

# THỬ NGHIỆM CHUNG CẤT TINH DẦU HỒI BẰNG HƠI NƯỚC BẢO HÒA TRÊN QUY MÔ PILOT

**Nguyễn Văn Dương, Vũ Thị Hoàng Phương, Trịnh Bích Hảo**

*Trung tâm Nghiên cứu Lâm sản ngoài gỗ*

## TÓM TẮT

**Từ khóa:** Chung cất tinh dầu bằng hơi nước bão hòa, sản xuất thử nghiệm, tinh dầu hồi.

Hiện tại, hầu như toàn bộ số lượng tinh dầu hồi (TDH) của Việt Nam đều được sản xuất bằng những lò chưng cất thủ công. Chưng cất TDH bằng hơi nước bão hòa được tiến hành dựa trên những đặc tính cơ bản của TDH là nhẹ hơn nước, không tan trong nước và rất khó bị thủy phân. Nhiệt độ hơi được sử dụng để thử nghiệm là 111 - 150°C. Kết quả thử nghiệm cho thấy thời gian chưng cất bằng hơi nước bão hòa tỷ lệ nghịch với nhiệt độ của hơi. Nếu chưng cất với nhiệt độ hơi bão hòa từ 141 - 150°C thì thời gian chưng cất rút ngắn được 4,7 lần so với thời gian chưng cất thông thường. Trong khoảng nhiệt độ hơi từ 111 - 150°C, lượng TDH cất được không phụ thuộc vào nhiệt độ của hơi. Các chỉ số hóa - lý cơ bản của TDH chưng cất bằng hơi nước bão hòa trên dây chuyền thiết bị sản xuất thử nghiệm (SXTN) không có sự khác biệt so với TDH chưng cất trong phòng thí nghiệm.

## A pilot experiment on steam distillation of anise oil

**Key words:** Steam distillation of essential oil, pilot production, star anise essential oil

In Vietnam, so far, anise oil is manufactured in the same way of home - made alcohol distillery, by batch distillation with using the rudimentary hand - made distillers. In our experiment the separation of anise oil conducted by steam distillation, the science of which is based on the disparity in density of water and the essential oil distillate in two-phase system, allowing for separation of oil from water by decantation. Moreover, the anise oil is insoluble and hard - hydrolysable in water. The temperature of saturated steam used in experiment is in the range of 111 - 150°C. The experimental results showed that time by steam distillation inversely proportional to the steam temperature. If by steam from 141 to 150°C is conducted the distillation, the technological time can be shortened by 4, 7 times as compared to boiling water distillation. In the temperature range of 111 - 150°C the yield of oil obtained is not dependent on the steam temperature. The indices of physical and chemical properties of the oil obtained on our experimental lines are not different as compared with laboratory distillation.

## I. ĐẶT VẤN ĐỀ

Tinh dầu hồi (TDH) có tỷ trọng nhẹ hơn nước, không tan trong nước và rất khó bị thủy phân, nên các phương pháp khai thác TDH đang được sử dụng phổ biến trong sản xuất hiện nay là phương pháp chưng cất bằng nước hoặc bằng hơi nước bão hòa (Susan Curtis, 2001).

Việc sử dụng nước làm dung môi trong quá trình sản xuất TDH nói riêng và một số loại tinh dầu thực vật khác nói chung mang lại những ưu điểm nổi trội mà không có bất kỳ một loại dung môi hữu cơ nào có thể so sánh được, đó là:

- Giá thành rẻ, luôn có sẵn tại nơi sản xuất;
- Không gây độc hại và rất thân thiện với môi trường (Nguyễn Bin, 2003).

Dựa theo kết cấu của nồi chưng cất mà người ta chia các phương pháp chưng cất có sử dụng dung môi là nước ra ba loại: 1 - chưng cất bằng nước (kiểu nồi nấu rượu); 2 - chưng cất bằng nước và hơi nước (kiểu nồi 2 khoang, giữa được ngăn bằng một vỉ đục lỗ); 3 - chưng cất bằng hơi nước (hơi nước bão hòa được cấp bằng một nồi hơi riêng) (Nguyễn Văn Khuông và Đỗ Văn Đài, 1992).

