

Nghiên cứu CÔNG NGHỆ THU HỒI CANXI LACTAT

VŨ THỊ THUẬN, ĐỖ TRỌNG HƯNG, NGUYỄN HOÀNG PHI, LƯƠNG THỊ NHƯ HOA, NGUYỄN THÙY LINH

Viện Công nghiệp thực phẩm

TÓM TẮT

Thu hồi canxi lactat từ dịch lên men axit lactic bằng phương pháp cho tạo kết tủa với ion Ca^{2+} .

Phương pháp này gồm các công đoạn: xử lý dịch lên men, kết tinh canxi lactat, tinh sạch thu hồi sản phẩm canxi lactat. Quá trình thu hồi canxi lactat là dịch sau lên men axit lactic được gia nhiệt đến 85°C trong 20 phút để diệt tế bào, rồi ly tâm tách xác tế bào và cặn thô, tẩy màu, chất keo,... bằng than hoạt tính với nồng độ than 1,5% (so với thể tích dịch). Tiến hành kết tinh canxi lactat ở pH 10, nồng độ axit lactic ban đầu 110g/l, nhiệt độ kết tinh $5-10^{\circ}\text{C}$, thời gian kết tinh 18 giờ. Sau 18 giờ kết tinh được ly tâm loại bỏ nước, kết tinh lại lần 2, rửa kết tinh với nước lạnh (5°C) và đem sấy ở 60°C trong 8 giờ thu được canxi lactat màu trắng có hàm ẩm 25,1%, hiệu suất thu hồi đạt 86,4% và hàm lượng canxi lactat trong sản phẩm đạt 99,6 % (tính theo canxi lactat khan).

1. MỞ ĐẦU

Canxi lactat là một loại muối của axit lactic, công thức phân tử: $\text{C}_6\text{H}_{10}\text{CaO}_6$, sản phẩm canxi lactat màu trắng, thường tồn tại dưới dạng ngậm 5 phân tử nước và còn có các tên gọi khác như: calcium lactate 5-hydrate, 2-hydroxypropanoic acid calcium salt pentahydrate.

Canxi lactat có khối lượng phân tử: 218,22 g/mol, điểm nóng chảy: 240°C , độ hòa tan trong nước: 7,9 g/100ml tại 30°C . Canxi lactat được ứng dụng rộng rãi trong công nghiệp thực phẩm, dược phẩm và một số ngành công nghiệp khác.[2,5,6,7]

Trên thế giới, công nghệ thu hồi canxi lactat đã được nghiên cứu và sản xuất ở quy mô công nghiệp. Quá trình thu hồi canxi lactat chịu ảnh hưởng của nhiều yếu tố như: Nồng độ axit lactic, tạp chất trong dịch sau lên men, các điều kiện kết tinh, điều kiện tinh sạch thu nhận sản phẩm canxi lactat. [1,3,4]

Ở Việt Nam, việc nghiên cứu công nghệ thu hồi canxi lactat còn hạn chế, hiệu suất thu hồi thấp, độ tinh sạch sản phẩm chưa cao, chất lượng chưa đáp ứng được cho công nghiệp dược phẩm và thực phẩm. Vì vậy, việc nghiên cứu công nghệ thu hồi canxi lactat từ dịch sau lên men axit lactic đảm bảo chất lượng đáp ứng cho ngành công nghiệp dược phẩm, thực phẩm là rất cần thiết.

2. NGUYÊN LIỆU VÀ PHƯƠNG PHÁP

2.1. Nguyên liệu và hóa chất

- Dịch sau lên men axit lactic từ glucoza.
- Than hoạt tính.

- $\text{Ca}(\text{OH})_2$, CaCO_3 , NaOH, NaCl, Murexit, EDTA...

