

# NGHIÊN CỨU TÁCH SÁP TRONG CÁM TRƯỚC KHI TRÍCH LY DẦU TRONG QUY TRÌNH SẢN XUẤT DẦU CÁM GẠO TRUNG HÒA

**Lâm Đức Cường**

Trường Đại học Văn Hiến

Email: cuongld@vhu.edu.vn

Ngày nhận bài: 24/7/2020; Ngày duyệt đăng: 14/6/2021

## Tóm tắt

Trong cám gạo, chất béo chiếm khoảng 15%, chứa các hợp chất có hoạt tính sinh học, điển hình là Oryzanol. Dầu cám được thu nhận bằng quá trình trích ly và tinh chế hóa học. Tuy nhiên, do hàm lượng sáp trong cám khá cao, chiếm khoảng 30% theo khối lượng. Do đó, quá trình xử lý hóa học tinh luyện dầu cám thường sử dụng nhiều hóa chất, trong thời gian dài và ở nhiệt độ cao. Kết quả làm hao hụt hàm lượng Oryzanol, do đó dầu cám thương phẩm có hàm lượng Oryzanol chỉ khoảng 5000 ppm. Nghiên cứu thực hiện quá trình trích ly dầu cám trong đó sáp được xử lý trước khi trích ly dầu. Mục đích của nghiên cứu là đánh giá việc trích ly sáp trước khi trích ly dầu trong cám có tác dụng tăng hàm lượng Oryzanol trong dầu đồng thời giảm việc sử dụng hóa chất trong quá trình tinh luyện dầu cám. Kết quả nghiên cứu thu nhận dầu cám trung hòa với chỉ số: Iod 92,6g Iod/100g, Peroxit 22,9 meq/kg, hàm lượng axit béo tự do 24,4%, hàm lượng Oryzanol đạt 12763 ppm, và không hình thành trans fat.

**Từ khóa:** Cám gạo, dầu cám gạo, Oryzanol, trích ly dầu cám gạo, trans fat.

## Study on wax separation in rice bran before oil extraction in the production process of neutralized rice bran oil

### Abstract

In rice bran, fat content estimated 15%, contains bioactive compounds, typically Oryzanol. The rice bran oil produced by chemical refining. However, due to wax content in the bran, it can reached 30% w/w. Therefore, the refining often using heavy chemicals, in long time and high temperatures. This makes lossing of Oryzanol content in oil, therefore bran oil has an Oryzanol content only about 5000 ppm. The research of rice bran oil extraction and chemical refining of crude oil to neutralization, removal wax from rice brand before oil extraction. The main purpose of researchs is to obtain neutral oil with stability chemical indicators while increasing Oryzanol content which is the main antioxidant characteristics of rice bran oil. The conclusions of rice bran oil neutralization IV is 92.6 g iodine/ 100g, PV is 22.9 meq/ kg, FFA is 24.4 % and Oryzanol concentrations are reached 12,763 ppm, while not detecting trans fat in rice bran oil neutralization.

**Keywords:** Rice bran, rice bran oil, rice bran oil extraction, Oryzanol, trans fat.

## 1. Đặt vấn đề

Dầu cám gạo thuộc nhóm dầu tinh luyện, được chiết xuất và tinh luyện từ lớp màng ngoài hạt gạo (cám gạo). Dầu cám gạo có màu vàng nhạt, không mùi, có vị ngọt nhẹ. Trong dầu cám gạo có chứa 38,4% oleic acid, 34,4% linoleic acid và 2,2%  $\alpha$ -linolenic acid. Ngoài ra, các acid béo bão hòa có trong dầu cám gạo đó là 2,9% acid stearic và 21,5% acid palmitic. Đây là loại dầu thực vật tốt cung cấp các acid béo không bão hòa. Dầu cám gạo chỉ chứa một lượng nhỏ acid  $\alpha$ -linolenic nhưng vẫn đủ để tổng hợp các acid béo không bão hòa khác như acid eicosapentaenoic (EPA) và acid docosahexaenoic (DHA), ngoài ra có các thành phần chống oxy hóa trong dầu gạo rất cao, đặc biệt là  $\gamma$  – Oryzanol (Frank, 2005; Bộ Công thương, 2019).

Cám gạo có chứa trung bình 15% dầu, vitamin và khoáng chiếm tỷ lệ nhỏ nhưng thành phần chất chống oxy hóa rất cao, đặc biệt là  $\gamma$  – Oryzanol (Frank, 2005). Tuy nhiên, nhằm đảm bảo chất lượng của dầu, trong quá trình tinh luyện dầu, các acid béo tự do, tạp chất rắn, phosphorus, sáp, chất màu và chất mùi cần được loại bỏ. Quá trình tinh luyện dầu cám gạo luôn ảnh hưởng các chỉ số chất lượng và các chất có hoạt tính sinh học như Oryzanol có thể bị hao hụt 83 ÷ 95% trong quá trình trung hòa, đặc biệt là  $\gamma$  – Oryzanol (Gopala và cộng sự, 2001; Vanessa và cộng sự, 2008). Ngoài ra, trans fat hình thành trong quá trình trung hòa (Van Hoed và cộng sự, 2006). Nhằm cải thiện quá trình tinh luyện dầu cám, Sarode và cộng sự (2011) thay thế acid trong quá trình xử lý tạp chất bằng hỗn hợp nước và hexane nhằm làm giảm lượng acid sử dụng. Mehran và cộng sự (2007) sử dụng enzyme thay thế acid giúp giảm hàm lượng phosphorus và acid béo tự do. Gurralla và

cộng sự (2008) sử dụng hơi nước quá nhiệt để giảm lượng hóa chất sử dụng trong quá trình trung hòa. De và Patel (2011) trung hòa dầu cám bằng  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  ở áp suất thấp và nhiệt độ cao cho sản phẩm dầu cám tinh luyện có hàm lượng acid béo tự do và các gốc tự do thấp, màu đẹp, hiệu suất thu dầu trên 95%. Hanmoungjai và cộng sự (2001) sử dụng enzyme trong quá trình tinh luyện, dầu cám thu nhận có các chỉ số chất lượng tương đương với dầu tinh luyện hóa học, nhưng màu dầu cám đậm và hàm lượng protein trong dầu cao.

Sáp trong cám chiếm tới 30% khối lượng cám (Frank, 2005). Do đó, xử lý sáp là giai đoạn ảnh hưởng mạnh nhất tới lượng dầu cám thành phẩm thu nhận, hàm lượng Oryzanol còn lại trong dầu tinh luyện và các chỉ số chất lượng dầu bao gồm: Chỉ số acid béo tự do (FFA), chỉ số peroxit (PV), chỉ số iod (IV) và hàm lượng trans fat hình thành. Quá trình xử lý tạp chất thô không tốt, làm quá trình tách sáp khó hơn, càng làm giảm lượng dầu cám tinh luyện thu nhận. Việc xử lý sáp không triệt để, chỉ với khoảng 0,2% sáp còn dư trong quá trình tinh luyện có thể làm hao hụt 15,5 ÷ 20% lượng dầu thành phẩm (Arvind và cộng sự, 1988). Thông thường để xử lý sáp trong dầu cám gạo, các nhà máy thường sử dụng các giai đoạn làm lạnh trong suốt quy trình tinh chế. Do sáp có tính hấp phụ nên quá trình làm lạnh khiến các hạt sáp tăng kích thước, hấp phụ các hoạt chất có hoạt tính sinh học trong cám, từ đó khiến hàm lượng các hoạt chất này giảm đi, điển hình là hàm lượng Oryzanol trong cám gạo. Do dầu có độ nhớt cao và còn có các thành phần phi dinh dưỡng, nên sau giai đoạn tách sáp là các giai đoạn gia nhiệt và xử lý hóa học. Điều này làm tăng việc hình thành trans fat và càng làm giảm các chỉ số chất lượng dầu, đặc biệt là thành

phần *Oryzanol*.

