

# NÂNG CAO HÀM LƯỢNG EUCALYPTOL TRONG TINH DẦU TRÀM GIÓ BẰNG CHŨNG CẤT PHÂN ĐOẠN CHÂN KHÔNG

● PHẠM HOÀNG DANH - NGUYỄN ĐÌNH PHÚC

## TÓM TẮT:

Bài nghiên cứu sử dụng phương pháp chưng cất phân đoạn chân không để phân tách tinh dầu tràm gió thô thành các phân đoạn dựa vào nhiệt độ sôi khác nhau. Kết quả thu được bốn phân đoạn tràm gió rất khác nhau về mặt cảm quan. Các thông số vận hành được lựa chọn là áp suất 60 mmHg, đệm lò xo thép không gỉ có kích thước 210 mm và chiều cao cột 500 mm. Hàm lượng và độ thu hồi eucalyptol ở điều kiện này lần lượt là 74,8 và 96,4%. Hàm lượng eucalyptol thu được lớn hơn rất nhiều so với giá trị tối thiểu (40%) được quy định trong quy chuẩn kỹ thuật địa phương đối với tinh dầu tràm Huế (QCĐP 1:2017/TT-H).

**Từ khóa:** phân đoạn chân không, tràm gió, eucalyptol.

## 1. Đặt vấn đề

Công nghệ chiết tách tinh dầu là công nghệ khá lâu đời và phổ biến. Tuy vậy, để chiết tách được tinh dầu có hàm lượng hoạt chất cao, đáp ứng các tiêu chuẩn dược và mỹ phẩm còn khá hạn chế. Việc phân đoạn tinh dầu giúp lấy được phân khúc tinh dầu có giá trị cảm quan và dược tính cao. Các hợp chất có hoạt tính sinh học trong tinh dầu phân đoạn được chứng minh là có hoạt tính cao hơn so với tinh dầu thô [1]. Tinh dầu phân đoạn sẽ tạo tính cạnh tranh khác biệt với các chủng loại tinh dầu khác trên thị trường.

Mục tiêu của nghiên cứu này là nâng cao hàm lượng hoạt chất chính (eucalyptol) trong tinh dầu tràm gió bằng phương pháp chưng cất phân đoạn chân không. Áp suất thấp giúp ngăn chặn sự phân hủy của tinh dầu do làm giảm nhiệt độ sôi của hợp chất. Đồng thời, chênh lệch nhiệt độ sôi của các cấu tử chính tăng khi giảm áp suất, qua đó tăng khả năng phân tách hoạt chất chính khỏi các thành phần không mong muốn.

Xác định thời điểm ngắt các phân đoạn là yếu tố quan trọng ảnh hưởng đáng kể đến độ tinh khiết của sản phẩm, thường xác định dựa trên hai tham số: thời gian và nhiệt độ [2-3]. Cuối cùng, thời điểm ngắt các phân đoạn được lựa chọn dựa trên hàm lượng mục tiêu của hợp chất nào đó trong sản phẩm.

## 2. Phương pháp nghiên cứu

### 2.1. Nguyên liệu, dụng cụ và thiết bị

**Nguyên liệu:** Tinh dầu tràm gió sử dụng trong các thí nghiệm có nguồn gốc từ Xa Mát, Campuchia. Tinh dầu thô được bảo quản trong chai HDPE ở nhiệt độ phòng và tránh ánh nắng trực tiếp.

**Dụng cụ:** Cột Hempel có đường kính trong 22 mm, chiều dài 400 mm. Đệm lò xo lớn có kích thước 410 mm, diện tích bề mặt riêng 1.250 m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup>, mật độ 1.121.000 đê/m<sup>3</sup>. Đệm lò xo nhỏ có kích thước 210 mm, diện tích bề mặt riêng 1.250 m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup>, mật độ 2.252.000 đê/m<sup>3</sup>. Đệm lưới có kích thước 410 mm, đường kính lỗ lưới 0,1 mm,

mật độ 444.215  $\text{đệm}/\text{m}^3$ . Tất cả các loại đệm đều làm bằng thép không gỉ.

