



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẢNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0036659

(51)^{2020.01} A23L 27/10

(13) B

(21) 1-2021-05360

(22) 30/08/2021

(45) 25/08/2023 425

(43) 25/11/2021 404

(73) Trường Đại học Khoa học tự nhiên, Đại học Quốc Gia Hà Nội (VN)

Số 334 đường Nguyễn Trãi, Thanh Xuân, Hà Nội

(72) Nguyễn Văn Lợi (VN); Nguyễn Mạnh Khải (VN).

(54) QUY TRÌNH SẢN XUẤT HƯƠNG LIỆU THỰC PHẨM HỮU CƠ DẠNG BỘT TỪ TINH DẦU QUẢ THẢO QUẢ (AMOMUM TSAOKO CREVOST ET LEM)

(57) Sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất hương liệu thực phẩm hữu cơ dạng bột từ tinh dầu quả thảo quả (*Amomum tsaoko Crevost et Lem*). Quy trình này bao gồm các bước:

(i) chuẩn bị nguyên liệu quả thảo quả;

(ii) ép và thu hồi tinh dầu quả thảo quả bằng phương pháp ép lạnh;

(iii) làm giàu các cấu tử hydrocarbon có chứa oxy tạo mùi thơm đặc trưng;

(iv) tổ hợp và tạo dạng bột với β -cyclodextrin; và

(v) sấy phun làm khô hương liệu.

Quy trình theo sáng chế sử dụng phương pháp ép lạnh để khai thác và thu hồi tinh dầu quả thảo quả. Sử dụng etanol 96% và etanol 70% để làm giàu các cấu tử hydrocarbon có chứa oxy tạo mùi thơm đặc trưng với hàm lượng tối ưu, sử dụng β -cyclodextrin làm chất cố định hương, để bảo vệ các cấu tử tạo hương, giữ cho hương liệu có độ bền mùi cao, giúp thu được hương liệu thực phẩm hữu cơ dạng bột từ tinh dầu quả thảo quả có các đặc tính vượt trội.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế thuộc lĩnh vực bảo quản và chế biến nông sản thực phẩm. Cụ thể, sáng chế đề cập tới quy trình sản xuất hương liệu thực phẩm hữu cơ dạng bột từ tinh dầu quả thảo quả (*Amomum tsaoko* Crevost et Lem), trong đó quá trình sản xuất hương liệu thực phẩm hữu cơ từ quả thảo quả được thực hiện khai thác và thu hồi tinh dầu quả thảo quả bằng phương pháp ép lạnh, sau đó tạo vi nang dạng bột với chất cố định hương là β -cyclodextrin.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Cây thảo quả có tên khoa học là *Amomum tsaoko* Crevost et Lem là một loại thực vật có hoa thuộc họ gừng Zingiberaceae. Cây thảo quả sống lâu năm, có chiều cao lên tới 2- 3m, thân rễ mọc ngang, có đốt, đường kính khoảng 2,5- 4cm, giữa có màu trắng nhạt, phía ngoài màu hồng, mùi thơm. Lá mọc so le, có lá có cuống ngắn, có lá không có cuống, bẹ lá có khía dọc, phiến lá dài 60- 70cm, rộng tới 20cm, mặt trên phiến lá có màu xanh thẫm. Cụm hoa dạng bông, mọc từ gốc, dài khoảng 13- 20cm. Hoa nhiều mọc sát nhau, được bao ngoài bởi các lá bẹ hình bầu dục, hoa màu đỏ nhạt, dài 2cm, hoa có 2 lá bắc, lá bắc ngoài hình mác, lá bắc trong hình ống. Đài dạng ống, tràng hoa màu vàng, gồm 4 bộ phận, thùy giữa, 2 thùy bên và cánh môi, cánh môi hình thìa màu vàng đậm, ở giữa có 2 vạch đỏ, nhị màu vàng, vòi nhụy màu trắng, bầu hình trứng. Mỗi bông nhiều quả, thường từ 8 đến 17 trên mỗi bông, quả mọc thành chùm, hình trứng, màu đỏ tía, đường kính từ 2- 3cm, dài từ 3- 4cm, có núm ở đầu, khi còn tươi mặt bóng nhẵn, quả khi chín có màu đỏ nâu. Vỏ quả dày khoảng 5mm, quả chia làm 3 ô, mỗi ô có từ 7- 8 hạt có mùi thơm đặc trưng. Hạt có hình khối đa giác, không đều, mặt ngoài màu đỏ nâu hay nâu xám, lớp áo hạt màu trắng ngà, vị ngọt, mùi thơm hơi cay. Cây thảo quả được đưa vào trồng ở Việt Nam

vào khoảng năm 1890, từ các tỉnh biên giới Việt- Trung. Thường trồng thành rừng rộng, ở độ cao từ 1.000- 1.500m. Thảo quả được trồng và mọc hoang ở những vùng khí hậu mát miền Bắc nước ta, như: Hà Giang, Lào Cai, Yên Bái, Lai Châu, Điện Biên, Cao Bằng, Lạng Sơn... Tỉnh Hà Giang đang đẩy mạnh phát triển cây thảo quả ở một số địa phương, tính đến cuối năm 2019, đã có gần 9.200 ha cây thảo quả được trồng ở hầu hết các huyện. Theo kết quả thống kê cho thấy, hiện nay địa phương có diện tích thảo quả lớn nhất là huyện Vị Xuyên (2.503,9 ha), tiếp đến là Hoàng Su Phì (1.984,4 ha), Xín Mần (1.772,3 ha). Tỷ lệ diện tích cho sản phẩm/tổng diện tích trồng giữa các huyện không đồng đều, do tỷ lệ diện tích trồng mới và diện tích già cỗi/tổng diện tích giữa các huyện có sự khác nhau. Năng suất thảo quả trên đơn vị diện tích giữa các huyện có sự khác biệt khá lớn, nguyên nhân của sự khác biệt này là do mật độ trồng, điều kiện lập địa, sự quan tâm đầu tư chăm sóc của người dân. Với gần 6.300 ha thảo quả cho thu hoạch, sản lượng đạt gần 1.500 tấn quả khô, đã mang lại nguồn thu nhập lớn cho người dân vùng cao của tỉnh (130 - 150 tỷ đồng/năm).

