

PHÂN TÍCH MÙI THƠM CỦA GẠO JASMINE 85

Mã Thái Hòa¹ và Lê Ngọc Thạch²

ABSTRACT

A lot of volatile compounds were indentified in Jasmine 85 rice flavour. Solid phase microextraction (SPME) combined with gas chromatograph - mass spectrophotometer (GC-MS) can analysed directly these compounds. Besides, two classical methods such as maceration and simultaneous distillation extraction (SDE) are still used.

Keywords: *Jasmine 85 rice, 2-acetyl-1-pyrroline, simultaneous distillation extraction, solid phase microextraction, maceration*

Title: *Study of Jasmine 85 rice flavour*

TÓM TẮT

Nhiều hợp chất dễ bay hơi được xác định trong mùi thơm của gạo Jasmin 85. Sự vi ly trích pha rắn kết hợp với sắc ký khí ghép khối phổ có thể phân tích trực tiếp mùi thơm này. Bên cạnh đó hai phương pháp xác định truyền thống, là chưng cất và ly trích đồng thời, và tẩm trích, cũng được sử dụng.

Từ khóa: *gạo Jasmin 85, 2-acetylpirolin, sự vi ly trích pha rắn, chưng cất và ly trích đồng thời, tẩm trích*

1 ĐẶT VẤN ĐỀ

Gạo là sản phẩm của Lúa (*Oryza sativa* Linn.) [1] có được sau khi làm tróc đi vỏ trấu của trái Lúa. Gạo có rất nhiều loại khác nhau tùy vào sự lai tạo của cây lúa. Giá trị của gạo qua cảm nhận trực tiếp không chỉ là hình dạng hạt gạo mà còn là mùi thơm đặc trưng của từng loại gạo. Do đó từ ngàn đời, gạo thơm bao giờ cũng có một giá trị không thể phủ nhận được. Gạo thơm Jasmine 85 (tác giả Đỗ Khắc Thịnh, Đào Minh Sô, Trương Thị Hoài Nam và Trần Tiến Khải, Viện Khoa học Kỹ thuật Nông nghiệp miền Nam, dòng lai IR 841-85 của Viện Lúa Quốc tế, 1993) được trồng phổ biến ở đồng bằng sông Cửu Long trong thời gian gần đây [2], không những góp phần đa dạng cho gạo thơm Việt Nam mà còn đóng góp tích cực trong việc cạnh tranh thị trường gạo trong nước và xuất khẩu.

Trên thế giới, nhiều nghiên cứu về mùi thơm của gạo đã được thực hiện [3-6], nhất là tại các quốc gia mà gạo là sản phẩm nông nghiệp chủ lực [7-10], chủ yếu trên các phương pháp ly trích và thành phần hóa học mùi thơm của gạo.

Do đó, để xác nhận giá trị khoa học cho gạo thơm Việt Nam nói chung, gạo Jasmin 85 nói riêng, chúng tôi tiến hành nghiên cứu và báo cáo đề tài này.

¹ Bộ môn Ứng dụng Chất dẻo Linh hoạt và Vật liệu Nano, Khoa Khoa học Ứng dụng, Đại học Trà Vinh

² Bộ môn Hóa học Hữu cơ, Khoa Hoá học, Đại học Khoa học Tự nhiên, Đại học Quốc Gia Tp Hồ Chí Minh

2 NGUYÊN LIỆU VÀ PHƯƠNG PHÁP

2.1 Nguyên liệu

Jasmine 85 (hột giống, thu hoạch trong vụ gần nhất, không qua tồn trữ) mua từ Viện Nghiên cứu Phát triển đồng bằng sông Cửu Long, xay thành gạo tại Bộ môn Máy Nông nghiệp và Công nghệ Sau thu hoạch, Khoa Công nghệ, Trường Đại học Cần Thơ.

