

NGHIÊN CỨU THU NHẬN PECTIN TỪ CÙI QUẢ BƯỞI

Ngô Đại Hùng⁽¹⁾, Nguyễn Thị Liên Thương⁽¹⁾, Lê Nguyễn Hoàng Kiên⁽¹⁾,
Ngô Đại Nghiệp⁽²⁾, Võ Thanh Sang⁽³⁾

(1) Trường Đại học Thủ Dầu Một; (2) Trường Đại học Khoa học Tự nhiên (VNU-HCM);

(3) Trường Đại học Nguyễn Tất Thành

Ngày nhận bài 15/3/2020; Ngày gửi phản biện 20/3/2020; Chấp nhận đăng 20/05/2020

Liên hệ email: vtsang@ntt.edu.vn

<https://doi.org/10.37550/tdmu.VJS/2020.03.035>

Tóm tắt

Cùi quả bưởi chứa hàm lượng pectin cao, là nguồn cơ chất tiềm năng để chiết xuất pectin ứng dụng trong công nghiệp thực phẩm. Nghiên cứu này nhằm khảo sát các điều kiện tối ưu chiết xuất pectin từ cùi quả bưởi để đạt hiệu suất cao như thời gian, nhiệt độ và nồng độ axit citric. Đồng thời, độ tinh khiết và độ ester của pectin từ cùi quả bưởi cũng được xác định. Hiệu suất pectin thu được cao nhất là 16,46% trong điều kiện tách chiết là nồng độ axit citric 9%, 85 phút ở 90°C. Pectin từ cùi quả bưởi thu được có độ tinh khiết khoảng 49,43% với độ ester là 51,15%.

Từ khóa: axit citric, cùi quả bưởi, độ tinh khiết, độ ester, pectin

Abstract

THE STUDY ON OBTAINING CRUDE PECTIN FROM POMELO PEELS

The peels of pomelo contain high pectin content and can be utilized to extract pectin applied in food industry. In this study, the extraction conditions of pectin from pomelo peels were optimized to obtain high yield of pectin such as time, temperature and citric acid concentration. In addition, the purity and esterification degree of pectin from pomelo peels were also determined. The highest yield of pectin is 16.46% in the extraction conditions with 9% citric acid for 85 minutes at 90°C. The pectin product is of 49.43% purity with 51.15% esterification degree.

1. Giới thiệu

Việt Nam là nước có ngành nông nghiệp phát triển mạnh, trong đó trái cây là mặt hàng có giá trị kinh tế cao. Trái cây là nguồn nguyên liệu dồi dào để sản xuất pectin. Lượng pectin còn có nhiều trong phế liệu trái cây là nguồn nguyên liệu rẻ tiền, dễ kiếm. Từ nguyên liệu là những phần không ăn được hay những phần giá trị dinh dưỡng không cao ta có thể sử dụng để chiết xuất lấy pectin từ đó làm cho chúng có giá trị và ứng dụng nhiều hơn, đồng thời góp phần trong việc bảo vệ môi trường và đem lại giá trị kinh tế. Bưởi là loại trái cây có diện tích và sản lượng cao. Đặc biệt tại Tân Uyên (Bình

Dương), có một nguồn cung bưởi dồi dào nhưng chỉ có thể sử dụng phần thịt bưởi chứ chưa thể sử dụng phế liệu bưởi để sản xuất pectin làm lãng phí nguồn nguyên liệu.

Pectin là chất phụ gia quý được sử dụng nhiều trong công nghiệp thực phẩm được dùng làm chất ổn định, chất làm dày, chất nhũ hóa, tạo cấu trúc... Pectin không làm biến đổi mùi vị tự nhiên của sản phẩm và không độc hại. Trong y học, pectin được dùng để sản xuất thuốc chữa bệnh đường ruột (giúp cơ thể tăng cường bài tiết các kim loại nặng) (Liu, Shi, Langrish, 2016). Mục tiêu của nghiên cứu này là khảo sát các điều kiện tối ưu trích ly pectin từ cùi quả bưởi để đạt được hiệu suất thu pectin cao, làm cơ sở dữ liệu cho các nghiên cứu phát triển công nghệ sản xuất pectin từ cùi quả bưởi trên quy mô công nghiệp.

