

BỘ GIÁO DỤC VÀ ĐÀO TẠO

ĐẠI HỌC ĐÀ NẴNG

ĐÀO THỊ NGỌC LAN

**NGHIÊN CỨU ỨNG DỤNG PHẨM MÀU ANNATTO
CỦA HẠT ĐIỀU NHUỘM ĐỂ NHUỘM MÀU
MỘT SỐ THỰC PHẨM**

**Chuyên ngành: Hóa hữu cơ
Mã số: 60 44 27**

TÓM TẮT LUẬN VĂN THẠC SĨ KHOA HỌC

Đà Nẵng – Năm 2011

Công trình được hoàn thành tại
ĐẠI HỌC ĐÀ NẴNG

Người hướng dẫn khoa học: GS.TS. ĐÀO HÙNG CƯỜNG

Phản biện 1: PGS.TS. Lê Tự Hải

Phản biện 2: TS. Trịnh Đình Chính

Luận văn sẽ được bảo vệ tại Hội đồng chấm Luận văn tốt nghiệp
thạc sĩ khoa học họp tại Đại học Đà Nẵng vào ngày 30 tháng 12
năm 2011

Có thể tìm hiểu luận văn tại:

- Trung tâm Thông tin- Học liệu, Đại học Đà Nẵng
- Thư viện trường Đại học Sư phạm, Đại học Đà Nẵng

MỞ ĐẦU

1. Lý do chọn đề tài

Phẩm màu là chất phụ gia thực phẩm được sử dụng rất nhiều trong chế biến thực phẩm. Phẩm màu thực phẩm được thêm vào thực phẩm để thay thế các màu sắc bị mất trong quá trình sản xuất hay làm cho thực phẩm trông hấp dẫn hơn. Ngày nay, có rất nhiều chất được sử dụng làm phẩm màu. Tuy nhiên chỉ những phẩm màu ít độc, không bị biến chất, phân huỷ trong quá trình chế biến (đun nóng, lên men...), không lẫn các tạp chất độc hại...mới được sử dụng trong chế biến thực phẩm.

Việc thay thế các chất màu tổng hợp bằng các chất màu có sẵn từ thực phẩm tự nhiên trong chế biến thực phẩm không những giúp chúng ta có được màu sắc hấp dẫn cho thực phẩm mà còn có thể làm tăng giá trị dinh dưỡng của thực phẩm nữa. Sở dĩ có thể nói như vậy vì trong các chất màu thực phẩm tự nhiên, ngoài các thành phần chất màu riêng biệt cho từng loại màu sắc, chúng còn chứa các thành phần có hoạt tính sinh học khác như vitamin, axit hữu cơ, glycozit, các chất thơm và các nguyên tố vi lượng... Trong tự nhiên, các chất màu phổ biến thường gặp như màu vàng của nghệ, màu đỏ vàng của điều nhuộm, màu tím của lá cẩm, màu xanh của lá dứa hay màu đen của lá gai... Về thực chất, những chất màu hay được sử dụng đều là những thành phần dễ trích ly, tạo được màu sắc và mùi thơm cho thực phẩm theo yêu cầu của người chế biến.

Phẩm màu annatto lấy từ hạt điều nhuộm là một phẩm màu tự nhiên có nguồn gốc lâu đời, được sử dụng rất phổ biến. Hạt điều nhuộm trong đó có chứa chất bixin màu đỏ, norbixin màu vàng, là thành phần chính của phẩm màu annatto. Ở nước ta, việc ứng dụng phẩm màu này để nhuộm màu trong thực phẩm vẫn chưa được áp

dụng một cách rộng rãi. Vì vậy, chúng tôi quyết định chọn đề tài **“Nghiên cứu ứng dụng phẩm màu annatto của hạt điều nhuộm để nhuộm màu một số thực phẩm”** để có thể mở rộng phạm vi ứng dụng của phẩm màu annatto.

2. Mục đích nghiên cứu

Quá trình chiết tách phẩm màu annatto từ hạt điều nhuộm và ứng dụng phẩm màu annatto làm phẩm màu thực phẩm.

3. Đối tượng và phạm vi nghiên cứu

Hạt điều nhuộm, phẩm màu annatto chiết từ hạt điều nhuộm bằng dầu shortening và dung dịch kiềm.

Quá trình thực nghiệm được tiến hành ở phòng thí nghiệm Hóa học, trường Đại học Sư phạm Đà Nẵng.

4. Phương pháp nghiên cứu

Nghiên cứu lý thuyết

Nghiên cứu thực nghiệm

Phương pháp vật lý

- Thu gom và xử lý mẫu hạt cây điều nhuộm thô.
- Xác định độ ẩm toàn phần.
- Xác định hàm lượng tro và hàm lượng kim loại.

Phương pháp hóa học

- Phương pháp chưng cất chiết tách phẩm màu annatto bằng dầu shortening và dung dịch kiềm.

- Phương pháp quang phổ hấp thụ phân tử UV-Vis khảo sát bước sóng hấp thụ. Dựa vào độ hấp thụ quang để nghiên cứu khảo sát điều kiện chiết thích hợp.

- Phương pháp nhuộm màu thực phẩm ứng dụng phẩm màu annatto tạo màu cho một số thực phẩm.

- Phương pháp phân tích định tính, định lượng và kiểm tra hàm lượng kim loại nặng trong phẩm màu annatto.

- Phương pháp sắc ký lỏng cao áp HPLC trước và sau khi nhuộm xác định khả năng nhuộm màu của phẩm màu annatto lên một số thực phẩm.

