

TỐI ƯU HÓA QUÁ TRÌNH SẤY PHUN DỊCH THỦY PHÂN SỤN CÁ MẬP (*CARCHARHINUS DUSSUMIERI*)

OPTIMIZATION ON THE SPRAY DRYING PROCESS OF SHARK CARTILAGE (*CARCHARHINUS DUSSUMIERI*) HYDROLYZATES

Đinh Hữu Đông¹, Vũ Ngọc Bội², Nguyễn Thị Mỹ Trang², Nguyễn Anh Tuấn²

¹Trường Đại học Công nghiệp thực phẩm Thành phố Hồ Chí Minh

²Trường Đại học Nha Trang

Tác giả liên hệ: Vũ Ngọc Bội (Email: boivn@ntu.edu.vn)

Ngày nhận bài: 23/09/2019; Ngày phản biện thông qua: 28/09/2019; Ngày duyệt đăng: 29/09/2020

TÓM TẮT

Trong nội dung bài báo này, chúng tôi trình bày kết quả nghiên cứu tối ưu hóa quá trình sấy phun dịch thủy phân sụn cá mập bằng enzyme protease. Chúng tôi đã xác định được các thông số tối ưu cho quá trình sấy phun tạo bột đậm chứa chondroitin sulphate từ dịch thủy phân sụn cá mập: tỷ lệ maltodextrin bổ sung là 12%, nhiệt độ không khí buồng sấy là 80°C và tốc độ bơm nhập liệu là 12 ml/phút. Quá trình sấy phun theo các thông số ở trên tạo thành bột đậm chứa chondroitin sulphate với hiệu suất đạt 87,81%. Bột đậm sản xuất có hàm lượng nitơ tổng và hàm chondroitin sulphate tương ứng là 50,4mg/g và 203,1 mg/g.

Từ khóa: tối ưu hóa, sấy phun, maltodextrin, chondroitin sulphate, dịch thủy phân sụn cá mập.

ABSTRACT

In this article, the results of optimization on the spray drying process of shark cartilage hydrolysates by protease enzyme were presented. The optimal parameters for the spray drying process to create a protein - chondroitin sulphate powder from shark cartilage hydrolysates were determined: maltodextrin rate was 12%, drying chamber air temperature was 80°C, and inlet injection rate was 12 mL/min. The spray drying process according to the above parameters created the protein - chondroitin sulphate powder with efficiency of 87.81%. The produced protein - chondroitin sulphate powder had the total nitrogen content and chondroitin sulphate content of 50.4mg/g and 203.1 mg/g, respectively.

Key words: Optimization, Spray drying, maltodextrin, chondroitin sulphate, shark cartilage hydrolysate.

I. MỞ ĐẦU

Chondroitin sulphate là thành phần cơ bản cấu tạo nên sụn khớp và cấu tạo nên các tổ chức sợi chun giúp cho sự vận động linh hoạt và tính đàn hồi trong hoạt động khớp. Chondroitin sulphate làm tăng sản xuất chất nhầy và khả năng bôi trơn của dịch khớp, đảm bảo chức năng dinh dưỡng và sự vận động linh hoạt của khớp. Vì vậy, chondroitin sulphate được sử dụng để hỗ trợ điều trị các bệnh lý về xương khớp, hạn chế quá trình thoái hoá khớp. Ngoài ra, chondroitin sulphate cũng góp phần nuôi dưỡng và tái tạo các tế bào của giác mạc mắt [1, 2]. Sụn cá mập được cho là nguồn nguyên liệu tự nhiên có chứa chondroitin sulphate với hàm lượng cao nhất [1, 2]. Chính vì thế, chúng tôi nghiên cứu thủy phân sụn cá mập bằng phương

pháp sử dụng enzyme protease để thu dịch thủy phân chứa chondroitin sulphate hòa tan và các chất tự nhiên từ sụn cá mập [1, 2]. Từ dịch thủy phân sụn cá mập chứa chondroitin sulphate, chúng tôi tiến hành sấy phun tạo bột đậm thủy phân. Trong bài báo này chúng tôi trình bày kết quả nghiên cứu tối ưu hóa quá trình sấy phun tạo bột đậm thủy phân chứa chondroitin sulphate từ dịch thủy phân sụn cá mập.

II. NGUYÊN VẬT LIỆU VÀ PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

1. Nguyên vật liệu

1.1. Sụn cá mập:

Cá mập trắng (*Carcharhinus dussumieri* (Muller & Henle, 1839)) được thu mua nguyên con tại các tàu khai thác tại vùng biển Khánh

Hòa, cá có trọng lượng trung bình từ 20÷40kg và được khai thác trong giai đoạn từ tháng 1 ÷ 8 hàng năm. Sau thu mua, thu toàn bộ vây cá, sụn cá và vận chuyển về phòng thí nghiệm. Tại phòng thí nghiệm, tiến hành xử lý loại bỏ thịt, mô liên kết, làm sạch, cấp đông và thủy phân bằng hỗn hợp enzyme alcalase-papain. Sau khi

thủy phân, thu dịch thủy phân sụn cá mập và bảo quản đông ở -20°C ± 2°C để dùng trong suốt quá trình nghiên cứu sấy phun.

1.2. Maltodextrin

Sản phẩm của Nhật, dạng bột mịn, màu trắng, không mùi, tan hoàn toàn trong nước, độ ẩm là 6 ÷ 7% và chỉ số DE là 17 ÷ 20.



Hình 1. Hình ảnh về dịch thủy phân sụn cá mập (*Carcharhinus dussumieri*).

2. Phương pháp nghiên cứu

2.1. Các phương pháp phân tích:

* **Xác định lượng hàm lượng nitơ tổng số:** hàm lượng nitơ tổng số (Nts) được định lượng theo phương pháp kjeldahl [4, 8].

* **Hiệu suất thu bột đậm trong quá trình sấy phun:** hiệu suất thu bột đậm trong quá trình sấy phun được tính như sau:

$$H = \frac{P_1}{P} * 100 (\%)$$

Trong đó H: hiệu suất (%), P1: tổng lượng chất khô thu được sau sấy, P: tổng hàm lượng chất khô có trong hỗn dịch sấy phun.

