



TRÍCH LY PECTIN TỪ VỎ BƯỞI NĂM ROI (*Citrus grandis* (L.) Osbeck) BẰNG PHƯƠNG PHÁP TRÍCH LY CÓ HỖ TRỢ NHIỆT

Nguyễn Hồng Khôi Nguyễn^{1,2*}, Trần Thanh Trúc³ và Bạch Long Giang⁴

¹Khoa Kỹ thuật thực phẩm và Môi trường, Trường Đại học Nguyễn Tất Thành

²Nghiên cứu sinh Khóa 2020, Trường Đại học Cần Thơ

³Khoa Sau Đại học, Trường Đại học Cần Thơ

⁴Phòng Khoa học Công nghệ, Trường Đại học Nguyễn Tất Thành

*Người chịu trách nhiệm về bài viết: Nguyễn Hồng Khôi Nguyễn (email: nhknguyen@ntt.edu.vn)

Thông tin chung:

Ngày nhận bài: 27/09/2022

Ngày nhận bài sửa: 07/10/2022

Ngày duyệt đăng: 09/10/2022

Title:

Extracting pectin from the albedo of Nam Roi pomelo with heat-assisted extraction method

Từ khóa:

Bưởi Năm Roi, *Citrus grandis* (L.) Osbeck, độ tinh khiết, hiệu suất trích ly, pectin

Keywords:

Citrus grandis (L.) Osbeck, extraction efficiency, Nam Roi pomelo, pectin, purity

ABSTRACT

Nam Roi pomelo (*Citrus Grandis* (L.) Osbeck) is a typical pomelo variety in the Mekong Delta, Vietnam with the albedo accounting for nearly 30% of the weight of the pomelo, which has the potential to obtain pectin. The heat-assisted extraction method is a simple and easy method that was used to support increased extraction efficiency. The parameters investigated in the process of extracting pectin from Nam Roi pomelo peel were the size of pomelo peel powder, type of acid solution used as extraction solvent, pH of acid solution, the ratio of pomelo peel powder to solvent, heat-assisted temperature, heat-assisted extraction time, color, pectin degree of esterification (DE) and methoxyl index (MI) of obtained pectin. Research results showed that at the size of pomelo peel of 0.5 < d < 0.9 mm; the citric acid pH of 1.5; the ratio of pomelo peel powder to solvent of 1:15 g/mL; the extraction temperature of 70 °C and the extraction time of 120 minutes were the parameters that gave the highest pectin extraction efficiency. Pectin from the albedo of Nam Roi pomelo had a yellowish-white color, DE index of 31.5 ± 0.77 %, and MI index of 6.4 ± 0.2 %, it belonged to LMP.

TÓM TẮT

Bưởi Năm Roi (*Citrus grandis* (L.) Osbeck) là một giống bưởi đặc trưng ở vùng đồng bằng sông Cửu Long với lớp vỏ trắng chiếm gần 30% khối lượng quả bưởi, là nguồn nguyên liệu có tiềm năng để thu nhận pectin. Phương pháp trích ly pectin có hỗ trợ nhiệt đơn giản và dễ thực hiện giúp hỗ trợ tăng hiệu suất trích ly. Các thông số được khảo sát trong quá trình trích ly pectin từ vỏ bưởi Năm Roi là kích thước bột vỏ bưởi, loại dung dịch acid trích ly, pH dung dịch acid, tỷ lệ bột vỏ bưởi/dung môi trích ly, nhiệt độ trích ly, thời gian trích ly hỗ trợ nhiệt, màu sắc, chỉ số ester hóa (DE) và chỉ số methoxyl hóa (MI) của pectin thu được. Kết quả nghiên cứu cho thấy ở kích thước bột vỏ bưởi 0,5 < d < 0,9 mm; dung dịch acid citric pH 1,5; tỷ lệ bột vỏ bưởi/dung môi 1:15 g/mL; nhiệt độ trích ly 70 °C và thời gian trích ly 120 phút là các thông số với hiệu suất trích ly cao nhất. Pectin từ vỏ trắng bưởi Năm Roi có màu trắng hơi vàng, chỉ số DE ở mức 31,5 ± 0,77% và MI là 6,4 ± 0,2%; thuộc loại LM pectin.

1. GIỚI THIỆU

Pectin là một polysaccharide mạch thẳng, được ester hóa một phần với các nhóm methyl hoặc acetyl hóa và acid D-galacturonic phân nhánh, liên kết với nhau bằng liên kết α -1,4 glucoside (DeMan, 1999). Chiều dài của chuỗi acid polygalacturonic có thể biến đổi từ vài đơn vị đến hàng trăm đơn vị acid galacturonic. Phân tử lượng của các loại pectin được trích ly từ các nguồn khác nhau sẽ thay đổi theo một giới hạn nhất định tùy vào số lượng phân tử acid galacturonic và thường thay đổi trong khoảng từ 10.000 - 100.000 (Tú và ctv., 2002). Pectin có nhiều ở quả, củ hoặc thân cây. Trong các loại thực vật hạt kín, quả có chứa tỷ lệ pectin cao, được tìm thấy chủ yếu ở thành tế bào với hàm lượng phân bố không đồng đều. Pectin được tìm thấy trong hầu hết các loại thực vật, đặc biệt tập trung nhiều nhất trong các loại trái cây họ cam quýt (chanh, cam, bưởi, quýt) và táo. Tính theo hàm lượng chất khô, pectin tồn tại trong quả với những hàm lượng khác nhau: vỏ cam và quýt chứa 20 - 30%, bã táo chứa 10 - 15% (Nasrollahzadeh et al., 2021).

Dựa trên độ hòa tan, pectin có hai loại khác nhau gồm pectin tan trong nước (pectin tự do) và pectin không tan trong nước (Thakur et al., 2009). Pectin tan trong nước có cấu tạo bởi các gốc acid galacturonic trong đó một số gốc acid có chứa nhóm (-COOH) và tồn tại chủ yếu ở dịch tế bào. Pectin không tan tồn tại ở thành tế bào dưới dạng pectin kết hợp với araban (Tú và ctv., 2002). Độ hòa tan trong nước của pectin liên quan đến mức độ trùng hợp, số lượng và sự phân bố của các nhóm methoxyl (Thakur et al., 2009). Trong thực phẩm, pectin được phân làm hai loại chính dựa trên mức độ methyl hóa là methoxyl cao (HM) và methoxyl thấp (LM). Trong trái cây, mức độ methoxyl của pectin phụ thuộc vào loại quả và mức độ trưởng thành. Chỉ số methoxyl biểu hiện mức độ methyl hóa của pectin, là phần trăm khối lượng nhóm methoxyl (-O-CH₃) trên tổng khối lượng phân tử. Mức độ methoxyl hóa và vùng nối có chiều dài từ 18 đến 250 đơn vị acid galacturonic của các đoạn liên kề trong chuỗi polysaccharide tỷ lệ thuận với nhau, vùng nối tăng dần theo mức độ methoxyl hóa (Oakenfull et al., 1984). Đặc tính hóa lý của pectin tùy thuộc vào mức độ methoxyl cao và thấp từ đó xác định được tính chất cụ thể và khả năng ứng dụng của pectin (Belkheiri et al., 2021). Ngoài ra, một chỉ số khác phản ánh tính chất của pectin là chỉ số ester hóa DE. Chỉ số DE là phần trăm số gốc acid galacturonic được ester hóa trên tổng số acid galacturonic trong phân tử pectin (Thăng & Nguyệt, 2021). Mức độ