5. Ý nghĩa khoa học và thực tiễn của đề tài

6. Bố cục luận văn:

Chương 1: Tổng quan

Chương 2: Những nghiên cứu thực nghiệm

Chương 3: Kết quả và thảo luận

CHƯƠNG 1. TỔNG QUAN

1.1. Giới thiệu về cây điều nhuộm

1.1.1. Thực vật học về cây điều nhuộm

Mô tả:

Tên Khoa học: *Bixa orellana* L. (*Xiêm phụng, môi son, cây cà*

ri)

Bộ: Violales

Họ: Bixaceae



Hình 1.1. Cây điều nhuộm **Hình 1.2. Hoa và quả điều nhuộm**

Cây gỗ nhỏ, cao 3 - 6m. Vỏ màu xám tro. Cành non có lông tơ màu xám sẫm, sau khi nhẵn bóng, có những lỗ bì thưa, không rõ. Lá đơn mọc cách, phiến lá dài 15 - 24cm, rộng 10 - 17cm, hình tim hoặc tim trứng, đầu nhọn dần gốc hình tim, mép nguyên, mặt trên màu lục, nhẵn, mặt có những tuyến nhỏ màu đỏ. Gân chân vịt có 5 gân gốc. Cuống lá mảnh, tròn dài 5 - 9cm đầu hơi phình to, hơi có lông tơ màu gỉ sắt. Lá kèm sớm rụng, khi rụng để lại vết trên cành [11].

Hoa lưỡng tính, màu hường đỏ hay trắng, lớn (đường kính 4 - 5cm), hợp thành chùy ở đầu cành, có lông tơ. Cánh đài 5 (có khi 4), xếp lợp, sớm rụng. Cành tràng 5, xếp lợp. Nhị nhiều, xếp xoắn ốc thành nhiều vòng, chỉ nhị mảnh không có lông, bao phấn dính gốc, mở bằng khe ở đỉnh. Trái nang cỡ bằng trái cau, mọc chùm, hình tim, đường kính 2 - 4cm, đỏ tươi đến nâu khô khi chín, trên mặt có gai mềm, dài 1,5cm, mở bằng hai van, mỗi mảnh mang chứa nhiều hạt [11]. Hạt hơi có dạng lập phương trên một cuống ngắn, xung quanh tẽ nở thành áo, hạt ngắn màu đỏ.

1.1.2. Phẩm màu annatto

Annatto là chất màu tự nhiên chiết từ hạt điều nhuộm không gây độc hại, không ảnh hưởng đến sức khỏe con người nên đã được Codex đưa vào danh mục các loại phẩm màu tự nhiên được sử dụng an toàn cho thực phẩm và dược phẩm.

1.1.3. Tính chất hóa học của phẩm màu annatto

Chất nhuộm màu chủ yếu trong phần cơm hạt điều nhuộm là norbixin và bixin. Hạt màu điều nhuộm chứa khoảng 5% các sắc tố, trong đó bao gồm bixin 70-80%, tùy theo độ chín của hạt mà tỷ lệ bixin và norbixin thay đổi.

1.1.4. Ứng dụng của phẩm màu annatto

Trong thực phẩm, màu giữ một vai trò rất quan trọng, giúp cho sản phẩm bắt mắt hơn, tạo ảnh hưởng tốt về chất lượng của sản phẩm. Hiện nay, chất màu dùng trong thực phẩm chủ yếu gồm ba loại: chất màu tự nhiên, chất màu tổng hợp, màu được tạo ra qua chế biến thực phẩm [18]. Phần lớn chất màu tổng hợp được sử dụng nhiều trong thực phẩm do rẻ tiền, dễ sử dụng và bền màu. Theo nghiên cứu, các chất màu tổng hợp có thể gây ung thư và có tác dụng không tốt cho cơ thể con người; còn chất màu tự nhiên thường không gây độc hại do được chiết xuất từ các thành phần thiên nhiên [10].

Chất màu được sử dụng rất nhiều trong thực phẩm. Chất màu thường được đưa vào để nhuộm màu cho các sản phẩm như: bánh, mứt, kẹo, nước giải khát, kem bơ, các sản phẩm chế biến từ thịt, cá...[18].

Annatto: gồm bixin và norbixin.

Phẩm màu bixin tan trong dầu: dùng cho các sản phẩm của chất béo và sữa, phô mai, bơ, margarin, Lạp xưởng, mì tôm, kem, đồ tráng miệng, thực phẩm nướng và bánh snack...

Phẩm màu norbixin tan trong nước: dùng cho bánh kẹo, phô mai, cá xông khói, kem và sản phẩm của sữa, đồ tráng miệng, sản phẩm của ngũ cốc và bánh mì (phần ruột bánh), tạo màu cho đồ uống...