* **Phương pháp định lượng chondroitin sulphate (CS):** định lượng chondroitin sulphate bằng phương pháp so màu theo Farndale và cộng sự [7]. Nguyên lý của phương pháp dựa trên sự thay đổi trong quang phổ hấp thụ của DMMB (1,9 Dimethylmethylene) khi tác dụng với chondroitin sulphate (glycosaminoglycan sulphate) ở bước sóng 525nm. Dựa vào đường chuẩn của chondroitin sulphate A (gốc sulphate gắn ở vị trí C-4 (chondroitin-4-sulphate), CS4) với DMMB để xác định hàm lượng chondroitin sulphate. Phương pháp này có độ nhạy cao, có thể định tính và định lượng hàm lượng CS ở mức µg.

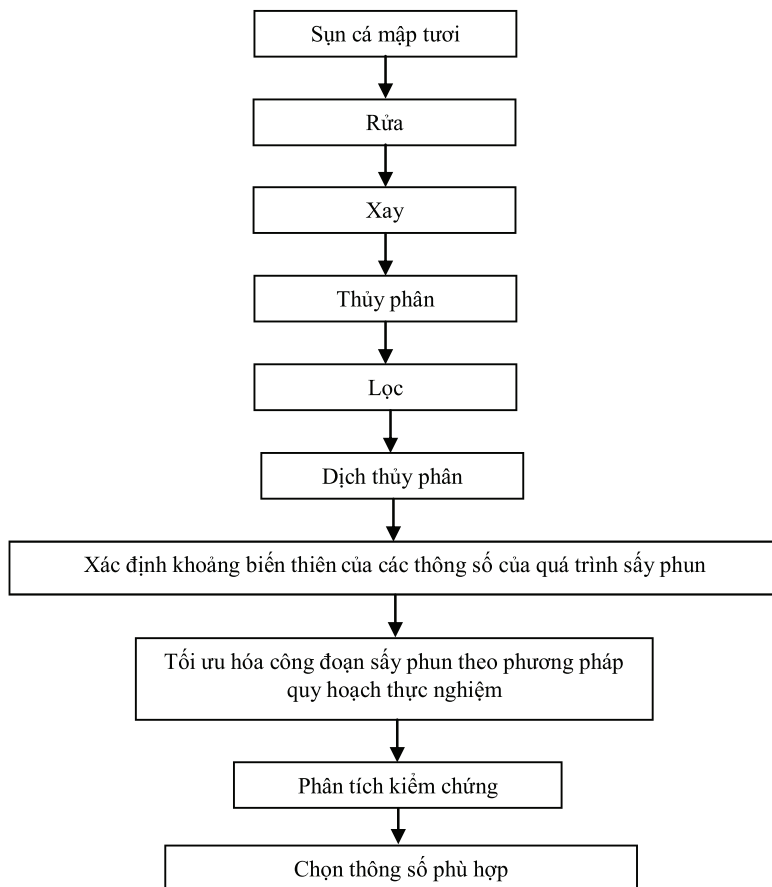
2.2. Phương pháp tối ưu hóa

Để lựa chọn được các thông số tối ưu cho công đoạn sấy phun tạo bột đậm chứa chondroitin sulphate, chúng tôi tiến hành bố trí thí nghiệm theo sơ đồ trình bày ở hình 2.

Trước hết, chúng tôi tiến hành khảo sát khoảng biến thiên của tỷ lệ bổ sung maltodextrin, nhiệt độ không khí buồng sấy, tốc độ bơm nhập liệu tới quá trình sấy phun tạo bột đậm - chondroitin sulphate. Dịch thủy phân sụn cá mập được xác định một số thành phần hóa học như hàm lượng chondroitin sulphate, hàm lượng nitơ tổng số,... tại Viện Pasteur Nha Trang và Viện An toàn Vệ sinh Thực phẩm Quốc gia. Thành phần các chất của dịch đậm thủy phân, nghiên cứu lựa chọn chất mang,... đã được công bố ở các bài báo trước đây. Tiếp theo, chúng tôi tiến hành khảo sát khoảng ảnh hưởng của nhiệt độ không khí buồng sấy, tỷ lệ maltodextrin bổ sung và tốc độ bơm nhập liệu đến hàm lượng chondroitin sulphate (CS), hàm lượng nitơ tổng số và hiệu suất thu hồi bột đậm. Trong đó, khoảng biến thiên của tỷ lệ maltodextrin trong khoảng 10% ÷ 14% với thông số cố định: nhiệt độ không khí buồng sấy, áp suất và tốc độ bơm nhập là 80°C, 2,5 bar và 12 ml/phút; Khoảng biến thiên của

hiệt độ không khí buồng sấy thay đổi trong khoảng 70°C ÷ 90°C, với thông số cố định: tỷ lệ maltodextrin, tốc độ bơm nhập liệu và áp suất là 12%, 12ml/phút và 2,5 bar; Khoảng biến

thiên của tốc độ bơm nhập liệu thay đổi trong khoảng 10ml/phút ÷ 14ml/phút, với thông số cố định: tỷ lệ maltodextrin, nhiệt độ không khí buồng sấy và áp suất là 12%, 80°C và 2,5 bar.



Hình 2. Sơ đồ bố trí thí nghiệm tổng quát.

Tiếp theo, xây dựng ma trận thực nghiệm và tiến hành thí nghiệm tối ưu hóa. Để khảo sát vùng tối ưu, sử dụng quy hoạch bậc hai tâm xoay cho 3 yếu tố và mỗi yếu tố tiến hành tại 5 mức. Số lần thí nghiệm được xác định như sau: $N = 23 + 2 \cdot 3 + 6 = 20$ thí nghiệm. Quy hoạch thực nghiệm gồm 20 thí nghiệm. Tính toán hệ số hồi quy với hàm mục tiêu là hiệu suất thu hồi bột đậm với

các biến lần lượt là: X_1 = Nhiệt độ không khí buồng sấy (°C), X_2 = Tỷ lệ maltodextrin (%), X_3 = Tốc độ nhập liệu (mL/phút). Thí nghiệm sử dụng RSM trong phần mềm Statgraphic XV để bố trí và tối ưu hóa các nhân tố thí nghiệm. Mỗi nhân tố được khảo sát với 5 mức độ (- α , -1, 0, +1, + α) được tính toán từ việc chạy phần mềm và kết quả được trình bày ở Bảng 1.