Việc nghiên cứu trích ly sáp trước trong cám gạo, trước khi trích ly dầu, sẽ rút ngắn quá trình làm lạnh tách sáp, đồng thời xem xét khả năng thay thế hoàn toàn quá trình “tách sáp trong tinh luyện dầu” bằng quá trình “trích ly sáp trong cám gạo trước khi trích ly dầu” bằng  $n$  – Hexane. Trích ly sáp trong cám gạo trước khi trích ly dầu, nhằm tăng hiệu suất thu nhận dầu từ cám gạo, giảm mức độ sử dụng hóa chất và thời gian tinh luyện dầu cám, dầu cám gạo thu nhận được có hàm lượng *Oryzanol* cao hơn và không hình thành trans fat trong dầu cám gạo tinh luyện.

## 2. Vật liệu và phương pháp

### 2.1. Nguyên vật liệu

*Cám gạo*

Cám gạo sử dụng là loại cám mịn đã tách trấu (cám y), thu mua tại các cơ sở chế biến gạo ở thành phố Tân An tỉnh Long An và huyện Cai Lậy tỉnh Tiền Giang. Cám sau khi mua về được bảo quản ở nhiệt độ phòng, tại nơi thoáng mát. Cám được sử dụng trong nghiên cứu có thời hạn lưu trữ tối đa là 7 ngày, sau đó cám được thay thế mới.

*Hóa chất:* Hóa chất chính sử dụng trong nghiên cứu bao gồm: Acid Phosphoric ( $H_3PO_4$ ), Xút (NaOH), Cồn 96%,  $n$  – Hexane, được mua tại Công ty Hóa chất Hóa Nam. Các hóa chất đều có chứng chỉ chất lượng do cơ quan quản lý an toàn thực phẩm cấp và đáp ứng yêu cầu trong nghiên cứu.

*Thiết bị:* Các thiết bị chính sử dụng trong nghiên cứu bao gồm: Máy khuấy từ gia nhiệt (IKA Works GmbH & Co. KG, Đức), tủ sấy đối lưu tự nhiên (Mettler, Đức), máy đo quang phổ UV – Vis (Labomed, Mỹ), máy so màu dầu thực vật (Lovibond, UK), cân sấy ẩm (Ohaus, Mỹ), tủ lạnh (Toshiba, Nhật), giấy lọc

(Whatman, Anh).

### 2.2. Quy trình tinh luyện dầu cám gạo với quá trình tách sáp trước

Cám gạo được sàng lọc, loại bỏ tạp chất rắn như: cát, vỏ trấu, sỏi nhỏ, ... tiếp theo, cám được ngâm để trích sáp lần đầu bằng cồn. Sau đó, cám được sấy khô và tiến hành trích ly lấy dầu cám thô bằng  $n$ -Hexan. Dung dịch dầu cám thô, sau khi trích ly được lọc chân không trong điều kiện lạnh để tách tạp chất lần 2. Kế tiếp, sử dụng  $H_3PO_4$  để tiếp tục khử các thành phần: Sáp, acid béo tự do, gốc tự do, chất màu và chất mùi. Sau khi xử lý acid, dung dịch dầu cám thô được lọc chân không trong điều kiện lạnh để loại bỏ các tạp rắn và sử dụng NaOH để trung hòa acid dư. Kết thúc quá trình trung hòa tại thời điểm giấy quỳ đổi màu tím. Dung dịch dầu cám thô sau khi trung hòa, tiếp tục lọc chân không trong điều kiện lạnh. Cuối cùng, dung dịch dầu cám trung hòa được hấp cách thủy và lọc chân không lần cuối để thu nhận dầu cám gạo trung hòa.

### 2.3. Ảnh hưởng của tỷ lệ cồn, nồng độ cồn và thời gian trích ly đến lượng sáp trích ly được trong cám

Gồm bốn thí nghiệm được bố trí hoàn toàn ngẫu nhiên một yếu tố với ba lần lặp lại: (1) Khảo sát tỷ lệ nguyên liệu và dung môi lần lượt ở các tỷ lệ 1:1, 1:2, 1:3, 1:4, 1:5, 1:6, 1:7. Độ cồn cố định ở mức cồn 96% v/v, thời gian ngâm cố định ở mức 60 phút; (2) Khảo sát nồng độ cồn: Sau khi xác định được tỷ lệ cồn so với khối lượng cám thích hợp, tiến hành thí nghiệm với các nồng độ cồn khác nhau: 0% (đối chứng), 40%, 50%, 60%, 70%, 80%, 90% và 96% . Nồng độ cồn được khảo sát lần lượt từ 96, 90, 80, 70, 60, 50 và 40% v/v. Trong điều kiện cố định tỷ lệ cám/cồn được xác định, thời gian ngâm cồn là 60 phút; (3) Sau khi xác định được nồng độ cồn sử dụng khi trích

ly sáp. Tiến hành khảo sát thời gian trích ly sáp bằng còn được bố trí hoàn toàn ngẫu nhiên một yếu tố, với thời gian 0 phút (đối chứng), 30, 60, 90 và 120 phút; (4) Từ các kết quả về tỷ lệ cám/còn; nồng độ còn theo (1) và (2) với thời gian ngâm được xác định theo (3). Tiến thành khảo sát (lặp lại), tỷ lệ sáp được tách so với cám nguyên liệu với các tỷ lệ cám/dung môi, nồng độ còn và thời gian trích ly sáp.

Dịch thu nhận sau khi trích ly sáp được lọc tách cám, giữ lạnh trong ngăn mát tủ lạnh thời gian 24h. Sáp rắn được lọc, cân và so sánh khối lượng sáp đã tách được so với sáp có trong cám gạo nguyên liệu.

#### **2.4. Khảo sát ảnh hưởng của thời gian sấy và nhiệt độ sấy đến độ ẩm cám**

Quá trình sấy là tách dung môi còn sót lại trong nguyên liệu, đưa cám sau quá trình ngâm còn (60% ẩm) về ẩm độ phù hợp cho quá trình trích ly về lại giá trị độ ẩm ban đầu và chuẩn bị mẫu cho quá trình trích ly và tinh chế dầu. Mục đích của việc khảo sát nhằm tìm ảnh hưởng của thời gian sấy đến hàm ẩm của cám nguyên liệu. Tiến hành khảo sát ở nhiệt độ 100°C (Frank, 2005), thời gian sấy cám là 1h, 2h, 3h và 4h. Thí nghiệm được bố trí hoàn toàn ngẫu nhiên một yếu tố với ba lần lặp lại. Cám sau sấy, được đưa vào bình hút ẩm để nguội và tiến hành đo hàm lượng ẩm.