1.1.5. Tình hình nghiên cứu

1.2. Chất màu tự nhiên

1.2.1. Khái niệm

1.2.2. Phân loại

1.2.3. Tầm quan trọng của chất màu tự nhiên trong các sản phẩm thực phẩm

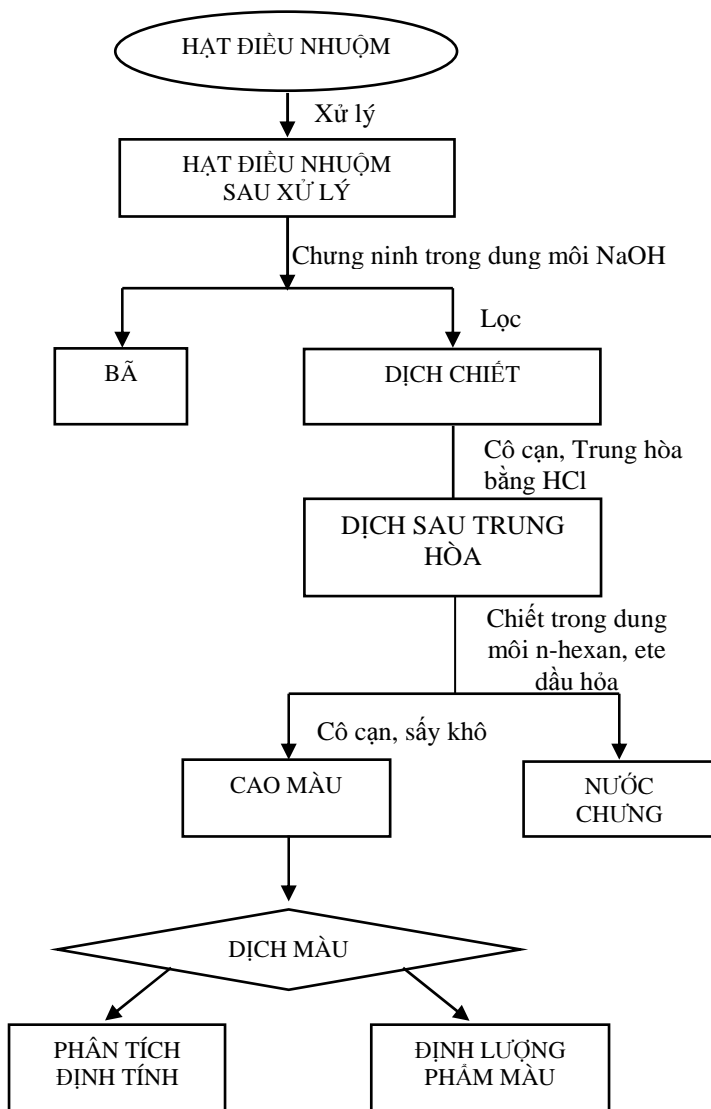
1.2.4. Ứng dụng của chất màu tự nhiên**1.3. Phương pháp chiết tách phẩm màu****1.3.1. Phương pháp hoà tan trong dung môi hữu cơ****1.3.2. Phương pháp chiết****1.3.3. Phương pháp kết tinh****1.4. Phương pháp đo quang phổ hấp thụ nguyên tử AAS****1.4.1. Giới thiệu phương pháp****1.4.2. Nguyên tắc phép đo****1.5. Phương pháp đo quang phổ hấp thụ phân tử UV-Vis****1.5.1. Giới thiệu phương pháp****1.5.2. Máy đo quang UV-Vis****1.6. Phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao****1.6.1. Giới thiệu phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao****1.6.2. Nguyên tắc phương pháp****CHƯƠNG 2. NHỮNG NGHIÊN CỨU****THỰC NGHIỆM****2.1. Đối tượng nghiên cứu****2.1.1. Nguyên liệu chính**

Hạt điều nhuộm khô được mua ở chợ Cồn, Hải Châu, Đà Nẵng.

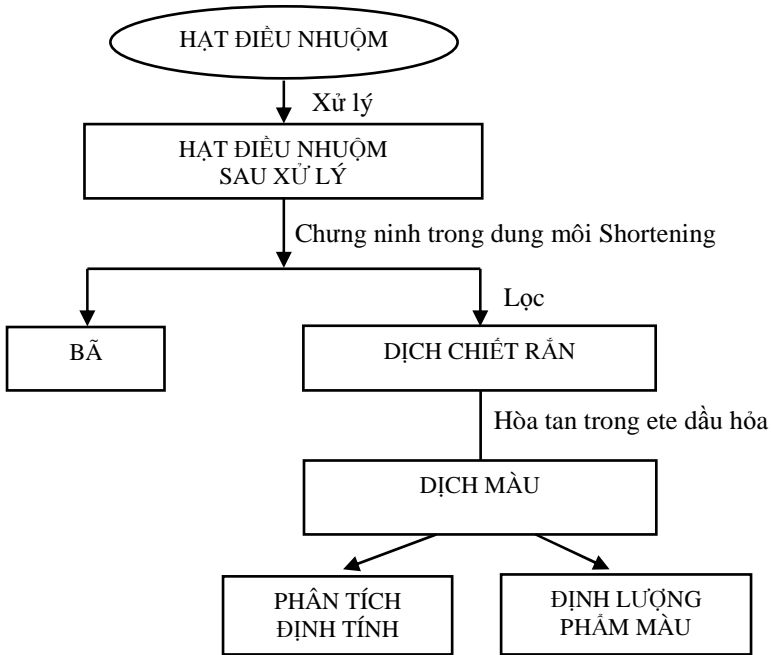
Sau đó loại bụi bẩn, rửa sạch, phơi khô, đựng trong lọ kín.

2.1.2. Hoá chất**2.1.3. Thiết bị - Dụng cụ****2.2. Khảo sát thành phần khối lượng của hạt điều nhuộm****2.2.1. Xác định độ ẩm của hạt điều nhuộm****2.2.2. Xác định hàm lượng tro của hạt điều nhuộm****2.2.3. Xác định hàm lượng kim loại của hạt điều nhuộm****2.3. Phương pháp chiết tách phẩm màu annatto****2.3.1. Phương pháp chưng cất trong dung dịch kiềm**