ester hóa quyết định khả năng tạo bột, tạo gel của pectin (Mohmed, 2012). Trong quá trình tạo gel, mối liên kết giữa nhiệt độ và thời gian bị ảnh hưởng bởi mức độ ester hóa. Pectin cũng được phân loại thành hai loại bao gồm pectin đông tụ nhanh (DE > 68%) và pectin đông tụ chậm (DE ≤ 60%) (El-Nawawi et al., 1997). Theo Adetunji et al. (2017), quá trình trích ly pectin ở quy mô công nghiệp có thể trích ly theo phương pháp thông thường với nước acid hóa có pH 1,5 - 3,6; nhiệt độ trích ly 70 - 90°C; hoặc bằng một số phương pháp mới có hỗ trợ như hỗ trợ enzyme, vi sóng và siêu âm; dịch chiết sẽ được tiến hành kết tủa với cồn và sau đó đem sấy. Bưởi Năm Roi được xem là nguồn trích ly pectin có tiềm năng, phần vỏ trắng chiếm gần khoảng 30% trọng lượng quả bưởi, cũng có thể xem đây là nguồn cung cấp pectin chủ yếu. Pectin được trích ly từ vỏ bưởi có thể thực hiện theo nhiều quy trình khác nhau (Methacanon et al., 2014). Pectin khi được trích ly từ vỏ bưởi bằng HCl 0,1 N, pH 1 và 2 với tỷ lệ rắn : lỏng là 1 : 30 có hiệu suất thu hồi lần lượt là 16,07 - 16,74% và chỉ số DE là 61,19 - 70,79% (Roy et al., 2018). Quá trình trích ly có hỗ trợ nhiệt được thực hiện dễ dàng với bề điều nhiệt, chi phí thấp, kết quả ổn định và hỗ trợ tăng hiệu suất trích ly.

Mục đích của nghiên cứu này là khảo sát ảnh hưởng của một số thông số đến độ nhớt dung dịch trích ly, hiệu suất trích ly pectin và độ tinh khiết của pectin như kích thước bột vỏ bưởi, loại dung môi dùng để trích ly pectin, pH của dung môi, tỷ lệ nguyên liệu : dung môi, nhiệt độ trích ly và thời gian trích ly có hỗ trợ nhiệt. Pectin thu nhận được đo màu sắc, đánh giá chỉ số ester hóa DE, chỉ số methoxyl MI để xác định loại pectin.

2. VẬT LIỆU VÀ PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

2.1. Vật liệu nghiên cứu

Thí nghiệm được bắt đầu vào tháng 10 năm 2021 đến cuối tháng 4 năm 2022. Bưởi Năm Roi có độ chín thu hái được thu hái tại vườn thuộc huyện Bình Minh, tỉnh Vĩnh Long và vận chuyển về phòng thí nghiệm, bảo quản trong 10 ngày để bưởi đạt độ chín sử dụng. Bưởi được tách vỏ trắng, cắt nhỏ và sấy đối lưu ở nhiệt độ 50°C đến khi vỏ bưởi có độ ẩm dưới 5%, sau đó vỏ bưởi được nghiền và sàng theo kích thước khảo sát để thu nhận bột vỏ bưởi. Các sàng sử dụng có đường kính là 2 mm; 1,4 mm; 0,9 mm và 0,5 mm. Bột vỏ bưởi sau sàng được giữ trong bao bì giấy, sau đó cho vào túi hút chân không để sử dụng trong thời gian nghiên cứu.

2.2. Phương pháp nghiên cứu

2.2.1. Phương pháp phân tích

Xác định hiệu suất trích ly pectin

Hiệu suất trích ly pectin (%) được tính theo công thức sau:

$$Y_{pec} = \left(\frac{P}{B_i} \right) \times 100$$

Trong đó, P là khối lượng pectin khô trích ly được (g), B_i là khối lượng nguyên liệu ban đầu (g) (Ranganna, 2001).

Phương pháp xác định độ tinh khiết của pectin

Độ tinh khiết hay hàm lượng pectin được xác định theo phương pháp của Mùi (2001). Sử dụng 0,15 g pectin thô trung hòa với 100 mL dung dịch NaOH 0,1 N trong 7 giờ hoặc qua đêm để đảm bảo pectin thô được xà phòng hóa hoàn toàn. Cho vào dung dịch đã giữ qua đêm 50 mL dung dịch acid acetic 0,1 N và để yên trong 5 phút, sau đó thêm 50 mL $CaCl_2$ 2 N và tiếp tục để yên trong 1 giờ. Đun sôi hỗn hợp thu được trong 5 phút và lọc qua giấy lọc đã được sấy khô đến khối lượng không đổi. Kết tủa thu được đem rửa lại với nước sôi đến khi nước rửa không còn ion Cl^- (sử dụng dung dịch silver nitrate 1% làm thuốc thử). Giấy lọc và kết tủa được sấy ở 105°C đến khối lượng không đổi. Độ tinh khiết của pectin được tính theo công thức:

$$P (\%) = \frac{m \times 0,92}{B} \times 100$$

Trong đó, m là trọng lượng của kết tủa calcium pectate (g), 0,92 là hệ số tính chuyển đổi đã trừ hàm lượng calcium trong kết tủa (nghĩa là nguyên liệu chiếm 92% khối lượng calcium pectate); và B là khối lượng pectin thô (g).

Chỉ số ester hoá (DE) (%)

Chỉ số ester hoá của pectin được xác định theo phương pháp của Hosseini et al. (2016). Cho 0,1 g pectin hoà tan vào 2 mL ethanol 96° và 20 mL nước cất. Hỗn hợp được nhỏ thêm 5 giọt phenolphthalein và chuẩn độ với dung dịch NaOH 0,1 M cho đến khi xuất hiện màu hồng nhạt thu được thể tích V_1 (mL). Sau đó thêm 10 mL dung dịch NaOH 0,5 M vào, lắc đều và để yên ở nhiệt độ phòng trong 20 phút. Tiếp đó cho thêm 10 mL dung dịch HCl 0,5 M và lắc đều cho đến khi mất màu hồng. Hỗn hợp này tiếp tục được nhỏ 5 giọt phenolphthalein và chuẩn độ với dung dịch NaOH 0,1 M và thu được thể tích V_2 (mL).

Chỉ số ester hoá được tính theo công thức

$$DE (\%) = \frac{V_2}{(V_2 + V_1)} \times 100$$

Trong đó, V_1 là thể tích chuẩn độ ban đầu (mL); V_2 là thể tích chuẩn độ lúc sau (mL).

