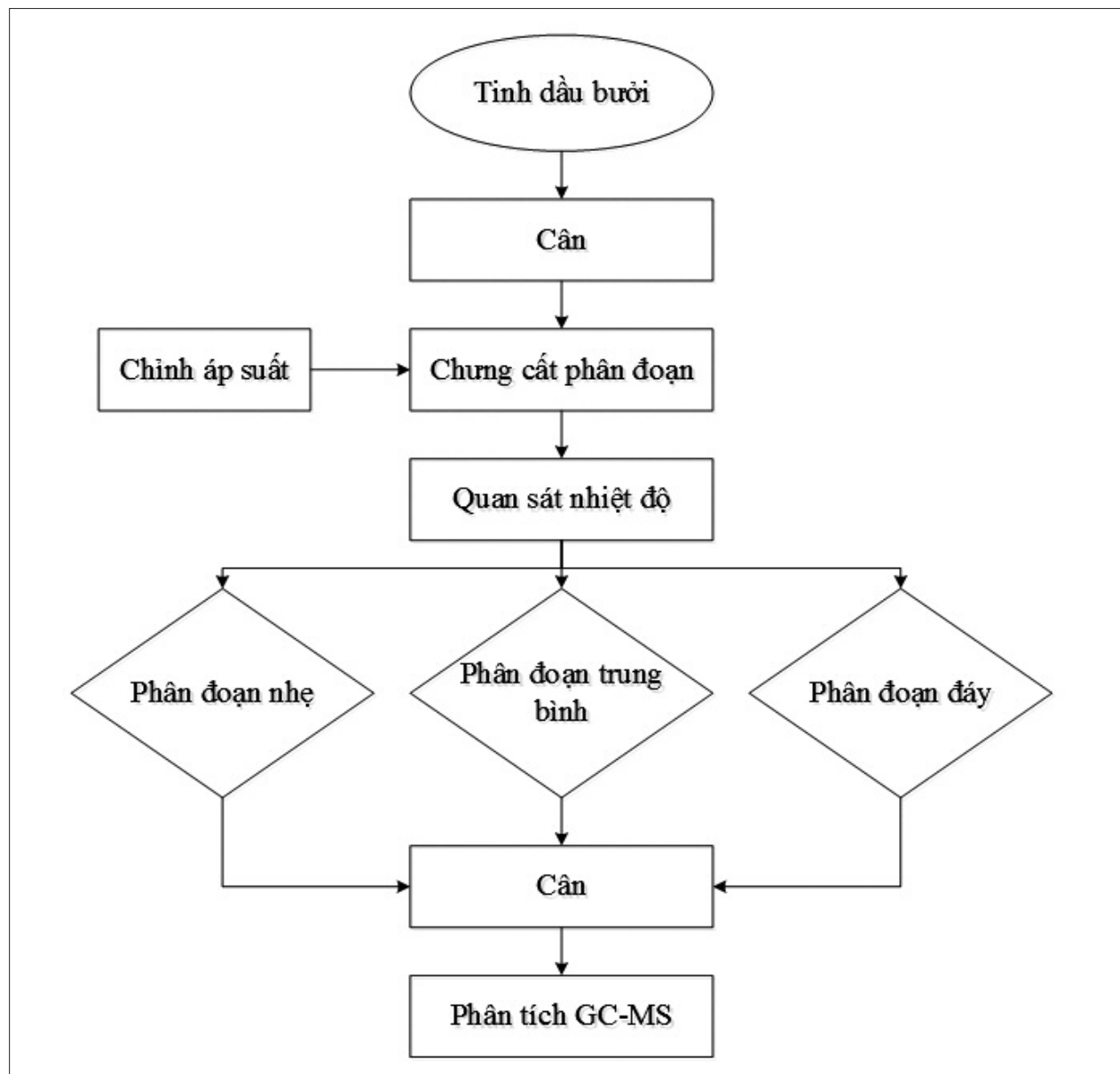
Nước sử dụng trong nghiên cứu này là nước cất, được cất từ máy cất nước 1 lần.