Trong mấy chục năm trở lại đây, sản xuất TDH ở nước ta (chủ yếu ở Lạng Sơn) là chưng cất thủ công, sử dụng các loại hình thiết bị, kiểu như nồi nấu rượu; cho nên hiệu suất chưng cất thấp, chất lượng tinh dầu không đảm bảo tiêu chuẩn xuất khẩu.

Các loại hình thiết bị chưng cất TDH ở Lạng Sơn rất đa dạng về hình dáng, kết cấu và vật liệu. Song hành cùng những nồi chưng cất được xây bằng gạch quay tròn trên miệng một

chảo gang là những nồi chưng cất cổ truyền có thân bằng gỗ (kiểu như tang trống), nồi chưng cất bằng gang, bằng thùng phuy xăng, nồi chưng cất được gò hàn bằng tôn 2 - 4 ly... Dung tích các nồi chưng cất dao động từ 50 - 2.700 lít.

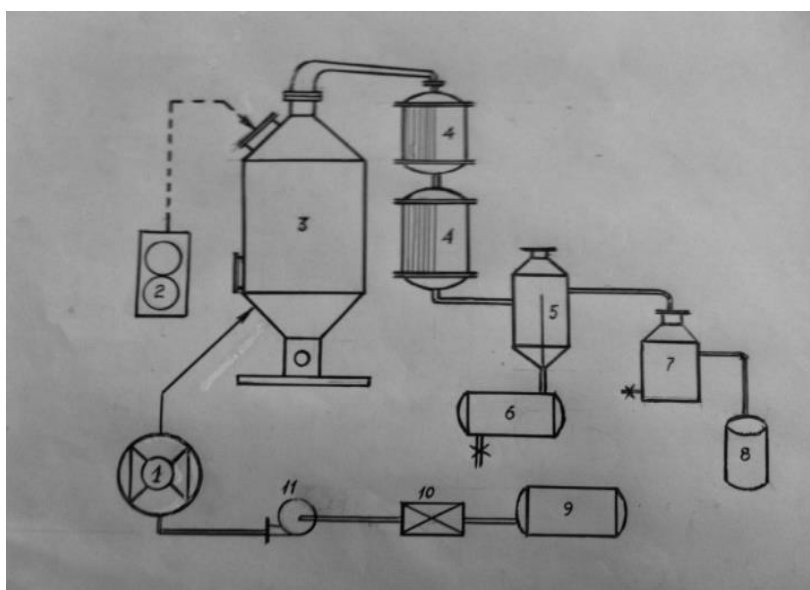
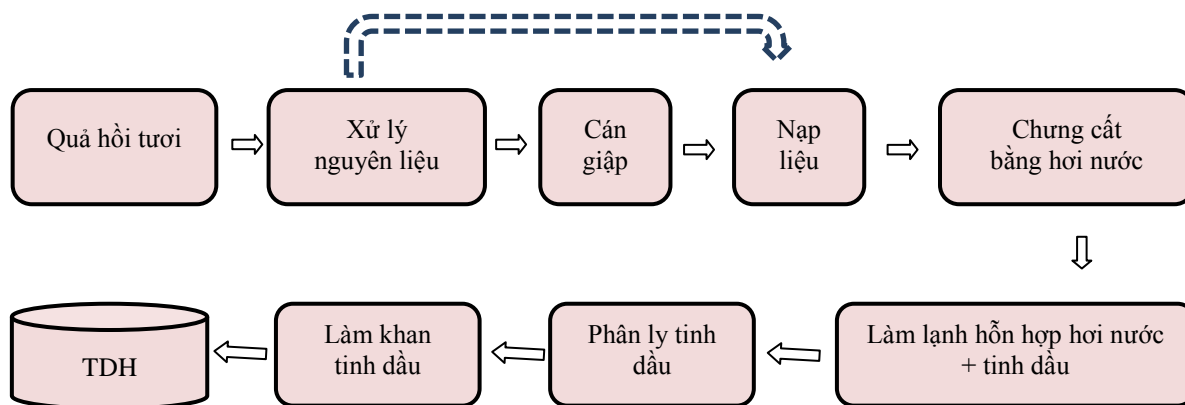
Vật liệu dùng để bịt kín các khớp nối giữa các bộ phận của nồi chưng cất, giữa nồi chưng cất với thiết bị làm lạnh được những người chưng cất TDH thủ công ở Lạng Sơn sử dụng là đất sét, vải tấm đất sét, vôi vữa hoặc xi măng... Các loại vật liệu này có độ giãn nở nhiệt lớn, nên rất dễ bị bong nứt trong quá trình gia nhiệt, làm cho một khối lượng khá lớn tinh dầu bị thất thoát ra ngoài.