**Thiết bị:** Các thí nghiệm chưng cất phân đoạn được thực hiện trên hệ thống được mô tả trong Hình 1.

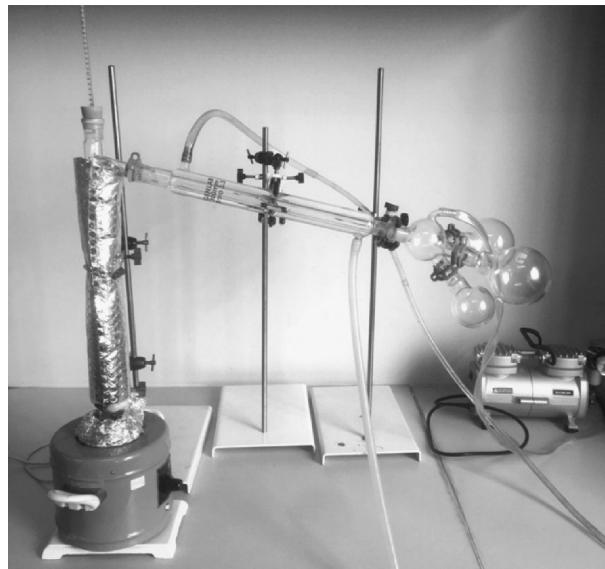
## 2.2. Quy trình chưng cất phân đoạn

Tinh dầu thô được cân và ghi lại chính xác khối lượng (khoảng 50.00 g), sau đó được cho vào bình cầu chưng cất. Hệ thống làm mát được cài đặt ở 5°C và áp suất vận hành được duy trì thông qua bộ điều khiển áp suất, bếp đun với tốc độ gia nhiệt không đổi. Khi giọt lỏng ngưng tụ đầu tiên xuất hiện, nhiệt độ đỉnh và đáy cột được ghi lại đều đặn mỗi phút. Các phân đoạn được ngắt dựa trên một giá trị cụ thể của nhiệt độ ở đỉnh cột. Phần cất được chia làm 3 phân đoạn (F1, F2, F3) và phần còn lại thu ở bình chưng (B). Khi nhiệt độ đỉnh giảm mạnh, quá trình kết thúc. Khối lượng của các phân đoạn được xác định để tính hiệu suất. Thành phần của các phân đoạn và tinh dầu thô được phân tích bằng GC-MS.

## 2.3. Phương pháp phân tích

Hàm lượng các thành phần trong sản phẩm: Sắc ký khí ghép khối phổ (GC-MS) được thực hiện trên máy sắc ký khí Thermo Fisher Science Trace 1310 kết hợp với máy phân tích khối phổ TSQ 9000. Cột mao quản silica không phân cực (TG-5MS) được phủ methyl silicon (30 m 0.25 mm), độ dày màng 0.25  $\mu\text{m}$ . Quét khối phổ (1 scan/s) được thực hiện trong khoảng khối lượng 50-550 amu, ion hóa bằng bắn phá điện tử ở 70 eV. Helium được sử dụng làm khí mang ở tốc độ dòng 1.2 mL/min với tỷ lệ chia dòng 1:250 (0.2  $\mu\text{L}$ ). Chương trình nhiệt: (i) 60°C trong 30 giây; (ii) tăng 6°C/min từ 60 đến 180°C; (iii) tăng 20°C/phút từ 180 đến 300°C và giữ trong 10 phút. Nhiệt độ của injector, nguồn ion và giao diện khối phổ lần lượt là 250, 290 và 300°C. Các hợp chất có trong tinh dầu được xác định bởi khối phổ chuẩn (thư viện NIST 2.2).

**Hình 1: Hệ thống chưng cất phân đoạn chân không**



Hiệu suất (Y) của mỗi phân đoạn là tỷ lệ khối lượng của phân đoạn đó và khối lượng của tinh dầu thô ban đầu, được tính theo công thức:

$$Y(\%) = \frac{m_F}{m_R} \cdot 100 \quad (1)$$

Trong đó:  $m_F$  và  $m_R$  lần lượt là khối lượng (g) của phân đoạn F và tinh dầu thô.