2.2. Phương pháp nghiên cứu

2.2.1. Quy trình chưng cất tinh dầu vỏ bưởi (Hình 1)

Sự phụ thuộc nhiệt độ sôi vào áp suất được dự đoán trước và ước lượng bởi quá trình mô phỏng chưng cất phân đoạn bằng phần mềm Aspen Plus

Hình 1: Quy trình chưng cất phân đoạn tinh dầu bưởi



V11. Cân 42g tinh dầu bưởi thô, cho vào bình cầu 2 cổ 500mL. Lắp hệ thống chưng cất phân đoạn, lắp nhiệt kế thủy ngân vào bình cầu chứa tinh dầu thô ở bếp và trên đỉnh cột chưng cất. Sau đó, bật công tắc bơm chân không, điều chỉnh áp suất và bật bếp lưới, điều chỉnh công suất gia nhiệt cho phù hợp với nhu cầu của thí nghiệm. Quan sát và ghi lại nhiệt độ trong bình cầu và nhiệt độ trên đỉnh cột chưng cất, khi nhiệt độ trên đỉnh vượt quá giá trị dự đoán cho phân đoạn nhẹ thì xoay bạch tuộc 4 cổ để thu tiếp phân đoạn trung bình, phân đoạn nặng nằm ở đáy của bình cầu. Sau khi kết thúc thí nghiệm, tháo thiết bị và vệ sinh, sau đó đo khối lượng mỗi phân đoạn và lưu mẫu vào lọ thủy tinh để đi phân tích định lượng GC-MS.

2.2.2. Các yếu tố khảo sát

Khảo sát ảnh hưởng của công suất gia nhiệt: Áp suất chân không 600mmHg sẽ được sử dụng trong các thí nghiệm ở khảo sát này. Mỗi cột chưng cất mâm với chiều cao khác nhau sẽ được vận hành với công suất gia nhiệt khác nhau dao động từ 70, 80, 90, 100, 110 W.

Khảo sát ảnh hưởng của áp suất hệ thống: Áp suất chân không hệ thống sẽ được khảo sát trên diện rộng đến áp suất chân không tối đa của hệ thống là 700mmHg. Qua quá trình thực hiện nhận thấy với áp suất chân không dưới 500mmHg và ứng với công suất bếp hiện có hầu như quá trình sôi diễn ra rất ít. Do đó, công suất chân không được lựa chọn để khảo sát là 500, 550, 600, 650, 700mmHg.

Khảo sát ảnh hưởng của loại cột chưng: Dựa vào kết quả của các thông số trên, các chiều cao cột khác nhau được đưa ra để so sánh hiệu quả. Với quy mô phòng thí nghiệm các chiều cao được lựa chọn là 200, 300, 400mm.

2.2.3. Độ thu hồi

Độ thu hồi của một chất trong một phân đoạn được xác định bằng tỷ lệ giữa khối lượng chất đó có trong phân đoạn và khối lượng của chất có trong tinh dầu ban đầu.

Độ thu hồi của một chất trong tất cả phân đoạn được xác định bằng tổng độ thu hồi của chất đó trong mỗi phân đoạn.

$$\text{Recovery (\%)} = \frac{m A_1 * 100}{m A_0}$$

Trong đó: mA1 là khối lượng của chất A có trong phân đoạn 1, mA0 là khối lượng của chất A có trong tinh dầu thô.

2.2.4. Xác định thành phần bằng phương pháp sắc ký ghép khối phổ

Sử dụng máy đo sắc khí Thermo Fisher Science Trace 1310 kết hợp với máy quang phổ khối TSQ 9000. Khí sử dụng là khí He tỷ lệ dung môi và tinh dầu 1:1000, được gia nhiệt lên 60°C trong vòng 25 giây, từ 60 lên 180°C với tốc độ 6°C/phút và 180°C đến 270°C với tốc độ 30°C/phút và giữ nguyên trong vòng 5 giây. Các hợp chất tinh dầu bưởi được định danh bởi thư viện NIST 2.2.

3. Kết quả và thảo luận

3.1. Ảnh hưởng của công suất bếp đến hàm lượng và độ thu hồi D-limonene phân đoạn trung bình

Các dữ liệu trên cho thấy hàm lượng D-Limonene chủ yếu trong phân đoạn trung bình, vì vậy nghiên cứu này sử dụng dữ liệu tại phân đoạn đó để so sánh các áp suất khác nhau.

