



Tạp chí Khoa học Trường Đại học Cần Thơ

Số chuyên đề: Công nghệ thực phẩm

website: sj.ctu.edu.vn



DOI:10.22144/ctu.jsi.2021.011

ẢNH HƯỞNG CỦA NHIỆT ĐỘ CAO KẾT HỢP THỦY PHÂN BẰNG ALKALINE ĐẾN HIỆU QUẢ THU NHẬN BỘT KHOÁNG GIÀU CALCIUM TỪ XƯƠNG CÁ LÓC (*Channa striata*)

Lê Thị Minh Thủy* và Trương Thị Mộng Thu

Khoa Thủy sản, Trường Đại học Cần Thơ

*Người chịu trách nhiệm về bài viết: Lê Thị Minh Thủy (email: ltmthuy@ctu.edu.vn)

Thông tin chung:

Ngày nhận bài: 23/02/2021

Ngày nhận bài sửa: 15/03/2021

Ngày duyệt đăng: 28/04/2021

Title:

Effects of high temperature combine with alkaline enzyme on the production of calcium-rich mineral powder from snakehead fish bone (*Channa striata*)

Từ khóa:

Bột khoáng, calcium, độ hòa tan, enzyme alkaline, xương cá lóc

Keywords:

Alkaline enzyme, calcium, mineral powder, snakehead fish bone, solubility

ABSTRACT

The object of this study was to obtain calcium-rich mineral powder from snakehead fish bone by alkaline enzyme, the research was carried out via the three main experiments: the bone sample was heated at 95-100°C for 10 minutes before being hydrolyzed at 50°C for 6 hours with the variety of enzyme concentrations (i), the influences of the drying time to the quality of mineral powder (ii), and the quality changes of calcium mineral powder occurred in 4 weeks of storage at room temperature (iii). The results showed that the hydrolyzed bone with the alkaline enzyme concentration of 0.6% was removed 47.5% protein. After that, the sample was dried at 50°C for 2 hours to obtain calcium-rich mineral powder with moisture content, solubility, recovery yield and lightness were 10.3%; 15.1%; 70.1% and 83.6, respectively. The product of calcium-rich mineral powder from snakehead fish bone contained mineral content of 62.8% and calcium accounts for 21.01%. The product still maintained good quality, food hygiene, and food safety after being stored for 4 weeks at room temperature.

TÓM TẮT

Mục đích của nghiên cứu là thu nhận bột khoáng giàu calcium từ xương cá lóc bằng enzyme alkaline, nghiên cứu được thực hiện thông qua ba thí nghiệm chính: xương cá được gia nhiệt ở 95-100°C trong 10 phút trước khi tiến hành thủy phân bằng enzyme alkaline ở 50°C trong 6 giờ với các nồng độ enzyme khác nhau (i); ảnh hưởng của thời gian sấy đến chất lượng sản phẩm bột khoáng (ii) và theo dõi sự thay đổi chất lượng bột khoáng giàu calcium từ xương cá lóc trong 4 tuần bảo quản ở điều kiện nhiệt độ phòng (iii). Kết quả cho thấy, mẫu xương cá lóc được thủy phân bằng enzyme alkaline nồng độ 0,6% loại được 47,5% protein. Sau đó mẫu được đem sấy khô ở 50°C trong 2 giờ thu được bột khoáng giàu calcium có độ ẩm, độ hòa tan, hiệu suất thu hồi và độ sáng lần lượt là 10,3%; 15,1%; 70,1% và 83,6. Sản phẩm bột khoáng giàu calcium từ xương cá lóc chứa 62,8% khoáng và hàm lượng calcium chiếm 21,01%. Sản phẩm vẫn duy trì chất lượng và an toàn vệ sinh thực phẩm sau 4 tuần bảo quản ở nhiệt độ phòng.

1. ĐẶT VẤN ĐỀ

Ngành nuôi trồng thủy sản Việt Nam đang trên đà phát triển, bên cạnh mặt hàng chủ lực là cá tra và tôm thì vẫn có một số loài cá khác như cá lóc (*Channa striata*) được nuôi để cung cấp cho thị trường nội địa với số lượng ước tính khoảng 40.000 tấn năm 2009 (Huỳnh Văn Hiền và ctv., 2011). Cá lóc được nuôi chủ yếu phục vụ cho cá thương phẩm, làm khô, chà bông... Trong quá trình chế biến, lượng phụ phẩm như đầu, xương, vây, vẩy... thải ra là khá nhiều. Trong đó xương chiếm khoảng 6-9% so với trọng lượng thân cá. Lượng phụ phẩm này là tương đối lớn, cần được tận dụng để sản xuất các sản phẩm khác có giá trị kinh tế cao hơn, góp phần giảm ô nhiễm môi trường.