2.2 Ly trích

2.2.1 Phương pháp vi ly trích pha rắn (Solid Phase Microextraction, **SPME**) (A) [11]:

Cân 1,5 g gạo cho vào lọ 10 mL, thêm 200 μ L nước vào lọ, đậy nắp. Đun ở nhiệt độ 80 °C, khuấy từ 250 vòng/phút trong 5 phút. Sau 5 phút, sử dụng fiber holder đưa sợi hấp thu vào lọ (Phụ lục 1). Giai đoạn hấp thu kéo dài trong 15 phút ở 80 °C. Sau đó mẫu được bơm trực tiếp vào máy sắc kí khí cũng qua trung gian của fiber holder.

2.2.2 Phương pháp chưng cất và ly trích đồng thời (Simultaneous Distillation Extraction, **SDE**) (B) [4,12]:

Cho 100 g gạo, 640 ml nước và 64 g MgSO_4 vào bình cầu 2.000 ml và 50 ml diclorometan vào bình cầu 250 ml của hệ thống ly trích Likens-Nickerson (Phụ lục 2). Đun sôi 2 bình cầu. Quá trình ly trích được thực hiện trong 2 giờ. Để nguội, ly trích hỗn hợp tinh dầu và nước bằng diclorometan. Làm khan nước dung dịch tinh dầu bằng Na_2SO_4 . Lọc, sau đó cô quay thu hồi dung môi, thu tinh dầu sản phẩm.

2.2.3 Phương pháp tẩm trích (maceration) (C) [13]:

Cho 50 g gạo xay và 150 ml dung môi diclorometan vào erlen 1.000 ml (Phụ lục 3). Sau đó tiến hành khuấy từ ở nhiệt độ phòng trong những khoảng thời gian nhất định. Lọc, làm khan, lọc chất làm khan, cô quay thu hồi dung môi, thu được nhựa dầu. Lấy một khối lượng xác định nhựa dầu hòa tan vào etanol (1 g nhựa dầu với 10 ml etanol). Tiến hành lọc lạnh (4-5 °C) với phễu lọc xốp đặc biệt có hệ thống nước lạnh chạy qua. Phần không tan trong etanol sẽ được loại bỏ, dung dịch etanol qua lọc có màu vàng. Cô quay thu hồi dung môi etanol, thu tinh dầu tuyệt đối.

2.3 Xác định

2.3.1 GC/FID: HP 6890N (G1540N), Agilent Technologies. Inlet:

Bơm mẫu ở chế độ không chia dòng. Cột: Agilent 19091J-113 ZB-5, 5% polisilarilen, 30 m x 250 μ m x 0,25 μ m. Chương trình nhiệt: 40 °C (giữ yên 5 phút), tăng 3 °C/phút đến 115 °C, tăng 30 °C/phút đến 220 °C (giữ yên 5 phút).

2.3.2 GC/MS: HP 6890N (G1530N), Agilent Technologies. Inlet:

Bơm mẫu ở chế độ không chia dòng. Cột: Agilent 19091J-413 ZB-WAX, 30 m x 250 μ m x 0,25 μ m. Chương trình nhiệt: 40 °C, tăng 6 °C/phút đến 220 °C (giữ yên 3 phút).

3 KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

3.1 Phương pháp vi ly trích pha rắn

Xác định được nồng độ 2-acetilpirolin trong gạo Jasmin 85 là 1,25 ppb [14].

3.2 Phương pháp chưng cất và ly trích đồng thời

Tiến hành chưng cất và ly trích tinh dầu theo thời gian. Hàm lượng tinh dầu đạt mức cao nhất là 0,029% sau 2 giờ chưng cất.

3.3 Phương pháp tẩm trích

Khuấy từ ở nhiệt độ phòng trong những khoảng thời gian nhất định. Hàm lượng nhựa dầu thu được cao nhất là 0,32% sau 4 giờ tẩm trích.

3.4 Tổng kết ba phương pháp ly trích

Bảng 1: So sánh các phương pháp ly trích

Phương pháp	Sản phẩm	Hàm lượng (%)	Màu sắc và mùi
A	Không có	-	-
B	Tinh dầu	0,029	Trắng đục, mùi com
C	Nhựa dầu	0,320	Vàng, mùi lá dứa

Kết quả bảng 1 cho thấy, sự ly trích bằng phương pháp tẩm trích cho hàm lượng cao hơn so với phương pháp chưng cất và ly trích đồng thời.