2. Vật liệu và phương pháp nghiên cứu

Quy trình tách chiết pectin từ cùi quả bưởi: Cùi quả bưởi được cung cấp từ Viện Phát triển ứng dụng trường Đại học Thủ Dầu Một thu mua bưởi da xanh tại xã Bạch Đằng, thị xã Tân Uyên, Bình Dương. Cùi trắng của vỏ bưởi được sấy ở nhiệt độ 50°C đến độ ẩm dưới 9% sau đó được nghiền nhỏ và lưu trữ để sử dụng cho việc nghiên cứu. Pectin được tách chiết dựa theo quy trình của Joye và Luzio (2000) và Quoc và cộng sự (2014). Hòa 10g bột vỏ bưởi vào 20ml dung dịch axit citric, gia nhiệt và ủ. Sau đó ly tâm, lấy dịch ly tâm chỉnh đến pH 4,5 rồi cho kết tủa với etanol tuyệt đối, ngâm kết tủa 2 giờ. Tiếp tục rửa kết tủa với etanol 70% và sấy ở 60°C trong 10 giờ thu được pectin thô.

Khảo sát ảnh hưởng của thời gian đến hiệu suất pectin thu được khi tách chiết: Để khảo sát ảnh hưởng của thời gian đến hiệu suất pectin thu được từ cùi quả bưởi, điều kiện tách chiết được chọn như sau: nồng độ axit citric (8%) và nhiệt độ (80°C) với các thời gian tách chiết khác nhau (70, 75, 80, 85 và 90 phút). Từ đó, xác định được thời gian tách chiết thu dịch trích ly có hiệu suất pectin cao nhất dùng cho thí nghiệm tiếp theo. Thí nghiệm lặp lại 3 lần với 15 đơn vị thí nghiệm. Chỉ tiêu đánh giá là thời gian tách chiết cho hiệu suất thu pectin từ quy trình trích ly pectin từ cùi quả bưởi cao nhất.

Khảo sát ảnh hưởng của nhiệt độ đến hiệu suất pectin thu được khi tách chiết: Để khảo sát ảnh hưởng của nhiệt độ đến hiệu suất pectin thu được từ cùi quả bưởi, điều kiện tách chiết được chọn như sau: nồng độ axit citric (8%) và thời gian chọn được từ thí nghiệm trên với các nhiệt độ khác nhau (70, 75, 80, 85 và 90°C). Từ đó, xác định nhiệt độ tách chiết thu dịch trích ly có hiệu suất pectin cao nhất dùng cho thí nghiệm tiếp theo. Thí nghiệm lặp lại 3 lần với 15 đơn vị thí nghiệm. Chỉ tiêu đánh giá là nhiệt độ tách chiết cho hiệu suất thu pectin từ quy trình trích ly pectin từ cùi quả bưởi cao nhất.

Khảo sát ảnh hưởng nồng độ axit citric đối với hiệu suất pectin thu được khi tách chiết: Để khảo sát ảnh hưởng của axit citric đến hiệu suất pectin thu được từ cùi quả bưởi, điều kiện tách chiết được chọn như sau: nhiệt độ và thời gian từ các thí nghiệm trên với các nồng độ axit citric khác nhau (6, 7, 8, 9 và 10%). Từ đó, xác định nồng độ axit citric tách

chiết thu dịch trích ly có hiệu suất pectin cao nhất dùng cho thí nghiệm tiếp theo. Thí nghiệm lặp lại 3 lần với 15 đơn vị thí nghiệm. Chỉ tiêu đánh giá là nồng độ axit citric tách chiết cho hiệu suất thu pectin từ quy trình trích ly pectin từ cùi quả bưởi cao nhất.