Việc tìm ra các nguồn khoáng giàu calcium để bổ sung vào thực phẩm là vấn đề cần thiết. Trong các phụ phẩm từ cá thì xương cá được xem là nguồn cung cấp calcium tự nhiên đầy tiềm năng do có hàm lượng calcium cao khoảng 34-36%, tồn tại chủ yếu ở dạng muối calcium phosphate (Chaimongkol, 2012; Hamada et al., 1995). Với mục đích nâng cao giá trị phụ phẩm xương cũng như đáp ứng yêu cầu cung cấp calcium cho cơ thể con người, nhiều nghiên cứu đã được thực hiện như: sản xuất bột calcium từ xương cá hồi bằng NaOH (Bubel et al., 2015), sản xuất bột calcium từ xương cá tra bằng enzyme Tegalase (Lê Thị Minh Thủy & Trương Thị Mộng Thu, 2020). Vì vậy nghiên cứu ảnh hưởng của nhiệt độ cao kết hợp thủy phân bằng alkaline đến hiệu quả thu nhận bột khoáng giàu calcium từ xương cá lóc (*Channa striata*) đã được thực hiện.

2. VẬT LIỆU VÀ PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

2.1. Chuẩn bị mẫu

Phụ phẩm xương cá lóc được mua tại cơ sở khô cá lóc 7 Chóp (Thoại Sơn, An Giang). Phụ phẩm được cấp đông ở nhiệt độ $-20\pm 2^{\circ}\text{C}$ và đóng thùng chuyển về phòng thí nghiệm Bộ môn Chế biến Thủy sản, Khoa Thủy sản, Trường Đại học Cần Thơ trong thời gian không quá 6 giờ. Xương cá được rửa đông, loại bỏ tạp chất, nội tạng, rửa sạch và cắt khúc khoảng 1-2 cm, để ráo sau đó cân 50 g cho vào túi PE và bảo quản ở nhiệt độ $-20\pm 2^{\circ}\text{C}$ đến khi tiến hành bố trí thí nghiệm.

2.2. Hóa chất

Các hóa chất được sử dụng như dung dịch NaOH (sodium hydroxide), H_2SO_4 (sulfuric acid), H_3BO_3 (boric acid), enzyme alkaline (dạng bột mịn) và một số hóa chất thường dùng trong phòng thí nghiệm

được cung cấp bởi công ty TNHH xuất nhập khẩu Thành Mỹ, thành phố Cần Thơ.

Enzyme alkaline dạng bột được sản xuất tại Ấn Độ, nhập khẩu và phân phối bởi công ty TNHH thương mại hóa chất và nông sản Phương Trâm (Phutraco, Hồ Chí Minh), enzyme hoạt động tốt ở pH từ 7,0-9,0 trong miền nhiệt độ $45-60^{\circ}\text{C}$ và có hoạt tính 50.000 U/g.

2.3. Phương pháp nghiên cứu

2.3.1. Ảnh hưởng của nồng độ enzyme alkaline đến hiệu quả loại protein của xương cá lóc

Xương cá lóc được rửa đông ở nhiệt độ $0-4^{\circ}\text{C}$ trong tủ lạnh và được gia nhiệt ở $95-100^{\circ}\text{C}$ trong 10 phút. Tiếp theo, xương cá được thủy phân ở các nồng độ enzyme alkaline lần lượt là 0; 0,2; 0,4; 0,6 và 0,8% so với nguyên liệu, tỷ lệ xương cá: nước cất là 1:1 (w:v). Mẫu được lắc đảo đều và ủ ở nhiệt độ 50°C trong 6 giờ. Kết thúc quá trình thủy phân, mẫu được bất hoạt enzyme ở $95-100^{\circ}\text{C}$ trong 2-3 phút và được rửa 2 lần trong nước sạch, mỗi lần rửa với 300 mL nước trong 2 phút, để ráo 5 phút và cân lại để xác định khối lượng. Tính hiệu suất thu hồi và phân tích các chỉ tiêu như hàm lượng khoáng, lipid, protein của xương đã được thủy phân nhằm chọn ra nồng độ enzyme alkaline cho khả năng loại protein trên xương cá lóc là tốt nhất. Mỗi nghiệm thức được lặp lại 3 lần, khối lượng mỗi mẫu là 250 g.

2.3.2. Ảnh hưởng của thời gian sấy đến chất lượng sản phẩm bột khoáng giàu calcium từ xương cá lóc

Mẫu xương cá sau khi thủy phân ở nồng độ enzyme alkaline thích hợp (kết quả thí nghiệm 1) được rửa sạch, cân và trải đều trên khay có kích thước 20x30 cm và sấy trong thời gian 1, 2, 3 và 4 giờ ở nhiệt độ 50°C để tìm ra thời gian sấy đạt độ ẩm phù hợp 10-12% (Lê Thị Minh Thủy & Trương Thị Mộng Thu, 2020). Mẫu sau khi sấy với từng mốc thời gian sẽ được nghiền mịn để phân tích ẩm độ, hàm lượng khoáng, độ hòa tan, hiệu suất thu hồi và đo màu nhằm tìm ra thời gian sấy tối ưu để cho bột calcium đạt chất lượng tốt nhất. Mẫu tối ưu sẽ được đem đi phân tích hàm lượng calcium. Mỗi nghiệm thức được lặp lại 3 lần, khối lượng mỗi mẫu là 250 g.