Chỉ số methoxyl (MI)

Xác định chỉ số methoxyl được thực hiện theo phương pháp của Dhushane and Mahendran (2020). Cân 0,5 g pectin cho vào bình erlen 250 mL, được làm ẩm bằng 5 mL ethanol và được thêm 1 g NaCl vào hỗn hợp và hoà tan với 100 mL nước cất (đảm bảo pectin hoà tan hết và không bị vón cục). Sau đó, nhỏ 6 giọt phenol đỏ và chuẩn độ với NaOH 0,1 N cho đến khi xuất hiện màu hồng. Hỗn hợp này được thêm 25 mL dung dịch NaOH 0,25 N, đậy kín, lắc đều và để yên trong 30 phút ở điều kiện thường. Sau đó, thêm 25 mL HCl 0,25 N vào hỗn hợp trên và chuẩn độ bằng NaOH 0,1 N và thu được V_{NaOH} .

Chỉ số methoxyl được tính theo công thức:

$$MI (\%) = \frac{V_{NaOH} \times C_{N_{NaOH}} \times 3,1}{m}$$

Trong đó, V_{NaOH} : thể tích dung dịch chuẩn độ cuối (mL); $C_{N_{NaOH}}$: nồng độ dung dịch NaOH chuẩn độ (N); và m: khối lượng mẫu pectin thô (g).

Phương pháp đo màu

Hệ màu $L^* a^* b^*$ (còn gọi CIELAB) được xác định bằng máy đo màu CR-400 Konica Minolta, Nhật Bản.

Phương pháp đo độ nhớt

Độ nhớt động lực được đo bằng máy đo độ nhớt Ametek Brookfield DV1M (Mỹ), bằng cánh khuấy LV-3 có khoảng đo (200 – 400K) cP, tốc độ khuấy 30 rpm trong 2 phút.

Quy trình trích ly pectin từ bột vỏ bưởi

Bột vỏ bưởi → trích ly → lọc → kết tủa pectin → lọc kết tủa → rửa kết tủa → sấy → nghiền → sàng → pectin.

Bột vỏ bưởi có kích thước khảo sát sẽ được trích ly trong dung dịch acid với pH, tỷ lệ nguyên liệu : dung môi, nhiệt độ trích ly và thời gian trích ly được khảo sát. Sau khi trích ly, dịch chiết được lọc, bỏ bã và kết tủa pectin với ethanol 96° theo tỷ lệ dịch chiết : cồn là 1 : 2 (v/v), để kết tủa ổn định trong 2 giờ, lọc bằng giấy lọc Whatman số 1, rửa kết tủa bằng cồn 70° và sấy đôi lưu ở 50°C đến khi pectin thu được có độ ẩm dưới 5%. Pectin được đem nghiền và rây qua sàng có kích thước 0,5 mm để tiến hành phân tích các chỉ tiêu.

Nội dung khảo sát

Nghiên cứu được thực hiện dựa trên các bố trí thí nghiệm 1 nhân tố theo trình tự lần lượt là khảo sát kích thước bột vỏ bưởi ($1,4 < d < 2,0$ mm), ($0,9 < d < 1,4$ mm), ($0,5 < d < 0,9$ mm), và ($d < 0,5$ mm), khảo sát loại acid dùng để acid hóa (hydrochloric, citric, acetic và oxalic), pH dung dịch acid (1; 1,5; 2; 2,5; 3; 3,5 và 4), tỷ lệ bột vỏ bưởi : dung môi (1:10, 1:15, 1:20, 1:25, 1:30 và 1:35 g/mL), nhiệt độ trích ly (60, 70, 80 và 90°C) và thời gian trích ly hỗ trợ nhiệt (30, 60, 90 và 120 phút) bằng bể điều nhiệt. Trong quá trình thực hiện, mỗi thí nghiệm được thực hiện ngẫu nhiên và lặp lại 3 lần. Các thông số cố định lần lượt là tỷ lệ dịch chiết : ethanol 96° là 1:2 (v/v); thời gian tủa còn là 2 giờ, nhiệt sấy đối lưu pectin ở 50°C, độ ẩm pectin dưới 5% và pectin thành phẩm được rây qua sàng có kích thước 0,5 mm.

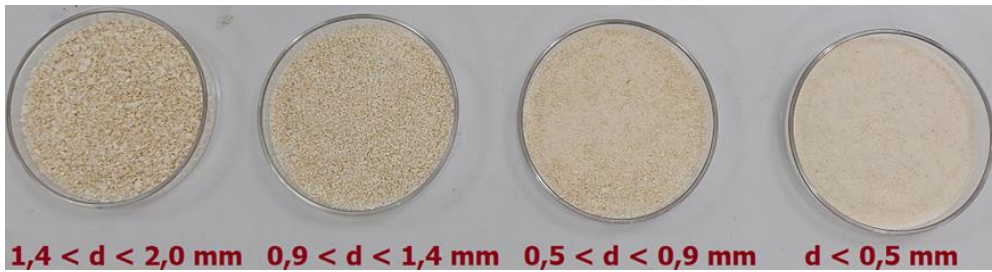
2.2.2. Phương pháp xử lý số liệu

Số liệu thu thập được xử lý bằng phần mềm IBM SPSS 20, phân tích ANOVA và Turkey's test để xác định sự khác biệt có nghĩa giữa các giá trị; phần mềm Excel 2013 sử dụng để vẽ đồ thị. Các giá trị được thể hiện dưới dạng giá trị trung bình ± độ lệch chuẩn.

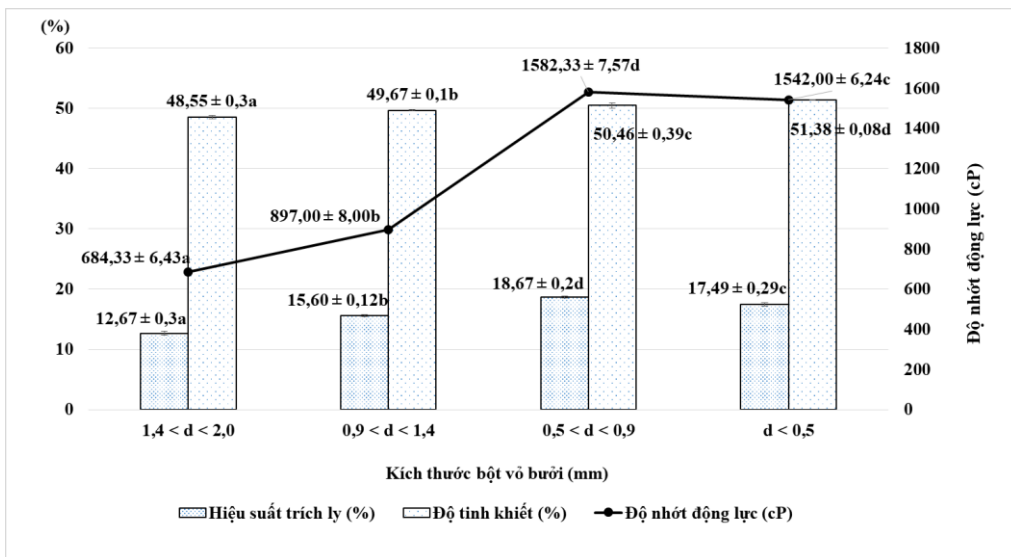
3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

3.1. Ảnh hưởng của kích thước bột vỏ bưởi đến quá trình trích ly pectin

Trong thí nghiệm này pectin được trích ly ở 70°C và 120 phút với dung dịch acid citric pH 2,5; tỷ lệ bột vỏ bưởi : dung môi 1:20 g/mL; bột vỏ bưởi được khảo sát với 4 kích thước hạt khác nhau ($1,4 < d < 2,0$ mm), ($0,9 < d < 1,4$ mm), ($0,5 < d < 0,9$ mm), và ($d < 0,5$ mm).