Hình 2 cho thấy công suất càng tăng từ 70W đến 90W thì hàm lượng D-Limonene trong phân đoạn trung bình càng tăng (80,6-86,6%), độ thu hồi cũng tăng từ (77,6-85,4%). Khi tăng công suất bếp, tốc độ gia nhiệt tăng, nhiệt lượng cho tinh dầu thô được tăng lên làm cho lưu lượng hơi trong cột tăng lên. Tuy nhiên, từ 100W đến 110W, nhiệt lượng cung cấp cho tinh dầu thô tăng lên, tốc độ bay hơi tăng, làm cho quá trình lôi cuốn diễn ra nhanh, hàm lượng và độ thu hồi của D-Limonene trở nên thấp (84,1 - 74,6%) và (85,5 - 84,8%).

Công suất thấp giúp cho quá trình bay hơi diễn ra chậm, nhờ vậy có thể tách được D-Limonene triệt để. Ngược lại, công suất cao làm cho nhiệt độ tăng nhanh khiến cho các cấu tử nhẹ chưa kịp bay hơi sẽ bị cuốn theo các cấu tử nặng.

Công suất 70W quá thấp, không đủ mức năng lượng để các hợp chất nhiệt độ sôi cao tách ra khỏi dung dịch dầu thô. Công suất 80W vừa đủ để áp ứng nhiệt lượng cho dung dịch để tách hoạt D-

Limonene ra khỏi dầu thô. Công suất 90W là công suất phù hợp khi đạt hàm lượng D-Limonene cao nhất ở 86,6% ở phân đoạn trung bình (áp suất chân không 600mmHg và cột chưng cất 200mm).

3.2. Ảnh hưởng của áp suất lên hàm lượng và độ thu hồi của D-Limonene

Qua Hình 3 ta thấy ASCK tăng từ 500-700mmHg thì hàm lượng D-Limonene thu được trong phân đoạn trung bình giảm từ 88,6% đến 79,5% và độ thu hồi của D-Limonene trong phân đoạn trung bình cũng giảm từ 90,1% đến 62,4%.

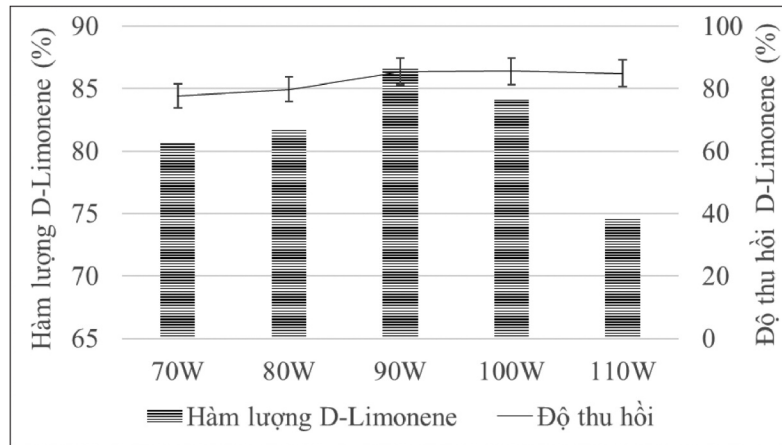
Áp suất thấp hơn 500mmHg sẽ làm cho nhiệt độ sôi không xảy ra, ở đó cũng cần một công suất cao làm cho tinh dầu dễ bị phân hủy. Tuy nhiên, khi áp suất chân không quá cao, quá trình bay hơi diễn ra nhanh và mãnh liệt hơn điều đó dẫn đến hàm lượng D-Limonene dễ bị lôi cuốn qua các phân đoạn khác dẫn đến hàm lượng và độ thu hồi giảm.

Do ở các áp suất khác nhau, nhiệt độ sôi của các cấu tử cũng thay đổi theo, từ đó tạo nên sự chênh lệch nhiệt độ sôi. Dựa vào đó để thay đổi nhằm tìm được áp suất mà D-Limonene không bị ảnh hưởng bởi các cấu tử khác.