#### **2.5. Ảnh hưởng của thời gian trích ly sáp trước trong cám tới quá trình trích ly dầu cám gạo thô**

Có 2 yếu tố ảnh hưởng tới giai đoạn trích ly bao gồm tỷ lệ n – Hexane sử dụng so với khối lượng cám trích dầu và thời gian trích ly dầu trong cám. Tỷ lệ cám/ n – Hexane quá nhiều có thể gây tổn thất dung môi, mặc dù có thể thu nhận được dầu từ cám nhiều hơn nhưng ngược lại quá trình tinh luyện về sau sẽ rất khó khăn trong việc

tách dầu ra khỏi dung môi, chọn Tỷ lệ cám/ n – Hexane là 1:3 (Sarode và cộng sự, 2011; Frank, 2005). Thí nghiệm khảo sát thời gian trích ly dầu được bố trí hoàn toàn ngẫu nhiên một yếu tố, với thời gian 0 phút (đối chứng), 15, 30, 60, 90 và 120 phút.

Dầu cám thô thu nhận được lọc, giữ lạnh trong ngăn mát tủ lạnh thời gian 24h. Sau đó được gửi đi phân tích hàm lượng dầu tại “Trung tâm Kỹ thuật Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng 3”.

#### **2.6. Ảnh hưởng của quá trình trích ly sáp trước trong cám tới quá trình tinh luyện dầu cám**

##### **2.6.1. Ảnh hưởng của quá trình trích ly sáp trước trong cám tới quá trình xử lý tạp trong dầu cám thô**

Thí nghiệm được bố trí hoàn toàn ngẫu nhiên một yếu tố với ba lần lặp lại. Tỷ lệ H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> sử dụng so với khối lượng dầu cám thô được khảo sát là 0 (đối chứng), 5, 10, 15, và 20% v H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>/ v dầu. Sau khi xác định được tỷ lệ H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> sử dụng trong xử lý tạp dầu thô. Thí nghiệm khảo sát thời gian xử lý tạp được bố trí hoàn toàn ngẫu nhiên một yếu tố, với thời gian 0 phút (đối chứng), 15, 30, 60, 90 và 120 phút.

Dầu cám thô sau khi xử lý tạp được lọc, giữ lạnh trong ngăn mát tủ lạnh thời gian 24h. Tạp rắn được cân, so sánh khối lượng tạp rắn đã xử lý (Frank, 2005: 466).

##### **2.6.2. Ảnh hưởng của quá trình trích ly sáp trước trong cám tới quá trình trung hòa dầu cám thô**

Thí nghiệm được bố trí hoàn toàn ngẫu nhiên một yếu tố với ba lần lặp lại. Tỷ lệ NaOH sử dụng cho tới khi pH dầu thô đạt 7. Sau khi xác định được tỷ lệ NaOH sử dụng, dầu thô được lọc loại tạp, và hấp cách thủy. Sau đó, dầu thô trung hòa được lọc tinh và giữ lạnh trong ngăn mát tủ lạnh.

Dầu cám trung hòa thu nhận được

phân tích hàm lượng dầu và các chỉ số chất lượng dầu tại “Trung tâm Kỹ thuật Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng 3”.

## **2.7. Phân tích các chỉ số chất lượng dầu**

### **2.7.1. Hàm lượng dầu**

Xác định hàm lượng dầu trong: Cám nguyên liệu, cám sau khi trích sáp bằng cồn, cám sau khi sây theo AOAC 991.36-2010(a). Xác định hàm lượng dầu trong: Dịch trích sáp bằng cồn, dầu thô và dầu trung hòa theo TCVN 6688-1:2007, TCVN 4331-2001.

Chỉ tiêu này được xác định nhằm chuẩn hoá hàm lượng dầu thu nhận.

### **2.7.2. Chỉ số acid béo tự do (FFA)**

Xác định hàm lượng acid béo tự do trong dầu cám trung hòa theo TCVN 6127:2010 (ISO 660:2009). Chỉ tiêu này đánh giá chất lượng dầu thô trung hòa đạt tiêu chuẩn dầu cám.

### **2.7.3. Chỉ số Iod (IV)**

Xác định chỉ số Iod dầu cám trung hòa theo TCVN 6122:2010. Chỉ tiêu này đánh giá chất lượng dầu thô trung hòa đạt tiêu chuẩn dầu cám.

### **2.7.4. Chỉ số peroxit (PV)**

Xác định chỉ số peroxit dầu cám trung hòa theo TCVN 6121:2010 (ISO 3960:2007).

Chỉ tiêu này đánh giá chất lượng dầu thô trung hòa đạt tiêu chuẩn dầu cám.

### **2.7.5. Hàm lượng Oryzanol**

Xác định hàm lượng *Oryzanol* trong dầu cám trung hòa theo TCVN 7597:2013. Chỉ tiêu này được xác định nhằm chuẩn hoá hàm lượng *Oryzanol* thu nhận.

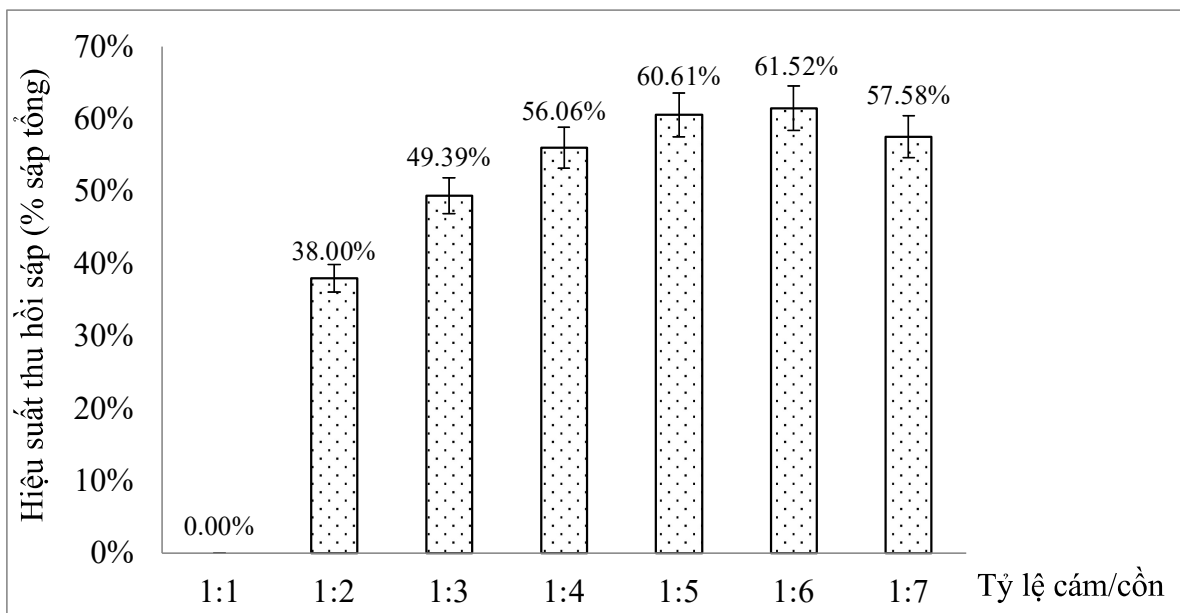
### **2.7.6. Chỉ số tran – fats**

Xác định chỉ số tran – fats trong dầu cám trung hòa theo AOAC 996.06. Chỉ tiêu này được xác định nhằm đánh giá quá trình trích ly và tinh luyện dầu cám đạt chất lượng dầu thực vật sử dụng trong thực phẩm.