Hình 1. Bột vỏ bưởi với các kích thước khác nhau



Hình 2. Ảnh hưởng của kích thước bột vỏ bưởi đến độ nhớt dung dịch sau trích ly, hiệu suất trích ly và độ tinh khiết của pectin

(Các giá trị có cùng chữ cái thì khác nhau không có ý nghĩa thống kê ở mức $P < 0,05$)

Trong dung môi trích ly bột vỏ bưởi hút nước và trương nở; do tác động của nhiệt độ trích ly 70°C

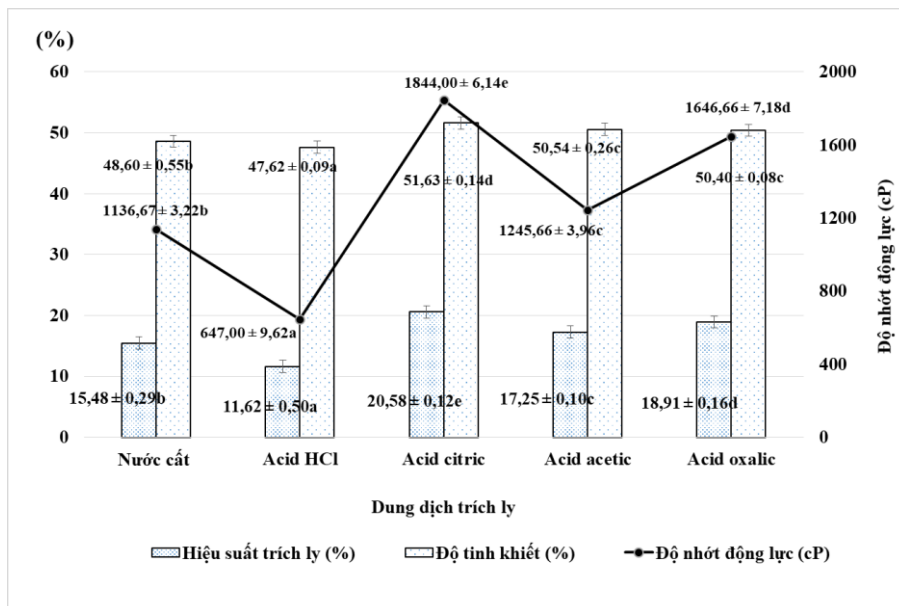
làm tăng khả năng hòa tan của pectin trong môi trường acid. Pectin tham gia vào thành phần cấu tạo

của màng tế bào thực vật, vỏ bưởi được xay càng nhỏ đồng nghĩa với các tế bào được phá vỡ càng nhiều, giúp hiệu suất trích ly pectin tăng lên. Tuy nhiên, kích thước bột vỏ bưởi nhỏ ($d < 0,5$ mm) lại làm cản trở quá trình lọc, dẫn đến hiệu suất thu hồi pectin kém hơn. Độ nhớt của dung dịch sau trích ly phản ánh hàm lượng pectin trong dung dịch, do đó độ nhớt dung dịch sau trích ly và hiệu suất trích ly có mối tương quan tỷ lệ thuận, độ nhớt lớn thì hiệu suất trích ly pectin cao và ngược lại. Độ tinh khiết của pectin hay hàm lượng pectin có trong hỗn hợp pectin thô được xác định theo phương pháp của Mùi (2001) cũng cho thấy hiệu suất trích ly lớn thì độ tinh khiết của pectin cũng cao hơn. Dranca and Oroian (2018) nghiên cứu trích ly pectin từ bột táo với acid citric ở các khoảng kích thước hạt (200 - 300 μm , 125 - 200 μm và < 125 μm), kết quả cũng cho thấy ở kích thước 125 - 200 μm có hiệu suất trích ly pectin cao nhất là 21,24%. Kết quả trích ly pectin từ vỏ dưa (Charleston Gary và Crimson Sweet) với các kích thước 300 μm , 100 μm , 120 μm và 95 μm cho thấy hiệu suất thu hồi pectin trung bình cao nhất ở kích thước lớn hơn 95 μm và nhỏ hơn 120 μm (Rasheed, 2008). Như vậy kích thước bột vỏ bưởi $0,5 < d < 0,9$ mm được chọn để sử dụng trong các nội dung thí nghiệm tiếp theo.

3.2. Ảnh hưởng của các loại dung dịch acid khác nhau đến quá trình trích ly pectin

Pectin được trích ly với nước cất (đối chứng) và dung dịch pH 2,0 (Oliveira et al., 2016; Lee & Choo, 2020) của các acid (hydrochloric, citric, acetic, và oxalic) với kích thước bột vỏ bưởi $0,5 < d < 0,9$ mm trong thời gian 120 phút ở 70°C . Kết quả ảnh hưởng của các loại acid đến quá trình trích ly pectin được thể hiện trên Hình 3.

Độ nhớt động lực, hiệu suất trích ly và hàm lượng pectin có mối tương quan tỷ lệ thuận. Độ nhớt dung dịch sau trích ly cao thì hiệu suất trích ly cao, và độ tinh khiết cũng cao. Theo Kurita and Yamazaki (2008), acid citric là một tricarboxylic acid, có chứa nhóm hydroxyl; nhóm carboxyl và nhóm hydroxyl đều nhận phân tử nước để hình thành liên kết hydro; và phân tử pectin cũng có các nhóm chức năng như vậy nên chúng hút nhau vì pectin tạo ra điện tích âm trên phân tử ở pH trung tính. Đồng thời, mức độ liên kết giữa acid citric và pectin được trích ly có sự tương quan đáng kể ($R^2 = 0,978$) giữa độ nhớt với lượng acid citric liên kết pectin; số lượng liên kết giữa acid citric và pectin tỷ lệ thuận với nồng độ acid citric xử lý nên có thể giải thích tại sao hiệu suất trích ly lại cao khi xử lý bằng dung dịch acid citric (Kurita & Yamazaki, 2008).