Bảng 1. Mã hóa biến và các mức độ khảo sát

Các yếu tố	Mức tiến hành				
	- α	-1	0	1	+ α
X_1 = Nhiệt độ không khí buồng sấy (°C)	70	75	80	85	90
X_2 = Tỷ lệ maltodextrin bổ sung (%)	10	11	12	13	14
X_3 = Tốc độ nhập liệu (mL/phút).	10	11	12	13	14

Ghi chú: $\alpha = 2$, giá trị cận trên (+1) và cận dưới (-1) của biến độc lập, $(\text{Biến áo min} + \text{Biến áo max})/2$ là giá trị trung bình của cận trên và cận dưới.

Phân tích số liệu: Thí nghiệm được thực hiện theo thiết kế như ở Bảng 5, thu thập số liệu và sử dụng phần mềm để phân tích (ANOVA) với độ khác biệt nhỏ nhất (LSD) ở mức ý nghĩa 95%.

Mô hình toán học mô tả ảnh hưởng của các biến độc lập đối với biến phụ thuộc có dạng hàm đa thức bậc hai ở dạng tổng quát như sau:

$$Y_k = B_0 + \sum_{j=1}^3 B_j X_j + \sum_{i,j=1}^3 B_{ij} X_i X_j + \sum_{j=1}^3 B_{jj} X_j^2$$

Trong đó:

Y_k : Biến phụ thuộc ($k = 1 - 3$)

$X_{i,j}$: Nhân tố mã hóa của biến độc lập ảnh hưởng đến Y_k

B_0 : Hệ số hồi qui bậc 0

B_j : Hệ số hồi qui bậc 1 mô tả ảnh hưởng của biến X_j đến Y_k

B_{ij} : Hệ số ảnh hưởng đồng thời của biến X_i và X_j đến Y_k

B_{jj} : Hệ số hồi qui bậc hai mô tả ảnh hưởng của biến X_j^2 đến Y_k

Kiểm định sự có nghĩa của hệ số hồi quy và kiểm định sự tương thích của mô hình. Chế độ tối ưu được xác định bằng phương pháp tối ưu hóa đa mục tiêu - phương pháp hàm mong đợi. Tính toán và xử lý kết quả bằng phần mềm máy tính Design - Expert 8.0.

3. Thiết bị và hóa chất

* **Thiết bị:**

Sử dụng các thiết bị hiện có tại Trung tâm Thí nghiệm Thực hành - Trường Đại học

Nha Trang và Trường Đại học Công nghiệp Thực phẩm - TP. HCM: Máy so màu UV-VIS DR6000 - Hach (Mỹ); Bể ổn nhiệt Memmert WNB14 - Đức, máy ly tâm lạnh tốc độ cao Hermle Z36HK - Đức, bể ổn nhiệt Memmert WNB22 (Đức), nồi thủy phân dung tích 30 lít (Việt Nam),...

Quá trình sấy phun được tiến hành trên hệ thống sấy phun Mobile Minor do hãng Niro (Đan Mạch) sản xuất. Năng suất sấy 1÷7kg nước bốc hơi/giờ, tốc độ quay tối đa của đĩa phun sương là 31.000v/p, nhiệt độ tối đa của tác nhân sấy dầu vào là 350°C.

* **Hóa chất:** Các hóa chất sử dụng trong thí nghiệm đều là hoá chất tinh khiết do hãng Merck - Đức cung cấp.

4. Phương pháp xử lý số liệu

Mỗi thí nghiệm đều tiến hành lặp lại 3 lần độc lập và số liệu là kết quả trung bình của các lần thí nghiệm. Kiểm tra sự khác biệt giữa các số liệu thống kê bằng phần mềm Statgraphics Centurion XVII trial.

III. KẾT QUẢ NGHIÊN CỨU VÀ THẢO LUẬN

1. Ảnh hưởng của một số yếu tố đến quá trình sấy phun tạo bột đậm từ dịch thủy phân sụn cá mập

1.1. Ảnh hưởng của tỷ lệ bổ sung maltodextrin đến hiệu suất thu bột đậm

Tiến hành thí nghiệm khảo sát khoảng biến thiên của tỷ lệ bổ sung maltodextrin đến hiệu suất thu bột đậm, hàm lượng CS và hàm lượng

Bảng 2. Ảnh hưởng của tỷ lệ maltodextrin đến hiệu suất thu bột đậm, hàm lượng CS và nitơ tổng

Tỷ lệ maltodextrin (%)	Hàm lượng chondroitin sulphate (mg/g)	Hàm lượng nitơ tổng (mg/g)	Hiệu suất thu bột đậm (%)
10	200,2 ^a ± 0,12	50,1 ^a ± 0,11	83,0 ^a ± 0,13
11	201,4 ^c ± 0,13	50,2 ^b ± 0,14	84,0 ^c ± 0,16
12	203,1 ^b ± 0,15	50,4 ^b ± 0,17	86,0 ^b ± 0,17
13	203,2 ^b ± 0,18	50,5 ^c ± 0,15	85,0 ^a ± 0,14
14	203,3 ^c ± 0,17	50,5 ^a ± 0,12	84,5 ^b ± 0,12

nitơ tổng. Kết quả trình bày ở bảng 2.