2.3.3. Theo dõi sự biến đổi chất lượng bột khoáng giàu calcium theo thời gian bảo quản ở nhiệt độ phòng

Bột khoáng thành phẩm (kết quả thí nghiệm 2) được bảo quản bằng túi PA hàn kín miệng ở nhiệt

độ phòng trong điều kiện thoáng mát, không ẩm ướt trong 4 tuần (0, 1, 2, 3 và 4 tuần) và tần suất lấy mẫu sau mỗi tuần bảo quản. Sau đó tiến hành phân tích độ ẩm, hàm lượng khoáng, tổng số vi sinh vật hiếu khí và đo màu để xác định sự ảnh hưởng của thời gian bảo quản đến chất lượng, màu sắc bột khoáng giàu calcium. Mỗi nghiệm thức được lặp lại 3 lần, khối lượng mỗi mẫu là 250 g.

2.4. Phương pháp phân tích

Thành phần hóa học của nguyên liệu ban đầu, bột khoáng được xác định theo Association of Official Analytical Chemists (AOAC, 2000). Cụ thể, hàm lượng protein được xác định bằng phương pháp Kjeldahl (AOAC, 2000 số 954.01), xác định hàm lượng lipid bằng phương pháp Soxhlet (AOAC, 2000 số 991.36), hàm lượng khoáng bằng phương pháp nung (AOAC, 2000 số 942.05) và hàm lượng ẩm bằng phương pháp sấy đến khối lượng không đổi ở nhiệt độ 105°C (AOAC, 2000 số 934.01). Xác định tổng số vi sinh vật hiếu khí bằng phương pháp đếm khuẩn lạc (NMKL, 2006).

Xác định hiệu suất thu hồi bằng phương pháp kiểm tra khối lượng, hiệu suất sau khi thủy phân (H₁) với công thức $H_1 = \frac{X_1}{Y_1} \times 100$, trong đó, H₁ (%) là hiệu suất thu hồi của sản phẩm sau khi thủy phân, X₁ (g) là khối lượng mẫu trước khi đem đi thủy phân, Y₁ (g) là khối lượng mẫu thu được sau khi thủy phân, rửa sạch và để ráo. Hiệu suất thu hồi sau khi sấy (H₂) với công thức $H_2 = \frac{X_2}{Y_2} \times 100$, trong đó, H₂ (%) là hiệu suất thu hồi của sản phẩm sau khi sấy, X₂ (g) là khối lượng mẫu trước khi đem đi sấy, Y₂ (g) là khối lượng mẫu thu được sau khi sấy rồi nghiền mịn.

Xác định độ hòa tan bằng phương pháp lọc (Hemung, 2013). Cân D (g) bột khoáng giàu calcium hòa tan với 10 mL nước cất, khuấy đều trong 12 giờ ở nhiệt độ phòng. Tiến hành lọc dung dịch bằng giấy lọc (giấy lọc đã được sấy trước đó 1

ngày ở 105°C) thu được phần không tan. Sau đó giấy lọc được sấy đến khối lượng không đổi, cân để xác định khối lượng mẫu không tan C (g), từ đó suy ra được độ hòa tan T (%) theo công thức: $T = \frac{D-C}{D} \times 100$

Xác định hàm lượng calcium theo phương pháp AOAC 2013.06 (2016)

Đo màu theo phương pháp được mô tả bởi Saeleaw and Benjakul (2015) bằng thiết bị đo màu (PCE – CSM 2, Trung Quốc) các giá trị L* (đại diện cho độ sáng của sản phẩm, từ 0-100 tương ứng từ màu đen đến màu trắng), a* (màu đỏ đến màu xanh lá cây) và b* (màu vàng đến màu xanh da trời). Mẫu bột khoáng giàu calcium được trải đều, đủ dày trên một tờ giấy trắng và tiến hành đo. Tổng sự chênh lệch màu sắc (ΔE) giữa mẫu bột khoáng giàu calcium và mẫu tiêu chuẩn được xác định bởi công thức. Mẫu tiêu chuẩn có các giá trị L* = 97,41, a* = 0,27 và b* = 0,77.

$$\Delta E^* = \sqrt{(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2}$$

2.5. Phương pháp xử lý số liệu

Kết quả được tính toán trung bình, độ lệch chuẩn bằng chương trình Microsoft Excel 2013. Xử lý thống kê One Way ANOVA và so sánh sự khác biệt giữa các nghiệm thức trong cùng một thí nghiệm bằng phép thử Duncan (p < 0,05) bằng chương trình SPSS 16.0.

3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

3.1. Kết quả ảnh hưởng của nồng độ enzyme alkaline đến hiệu quả loại protein của xương cá lóc

Khi gia nhiệt xương cá lóc ở 95-100°C trong 10 phút trước khi thủy phân bằng enzyme alkaline với các tỷ lệ khác nhau thì thu được hàm lượng protein, lipid, khoáng và hiệu suất thu hồi khác nhau. Kết quả thu nhận được thể hiện ở Bảng 1.