Hình 3. Ảnh hưởng của dung dịch trích ly pectin đến độ nhớt của dung dịch sau trích ly, hiệu suất trích ly và độ tinh khiết của pectin

(Các giá trị có cùng chữ cái khác nhau không có ý nghĩa thống kê ở mức $P < 0,05$)

Rasheed (2008) kết luận rằng acid citric cho hiệu quả trích ly cao nhất (15,19%) khi so sánh acid

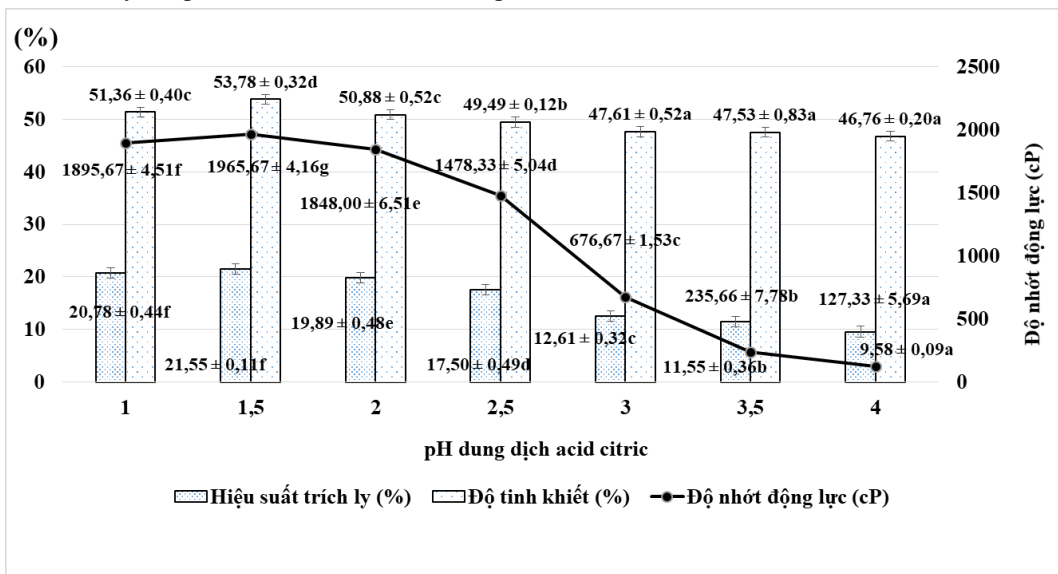
citric, phosphoric, sulfuric, hydrochloric và acid nitric trong quá trình trích ly pectin từ vỏ dưa, hiệu

quả trích ly của các acid khác nhau lần lượt là phosphoric (9,44%); sulfuric (11,27%); hydrochloric (12,31%) và nitric (14,07%). Raji et al. (2020) cũng đưa ra kết quả tương tự về ảnh hưởng của các acid khác nhau (tartaric, acetic, citric, HCl, lactic, nitric, H₃PO₄ và H₂SO₄) trong quá trình trích ly pectin trên bột vỏ bưởi; kết quả cho thấy hiệu suất trích ly pectin bằng acid citric cao nhất là 25,3 ± 0,28 % và HCl có hiệu suất thấp hơn acid citric với giá trị 19,5 ± 0,35%. Thi và ctv (2020) cũng kết luận acid citric 5% cho hiệu quả trích ly pectin cao hơn so với khi trích ly bằng acid nitric 0,1N trên lá sương

sáo (*Mesona chinensis* Benth). Như vậy, acid citric được chọn để acid hóa dung môi và được sử dụng trong các nội dung tiếp theo.

3.3. Ảnh hưởng của pH dung dịch acid citric đến quá trình trích ly pectin

Bột vỏ bưởi có kích thước 0,5 < d < 0,9 mm được trích ly với tỷ lệ nguyên liệu : dung môi là 1 : 20 g/mL trong thời gian 120 phút ở 70°C với dung dịch acid citric có các pH khác nhau (1; 1,5; 2; 2,5; 3; 3,5 và 4). Ảnh hưởng của pH dung dịch acid citric đến quá trình trích ly pectin được thể hiện ở Hình 4.



Hình 4. Ảnh hưởng của pH dung dịch acid citric đến độ nhớt của dung dịch sau trích ly, hiệu suất trích ly và độ tinh khiết của pectin

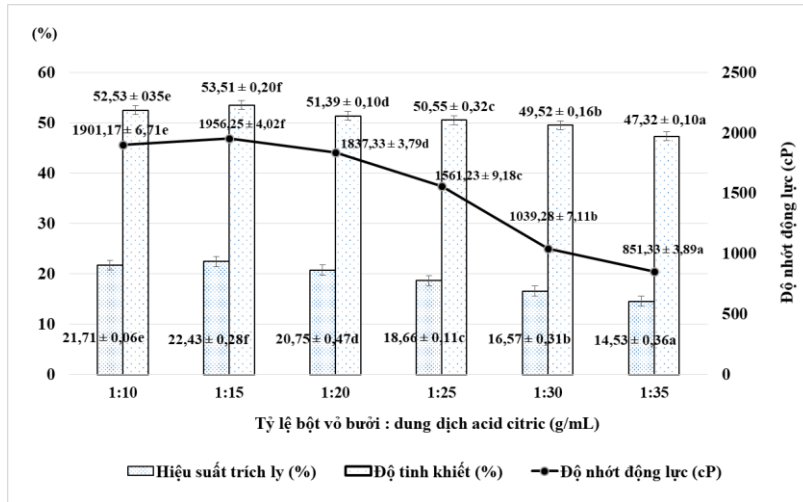
(Các giá trị có cùng chữ cái khác nhau không có ý nghĩa thống kê ở mức P < 0,05)

Quá trình trích ly bằng acid có pH thấp, nồng độ H⁺ trong dung dịch acid citric có khả năng liên kết với OH⁻ trong mạch pectin để hình thành liên kết hydro làm tăng khả năng hoà tan pectin vào dung dịch. Khi pH càng thấp, số nhóm (-COOH) càng ít thì liên kết giữa ion H⁺ và OH⁻ trong mạch pectin hình thành liên kết hydro dễ dàng hơn, dẫn đến hiệu suất trích ly pectin tăng (Tú và ctv., 2010). Đồng thời, các phân tử pectin trong môi trường acid sẽ tích điện âm và trở thành dạng trung hoà điện chuyển dạng muối pectate thành dạng pectin có khả năng tạo đông sau kết tủa thu hồi pectin với hiệu suất cao hơn. Kết quả này cũng phù hợp với nghiên cứu trích ly pectin trên vỏ bưởi (*Citrus maxima*) với sự hỗ trợ vi sóng bằng acid tartaric, các giá trị pH (1; 1,5; 2 và 3) được khảo sát và pH 1,5 đạt hiệu suất trích ly cao nhất so với các giá trị pH còn lại (Quoc et al., 2015).

Ngoài ra, nghiên cứu ly trích pectin từ bột vỏ chanh (*Citrus sinensis*) với acid citric và acid nitric ở pH (1,5; 2 và 2,5) cho thấy acid citric pH 1,5 ở 80°C và 60 phút cho hiệu suất trích ly cao nhất 76% (Devi et al., 2014). Từ kết quả đó, dung dịch acid citric pH 1,5 được sử dụng cho các nghiên cứu tiếp theo vì tại giá trị pH này hiệu suất trích ly pectin và độ tinh khiết của pectin cao nhất.

3.4. Ảnh hưởng của tỷ lệ bột vỏ bưởi/dung dịch acid citric đến quá trình trích ly pectin

Ly trích được thực hiện với tỷ lệ bột vỏ bưởi : dung dịch acid citric pH 1,5 với các tỷ lệ khác nhau (1:10, 1:15, 1:20, 1:25, 1:30 và 1:35 g/mL) được trích ly trong thời gian 120 phút ở 70°C, kết quả được trình bày ở Hình 5.



