

CẢI TIẾN PHƯƠNG PHÁP CHUNG CÁT TRONG SẢN XUẤT RƯỢU ĐẾ

Ngô Thị Phương Dung¹

ABSTRACT

The distilling method is one of the important factors affecting the yield and the quality of the final product of rice alcohol. By using the improved distilling system, this study investigated the favourable pressure levels (P) and the volumes of condensed water output (Q) during the distillation. The physicochemical analysis of distilled products including the contents of alcohol, aldehyde, ester, methanol and furfural were determined and assessed based on the Vietnamese standard. The two treatments including P=0,5kPa combined with Q=100L/h and P=0,4kPa combined with Q=100L/h were found favourably for the distillation with the initial amount of final fermented products at 25-40L. This conclusion based on the good results of high yield, less time, work labour and achievement of the physicochemical standard regulation. The results of validation of rice alcohol prepared from defined starter and local starters also indicated that the improved distillation was obvious to be applied in decreasing significantly the contents of harmful by-products in the final distilled rice alcohol, particularly the aldehyde content.

Keywords: *distilling method, pressure, condensed water, physicochemical standard*

Title: *Study of improved distilling method for production of rice alcohol*

TÓM TẮT

Phương pháp chưng cất là một trong những yếu tố quan trọng ảnh hưởng đến năng suất và chất lượng của sản phẩm rượu lên men qua chưng cất. Bằng cách sử dụng hệ thống chưng cất cải tiến, đề tài này nhằm khảo sát thông số áp suất (P) và lưu lượng nước ngưng tụ sản phẩm ở đỉnh (Q) trong suốt quá trình chưng cất. Các chỉ tiêu lý hóa bao gồm độ cồn, andehyt, este, metanol và furfurol được xác định và đánh giá dựa theo tiêu chuẩn Việt Nam. Hai nghiệm thức gồm tổ hợp P=0,5kPa và Q=100lít/giờ và tổ hợp P=0,4kPa và Q=100lít/giờ hoạt động tốt cho thể tích nhập liệu từ 25 – 40 lít dựa trên kết quả thể hiện năng suất cao, tiết kiệm thời gian, công lao động và đạt tiêu chuẩn chỉ tiêu lý hóa. Kết quả khảo sát quá trình lên men rượu sản xuất từ men thuần và men địa phương cũng cho thấy sử dụng thiết bị chưng cất cải tiến làm giảm một cách hiệu quả nồng độ các tạp chất đặc biệt là andehyt.

Từ khóa: *phương pháp chưng cất, áp suất, nước ngưng tụ, tiêu chuẩn lý hóa*

1 GIỚI THIỆU

Rượu lên men truyền thống được xem như là một nét đặc trưng không thể thiếu trong nền văn hoá ẩm thực của nhiều nước trên thế giới cũng như ở Việt Nam. Rượu lên men có nhiều loại và được làm từ nhiều nguồn nguyên liệu khác nhau, nhưng thường có hai nhóm chính: rượu qua chưng cất và rượu không qua chưng cất (Nout & Aidoo, 2002; Nguyễn Đức Lượng, 2004). Tuy nhiên, phần lớn các loại rượu cổ truyền ở nước ta được sản xuất hoàn toàn thủ công, qui mô nhỏ, năng suất thấp, chất lượng rượu không ổn định và thường không đạt theo TCVN 7043-

¹ Viện Nghiên cứu và Phát triển Công nghệ Sinh học

2002 đặc biệt là các chỉ tiêu lý hóa và vi sinh, ảnh hưởng trực tiếp đến sức khỏe người tiêu dùng. Vì thế sản phẩm rượu không thể mở rộng thị trường và gặp khó khăn về mặt đăng ký chất lượng, nhất là trong điều kiện như hiện nay. Một trong những nguyên nhân chủ yếu quan trọng ảnh hưởng đến chất lượng rượu để lên men là phương pháp chưng cất.