Để từng bước hoàn thiện thiết bị và công nghệ chế biến quả hồi - một sản phẩm quan trọng của đồng bào các dân tộc thiểu số ở các tỉnh biên giới phía bắc - trong thời gian vừa qua, Trung tâm Nghiên cứu Lâm sản ngoài gỗ thuộc Viện Khoa học Lâm nghiệp Việt Nam đã triển khai Dự án SXTN: “*Ứng dụng tiến bộ kỹ thuật, xây dựng mô hình sản xuất thử nghiệm quả hồi khô và tinh dầu hồi đảm bảo tiêu chuẩn xuất khẩu*”. Một trong những nội dung quan trọng của Dự án này là thử nghiệm sản xuất chưng cất TDH bằng hơi nước bão hòa. Hệ thống dây chuyền thiết bị được đặt tại thôn Chợ Bãi II, xã Yên Phúc, huyện Văn Quan, tỉnh Lạng Sơn.

## II. THIẾT BỊ SẢN XUẤT THỬ NGHIỆM CHƯNG CẤT TINH DẦU HỒI BẰNG HƠI NƯỚC BÃO HÒA

### 2.1. Sơ đồ công nghệ

Quá trình sản xuất thử nghiệm chưng cất tinh dầu hồi bằng hơi nước bão hòa có sơ đồ công nghệ như sau:



Ghi chú: 1. Nồi hơi; 2. Máy cán giập; 3. Nồi chưng cất; 4. Thiết bị làm lạnh; 5. Thiết bị phân ly; 6. Bể chứa nước bão hòa tinh dầu; 7. Bình làm khan tinh dầu; 8. Thùng chứa tinh dầu hồi; 9. Bể cấp nước cho nồi hơi; 10. Thiết bị làm mềm nước; 11. Máy bơm.

**Hình 1.** Sơ đồ dây chuyền thiết bị chưng cất TDH bằng hơi nước bão hòa

## 2.2. Đặc điểm và thông số kỹ thuật

### 2.2.1. Nồi hơi

Đơn vị chế tạo: Công ty Nồi hơi Việt Nam.  
 Mã hiệu: LT0,2/6D - 00. Chế tạo theo TCVN 7704: 2007. Công suất (sản lượng hơi định mức): 200kg hơi/giờ. Áp suất hơi bão hòa: 6 kg/cm<sup>2</sup>. Diện tích tiếp nhiệt: ~7m<sup>2</sup>. Dung tích phần chứa hơi: 0,09m<sup>3</sup>. Dung tích phần chứa nước: 0,77m<sup>3</sup>. Nhiên liệu sử dụng: than, củi. Có trang bị hệ thống thiết bị làm mềm nước.

Ngoài ra, nồi hơi còn được lắp đặt thêm một van điều tiết áp lực (pressure control valve) của Hàn Quốc.

### 2.2.2. Máy cán giập quả hồi

Phương pháp làm việc: kiểu 2 lu quay. Vận tốc lu quay: 30 - 60 vòng/phút.

Công suất động cơ: 1,0 kw. Công suất thiết kế: 200 - 250kg quả tươi/giờ.

Nồi chưng cất tinh dầu hồi bằng hơi nước

Hình dáng: thân nồi - hình trụ; đỉnh nồi và đáy nồi - hình nón cụt. Đường kính trong của

thân nồi: 1.400mm. Đường kính ngoài: 1.600mm. Chiều cao thân nồi: 1.600mm. Dung tích thiết kế:  $\sim 2,5\text{m}^3$  (chỉ tính phần thân hình trụ), chứa được 1.500kg quả hồi tươi.