Từ kết quả bảng 2 cho thấy tỷ lệ bổ sung maltodextrin có ảnh hưởng rõ rệt đến hiệu suất thu bột đậm. Khi tỷ lệ bổ sung maltodextrin

thay đổi trong khoảng 10% ÷ 12%, thì hiệu suất thu bột đậm cũng tăng theo chiều tăng của tỷ lệ maltodextrin bổ sung và đạt cực đại 86,0 ± 0,17% khi tỷ lệ maltodextrin bổ sung là

12%. Sau đó, nếu tăng tỷ lệ maltodextrin bổ sung >12% thì hiệu suất thu bột đậm sau sấy lại giảm. Trong khi đó, hàm lượng nitơ tổng và hàm lượng chondroitin sulphate (CS) có xu thế tăng theo chiều tăng của tỷ lệ maltodextrin bổ sung trong khoảng 10% ÷ 14% nhưng sự sai khác về hàm lượng nitơ tổng và hàm lượng CS của các mẫu thí nghiệm không đáng kể và không có ý nghĩa thống kê.

Từ các phân tích ở trên cho thấy tỷ lệ maltodextrin bổ sung chủ yếu chỉ ảnh hưởng đến hiệu suất thu hồi bột đậm và hầu như không

ảnh hưởng đến hàm lượng CS và nitơ tổng. Do vậy khi tiến hành tối ưu hóa chỉ nên xây dựng bài toán tối ưu với hàm mục tiêu là hiệu suất thu hồi bột đậm. Kết quả phân tích cũng cho thấy tỷ lệ maltodextrin bổ sung thích hợp trong khoảng 10% ÷ 14% và tỷ lệ maltodextrin thích hợp là 12%.

1.2. Ảnh hưởng của nhiệt độ không khí buồng sấy

Kết quả nghiên cứu ảnh hưởng của nhiệt độ không khí buồng sấy đến hiệu suất thu bột đậm, hàm lượng CS và hàm lượng nitơ tổng số

Bảng 3. Ảnh hưởng của nhiệt độ không khí sấy đến hiệu suất thu bột đậm, hàm lượng CS và nitơ tổng

Nhiệt độ buồng sấy (°C)	Hàm lượng CS (mg/g)	Hàm lượng nitơ tổng (mg/g)	Hiệu suất thu hồi (%)
70	203,6 ^a ± 0,17	50,2 ^a ± 0,11	85,7 ^c ± 0,16
75	203,8 ^b ± 0,15	50,4 ^c ± 0,13	86,0 ^b ± 0,12
80	205,0 ^c ± 0,12	50,5 ^c ± 0,17	87,0 ^b ± 0,11
85	205,1 ^a ± 0,14	50,7 ^b ± 0,19	87,3 ^a ± 0,17
90	205,2 ^c ± 0,18	50,8 ^a ± 0,15	87,4 ^c ± 0,19

được trình bày ở bảng 3.

Kết quả phân tích ở bảng 3 cho thấy nhiệt độ không khí sấy cũng ảnh hưởng chủ yếu đến hiệu suất thu bột đậm và hàm lượng CS của bột đậm. Khi nhiệt độ không khí buồng sấy tăng trong khoảng 70°C ÷ 80°C, thì hiệu suất thu bột đậm, hàm lượng CS của bột đậm tăng theo chiều tăng nhiệt độ và tăng từ hiệu suất thu bột đậm 85,7 ± 0,16% và hàm lượng CS (203,6 ± 0,17) mg/g khi nhiệt độ không khí buồng sấy là 70°C lên tới hiệu suất thu bột đậm 87,0 ± 0,11% và hàm lượng CS (205,0 ± 0,12) mg/g khi nhiệt độ không khí buồng sấy là 80°C. Sau đó nếu tiếp tục tăng nhiệt độ không khí buồng sấy >80°C thì hiệu suất thu bột đậm và hàm

lượng CS của bột đậm tăng nhẹ nhưng mức độ tăng không đáng kể và không có ý nghĩa thống kê. Trái lại, hàm lượng nitơ tổng tăng nhẹ theo chiều tăng của nhiệt độ không khí buồng sấy trong khoảng 70°C ÷ 90°C nhưng mức độ tăng không đáng kể và không có ý nghĩa thống kê.

Từ các phân tích ở trên cho thấy nhiệt độ không khí buồng sấy trong khoảng 75°C ÷ 80°C là thích hợp cho quá trình sấy phun dịch thủy phân sụn cá mập.

1.3. Ảnh hưởng của tốc độ bơm nhập liệu

Kết quả nghiên cứu ảnh hưởng của tốc độ bơm nhập liệu đến hiệu suất thu bột đậm, hàm lượng CS và hàm lượng nitơ tổng số được trình bày ở bảng 4.

Bảng 4. Ảnh hưởng của tốc độ bơm nhập liệu đến hiệu suất thu bột đậm, hàm lượng CS và và nitơ tổng

Tốc độ bơm nhập liệu (mL/phút)	Hàm lượng CS (mg/g)	Hàm lượng nitơ tổng (mg/g)	Hiệu suất thu hồi (%)
10	202,1 ^a ± 0,11	50,1 ^b ± 0,15	84,1 ^a ± 0,21
11	202,4 ^b ± 0,13	50,2 ^c ± 0,14	84,8 ^b ± 0,13
12	203,6 ^c ± 0,16	50,6 ^c ± 0,12	87,4 ^c ± 0,11
13	203,7 ^c ± 0,18	50,7 ^a ± 0,19	86,5 ^b ± 0,15
14	203,8 ^b ± 0,19	50,7 ^a ± 0,21	86,5 ^b ± 0,19

Kết quả phân tích ở bảng 4 cho thấy tốc độ bơm nhập liệu cũng chủ yếu ảnh hưởng đến hiệu suất thu bột đậm và hàm lượng CS của bột đậm. Khi tốc độ bơm nhập liệu tăng trong khoảng 10mL/phút ÷ 12mL/phút, thì hiệu suất thu bột đậm, hàm lượng CS của bột đậm tăng theo chiều tăng tốc độ bơm nhập liệu và tăng từ hiệu suất thu bột đậm $84,1 \pm 0,21\%$ và hàm lượng CS ($202,1 \pm 0,11$) mg/g khi tốc độ bơm nhập liệu là 10mL/phút, lên tới hiệu suất thu bột đậm $87,4 \pm 0,11\%$ và hàm lượng CS ($203,6 \pm 0,16$) mg/g, khi tốc độ bơm nhập liệu là 12mL/phút. Sau đó, nếu tiếp tục tăng tốc độ bơm nhập liệu lên >12mL/phút thì hiệu suất thu bột đậm giảm và hàm lượng CS của bột đậm tăng

nhẹ nhưng mức độ thay đổi không đáng kể và không có ý nghĩa thống kê. Trong khi đó, hàm lượng nitơ tổng tăng nhẹ theo chiều tăng của của tốc độ bơm nhập liệu trong khoảng 10mL/phút ÷ 14mL/phút nhưng mức độ tăng không đáng kể và không có ý nghĩa thống kê.