Hình 5. Ảnh hưởng của tỷ lệ bột vỏ bưởi : dung dịch acid citric đến độ nhớt của dung dịch sau trích ly, hiệu suất trích ly và độ tinh khiết của pectin

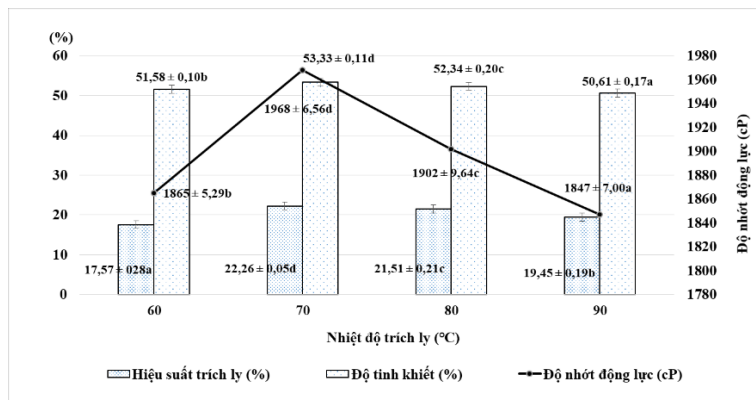
(Các giá trị có cùng chữ cái khác nhau không có nghĩa ở thống kê ở mức $P < 0,05$)

Với cùng một khối lượng bột vỏ bưởi, khi thể tích dung dịch acid citric ít dẫn đến pectin trong nguyên liệu chưa thể trích ly hoàn toàn vào dung môi. Ngược lại, khi thể tích dung dịch acid citric lớn, dung dịch pectin trích ly sau lọc sẽ loãng, có độ nhớt thấp, khi tiến hành kết tủa pectin với ethanol 96°, khả năng đông tụ của pectin với ethanol kém dẫn đến hiệu suất thu hồi pectin thấp. Ảnh hưởng của tỷ lệ bột vỏ cam : dung dịch acid citric đã được Hosseini et al. (2016) nghiên cứu, các tác giả đã sử dụng các tỷ lệ từ 1:5 - 1:45 (w/v) khi trích ly pectin từ vỏ cam (*Citrus aurantium* L.) đã ghi nhận hiệu suất trích ly tăng đáng kể từ tỷ lệ 1:5 với hiệu suất trích ly pectin 6,7% đến tỷ lệ 1:15 hiệu suất trích ly pectin tăng lên 9,2%, sau đó ở tỷ lệ 1:15 thì hiệu suất

trích ly pectin giảm xuống. Quá trình trích ly pectin từ vỏ đu đủ (*Carcia papaya* L.) có điều kiện trích ly tối ưu với công suất vi sóng 512 W, pH 1,8, thời gian 140 giây và tỷ lệ rắn : lỏng là 1:15 g/mL khi đó hiệu suất trích ly pectin đạt 25,4% (Maran & Prakash, 2015). Như vậy, tỷ lệ nguyên liệu : dung môi 1:15 g/mL được sử dụng để khảo sát nhiệt độ trích ly pectin.

3.5. Ảnh hưởng của nhiệt độ trích ly đến quá trình trích ly pectin

Bột vỏ bưởi với tỷ lệ 1:15 g/mL có kích thước $0,5 < d < 0,9$ mm được trích ly hỗ trợ nhiệt với dung dịch acid citric pH 1,5 ở các nhiệt độ trích ly khác nhau 60, 70, 80 và 90°C trong thời gian 120 phút. Kết quả được thể hiện ở Hình 6.



Hình 6. Ảnh hưởng của nhiệt độ trích ly đến độ nhớt của dung dịch sau trích ly, hiệu suất trích ly và độ tinh khiết của pectin

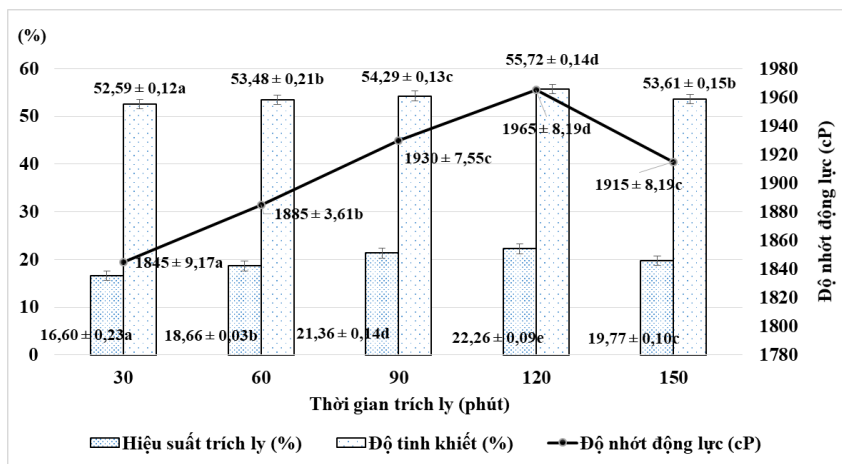
(Các giá trị có cùng chữ cái khác nhau không có ý nghĩa thống kê ở mức $P < 0,05$)

Dưới tác động của nhiệt độ trích ly, khi nhiệt độ trích ly tăng dần thì tốc độ chuyển động của dung môi cũng tăng theo, tác động trích ly pectin từ vỏ bưởi bởi dung dịch acid citric tăng lên, khi đó hiệu suất trích ly sẽ tăng đến một giá trị nhất định. Nhưng khi nhiệt độ trích ly quá cao không chỉ thúc đẩy quá trình trích ly mà còn ảnh hưởng đến cấu trúc của pectin tạo thành, liên kết α -1,4 glycosidic giữa các acid galacturonic của phân tử pectin bị ảnh hưởng dẫn đến khả năng kết tủa với ethanol kém làm hiệu suất trích ly giảm. Zaid et al. (2016) báo cáo khi trích ly pectin từ vỏ thanh long (*Hylocereus polyrhizus*) thì hiệu suất trích ly pectin cao nhất đạt 42,5% là ở 70°C; pH 1,5 và tỷ lệ nguyên liệu 1:10 (w/v). Kết quả cũng cho thấy hiệu suất trích ly có tương quan

tỷ lệ thuận với độ nhớt động lực của dung dịch trích ly và độ tinh khiết của pectin, độ nhớt động lực phản ánh hàm lượng pectin trong dung dịch sau trích ly, độ nhớt càng cao dẫn đến hiệu suất trích ly cao và khi hàm lượng pectin trong dịch chiết cao hơn sẽ dẫn đến tỷ lệ độ tinh khiết thu được cao hơn. Như vậy, nhiệt độ 70°C được sử dụng để khảo sát thời gian trích ly pectin.