Chưng cất là quá trình phân tách những thành phần riêng biệt trong một hỗn hợp chất lỏng có nhiệt độ sôi khác nhau. Hơi của những chất lỏng đó ở nhiệt độ khác nhau có áp suất riêng phần khác nhau, hơi chất lỏng nào có áp suất riêng phần lớn thì chất lỏng đó sôi ở nhiệt độ thấp hơn và dễ bay hơi hơn; như ở áp suất thường nhiệt độ sôi của rượu etylic nguyên chất là 78°C và nước là 100°C, do đó rượu dễ bốc hơi hơn nước (Võ Văn Bang & Vũ Bá Minh, 2004; Bùi Ái, 2005). Giấm chín sau khi chưng cất ta thu được cồn thô. Trong cồn thô có gần 50 tạp chất khác nhau mà dựa theo tính chất hóa học thường chia gồm 4 nhóm: andehyt, este, rượu bậc cao và axit. Nếu dựa vào tính chất lý học (đặc tính phân tách các tạp chất) thì chia làm 3 nhóm: tạp chất đầu, tạp chất cuối và tạp chất trung gian. Trong chưng cất, tùy theo tính chất của hỗn hợp các chất cần tách và độ phân tách, cũng như tính kinh tế mà có nhiều yếu tố ảnh hưởng đến quá trình này nhưng trong đó có một vài yếu tố quan trọng không thể thiếu. Tỷ số hoàn lưu là tỷ lệ giữa lượng sản phẩm hoàn lưu và lượng sản phẩm đỉnh, thường được ký hiệu là R. Tỷ số hoàn lưu để thiết kế tháp chưng cất là tỷ số hoàn lưu ứng với chi phí thấp nhất, gọi là tỷ số hoàn lưu tối ưu. Cân bằng lỏng - hơi của hỗn hợp các cấu tử có trong tháp: khoảng cách giữa đường cân bằng lỏng - hơi và đường 45° thì sự sai biệt giữa thành phần pha lỏng và pha hơi càng lớn, quá trình phân riêng càng dễ thực hiện. Khi áp suất tăng, đường cân bằng lỏng - hơi thu hẹp lại, nhiệt độ sôi cao hơn, độ bay hơi tương đối hay mức độ phân riêng giảm. Ngoài ra, các yếu tố như độ bay hơi tương đối của các cấu tử, số mâm, khoảng cách giữa các mâm, vị trí cũng như lưu lượng dòng nhập liệu, sự hình thành hỗn hợp đẳng phí, việc lựa chọn thiết bị gia nhiệt và thiết bị ngưng tụ cũng không kém phần quan trọng. Nhằm mục đích góp phần vào việc kiểm soát và cải tiến qui trình công nghệ sản xuất rượu một cách khoa học, cải tiến chất lượng sản phẩm rượu thành phẩm (đặc biệt là các chỉ tiêu lý hóa), an toàn cho người tiêu dùng và đạt tiêu chuẩn quy định của nhà nước, đề tài này thực hiện khảo sát qui trình chưng cất rượu để lên men để có thể nâng cao hiệu suất và thu sản phẩm đạt tiêu chuẩn. Ngoài ra còn khảo sát quá trình lên men rượu để được làm từ men thị trường và sử dụng men giống rượu thuần.

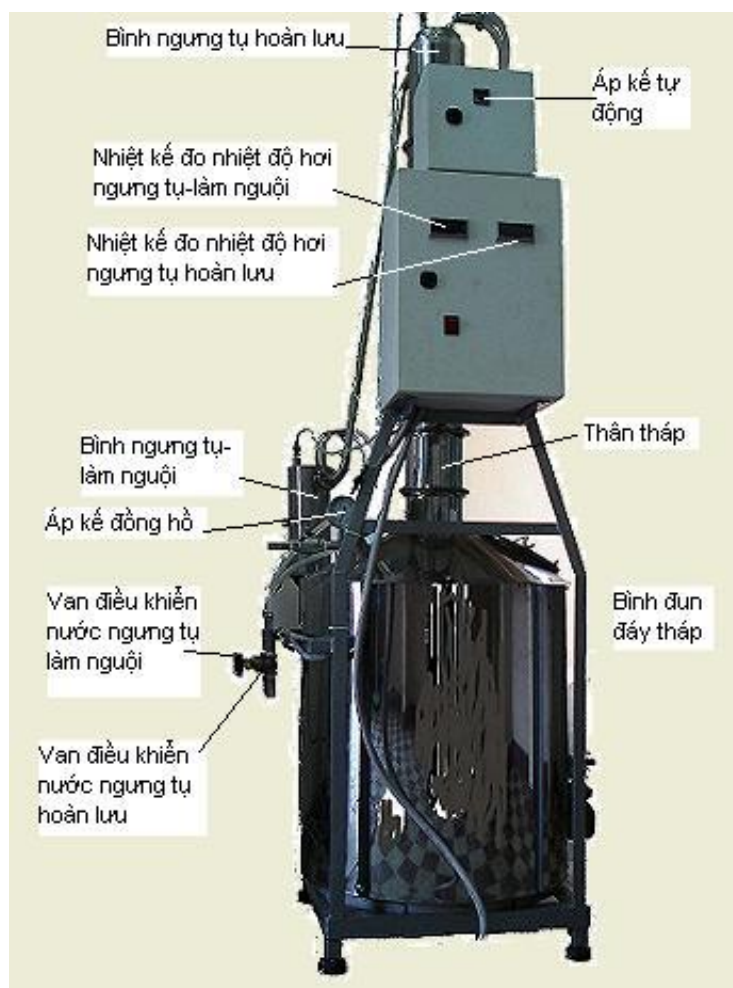
2 PHƯƠNG TIỆN VÀ PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