SƠ ĐỒ QUY TRÌNH CHIẾT TÁCH PHẨM MÀU ANNATTO TRONG DUNG DỊCH KIỂM



2.3.2. Phương pháp chưng cất trong dầu shortening



+ Ảnh hưởng của thời gian chiết

+ Ảnh hưởng của tỉ lệ khối lượng hạt điều nhuộm/khối lượng dầu shortening

2.4. Phương pháp định tính

2.4.1. Định tính phẩm màu annatto trong dung dịch kiềm

2.4.2. Định tính phẩm màu annatto trong dầu shortening

2.5. Phương pháp đánh giá cảm quan và kiểm tra hàm lượng kim loại nặng của phẩm màu annatto

2.5.1. Phẩm màu annatto trong dung dịch kiềm

2.5.2. Phẩm màu annatto trong dầu shortening

2.6. Phương pháp định lượng xác định tổng chất màu

2.6.1. Định lượng phẩm màu trong dung dịch kiềm

2.6.2. Định lượng phẩm màu trong dầu shortening

2.7. Ứng dụng phẩm màu annatto để nhuộm màu thực phẩm

2.7.1. Nhuộm màu hạt dưa

2.7.2. Nhuộm màu bò khô

2.8. So sánh hàm lượng phẩm màu trước và sau khi nhuộm màu thực phẩm

CHƯƠNG 3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

3.1. Nghiên cứu một số thông số vật lý của hạt điều nhuộm

3.1.1. Độ ẩm của hạt điều nhuộm

Độ ẩm trung bình của hạt điều nhuộm là 11,413 %. Hạt điều nhuộm có độ ẩm tương đối thấp do hạt đã được phơi khô và với độ ẩm này hạt điều nhuộm được bảo quản trong thời gian dài thì quan sát thấy cảm quan không thay đổi, nguyên liệu có tính ổn định cao.

3.1.2. Hàm lượng tro

Hàm lượng tro trung bình của hạt điều nhuộm là 8,135 %.

Trong hạt điều nhuộm già chứa một lượng các chất vô cơ trong đó có thể có mặt các muối của một số kim loại.

3.1.3. Hàm lượng kim loại

Bảng 3.3 Hàm lượng một số kim loại trong hạt điều nhuộm

Kim loại	Hàm lượng (mg/ kg)
Fe²⁺	15,58
Cu²⁺	13,02
Ca²⁺	0,05
Zn²⁺	11,21

Nhận xét: Căn cứ vào quyết định của Bộ Y tế số 505/BYT-QĐ ngày 13 tháng 4 năm 1992 về một số tiêu chuẩn vệ sinh thực phẩm

cho hàm lượng kim loại tối đa cho phép trong rau quả sấy khô là: Cu 30 mg/kg, Zn 20 mg/kg. Thành phần kim loại trong hạt điều nhuộm như bảng trên là hàm lượng cho phép sử dụng, an toàn và không ảnh hưởng đến sức khỏe con người.

3.2. Quy trình chiết tách phẩm màu annatto

3.2.1. Chiết tách phẩm màu annatto bằng dung dịch kiềm

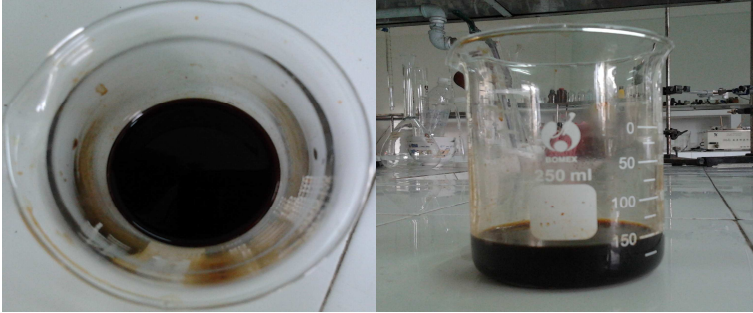
Thuyết minh quy trình:

Hạt điều nhuộm sau khi mua về được loại bỏ bụi bẩn, rửa sạch, phơi khô. Cân 10g hạt điều nhuộm cho vào bình cầu, thêm 200ml dung dịch NaOH 1M rồi chưng cất trên bếp điện trong 8 giờ.

Sau khi chưng cất trong dung dịch kiềm, tiến hành lọc nóng dung dịch để loại bỏ vỏ hạt, chất phụ không tan trong dung dịch. Dịch lọc thu được đem đun tới khi được cao mềm thô. Trung hòa cao bằng dung dịch HCl đặc đến $\text{pH} = 5 \div 6$.

Chất màu thu được có độ tinh khiết không cao, do có lẫn một số hợp chất hữu cơ tan trong nước (protein, glucit,...). Vì vậy, ta chiết dịch thu được sau khi trung hòa bằng dung dịch ete dầu hỏa, n-hexan để loại bỏ tạp chất.

Dung dịch được cô cách thủy tới dạng cao mềm, sau đó sấy ở nhiệt độ thấp ($45\text{-}50^\circ\text{C}$) tới khô. Trong giai đoạn sấy khô, không được sấy ở nhiệt độ cao (trên 50°C) chất màu có thể biến đổi. Do chất màu được chiết ngoài các chất có màu chủ yếu thuộc nhóm carotenoid còn có một số chất hữu cơ khác (glucit, protein,...). Quá trình sấy khô dịch chiết thường kéo dài, ở nhiệt độ cao các chất thuộc nhóm glucit dễ chuyển thành caramen làm cho màu của phẩm màu bị tối. Dịch chiết trong dung dịch NaOH sau khi axit hóa và loại tạp chất được trình bày trên hình 3.1.



Hình 3.1. Dịch chiết trong dung dịch kiềm

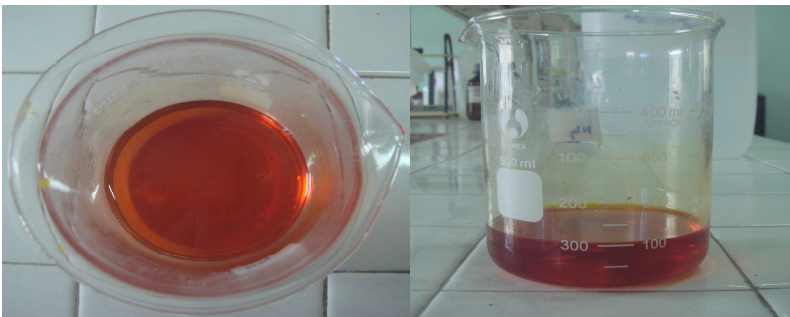
3.2.2. Chiết tách phẩm màu annatto bằng dầu shortening

Thuyết minh quy trình:

Hạt điều nhuộm sau khi mua về được loại bỏ bụi bẩn, rửa sạch, phơi khô. Cân 10g hạt điều nhuộm cho vào bình cầu, thêm 50g dầu shortening rồi đem chung ninh trên bếp cách thủy ở 70°C. Sau khi chung ninh, lọc nóng dung dịch vì dầu shortening dễ bị đóng rắn khi nhiệt độ giảm xuống dưới 40°C.