Vật liệu chế tạo: phần thân nồi, đáy nồi, chóp nồi, ống dẫn hơi, mặt sàng, tấm lót sàng, bộ phận phân phối hơi, các mặt bích, đường ống, van... được làm bằng vật liệu SUS304; bảo ôn bằng bông thủy tinh; gioăng làm bằng teflon.

Các thiết bị phụ trợ: 01 van an toàn; 01 đồng hồ đo áp suất; 01 can nhiệt Omron; 01 van xả đáy và 01 giàn thao tác.

#### 2.2.4. Thiết bị làm lạnh và thiết bị phân ly tinh dầu

Sử dụng thiết bị của nghiên cứu: “*Thiết kế, chế tạo và chuyển giao hệ thống chưng cất TDH quy mô nhỏ*”. Thiết bị làm lạnh kiểu ống chùm, còn bộ phận phân ly tinh dầu có dạng hình trục tròn, đáy hình nón (florentina). Cả hai loại thiết bị này đều được làm bằng vật liệu SUS304.

### III. NỘI DUNG VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ NGHIỆM

#### 3.1. Nội dung thử nghiệm

- Xác định thời gian chưng cất TDH bằng hơi nước bão hòa ở 4 thang nhiệt độ khác nhau:  $111 \div 120^\circ\text{C}$ ;  $121 \div 130^\circ\text{C}$ ;  $131 \div 140^\circ\text{C}$ ; và  $141 \div 150^\circ\text{C}^*$  trên dây chuyền thiết bị SXTN;

- Xác định hiệu suất chưng cất TDH bằng hơi nước bão hòa;

- Đánh giá chất lượng sản phẩm tinh dầu.

\* *Tương ứng với áp suất hơi bão hòa từ  $1,43 \div 4,76\text{Pa}$ . Do thiết diện bề mặt trao đổi nhiệt của thiết bị làm lạnh hạn chế, nên chúng tôi không thể tiến hành thử nghiệm ở các thang nhiệt độ hơi  $> 150^\circ\text{C}$ .*