2.1 Nguyên liệu và hóa chất

Nguyên liệu sử dụng trong suốt quá trình nghiên cứu là nếp trắng, rượu thành phẩm được đem phân tích các chỉ tiêu lý hóa như axit, este, andehyt, metanol, furfurol. Do đó các hóa chất được sử dụng là NaOH chuẩn 0,1N, H₂SO₄ chuẩn 0,1N, cồn công nghiệp 96° của Việt Nam, Iot, Natri bisulfit, axit Cromotropic, H₂SO₄ đậm đặc, Phenolphthalien, Cồn etanol tinh khiết, Kalipermanganate, NaOH khan, Natri hydrosulfit, Kalihydrophotphat, Natri borat, Tinh bột, Anilin của Trung Quốc. HCl đậm đặc, EDTA của Merk.

2.2 Thiết bị nghiên cứu

Thiết bị chính trong đề tài là tháp chưng cất (Hình 1). Ngoài ra còn có nồi ủ, thiết bị nấu nếp, dụng cụ đo độ Brix. Dụng cụ dùng trong phân tích các chỉ tiêu lý hoá gồm có: các dụng cụ thông thường trong phòng thí nghiệm, hệ thống cất rượu mẫu, ống sinh hàn, máy đo quang phổ, bình định 1000, 500, 200, 100, 50, 25ml, bình tam giác 500, 250ml và một số dụng cụ khác.



Hình 1: Thiết bị chưng cất gián đoạn

2.3 Phương pháp nghiên cứu

2.3.1 Khảo sát một số thông số cho thiết bị chưng cất gián đoạn

Trong quá trình tham khảo tài liệu cũng như tiến hành một vài thí nghiệm thăm dò cho thấy không thể cất ở điều kiện nhiệt đun quá thấp cũng như nhiệt đun quá cao hoặc nhiệt đun cao kết hợp với lượng nước ngưng tụ lớn để thu sản phẩm có độ rượu cao vì như vậy sẽ tạo nên sự lãng phí, đồng thời có thể gây ảnh hưởng đến chất lượng sản phẩm, cũng như mất quá nhiều thời gian, do đó thí nghiệm này được thực hiện nhằm khảo sát để chọn nhiệt lượng và lượng nước ngưng tụ thích hợp cho thiết bị chưng cất để khi cất rượu từ giấm chín ta thu được sản phẩm đạt TCVN về chỉ tiêu lý hóa và tính kinh tế.

Cách thực hiện qui trình lên men rượu: dựa theo qui trình của Dung *et al.*, 2005 và Hoàng Vĩ Tài, 2006 nguyên liệu được ngâm, sau đó hấp chín, chùng giống, ủ qua giai đoạn đường hóa và lên men rượu và thu hoạch. Giâm chín được cho vào tháp chưng cất, sau đó đun hỗn hợp với áp suất P và mở nước ngưng tụ ở đỉnh tháp với lưu lượng Q và nước ngưng sản phẩm ở bình hứng sản phẩm với lưu lượng Q=50lít/giờ. Tiếp theo, sản phẩm được hứng cho đến khi đục thì ngưng. Sản phẩm sau đó được phân tích các chỉ tiêu lý hóa như: etanol, este, andehyt, metanol, furfurool.

Trong thí nghiệm này, tiến hành khảo sát với 3 thông số của áp suất P và 3 thông số của lưu lượng nước ngưng tụ sản phẩm ở đỉnh. Thí nghiệm được bố trí như sau: thí nghiệm thứ 1 (P₁=0,3kPa và Q₁=150lít/giờ), thí nghiệm thứ 2 (P₂=0,3kPa và Q₂=200lít/giờ), thí nghiệm thứ 3 (P₃=0,4kPa và Q₃=100lít/giờ), thí nghiệm thứ 4 (P₄=0,4kPa và Q₄=150lít/giờ), thí nghiệm thứ 5 (P₅=0,4kPa và Q₅=200lít/giờ) và thí nghiệm thứ 6 (P₆=0,5kPa và Q₆=100lít/giờ).