Quả thảo quả có mùi thơm, vị cay ngọt, được coi là nữ hoàng của các loại gia vị, thảo quả được dùng trong ẩm thực là quả chín được phơi sấy khô. Trong gia vị thực phẩm, thảo quả được dùng để nấu phở, tăng mùi vị cho bánh kẹo... Thành phần của quả thảo quả rất phong phú gồm có carbonhydrat, chất xơ, protein, vitamin C, niacin, pyridoxin, riboflavin, thiamin, sắt, canxi, magie, mangan, kẽm và 1,5- 5% tinh dầu... (Teresita S. Martinet al., 2000). Bên cạnh đó thảo quả còn có tinh bột và các hợp chất alcaloit. Thảo quả có tính ôn hòa, có tác dụng trừ hàn, trừ đờm, ấm bụng, tiêu tích, giúp ăn ngon miệng và giải độc... Trong dân gian thảo quả dùng để kích thích tiêu hóa, chữa nôn mửa, bụng trướng đau, ho, sốt, tiêu chảy, chữa đau bụng, đau ngực, ho có đờm, chữa hôi miệng, đờm đặc gây khó thở, thảo quả thường được dùng làm thuốc kích thích tiêu hóa (Đỗ Tất Lợi, 2014). Mặc dù chứa hàm lượng tinh dầu lớn, tinh dầu có màu vàng và mùi thơm đặc trưng, nhưng đến nay ở Việt Nam có rất ít các công trình nghiên cứu về tinh dầu thảo quả. Trong khi đó nhu cầu về mặt hàng này ngày càng cao cho các ngành công nghiệp mỹ phẩm và thực phẩm.

Hiện nay ở Việt Nam, quả thảo quả dùng làm gia vị thực phẩm chủ yếu là dạng nguyên quả khô, thường dùng để nấu phở, nấu lẩu hoặc một số món ăn chế biến theo phương pháp ninh, hầm từ thịt gia súc, gia cầm và thủy sản. Việc sử dụng nguyên quả khô như vậy, có những bất tiện là không sử dụng đa dạng cho nhiều loại sản phẩm thực phẩm, thời gian trích ly các chất thơm trong quả thảo quả dài, thời hạn bảo quản quả thảo quả ngắn, khi vận chuyển với số lượng lớn thường khó khăn... Hàm lượng tinh dầu trong quả thảo quả rất lớn và có giá trị cao. Thông thường để sản xuất tinh dầu quả thảo quả dùng làm hương liệu cho ngành thực phẩm người ta chủ yếu sử dụng các phương pháp trích ly bằng dung môi hữu cơ, chưng cất lôi cuốn theo hơi nước. Phương pháp trích ly bằng dung môi hữu cơ, thường sử dụng dung môi là etanol, n-hexan, dietyl ete,... dựa trên nguyên tắc các dung môi này có khả năng hòa tan một số cấu tử trong tinh dầu quả thảo quả. Phương pháp này có những ưu điểm là dựa vào tính chất phân cực hay không phân cực của dung môi mà có thể trích ly được các phân đoạn của tinh dầu khác nhau. Tuy nhiên nhược điểm của phương pháp là khi dung môi còn tồn dư trong sản phẩm sẽ gây ảnh hưởng đến chất lượng. Một phương pháp khác để khai thác và thu hồi tinh dầu quả thảo quả là chưng cất lôi cuốn theo hơi nước, ưu điểm của phương pháp là hiệu suất thu hồi tinh dầu cao, nhưng nhược điểm là khi chưng cất trong môi trường nước thời gian dài sẽ làm phá hủy một số cấu tử tạo mùi thơm đặc trưng. Phương pháp trích ly vi sóng, nguyên tắc là dựa trên kết quả dao động của trường điện từ với tần số 2450 MHz. Các cấu tử tinh dầu thường là lưỡng cực điện, có một đầu điện tích âm và một đầu điện tích dương. Những đầu lưỡng cực này thường có xu hướng quay sao cho nằm song song với chiều điện trường ngoài. Khi điện trường dao động các phân tử quay nhanh qua lại và được chuyển hóa thành chuyển động nhiệt hỗn loạn va chạm phân tử tạo thành nhiệt trong môi trường trích ly. Ngoài các phương pháp trên, trong thực tế để khai thác và thu hồi tinh dầu quả thảo quả, còn sử dụng phương pháp trích ly bằng dung môi CO_2 siêu tới hạn, phương pháp này dựa trên nguyên tắc các dung môi siêu tới hạn có khả năng hòa tan tốt các chất ở ba dạng rắn, lỏng, khí, hòa tan các chất thơm và không hòa tan kim loại. Dung

môi siêu tới hạn có sự tác động lên cả các cấu tử dễ bay hơi và cả các cấu tử không bay hơi. Các chất ở trạng thái siêu tới hạn có tỷ trọng tương đương như tỷ trọng của pha lỏng nhưng mức độ linh động của các phân tử lại rất lớn, sức căng bề mặt nhỏ và hệ số khuếch tán cao tương đương của pha khí. Các phương pháp trích ly vi sóng và trích ly bằng dung môi CO₂ siêu tới hạn đều có nhược điểm là chi phí lớn.