Độ thu hồi eucalyptol (R): trong mỗi phân đoạn được tính theo công thức:

$$R(\%) = \frac{x_F \cdot m_F}{x_R \cdot m_R} \cdot 100 \quad (2)$$

Trong đó:  $x_F$  và  $x_R$  lần lượt là thành phần (%) của eucalyptol trong phân đoạn F và tinh dầu thô.

## 3. Kết quả và thảo luận

### 3.1. Ảnh hưởng của áp suất

Cột Hempel được đổ đầy loại đệm lò xo lớn, sắp xếp một cách ngẫu nhiên. Nhiệt độ đỉnh của phân đoạn chính theo áp suất được trình bày trong Bảng 1.

Kết quả phân tách thành phần hóa học dưới các áp suất khác nhau của phân đoạn 3 cho thấy có một sự thay đổi không đáng kể về hàm lượng eucalyptol

**Bảng 1. Nhiệt độ đỉnh của phân đoạn chính ở các áp suất khác nhau**

| Áp suất (mmHg) | 60      | 80       | 100       | 120       | 140       | 160       |
|----------------|---------|----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| Nhiệt độ (°C)  | 86 - 95 | 98 - 103 | 106 - 109 | 112 - 114 | 115 - 118 | 120 - 122 |

giữa các áp suất chưng cất khác nhau, khoảng 72,5% ở áp suất 140 mmHg. Hàm lượng này được cải thiện hơn so với sử dụng cột Vigreux trong các công trình nghiên cứu trước. Nguyên nhân của sự thay đổi này là do sự gia tăng đáng kể hệ số truyền khối bên trong cột Hempel so với cột Vigreux.

Mặt khác, thành phần hóa học của phân đoạn 1 ở áp suất thấp (60, 80 và 100 mmHg) phân tách hiệu quả hơn khi hàm lượng  $\alpha$ -pinene cao hơn nhiều so với áp suất cao (120, 140 và 160 mmHg). Xu hướng này ngược lại đối với hàm lượng eucalyptol. Điều này cho thấy áp suất chân không ảnh hưởng đến việc tách eucalyptol ra khỏi phân đoạn 1 và đạt hiệu quả cao ở các áp suất thấp.

Hình 2 cho thấy (i) khối lượng của phân đoạn 2 giảm đột ngột vì tính ổn định cao của quá trình khiến cho khối lượng thu được của phân đoạn trung gian này rất nhỏ; (ii) khối lượng của phân đoạn 1 và 3 có xu hướng ổn định và không dao động mạnh. Hình 2 cũng cho thấy xu hướng tương tự khi ở áp suất thấp (60, 80 và 100 mmHg) tạo ra sự phân tách lớn hơn với hiệu suất cao trong phân đoạn 3 và ngược lại với áp suất lớn (120, 140 và 160 mmHg).

Độ thu hồi eucalyptol của phân đoạn 3 cũng có xu hướng giảm dần khi tăng áp suất làm việc. Độ thu hồi cao nhất đạt 86,6% ở 60mmHg và giảm xuống 52% ở 160 mmHg (Hình 3). Tóm lại, chưng cất phân đoạn với cột Hempel nâng cao hiệu quả trong việc phân tách eucalyptol. Điều này khẳng định rằng với cột Hempel được sắp xếp ngẫu nhiên, áp suất vận hành thích hợp là áp suất thấp nhất (60 mmHg đối với hệ thống này).

