

CHIẾT XUẤT PECTIN TỪ VỎ BƯỞI DƯỚI ĐIỀU KIỆN ÁP SUẤT THẤP

EXTRACTION OF PECTIN FROM POMELO PEEL UNDER LOW PRESSURE CONDITION

Phạm Thị Nam Bình^{1,*},
Nguyễn Mạnh Hà², Hà Thị Hương¹

DOI: <http://doi.org/10.57001/huieh5804.2025.077>

TÓM TẮT

Trong nghiên cứu này, pectin được chiết xuất từ vỏ bưởi bằng dung dịch acid nóng dưới điều kiện áp suất thấp. Các kết quả thực nghiệm cho thấy tỷ lệ nguyên liệu: dung dịch acid, nồng độ acid, nhiệt độ và thời gian có ảnh hưởng đến hiệu suất thu pectin. Ở 80°C, 1,5 giờ, tỷ lệ nguyên liệu: dung dịch acid 1:20g/ml, nồng độ acid 8%, hiệu suất thu pectin đạt cao nhất (19,21%). Độ tinh khiết và chỉ số DE của pectin tương ứng là 74,39% và 54,41%. Pectin thu được thuộc loại high methoxyl pectin (HMP). Ngoài ra, quá trình còn cho sản phẩm phụ có giá trị là dịch chiết tinh dầu bưởi.

Từ khóa: Pectin; chiết xuất; dầu bưởi; vỏ bưởi; HMP.

ABSTRACT

In this study, pectin was extract from pomelo peel using hot acid solution under low pressure condition. The experimental results showed that the ratio of raw material: acid solution, acid concentration, temperature and time have effects on the pectin yield. At 80°C, 1.5 hours, the ratio of raw material: acid solution of 1:20 g/ml, acid concentration of 8%, the pectin yield was highest (19.21%). The purity and DE index of product were 74.39% and 54.41%, respectively. The pectin extracted in this study can be categorized as high methoxyl pectin (HMP). Additionally, a by-product of this process is pomelo essential oil extract.

Keywords: Pectin; extract; pomelo oil; pomelo peel; LMP.

¹Trường Đại học Hoa Lư

²Trường Đại học Công nghiệp Hà Nội

*Email: ptnbinh@hlu.edu.vn

Ngày nhận bài: 14/11/2024

Ngày nhận bài sửa sau phản biện: 23/01/2025

Ngày chấp nhận đăng: 28/3/2025

1. MỞ ĐẦU

Mang đặc tính phân hủy sinh học và tương thích sinh học, với các khả năng tạo gel, nhũ hóa, chống viêm, điều

hòa miễn dịch, hỗ trợ điều trị ung thư, khả năng phân phối có kiểm soát các dược chất, hấp thụ kim loại nặng,... pectin đã và đang thu hút được sự quan tâm nghiên cứu trong nhiều ngành công nghiệp như thực phẩm, dược phẩm, y sinh, vật liệu sinh học.

Các nghiên cứu về công nghệ chiết xuất pectin hiện nay chủ yếu đều tìm kiếm các acid hữu cơ cho hiệu quả chiết xuất cao tương đương acid vô cơ, có khả năng phân hủy sinh học nhằm giảm nguy cơ gây ô nhiễm môi trường, ăn mòn hệ thiết bị [1, 3-9]. Đây là những yêu cầu thiết yếu cho sự phát triển của ngành công nghiệp sản xuất pectin xét từ quan điểm bền vững môi trường cũng như kinh tế.