## **3. Kết quả và thảo luận**

### **3.1. Ảnh hưởng quá trình tách sáp trong cám tới quá trình trích ly dầu trong cám**

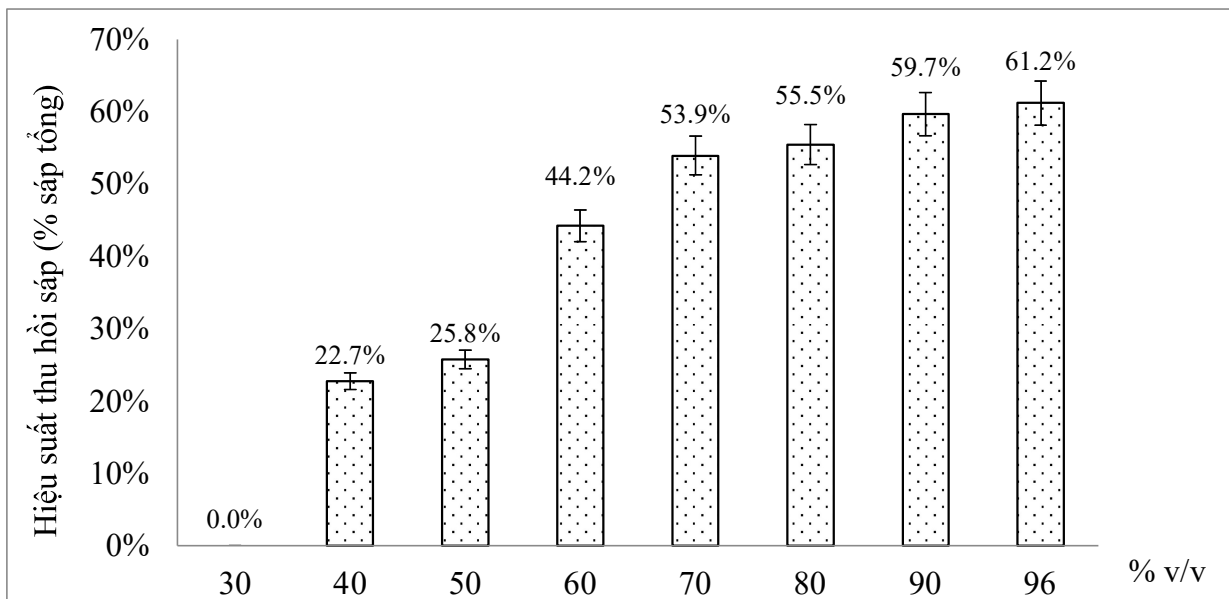
Giai đoạn trích ly sáp trong cám bằng cách ngâm cám trong cồn, nhằm mục đích tách sáp trong cám, rửa sạch các tạp cặn vô cơ còn sót lại trong quá trình sàng lọc sơ bộ, đồng thời vô hiệu các hoạt động vi sinh vật và các loài bọ, mọt và sinh vật nhỏ trong cám. Ba yếu tố ảnh hưởng tới giai đoạn ngâm cồn: Nồng độ cồn, tỷ lệ cám/cồn và thời gian ngâm. Các kết quả của, tỷ lệ cám/cồn, Nồng độ cồn và thời gian ngâm được trình bày ở các Hình 1, Hình 2 và Hình 3 dưới đây:



**Hình 1.** Lượng sấp thu được theo tỷ lệ cám (nguyên liệu/ dung môi)

Ở mức 1:2 còn 96% chỉ đủ để thấm ướt mẫu, không tiến hành lắng lọc được. Từ mức 1:3 đến mức 1:7, lượng sấp thu được trung bình khoảng 60% so với hàm lượng sấp tổng ban đầu trong cám nguyên liệu. Tuy nhiên, ở mức 1:3 và 1:4, hỗn hợp nằm

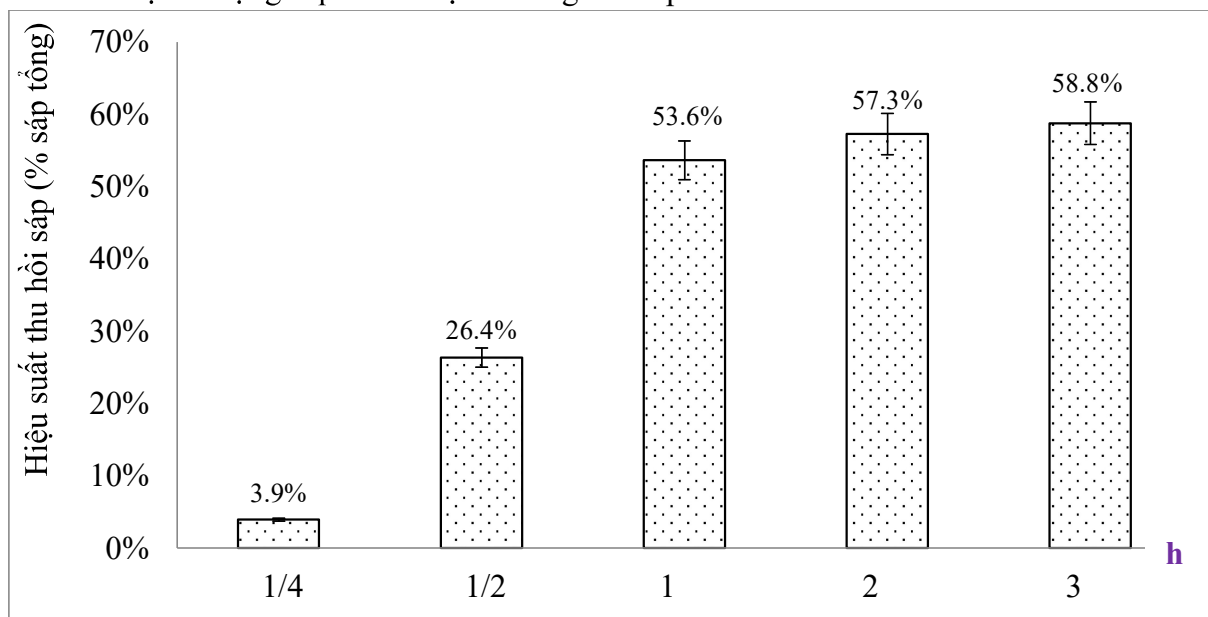
ở trạng thái paste, rất khó lắng lọc. Trong khi ở mức 1:6, 1:7 thì lượng dung môi quá nhiều, gây khó khăn cho quá trình lắng và lọc (Hình 1). Tỷ lệ cám/cồn thích hợp là 1:5 được chọn cho thí nghiệm kế tiếp.