Phương pháp vi ly trích pha rắn hấp phụ các chất hữu cơ từ pha khí, sau đó bơm trực tiếp vào máy do đó không thể nhận biết được hiệu suất, mùi và màu sắc của sản phẩm. Đây cũng là nhược điểm của phương pháp này.

Sản phẩm từ phương pháp tẩm trích giữ được mùi lâu hơn so với sản phẩm từ phương pháp chưng cất và ly trích đồng thời bằng dung môi.

3.5 Thành phần hóa học

Bảng 2: Thành phần hóa học theo phương pháp ly trích

Stt	Cấu phần (GC/MS)	% (GC/FID)		
		A	B	C
1	Decan	0,32	-	-
2	Hexanal	1,03	-	-
3	Undecan	1,16	-	-
4	Dodecan	1,04	-	0,04
5	Limonen		0,96	-
6	Eicosan	0,61		
7	Tridecan	3,03	-	-
8	Ciclohexanon	-	0,47	0,06
9	(Z)-2-Heptenal	-	-	0,04
10	2-Acetilpirolin	3,99	-	-
11	4-Metiltridecan	1,34	-	-
12	3-Metiltridecan	2,04	0,53	0,03
13	Nonanal	13,29		
14	Tetradecan	-	1,98	0,12
15	5-Metiltetradecan	1,22	-	-

16	4-Metiltetradecan	0,59	-	-
17	3-Metiltetradecan	0,60	-	-
18	Copaen	-	0,20	-
19	Pentadecan	3,54	0,21	-
20	Decanal	2,49	0,17	-
21	(E)-2-Nonenal	1,05	-	-
22	4-Metilpentadecan	0,38	-	-
23	2-Metilpentadecan	0,39	0,05	-
24	Longifolen	0,51	-	-
25	3-Metilpentadecan	-	1,02	0,04
26	α -Bergamoten	-	0,27	-
27	Hexadecan	4,30	-	0,14
28	Cariophilen	-	7,97	-
30	2,6,11-Trimetildodecan	-	0,16	-
31	Pentacosan	-	0,05	-
32	1-Hexadecen	-	0,19	-
33	Mentol	0,74	-	-
34	(E)-2-Decenal	-	-	0,06
35	3-Metilhexadecan	-	0,05	-
36	2,6,10,14-Tetrametilpentadecan	1,25	-	-
37	α -Cariophilen	-	1,12	-
38	Metilchavicol	-	0,13	-
39	Heptadecan	-	0,61	0,03
40	(Z)-8-Hexadecen	-	0,06	-
41	β -Bisabolen	-	0,45	-
42	Naptalen	0,93	-	-
43	2-Metilheptadecan	-	0,17	-
44	δ -Cadinen	-	0,46	-
45	3-Metilheptadecan	-	1,36	0,05
46	2,6,10,14-Tetrametilhexadecan	0,28	-	-
47	Octadecan	1,22	2,57	0,14
48	(E,E)-2,4-Decadienal	-	-	0,06
49	Anetol	2,31	1,39	0,26
50	Octacosan	-	0,26	-
51	Nonadecan	0,50	0,79	0,01
52	3-Metiloctadecan	-	0,21	-
53	2-Metilnonadecan	-	0,18	-
54	3-Metilnonadecan	-	-	0,04
55	3-Metileicosan	-	1,49	-
56	1-Octadecen	-	0,29	-
57	Oxid cariophilen	-	1,08	-
58	Eicosan	-	2,79	0,37
59	Acid tetradecanoic	-	1,24	1,69
60	2-Pentadecanon	-	1,37	-
61	4-Metoxibenzaldehyd	-	-	0,03
62	Nerolidol	-	1,11	-