2.3.2 *Khảo sát quá trình lên men rượu sản xuất từ men thị trường và men thuần và sử dụng thiết bị chưng cất gián đoạn*

Rượu đế thành phẩm sản xuất từ men rượu thuần được phân tích và so sánh với men thị trường. Bố trí có 5 thí nghiệm như sau: thí nghiệm thứ 1 (sử dụng men Xuân Thạnh và chưng cất tại cơ sở ở Xuân Thạnh), thí nghiệm thứ 2 (sử dụng men Xuân Thạnh và chưng cất tại Viện CNSH), thí nghiệm thứ 3 (sử dụng men Gò Đen và chưng cất tại Viện CNSH), thí nghiệm thứ 4 (sử dụng men Nàng Hương và chưng cất tại Viện CNSH), thí nghiệm thứ 5 (sử dụng men thuần gồm nấm mốc *Amylomyces rouxii* và nấm men *Saccharomyces cerevisiae* và chưng cất tại Viện CNSH). Men thuần được tuyển chọn từ nghiên cứu của Dung *et. al.* 2006; 2007) và được sản xuất dựa theo qui trình của Dung *et. al.*, 2005 và Hoàng Vĩ Tài, 2006. Sản phẩm rượu được phân tích các chỉ tiêu lý hóa như: etanol, este, andehyt, metanol, furfurool.

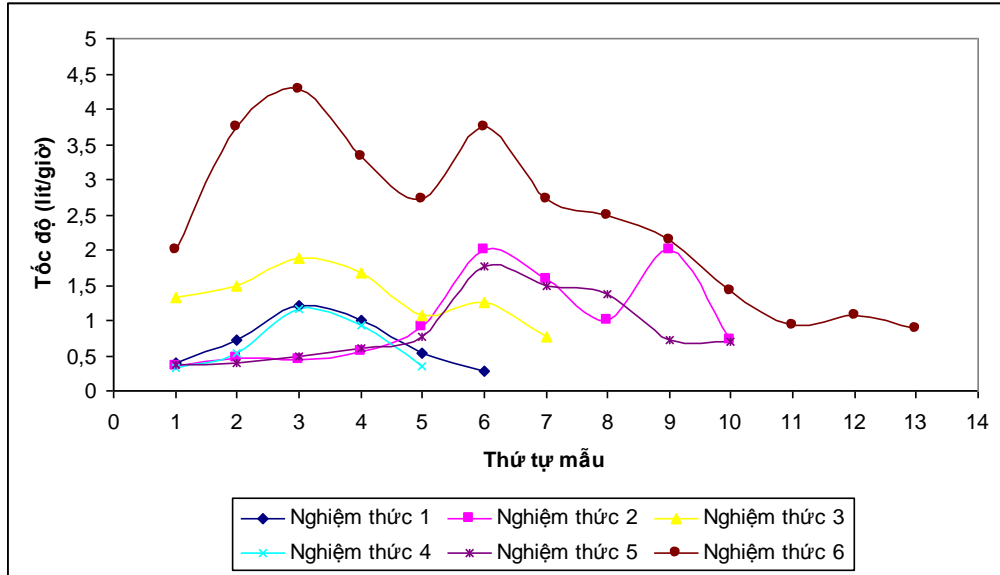
3 KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

3.1 Kết quả khảo sát một số thông số cho thiết bị chưng cất gián đo

3.1.1 *Tốc độ thu sản phẩm*

Trong quá trình ghi nhận thời gian và thể tích sản phẩm thu được thành nhiều mẫu trong suốt quá trình cất rượu, từ đó đánh giá được tốc độ thu nhận sản phẩm của từng thí nghiệm thứ và kết quả được thể hiện trong Hình 2.

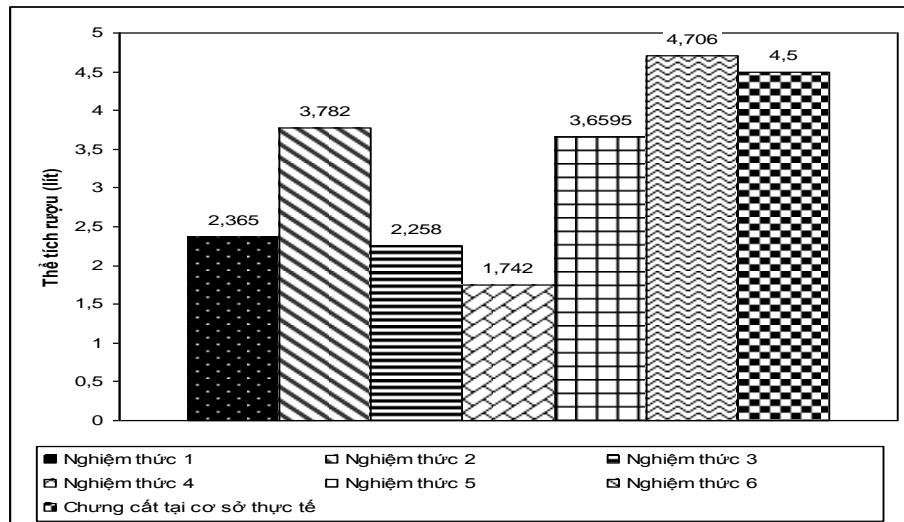
Kết quả cho thấy tốc độ thu sản phẩm của các thí nghiệm thứ đều thay đổi với quy luật gần như nhau và quy luật này lại phù hợp với lý thuyết về chưng cất gián đoạn. Đó là, giai đoạn đầu do nguyên liệu cần được đun nóng nên sản phẩm ra chưa nhiều, giai đoạn giữa lúc này nguyên liệu đã sôi và hoạt động ổn định nên tốc độ thu sản phẩm nhanh và đều, giai đoạn cuối do lượng rượu trong tháp không còn nhiều nên tốc độ thu lại giảm xuống. Kết quả cho thấy ở thí nghiệm thứ 3 (P=0,4kPa; Q=100lít/giờ) và thí nghiệm thứ 6 (P=0,5kPa; Q=100lít/giờ) tốc độ thu sản phẩm nhanh hơn các thí nghiệm thứ còn lại.