Dịch chiết rắn thu được đem hòa tan trong dung môi ete dầu hỏa rồi định mức đến 25ml. Đo UV-Vis xác định bước sóng hấp thụ cực đại (λ_{\max}) của phẩm màu.

Dịch chiết trong dầu shortening được trình bày trên hình 3.2.



Hình 3.2. Dịch chiết trong dầu shortening

3.3. Kết quả khảo sát điều kiện chiết phẩm màu annatto trong dầu shortening

3.3.1. Khảo sát ảnh hưởng của thời gian đến quá trình chiết

Bảng 3.4. Mật độ quang của dịch chiết ở các thời gian chưng khác nhau

λ (nm)	Mật độ quang A			
	M1	M2	M3	M4
452÷459	2,3256	2,8755	2,9776	2,8981
482÷485	1,9601	2,7970	2,9391	2,8655

Từ bảng 3.4 cho thấy:

- Khi thời gian chiết tăng thì mật độ quang tăng (M1, M2, M3). Ở mỗi pic có hai đỉnh hấp thụ cực đại tương ứng với mỗi đỉnh là bước sóng hấp thụ cực đại của cis-bixin và trans-bixin vì màu annatto khi chiết trong dầu chứa nhiều thành phần màu, các thành phần màu chính (chiếm tỷ lệ lớn) là cis-bixin, ngoài ra còn có lượng nhỏ trans-bixin (xem Phụ lục).

- Giá trị mật độ quang đạt cực đại ở M3 (chiết trong 6h).

- Tăng thời gian chiết ta thấy giá trị mật độ quang giảm ở M4 là do thời gian gia nhiệt quá lâu cis-bixin sẽ bị biến đổi cấu trúc thành trans-bixin và các sản phẩm phân hủy nhiệt của bixin làm cho đỉnh hấp thụ cực đại giảm dần. Vì thế nếu càng tăng thời gian chiết lên thì khả năng hấp thụ của các hợp chất màu càng giảm.

- Vậy thời gian chưng ninh thích hợp nhất là 6 giờ (M3).

3.3.2. Khảo sát tỷ lệ hạt điều nhuộm/khối lượng dầu tối ưu của quá trình chưng ninh

Bảng 3.5. Mật độ quang của các dịch chiết tỉ lệ khối lượng hạt điều/khối lượng dầu khác nhau

λ (nm)	Mật độ quang A			
	M1	M2	M3	M4
452÷454	1,0109	1,3526	2,5382	1,8061
483÷484	0,8316	1,1228	2,2448	1,4861

Từ bảng 3.5 cho thấy:

- Khi lấy cùng 10g nguyên liệu, khối lượng dung môi tăng thì giá trị mật độ quang tăng (M1, M2, M3). Tương tự như khảo sát thời gian chiết tối ưu thì ở mỗi pic cũng có hai đỉnh hấp thụ cực đại của cis-bixin và trans-bixin.

- Mật độ quang đạt cực đại ở M3 (10g hạt điều nhuộm: 70g dầu shortening).

- Sau điểm cực đại, khối lượng dung môi tăng nhưng giá trị mật độ quang giảm ở M4 vì tỉ lệ khối lượng dung môi so với khối lượng nguyên liệu nhỏ nên hàm lượng chất màu chiết được tương đối thấp, khả năng hấp thụ màu giảm.

- Vậy M3 ứng với mật độ quang lớn nhất là 2,5382 hay là với khối lượng dung môi chiết là 70g thì khối lượng hạt điều nhuộm là 10g cho dịch chiết có độ hấp thụ lớn nhất.

Tóm lại: Chiết chung ninh hạt điều nhuộm bằng dung môi dầu shortening với tỉ lệ hạt điều nhuộm/khối lượng dầu là 1: 7, thời gian chiết 6h, nhiệt độ 70°C thì hiệu suất chiết đạt cao nhất. Đây là điều kiện chiết thích hợp trong phòng thí nghiệm.

3.4. Kết quả định tính phẩm màu annatto trong dung dịch kiềm và trong dầu shortening

3.4.1. Phẩm màu annatto trong dung dịch kiềm

3.4.1.1. Độ tan

Tan trong dung dịch kiềm và ít tan trong etanol.

3.4.1.2. Hấp thụ UV-Vis

Dung dịch mẫu thử trong dung dịch kiềm có cực đại hấp thụ tại $\lambda_{\max} = 453 \text{ nm}$ với $A = 2,0008$ và $\lambda_{\max} = 480 \text{ nm}$ với $A = 1,6395$.

3.4.2. Phẩm màu annatto trong dầu shortening

3.4.2.1. Độ tan

Không tan trong nước và ít tan trong etanol.

3.4.2.2. Hấp thụ UV-Vis

Dung dịch mẫu thử trong dung dịch ete dầu hỏa có cực đại hấp thụ tại $\lambda_{\max} = 456 \text{ nm}$ với $A = 2,6416$ và $\lambda_{\max} = 486 \text{ nm}$ với $A = 2,4150$.

3.5. Kết quả đánh giá cảm quan và độc tính của phẩm màu

3.5.1. Phẩm màu annatto trong dung dịch kiềm

3.5.1.1. Cảm quan

Cao màu annatto có màu đỏ nâu sẫm.