Tinh dầu quả thảo quả nói riêng và các loại tinh dầu khác nói chung, sau khi khai thác và thu hồi, nếu để ở dạng lỏng thường rất khó bảo quản, rất dễ bay hơi làm giảm mùi thơm đặc trưng, đặc biệt là không hòa tan trong nước. Vì vậy sẽ gây khó khăn cho việc ứng dụng trong thực phẩm.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Để khắc phục các nhược điểm nêu trên, sáng chế đề xuất quy trình sản xuất hương liệu thực phẩm hữu cơ dạng bột từ tinh dầu quả thảo quả (*Amomum tsaoko* Crevost et Lem), trong đó quá trình sản xuất hương liệu thực phẩm hữu cơ từ quả thảo quả được thực hiện khai thác và thu hồi tinh dầu quả thảo quả bằng phương pháp ép lạnh, sau đó tạo vi nang dạng bột với chất cố định hương là β -cyclodextrin.

Việc khai thác và thu hồi tinh dầu quả thảo quả bằng phương pháp ép lạnh đã góp phần giữ được các cấu tử tạo mùi thơm đặc trưng của tinh dầu này. Sau đó, quy trình thực hiện việc làm giàu các cấu tử hydrocarbon có chứa oxy tạo mùi thơm đặc trưng bằng etanol, đồng thời loại bỏ các cấu tử hydrocarbon không chứa oxy, có độ phân cực thấp và không tan trong nước. Sau khi làm giàu các cấu tử hydrocarbon có chứa oxy, tinh dầu quả thảo quả đã làm giàu các cấu tử hydrocarbon có chứa oxy được tạo vi nang dạng bột với chất cố định hương là β -cyclodextrin, để thu được hương liệu thực phẩm hữu cơ dạng bột từ tinh dầu quả thảo quả, giữ được các tính chất và hương thơm đặc trưng của hương liệu, đặc biệt là chứa hàm lượng các cấu tử tạo hương thơm đặc trưng cao, hòa tan trong nước, sử dụng đa dạng cho các loại thực phẩm, thuận tiện cho vận chuyển và bảo quản.

Quy trình theo sáng chế không sử dụng dung môi độc hại, thân thiện với môi trường và có chi phí sản xuất thấp để phù hợp với việc nhân rộng ở quy mô công nghiệp là hướng đi mới rất cần thiết hiện nay, có ý nghĩa khoa học và thực tiễn cao.

Quy trình sản xuất hương liệu thực phẩm hữu cơ dạng bột từ tinh dầu quả thảo quả theo sáng chế bao gồm các bước:

- (i) chuẩn bị nguyên liệu quả thảo quả;
- (ii) ép và thu hồi tinh dầu quả thảo quả bằng phương pháp ép lạnh;
- (iii) làm giàu các cấu tử hydrocarbon có chứa oxy tạo mùi thơm đặc trưng;
- (iv) tổ hợp và tạo dạng bột với β -cyclodextrin; và
- (v) sấy phun làm khô hương liệu.

Hương liệu thực phẩm hữu cơ dạng bột từ tinh dầu quả thảo quả thu được từ quy trình theo sáng chế có hàm lượng các cấu tử hydrocarbon có chứa oxy tạo mùi thơm đặc trưng cao, hương liệu ở dạng bột mịn đều, tan nhiều trong nước và trong rượu, khi ở dạng bột mịn thì không tạo mùi thơm, nhưng khi hòa vào nước thì cấu trúc vỏ bọc của hương liệu bị phá vỡ và các cấu tử tạo hương được giải phóng ra và tạo hương thơm đặc trưng cho sản phẩm thực phẩm.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Hình 1 là hình ảnh hương liệu thực phẩm hữu cơ dạng bột từ tinh dầu quả thảo quả thu được từ quy trình theo sáng chế.

Hình 2 là sắc ký đồ các cấu tử của hương liệu thực phẩm hữu cơ dạng bột từ tinh dầu quả thảo quả.

Hình 3 là ảnh FE-SEM của hương liệu thực phẩm hữu cơ dạng bột từ tinh dầu quả thảo quả, độ phóng đại 5.000 lần.

Hình 4 là ảnh FE-SEM của hương liệu thực phẩm hữu cơ dạng bột từ tinh dầu quả thảo quả, độ phóng đại 2.000 lần.

Mô tả chi tiết sáng chế

Quy trình sản xuất hương liệu thực phẩm hữu cơ dạng bột từ tinh dầu quả thảo quả được trình bày một cách chi tiết dưới đây.

(i) chuẩn bị nguyên liệu quả thảo quả:

Quả thảo quả (*Amomum tsaoko* Crevost et Lem) được lựa chọn để dùng làm nguyên liệu là quả thảo quả tươi ở thời điểm 180 - 190 ngày (kể từ khi đậu quả). Ở thời điểm này quả chín, vỏ quả có màu đỏ, hạt có màu đen và mùi thơm đặc trưng.