2.2. Phương pháp

2.2.1. Phương pháp phân tích

- Xác định hàm lượng chất khô bằng chiết quang kế;
- Xác định pH bằng máy đo pH cầm tay Orion, model 410 (Mỹ);
- Phân tích axit lactic bằng phương pháp so màu Barker Summerson;
- Xác định độ sạch của dịch bằng phương pháp so màu trên máy UV 1601-PC;
- Định lượng canxi lactat bằng phương pháp chuẩn độ E.D.T.A.

2.2.2. Phương pháp công nghệ

Khi kết thúc lên men, dịch lên men được gia nhiệt đến 85°C trong 20 phút để diệt tế bào. Sau đó tẩy màu bằng than hoạt tính, điều chỉnh pH, cô đến nồng độ thích hợp, làm lạnh để kết tinh canxi lactat, rồi tiến hành tinh sạch, sấy kết tinh ở 60°C trong 8 giờ thu hồi sản phẩm. Kết quả được đánh giá bởi hiệu suất thu hồi và độ tinh sạch của sản phẩm.

Hiệu suất thu hồi canxi lactat được tính theo công thức:

$$H = \frac{m \times 90 \times 2}{308 \times N \times V} \times 100 (\%)$$

Trong đó: m: Khối lượng canxi lactat khô (g); N: Nồng độ axit lactic trong mẫu (g/l); V: Thể tích mẫu (L); 90: Khối lượng phân tử axit lactic; 308: Khối lượng phân tử canxi lactat.

3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

3.1. Nghiên cứu điều kiện làm sạch dịch sau lên men bằng than hoạt tính.

Dịch sau lên men axit lactic được nâng nhiệt 85°C trong 20 phút để diệt tế bào, ly tâm tách bỏ xác tế bào. Sau đó tiếp tục làm sạch dịch bằng than hoạt tính để loại bỏ các chất màu, chất keo, ion kim loại... Điều kiện thí nghiệm được thử với các nồng độ than khác nhau. Kiểm tra độ sạch của các mẫu bằng cách đo trên máy quang phổ tại bước sóng 230 nm. Kết quả thí nghiệm được ghi trong bảng 3.1.

Bảng 3.1. Ảnh hưởng của than hoạt tính tới sự trong sạch của dịch lên men

TT	Nồng độ than hoạt tính (%)	Độ Bx của dịch lên men	OD (230nm)	Nhận xét
1	ĐC	15	2,713	Màu vàng đậm
2	0,5	15	0,876	Màu vàng, trong
3	1	15	0,614	Vàng nhạt hơn, trong
4	1,5	15	0,190	Màu trắng, rất trong
5	2	15	0,187	Màu trắng, rất trong

Qua bảng 3.1 cho thấy, với nồng độ than hoạt tính từ 1,5 - 2,0 cho giá trị OD gần tương đương nhau và thấp nhất, dịch màu trắng, rất trong. Do vậy nồng độ than hoạt tính được chọn để tẩy màu và làm sạch dịch sau lên men là 1,5% so với thể tích dịch.

3.2. Nghiên cứu ảnh hưởng của pH trong quá trình kết tinh tới hiệu suất thu hồi canxi lactat.

Để có hiệu suất thu hồi canxi lactat cao thì nồng độ ion canxi phải đủ để kết hợp với ion lactat, hàm lượng ion canxi được biểu hiện qua pH của dung dịch. Thí nghiệm được thử ở các giá trị pH khác nhau, kết quả được đánh giá bởi hiệu suất thu hồi canxi lactat. Thí nghiệm được ghi trong bảng 3.2.

Bảng 3.2. Ảnh hưởng của pH trong quá trình kết tinh

Nồng độ axit lactic (g/l)	Thể tích dịch (ml)	pH	Canxi lactat (g)	Hiệu suất thu hồi (%)
100	100	7	10,40	60,8
100	100	8	11,32	66,2
100	100	9	12,25	71,5
100	100	10	13,85	80,9
100	100	11	13,87	81,0

Qua bảng trên cho thấy ở pH 10 – 11 cho hiệu suất thu hồi canxi lactat cao nhất. Do vậy, khi kết thúc lên men, chúng tôi tiến hành điều chỉnh pH = 10 bằng $\text{Ca}(\text{OH})_2$ để thu hồi canxi lactat.