#### 3.2. Phương pháp thử nghiệm

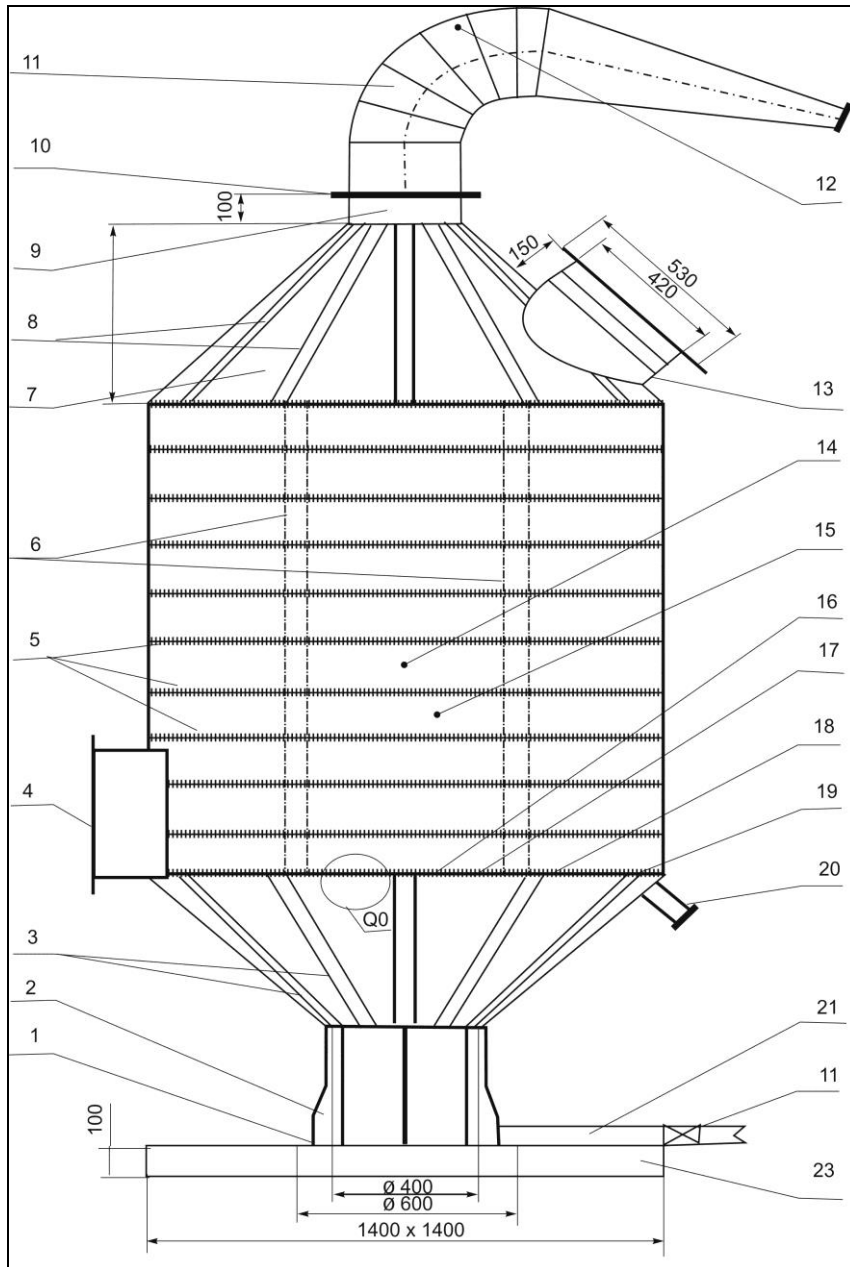
- Thời gian chưng cất được tính từ khi hơi bão hòa đạt được nhiệt độ thử nghiệm cần thiết cho đến khi không còn thấy xuất hiện các vết TDH trong mẫu thử (Sun L.F, 1990);

- Nhiệt độ của hơi bão hòa được kiểm soát bằng một van điều tiết áp lực (pressure control valve);

- Hiệu suất chưng cất TDH trên dây chuyền thiết bị SXTN bằng hơi nước bão hòa được xác định bằng cách so sánh với hàm lượng TDH thu được khi chưng cất trong phòng thí nghiệm ở áp suất thường (sử dụng thiết bị chưng cất tinh dầu thực vật của Đức) và với hàm lượng TDH thu được khi trích ly với Ethanol (sử dụng thiết bị Shoclet). Các mẫu nguyên liệu quả hồi dùng để chưng cất và trích ly trong phòng thí nghiệm được lấy song song cùng với mẫu quả hồi thử nghiệm trên dây chuyền thiết bị SXTN;



**Hình 2.** Bộ thiết bị chưng cất tinh dầu thực vật



23	Tấm bê tông sàn
22	Ống xả đáy
21	Van xả
20	Ống cấp hơi
19	Vành hơi
18	Vành đỡ mặt sàng
17	Mặt sàng
16	Tấm đục lỗ
15	Lỗ cảm nhiệt
14	Lỗ cảm áp kế
13	Cửa nạp liệu
12	Lỗ cảm van an toàn
11	Vòi vòi
10	Bích nối vòi vòi
9	Cò nổi
8	Gân tăng cứng 4
7	Chóp nổi
6	Ống phân phối hơi
5	Gân tăng cứng 3
4	Cửa tháo bã
3	Gân tăng cứng 2
2	Gân tăng cứng 1
1	Tấm đáy
<b>STT</b>	<b>Tên gọi</b>

**Hình 3.** Bản vẽ thiết kế nồi chưng cất TDH bằng hơi nước

- Chất lượng sản phẩm TDH được đánh giá qua các chỉ số hóa - lý cơ bản của tinh dầu (Luu Đàm Cư và Trương Anh Thư, 2005). Màu sắc được xác định theo thang màu i-ôđ; tỷ trọng ở 25°C được xác định theo TCVN 6594 - 2007; chỉ số khúc xạ được đo bằng khúc xạ kế KRUSS - Đức; điểm đông theo Dược điển VN II tập 3, trang 94; tới hạn sôi theo tiêu chuẩn TAPPI 321 - 89.