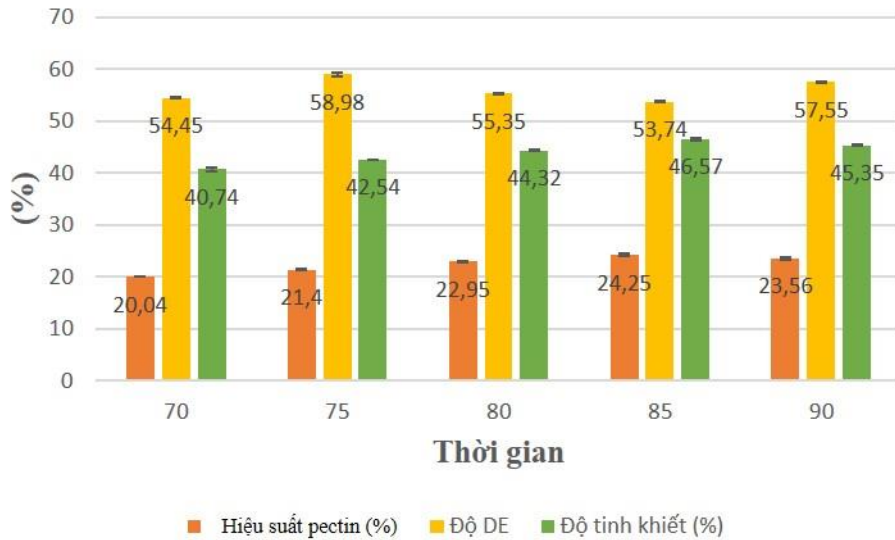
Xác định độ tinh khiết của pectin: Độ tinh khiết của pectin được xác định bằng phương pháp kết tủa canxi pectat (Mui, 2001). Cho 0,15g pectin thô vào 100ml dung dịch NaOH 0,1 N. Để hỗn hợp trong 7 giờ cho pectin bị xà phòng hóa hoàn toàn thành axit pectic. Thêm 50ml dung dịch axit axetic 1 N và sau 5 phút thêm 50ml CaCl_2 1 N rồi để yên 1 giờ, tiếp đó, đun sôi 5 phút và lọc qua giấy lọc không tàn đã được sấy khô tới trọng lượng không đổi. Rửa kết tủa canxi pectat bằng nước cất nóng cho tới khi không còn ion clo nữa (thử nước rửa với dung dịch bạc nitrat 1%). Sau khi rửa xong, đặt giấy lọc có kết tủa vào chén cân và sấy ở 105°C cho tới trọng lượng không đổi. Độ tinh khiết của pectin (P) được tính theo công thức sau: $P = m * 0,92 * 100/M$ (%) với m (g): Khối lượng của kết tủa canxi pectat (g); M (g): Khối lượng pectin thô (g); 0,92: Pectin có 92% trong canxi pectat. Hiệu suất tách chiết pectin (Y) được tính như sau: $Y = a_0/a * 100$ với a_0 (g): Khối lượng pectin khô ($a_0 = P * M$); a (g): Khối lượng cùi quả bưởi sấy khô

Xác định độ ester (DE) của pectin trong dịch tách chiết: Độ ester của pectin được xác định theo phương pháp của Pinheiro và cộng sự (2008). Cho 0,5g pectin vào 5ml etanol, 1g NaCl, 1-2 giọt phenolphthalein và thêm 100 ml nước cất ấm. Hỗn hợp được chuẩn độ với dung dịch NaOH 0,1 N thu được thể tích V_1 (ml). Sau đó thêm 25ml dung dịch NaOH 0,25 N vào và khuấy ở nhiệt độ phòng trong 30 phút. Tiếp đó cho thêm 25ml dung dịch HCl 0,25 N và lắc cho đến khi mất màu hồng. Hỗn hợp được chuẩn độ với dung dịch NaOH 0,1 N và thu được thể tích V_2 (ml). Độ ester được tính theo công thức: $DE (\%) = V_2 * 100 / (V_1 + V_2)$.