3.3. Nghiên cứu ảnh hưởng của nhiệt độ trong quá trình kết tinh.

Để tìm được nhiệt độ thích hợp cho quá trình kết tinh thu hồi canxi lactat. Thí nghiệm được tiến hành ở các điều kiện nhiệt độ kết tinh khác nhau. Kết quả được thể hiện qua bảng 3.3.

Bảng 3.3. Ảnh hưởng của nhiệt độ kết tinh tới hiệu suất thu hồi canxi lactat

Nhiệt độ kết tinh (°C)	Nồng độ axit lactic (g/l)	Thể tích mẫu (ml)	Canxi lactat (g)	Hiệu suất thu hồi (%)
5	100	100	14,1	82,4
10	100	100	14,02	81,9
15	100	100	12,45	72,6
20	100	100	11,70	68,4
25	100	100	10,51	61,4

Qua bảng 3.3 cho thấy ở nhiệt độ 5-10°C thu hồi canxi lactat không chênh nhau là mấy và cao nhất, vì vậy nhiệt độ được chọn cho quá trình kết tinh thu hồi canxi lactat trong khoảng từ 5-10°C.

3.4. Nghiên cứu ảnh hưởng của nồng độ axit lactic trong quá trình kết tinh.

Canxi lactat là một loại muối của axit lactic, được sản xuất từ lên men axit lactic rồi cho tủa với ion Ca^{2+} . Vì vậy, quá trình kết tinh phụ thuộc vào nồng độ canxi lactat tức là phụ thuộc vào nồng độ của axit lactic ban đầu. Thí nghiệm được thử với nồng độ axit lactic ban đầu khác nhau. Kết quả được thể hiện ở bảng 3.4.

Bảng 3.4. Ảnh hưởng của nồng độ axit lactic tới hiệu suất thu hồi canxi lactat

Nồng độ axit lactic (g/l)	Thể tích mẫu (ml)	Canxi lactat (g)	Hiệu suất thu hồi (%)
70	100	7,21	60,1
80	100	9,82	71,7
90	100	11,80	76,6
100	100	14,12	82,5
110	100	16,9	89,8
120	100	18,63	90,7
140	100	Không tách được	

Qua bảng 3.4 cho thấy ở nồng độ axit lactic ban đầu là 110 - 120 g/l cho hiệu suất thu hồi canxi lactat cao nhất. Còn nồng độ cao hơn thì không tách được.

3.5. Nghiên cứu ảnh hưởng của thời gian trong quá trình kết tinh.

Để tìm được thời gian thích hợp cho quá trình kết tinh thu hồi canxi lactat, thí nghiệm được thử với thời gian kết tinh khác nhau. Kết quả được ghi ở bảng 3.5

Bảng 3.5. Ảnh hưởng của thời gian kết tinh tới hiệu suất thu hồi canxi lactat

Thời gian kết tinh (giờ)	Nhiệt độ kết tinh (°C)	Nồng độ axit lactic (g/l)	Thể tích mẫu (ml)	Canxi lactat (g)	Hiệu suất thu hồi (%)
6	5	110	100	10,67	56,7
12	5	110	100	13,91	73,9
18	5	110	100	16,87	89,6
24	5	110	100	16,92	89,8
30	5	110	100	17,0	90,3

Qua bảng 3.5 cho thấy, thời gian kết tinh canxi lactat 18 giờ là phù hợp nhất.