**IV. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN**

**4.1. Xác định thời gian chưng cất và hàm lượng TDH thu được khi chưng cất bằng hơi nước bão hòa trên dây chuyền thiết bị SXTN**

Thời gian chưng cất và hàm lượng TDH thu được khi tiến hành chưng cất bằng hơi nước bão hòa ở 4 thang nhiệt độ khác nhau: 111 ÷ 120°C; 121 ÷ 130°C; 131 ÷ 140°C; 141 ÷ 150°C trên dây chuyền thiết bị SXTN được đưa vào bảng 1.

**Bảng 1.** Thời gian chưng cất và hàm lượng TDH thu được

MTN*	Nhiệt độ hơi (°C)	Thời gian chưng cất (giờ)	Hàm lượng TDH thu được**
1	111 ÷ 120	36	13,15
2	121 ÷ 130	27	12,96
3	131 ÷ 140	21	13,29
4	141 ÷ 150	14	13,06

\* Mẫu thử nghiệm

\*\* Hàm lượng TDH tính theo % khối lượng nguyên liệu quả hồi khô kiệt.

Với một nồi chưng cất TDH thủ công có dung tích tương tự (chứa được 1.500kg quả hồi tươi) thì thời gian chưng cất theo phương pháp chưng cất trong nước ở áp suất thường phải kéo dài trung bình tới 66 giờ.

Nhận xét:

- Trong khoảng nhiệt độ thử nghiệm (111 - 150°C), thời gian chưng cất tỷ lệ nghịch với nhiệt độ của hơi bão hòa. Nếu chưng cất bằng hơi bão hòa ở khoảng nhiệt độ từ 141 - 150°C thì thời gian chưng cất rút ngắn được 4,7 lần so với chưng cất thông thường (14 giờ so với 66 giờ);

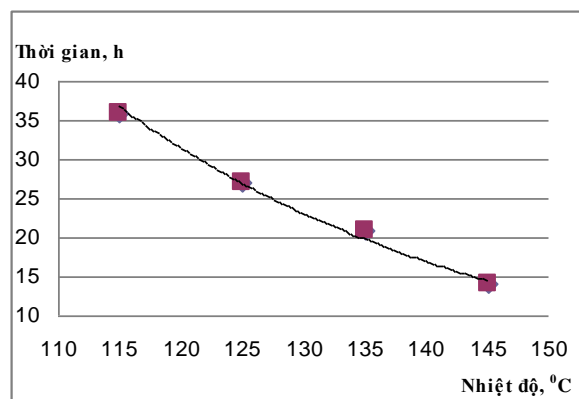
- Trong khoảng nhiệt độ thử nghiệm, lượng TDH thu được không phụ thuộc vào nhiệt độ của hơi chưng cất.

**4.2. Đánh giá hiệu suất chưng cất**

Hàm lượng TDH thu được khi tiến hành chưng cất với hơi nước bão hòa trên dây chuyền thiết bị SXTN được so sánh với:

- Hàm lượng TDH thu được khi chưng cất trong phòng thí nghiệm (với bộ thiết bị chưng cất tinh dầu thực vật của Đức), và

- Tổng hàm lượng các chất tan khi trích ly với dung môi Ethanol trong thiết bị Shocklet (Sun L.F, 1990).



**Hình 4.** Đường cong trung bình biểu thị sự tương quan giữa nhiệt độ hơi bão hòa và thời gian chưng cất

**4.3. Đánh giá hiệu suất chưng cất**

Hàm lượng TDH thu được khi tiến hành chưng cất với hơi nước bão hòa trên dây chuyền thiết bị SXTN được so sánh với:

Hàm lượng TDH thu được khi chưng cất trong phòng thí nghiệm (với bộ thiết bị chưng cất tinh dầu thực vật của Đức), và

Tổng hàm lượng các chất tan khi trích ly với dung môi Ethanol trong thiết bị Shocklet.