Từ các phân tích ở trên cho thấy tốc độ bơm nhập liệu trong khoảng 11 ÷ 12ml/phút là phù hợp và được lựa chọn làm thông số biên cho quá trình tối ưu hóa công đoạn sấy phun tạo bột đậm chondroitin sulphate từ dịch thủy phân sụn cá mập.

2. Tối ưu hóa quá trình sấy phun tạo bột đậm

Quy hoạch thực nghiệm gồm 20 thí nghiệm. Kết quả thực nghiệm được trình bày ở bảng 5.

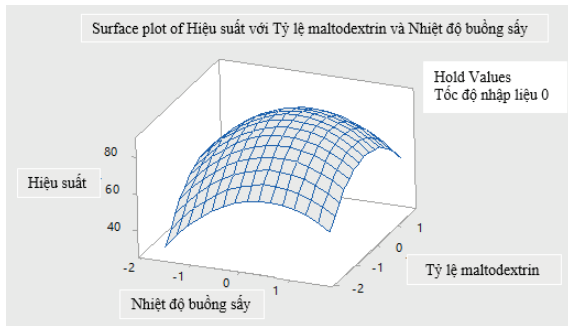
Bảng 5. Bố trí thí nghiệm và kết quả qui hoạch trực tâm quay (RCCD) của hàm mục tiêu Y (hiệu suất thu bột đậm) theo nhiệt độ không khí buồng sấy, tỷ lệ maltodextrin và tốc độ nhập liệu

TN	Biến mã hóa			Hàm mục tiêu Y (%)
	X ₁	X ₂	X ₃	
1	0	1,681793	0	73,1
2	-1	-1	-1	56,5
3	0	0	1,681793	72,6
4	0	0	0	86,6
5	1,681793	0	0	73,5
6	0	0	0	86,7
7	-1	1	-1	65,7
8	1	-1	1	73,1
9	1	1	-1	68,2
10	0	0	0	86,5
11	0	-1,68179	0	51,3
12	1	1	1	71,5
13	1	-1	-1	66,9
14	-1,68179	0	0	51,5
15	0	0	0	86,5
16	0	0	0	86,8
17	0	0	-1,68179	52,3
18	-1	-1	1	68,2
19	0	0	0	86,4
20	-1	1	1	68,5

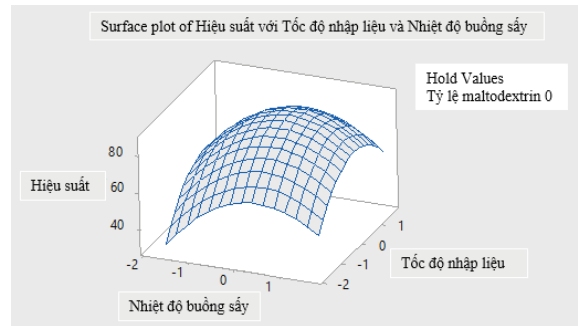
Phân tích hồi quy $p = 0,013 < \alpha = 0,05$ cho thấy mô hình hoàn toàn có ý nghĩa thống kê với độ tin cậy 95%. Hiệu suất thu bột đậm được

biểu diễn bằng mô hình toán học bậc 2 như sau:

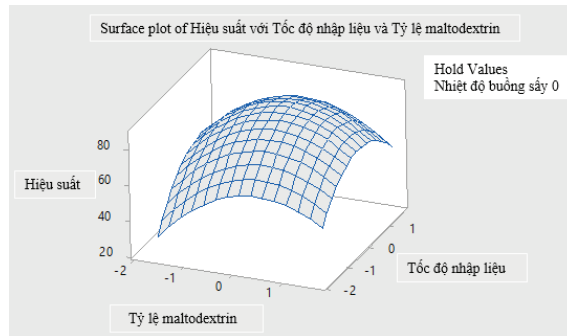
$$Y = B_0 + B_1 * X_1 + B_2 * X_2 + B_3 * X_2 + B_{11} * X_1 * X_1 + B_{22} * X_2 * X_2 + B_{33} * X_3 * X_3 +$$



Hình 2. Bề mặt đáp ứng thể hiện mối tương quan giữa nhiệt độ không khí buồng sấy (X1) và tỷ lệ maltodextrin (X2) đến hiệu suất thu bột đậm.



Hình 3. Bề mặt đáp ứng thể hiện mối tương quan giữa nhiệt độ không khí buồng sấy (X1) và tốc độ nhập liệu (X3) đến hiệu suất thu bột đậm.



Hình 4. Bề mặt đáp ứng thể hiện mối tương quan giữa tỷ lệ maltodextrin (X2) và tốc độ nhập liệu (X3) đến hiệu suất thu bột đậm.

$$B_{12} * X_1 * X_2 + B_{13} * X_1 * X_3 + B_{23} * X_2 * X_3$$

Lần lượt xét ảnh hưởng của từng yếu tố (khi các yếu tố khác giữ ở mức trung bình) đến hiệu suất thu hồi (Hình 2, 3 và 4) tỷ lệ khối lượng maltodextrin bổ sung và tốc độ bơm nhập liệu có ảnh hưởng rõ rệt đến hiệu suất thu bột đậm.