3.6. Nghiên cứu điều kiện tinh sạch thu hồi sản phẩm canxi lactat.

3.6.1. Nghiên cứu ảnh hưởng của số lần kết tinh đến hiệu suất và chất lượng sản phẩm

Để sản phẩm canxi lactat có độ tinh sạch cao, sản phẩm phải được tinh chế lại. Điều kiện thí nghiệm: Lượng canxi lactat thu được từ 110 g/l axit lactic lần 1 sẽ tiếp tục cho kết

Bảng 3.6. Ảnh hưởng số lần tinh chế đến hiệu suất và chất lượng sản phẩm

Số lần tinh chế	Canxi lactat thu được (g)	Hiệu suất thu hồi (%)	Độ tinh khiết (%)
1	16,9	89,8	94,7
2	16,4	87,1	99,2
3	15,8	83,9	99,3

tinh lại lần 2 và lần 3. Kết quả được ghi trong bảng 3.6

Nhận xét: Để canxi lactat có độ tinh sạch cao, trong quá trình thu hồi sản phẩm cần tinh chế lại sản phẩm 2 lần.

3.6.2. Nghiên cứu điều kiện rửa kết tinh đến hiệu suất và chất lượng sản phẩm.

Quá trình rửa kết tinh cũng là một yếu tố quan trọng ảnh hưởng đến chất lượng sản phẩm. Canxi lactat thu được từ 100ml dịch lên men có nồng độ axit lactic 110g/l sau lần

Bảng 3.7. Ảnh hưởng của điều kiện rửa kết tinh đến hiệu suất và chất lượng sản phẩm

Điều kiện rửa	Canxi lactat theo lý thuyết (g)	Canxi lactat thu được (g)	Hiệu suất thu hồi (%)	Độ tinh khiết (%)
Nước 30°C	18,83	10,10	53,6	99,7
Nước lạnh 5°C	18,83	16,27	86,4	99,6
Axeton	18,83	16,35	86,8	99,8
Ethanol 96%	18,83	16,30	86,6	99,7

tinh chế 2 được thử với các điều kiện rửa khác nhau. Kết quả ghi trong bảng 3.7

Qua bảng trên cho thấy, rửa kết tinh bằng nước lạnh (5°C) là phù hợp nhất. Do vậy chúng tôi chọn nước lạnh để rửa kết tinh làm sạch sản phẩm.

KẾT LUẬN

Đã xác định được các điều kiện thu hồi canxi lactat từ dịch lên men: Dịch lên men được nâng nhiệt đến 85°C trong 20 phút, ly tâm tách xác tế bào; nồng độ than hoạt tính để làm sạch dịch sau lên men là 1,5% so với thể tích dịch; kết tinh ở pH 10; nồng độ axit lactic ban đầu để kết tinh: 110g/l; nhiệt độ kết tinh: 5 - 10°C; thời gian kết tinh là 18 giờ; kết tinh được tinh chế lại 2 lần, được rửa bằng nước lạnh 5°C và sấy ở 60°C trong 8 giờ thu sản phẩm canxi lactat.

Canxi lactat thu được màu trắng có hàm ẩm 25,1%, với hiệu suất thu hồi đạt 86,4% và hàm lượng canxi lactat trong sản phẩm đạt 99,6% (tính theo canxi lactat khan).❖

TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. Young Man/Min, Kyung Chan, (1988). The Production of Calcium lactate by *Lactobacillus sporogenes*. Korean J. Food and Nutr., Issue 2, Vol.1, p.95-101.
2. Sher, et al. (2002). Shelf-stable calcium fortified milk and dairy products. US Patent No.6455082.
3. Xuejun Cao, Ho-Joon Lee, Hyun Shik Yun and Yoon-Mo Koo (2002). Crystallization and Dissolution Behavior of L(+) Calcium and Zinc Lactate in Ethanol-Water Solvent. Korean J. Chem. Eng., 19(2), 301-304
4. Young Man/Min, Kyung Chan (1988). The production of calcium lactate by *lactobacillus sporogenes*. Korean J. Food and nutr. Isme 2, vol.1, p.95-101
5. <http://langencn.clsc.cn/product/3dcaf04c357c/calcium-lactate-food-grade.html#>
6. www.TheFind.com: CalciumLactateTablets
7. http://en-wikipedia.org/wiki/calcium_lactate.



Ảnh sản phẩm canxi lactat