Bảng 1. Hàm lượng protein, lipid, khoáng và hiệu suất thu hồi của xương cá lóc sau khi thủy phân bằng enzyme alkaline với các nồng độ khác nhau (căn bản khô)

Nồng độ enzyme (%)	Protein (%)	Lipid (%)	Khoáng (%)	Hiệu suất thu hồi (%)
0	40,6±0,43 ^d	23,6±0,71 ^c	27,5±1,13 ^a	59,3±0,13 ^d
0,2	25,6±0,11 ^c	5,13±0,16 ^b	55,3±0,36 ^b	23,3±0,33 ^c
0,4	22,5±0,25 ^b	5,23±0,17 ^b	56,5±0,27 ^c	23,0±0,70 ^c
0,6	21,3±0,15 ^a	4,59±0,20 ^a	60,4±0,04 ^d	20,7±0,13 ^b
0,8	21,5±0,42 ^a	4,88±0,32 ^b	60,7±0,15 ^d	20,1±0,25 ^a

Số liệu trình bày dưới dạng trung bình ± độ lệch chuẩn, n=3. Các giá trị có các chữ cái (a,b,c,d) theo sau giống nhau trong cùng một cột thì không khác biệt có ý nghĩa thống kê.

Khi nồng độ enzyme tăng dần từ 0 đến 0,8% thì hàm lượng protein, lipid trong xương giảm dần. Bên cạnh đó, hàm lượng khoáng có xu hướng tăng dần. Sự thay đổi này là do tốc độ thủy phân protein xảy ra nhanh do sự cắt mạch của các phân tử peptide (Đặng Thị Thu, 2012) khi tăng nồng độ enzyme, làm cho phần thịt bám trên xương được tách rời ra càng nhiều dẫn đến hàm lượng protein giảm xuống. Lượng lipid trong cơ thịt cũng được tách ra do có sự phá vỡ cấu trúc mô (Dumay et al., 2006) nên hàm lượng lipid còn lại trong xương cũng giảm xuống và hàm lượng khoáng được tăng lên. So với mẫu đối chứng, hàm lượng protein giảm rõ từ 40,6 còn 21,3% cho hiệu suất loại protein ở nồng độ 0,6% là 47,5%, hàm lượng lipid giảm từ 23,6 còn 4,59% và hàm lượng khoáng tăng mạnh từ 27,5 đến 60,4%. Sự tổn thất hàm lượng protein, lipid có trong xương cá dẫn đến hiệu suất thu hồi xương cá sau thủy phân giảm mạnh từ 59,3 còn 20,1%.

Trong các nghiên cứu trước đây, hóa chất được sử dụng để loại protein có trong mẫu xương cá để sản xuất bột calcium như Bubel et al. (2015) đã ngâm xương cá hồi và xương cá tuyết trong dung dịch NaOH 2 M cho hiệu quả loại protein là 40% đối với xương cá hồi và 7,19% đối với xương cá tuyết. Đối với nghiên cứu khử protein xương cá ngừ bởi dung dịch NaOH 2% trong 30 phút ở nhiệt độ sôi loại được 51,8% protein (Nemati et al., 2017) thì cho kết quả loại protein cao hơn nghiên cứu này. Ngày nay các nghiên cứu có xu hướng dùng enzyme để khử protein để hạn chế gây ô nhiễm môi trường

Bảng 2. Ảnh hưởng của thời gian sấy đến chất lượng bột khoáng (căn bản ướt)

Thời gian sấy (giờ)	Độ ẩm (%)	Độ hòa tan (%)	Khoáng (%)	Hiệu suất thu hồi (%)
1	12,9±0,36 ^d	13,7±0,51 ^a	60,6±0,50 ^a	73,8±0,73 ^d
2	10,3±0,26 ^c	15,1±0,74 ^b	62,8±0,86 ^b	70,1±0,66 ^c
3	8,91±0,25 ^b	17,2±0,60 ^c	64,1±0,80 ^{bc}	68,6±0,26 ^b
4	7,18±0,15 ^a	17,7±0,83 ^c	64,3±0,50 ^c	67,3±0,29 ^a

Số liệu trình bày dưới dạng trung bình ± độ lệch chuẩn, n=3. Các giá trị có các chữ cái (a,b,c,d) theo sau giống nhau trong cùng một cột thì không khác biệt có ý nghĩa thống kê.

Khi tăng thời gian sấy từ 1 đến 4 giờ thì hàm lượng ẩm giảm từ 12,9 còn 7,18%, hiệu suất thu hồi giảm từ 73,8 còn 67,3%, khác biệt có ý nghĩa thống kê giữa các mẫu. Nguyên nhân là do thời gian sấy dài nên lượng nước trong sản phẩm thoát ra càng nhiều, khối lượng cũng giảm đi vì thế độ ẩm và hiệu suất thu hồi của sản phẩm giảm (Nguyễn Trọng Cần & Đỗ Minh Phụng, 1990). Ngược lại, hàm lượng khoáng tăng từ 60,6 đến 64,3% khi thời gian sấy

như phương pháp sử dụng enzyme Flavouryme 0,5% để thủy phân xương và đầu cá chêm cho kết quả protein từ 10,5 giảm còn 3,12% với hiệu suất loại là 69,5% (Nguyễn Thị Mỹ Hương, 2014) cao hơn nghiên cứu này. Hay xương cá thác lác còn được loại protein bằng enzyme Tegalase ở nồng độ 0,3% trong 24 giờ ở 50°C cho hiệu quả khử protein là 37,1% và hàm lượng khoáng còn lại trong mẫu là 38,8% (Lê Thị Minh Thủy & Trần Thanh Trúc, 2019) đều thấp hơn khi so với phương pháp dùng enzyme alkaline để thủy phân. Nguyên nhân của sự khác nhau này có thể dự đoán là loại enzyme khác nhau khi sử dụng ở các nồng độ khác nhau trên các đối tượng khác nhau thì cho hiệu quả là không giống nhau.