Kết quả phân tích cho thấy cả 3 nhân tố X_1 , X_2 và X_3 đều có tương tác với nhau và ảnh hưởng đến hàm mục tiêu hiệu suất thu bột đậm. Cụ thể, kết quả phân tích ở hình 2 cho thấy tỷ lệ maltodextrin và nhiệt độ không khí buồng sấy có ảnh hưởng rõ rệt đến hiệu suất thu bột đậm. Đỉnh thể hiện hiệu suất thu bột đậm cao nhất trong khoảng 86 ÷ 88% khi biến $X_1=80^{\circ}C$ và $X_2=12\%$. Tương tự tại hình số 3: tốc độ nhập liệu và nhiệt độ sấy cũng ảnh hưởng lớn đến hiệu suất thu bột đậm. Hiệu suất thu bột đậm đạt cao nhất là $Y=87,81\%$ khi $X_2=12\%$ và $X_3=12\text{mL/phút}$. Kết quả này cũng đúng với hình số 4: $X_2=12\%$ và $X_3=12\text{mL/phút}$ thì hiệu suất thu bột đậm sẽ đạt cực đại là $Y=87,81\%$.

Kết quả trên có thể giải thích như sau: hiệu suất thu bột đậm chịu ảnh hưởng nhiều nhất bởi tỷ lệ maltodextrin bổ sung và tốc độ bơm nhập liệu. Maltodextrin đóng vai trò là chất mang giúp gắn kết và bảo vệ các thành phần có dịch đậm thủy phân cũng như đảm bảo cho hỗn hợp khi sấy phun sẽ tạo ra bột có khối lượng phù hợp với tốc độ bốc thoát hơi nước để đảm bảo hiệu suất thu bột đậm cao nhất. Khi tỷ lệ maltodextrin bổ sung thấp, bột đậm tạo thành ở dạng bột mịn nên dễ bị bay theo hơi nước và bám lên thành thiết bị dẫn đến hiệu suất thu bột đậm thấp (hình 4). Tỷ lệ maltodextrin bổ sung tăng thì hiệu suất thu bột đậm tăng lên nhưng tỷ lệ maltodextrin bổ sung quá cao có thể làm bột đậm không kịp khô nên sẽ bị bay lòi cuốn theo hơi nước dẫn đến hiệu suất thu bột đậm giảm [3, 5, 6, 9 ÷ 14]. Tốc độ bơm nhập liệu cũng ảnh hưởng tới hiệu suất thu bột đậm. Khi tốc độ bơm nhập liệu thấp, hỗn hợp chất mang và dịch thủy phân được bơm vào buồng sấy ít nên bột đậm tạo thành

quá ít. Vì thế bột đậm tạo thành dễ bị bay lồi cuốn theo không khí ẩm ra khỏi buồng sấy nên hiệu suất thu bột đậm thấp. Tốc độ bơm nhập liệu tăng, lượng chất mang và dịch thủy phân được bơm vào buồng sấy nhiều nên hiệu suất thu bột đậm cũng tăng nhưng chỉ tăng đến một mức độ nhất định khi lưu lượng dòng nhập liệu vượt quá tốc độ làm khô sẽ xảy ra hiện tượng sản phẩm không kịp khô nên dễ bị bốc thoát theo hơi nước ra ngoài vì thế hiệu suất thu bột đậm sẽ giảm. Kết quả này cũng có nét tương đồng với nghiên cứu của Quek và cộng sự (2007) về quá trình sấy phun dịch ép dưa hấu cho thấy nồng độ maltodextrin bổ sung có ảnh hưởng đến đặc tính và hiệu suất thu bột sấy phun dịch ép dưa hấu [11]. Nghiên cứu của Quek và cộng sự cũng chỉ ra rằng rất khó để thu bột sấy phun dịch ép dưa hấu nếu không bổ sung maltodextrin làm chất trợ sấy do bột sấy phun dịch ép dưa hấu không bổ sung maltodextrin quá mịn bám dính trên thành của buồng sấy và thất thoát theo hơi nước nên không thể thu hồi được. Theo Quek và cộng sự, sử dụng maltodextrin làm chất trợ sấy đã cải thiện được những khó khăn trên và

thu được sản phẩm [11]. Phan Tại Huân và cộng sự (2014) khi đánh giá về việc sấy phun bột gấc cũng cho rằng hàm lượng carotenoid trong bột gấc sấy phun giảm khi tăng nồng độ maltodextrin lên 10%, 20%, 30% (w/v) và khi tăng tỷ lệ maltodextrin trên 30% thì độ nhớt của dịch sấy phun tăng, dẫn tới khi sấy phun có hiện tượng tạo thành các giọt dịch lớn ở đầu béc phun. Vì vậy, quá trình làm khô trong buồng sấy chậm, dẫn bột gấc có độ ẩm cao, đồng thời dịch sấy phun dễ bám dính vào đầu béc phun gây hiện tượng tắc béc phun [3].

Tối ưu hóa

Kết quả phân tích phương sai (ANOVA) ảnh hưởng của các nhân tố sấy đến hàm mục tiêu cho thấy các biến: X_1 , X_2 , X_3 , X_1^2 và X_3^2 có ảnh hưởng đáng kể đến hàm mục tiêu ($p < 0,05$). Các biến khác (thể hiện trong Bảng 6) mặc dù không có ảnh hưởng đáng kể đến hàm mục tiêu ($p > 0,05$), nhưng vì các biến đơn có ảnh hưởng đáng kể nên các biến tương tác của chúng cũng được giữ lại trong mô hình để tiến hành tối ưu hóa.