**Hình 2.** Lượng sấp thu được theo nồng độ cồn

Lượng sếp thu được cao nhất ở nồng độ còn 96% là 61,2% so với lượng sếp ban đầu, tuy nhiên ở mức thấp hơn từ 70% v/v đến 90% v/v, lượng sếp thu được trung bình khoảng 56,8% so với tổng lượng sếp ban đầu đo được. Lượng sếp tách được ở nồng

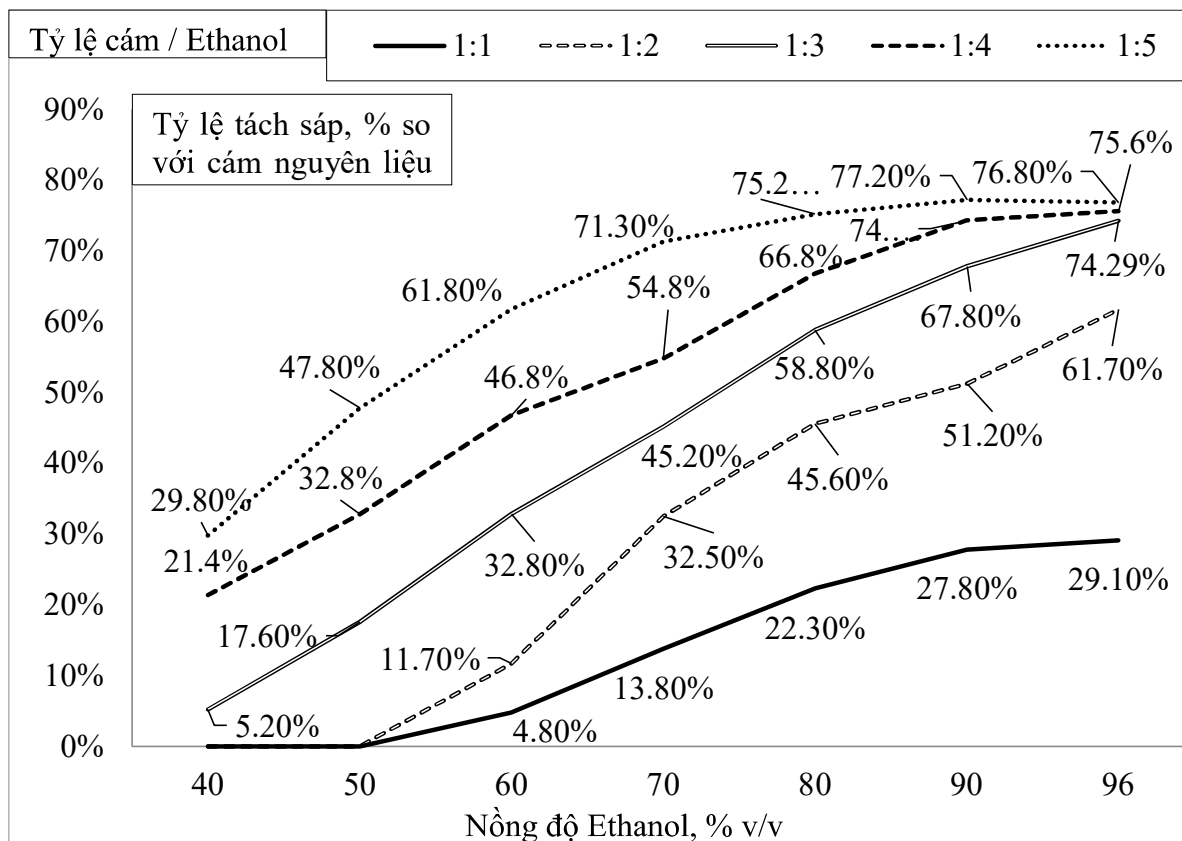
độ còn 70% ít hơn 73 % so với lượng sếp tách được ở nồng độ còn 96 % nhưng lượng dung môi tiêu tốn thì ít hơn 26% (Hình 2). Vì vậy, nồng độ còn thích hợp cho quá trình tách sếp là 70% được chọn cho thí nghiệm tiếp theo.



**Hình 3.** Lượng sếp thu được theo thời gian ngâm

Ở mức 15 phút, lượng sếp thu được rất nhỏ dưới 5%. Lượng sếp thu được ở các mốc thời gian từ 1 giờ đến 3 giờ trung bình khoảng 75% so với hàm lượng sếp tổng (Hình 3). Kết quả cho thấy khi tăng thời gian ngâm còn lên gấp 3 lần thì hiệu suất tách sếp chỉ tăng lên 5,2 % so với sếp tổng nhưng lại khiến mẫu bị biến tính, xảy ra các phản ứng sinh mùi. Vì vậy, chọn thời gian ngâm thích hợp là 1 giờ cho các thí nghiệm. Giữa nồng độ còn và tỷ lệ cám/còn, luôn có mối tương quan với nhau. Do đó, khảo sát ở các nồng độ khác nhau với tỷ lệ cám/còn từ 1:1 đến 1:5, thời gian ngâm còn cố định là 1 giờ. Nhằm tìm được các giá trị phù hợp nhất cho hai thông số với khả năng tách sếp là cao nhất. Nồng độ còn càng cao, khả năng

hòa tan giữa sếp và còn càng tốt, lượng sếp tách được có nhiều hơn. Tỷ lệ còn/cám càng lớn thì độ hòa tan của còn lên cám cũng tốt hơn, lượng sếp tách được cũng nhiều hơn. Như vậy, còn có nồng độ càng cao thì độ hòa tan càng tốt. Và tỷ lệ còn sử dụng càng nhiều so với cám thì độ hòa tan của còn với cám cũng tốt hơn. Mặt khác, khi lượng cám cần xử lý càng nhiều thì cũng cần một tỷ lệ dung môi tối thiểu để hòa tan. Như vậy, thay vì sử dụng còn nguyên chất hay còn có nồng độ cao, có thể thay thế bằng việc tăng lượng còn sử dụng nhưng ở nồng độ thấp hơn mức độ hòa tan là tương đương, điều này giúp tiết kiệm lượng dung môi sử dụng. Kết quả thí nghiệm được trình bày ở Hình 4.



**Hình 4.** Kết quả quá trình tách sáp trong cám gạo với tỷ lệ cám/cồn và nồng độ cồn khác nhau

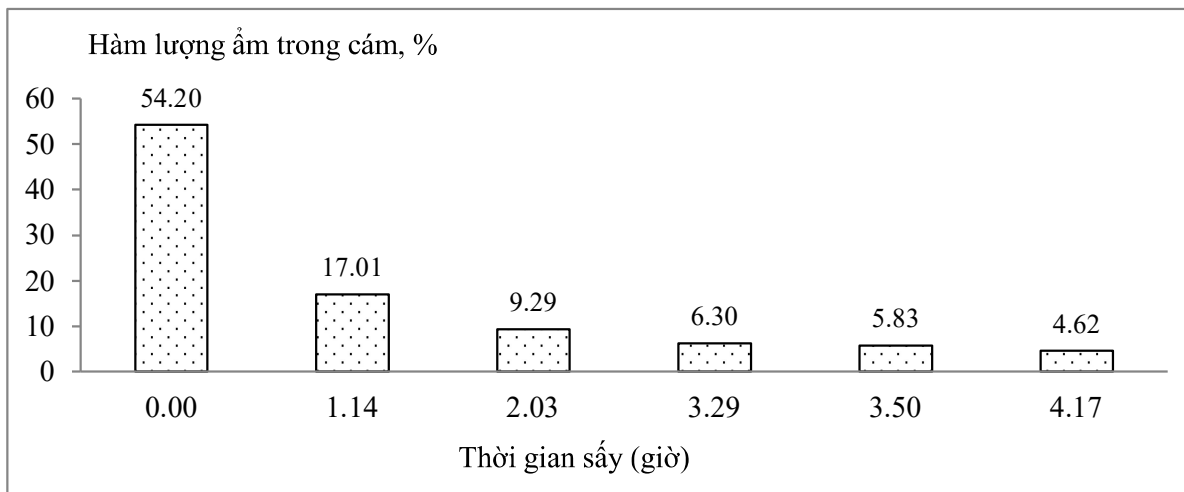
Kết quả, ở mức tỷ lệ cám/cồn là 1:5 cho kết quả tách sáp hiệu quả hơn hẳn các mức tỷ lệ còn lại (Hình 4). Tại mức tỷ lệ cám/cồn là 1:5, lượng sáp tách được ở mức cồn nguyên chất 96% nhiều hơn mức cồn 70% là 13% nhưng lượng dung môi sử dụng lại nhiều hơn 26% so với mức nồng độ cồn 70% v/v. Do đó, các thông số trong quá trình ngâm cồn: nồng độ 70%, tỷ lệ cám/cồn là 1:5, thời gian ngâm 60 phút cho khả năng tách sáp tốt. Kết quả phù hợp với mục tiêu giai đoạn ngâm cồn là sử dụng nồng độ thấp