3.5.1.2. Hàm lượng kim loại nặng

Bảng 3.6. Hàm lượng kim loại nặng trong cao màu annatto

Kim loại	As ²⁺	Pb ²⁺	Hg ²⁺
Hàm lượng (mg/kg cao màu điều nhuộm)	0,45	0,20	0,02
TCVN (mg/kg)	< 3,00	< 2,00	< 1,00

Căn cứ vào quy chuẩn Việt Nam (QCVN) cho vệ sinh thực phẩm (theo quyết định của bộ y tế số 27/2010/TT-BYT ngày 20 tháng 5 năm 2010) về hàm lượng kim loại nặng tối đa cho phép trong đối với cao annatto chiết trong dung dịch kiềm là As: Không được quá 3 mg/kg, Pb: Không được quá 2 mg/kg, Hg: Không được quá 1

mg/kg thì hàm lượng kim loại nặng có trong cao annatto như bảng trên là hàm lượng cho phép, an toàn khi sử dụng cho thực phẩm

3.5.2. Phẩm màu annatto trong dầu shortening

3.5.2.1. Cảm quan

Dầu màu annatto có màu đỏ cam.

3.5.2.2. Hàm lượng kim loại nặng

Bảng 3.7. Hàm lượng kim loại nặng trong dầu màu annatto

Kim loại	As²⁺	Pb²⁺	Hg²⁺
Hàm lượng (mg/kg cao màu điều nhuộm)	0,30	0,20	0,01
TCVN (mg/kg)	< 3,00	< 2,00	< 1,00

Căn cứ vào quy chuẩn Việt Nam (QCVN) cho vệ sinh thực phẩm (theo quyết định của bộ y tế số 27/2010/TT-BYT ngày 20 tháng 5 năm 2010) về hàm lượng kim loại nặng tối đa cho phép trong đối với màu annatto chiết trong dầu thực vật là As: Không được quá 3 mg/kg, Pb: Không được quá 2 mg/kg, Hg: Không được quá 1 mg/kg thì hàm lượng kim loại nặng có trong màu annatto như bảng trên là hàm lượng cho phép, an toàn khi sử dụng cho thực phẩm, không ảnh hưởng tới sức khỏe con người.

3.6. Kết quả định lượng xác định tổng hàm lượng chất màu

3.6.1. Định lượng phẩm màu trong dung dịch kiểm

Hàm lượng tổng phẩm màu là 44,02 % đạt được yêu cầu kỹ thuật định lượng đối với cao annatto theo QCVN 4-10: 2010/BYT.

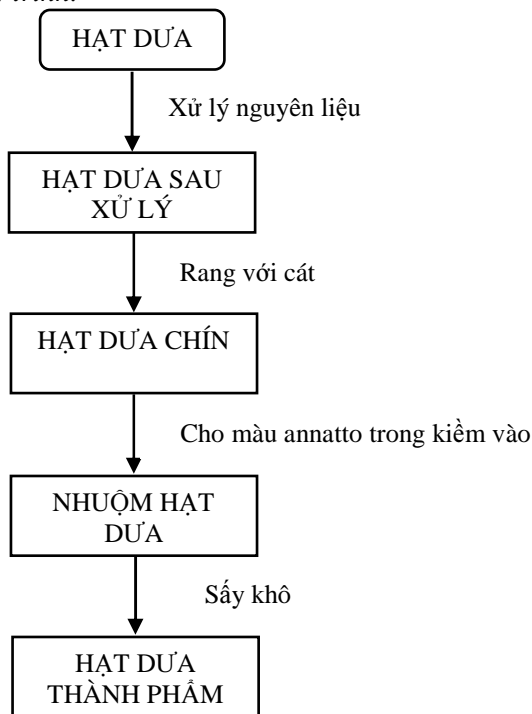
3.6.2. Định lượng phẩm màu trong dầu shortening

Hàm lượng tổng phẩm màu là 10,13 % đạt được yêu cầu kỹ thuật định lượng đối với dầu màu annatto QCVN 4-10: 2010/BYT.

3.7. Kết quả nghiên cứu ứng dụng phẩm màu annatto nhuộm màu một số thực phẩm

3.7.1. Quy trình nhuộm màu hạt dưa

Sơ đồ quy trình:



Thuyết minh quy trình:

Nguyên liệu:

- 500g hạt dưa khô.
- 3ml dầu phụng.
- 25g cao màu với 100ml nước.
- 100g cát sạch.

Quy trình:

Cho 500g hạt dưa khô và 100g cát sạch vào chảo lớn. Rang hạt dưa với cát trên lửa lớn khoảng 10 phút. Trong quá trình rang luôn trộn liên tục, nhanh tay để hạt dưa chín đều. Khi thấy hạt trở màu

vàng có mùi thơm và tiếng nổ lách tách thì nhấc chảo xuống để sàng lọc cát.

Sau khi lọc sạch cát, để hạt dưa nguội thì rang tiếp lần thứ hai với lửa nhỏ riu riu, đồng thời rưới khoảng 3ml dầu phụng vào, đảo đều cho bóng vỏ hạt. Sau khi hoàn tất, công đoạn cuối cùng là nhuộm màu. Lấy 1.25g cao màu annatto hòa tan với 100ml nước, cho hạt dưa vào đảo đều liên tục cho đến khi hạt có màu đỏ nâu sẫm là được.

Sau đó đem hạt dưa đi sấy ở 60°C trong khoảng 30 phút cho đến khi hạt dưa khô hẳn. Hạt dưa sau khi nhuộm được trình bày trên hình 3.15.



Hình 3.15. Hạt dưa sau khi nhuộm

Nhận xét: Sản phẩm hạt dưa có màu đỏ nâu sẫm, mịn. Theo đánh giá cảm quan thì hạt dưa nhuộm màu annatto có màu sắc tự nhiên rất đều màu, không quá đậm, sáng bóng, dễ bị phai, nhòe khi gặp nước nên màu rất dễ lem vào tay hay da khi sử dụng. Khi để ẩm sẽ lấm màu vào vải bông, vải lụa. Màu khá bền với ánh sáng và nhiệt độ thường.