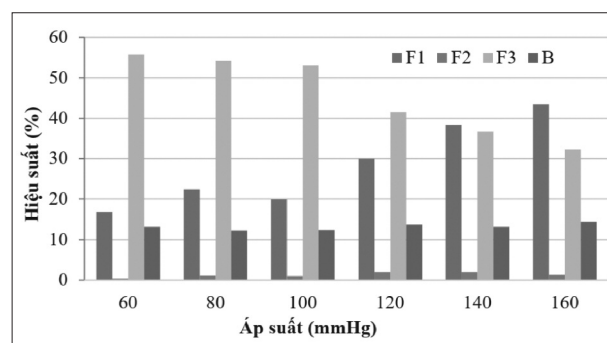
### 3.2. Ảnh hưởng của loại đệm

Thí nghiệm với cột Hempel được đổ đầy vật liệu đệm, áp suất vận hành 60 mmHg. Nhiệt độ đỉnh của các phân đoạn F1, F2 và F3 lần lượt là 32 - 72, 72 - 86 và 86 - 95°C. Hình 4 cho thấy sự phân kỳ rõ ràng khi sử dụng các loại đệm khác nhau lên thành phần của phân đoạn chính, trong đó lưới thép cho hiệu quả cao nhất (trên 73% eucalyptol), cao hơn so với hai loại đệm lò xo (khoảng 67% eucalyptol). Theo thứ tự từ trái qua phải trong Hình 4, diện tích truyền khối của loại đệm tăng dần, dẫn đến tăng hiệu quả truyền khối và khả năng phân tách.

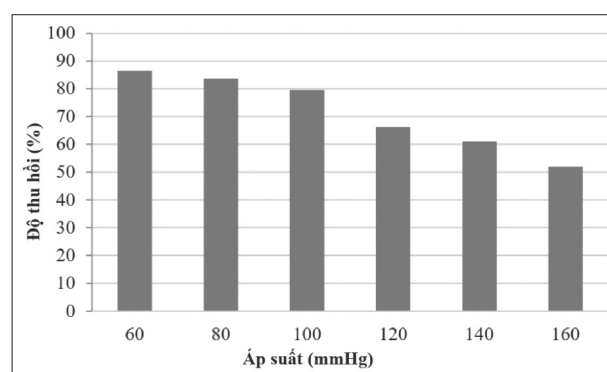
Hiệu suất của các phân đoạn với các loại đệm cho thấy loại lưới thép lại cho hiệu suất thấp nhất, lò xo lớn và nhỏ cho kết quả xấp xỉ nhau, lần lượt là 34, 56 và 58%. Sự sụt giảm hiệu suất ở loại lưới thép là do chất lỏng bị lưu giữ giữa các mắc lưới rất nhiều.

Với các loại đệm khác nhau, độ thu hồi của eucalyptol được phân đoạn bằng 3 loại đệm khác nhau, đệm lò xo hiệu quả hơn khi thu hồi

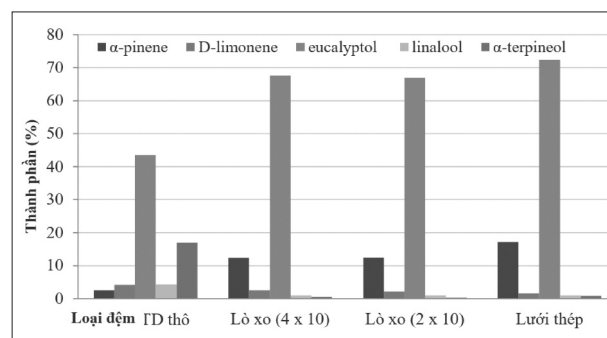
**Hình 2: Hiệu suất của các phân đoạn được phân tách dưới các áp suất khác nhau**



**Hình 3: Độ thu hồi của eucalyptol trong phân đoạn 3**



**Hình 4: Thành phần hóa học của phân đoạn 3 với các loại đệm khác nhau**



eucalyptol (lên đến 89%), đệm lưới thép chỉ đạt gần 58%. Kết quả này cho thấy xu hướng tương tự với Hình 5 với cùng một nguyên nhân là do chất lỏng bị giữ lại trong vật liệu đệm. Tóm lại, loại đệm lò xo nhỏ (2 x 10 mm) là thích hợp nhất để phân đoạn eucalyptol do hiệu quả truyền khối phù hợp và ít giữ chất lỏng bên trong cấu trúc của nó.