Kết quả so sánh được đưa vào bảng 2.

**Bảng 2.** So sánh hiệu suất chưng cất

MTN	Nội dung	Hàm lượng TDH thu được (%)	Ghi chú
1	Chưng cất trên dây chuyền thiết bị SXTN bằng hơi nước bão hòa	13,12	Lấy giá trị trung bình
2	Chưng cất trong phòng thí nghiệm (bộ thiết bị chưng cất tinh dầu thực vật của Đức)	13,96	
3	Trích ly với dung môi Ethanol (thiết bị Shocklet)	14,34	Tổng các chất tan trong Ethanol
4	Hiệu suất chưng cất so với chưng cất trong phòng thí nghiệm	93,98	
5	Hiệu suất chưng cất so với trích ly bằng Ethanol	91,49	

**Nhận xét:**

Hiệu suất chưng cất của hệ thống thiết bị SXTN khi chưng cất bằng hơi nước bão hòa trung bình đạt 93,98% so với chưng cất trong phòng thí nghiệm và trung bình đạt 91,49% so với trích ly bằng dung môi Ethanol trong thiết bị Shocklet.

**4.4. Đánh giá chất lượng tinh dầu**

Ngoài phương pháp chưng cất, chất lượng tinh dầu hồi phụ thuộc vào rất nhiều yếu tố khác nhau, như điều kiện lập địa, mùa vụ, thời điểm thu hái... Bởi vậy, từ một loại nguyên liệu quả hồi giống nhau, một số tính chất hóa - lý cơ bản của TDH thu được trên dây TBSX thử nghiệm khi chưng cất với hơi nước bão hòa được so sánh với TDH chưng cất trong phòng thí nghiệm. Kết quả ở bảng 3.

**Bảng 3.** So sánh chất lượng TDH

TT	Chỉ số	TDH chưng cất bằng hơi bão hòa	TDH chưng cất trong phòng TN
1	Màu sắc, thang màu lô	1 - 4	1 - 4
2	Tỷ trọng ở 25°C, g/ml	0,9699 - 0,9858	0,9712 - 0,9863
3	Chỉ số khúc xạ	1,5508 - 1,5569	1,5523 - 1,5597
4	Điểm đông, °C	16,2 - 17,1	16,1 - 17,2
5	Tới hạn sôi, °C	192 - 205	196 - 207

**Nhận xét:**

Các chỉ số hóa - lý của TDH chưng cất bằng hơi nước bão hòa trên dây chuyền thiết bị SXTN không có sự khác biệt so với TDH chưng cất trong phòng thí nghiệm.

**V. KẾT LUẬN VÀ KIẾN NGHỊ****5.1. Kết luận**

Thời gian chưng cất TDH bằng hơi nước bão hòa tỷ lệ nghịch với nhiệt độ của hơi. Nếu chưng cất TDH bằng hơi bão hòa ở nhiệt độ từ 141 - 150°C thì thời gian chưng cất được rút ngắn hơn 4,7 lần (bằng 21,2%) so với thời gian chưng cất thông thường.

Trong khoảng nhiệt độ hơi bão hòa từ 111 - 150°C, lượng TDH chưng cất được không phụ thuộc vào nhiệt độ của hơi;

Hiệu suất chưng cất của hệ thống thiết bị SXTN khi chưng cất bằng hơi nước bão hòa trung bình đạt 93,98% so với chưng cất trong phòng thí nghiệm và trung bình đạt 91,49% so

với trích ly bằng dung môi Ethanol trong thiết bị Shocklet.

Các chỉ số hóa - lý cơ bản của TDH chưng cất bằng hơi nước bão hòa trên dây chuyền thiết bị SXTN không có sự khác biệt so với TDH chưng cất trong phòng thí nghiệm.

**5.2. Kiến nghị**

Để có một cái nhìn tổng thể hơn trong việc xác định mối tương quan giữa thời gian chưng cất TDH bằng hơi bão hòa với nhiệt độ của hơi, cần tiến hành thử nghiệm chưng cất thêm ở khoảng nhiệt độ hơi cao hơn của nồi hơi (từ 151 - 165°C).