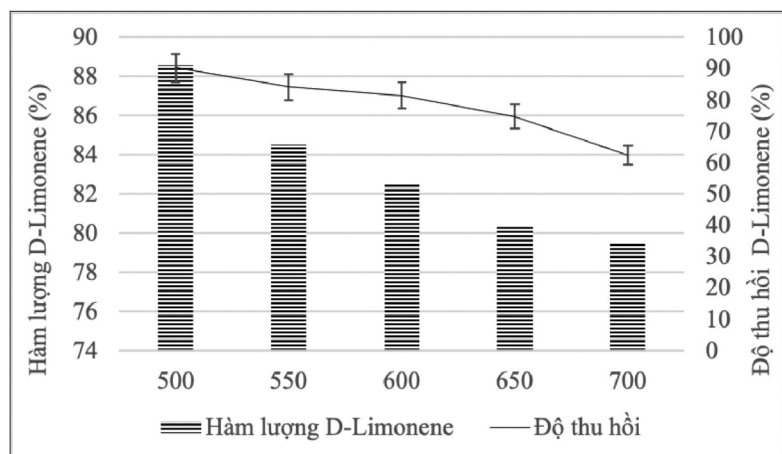
3.3. Ảnh hưởng của loại cột chưng cất lên hàm lượng và độ thu hồi D-Limonene

Hình 4 so sánh hiệu quả 3 cột chưng cất 200, 300 và 400mm cùng mức công suất, áp suất và cột chưng cất 300mm tách được phân đoạn nhẹ triệt để hơn, phân đoạn trung bình có hàm lượng D-Limonene cao nhất

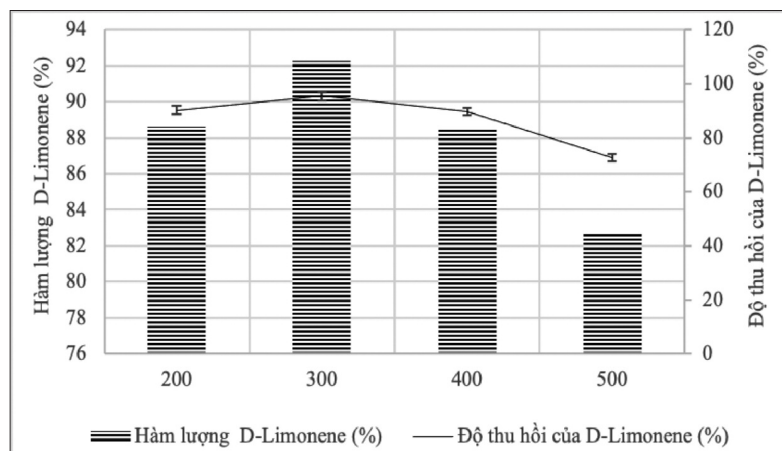
Hình 2: Hàm lượng và độ thu hồi của D-Limonene ở các công suất khác nhau



Hình 3: Hàm lượng và độ thu hồi của D-Limonene ở các áp suất khác nhau



Hình 4: Hàm lượng và độ thu hồi của D-Limonene của các loại cột chưng cất



(90,0%) và độ thu hồi D-Limonene cao 95,35%). Do chiều cao cột chưng cất càng cao, quá trình bay hơi diễn ra càng chậm, từ đó tạo nên sự khác biệt giữa các cột.

Khi so sánh hiệu quả giữa các loại cột, cho thấy cột đệm thấp nhất, hàm lượng D-Limonene chỉ chiếm 82,7% và độ thu hồi chỉ đạt 72,7%. Trong khi đó, các loại cột khác hàm lượng D-Limonene chiếm từ 88,5 - 90,0% và độ thu hồi từ 89,6 - 95,3%. Do cấu tạo của cột đệm chứa các vật liệu đệm, tinh dầu bị giữ lại tạo ra sự hao hụt trong quá trình phân đoạn, dẫn đến hàm lượng và độ thu hồi D-Limonene thấp.

4. Kết luận

Kết quả cho thấy công suất bếp ảnh hưởng đến tốc độ gia nhiệt và nhiệt lượng cung cấp cho quá trình chưng cất. Do đó, công suất bếp ảnh hưởng lớn đến hiệu quả của quá trình chưng cất phân đoạn để nâng cao hàm lượng D-Limonene của tinh dầu bưởi. Áp suất cũng ảnh hưởng nhiều đến