Như vậy, đối với xương cá lóc khi thủy phân bằng enzyme alkaline ở nhiệt độ 50°C trong 6 giờ thì nồng độ enzyme đạt 0,6% được chọn là thông số thích hợp để tiến hành bố trí các thí nghiệm tiếp theo do có khả năng khử protein là tốt nhất, hàm lượng khoáng còn lại trong xương là cao nhất

3.2. Kết quả ảnh hưởng của thời gian sấy đến chất lượng sản phẩm bột khoáng giàu calcium từ xương cá lóc

Độ ẩm, độ hòa tan, hàm lượng khoáng và hiệu suất thu hồi của bột khoáng giàu calcium từ quá trình thủy phân xương cá lóc bằng enzyme alkaline khi sấy ở 50°C ở các mốc thời gian khác nhau được trình bày trong Bảng 2.

tăng từ 1 lên 4 giờ do hàm lượng chất khô tăng lên khi ẩm độ giảm (Trần Thị Luyến và ctv., 2006). Độ hòa tan tăng theo thời gian sấy từ 13,7 đến 17,7% vì sấy càng lâu độ ẩm càng thấp, khi nghiền bột càng mịn giúp dễ hòa tan trong nước hơn (Nguyễn Văn Mười và ctv., 2014).

Những thay đổi màu sắc của bột khoáng giàu calcium qua các mốc thời gian sấy được trình bày trong Bảng 3.

Bảng 3. Ảnh hưởng của thời gian sấy đến màu sắc của bột khoáng giàu calcium

Thời gian sấy (h)	Độ sáng L*	Độ màu a*	Độ màu b*	Cường độ màu (ΔE^*)
1	80,9±0,62 ^a	2,62±0,67 ^a	14,0±0,31 ^a	21,3±0,56 ^b
2	83,6±0,39 ^c	2,55±0,12 ^a	13,9±0,46 ^a	19,2±0,32 ^a
3	82,6±0,48 ^b	2,47±0,14 ^a	13,9±0,36 ^a	19,9±0,57 ^a
4	80,2±0,52 ^a	2,42±0,18 ^a	14,4±0,19 ^a	22,1±0,32 ^b

Số liệu trình bày dưới dạng trung bình ± độ lệch chuẩn, n=3. Các giá trị có các chữ cái (a,b,c,d) theo sau giống nhau trong cùng một cột thì không khác biệt có ý nghĩa thống kê.

Khi tăng thời gian sấy từ 1 lên 2 giờ thì độ sáng (L*) của bột tăng, nhưng khi tăng thêm thời gian sấy từ 2 đến 4 giờ thì độ sáng giảm. Dẫn đến cường độ màu (ΔE^*) của bột khoáng giàu calcium cũng thay đổi. Điều này có thể giải thích là do sự oxy hóa lipid xảy ra trong quá trình sấy xương cá và tạo thành các hợp chất sẫm màu (Lê Nguyễn Đoàn Duy & Lê Mỹ Hồng, 2012). So với nghiên cứu sản xuất bột khoáng từ cá thóc lác thì sấy ở 60°C trong 3 giờ cho kết quả hàm lượng ẩm đạt 11,4%, độ hòa tan đạt 13,2% cùng hiệu suất thu hồi 18,6% (Lê Thị Minh Thủy & Trần Thanh Trúc, 2019) là thấp hơn nghiên cứu này. Đối với bột khoáng từ xương cá tra khi được sấy ở 60°C trong 4 giờ cho kết quả cao hơn nghiên cứu này với độ ẩm, độ hoà tan lần lượt là 10,8 và 16,2%, tuy nhiên lại có hiệu suất thu hồi là 17,8% lại thấp hơn nghiên cứu này. Hay đối với bột calcium cá rô phi sông Nile khi sấy 90°C trong 60 phút thì đo được độ

sáng là 83,4 (Techochatchawal et al., 2009) gần giống với kết quả nghiên cứu này.

Theo Lê Thị Minh Thủy và Trương Thị Mộng Thu (2020), độ ẩm thích hợp cho bột khoáng giàu calcium là từ 10-12%. Vì vậy, mẫu bột khoáng giàu calcium từ xương cá lóc được sấy ở 50°C trong 2 giờ sẽ thu được sản phẩm có chất lượng tốt (hàm lượng calcium chiếm 21,01%) và đáp ứng yêu cầu về ẩm độ nên được chọn là thông số thích hợp để bố trí thí nghiệm tiếp theo.

3.3. Sự thay đổi chất lượng bột khoáng giàu calcium theo thời gian bảo quản ở nhiệt độ phòng

Sự thay đổi hàm lượng ẩm, khoáng và tổng số vi sinh vật hiếu khí của sản phẩm trong quá trình bảo quản ở điều kiện nhiệt độ phòng được thể hiện ở Bảng 4.