Do nguồn nước ở các khu vực miền núi thường có độ cứng cao, nên nước trước khi cấp cho nồi hơi hoạt động cần phải được làm mềm. Mặc dầu trong dây chuyền sản xuất đã được trang bị một bộ phận làm mềm nước, nhưng sau một thời gian hoạt động (từ 1 - 2 năm, tùy thuộc vào độ cứng của nước) phải thay thế vật liệu làm mềm, tương đối khá tốn

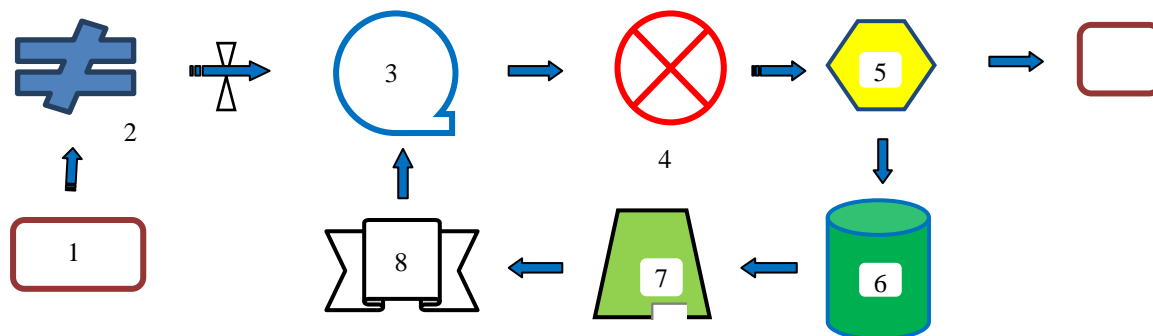
kém cho người sản xuất. Bởi vậy, trước khi triển khai chung cất TDH bằng hơi bão hòa cần có phương án hồi lưu nước ngưng cấp trở lại cho nồi hơi. Điều này có các ưu điểm sau:

- Hạn chế đến mức thấp nhất nguồn nước thải;
- Tiết kiệm được nguồn nước phục vụ cho sản xuất và kinh phí thay thế vật liệu làm mềm;

Giảm chi phí về nhiên liệu đốt lò (nhiệt độ của nước ngưng luôn cao hơn nhiệt độ nước thông thường; 45°C so với 20 - 25°C);

Tận thu được phần khối lượng tinh dầu còn lẫn trong nước ngưng (phần lớn nước ngưng của quá trình chung cất tinh dầu là nước bão hòa tinh dầu).

Sơ đồ hồi lưu nước ngưng như sau:



**Ghi chú:** 1 - Bể chứa nước cấp cho nồi hơi; 2 - Thiết bị làm mềm nước; 3 - Máy bơm; 4 - Nồi hơi; 5 - Nồi chưng cất; 6 - Thiết bị làm lạnh; 7 - Thiết bị phân ly tinh dầu; 8 - Bể chứa nước bão hòa tinh dầu; 9 - Bể xử lý nước thải;

### TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. Nguyễn Bin, 1999. Tính toán quá trình và thiết bị trong công nghệ hóa chất và thực phẩm, tập 2. Nxb. Khoa học và Kỹ thuật, Hà Nội.
2. Nguyễn Bin, 2003. Các quá trình thiết bị trong công nghệ hóa chất và thực phẩm, tập 4. Nxb. Khoa học và Kỹ thuật, Hà Nội.
3. 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.
4. Nguyễn Trọng Khuông, Đỗ Văn Đài, 1992. Sổ tay quá trình và thiết bị công nghệ hóa chất, tập 1, tập 2. Nxb. Khoa học và Kỹ thuật, Hà Nội.
5. Sun L.F., 1990. Studies on the Chemical constituents of the volatile oil of *Illicium verum* Hook grow in Shangyou Youji Hoaxue, 10: 183 - 186.
6. Susan Curtis, 2001. Essential oil. Method of extraction. Description... Aurum Press Ltd. London.

**Người thẩm định:** PGS.TS. Hà Chu Chử