63	1-Eicosen	-	0,21	-
64	Acid octanoic	-	-	0,10
65	Heneicosan	-	0,57	-
66	6,10,14-Trimetil-2-pentadecanon	0,27	0,80	0,04
67	3-Metilheneicosan	-	0,37	-
68	5-Metilheneicosan	-	0,39	-
69	(<i>E</i>)-3-Eicosen	-	0,63	-
70	Docosan	-	1,10	-
71	α -Cubeben	-	0,48	-
72	Hexadecanoat metil	-	1,10	0,07
73	2-Heptadecanon	-	0,62	-
74	1-Nonadecen	-	0,40	0,02
75	Hexadecanoat etil	-	0,32	0,16
76	1-(3-Metil-2-butenoxi)-4-(1-propenil)benzen	-	1,70	0,02
78	2,4-Di- <i>tert</i> -butylphenol	-	0,28	-
79	Thunbergol	-	0,34	-
81	Farnesol	-	0,34	-
82	Apiol	-	0,36	1,42
84	Acid (<i>Z,Z</i>)-9,12-octadecadienoic	-	-	8,50
85	Adipat diisooctil	-	0,21	-
86	Tetracosan	-	0,49	-
87	Octadecanoat metil	-	0,11	-
88	<i>trans</i> -8-Octadecenoat metil	-	0,57	-
89	8-Heptadecen	-	0,10	-
90	(<i>Z</i>)-2-Metil-4-tetradecen	-	0,12	-
91	Acetat 13-tetradecen-1-il	-	0,13	-
92	Indol	-	0,36	-
94	8,11-Octadecadienoat metil	-	0,48	-
95	Tricosan	-	0,96	-
96	Acid dodecanoic	0,26	1,10	-
98	Linoleat etil	-	0,18	-
99	<i>cis-p</i> -Ment-8(10)-en-9-ol	-	0,17	-
101	1-Octadecen	-	0,43	-
102	Hexacosan	-	0,50	-
103	Phitol	-	0,15	-
104	Acid (<i>E</i>)-9-octadecenoic	-	-	30,81
105	Acid <i>n</i> -hexadecanoic	0,73	24,88	26,72
Tổng cộng		52,48	74,89	73,72

Các hợp chất dễ bay hơi điển hình có trong gạo thơm ở những nghiên cứu trước đây [3,4,5,6] như nonanal, (*E*)-2-nonenal, hexanal, decan, hexadecan, 2-acetilpirolin cũng được tìm thấy trong gạo Jasmine 85.

Bên cạnh đó còn tìm thấy được nhiều acid béo chiếm tỉ lệ tương đối cao có trong gạo Jasmine 85 như acid *n*-hexadecanoic, acid (*E*)-9-octadecenoic, acid (*Z,Z*)-9,12-octadecadienoic.

Quá trình chưng cất có thể làm phân hủy những hợp chất kém bền nhiệt và đưa đến sự xuất hiện một số hợp chất mới.

Trong phương pháp tầm trích, khi lọc những hợp chất không tan trong etanol lạnh có thể vẫn không loại hết những chất cần loại trong nhựa dầu.

Những việc nói trên đưa đến kết quả là không thể định danh chính xác toàn bộ các hợp chất bay hơi có trong gạo. Do đó sử dụng phương pháp SPME để xác định trực tiếp các hợp chất vừa kê trên có lẽ là thích hợp nhất.

4 KẾT LUẬN

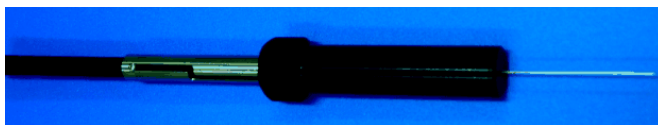
- Nồng độ 2-acetylpirolin trong gạo Jasmin 85 là 1,25 ppb.
- Phương pháp vi ly trích trên pha rắn có các cấu phần chính là nonanal, decanal, 2-acetylpirolin.
- Phương pháp chưng cất và ly trích đồng thời có cấu phần chính là cariophilen, anetol, acid *n*-hexadecanoic.
- Phương pháp tầm trích có các cấu phần chính là acid (*E*)-9-octadecenoic, acid *n*-hexadecanoic.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