3.6. Ảnh hưởng của thời gian trích ly hỗ trợ nhiệt đến quá trình trích ly pectin

Quá trình trích ly pectin được khảo sát với bột vỏ bưởi có kích thước $0,5 < d < 0,9$ mm, nước được acid hóa bởi acid citric đến pH 1,5, nhiệt độ trích ly 70°C. Kết quả được thể hiện ở Hình 7.



Hình 7. Ảnh hưởng của thời gian trích ly đến độ nhớt của dung dịch sau trích ly, hiệu suất trích ly và độ tinh khiết của pectin

(Các giá trị có cùng chữ cái khác nhau không có ý nghĩa thống kê ở mức $P < 0,05$)

Với thời gian xử lý nhiệt ngắn, tác động phân cắt liên kết giữa các thành phần trong nguyên liệu chưa đủ, khi đó hiệu suất trích ly pectin từ bột vỏ bưởi thấp, khi thời gian xử lý nhiệt lâu hơn thì quá trình trích ly diễn ra nhiều hơn nên hiệu suất trích ly tăng lên. Khi kéo dài thời gian xử lý nhiệt quá lâu thì hiệu suất trích ly lại giảm do liên kết giữa các phân tử acid galacturonic trong phân tử pectin bị tác động dẫn đến khả năng kết tủa với cồn kém. Thời gian trích ly 120 phút cũng phù hợp với kết quả nghiên cứu của Nauzaruddin (2011) khi so sánh thời gian xử lý nhiệt 60 phút và 120 phút trong quá trình trích ly pectin từ vỏ cacao và kết luận với thời gian 120 phút sẽ cho hiệu quả trích ly cao hơn 60 phút. Điều kiện tối ưu cũng được thiết lập để chiết xuất pectin từ vỏ chuối cũng với thời gian trích ly 120 phút, pH 1,5, nhiệt độ trích ly 85,5°C và nhiệt độ ngâm muối 70°C (Qiu et al., 2010). Quá trình trích ly pectin từ vỏ thanh long (*Hylocereus polyrhizus*) cũng cho

thấy thời gian trích ly 120 phút và nhiệt độ 70°C cũng cho ra hiệu suất trích ly cao nhất (Zaid et al., 2016). Nghiên cứu cho thấy mối tương quan giữa hiệu suất trích ly, độ nhớt động lực và độ tinh khiết của pectin, hàm lượng pectin trong dịch chiết cao dẫn đến độ nhớt động lực cao, hiệu suất trích ly cao và độ tinh khiết của pectin cao hơn và thời gian trích ly 120 phút được chọn để sử dụng cho quá trình trích ly pectin có hỗ trợ nhiệt.

3.7. Màu sắc, chỉ số DE và MI của pectin từ vỏ bưởi Năm Roi

Pectin thu nhận từ vỏ bưởi Năm Roi với các thông số đã được xác định như kích thước bột vỏ bưởi $0,5 < d < 0,9$ mm, acid citric pH 1,5, tỷ lệ bột vỏ bưởi : dung dịch acid citric 1:15 g/mL, nhiệt độ trích ly 70°C, thời gian trích ly hỗ trợ nhiệt 120 phút. Pectin từ vỏ bưởi Năm Roi thu được qua sàng có kích thước 0,5 mm có các thông số trong hệ màu

CIELAB là $L^* = 76,62 \pm 0,05$; $a^* = 1,22 \pm 0,12$; $b^* = 18,64 \pm 0,08$, so với pectin Himedia (Ấn Độ) được đo có $L^* = 91,92 \pm 0,11$; $a^* = 0,03 \pm 0,04$; $b^* = 5,17 \pm 0,06$, cho thấy pectin từ vỏ bưởi Năm Roi

có độ sáng thấp hơn và màu vàng hơn so với pectin Himedia. Pectin thu nhận trong nghiên cứu này có màu sắc khá tương đồng với pectin từ vỏ bưởi Năm Roi có nguồn gốc ở Tiền Giang (Quoc et al., 2014).



Hình 8. Pectin trích ly từ vỏ bưởi Năm Roi (a) và pectin Himedia (b)

Bảng 1. Các chỉ số của pectin từ vỏ bưởi Năm Roi và pectin Himedia

| Chỉ số | Pectin trích ly từ vỏ bưởi Năm Roi | Pectin Himedia |
|--------|------------------------------------|------------------|
| DE (%) | $31,52 \pm 0,77$ | $61,71 \pm 1,68$ |
| MI (%) | $6,4 \pm 0,2$ | $8,17 \pm 0,05$ |

Pectin được thu nhận từ vỏ bưởi Năm Roi bằng phương pháp trích ly hỗ trợ nhiệt có chỉ số DE là $31,52 \pm 0,77\%$ thấp hơn so với pectin thương mại Himedia $61,71 \pm 1,68\%$ và chỉ số MI là $6,4 \pm 0,21\%$. Norziah et al. (2000) cũng cho thấy pectin thu nhận từ bưởi (*Citrus grandis*) có DE $40,5 \pm 0,6\%$ và MI $5,1 \pm 0,3\%$. Theo Azad et al. (2014), trên vỏ chanh ở những độ tuổi khác nhau, chanh non có (DE $79,51 \pm 0,36\%$ và MI $10,25 \pm 0,50\%$), chanh trưởng thành có (DE $70,39 \pm 4,20\%$ và $4,24 \pm 0,46\%$) và chanh chín có (DE $33,59 \pm 0,17\%$ và MI $4,26 \pm 0,01\%$), điều này cho thấy khi quả chín thì chỉ số DE của pectin giảm và pectin từ vỏ chanh chín thuộc loại methoxyl thấp (LMP). Trong nghiên cứu này, pectin được trích ly từ vỏ bưởi Năm Roi đạt độ chín sử dụng, có thể được phân loại là pectin thuộc nhóm LMP với DE $\leq 50\%$, MI $< 7\%$ (Ismail et al., 2012).

TÀI LIỆU THAM KHẢO

Azad, A. K. M., Ali, M. A., Akter, M. S., Rahman, M. J., & Ahmed, M. (2014). Isolation and characterization of pectin extracted from lemon pomace during ripening. *Journal of Food and Nutrition Sciences*, 2(2), 30-35.

DeMan, J. M., Finley, J. W., Hurst, W. J., & Lee, C. Y. (1999). *Principles of food chemistry* (Vol. 1, pp. 23-30). Gaithersburg: Aspen Publishers.

Devi, W. E., Kumar, R. S. K. B. A., & Mishra, A. A. (2014). Extraction of pectin from citrus fruit peel and

4. KẾT LUẬN

Nghiên cứu cho thấy vỏ trắng bưởi Năm Roi là nguyên liệu tiềm năng để trích ly pectin và một số kết quả ghi nhận liên quan gồm có kích thước bột vỏ bưởi $0,5 < d < 0,9$ mm; dung dịch acid citric pH 1,5; tỷ lệ nguyên liệu : dung môi 1:15 g/mL; nhiệt độ trích ly 70°C và thời gian trích ly 120 phút đạt được hiệu suất thu hồi pectin 22,26% và độ tinh khiết của pectin 55,72%. Pectin thu nhận từ bưởi Năm Roi có màu trắng hơi vàng, có chỉ số DE $\leq 50\%$, MI $< 7\%$ nên pectin thuộc loại LMP.