Cũng giống như các quá trình hóa học khác, hiệu suất thu pectin phụ thuộc vào nguồn nguyên liệu và vào công nghệ chiết xuất. Ví dụ: với cùi bưởi Năm Roi, bằng công nghệ chiết xuất sử dụng dung dịch acid citric nóng, ở 70°C, trong thời gian 120 phút, có thể thu được pectin với hiệu suất đạt 22,26%, chỉ số DE 31,5% [3]. Tuy nhiên, từ cùi bưởi da xanh, bằng công nghệ chiết xuất sử dụng dung dịch acid citric nóng, hiệu suất thu pectin chỉ đạt cao nhất là 16,46% ở điều kiện 9% acid, 90°C, thời gian 85 phút. Độ tinh khiết của pectin đạt khoảng 49,43%, chỉ số DE đạt 51,15% [4]. Từ bưởi Quảng Châu, Trung Quốc, bằng phương pháp chiết xuất hỗ trợ vi sóng đã thu được pectin với hiệu suất đạt 20,43%, chỉ số DE đạt 8,35%, bằng phương pháp chiết xuất sử dụng enzyme, hiệu suất thu chỉ đạt 11,94%. Với phương pháp chiết xuất sử dụng dung dịch acid citric nóng, chỉ số DE đạt 55,67%.

Định nghĩa chính xác về pectin thương mại được sử dụng trong ngành công nghiệp thực phẩm và dược phẩm đã thay đổi qua nhiều năm vì những hiểu biết rõ hơn về mặt cấu trúc cũng như ứng dụng của nó. Các loại pectin thương mại được đặc trưng bởi hàm lượng axit

galacturonic cao và điều này đã trở thành một phần của định nghĩa pháp lý đối với pectin được sử dụng làm phụ gia thực phẩm hoặc cho mục đích dược phẩm. Yêu cầu điển hình là hàm lượng axit galacturonic tối thiểu cần đạt 65%. Tuy nhiên, chính yêu cầu này đã hạn chế các nguồn pectin có thể ứng dụng trong thực phẩm và dược phẩm tiềm năng. Ví dụ, pectin từ bã củ cải có hàm lượng axit galacturonic dưới giới hạn cho phép theo luật định nhưng nó lại có khả năng liên kết chéo thông qua các dư lượng axit ferulic khi được xử lý bằng peroxidase và hydro peroxide, để tạo thành một loại gel liên kết chéo cộng hóa trị ổn định nhiệt, ví dụ có thể được tách nước và tái hydrat hóa. Pectin bã củ cải có thể thích hợp với các ứng dụng khá khác so với các loại pectin thương mại, bao gồm các vật liệu hấp thụ và giữ nước gấp nhiều lần trọng lượng của chúng.

Trong những năm gần đây, hướng nghiên cứu sử dụng các sản phẩm phụ nông nghiệp và chất thải thực phẩm, chẳng hạn như bã từ nước ép trái cây hoặc vỏ từ rau củ làm nguyên liệu cho chiết xuất pectin đã thu hút được nhiều sự quan tâm của các nhà nghiên cứu do lợi ích về giảm chất thải cho môi trường, tăng hiệu quả kinh tế cho sản xuất và chế biến. Việc khám phá các nguồn pectin tự nhiên đa dạng không chỉ mở rộng phạm vi ứng dụng mà còn hỗ trợ các phương pháp tiếp cận sáng tạo để sử dụng tài nguyên bền vững.

Bài báo này trình bày các kết quả nghiên cứu phương pháp chiết xuất pectin dưới điều kiện áp suất thấp. Theo tìm hiểu của nhóm tác giả chưa có công bố liên quan đến chiết xuất pectin theo phương pháp này. Nguồn nguyên liệu là phụ phẩm của quá trình sản xuất và chế biến bưởi. Ưu điểm của phương pháp chiết xuất này là có thể đồng thời thu tinh dầu có trong nguyên liệu trong quá trình chiết xuất pectin, góp phần đa dạng hóa các sản phẩm từ bưởi.

2. THỰC NGHIỆM

2.1. Hóa chất

Vỏ bưởi được thu thập trên địa bàn tỉnh Ninh Bình. Các hóa chất citric acid monohydrate, NaOH, CaCl₂, acid acetic có nguồn gốc từ Merck, ethanol absolute có nguồn gốc từ Đức Giang. Các hóa chất khác bao gồm phenolphthalein, dung dịch AgNO₃ được cung cấp bởi Trường Đại học Hoa Lư.