Bảng 4. Kết quả phân tích hàm lượng ẩm, khoáng và tổng số vi sinh vật hiếu khí ở các mốc thời gian bảo quản khác nhau (căn bản ướt)

Thời gian bảo quản (tuần)	Độ ẩm (%)	Khoáng (%)	Tổng số vi sinh vật hiếu khí (CFU/g)
0	10,3±0,26 ^a	62,8±0,86 ^d	4,37×10 ²
1	10,8±0,17 ^b	61,8±0,83 ^c	8,74×10 ²
2	11,1±0,30 ^b	61,1±0,70 ^b	1,43×10 ³
3	11,5±0,23 ^c	60,4±0,61 ^b	4,50×10 ³
4	11,9±0,23 ^d	59,7±0,13 ^a	6,56×10 ³

Số liệu trình bày dưới dạng trung bình ± độ lệch chuẩn, n=3. Các giá trị có các chữ cái (a,b,c,d) theo sau giống nhau trong cùng một cột thì không khác biệt có ý nghĩa thống kê.

Qua số liệu phân tích ở Bảng 4 có thể thấy được sản phẩm bột khoáng giàu calcium được bảo quản ở nhiệt độ phòng trong 4 tuần có hàm lượng ẩm tăng nhẹ từ 10,3 đến 11,9%. Sự hút ẩm phụ thuộc vào sự chênh lệch giữa độ ẩm tương đối của không khí và độ ẩm của sản phẩm và tốc độ thấm khí của bao bì dùng trong bảo quản (Nguyễn Văn Mười và ctv., 2014). Khi lượng ẩm trong sản phẩm tăng lên thì lượng chất khô trong sản phẩm có xu hướng giảm (Trần Thị Luyến và ctv., 2006) nên lượng khoáng cũng giảm nhẹ từ 62,8 còn 59,7% trong quá trình bảo quản.

Tổng vi sinh vật hiếu khí hiện diện trong sản phẩm là chỉ tiêu đánh giá mức độ an toàn của sản

phẩm, nguy cơ hư hỏng và khả năng bảo quản. Từ kết quả thí nghiệm, tổng số vi sinh vật hiếu khí tăng dần qua 4 tuần bảo quản từ 4,37×10² lên 6,56×10³ CFU/g. Nguyên nhân có thể do thời gian bảo quản dài kèm theo sự hút ẩm trở lại của sản phẩm đã làm cho sản phẩm có một số biến đổi về mặt sinh hóa, tạo điều kiện cho vi sinh vật phát triển ngày càng nhiều (Nguyễn Thị Hiền và ctv., 2009).

Trong thời gian bảo quản 4 tuần, sự thay đổi màu sắc của bột khoáng giàu calcium được thể hiện ở Bảng 5.

Độ sáng của bột khoáng giàu calcium cũng có sự thay đổi từ 83,6 giảm còn 74,6 trong 4 tuần bảo quản

dẫn đến cường độ màu cũng thay đổi đáng kể và có ý nghĩa thống kê. Nguyên nhân dẫn đến sự thay đổi màu sắc trong các tuần bảo quản có thể do quá trình

oxy hóa lipid có trong sản phẩm khi môi trường bên trong bao bì chưa loại hết oxy (Nguyễn Văn Mười và ctv., 2014).

Bảng 5. Sự thay đổi màu bột khoáng giàu calcium trong 4 tuần bảo quản

Thời gian bảo quản (tuần)	Độ sáng L*	Độ màu a*	Độ màu b*	Cường độ màu (ΔE^*)
0	83,6±0,39 ^e	2,55±0,12 ^a	13,9±0,46 ^a	19,2±0,32 ^a
1	80,5±0,40 ^d	3,38±0,44 ^b	16,3±0,48 ^b	23,2±0,57 ^b
2	77,4±0,45 ^c	3,33±0,50 ^b	16,3±0,30 ^b	25,5±0,28 ^c
3	76,5±0,46 ^b	3,28±0,25 ^b	15,9±0,13 ^b	26,0±0,40 ^c
4	74,6±0,45 ^a	3,48±0,30 ^b	17,3±0,53 ^c	28,3±0,40 ^d

Số liệu trình bày dưới dạng trung bình ± độ lệch chuẩn, n=3. Các giá trị có các chữ cái (a,b,c,d) theo sau giống nhau trong cùng một cột thì không khác biệt có ý nghĩa thống kê.

Qua 4 tuần bảo quản, sản phẩm bột khoáng giàu calcium có độ ẩm đạt yêu cầu, 10-12% (Lê Thị Minh Thủy & Trương Thị Mộng Thu, 2020), hàm lượng khoáng cao, màu sáng và đảm bảo an toàn về mặt vi sinh vật của Bộ Y tế (2007) về tổng vi sinh vật có mặt trong thực phẩm thủy sản.

3.4. Sự thay đổi về thành phần dinh dưỡng xương cá lóc và chất lượng sản phẩm bột khoáng giàu calcium từ xương cá lóc sau thủy phân bằng enzyme alkaline

Quá trình sản xuất bột khoáng giàu calcium trải qua nhiều công đoạn xử lý khác nhau nên thành phần dinh dưỡng giữa xương cá lóc ban đầu và sản phẩm bột khoáng có sự khác nhau đáng kể được trình bày trong Bảng 6.