3. Kết quả và thảo luận

3.1. Ảnh hưởng của thời gian đến hiệu suất pectin thu được

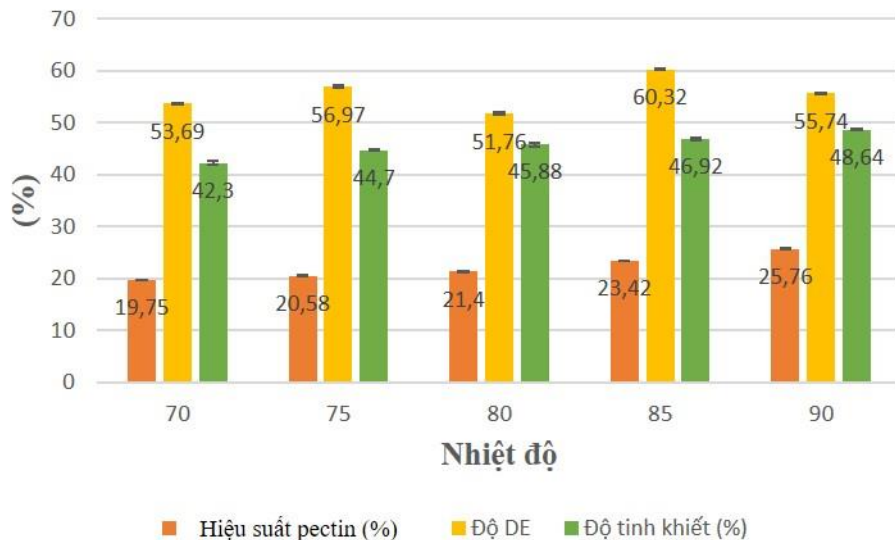
Hình 1 cho thấy ảnh hưởng của thời gian đến hiệu suất tách chiết, độ ester và độ tinh khiết của pectin từ cùi quả bưởi. Hiệu suất pectin thu được ở 70 phút là thấp nhất chỉ đạt 20,04%. Hiệu suất pectin tăng theo thời gian: 21,4% ở 75 phút; 22,95% tại 80 phút và cao nhất là 24,25% ở 85 phút. Ở thời gian tách chiết là 90 phút thì hiệu suất pectin bị giảm nhẹ xuống còn 23,56%. Độ ester của pectin tách chiết thay đổi không đồng đều. Ở 85 phút có độ ester là thấp nhất 53,74% và cao nhất ở 75 phút là 58,98% còn lại độ ester là 54,45% ở 70 phút; 55,35 % ở 80 phút và 57,55 % ở 90 phút. Độ tinh khiết của pectin thì thay đổi theo hiệu suất tách chiết. Độ tinh khiết cao nhất ở thời gian tách chiết 85 phút là 46,57% và thấp nhất ở thời gian tách chiết 70 phút là 40,74%. Ở điều kiện thời gian là 85 phút thì hiệu suất pectin thu được là cao nhất 24,25% và có độ tinh khiết cao nhất là 46,57% với độ ester là 53,74%. Do đó, chọn thời gian là 85 phút để tách chiết pectin từ cùi quả bưởi và tiến hành các thí nghiệm tiếp theo.



Hình 1. Ảnh hưởng của thời gian đến hiệu suất, độ ester và độ tinh khiết của pectin thu được

3.2. Ảnh hưởng của nhiệt độ đến hiệu suất pectin thu được

Hình 2 cho thấy được ảnh hưởng của nhiệt độ đến hiệu suất tách chiết, độ ester và độ tinh khiết của pectin từ cùi quả bưởi. Hiệu suất pectin ở nhiệt độ 70°C là thấp nhất chỉ đạt 19,75%. Giá trị này tăng lên 20,58% tại 75°C; 21,4% tại 80°C; 23,42% tại 85°C và cao nhất là 25,76% ở 90°C.



Hình 2. Ảnh hưởng của nhiệt độ đến hiệu suất, độ ester và độ tinh khiết của pectin thu được

Ở 85°C có độ ester là cao nhất là 60,32% và thấp nhất ở 80°C là 51,76% còn lại độ ester là 53,69% ở 70°C; 56,97% ở 75°C và 55,74% ở 90°C. Độ tinh khiết của pectin thì

thay đổi theo hiệu suất tách chiết. Độ tinh khiết cao nhất ở nhiệt độ 90°C là 48,64% và thấp nhất ở thời gian tách chiết 70°C là 42,30%. Độ tinh khiết ở các nhiệt độ 75°C là 44,70%, 80°C là 45,88% và 85°C là 46,92%. Kết quả cho thấy ở điều kiện thời gian là 85 phút và nhiệt độ là 90°C thì hiệu suất pectin thu được là cao nhất 25,76% và có độ tinh khiết cao nhất là 48,64%. Tuy độ ester không đạt mức thấp nhất nhưng vẫn có thể chấp nhận được. Do đó, chọn điều kiện nhiệt độ là 90°C để tiến hành thí nghiệm tiếp theo.