Rửa sạch và loại bỏ các tạp chất quả thảo quả tươi để thu nguyên liệu quả thảo quả.

(ii) ép và thu hồi tinh dầu quả thảo quả bằng phương pháp ép lạnh:

Nguyên liệu quả thảo quả được đưa vào ép với lực ép tối đa là 24516 kPa (khoảng 250 kg/cm²), thời gian ép 6 phút, trong quá trình ép có dội nước, ép trong môi trường lạnh có nhiệt độ từ 5- 10°C. Trong thực tế sản xuất tùy từng điều kiện có thể ép nguyên liệu bằng máy ép như máy ép thủy lực, hoặc ép thủ công bằng tay. Sau khi ép thu được hỗn hợp gồm nước và tinh dầu. Sau đó tinh dầu và nước thu được đem ly tâm với tốc độ 2500 vòng/phút, với thời gian 5 phút thì thu được hai phân lớp, tinh dầu nhẹ hơn nằm ở phía trên còn nước ở phía dưới. Khử nước còn lẫn trong tinh dầu bằng natrisulfat khan thì thu được tinh dầu đã làm khan.

Việc thực hiện thu tinh dầu theo phương pháp ép lạnh như trên đã góp phần giữ được các cấu tử tạo mùi thơm đặc trưng của tinh dầu này, do các cấu tử tạo mùi thơm không bị phá hủy do ảnh hưởng của nhiệt độ. Ngoài ra, phương pháp ép lạnh không sử dụng các loại dung môi độc hại, hạn chế các ảnh hưởng tiềm ẩn do dung môi tồn dư.

(iii) làm giàu các cấu tử hydrocarbon có chứa oxy tạo mùi thơm đặc trưng:

Hòa tan tinh dầu đã làm khan trong etanol 96% theo tỷ lệ tinh dầu đã làm khan:etanol 96% là 1:2 (thể tích/thể tích) trong thiết bị chứa, đậy kín và lắc nhẹ để các cấu tử có chứa oxy trong tinh dầu hòa tan trong etanol 96%. Sau đó bổ sung

etanol 70% với lượng bằng thể tích tinh dầu đã làm khan, tiếp tục đập kín và lắc nhẹ, rồi để yên trong thời gian khoảng 4 giờ ở điều kiện nhiệt độ từ 10- 12°C để tạo phân lớp. Các cấu tử hydrocarbon không bị hòa tan sẽ nổi lên bề mặt và khiến dung dịch phân thành hai lớp, chiết loại bỏ lớp phía trên để loại bỏ các cấu tử này, thu được tinh dầu quả thảo quả đã làm giàu.

Một cách tùy ý, thực hiện lặp lại 3 lần bước (iii) để thu hồi triệt để các cấu tử có chứa oxy tham gia tạo mùi thơm đặc trưng cho hương liệu thực phẩm.

Bước này giúp làm giàu các cấu tử hydrocarbon có chứa oxy tạo mùi thơm đặc trưng, đồng thời loại bỏ các cấu tử hydrocarbon không chứa oxy, có độ phân cực thấp và không tan trong nước.

(iv) tổ hợp và tạo dạng bột với β -cyclodextrin:

Chuẩn bị các thành phần theo tỷ lệ khối lượng như sau:

tinh dầu quả thảo quả đã làm giàu: 10%,

β -cyclodextrin: 30%,

nước cất: 55%, và

etanol 96%: 5%.

Đưa β -cyclodextrin vào thiết bị chứa. Thiết bị chứa có thể được người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực hóa học và chiết xuất lựa chọn một cách phù hợp.

Hòa nước cất vào etanol 96%, sau đó đun nóng đến nhiệt độ 55°C và đổ vào thiết bị chứa chứa β -cyclodextrin, khuấy đều để hòa tan hết β -cyclodextrin. Hợp chất β -cyclodextrin đóng vai trò chất cố định hương, giúp tạo thành vi nang dạng phức để bảo vệ các cấu tử tạo hương, giữ cho hương liệu có độ bền mùi cao, thuận tiện cho quá trình vận chuyển và bảo quản.

Bổ sung tinh dầu quả thảo quả đã làm giàu vào hỗn hợp chất cố định hương β -cyclodextrin đã được hòa tan, sau đó đồng hóa với vận tốc vận tốc 1500 vòng/phút, thời gian 15 phút. Đưa vào tủ ẩm, điều chỉnh ở mức nhiệt độ 42°C để tạo phức trong thời gian 10 giờ, thu được dung dịch phức tinh dầu quả thảo quả.

(v) sấy phun làm khô hương liệu:

Sấy phun dung dịch phức tinh dầu quả thảo quả ở nhiệt độ đầu vào 110°C, nhiệt độ đầu ra là 50°C, tổng toàn bộ thời gian của quá trình sấy phun là 20 phút, thu được hương liệu thực phẩm hữu cơ dạng bột từ tinh dầu quả thảo quả.

Các điều kiện thực hiện quy trình là các điều kiện tối ưu, và là kết quả thu được từ quá trình nghiên cứu của các tác giả sáng chế.

Sản phẩm hương liệu thực phẩm hữu cơ dạng bột từ tinh dầu quả thảo quả thu được từ quy trình theo sáng chế có hàm lượng các cấu tử hydrocarbon có chứa oxy tạo mùi thơm đặc trưng cao, hương liệu ở dạng bột mịn đều, tan nhiều trong nước và trong rượu, khi ở dạng bột mịn thì không tạo mùi thơm, nhưng khi hòa vào nước thì cấu trúc vỏ bọc của hương liệu bị phá vỡ và các cấu tử tạo hương được giải phóng ra và tạo hương thơm đặc trưng cho sản phẩm thực phẩm.