Bảng 6. Thành phần hóa học của xương cá lóc ban đầu và bột giàu calcium từ xương cá lóc (căn bản ướt)

Chỉ tiêu phân tích	Hàm lượng (%)	
	Xương cá lóc	Bột khoáng
Độ ẩm	67,2±0,34 ^a	10,3±0,26 ^b
Protein	14,1±0,23 ^a	9,67±1,05 ^b
Lipid	8,20±0,41 ^a	3,39±0,09 ^b
Khoáng	9,67±0,81 ^b	62,8±0,86 ^a
Hàm lượng calcium	6,61 ^b	21,01 ^a

Số liệu trình bày dưới dạng trung bình ± độ lệch chuẩn, n=3. Các giá trị có các chữ cái (a,b,c,d) theo sau giống nhau trong cùng một hàng thì không khác biệt có ý nghĩa thống kê.

Xương cá trải qua quá trình gia nhiệt ở 95-100°C trong 10 phút và được thủy phân bằng enzyme alkaline kết hợp với quá trình sấy đã làm hàm lượng ẩm, protein và lipid giảm rõ rệt (Bảng 6). Phần thịt cá còn dính trên xương sẽ được loại bỏ thông qua quá trình thủy phân bởi enzyme alkaline, protein bị cắt mạch mạnh mẽ và giải phóng ra các amino acid

tự do và dễ dàng hòa tan vào trong dung dịch thủy phân và bị loại bỏ trong quá trình rửa (Đỗ Trọng Sơn và ctv., 2013), đồng thời thành phần lipid cũng được loại ra khỏi xương và dẫn đến hàm lượng khoáng trong bột khoáng (62,8%) cao hơn nhiều so với xương cá ban đầu (9,67%). Hàm lượng calcium có trong xương cá và bột khoáng tương ứng là 6,61% và 21,01%. Kết quả hàm lượng calcium của bột khoáng trong phạm vi nghiên cứu này tương đương với nghiên cứu sản xuất bột calcium từ xương cá hồi của Luu and Nguyen (2009) với hàm lượng calcium là 22,3% hay bột calcium từ xương cá thác lác trong đó calcium chiếm 21,9% (Lê Thị Minh Thủy & Trần Thanh Trúc, 2019). Một nghiên cứu khác của Lê Thị Minh Thủy và Trương Thị Mộng Thu (2020) cũng báo cáo hàm lượng calcium đạt 22,9% đối với bột calcium từ xương cá tra.

4. KẾT LUẬN

Quy trình sản xuất sản phẩm bột khoáng giàu calcium có chất lượng tốt gồm các bước chính như sau: (i) xương cá lóc cần được gia nhiệt ở 95-100°C trong 10 phút. Tiếp đến mẫu được tiến hành thủy phân để loại protein bằng enzyme alkaline với nồng độ 0,6% ở 50°C trong 6 giờ, bổ sung thêm lượng nước cất so với nguyên liệu ban đầu là 1:1 (w:v); (ii) mẫu xương sau thủy phân được đem sấy ở 50°C trong 2 giờ để tạo ra sản phẩm bột khoáng giàu calcium có chất lượng tốt với lượng ẩm là 10,8% với hàm lượng calcium 21,01%. Sản phẩm vẫn đạt được chất lượng, đảm bảo an toàn vệ sinh thực phẩm sau 4 tuần bảo quản ở nhiệt độ phòng.

LỜI CẢM ƠN

Nghiên cứu được thực hiện thông qua sự tài trợ kinh phí từ đề tài nghiên cứu khoa học cấp Bộ (Bộ Giáo dục và Đào tạo), mã số: CT2020.01.TCT.03 thuộc Chương trình khoa học và công nghệ “Nghiên cứu ứng dụng và phát triển công nghệ tiên tiến trong

bảo quản, chế biến nông thủy sản vùng Đồng bằng sông Cửu Long”

TÀI LIỆU THAM KHẢO

AOAC. (2000). Official Methods of Analysis of AOAC International, 17th Edition, George, W. and Latimer, Jr (Eds.), Volume II. Washington DC. USA.

AOAC. (2016). Chapter 9. In: Official Methods of Analysis of AOAC International, 20th Edition, Geogre, W and Latimer, Jr (Eds.). Volume I. Maryland. USA.

Bộ Y tế. (2007). Quyết định số 46/2007/QĐ-BYT ban hành ngày 19/12/2007 về “Quy định giới hạn tối đa ô nhiễm sinh học và hóa học trong thực”. <http://www.fsi.org.vn/pic/files/462007qdbyt.pdf>.

Bubel, F., Dobrzanski, Z., Bykowski, P.J., Chojnacka, K., Opalinski, S., & Trziszka, T. I. (2015). Production of Calcium Preparations by Technology of Saltwater Fish by Product Processing. *Open Chemistry*, 13(1), 1333-1340. doi:10.1515/chem-2015-0146.

Chaimongkol, L. (2012). Use of Selected Natural Calcium Sources for Calcium Enrichment of Crisp Rice. *KKU Science Journal*, 40(4), 1214-1224.

Dumay, J., Donnay-Moreno, C., Barnathan, G., Jaouen, P., & Berge, J. P. (2006). Improvement of lipid and phospholipid recoveries from sardine (*Sardina pilchardus*) viscera using industrial proteases. *Process Biochemistry*, 41(11), 2327-2332. <https://doi.org/10.1016/j.procbio.2006.04.005>.