Tiến hành xử lý số liệu bằng phần mềm Minitab 16 sử dụng thuật toán tối ưu

Bảng 6. Kết quả phân tích phương sai (ANOVA) và hệ số tuyến tính, tương tác và bình phương của các phương trình hồi quy để dự đoán mức độ ảnh hưởng của các nhân tố sấy đến hàm mục tiêu

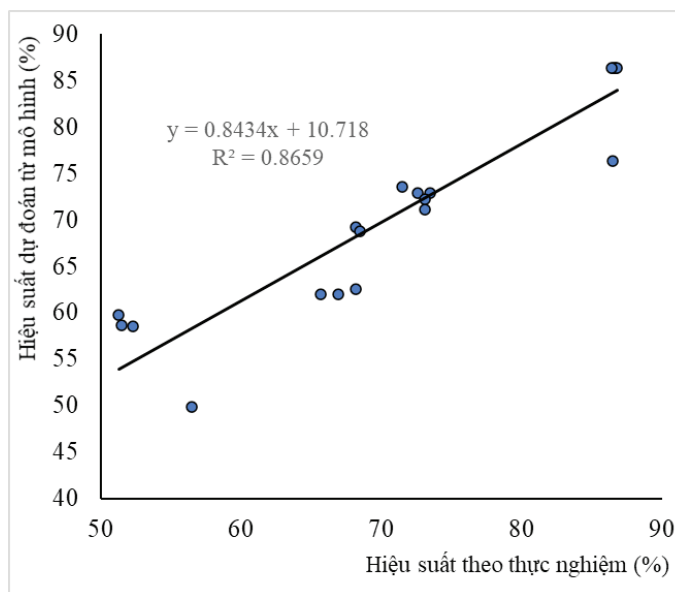
Nguồn	Bậc tự do	Tổng bình phương	Trung bình bình phương	F-Value	P-Value
Model	9	2550,47	283,385	9,08	0,001
Linear	3	646,16	215,386	6,90	0,008
X_1	1	244,62	244,623	7,84	0,019
X_2	1	154,02	154,020	4,94	0,050
X_3	1	247,52	247,517	7,93	0,018
Square	3	1871,77	623,925	20,00	0,000
$X_1 * X_1$	1	739,25	739,248	23,70	0,001
$X_2 * X_2$	1	761,31	761,306	24,40	0,001
$X_3 * X_3$	1	742,90	742,902	23,81	0,001
2-Way Interaction	3	32,53	10,845	0,35	0,049
$X_1 * X_2$	1	12,01	12,005	0,38	0,049
$X_1 * X_3$	1	3,12	3,125	0,10	0,050
$X_2 * X_3$	1	17,40	17,405	0,56	0,047

Bảng 7. Kết quả tối ưu hóa hiệu suất thu bột đậm theo biến X_1, X_2, X_3

Variable	Setting
X_1	0,254817
X_2	0,186866
X_3	0,254817

Bảng 8. Giá trị tối ưu của hàm mục tiêu hiệu suất thu bột đậm theo nhiệt độ, tỷ lệ maltodextrin và tốc độ nhập liệu tìm được từ mô hình dự đoán

Response	Fit	SE Fit	95% CI	95% PI
HIỆU SUẤT	87,81	2,25	(82,81; 92,82)	(74,40;101,23)



Hình 5. Môi trường quan giữa mô hình lý thuyết và thực nghiệm của các nhân tố sảy đến quá trình sấy phun tạo bột đậm từ dịch thủy phân sụn cá mập.

(optimization) thu được mô hình toán học mô tả ảnh hưởng của ba nhân tố sảy đến hàm mục tiêu như sau:

Kết quả phân tích ở bảng 6 và phương trình hồi quy cho thấy hệ số của các biến bậc hai và tương tác giữa các biến có giá trị âm còn các biến bậc nhất có hệ số dương. Điều này có thể lý giải như sau: Model: kiểm định tính tương thích tổng quát của mô hình với thực nghiệm. Kết quả ANOVA cho thấy $p = 0,01 < \alpha = 0,05$ nên mô hình tương thích với thực nghiệm, mô hình sẽ có ít nhất một hệ số có ý nghĩa thống kê. Linear: kiểm định tính tương thích của các thành phần bậc 1 (đại diện là hệ số). Kết quả kiểm định cho thấy: B_1 có $p = 0,019 \leq \alpha = 0,05$, B_2 có $p = 0,05 \leq \alpha = 0,05$ và B_3 có $p = 0,018 \leq$

$\alpha = 0,05$, nên B_1, B_2 và B_3 có ý nghĩa. Square: kiểm định tính tương thích của các thành phần bậc 2 (đại diện là hệ số B_{11}, B_{22} và B_{33}) cho thấy B_{11}, B_{22} và B_{33} đều có $p = 0,001 \leq \alpha = 0,05$ nên B_{11}, B_{22} và B_{33} có ý nghĩa. Interaction: kiểm định tính tương thích của các thành phần tương tác giữa các nhân tố (đại diện là hệ số B_{12}, B_{13} và B_{23}) cho thấy B_{12} có $p = 0,049 \leq \alpha = 0,05$, B_{13} có $p = 0,05 \leq \alpha = 0,05$ và B_{23} có $p = 0,047 \leq \alpha = 0,05$ nên B_{12}, B_{13} và B_{23} có ý nghĩa. Như vậy, tất cả các hệ số của phương trình đều có ý nghĩa nên mô hình có thể được viết theo biến mã hóa như sau:

$$Y = 86,38 + 4,23 * X_1 + 3,36 * X_2 + 4,26 * X_3 - 7,16 * X_1^2 - 7,27 * X_2^2 - 7,18 * X_3^2 - 1,22 * X_1 * X_2 - 0,62 * X_1 * X_3 - 1,48 * X_2 * X_3$$

Điều này cho thấy hàm mục tiêu đồng biến với X_1 , X_2 , X_3 và nghịch biến với X_1^2 , X_2^2 , X_3^2 , X_1X_2 , X_2X_3 và X_1X_3 . Nhưng độ lớn của hệ số các biến bậc hai lớn nhất nên ảnh hưởng nhiều nhất đến hàm mục tiêu. Còn hệ số của các tương tác X_1X_2 , X_2X_3 và X_1X_3 nhỏ nên ảnh hưởng không lớn đến hàm mục tiêu.