Sản phẩm hương liệu thực phẩm hữu cơ dạng bột từ tinh dầu quả thảo quả thu được từ quy trình theo sáng chế có thể được bao gói trong bao bì polyetylen hoặc lọ thủy tinh, và bảo quản ở nơi khô, ráo, thoáng mát, tránh ánh nắng mặt trời tác động trực tiếp.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Quy trình sản xuất hương liệu thực phẩm hữu cơ dạng bột từ tinh dầu quả thảo quả được áp dụng tại Hợp tác xã Nông nghiệp Tổng hợp Phiêng Lang, thôn Phiêng Lang, xã Khuôn Lùng, huyện Xín Mần, tỉnh Hà Giang vào tháng 9 năm 2020.

Nguyên liệu sử dụng là quả thảo quả (*Amomum tsaoko Crevost et Lem*) tươi thu mua tại xã Nám Dẩn, huyện Xín Mần, tỉnh Hà Giang ở thời điểm 180 - 190 ngày (kể từ khi đậu quả). Ở thời điểm này quả chín, vỏ quả có màu đỏ, hạt có màu đen và mùi thơm đặc trưng.

10 kg quả thảo quả tươi được rửa sạch và loại bỏ các tạp chất để thu nguyên liệu quả thảo quả.

Nguyên liệu quả thảo quả được đưa vào máy ép thủy lực và thực hiện ép với lực ép tối đa là 24516 kPa (khoảng 250 kg/cm²), thời gian ép 6 phút, trong quá trình ép có dội nước, ép trong môi trường lạnh có nhiệt độ từ 5- 10°C, thu được hỗn hợp gồm nước và tinh dầu. Sau đó tinh dầu và nước thu được đem ly tâm với tốc độ 2500 vòng/phút, với thời gian 5 phút thì thu được hai phân lớp, tinh dầu nhẹ hơn nằm ở phía trên còn nước ở phía dưới. Khử nước còn lẫn trong tinh dầu bằng natrisulfat khan thì thu được tinh dầu đã làm khan.

Hút 600 ml etanol 96% cho vào bình cầu, sau đó hút 300 ml tinh dầu quả thảo quả cho vào bình cầu có chứa etanol 96%, đẩy nút kín miệng bình cầu và lắc nhẹ để các cấu tử có chứa oxy trong tinh dầu hòa tan trong etanol 96%. Tiếp đó bổ sung 300 ml etanol 70%, đẩy nút kín miệng bình cầu và lắc nhẹ, rồi để yên khoảng 4 giờ ở điều kiện nhiệt độ từ 10- 12°C để tạo phân lớp. Các cấu tử hydrocarbon không bị hòa tan sẽ nổi lên bề mặt và phân thành hai lớp, chiết để loại bỏ các cấu tử này, thu được tinh dầu quả thảo quả đã làm giàu.

Chuẩn bị các thành phần theo tỷ lệ khối lượng như sau:

tinh dầu quả thảo quả đã làm giàu: 10%,

β -cyclodextrin: 30%,

nước cất: 55%, và

etanol 96%: 5%.

Chất cố định hương β -cyclodextrin được cho vào bình chứa. Nước cất và etanol 96% được pha chế, sau đó được đun nóng đến nhiệt độ 55°C và đổ vào bình để hòa tan chất cố định hương β -cyclodextrin, dùng thìa thủy tinh khuấy đều để hòa tan hết chất cố định hương. Bổ sung tinh dầu quả thảo quả đã làm giàu các cấu tử hydrocarbon có chứa oxy vào hỗn hợp chất cố định hương đã được hòa tan, sau đó đồng hóa với vận tốc vận tốc 1500 vòng/phút, thời gian 15 phút. Đưa vào tủ âm, điều chỉnh ở mức nhiệt độ 42 °C để tạo phức trong thời gian 10 giờ.

Sau đó tiến hành sấy phun ở nhiệt độ đầu vào 110 °C, nhiệt độ đầu ra là 50 °C, tổng toàn bộ thời gian của quá trình sấy phun là 20 phút, đến khi hàm lượng ẩm <7%

thì thu được 1460 g hương liệu thực phẩm hữu cơ dạng bột từ tinh dầu quả thảo quả. Hương liệu thực phẩm hữu cơ dạng bột từ tinh dầu quả thảo quả thu được ở dạng bột mịn, đều, màu trắng (Hình 1).

Việc xác định các cấu tử trong hương liệu thực phẩm hữu cơ dạng bột từ tinh dầu quả thảo quả là rất cần thiết, từ đó làm cơ sở cho việc xây dựng tiêu chuẩn chất lượng cho sản phẩm này. Kết quả phân tích các cấu tử trong hương liệu thực phẩm hữu cơ dạng bột từ tinh dầu quả thảo quả được thể hiện ở Bảng 1.