### 3.3. Ảnh hưởng của chiều cao cột đệm

Hình 6 cho thấy chỉ có sự khác biệt nhỏ về hàm lượng eucalyptol khi thay đổi chiều cao cột đệm. Các chiều cao 200, 300 và 400 mm có hiệu quả phân tách thấp khi hàm lượng eucalyptol chỉ đạt xấp xỉ 67%. Mặt khác, hai chiều cao còn lại cho hiệu quả cao hơn nhiều, tương ứng gần 77%.

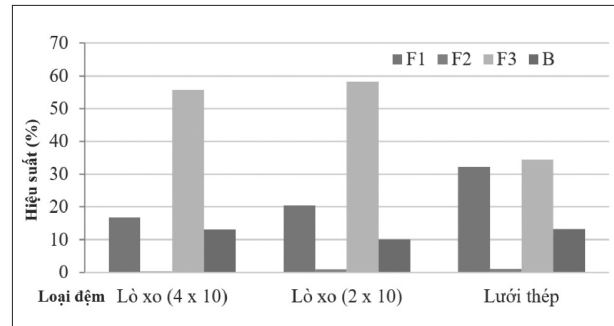
Khối lượng của các phân đoạn cũng thể hiện hiệu quả của quá trình phân tách (hình 7). Các cột 200 và 400 mm có hiệu suất của phân đoạn chính cao (gần 64 và 58% tương ứng). Các cột còn lại cho kết quả gần như tương tự với hiệu suất của phân đoạn chính đạt xấp xỉ 54%, trong đó cột 500 mm có hiệu suất cao nhất (khoảng 56%). Nếu chiều cao của cột quá ngắn, phân đoạn đỉnh có thể lẫn các thành phần không mong muốn ở đáy. Trong khi cột quá dài, lượng eucalyptol bị giữ lại trong cột lớn, dẫn đến hiệu suất thu eucalyptol thấp. Do đó, việc điều chỉnh chiều cao cột là rất quan trọng trong hệ thống chưng cất.

Xu hướng biến đổi ở các chiều cao cột khác nhau cho thấy độ thu hồi eucalyptol tỷ lệ với chiều cao của cột (trừ cột 200 mm). Ở cột 200 mm, do hiệu suất của phân đoạn chính (F3) lớn nên độ thu hồi eucalyptol lớn, nhưng hàm lượng eucalyptol lại thấp các cột còn lại (Hình 6). Độ thu hồi eucalyptol ở cột 500 và 600 mm là cao nhất với khoảng 96%. Ngược lại, cột 300 mm cho kết quả thấp nhất với khoảng 82% lượng eucalyptol được thu hồi. Do vậy, cột Hempel 500 mm phù hợp để nâng cao hàm lượng eucalyptol từ tinh dầu trầm gió.

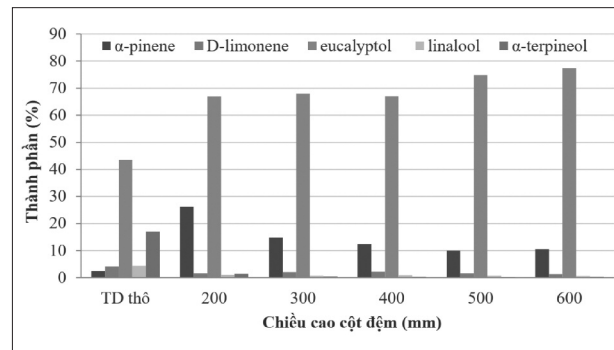
### 4. Kết luận

Trong nghiên cứu này, phương pháp chưng cất phân đoạn chân không được sử dụng để phân tách tinh dầu trầm gió thô thành các phân đoạn dựa vào nhiệt độ sôi khác nhau. Sự ảnh hưởng của áp suất làm việc, loại đệm và chiều cao cột đệm đã được khảo sát. Các thông số thích hợp nhất được