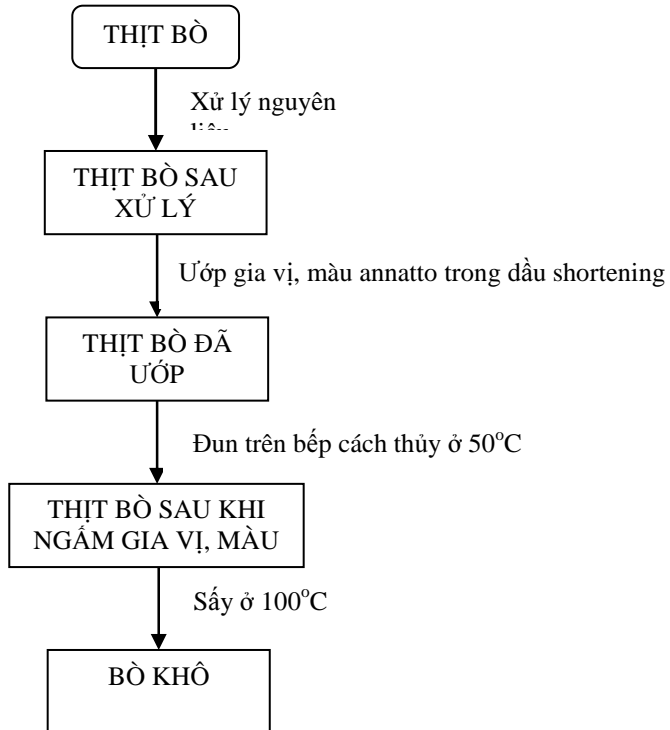
Hiện nay, nhiều cơ sở sản xuất nhuộm hạt dưa bằng phẩm màu công nghiệp thay vì phẩm màu thực phẩm, để sản phẩm có màu đẹp,

sặc sỡ hơn nhưng lại nhìn như sơn. Nếu bảo quản không tốt hoặc để quá hạn sử dụng thì ẩm mốc trong hạt dưa nhuộm bằng phẩm màu công nghiệp dễ sinh ra các chất độc hại như aflatoxin, ochratoxin... là những chất gây ung thư.

Vì vậy, việc ứng dụng phẩm màu annatto nhuộm màu hạt dưa để đưa vào quy trình sản xuất công nghiệp cần phải được triển khai và phát triển.

3.7.2. Quy trình nhuộm màu bò khô

Sơ đồ quy trình:



Thuyết minh quy trình:

Nguyên liệu:

- 1kg thịt bò thăn.

- 50g ớt bột khô có cả hạt.
- 50g sả, 25g tỏi.
- 50ml nước mắm, 300g đường, 1 muỗng cà phê bột ngọt.
- 50g dầu màu annatto.

Quy trình:

- Thịt bò thái dọc thớ thành từng miếng mỏng, dầm cho mềm.
- Sả, tỏi băm nhỏ.
- Ướp thịt bò với nước mắm, bột ngọt, đường, ớt bột, sả, tỏi, màu annatto sau đó đun trên bếp cách thủy khoảng 50°C khoảng 3 tiếng.
- Vừa ướp vừa lật mặt thịt cho cho ngấm đều gia vị.
- Sau khi bỏ từ bếp cách thủy ra xếp từng miếng lên đĩa cho vào lò sấy đặt khoảng 100°C khoảng 30 phút, bỏ ra lật mặt xếp lại đĩa đặt vào lò khoảng 15 phút nữa, lại bỏ ra lật mặt và đặt tiếp khoảng 15 phút nữa.



Hình 3.16. Bò khô nhuộm màu annatto

Nhận xét: Sản phẩm bò khô có màu đỏ vàng tự nhiên, mùi thơm của các gia vị. Khi xé miếng bò ra thì thấy từng thớ thịt thấm đều màu annatto chứng tỏ màu có khả năng hấp thụ tốt trong thịt bò.

Vì thịt bò chứa thành phần lớn protein, mà các thành phần trong màu annatto có thể liên kết với protein và các thành phần khác trong thịt để tạo được sự đồng đều về màu sắc cho miếng thịt.

Vì vậy, việc nghiên cứu khảo sát điều kiện chiết tách tối ưu và ứng dụng làm phẩm màu trong sản xuất bò khô cần được đưa vào quy trình công nghiệp nhằm ứng dụng rộng rãi chất màu tự nhiên trong thực phẩm.

3.8. Kết quả so sánh hàm lượng phẩm màu trước và sau khi nhuộm màu thực phẩm

3.8.1. Nhuộm hạt dưa

Kết quả sắc ký đồ tại bước sóng 482nm cùng thời gian lưu 2.367 thì diện tích pic của dịch chiết trong dung dịch kiểm là 5714033 thấp hơn nhiều so với dịch chiết sau khi nhuộm là 11069768.

Tại bước sóng 453nm cùng thời gian lưu 2.360 thì diện tích pic của dịch chiết trong dung dịch kiểm là 399743 thấp hơn so với dịch chiết sau khi nhuộm là 799919.

Phẩm màu annatto chiết trong dung dịch kiểm đã được axit hóa hàm lượng norbixin là chủ yếu. Theo các nghiên cứu trước đây và theo kết quả phân tích định tính và định lượng ở trên thì tại hai bước sóng $\lambda = 453\text{nm}$ và $\lambda = 482\text{nm}$ là hai bước sóng hấp thụ cực đại của norbixin trong dung dịch kiểm.

Và kết quả sắc ký đồ cho thấy có thể khẳng định là hàm lượng phẩm màu annatto sau khi nhuộm hạt dưa lớn hơn so với trước khi nhuộm. Vì thành phần vỏ hạt dưa chủ yếu là xenlulozơ, phẩm màu annatto có khả năng hấp phụ tốt trong xenlulozơ nên việc sử dụng màu thiên nhiên cho thực phẩm vừa tạo được màu sắc đẹp mắt vừa không gây ảnh hưởng đến sức khỏe người sử dụng.