Bảng 1. Các cấu tử trong hương liệu thực phẩm hữu cơ dạng bột từ tinh dầu quả thảo quả

TT	Thành phần của tinh dầu	Thời gian lưu (phút)	Hàm lượng (%)
1	α -pinen	7,092	5,88
2	camphen	7,564	0,13
3	β -pinen	8,358	7,94
4	β -myrcen	8,928	3,46
5	α -phellandren	9,677	10,78
6	eucalyptol	10,487	6,58
7	β -ocimen	11,030	1,89
8	γ -terpinen	11,389	1,95
9	2-octenal	11,543	1,83
10	2-caren	12,282	1,00
11	α -isopropenyltoluen	12,425	0,37
12	carveol	13,954	0,01
13	α -terpineol	16,395	3,05
14	neral	17,923	12,51
15	citral	19,338	20,82

16	2-isopropylbenzaldehyt	19,800	11,37
17	tetracyclo [3.3.1.0.1(3,9)]decan-10-on	20,446	1,98
18	geraniol	20,630	0,08
19	cinnamaldehyt	22,220	0,04
20	α -acorenol	24,700	0,70
21	7-tetradecenal	25,328	5,47
22	γ -muurolen	25,851	0,21
23	α -muurolen	26,077	0,13
24	α -copaen	26,651	0,23
25	β -bisabolen	26,364	0,14
26	longipinen epoxit	32,159	0,14
<i>Nhóm monoterpen</i>			33,03
<i>Nhóm sesquiterpen</i>			1,08
<i>Tổng các cấu tử hydrocarbon</i>			34,11
<i>Nhóm aldehyt</i>			52,04
<i>Nhóm alcohol</i>			10,42
<i>Nhóm oxit</i>			0,14
<i>Nhóm keton</i>			1,98
<i>Tổng các cấu tử là dẫn xuất của hydrocarbon</i>			64,58
Tổng cộng			98,69

Sắc ký đồ các cấu tử của hương liệu thực phẩm hữu cơ dạng bột từ tinh dầu quả thảo quả được thể hiện trên Hình 2.

Bằng phương pháp GC-MS đã xác định được 26 cấu tử có trong hương liệu thực phẩm hữu cơ dạng bột từ tinh dầu quả thảo quả. Trong các cấu tử

thu được, cho thấy có tám cấu tử thuộc nhóm monoterpen chiếm 33,03%, trong đó có một cấu tử chiếm tỷ lệ cao như: α -phellandren: 10,78%, β -pinen: 7,94%, α -pinen: 5,88% và β -myrcen: 3,46%. Thuộc nhóm sesquiterpen có năm cấu tử, chiếm 1,08%, các cấu tử thuộc nhóm này thường chiếm tỷ lệ thấp.

Ngoài các cấu tử hydrocarbon thuộc nhóm monoterpen và thuộc nhóm sesquiterpen, đã xác định được sáu cấu tử thuộc nhóm aldehyt chiếm 52,04%, trong đó có một số cấu tử chiếm tỷ lệ cao như: citral: 20,82%, neral: 12,51%, 7-tetradecenal: 5,47% và 2-isopropylbenzaldehyt: 11,37%. Dựa vào Bảng 1, kết quả cho thấy có 5 cấu tử thuộc nhóm alcohol chiếm 10,42%, trong đó eucalyptol là cấu tử chiếm tỷ lệ cao nhất với 6,58%, sau đó là α -terpineol chiếm 3,05%. Kết quả nghiên cứu cũng cho thấy, đã xác định được một cấu tử thuộc nhóm keton là tetracyclo [3.3.1.0.1(3,9)] decan-10-on chiếm 1,98% và một cấu tử thuộc nhóm oxit là longipinen epoxit chiếm 0,14%.

Sản phẩm hương liệu thực phẩm hữu cơ dạng bột từ tinh dầu quả thảo quả thu được từ quy trình theo sáng chế có hàm lượng các cấu tử hydrocarbon có chứa oxy tạo mùi thơm đặc trưng cao.

Việc xác định hình dạng và kích thước của hương liệu thực phẩm hữu cơ dạng bột từ tinh dầu quả thảo quả có ý nghĩa quan trọng, qua đó biết được các cấu tử tạo hương thơm cho hương liệu được bao bọc và bảo vệ bởi chất cố định hương, từ đó xác định được độ bền mùi của hương liệu. Hình dạng và kích thước của hương liệu thực phẩm hữu cơ dạng bột được xác định bằng ảnh chụp kính hiển vi điện tử quét trường phát xạ (FE-SEM) Hitachi S-4800 ở độ phóng đại 2000 lần và 5000 lần. Kết quả được thể hiện ở Hình 3 (độ phóng đại 5000 lần) và Hình 4 (độ phóng đại 2000 lần).

Qua ảnh FE-SEM cho thấy, hương liệu thực phẩm hữu cơ dạng bột từ tinh dầu quả thảo quả, có kích thước nhỏ và mịn, với kích thước hạt khoảng từ 2-4 μm . Chính cấu trúc dạng hom của β -cyclodextrin đã làm tăng lực liên kết và giữ tinh dầu quả thảo quả đã làm giàu các cấu tử hydrocarbon có chứa oxy ở cấu trúc này. Hình ảnh

FE-SEM cho thấy các cấu tử trong tinh dầu quả thảo quả đã nằm gọn trong cấu trúc của chất cố định hương β -cyclodextrin. Như vậy có thể thấy rằng phần lớn các cấu tử của tinh dầu quả thảo quả đã làm giàu các cấu tử hydrocarbon có chứa oxy đã được chất cố định hương β -cyclodextrin bao bọc và bảo vệ.

Cảm quan là chỉ tiêu quan trọng để đánh giá chất lượng của hương liệu thực phẩm. Đó là thông tin đầu tiên để người tiêu dùng biết về chất lượng của sản phẩm. Kết quả thu được trình bày ở Bảng 2.