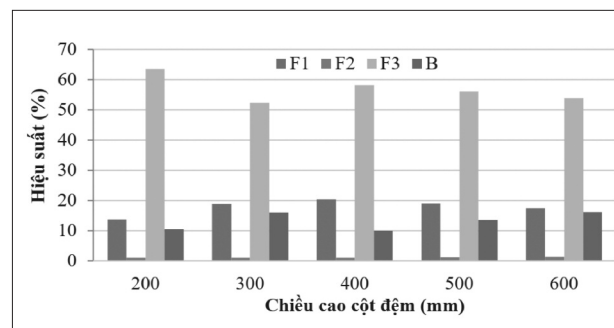
Hình 5: Hiệu suất của các phân đoạn với các loại đệm khác nhau



Hình 6: Thành phần hóa học của phân đoạn 3 với các chiều cao cột khác nhau



Hình 7: Hiệu suất của các phân đoạn với các chiều cao cột khác nhau



lựa chọn là: cột Hempel có đường kính trong 22 mm, chiều cao 500 mm; đệm lò xo thép không gỉ có kích thước 210 mm (DiL); áp suất làm việc 60 mmHg. Hàm lượng, hiệu suất và độ thu hồi eucalyptol trong phân đoạn chính (F3) ở điều kiện trên lần lượt là 74,8; 56,1 và 96,4%. Hàm lượng eucalyptol thu được lớn hơn rất nhiều so với giá trị tối thiểu (40%) được quy định trong quy chuẩn kỹ thuật địa phương đối với sản phẩm tinh dầu trầm Huế (QCĐP 1:2017/TT-H) ■

**TÀI LIỆU THAM KHẢO:**

1. S. D. Cox, C. M. Mann, and J. L. Markham. (2001). Interactions between components of the essential oil of *Melaleuca alternifolia*. *J. Appl. Microbiol.*, 91(3), 492-497.
2. O. Motl, J. Hodačová, and K. Ubik. (1990). Composition of Vietnamese cajuput essential oil. *Flavour Fragr. J.*, 5(1), 39-42.
3. W. P. Silvestre, F. Agostini, L. A. R. Muniz, and G. F. Pauletti. (2016). Fractionating of green Mandarin (*Citrus deliciosa* Tenore) essential oil by vacuum fractional distillation. *J. Food Eng.*, 178, 90-94.
4. A. Farah *et al.* (2006). Fractional distillation effect on the chemical composition of Moroccan myrtle (*Myrtus communis* L.) essential oils. *Flavour Fragr. J.*, 21(2), 351-354.
5. J. A. Driscoll. (1980). Measuring the heat of vaporization using the Clausius-Clapeyron equation. *J. Chem. Educ.*, 57(9), 667.
6. R. N. Almeida, R. de P. Soares, and E. Cassel. (2018). Fractionation process of essential oils by batch distillation. *Brazilian J. Chem. Eng.*, 35(3), 1129-1140.

**Ngày nhận bài: 9/7/2022**

**Ngày phản biện đánh giá và sửa chữa: 7/8/2022**

**Ngày chấp nhận đăng bài: 17/8/2022**

*Thông tin tác giả:*

**1. ThS. PHẠM HOÀNG DANH**

**2. NGUYỄN ĐÌNH PHÚC**

**Khoa Kỹ thuật Thực phẩm và Môi trường, Trường Đại học Nguyễn Tất Thành**

**INCREASING THE CONTENT OF EUCALYPTOL  
IN CAJEPUT ESSENTIAL OIL BY USING  
THE VACUUM FRACTIONAL DISTILLATION**

● MSc. PHAM HOANG DANH<sup>1</sup>

● NGUYEN DINH PHUC<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Faculty of Environmental and Food Engineering  
Nguyen Tat Thanh University

**ABSTRACT:**

In this study, the vacuum fractionation method is used to separate raw Cajeput essential oil into fractions based on different boiling temperatures. The study finds out four fractions that are very different in sensory. The used operating parameters include the pressure of 60 mmHg, stainless steel string (size 2  $\frac{3}{8}$  10 mm), and column height of 500 mm. The obtained eucalyptol content and recovery at these conditions are 74.8 and 96.4%, respectively. The obtained eucalyptol content are much higher than the minimum value (40%) specified in local technical regulations for Hue cajeput oil (QCDP 1:2017/TT-H).

**Keywords:** vacuum fractionation, cajeput, eucalyptol.