nhất, thời gian ngâm ngắn nhất và lượng dung môi sử dụng ít nhất với lượng sáp tách được là nhiều nhất.

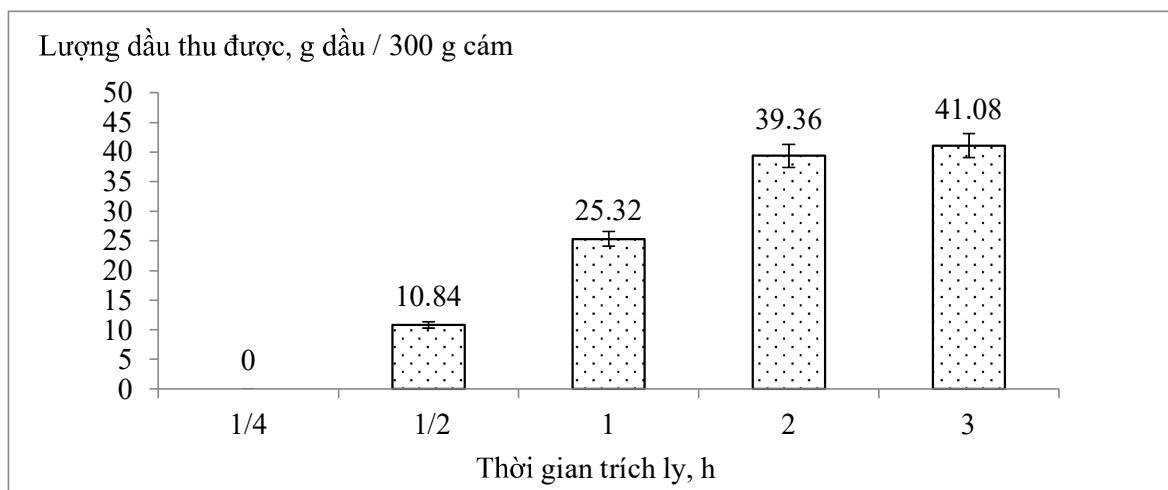
### 3.2. Khảo sát ảnh hưởng của thời gian sấy và nhiệt độ sấy đến độ ẩm cám.

Cám được sấy khô sau khi trích cồn nhằm mục đích loại bỏ dung môi, phục hồi hàm ẩm ban đầu chuẩn bị cho giai đoạn trích ly dầu, vô hoạt enzyme *lipase*, vi sinh vật và các tác nhân sinh học gây tổn thất hàm lượng dầu trong cám và tạo cấu trúc cám thuận lợi cho việc trích ly dầu.





**Hình 5.** Kết quả quá trình sấy cám sau khi trích sáp



**Hình 6.** Kết quả quá trình trích ly dầu trong cám gạo

Kết quả nghiên cứu cho thấy, điều kiện cho giai đoạn sấy cám là thời gian 2 giờ ở nhiệt độ  $100^{\circ}\text{C}$  cho độ ẩm cám sau khi sấy là 8,3%. Chọn ẩm độ của cám là 8,3% sau khi sấy ở  $100^{\circ}\text{C}$  trong 2 giờ cho thí nghiệm trích ly.

### 3.3. Ảnh hưởng của quá trình trích ly sáp trước trong cám tới quá trình trích ly dầu cám gạo thô

Giai đoạn trích ly nhằm mục đích thu nhận dầu cám. Thời gian trích ly càng dài, dầu trong dung môi có thể bị biến tính do các tác nhân Oxy từ môi trường có thể làm hư hỏng chất lượng dầu cám. Kết quả thí nghiệm trích ly dầu trong cám (Hình 6) cho

thấy tỷ lệ cám/n – Hexane là 1:3 và thời gian trích ly trong từ 2 tới 3 giờ cho tỷ lệ thu nhận dầu cám cao.

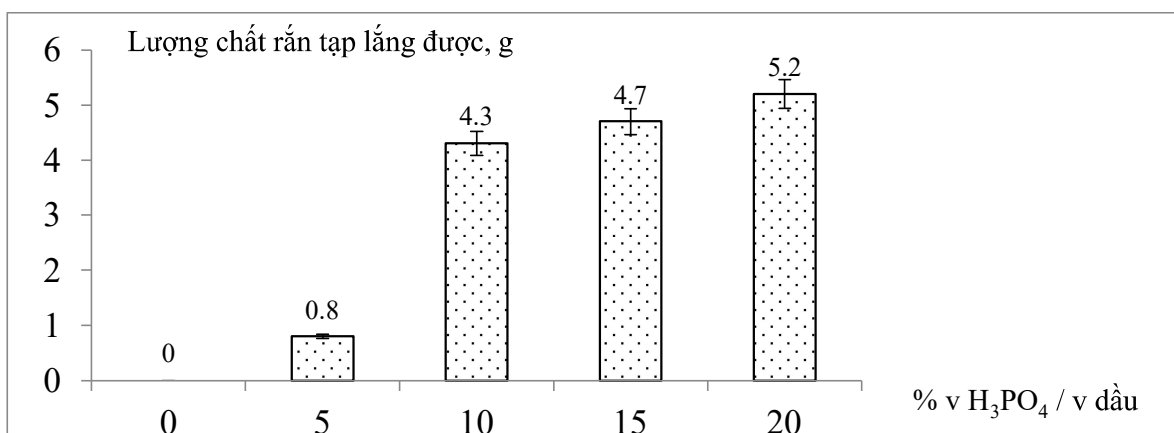
Kết quả phân tích hàm lượng dầu ban đầu trong cám khoảng 15g dầu/100g cám nguyên liệu, tỷ lệ 15% v/w. Điều này cho thấy quá trình trích ly sáp trước không ảnh hưởng tới hàm lượng dầu ban đầu trong cám. Do đó, quá trình trích ly sáp trước cho hàm lượng dầu thu nhận tương đương với quá trình sản xuất dầu cám thông thường (Frank, 2005: 466). Đồng thời cho thấy, quá trình xử lý sấy cám sau khi trích sáp với các thông số kết quả của nghiên cứu hoàn toàn không ảnh hưởng tới hàm lượng dầu trong cám.