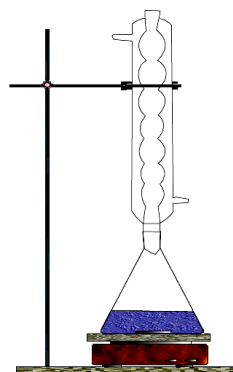
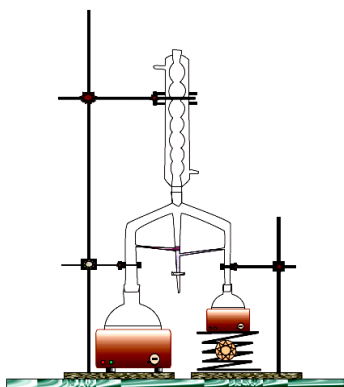
1. Phạm Hoàng Hộ. *Cây Cỏ Miền Nam Việt Nam*, Q. II. Trung tâm Học liệu, Bộ Giáo dục, Sài Gòn. 871 (1972).
2. Nguyen Huu Nghia, Bui Chi Buu, Luu Ngoc Trinh, Le Vinh Thao. *In speciality rices of the world*, FAO Ed. 201-203 (2001).
3. R. G. Buttery, J. G. Turnbaugh, L. C. Ling. *J. Agric. Food Chem.* 35, 1006-1009 (1988).
4. C. M. Paule, J. J. Powers. *Journal of Food Science* 54(2), 343-346 (1989).
5. M. Petrov, Marc Danzart, Pierre Giampaolo, Jaques Faure, Hubert Richard. *Sciences Des Aliments* 16, 347-360 (1996).
6. R. Widjaja, J. D. Craske, M. Wooton. *J. Sci. Food Agric.* 70, 151-161 (1996).
7. I. Yajima, T. Yanai, M. Nakamura, H. Sakakibara, K. Hayashi. *Agri. Biol. Chem.* 43, 2425-2430 (1979).
8. Varaporn Laksanalamai, Sarath Ilgantileke. *Cereal Chemistry* 70(4), 381-384 (1993).
9. N. Sunthonvit, G. Srzednicki, J. Craske. *Journal of Food Science* 23(7), 1407-1418 (2005).
10. A. B. Nadaf, S. Krishnan, K. V. Wakte. *Curent Science* 91(11), 1533-1536 (2006).
11. Casey C. Grimm, Elaine T. Champagne. In *Flavor, Fragrance and Odor Analysis*. Edited by Ray Marsili, Marcel Decker, New York, 229-246 (2002).
12. Peter Werkhoff, Stefan Brennecke, Wilfried Bretschneider, Heinz-Jurgen Bertram. In *Flavor, Fragrance, and Odor Analysis*, Edited by Ray Marsili, Marcel Decker, New York, 141-156 (2002).
13. Lê Ngọc Thạch. *Tinh dầu*, Nhà Xuất bản Đại học Quốc gia, Thành phố Hồ Chí Minh, 69-75 (2003).
14. R. G. Buttery, L. C. Ling, B. O. Juliano, J. G. Turnbaugh. *J. Agric. Food Chem.* 31, 823-826 (1983).
15. T. Yoshihashi, Nguyen Thi Thu Huong, Hideo Inatomi. *J. Agric. Food Chem.* 70, 151-161 (1996).

16. F. Gray, Phan Phuoc Hien, C. Mestres, M. Laguerre, J. Ringuet. *Tuyển tập các Công trình Hội nghị Khoa học và Công nghệ Hóa Hữu cơ Toàn quốc lần thứ ba, Hà Nội, 31/11-2005. 450-455 (2005).*

PHỤ LỤC



Phụ lục 1: SupelcoTM SPME fiber holder



Phụ lục 2: Hệ thống ly trích Likens-Nickerson Phụ lục 3: Hệ thống tẩm trích