Hình 2: Tốc độ thu sản phẩm của từng nghiệm thức

3.1.2 Tổng lượng rượu

Tổng thể tích rượu thu được sau quá trình chưng cất và được quy đổi về thể tích rượu ở 20°C và độ rượu 100° được trình bày trong Hình 3. Tổng lượng rượu thu được là ổn định đối với lượng giảm chín đầu vào gần giống nhau. Lượng rượu thu được ở nghiệm thức 6 ($P=0,5\text{kPa}$; $Q=100\text{lít/giờ}$) cao hơn so với sử dụng hệ thống cất tại địa phương.

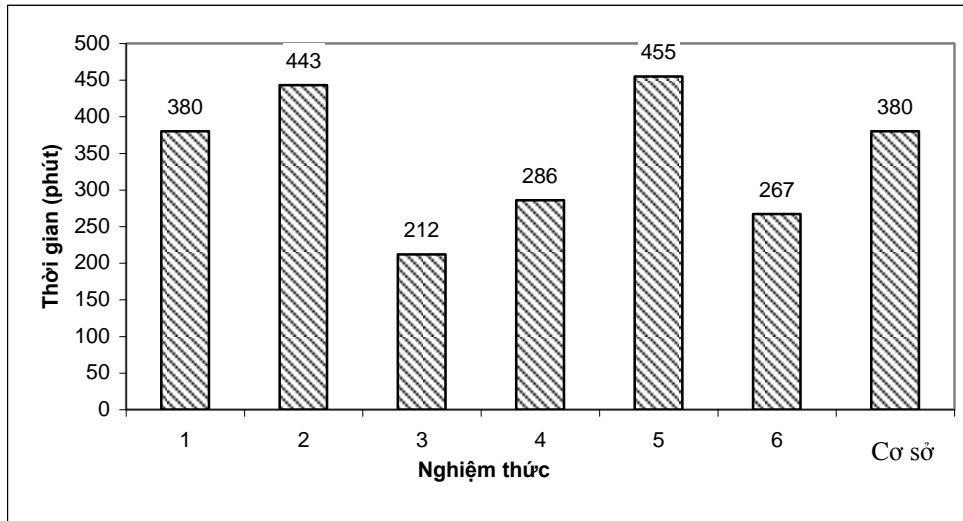


Hình 3: Tổng lượng rượu thu được sau quá trình chưng cất

3.1.3 Tổng thời gian

Thời gian của từng nghiệm thức được ghi nhận và trình bày ở Hình 4. Với kết quả thể hiện trên đồ thị thì thời gian chưng cất ở nghiệm thức ($P=0,4\text{kPa}$; $Q=100\text{lít/giờ}$) sẽ tiết kiệm gần nửa thời gian so với các nghiệm thức khác (cùng nguyên liệu đầu vào). So với thực tế sản xuất thì với cùng một thể tích nguyên liệu