### 3.4. Ảnh hưởng của quá trình trích ly sáp trước trong cám tới quá trình tinh luyện dầu cám

#### 3.4.1. Ảnh hưởng của quá trình trích ly sáp trước trong cám tới quá trình xử lý tạp trong dầu cám thô

Trong cám bao gồm hai nhóm các chất có thành phần hóa học gốc carbohydrate và lipid. Nhóm chất có gốc carbohydrate bao gồm: màu, mùi, và các chất có gốc tinh bột phức. Nhóm chất có gốc lipid bao gồm: sáp, acid béo tạp, acid béo gốc tự do, các gốc tự do. Ngoài ra còn nhóm các chất hóa học thành phần phụ tan trong lipid. Theo TCVN 7597:2013, dầu cám tinh luyện chỉ bao gồm thành phần dầu thực vật và các chất có hoạt tính sinh học tan trong lipid. Quá trình tinh luyện dầu sau trích ly nhằm mục đích loại bỏ nhóm các chất carbohydrate và lipid không có giá trị trong thực phẩm bằng acid phosphoric.

Giai đoạn xử lý acid bị ảnh hưởng bởi hai yếu tố là tỷ lệ acid sử dụng trên lượng dầu thô và thời gian xử lý acid. Hàm lượng acid sử dụng quá nhiều tuy có khả năng khử triệt để các thành phần hóa học không có giá trị dinh dưỡng trong dầu, nhưng làm tăng hàm lượng các acid béo tự do vì acid phosphoric là acid mạnh sẽ cắt các acid béo trong phân tử lipid, tạo FFA. Tương tự như vậy, thời gian xử lý nếu quá dài càng làm hàm lượng FFA trong dầu thô tăng mạnh. Hàm lượng FFA tăng, sẽ đẩy nhanh quá trình tự Oxh dầu về sau, gây hư hỏng dầu. Nếu FFA tăng quá nhiều, dầu thô sẽ không đạt chỉ tiêu chất lượng về hàm lượng FFA trong dầu cám (TCVN 7597:2013). Kết quả thí nghiệm quá trình xử lý acid là thời gian 30 phút với tỷ lệ acid phosphoric so với dầu là 10% v/v.



Hình 7. Kết quả quá trình xử lý tạp thô trong dầu cám

#### 3.4.2. Ảnh hưởng của quá trình trích ly sáp trước trong cám tới quá trình trung hòa dầu cám thô

Giai đoạn trung hòa nhằm trung hòa lượng acid còn dư trong giai đoạn tinh luyện. Giai đoạn trung hòa sử dụng NaOH, điểm dừng khi pH của dung dịch dầu cám là

7 và xuất hiện tủa trắng. Dịch trích được làm lạnh ngay trong ngăn đá tủ lạnh, sau đó được lắng, lọc và tách cặn. Sau đó, dịch trích được hấp cách thủy thu dầu trung hòa. Mục tiêu giai đoạn này là sản phẩm dầu trung hòa có các đặc tính phù hợp tiêu chuẩn chất lượng dầu thực vật, trị số hàm lượng *Oryzanol* cao

nhất có thể, đồng thời giảm đến mức thấp nhất có thể việc hình thành trans fat trong sản phẩm dầu trung hòa.

Kết quả kiểm nghiệm thành phẩm dầu cám trung hòa có trị số Iod 92,6 g Iod/100g, Peroxyt 22.9 meq/kg, hàm lượng axit béo tự do 24,4%, hàm lượng *Oryzanol* đạt 12763 ppm, trong khi không phát hiện sự hình thành trans fat.

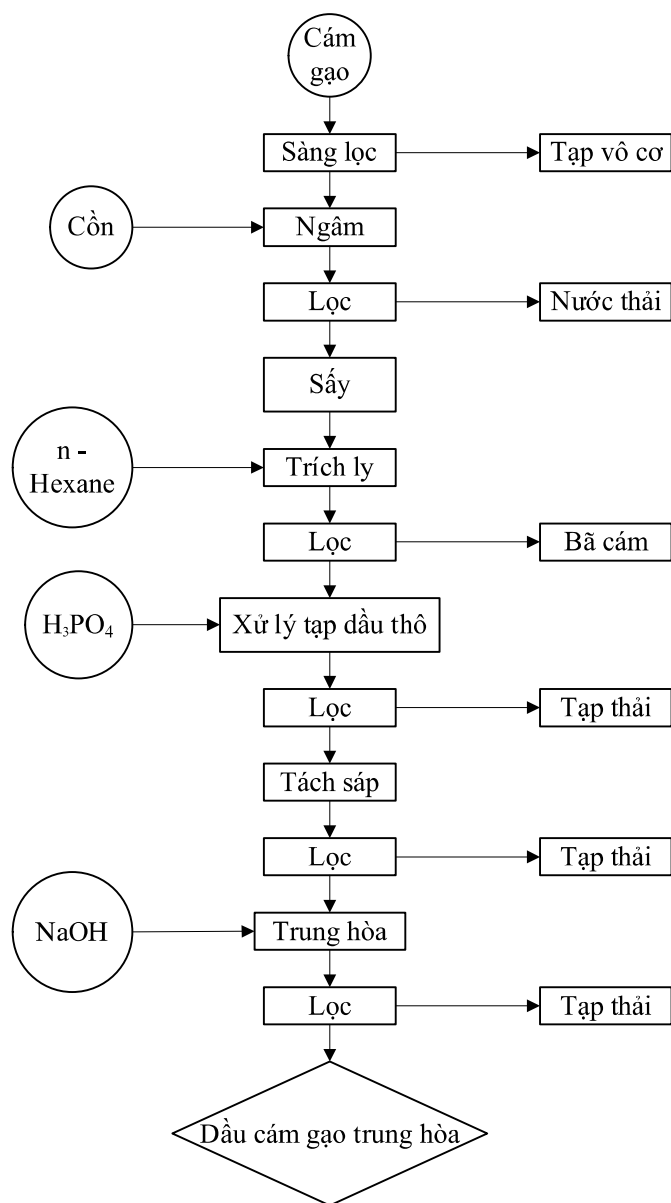
Hàm lượng dầu cám gạo trung hòa thu nhận được trong nghiên cứu đạt khoảng 40g dầu/300g cám nguyên liệu, tỷ lệ 13% v/w, với các chỉ số IV, PV và FFA và không hình thành tran fats, hoàn toàn phù hợp và đạt tiêu chuẩn dầu thực vật theo TCVN 7597:2013. Hàm lượng *Oryzanol* thu nhận được trong nghiên cứu theo quy trình có trích sáp trước đạt 12763 ppm. Kết quả này cao gấp đôi các loại dầu cám thông thường trên thị trường có hàm lượng *Oryzanol* chỉ khoảng 5000 ppm và phù hợp với nghiên cứu của Gopala và cộng sự (2001: 127), Vanessa và cộng sự (2008: 1013), theo đó  $83 \div 95\%$  *Oryzanol* bị hao hụt trong quá trình trung hòa, vì vậy hàm lượng *Oryzanol* trong dầu cám theo quy trình tinh luyện thông thường sẽ không cao bằng quy trình tách sáp trước. Với tỷ lệ thu nhận dầu trong cám đạt trên 95%, cho thấy quá trình trích ly sáp trước cho tỷ lệ thu nhận tương đương quá trình trích ly dầu cám thông thường (Frank, 2005: 466). Tỷ lệ dầu thu nhận cao còn cho thấy thông số xử lý acid trong dầu cám có tách sáp cho hiệu quả tương đương quá trình thông thường (Van Hoed và cộng sự, 2006: 315; Vanessa và cộng sự, 2008: 1013). Tách riêng quá trình xử lý acid và quá trình trung hòa phù hợp với các kết quả nghiên cứu của Arvind và cộng sự, (1988), De và cộng sự (1998; 2011).