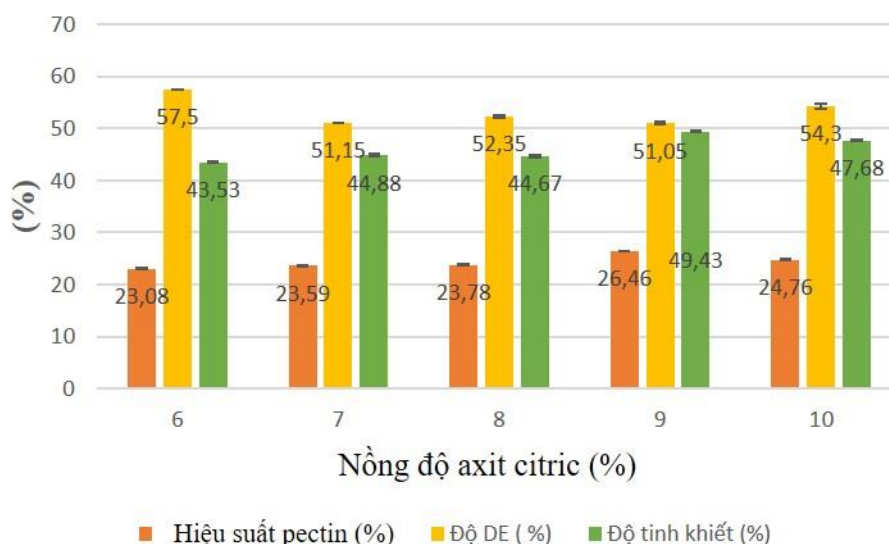
3.3. Ảnh hưởng của nồng độ axit citric đến hiệu suất pectin thu được

Hình 3 cho thấy ảnh hưởng của nồng độ axit citric đến hiệu suất tách chiết, độ ester và độ tinh khiết của pectin từ cùi quả bưởi. Hiệu suất pectin ở nồng độ axit citric 6% là thấp nhất chỉ đạt 23,08%. Giá trị này tăng lên 23,59% tại nồng độ axit citric 7%; 23,78% tại nồng độ axit citric 8% và cao nhất là 26,46% tại nồng độ axit citric 9%. Sau đó hiệu suất thu pectin giảm xuống 24,76% tại nồng độ axit citric 10%.

Ở nồng độ axit citric 6% độ ester là cao nhất (57,50%) và thấp nhất tại nồng độ axit citric 9% (51,05%) còn lại độ ester tại nồng độ axit citric 7% là 51,15%; 8% là 52,35% và 10% là 54,30%.

Độ tinh khiết của pectin thay đổi theo hiệu suất tách chiết. Độ tinh khiết cao nhất tại nồng độ axit citric 9% là 49,43% và thấp nhất ở nồng độ axit citric 6% là 43,53%. Độ tinh khiết tại nồng độ axit citric 7% là 44,88%, 8% là 44,67% và 10% là 47,68%.

Kết quả cho thấy thời gian và nhiệt độ tách chiết đã chọn là 85 phút và 90°C tại nồng độ axit citric 9%, hiệu suất pectin thu được là cao nhất 26,46% và cũng có độ tinh khiết cao nhất là 49,43%. Tuy độ ester không đạt mức thấp nhất nhưng vẫn có thể chấp nhận. Do đó, hiệu suất tách chiết pectin cao nhất với thời gian là 85 phút; nhiệt độ 90°C và nồng độ axit citric là 9%.



Hình 3. Ảnh hưởng của nồng độ axit citric đến hiệu suất, độ ester và độ tinh khiết của pectin

Theo nghiên cứu của Liew và cộng sự (2016) tiến hành với dụng cụ siêu âm thì mới thu được hiệu suất pectin cao nhất là 36,33%. Trong khi đó, nghiên cứu của chúng tôi chỉ thực hiện theo phương pháp ngâm chiết đã thu được hiệu suất pectin cao nhất là 26,46%. So với nghiên cứu của Ngô Thị Minh Phương (2016), tác giả tách chiết pectin từ cùi quả bưởi ở 90°C trong thời gian 90 phút và nồng độ axit citric 5% thì hiệu suất pectin thu được là 14,24% thì nghiên cứu của chúng tôi đạt được hiệu suất thu hồi pectin cao hơn (23,08%) tại nồng độ axit citric 6%.