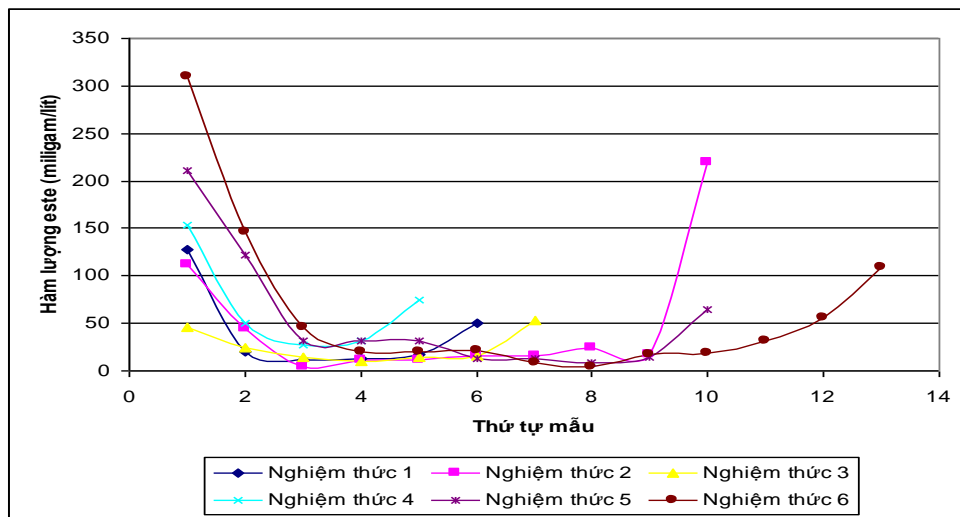
đầu vào và thể tích sản phẩm đầu ra thì thời gian chưng cất của nghiệm thức 6 (P=0,5kPa; Q=100lít/giờ) là 267 phút còn thực tế ở cơ sở sản xuất là 380 phút.



Hình 4: Tổng thời gian chưng cất của các nghiệm thức

3.1.4 Hàm lượng este

Rượu sau chưng cất được phân tích để xác định hàm lượng este theo phương pháp được quy định trong TCVN 378 - 1986, kết quả được trình bày trong Hình 5. Với quy định cho phép của este trong rượu trắng là 200mg/lít) thì kết quả cho thấy hầu hết các mẫu của các nghiệm thức đều đạt, chỉ có một vài mẫu đầu vượt quá quy định nhưng trong sản xuất thường thì những mẫu đầu chiếm khoảng 5% và được bỏ đi, để khi phối trộn tránh làm tăng hàm lượng este cho rượu ở giai đoạn sau.

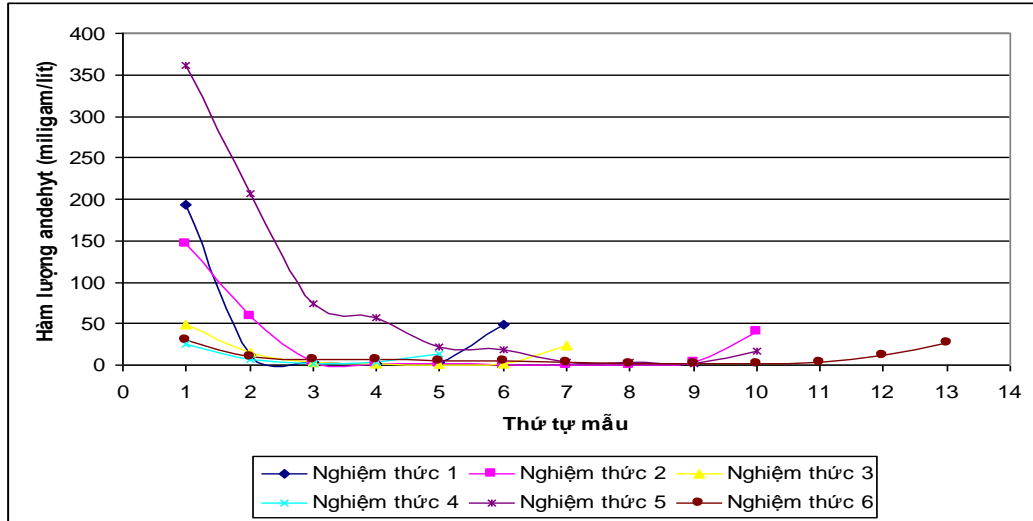


Hình 5: Hàm lượng este của các sản phẩm chưng cất ở các nghiệm thức

3.1.5 Hàm lượng andehyt

Hàm lượng andehyt được xác định bằng phương pháp Iot theo hướng dẫn của TCVN 378 - 1986, kết quả được trình bày ở Hình 6. Andehyt là một trong các chỉ tiêu quan trọng trong rượu trắng và trong thực tế sản xuất thì andehyt thường vượt