Đặng Thị Thu. (2012). *Công nghệ enzyme*. Nhà xuất bản Khoa học và Kỹ thuật. Hà Nội.

Đỗ Trọng Sơn, Nguyễn Xuân Duy & Nguyễn Thị Mỹ Hương. (2013). Nghiên cứu thủy phân đầu cá chêm (*Lates calcarifer*) bằng enzyme Flavouryme. *Tạp chí Khoa học - Công nghệ Thủy sản. Trường Đại học Nha Trang*, 1, 138-144.

Hamada, M., Nagai, T., Kai, N., Tanoue, Y., Mae, H., Hashimoto, M., Miyoshi, K., Kumagai, H., & Saeki, K. (1995). Inorganic constituents of bone of fish. *Fisheries Science*, 61(3), 517-520. doi:10.2331/fishsci.61.517.

Hemung, B. O. (2013). Properties of tilapia bone powder and its calcium bioavailability based on transglutaminase assay. *International Journal of Bioscience: Biochemistry and Bioinformatics*, 3(4), 306-309.

Huỳnh Văn Hiền, Nguyễn Hoàng Huy & Nguyễn Thị Minh Thủy. (2011). Hội nghị Khoa học thủy sản toàn quốc lần thứ 4. *Sơ khảo hiệu quả kinh tế-kỹ thuật giữa sử dụng thức ăn cá tạp và thức ăn viên cho nuôi cá lóc (Channa striata) thương phẩm trong ao tại An Giang và Đồng Tháp*, 480-487. Trường Đại học Nông Lâm TP HCM.

Lê Nguyễn Đoàn Duy & Lê Mỹ Hồng. (2012). *Công nghệ thực phẩm truyền thống*. Nhà xuất bản Đại học Cần Thơ.

Lê Thị Minh Thủy & Trần Thanh Trúc. (2019). Nghiên cứu tận dụng xương cá thác lác còm (*Chitala chitala*) để sản xuất bột đạm và bột khoáng bằng phương pháp thủy phân enzyme. *Tạp chí Nông nghiệp và Phát triển*, 18(4), 33-41.

Lê Thị Minh Thủy & Trương Thị Mộng Thu. (2020). Nghiên cứu sản xuất bột đạm và bột calcium từ xương cá tra (*Pangasianodon hypophthalmus*) bằng phương pháp thủy phân enzyme. *Tạp chí Khoa học Trường Đại học Cần Thơ*, 56(2), 248-254. DOI:10.22144/ctu.jsi.2020.061.

Luu, P. H., & Nguyen, M. H. (2009). Recovery and utilization of calcium from fish bones by-products as a rich calcium source. *Vietnam Journal of Science and Technology*, 47(6), 91-103.

Nemati, M., Huda, N., & Ariffin, F. (2017). Development of calcium supplement from fish bone wastes of yellowfin tuna (*Thunnus albacares*) and characterization of nutritional quality. *International Food Research Journal*, 24(6), 2419-2426.

Nordic Committee on Food Analysis. (NMKL, 2006). *Aerobic Plate Count in Food. Method No. 86*. <https://docplayer.net/21367453-Nmkl-newsletter-nordic-committee-on-food-analysis.html>.

Nguyễn Thị Hiền, Phan Thị Kim, Trương Thị Hòa & Lê Thị Lan Chi. (2009). *Vi sinh vật nhiễm tạp trong lương thực - thực phẩm*. Nhà xuất bản Nông nghiệp. Đại học Bách Khoa Hà Nội.

Nguyễn Thị Mỹ Hương (2014). Thành phần dinh dưỡng của các sản phẩm thủy phân từ đầu và xương cá chêm (*Lates calcarifer*) bằng enzyme Flavouryme. *Tạp chí Khoa học Trường Đại học Cần Thơ*, 1, 49-53.

Nguyễn Trọng Căn & Đỗ Minh Phụng. (1990). *Công nghệ chế biến thực phẩm thủy sản tập 2*. Nhà xuất bản Nông nghiệp. Thành phố Hồ Chí Minh.

Nguyễn Văn Mười, Nguyễn Ngọc Thùy Dương & Trần Thanh Trúc. (2014). Xác định điều kiện sấy thích hợp cho chế biến và bảo quản bột thịt đầu tôm sú. *Tạp chí Khoa học Trường Đại học Cần Thơ*, 1, 22-30.

Sae-leaw, T., & Benjakul, S. (2015). Physico-chemical properties and fishy odour of gelatin from seabass (*Lates calcarifer*) skin stored in ice. *Food Bioscience*, 10, 59-68. doi:10.1016/j.fbio.2015.02.002.

Techochatchawal, K., Therdthai., & Khotavivattana, S. (2009). Development of calcium supplement from the bone of Nile Tilapia (*Tilapia nilotica*). *Asian Journal of Food and Agro-Industry*, 2(4), 539-546.

Trần Thị Luyến, Đỗ Minh Phụng, Nguyễn Anh Tuấn & Nguyễn Lê Hà. (2006). *Sản xuất các chế phẩm kỹ thuật và y dược từ phế liệu thủy sản*. Nhà xuất bản Nông nghiệp. Thành phố Hồ Chí Minh.