### 3.5. Quy trình tinh luyện dầu cám gạo tách sáp trước khi trích ly dầu trong cám

Cám dạng hạt nhưng kích thước hạt cám rất nhỏ, đường kính dưới 1mm, gần như dạng bột mịn và cám gạo có hàm lượng dầu thấp hơn so với các loại nguyên liệu khác. Sáp trong cám gạo vừa là gốc lipid vừa tồn tại bên ngoài tế bào hạt cám chiếm tới 30% khối lượng (Frank, 2005). Do đó, xử lý sáp là giai đoạn ảnh hưởng lớn nhất tới chất lượng dầu cám gạo thu nhận, hàm lượng *Oryzanol* còn lại trong dầu cám gạo tinh luyện và các chỉ số chất lượng dầu bao gồm: FFA, PV, IV và hàm lượng trans fat hình thành. Mặt khác, hàm lượng lipid thu được tuy rất cao nhưng hàm lượng dầu thực vật thu nhận là thấp. Do hàm lượng lipid cao nên n – Hexane cần sử dụng nhiều, quá trình tinh luyện rất khó khăn khi xử lý lượng dung môi sử dụng và lượng sáp tạt trong dầu thô.

Quá trình xử lý sáp trước khi trích ly dầu trong cám đã làm giảm hàm lượng sáp ban đầu trong nguyên liệu, từ đó giúp giảm việc sử dụng dung môi, giảm nhẹ việc sử dụng hóa chất trong quá trình tinh luyện và giảm các yếu tố kỹ thuật tinh luyện ở đây là thời gian, nhiệt độ và nồng độ dung môi sử dụng. Hàm lượng sáp giảm còn giúp tăng hiệu suất thu nhận dầu từ quá trình trích ly. Đồng thời, quá trình xử lý sáp trong cám còn tác động đến cấu trúc hạt cám, giúp tăng hiệu suất trích ly dầu trong cám. Đặc biệt, hàm lượng *Oryzanol* cao hơn nhiều so với dầu cám thông thường và không hình thành trans fat trong dầu cám gạo tinh luyện.

Từ các kết quả nghiên cứu trên, quy trình tinh luyện dầu cám trong đó sáp được trích ly trước khi trích ly dầu trong cám được đề xuất trong Hình 8:



**Hình 8.** Quy trình “trích ly sấp trước” khi trích ly dầu cám gạo trung hoà

#### 4. Kết luận

Sản phẩm dầu cám tinh luyện thu nhận có trị số Iod 92.6 g Iod/100g, Peroxyt 22.9 meq/kg, hàm lượng axit béo tự do 24,4% đạt chỉ tiêu TCVN 7597:2013 về các chỉ số hóa học của dầu cám gạo. Hàm lượng *Oryzanol* đạt 12763 ppm, cao hơn một số loại dầu cám trên thị trường với hàm lượng *Oryzanol* chỉ khoảng 5000 ppm. Sản phẩm dầu trung hòa không có sự hình thành tran fat.

Một số hạn chế trong quá trình trích ly và tinh luyện dầu cám vẫn tồn đọng và chưa được xử lý triệt để, cụ thể:

Quá trình tinh luyện dầu cám vẫn chưa được tối ưu hóa. Đây là hướng nghiên cứu nên được bổ sung, hoàn thiện trong tương lai. Quy trình tinh luyện dầu từ cám được thực hiện hoàn toàn theo quy trình hóa học, chưa có ứng dụng các quy trình sinh học, ví dụ như sử dụng enzyme trong quá trình xử

lý tạp thô và sáp. Đây là hướng nghiên cứu nên được bổ sung hoàn thiện trong tương lai.

#### Tài liệu tham khảo

- De, B.K., and Bhattacharyya, D.K. (1998). Physical Refining of Rice Bran Oil in Relation to Degumming and Dewaxing. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 75(11), 1683-1686. DOI: 10.1007/s11746-998-0112-x.
- De, B. K., and Patel, J. D. (2011). Refining Of Rice Bran Oil By Neutralization With Calcium Hydroxide. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 113(9), 1161-1167. DOI: 10.1002/ejlt.201000343.
- Hanmoungjai, P., Pyle, D. L., and Niranjana, K. (2001). Enzymatic Process for Extracting Oil and Protein from Rice Bran. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 78(8), 817-821. DOI: 10.1007/s11746-001-0348-2
- Jahani, M., Alizadeh, M. B., Pirozifard, M., and Qudsevali, A. (2008). Optimization Of Enzymatic Degumming Process For Rice Bran Oil Using Response Surface Methodology. *LWT – Food Science and Technology*, 41(10), 1892-1898. DOI: 10.1016/j.lwt.2007.12.007
- Krishna, A.G., Khatoun, S., Shiela, P.M., Sarmandal, C.V., Indira, T.N., and Mishra, A. (2001). Effect of Refining of Crude Rice Bran Oil on the Retention of *Oryzanol* in the Refined Oil. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 78(2), 127-131. DOI: 10.1007/s11746-001-0232-0
- Manjula, S., Jose, A., Divakar, S., and Subramanian, R. (2011). Degumming rice bran oil using phospholipase – A1. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 113(5), 658-664. DOI:10.1002/ejlt.201000376
- Mishra, A., Gopalakrishna, A.G., and Prabhakar, J.V. (1988). Factors Affecting Refining Losses in Rice (*Oryza sativa L.*) Bran Oil. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 65(10), 1605-1609. DOI:10.1007/BF02912563
- Shahidi, F. (Ed.) (2005). *Bailey's Industrial Oil and Fat Products*. USA & Canada: Wiley – Interscience.
- Sheelu, G., Kavitha, G., and Fadnavis, N.W. (2008). Efficient Immobilization of Lecitase in Gelatin Hydrogel and Degumming of Rice Bran Oil Using a Spinning Basket Reactor. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 85(8), 739-748. DOI: 10.1007/s11746-008-1261-7
- Van Hoed, V., Depaemelaere, G., Vila Ayala, J., Santiwattana, P., Verhé, R., and De Greyt, W. (2006). Influence of Chemical Refining on the Major and Minor Components of Rice Bran Oil. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 83(4), 315-321. DOI:10.1007/s11746-006-1206-y
- Van Hoed, V., Vila Ayala, J., Czarnowska, M., De Greyt, W., and Verhé, R. (2010). Optimization of Physical Refining to Produce Rice Bran Oil with Light Color and High *Oryzanol* Content. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 87(10), 1227-1234. DOI: 10.1007/s11746-010-1606-x
- Zullaikah, S., Melwita, E., and Ju, Y. H. (2009). Isolation of *Oryzanol* from crude rice bran oil. *Bioresource Technology*, 100(1), 299-302. DOI:10.1016/j.biortech.2008.06.008