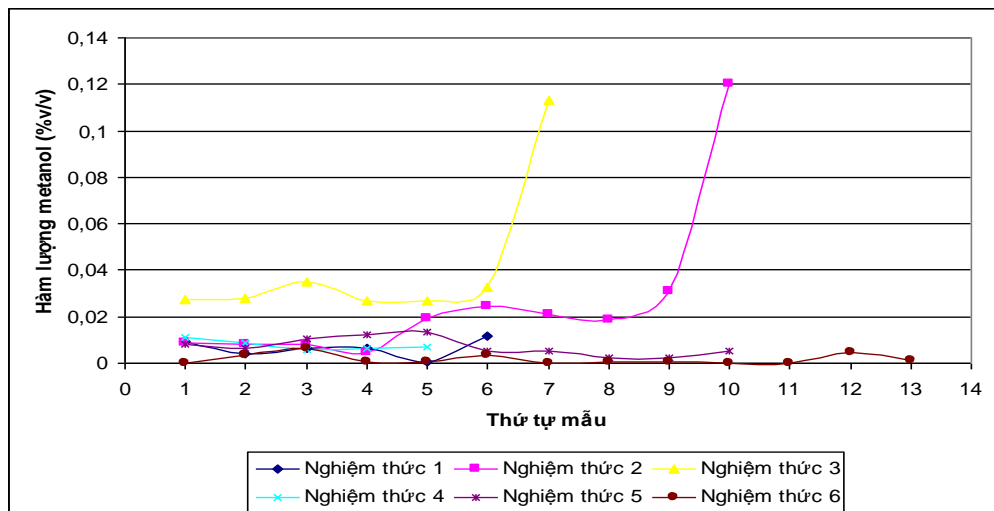
quá quy định (50mg/lit). Kết quả trên đồ thị cho thấy chỉ tiêu andehyt đa số đều đạt, trong đó ở nghiệm thức 6 (P=0,5kPa; Q=100lít/giờ) và nghiệm thức 3 (P=0,4kPa; Q=100lít/giờ) hàm lượng andehyt đạt và rất thấp so với chuẩn quy định.



Hình 6: Hàm lượng andehyt của các sản phẩm chưng cất ở các nghiệm thức

3.1.6 Hàm lượng metanol

Theo Quyển Thường quy kỹ thuật xác định metanol trong rượu thì metanol được xác định bằng phương pháp đo độ hấp thụ quang và kết quả được trình bày ở Hình 7. Kết quả từ đồ thị trên cũng tương đồng với thực tế sản xuất, đó là hàm lượng metanol trong rượu từ rất thấp đến không có. Kết quả cho thấy mẫu số 7 của nghiệm thức 3 (P=0,4kPa; Q=100lít/giờ) và mẫu số 10 của nghiệm thức 5 (P=0,4kPa; Q=200lít/giờ) là vượt quy định (0,1%v/v) nhưng không nhiều. Tuy vậy có thể thấy rằng trong trường hợp này các mẫu thu hoạch với nồng độ rượu cao, chưa được phối trộn và pha loãng nên kết quả phân tích nói chung là đạt yêu cầu.



Hình 7: Hàm lượng metanol của các sản phẩm chưng cất ở các nghiệm thức

3.1.7 Hàm lượng furfurool

Theo TCVN 7043-2002 furfurool trong mẫu rượu chỉ được hiện diện ở mức độ là vết. Bằng phương pháp so màu được quy định trong TCVN - 71 thì hàm lượng furfurool trong rượu được xác định. Kết quả cho thấy ở hầu hết các nghiệm thức đều không phát hiện dấu hiệu có sự hiện diện của furfurool. Tuy nhiên ở một số ít mẫu cho thấy sự hiện diện của furfurool và thường xuất hiện nhiều ở các mẫu cuối vì khi đó một phần tinh bột còn sót sau quá trình lên men và bị đun trong thời gian dài nên bị phân hủy tạo thành furfurool và một số chất khác.

Tóm lại, từ các kết quả đã được trình bày cho thấy phần lớn các nghiệm thức khác nhau nếu chung cất với cùng lượng nguyên liệu đầu vào thì thu được lượng rượu là gần bằng nhau, đôi khi còn có vài thông số lý hóa trong sản phẩm là gần như nhau nhưng có sự khác biệt lớn giữa các nghiệm thức đó là tốc độ thu sản phẩm và tổng thời gian chung cất là khác nhau, đây cũng là một trong những chỉ tiêu quan trọng bên cạnh năng suất và các tính chất lý hóa của sản phẩm trong sản xuất rượu. Hai nghiệm thức có kết quả đạt tốt nhất về các mặt, đó là nghiệm thức 3 (P=0,4kPa; Q=100lít/giờ) và nghiệm thức 6 (P=0,5kPa; Q=100lít/giờ): thể hiện cho năng suất cao, tiết kiệm thời gian, công lao động và sản phẩm thu được đạt tiêu chuẩn hiện hành về lý hóa trong rượu trắng như este, andehyt, metanol, furfurool.

3.2 Khảo sát quá trình lên men rượu sản xuất từ men thị trường và men thuần và được chưng cất bằng thiết bị chưng cất gián đoạn

Rượu đế thành phẩm sản xuất từ men rượu thuần được phân tích và so sánh với men thị trường. Kết quả chung cất các mẫu rượu được trình bày trong Bảng 1. Nghiệm thức 6 (P=0,5kPa; Q=100lít/giờ) được chọn từ thí nghiệm trước để áp dụng cho qui trình chưng cất tại Viện NC & PT CNSH.