Bảng 2. Chỉ tiêu cảm quan của hương liệu thực phẩm hữu cơ dạng bột từ tinh dầu quả thảo quả

TT	Chỉ tiêu phân tích	Kết quả phân tích
1	Màu sắc	Có màu trắng tinh
2	Mùi (hòa tan hương liệu trong nước hoặc etanol)	Có mùi thơm hài hòa, hấp dẫn, bền mùi
3	Vị	Có vị hơi cay
4	Trạng thái, cấu trúc	Dạng bột mịn, tơi, không bị vón cục
5	Khả năng hòa tan trong nước	Hòa tan tốt trong nước, không gây đục

Kết quả trong Bảng 2 cho thấy khi để ở dạng bột thì hương liệu không có mùi thơm, khi hòa tan trong nước hoặc rượu thì cấu trúc vỏ bọc của hương liệu bị phá vỡ và hòa tan vào trong dung môi, đồng thời các cấu tử hương trong hương liệu được giải phóng ra và tạo mùi thơm cho hương liệu. Sau khi hòa tan trong dung môi hương liệu có mùi thơm hài hòa dễ chịu, độ bền mùi cao và đặc biệt là không gây đục cho sản phẩm.

Hiệu quả đạt được của sáng chế

Quy trình sản xuất hương liệu thực phẩm hữu cơ dạng bột từ tinh dầu quả thảo quả (*Amomum tsaoko* Crevost et Lem) theo sáng chế đã tận dụng được nguồn nguyên liệu quả thảo quả loại 2, loại 3 có giá trị kinh tế thấp, sử dụng phương pháp

ép lạnh để thu hồi tinh dầu quả thảo quả, giúp thu được tinh dầu có chứa các cấu tử tham gia tạo mùi thơm đặc trưng với hàm lượng cao. Sử dụng etanol 96% và etanol 70% để làm giàu các cấu tử hydrocarbon có chứa oxy tạo mùi thơm đặc trưng, đồng thời loại bỏ các cấu tử hydrocarbon không chứa oxy, có độ phân cực thấp và không tan trong nước. Bên cạnh đó sử dụng β -cyclodextrin làm chất cố định hương, để bảo vệ các cấu tử tạo hương, giữ cho hương liệu có độ bền mùi cao. Hương liệu thực phẩm hữu cơ dạng bột từ tinh dầu quả thảo quả thu được từ quy trình theo sáng chế có hàm lượng các cấu tử hydrocarbon có chứa oxy tạo mùi thơm đặc trưng cao, hương liệu ở dạng bột mịn đều, tan nhiều trong nước và trong rượu, khi ở dạng bột mịn thì không tạo mùi thơm, nhưng khi hòa vào nước thì cấu trúc vỏ bọc của hương liệu bị phá vỡ và các cấu tử tạo hương được giải phóng ra và tạo hương thơm đặc trưng cho sản phẩm thực phẩm. Quy trình sản xuất hương liệu này không sử dụng dung môi độc hại, thân thiện với môi trường và có chi phí sản xuất thấp phù hợp với việc nhân rộng ở quy mô công nghiệp.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình sản xuất hương liệu thực phẩm hữu cơ dạng bột từ tinh dầu quả thảo quả bao gồm các bước:

(i) chuẩn bị nguyên liệu quả thảo quả:

lựa chọn quả thảo quả (*Amomum tsaoko Crevost et Lem*) dùng làm nguyên liệu là quả thảo quả tươi ở thời điểm 180 - 190 ngày kể từ khi đậu quả;

rửa sạch và loại bỏ các tạp chất quả thảo quả tươi để thu nguyên liệu quả thảo quả;

(ii) ép và thu hồi tinh dầu quả thảo quả bằng phương pháp ép lạnh:

đưa nguyên liệu quả thảo quả được vào ép với lực ép tối đa là 24516 kPa (khoảng 250 kg/cm²), thời gian ép 6 phút, trong quá trình ép có dội nước, ép trong môi trường lạnh có nhiệt độ từ 5- 10°C, thu được hỗn hợp gồm nước và tinh dầu;

ly tâm tinh dầu và nước thu được với tốc độ 2500 vòng/phút, với thời gian 5 phút thì thu được hai phân lớp, tinh dầu nhẹ hơn nằm ở phía trên còn nước ở phía dưới;

khử nước còn lẫn trong tinh dầu bằng natrisulfat khan thì thu được tinh dầu đã làm khan;

(iii) làm giàu các cấu tử hydrocarbon có chứa oxy tạo mùi thơm đặc trưng:

hòa tan tinh dầu đã làm khan trong etanol 96% theo tỷ lệ tinh dầu đã làm khan:etanol 96% là 1:2 (thể tích/thể tích) trong thiết bị chứa, đậy kín và lắc nhẹ để các cấu tử có chứa oxy trong tinh dầu hòa tan trong etanol 96%;

bổ sung etanol 70% với lượng bằng thể tích tinh dầu đã làm khan, tiếp tục đậy kín và lắc nhẹ, rồi để yên trong thời gian khoảng 4 giờ ở điều kiện nhiệt độ từ 10- 12°C để tạo phân lớp;

chiết loại bỏ lớp phía trên, thu được tinh dầu quả thảo quả đã làm giàu;

tùy ý, thực hiện lặp lại 3 lần bước (iii) để thu hồi triệt để các cấu tử có chứa oxy tham gia tạo mùi thơm đặc trưng cho hương liệu thực phẩm;