Nghiên cứu của Norziah và cộng sự (2000) sử dụng axit mạnh dễ gây độc hại hơn so với axit citric. Trong nghiên cứu của chúng tôi, khi dùng axit citric 9% theo điều kiện thời gian tách chiết là 85 phút và nhiệt độ tách chiết là 90°C thì hiệu suất đạt được là 26,46% cao hơn so với khi sử dụng ethanol-HCl chỉ đạt 19% khi ngâm chiết trong thời gian 60 phút và nhiệt độ 75°C, và khi sử dụng acetone-HCl chỉ đạt 20,8% khi được ngâm chiết trong điều kiện thời gian là 60 phút và nhiệt độ là 75°C.

Trong nghiên cứu của Pawadee và cộng sự (2014), tác giả dùng axit nitric là một loại axit mạnh, dễ gây nguy hiểm khi sử dụng hay pha chế và thời gian tách chiết cao nhất là 200 phút tại nhiệt độ 80°C và nồng độ axit nitric 12,5mM đạt được hiệu suất thu pectin là 23,64%. Trong khi đó, nghiên cứu của chúng tôi dùng axit citric với giá thành rẻ hơn và an toàn hơn khi sử dụng và chỉ cần 85 phút tại nhiệt độ 90°C và nồng độ axit citric là 9% thì hiệu suất thu pectin cao hơn (26,46%).

4. Kết luận

Pectin thu được từ cùi quả bưởi với hiệu suất cao nhất là 16,46% trong điều kiện tách chiết là nồng độ axit citric 9%, 85 phút ở 90°C. Pectin từ cùi quả bưởi thu được có độ tinh khiết khoảng 49,43% với độ ester là 51,15%. Pectin tách chiết từ cùi quả bưởi có tiềm năng ứng dụng trong chế biến thực phẩm.

Lời cảm ơn

Nghiên cứu này được hỗ trợ bởi Trường Đại học Thủ Dầu Một.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] Liu, Y., Shi, J., Langrish, T. A. G. (2006). Water- based extraction of pectin from flavedo and albedo of orange peels. *Chemical Engineering Journal*, 120(3), 203-209.
- [2] Joye, D. D., Luzio, G. A. (2000). Process for selective extraction of pectins from plant material by different pH. *Journal of Carbohydrate Polymers*, 43(4), 337-342.
- [3] Quoc, L. P. T., Anh, L. T. L., Tien, M. V. T. K., Trang, L. T. (2014). Optimization of the pectin extraction from pomelo peels by oxalic acid and microwave. *Banat's Journal of Biotechnology*, 9, 67-73.
- [4] Mui, N. V. (2001). Biochemical Practice. National University Hanoi Publisher -Vietnam (in Vietnamese), 68-72.

- [5] Pinheiro, E. R., Silva, I. M. D. A. (2008). Gonzaga, L. V., Amante, E. R., Reinaldo, F. T., Ferreira, M. M. C., Amboni, R. D. M. C., Optimization of extraction of highest pectin from passion fruit peel (*Passiflora edulis* flavicarpa) with citric acid by using response surface methodology. *Journal of Bioresource Technology*, 99(13), 5561-5566.
- [6] Liew, S. Q., Ngoh, G. C., Yusoff, G., Teoh, W. H. (2016). Sequential ultrasound-microwave assisted acid extraction (UMAE) of pectin from pomelo peels. *International Journal of Biologicial Macromolecules*, 93, 426-435.
- [7] Ngô Thị Minh Phương (2016). Nghiên cứu thu nhận, biến tính pectin từ các nguồn thực vật tại khu vực miền Trung – Tây Nguyên và ứng dụng tạo màng bao bảo quản xoài, gừng. Trường Đại học Đà Nẵng.
- [8] Norziah, M. H., Fang, E. O., Abd Karim A. (2000). Extraction and charactercia of pectin from pomelo fruit peels. *Gums and Stabilisers for the Food Industry*, 10, 28-37.
- [9] Pawadee, M., Jaruwan K., Chaiwut G. (2014). Pomelo (*Citrus maxima*) pectin: Effect of extraction parameters and its properties. *Food Hydrocolloids*, 35, 383-391.