Quá trình sấy phun được tiến hành sao cho bột đậm thu được với hiệu suất cao nhất. Tiến hành giải bài toán tối ưu bằng cách chấp mục tiêu theo thuật toán “hàm mong đợi”. Kết quả tối ưu hóa thu được $X_1 = 80$ tức nhiệt độ không khí buồng sấy là 80°C , $X_2 = 12$ tức tỷ lệ maltodextrin bổ sung là 12%, $X_3 = 12$ tức tốc độ bơm nhập liệu 12 ml/phút. Khi đó Hàm mục tiêu (Y) là hiệu suất đạt 87,81% và hàm lượng chondroitin sulphate, hàm lượng nitơ tổng của bột đậm lần lượt là 203 mg/g, 50mg/g bột.

Với điều kiện tối ưu này thì mục tiêu về hiệu suất thu hồi bột đậm đạt 87,81% mong muốn (bảng 8) và mục tiêu chung đạt 87% mong muốn (hình 5).

3. Thí nghiệm kiểm chứng

Tiến hành sấy phun tạo bột đậm chứa chondroitin sulphate từ dịch thủy phân sụn cá

mập với các thông số: tỷ lệ maltodextrin bổ sung là 12%, nhiệt độ không khí buồng sấy 80°C , tốc độ bơm nhập liệu 12 ml/phút. Thí nghiệm được tiến hành 3 lần cho kết quả hiệu suất thu hồi bột đậm chứa chondroitin sulphate đạt $(87 \pm 0,3)\%$ và hàm lượng chondroitin sulphate, hàm lượng nitơ tổng số của bột đậm lần lượt đạt $(203 \pm 0,13)$ mg/g và $(50 \pm 0,44)$ mg/g bột.

IV. KẾT LUẬN

Từ các kết quả nghiên cứu ở trên rút ra một số kết luận như sau:

1) Các thông số tối ưu cho quá trình sấy phun tạo bột đậm chứa chondroitin sulphate từ dịch thủy phân sụn cá mập: tỷ lệ maltodextrin bổ sung là 12%, nhiệt độ không khí buồng sấy là 80°C và tốc độ bơm nhập liệu là 12 ml/phút.

2) Tiến hành sấy phun tạo bột đậm chứa chondroitin sulphate từ dịch thủy phân sụn cá mập theo các thông số tối ưu thu được bột đậm với hiệu suất thu hồi đạt 87,81%. Bột đậm sản xuất có hàm lượng nitơ tổng và hàm lượng chondroitin sulphate tương ứng là 50,4mg/g và 203,1 mg/g.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

Tiếng Việt

- Đình Hữu Đông, Vũ Ngọc Bội, Nguyễn Thị Mỹ Trang (2020), “Ảnh hưởng của thời gian thủy phân và loại enzyme đến quá trình thủy phân sụn cá mập (*carcharhinus dussumieri*) bằng protease”, *Tạp chí Nông nghiệp và Phát triển Nông thôn*, Bộ Nông nghiệp và Phát triển Nông thôn, Số 7, Kỳ 1.
- Đình Hữu Đông, Vũ Ngọc Bội, Nguyễn Thị Mỹ Trang (2020), “Ảnh hưởng của nồng độ enzyme và thời gian đến quá trình thủy phân sụn cá mập (*carcharhinus dussumieri*)”, *Tạp chí Nông nghiệp và Phát triển Nông thôn*, Bộ Nông nghiệp và Phát triển Nông thôn, Số 12, Kỳ 2.
- Phan Tại Huân, Phạm Đức Toàn, Kha Chấn Tuyền (2014), *Gác và công nghệ sản xuất tiềm năng*, Báo cáo phân tích xu hướng công nghệ, Trung tâm Thông tin Khoa học và Công nghệ, Sở Khoa học và Công nghệ, TP. HCM.
- Đặng Văn Hợp, Đỗ Minh Phụng, Vũ Ngọc Bội, Nguyễn Thuần Anh (2010), *Phân tích kiểm nghiệm thực phẩm thủy sản*, Nxb. Khoa học và Kỹ thuật, Hà Nội.
- Nguyễn Thị Hồng Minh, Nguyễn Thị Thùy Ninh (2011), “Tối ưu hóa quá trình sấy phun dịch cà chua”, *Tạp chí Khoa học và Phát triển*, Trường Đại học Nông nghiệp Hà Nội, Số 9(6), pp. 1014 - 1020.

Tiếng Anh

6. Anair et al., (2019), “Application of quality by design for optimization of spray drying process used in drying of Risperidone nanosuspension”, *Elsevier; Powder technology*, Volume 342, pp. 156-165.
7. Farndale W. R., Buttle D. J. & Barrett A. J. (1986), "Improved quantitation and discrimination of sulphated glycosaminoglycans by use of dimethylmethylene blue", *Biochem. Biophys. Acta.*, 883: p. 173-177.
8. J. Jayaraman (1981), *Laboratory manual in Biochemistry*, Wiley Eastern Limited, New Delhi.
9. M. Cano- Chauca, et al., (2005), “Effect of the carriers on the microstructure of mango powder obtained by spray drying and its functional charecterization”, *Innovative food science & Emerging technologies*, 5 (4), pp. 420-428.
10. Mohammad Rezaul Islam Shishir, et al., (2016), “Optimization of spry drying parameters for pink guava powder using RSM”, *Food Science and Biotechnology*, 25, pp. 461-468.
11. Siew Young Quek*, Ngan King Chok, Peter Swedlund (2007), “*The physicochemical properties of spray-dried watermelon powders*”, *Chemical Engineering and Processing*, 46 (2007), 386÷392.
12. Saenz, et al., (2009), “Microencapslation by spray drying of bioactive compounds from cactus pear (*Opuntia ficus-indica*)”, *Food chemistry*, 114, pp. 616-622.
13. Shu et al., (2006), “Study on microencapsulation of lycopene by spray-drying”, *Journal of food engineering*, 76, pp.664-669.
14. Zafer et al., (2015), “Optimization of spry drying process in cheese powder production”, *Food and Bioproducts processing*, Volume 93, pp.156-165.