(iv) tổ hợp và tạo dạng bột với β -cyclodextrin:

chuẩn bị các thành phần theo tỷ lệ khối lượng như sau:

tinh dầu quả thảo quả đã làm giàu: 10%,

β -cyclodextrin: 30%,

nước cất: 55%, và

etanol 96%: 5%,

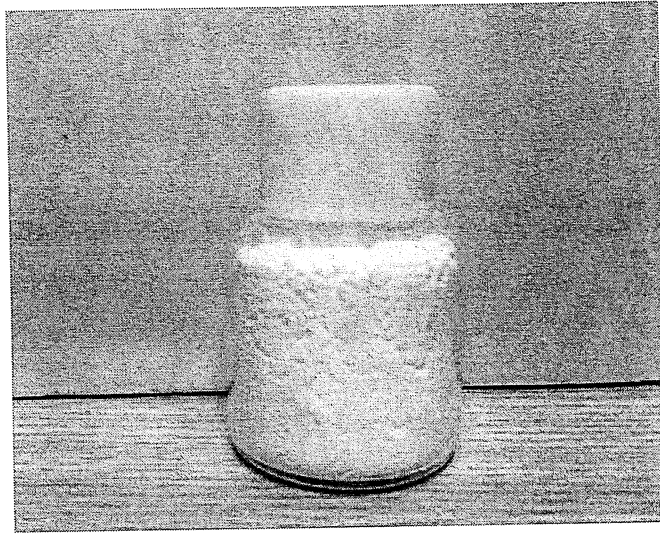
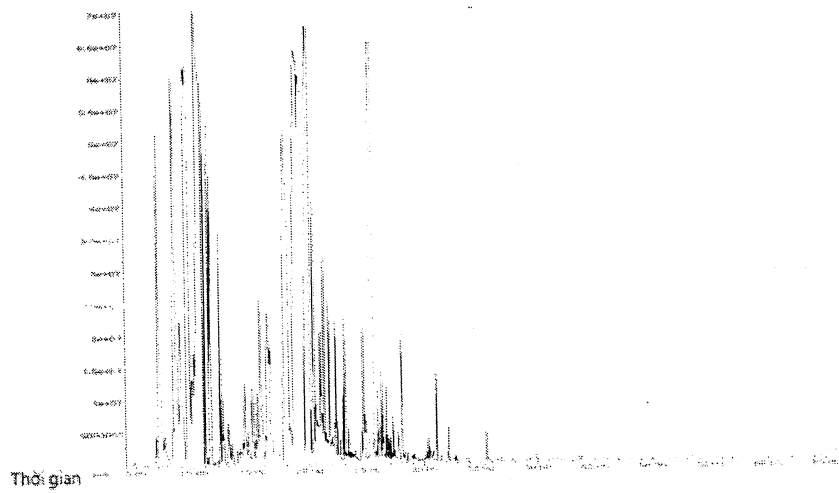
đưa β -cyclodextrin vào thiết bị chứa;

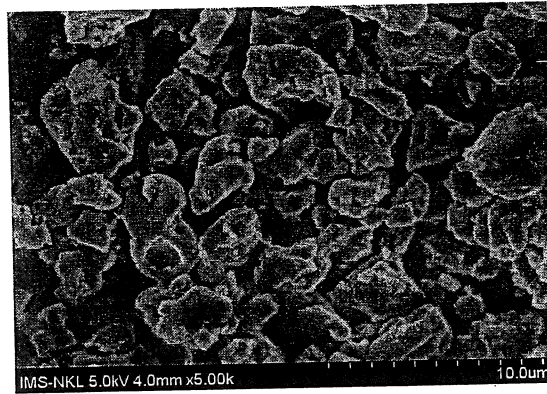
hòa nước cất vào etanol 96%, sau đó đun nóng đến nhiệt độ 55°C và đổ vào thiết bị chứa chứa β -cyclodextrin, khuấy đều để hòa tan hết β -cyclodextrin;

bổ sung tinh dầu quả thảo quả đã làm giàu vào hỗn hợp chất cố định hương β -cyclodextrin đã được hòa tan, sau đó đồng hóa với vận tốc vận tốc 1500 vòng/phút, thời gian 15 phút, đưa vào tủ ẩm, điều chỉnh ở mức nhiệt độ 42°C để tạo phức trong thời gian 10 giờ, thu được dung dịch phức tinh dầu quả thảo quả; và

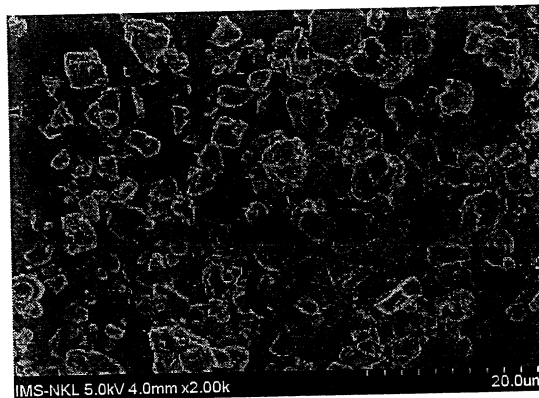
(v) sấy phun làm khô hương liệu

sấy phun dung dịch phức tinh dầu quả thảo quả ở nhiệt độ đầu vào 110°C, nhiệt độ đầu ra là 50°C, tổng toàn bộ thời gian của quá trình sấy phun là 20 phút, thu được hương liệu thực phẩm hữu cơ dạng bột từ tinh dầu quả thảo quả.

**Hình 1****Hình 2**



Hình 3



Hình 4