3.8.2. Nhuộm bò khô

Kết quả sắc ký đồ của dịch chiết hòa tan trong ete dầu hỏa tại bước sóng 487nm cùng thời gian lưu 4.560 thì diện tích pic của dịch chiết trong dầu shortening là 220834 thấp hơn nhiều so với dịch chiết sau khi nhuộm là 1889567.

Tại bước sóng 457nm cùng thời gian lưu 4.560 thì diện tích pic của dịch chiết trong dầu shortening là 80429 thấp hơn rất nhiều so với dịch chiết sau khi nhuộm là 504742.

Kết quả sắc ký đồ của dịch chiết hòa tan trong etyl axetat tại bước sóng 487nm cùng thời gian lưu 1.713 thì diện tích pic của dịch chiết trong dầu shortening là 960974 thấp hơn nhiều so với dịch chiết sau khi nhuộm là 2299720.

Tại bước sóng 457nm cùng thời gian lưu 1.787 thì diện tích pic của dịch chiết trong dầu shortening là 295572 thấp hơn tương đối so với dịch chiết sau khi nhuộm là 716757.

So sánh kết quả hai dung môi chiết ta thấy khi sử dụng dung môi ete dầu hỏa thì hàm lượng màu sau khi nhuộm lớn hơn rất nhiều so với trước khi nhuộm, còn với dung môi etyl axetat thì thay đổi không nhiều. Có thể giải thích là do etyl axetat phân cực mạnh hơn nên khả năng chiết bixin tốt hơn so với ete dầu hỏa ít phân cực. Do đó khi chiết nên chọn dung môi etyl axetat.

Phẩm màu annatto chiết trong dầu shortening hàm lượng bixin là chủ yếu. Theo các nghiên cứu trước đây và theo kết quả phân tích định tính và định lượng ở trên thì tại hai bước sóng $\lambda = 457 \text{ nm}$ và $\lambda = 487 \text{ nm}$ là hai bước sóng hấp thụ cực đại của bixin trong dầu shortening. Kết quả sắc ký đồ cho thấy có thể khẳng định là hàm lượng phẩm màu annatto sau khi nhuộm bò khô lớn hơn so với trước khi nhuộm.

Tóm lại, việc ứng dụng phẩm màu annatto của hạt điều nhuộm để nhuộm màu hạt dưa và bò khô đã đạt được kết quả thành công bước đầu, khả năng hấp thụ màu annatto lên thực phẩm rất tốt, có thể mở rộng ứng dụng nhuộm màu cho nhiều thực phẩm khác.

KẾT LUẬN VÀ KIẾN NGHỊ

A. KẾT LUẬN

Qua quá trình nghiên cứu thực nghiệm, có thể rút ra một số kết luận như sau:

1. Đã xác định một số thông số vật lý của hạt điều nhuộm khô: Độ ẩm chiếm 11,413 % khối lượng hạt, hàm lượng tro chiếm 8,135 % khối lượng hạt, hàm lượng một số kim loại trong hạt điều nhuộm là Fe: 15,58 mg/kg, Cu: 13,02 mg/kg, Ca: 0,05 mg/kg, Zn: 11,21mg/kg.

2. Đã khảo sát và xác định được điều kiện thích hợp để chiết phẩm màu annatto bằng dầu shortening ở nhiệt độ 70°C là: Tỷ lệ hạt điều nhuộm/khối lượng dầu là 1:7, thời gian chiết là 6 giờ.

3. Đã kiểm tra chất lượng của phẩm màu annatto theo quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về phụ gia thực phẩm - phẩm màu của Bộ Y tế

Trong dung dịch kiểm:

Độ tan, hấp thụ UV-Vis, cảm quan: đạt yêu cầu.

Hàm lượng một số kim loại nặng: As: 0,45 mg/kg, Pb: 0.20 mg/kg, Hg: 0,02 mg/kg là hàm lượng cho phép sử dụng, an toàn theo QCVN 4-10: 2010/BYT.

% tổng phẩm màu = 44,02 % (tính theo norbixin): đạt yêu cầu.

Trong dầu shortening:

Độ tan, hấp thụ UV-Vis, cảm quan: đạt yêu cầu.

Hàm lượng một số kim loại nặng: As: 0,30 mg/kg, Pb: 0.20 mg/kg, Hg: 0,01 mg/kg là hàm lượng cho phép sử dụng, an toàn theo QCVN 4-10: 2010/BYT.

% tổng phẩm màu = 10,13 % (tính theo bixin): đạt yêu cầu.

4. Nhuộm thành công phẩm màu annatto lên hạt dưa và bò khô cho màu sắc tự nhiên, an toàn cho người sử dụng. Hàm lượng phẩm màu sau khi nhuộm màu thực phẩm lớn hơn so với trước khi nhuộm, khả năng hấp thụ màu tốt, tương đối bền màu. Phẩm màu không bị biến đổi về mặt cấu trúc.

B. KIẾN NGHỊ

Mở rộng phạm vi nghiên cứu đề tài này theo hướng:

1. Nghiên cứu theo hướng sâu hơn: chạy sắc kí cột để phân lập được phẩm màu annatto tinh khiết từ dịch chiết hạt điều nhuộm, thu được bột màu annatto thành phẩm. Làm giàu các cấu tử chính trong phẩm màu và nghiên cứu các phản ứng chuyển hóa chúng.

2. Thử hoạt tính sinh học của các dịch nhuộm, ứng dụng làm thuốc nhuộm vải, sử dụng chất cắn màu để tăng độ bền màu của vải và nghiên cứu ứng dụng làm thuốc trong y học.