LỜI CẢM ƠN

Nghiên cứu được thực hiện thông qua đề tài nghiên cứu khoa học cấp trường “Xây dựng cơ sở dữ liệu về phương pháp trích ly và đặc điểm pectin của các giống bưởi ở đồng bằng sông Cửu Long”. Nhóm nghiên cứu chân thành cảm ơn sự hỗ trợ về cơ sở vật chất của Trường Đại học Nguyễn Tất Thành, cảm ơn sự hỗ trợ của các sinh viên trong quá trình thực hiện thí nghiệm.

its utilization in preparation of jelly. *International Journal of Engineering Research*, 3(5).

Dhushane, D., & Mahendran, T. (2020). Extraction and Characterisation of Pectin from Lemon Peels and Its Food Application. *In Proceedings of International Forestry and Environment Symposium* (Vol. 25).

Dranca, F., & Oroian, M. (2018). Effect of acid type and particle size on the yield and purity of apple (*Malus domestica* ‘Fälticeni’) pomace pectin. *Food and Environment Safety Journal*, 17(2).

- El-Nawawi, S. A., & Heikel, Y. A. (1997). Factors affecting gelation of high-ester citrus pectin. *Process Biochemistry*, 32(5), 381-385.
- Hosseini, S. S., Khodaiyan, F., & Yarmand, M. S. (2016). Optimization of microwave assisted extraction of pectin from sour orange peel and its physicochemical properties. *Carbohydrate polymers*, 140, 59-65.
- Ismail, N. S. M., Ramli, N., Hani, N. M., & Meon, Z. (2012). Extraction and characterization of pectin from dragon fruit (*Hylocereus polyrhizus*) using various extraction conditions. *Sains Malaysiana*, 41(1), 41-45.
- Kurita, O., Fujiwara, T., & Yamazaki, E. (2008). Characterization of the pectin extracted from citrus peel in the presence of citric acid. *Carbohydrate polymers*, 74(3), 725-730.
- Lee, K. Y., & Choo, W. S. (2020). Extraction optimization and physicochemical properties of pectin from watermelon (*Citrullus lanatus*) Rind: Comparison of hydrochloric and citric acid extraction. *J. Nutraceuticals Food Sci*, 5(1).
- Maran, J. P., & Prakash, K. A. (2015). Process variables influence on microwave assisted extraction of pectin from waste *Carcia papaya* L. peel. *International Journal of Biological Macromolecules*, 73, 202-206.
- Methacanon, P., Krongsin, J., & Gamonpilas, C. (2014). Pomelo (*Citrus maxima*) pectin: Effects of extraction parameters and its properties. *Food Hydrocolloids*, 35, 383-391.
- Nasrollahzadeh, M., Nezafat, Z., Shafiei, N., & Soleimani, F. (2021). *Polysaccharides in food industry* (pp. 47-96). Elsevier: Iran.
- Nazaruddin, R. (2011). Effect of ammonium oxalate and acetic acid at several extraction time and pH on some physicochemical properties of pectin from cocoa husks (*Theobroma cacao*). *African Journal of Food Science*, 5(15), 790-798.
- Norziah, M. H., Fang, E. O., & Abd Karim, A. (2000). Extraction and characterisation of pectin from pomelo fruit peels. In *Gums and Stabilisers for the Food Industry 10* (pp. 27-36). Woodhead Publishing.
- Thăng, N. T. & Nguyệt, L. M. (2021). Xác định điều kiện tối ưu chiết xuất pectin và ảnh hưởng của điều kiện chiết xuất đến độ este hóa của pectin từ vỏ quả chanh dây tía (*Passiflora Edulis* Sims.). *Tạp chí Khoa học Nông nghiệp Việt Nam*, 19(6), 795–806.
- Mùi, N. V. (2001). *Thực hành hóa sinh học*. Nhà xuất bản Đại học Quốc Gia Hà Nội.
- Oakenfull, D., & Scott, A. (1984). Hydrophobic interaction in the gelation of high methoxyl pectins. *Journal of Food Science*, 49(4), 1093-1098.
- Oliveira, T. Í. S., Rosa, M. F., Cavalcante, F. L., Pereira, P. H. F., Moates, G. K., Wellner, N., ... & Azeredo, H. M. (2016). Optimization of pectin extraction from banana peels with citric acid by using response surface methodology. *Food Chemistry*, 198, 113-118.
- Qiu, L. P., Zhao, G. L., Wu, H., Jiang, L., Li, X. F., & Liu, J. J. (2010). Investigation of combined effects of independent variables on extraction of pectin from banana peel using response surface methodology. *Carbohydrate Polymers*, 80(2), 326-331.
- Quoc, L. P. T., Anh, L. T. L., Tiên, 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*, 5(9), 67.
- Quoc, L. P. T., Huyen, V. T. N., Hue, L. T. N., Hue, N. T. H., Thuan, N. H. D., Tam, N. T. T., ... & Duy, T. H. (2015). Extraction of pectin from pomelo (*Citrus maxima*) peels with the assistance of microwave and tartaric acid. *International Food Research Journal*, 22(4), 1637.
- Raji, Z., Khodaiyan, F., Rezaei, K., Kiani, H., Schultz, M., & Zanganeh, S. (2020). The influence of particle size and acid type on pectin extraction. *Int. J. Farming Allied Sci.*, 9, 1-4.
- Ranganna S. (2001). *Pectin: Handbook of analysis and quality control for fruit and vegetable products*. USA: Tata McGraw-Hill Publishing. pp. 31-47.
- Rasheed, A. M. (2008). Effect of different acids, heating time and particle size on pectin extraction from watermelon rinds. *Journal of Kerbala University*, 6(4).
- Roy, M. C., Alam, M., Saeid, A., Das, B. C., Mia, M. B., Rahman, M. A., ... & Ahmed, M. (2018). Extraction and characterization of pectin from pomelo peel and its impact on nutritional properties of carrot jam during storage. *Journal of Food Processing and Preservation*, 42(1), e13411.
- Thakur, B. R., Singh, R. K., Handa, A. K., & Rao, M. A. (1997). Chemistry and uses of pectin—a review. *Critical Reviews in Food Science & Nutrition*, 37(1), 47-73.
- Thi, P. V. K., Cẩm, T. T. H., Phương, Đ. T. B., & Quỳnh, H. T. T. (2020). Trích Ly Pectin Từ Cây Sương Sáo (*Mesona chinensis* Benth). *Tạp chí Khoa học Công nghệ và Thực phẩm*, 14(1), 58.
- Tú, L. N., Chử, L. V., Thu, Đ. T., Thịnh, N. T., Lợi, B. Đ., & Diên, L. D. (2002). *Hóa sinh công nghiệp*. Nhà Xuất bản Khoa học và Kỹ thuật Hà Nội: 440.
- Zaid, R. M., Zularisam, A. W., & Sakinah, A. M. (2016). Effect of process parameters on pectin extraction from dragon fruit (*Hylocereus polyrhizus*) peels via chemical and physical treatment. *Australian Journal of Basic and Applied Sciences*, 10(17), 69-74.