Bảng 1: Kết quả phân tích lý hóa của rượu thành phẩm ở các nghiệm thức

Chỉ tiêu	Nghiệm thức 1 ¹	Nghiệm thức 2 ²	Nghiệm thức 3 ³	Nghiệm thức 4 ⁴	Nghiệm thức 5 ⁵	TCVN ⁶ 7043:2002
Độ cồn (%v/v)	51	50	50	50	50	
Este (mg/L)	0	31.68	14.07	23.63	19.86	200
Andehyt (mg/L)	188	36.96	22.44	21.12	7.04	50
Metanol (% v/v)	0	0	0	0	0	0.1
Furfurool (ppm)	0	0	0	0	0	Vết

¹ sử dụng men Xuân Thạnh và chưng cất tại cơ sở ở Xuân Thạnh; ² sử dụng men Xuân Thạnh và chưng cất tại Viện CNSH; ³ sử dụng men Gò Đen và chưng cất tại Viện CNSH; ⁴ sử dụng men Nàng Hương và chưng cất tại Viện CNSH; ⁵ sử dụng men thuần và chưng cất tại Viện CNSH; ⁶ tiêu chuẩn đạt yêu cầu.

Kết quả cho thấy các mẫu rượu được chưng cất từ tháp chưng cất gián đoạn tại Viện CNSH đều đạt chất lượng về chỉ tiêu lý hóa theo TCVN. Tháp chưng cất hoạt động rất có hiệu quả, làm giảm một cách đáng kể các tạp chất trong quá trình chưng cất, đặc biệt là chỉ tiêu andehyt.

4 KẾT LUẬN

Kết quả khảo sát thiết bị chưng cất gián đoạn bước đầu đã tìm ra hai thông số về nhiệt đun và lưu lượng nước ngưng tụ sao cho tháp hoạt động với lượng nhiệt cung

cấp và lượng nước ngưng thấp nhất nhưng vẫn đảm bảo cho rượu thu được nhiều và nhanh hơn so với các thiết bị chưng cất thô sơ mà các cơ sở vẫn đang dùng hiện nay, mà vẫn đạt được các chỉ tiêu về lý hóa trong rượu, đặc biệt khi sử dụng men thuần hàm lượng andehyt thấp hơn rất nhiều so với tiêu chuẩn cho phép. Nghiệm thức gồm P=0,5kPa và Q=100lít/giờ và nghiệm thức P=0,4kPa và Q=100lít/giờ hoạt động tốt cho thể tích nhập liệu từ 25 – 40lít. Những kết quả này phần nào đáp ứng được nhu cầu của các cơ sở sản xuất với quy mô nhỏ.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- Bùi Ái 1005. Công nghệ lên men ứng dụng trong Công nghệ thực phẩm. Nhà xuất bản Đại học quốc gia TP. Hồ Chí Minh.
- Dung, N.T.P., Rombouts, F.M., and Nout, M.J.R. 2005. Development of defined mixed-culture fungal fermentation starter granulate for controlled production of rice wine. *Innovative Food Science and Emerging Technologies* 6, 429-441.
- Dung, N.T.P., Rombouts, F.M., and Nout, M.J.R. 2006. Functionality of selected strains of moulds and yeasts from Vietnamese rice wine starters. *Food Microbiology* 23, 331-340.
- Dung, N.T.P., Rombouts, F.M., and Nout, M.J.R. 2007. Characteristics of some traditional Vietnamese starch-based rice wine fermentation starters (men). *Food Science and Technology/LWT* 40, 130-135.
- Hoàng Vĩ Tài 2006. Nghiên cứu sản xuất men rượu đế thuần. Luận văn tốt nghiệp Thạc sĩ chuyên ngành Công nghệ Sinh học. Viện Nghiên cứu và Phát triển Công nghệ Sinh học. Đại học Cần Thơ.
- Nguyễn Đức Lượng 2004. Công nghệ vi sinh vật. Tập 3. Nhà xuất bản Đại học Kỹ thuật TP. Hồ Chí Minh.
- Nout, M. J. R., and Aidoo, K. E. 2002. Asian Fungal Fermented Food. In *The Mycota. Vol. X "Industrial applications"*. Ed. H. D. Osiewacz, pp. 23-47. Berlin-Heideberg- New York: Springer-Verlag.
- Tiêu chuẩn Việt Nam - TCVN 7043 : 2002. 2002. Rượu trắng - Qui định kỹ thuật. Hà Nội.
- Võ Văn Bang và Vũ Bá Minh. 2004. Quá trình và Thiết bị Công nghệ hóa học và Thực phẩm. Tập 3. Nhà xuất bản Đại học quốc gia TP. Hồ Chí Minh.