quá trình phân đoạn tinh dầu. Áp suất càng cao, khả năng tách được hoạt chất D-Limonene ra khỏi dầu thô càng khó. Áp suất cao làm cho nhiệt độ sôi của các cấu tử tăng theo, tăng nguy cơ bị phân hủy nhiệt của những chất nhạy cảm với nhiệt độ trong tinh dầu. Quá trình khảo sát cho thấy áp suất chân không 500mmHg cho khả năng tách hoạt chất D-Limonene ra khỏi dầu thô cao nhất. Chiều cao của cột chưng cất ảnh hưởng tới quá trình chưng cất phân đoạn tinh dầu. Mỗi loại cột chưng cất cần một mức công suất gia nhiệt tối thiểu để tách được phân đoạn trung bình của tinh dầu bưởi, chiều cao cột tăng thì công suất gia nhiệt tối thiểu tăng. Đối với quy mô phòng thí nghiệm để tách được hoạt chất D-Limonene chiếm 92,3% trong phân đoạn trung bình cần sử dụng tháp chưng cất 300mm, vận hành hệ thống với công suất gia nhiệt 90W và áp suất chân không 500mmHg, thu hồi được 95,35% hàm lượng hoạt chất D-Limonene so với dầu thô ■

TÀI LIỆU THAM KHẢO:

1. Baccati, C., Gibernau, M., Paoli, M., Ollitrault, P., Tomi, F., & Luro, F. (2021). Chemical Variability of Peel and Leaf Essential Oils in the Citrus Subgenus *Papeda* (Swingle) and Few Relatives. *Plants (Basel)*, 10(6), 1-16.
2. Beneti, S. C., Rosset, E., Corazza, M. L., Frizzo, C. D., di Luccio, M., & Oliveira, J. V. (2011). Fractionation of citronella (*Cymbopogon winterianus*) essential oil and concentrated orange oil phase by batch vacuum distillation. *Journal of Food Engineering*, 102(4), 348-354.
3. Chen, G. W., Lin, Y. H., Lin, C. H., & Jen, H. C. (2018). Antibacterial activity of emulsified pomelo (*Citrus grandis* osbeck) peel oil and water-soluble chitosan on *staphylococcus aureus* and *Escherichia coli*. *Molecules*, 23(4), 840.
4. Dao, T. P., Nguyen, T. V., Nhi Tran, T. Y., Le, X. T., Thuy An, T. N., Thuan Anh, N. H., & Bach, L. G. (2021). Central Composite Design, Kinetic Model, Thermodynamics, and Chemical Composition of Pomelo (*Citrus Maxima* (Burm.) Merr.) Essential Oil Extraction by Steam Distillation. *Processes*, 9(11), 2075.

Ngày nhận bài: 3/10/2022

Ngày phản biện đánh giá và sửa chữa: 3/11/2022

Ngày chấp nhận đăng bài: 13/11/2022

Thông tin tác giả:

1. ThS. NGUYỄN ĐÌNH PHÚC¹

2. NGÔ THỰC TRÍ NGUYỄN²

3. NGUYỄN NGỌC DUY²

4. NGUYỄN HOÀNG PHI BẢO¹

5. TS. LƯU XUÂN CƯỜNG³

¹Khoa Kỹ thuật thực phẩm và môi trường, Trường Đại học Nguyễn Tất Thành

²Trung tâm Ươm tạo Doanh nghiệp Nông nghiệp Công nghệ cao

³Công ty cổ phần Quốc tế AOTA

INCREASING THE D-LIMONENE CONTENT IN POMELO ESSENTIAL OIL BY USING THE VACUUM FRACTIONAL DISTILLATION

● MSc. NGUYEN DINH PHUC¹

● NGO THUC TRI NGUYEN²

● NGUYEN NGOC DUY²

● NGUYEN HOANG PHI BAO¹

● LUU XUAN CUONG³

¹Faculty of Environmental and Food Engineering,
Nguyen Tat Thanh University

²High-tech Agricultural Enterprise Incubation Center

³AOTA Company

ABSTRACT:

In this study, the vacuum fractional distillation is used to obtain a fraction rich in D-Limonene in pomelo essential oil. Conditions affecting the fractional distillation of pomelo essential oil such as pressure, stove capacity and distillation column height are examined. The study's results show that the D-Limonene content increases from 67.92% to 92.3% when the extraction is done with the power of 90W power, vacuum pressure of 500mmHg and distillation column of 300mm.

Keywords: pomelo essential oil, D-Limonene content, extraction, fractional distillation.