Vỏ bưởi được sấy ở 50°C và xay nhỏ bằng máy xay thực phẩm trước khi đưa vào quá trình chiết xuất.

2.2. Chiết xuất

Dung dịch acid citric (1 - 10%) và vỏ bưởi với lượng xác định được đưa vào bình cô quay có kết nối với bình

ngưng, hệ thống làm lạnh, hệ thống gia nhiệt và bơm chân không.

Gia nhiệt hỗn hợp phản ứng lên nhiệt độ cần thiết và giữ ở nhiệt độ này trong suốt thời gian phản ứng (tốc độ quay 100 vòng/phút). Bù nước cho hỗn hợp phản ứng sau mỗi 15 phút. Thời gian phản ứng khảo sát từ 0 - 3 giờ. Hỗn hợp sau phản ứng được loại bỏ bã thải rắn, thu dịch lọc. Dịch lọc được cô đặc ở điều kiện 80°C, 0,1atm đến 1/3 thể tích.

2.3. Thu hồi pectin từ dịch chiết

Quá trình thu hồi pectin từ dịch chiết được thực hiện bằng cách trộn dịch pectin cô đặc với ethanol theo tỷ lệ thể tích 1:1. Nhằm tăng hiệu quả kết tủa gel pectin, ethanol được làm lạnh trước khi đưa vào quá trình. Để tăng hiệu suất thu hồi, hỗn hợp được để lắng qua đêm. Sau đó, hỗn hợp được lọc chân không và rửa bằng ethanol lạnh cho đến khi pH nước rửa thu được là trung tính. Kết tủa sau khi rửa được sấy ở 45°C trong 12 giờ. Cân sản phẩm rắn thu được, tính hiệu suất và phân tích tính chất và cấu trúc.

Hiệu suất thu pectin được tính theo công thức (1):

$$H_{\text{pectin}} = \frac{m_{\text{pectin}}}{m_{\text{nguyên liệu}}} \times 100\% \quad (1)$$

Trong đó:

H_{pectin} : Hiệu suất thu pectin, %;

m_{pectin} và $m_{\text{nguyên liệu}}$: Khối lượng pectin thu được thực tế và khối lượng nguyên liệu ban đầu, g.

2.4. Phân tích tính chất và cấu trúc sản phẩm

Cấu trúc của sản phẩm pectin được xác định bằng phương pháp IR trên thiết bị Nicolet iS10, Thermo Scientific, Mỹ.

Chỉ số este hóa (DE) của pectin được xác định dựa trên sự tham khảo phương pháp chuẩn độ [1]. Theo đó:

Pectin khô (100mg) trộn trước với 2ml ethanol và sau đó hòa tan với 20ml nước cất. Nhỏ vài giọt phenolphthalein và chuẩn độ mẫu bằng NaOH 0,1M (V₁). Sau đó thêm 10ml dung dịch NaOH 0,5M vào và khuấy đều, sau đó để yên mẫu ở nhiệt độ phòng trong 30 phút. Tiếp đó thêm 10ml dung dịch HCl 0,5M và lắc dung dịch đến khi mất màu hồng. Cuối cùng thêm vài giọt thuốc thử phenolphthalein và chuẩn độ hỗn hợp bằng dung dịch NaOH 0,1M cho đến khi thu được màu hồng nhạt (màu vẫn giữ nguyên sau khi lắc mạnh) (thể tích NaOH cần là V₂, ml). Độ este DE được tính theo công thức:

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

Độ tinh khiết hay hàm lượng pectin trong sản phẩm pectin thô (P) được xác định dựa trên sự tham khảo phương pháp chuẩn độ canxi pectate [2]. Cụ thể:

Cho 0,15g sản phẩm vào 100ml dung dịch NaOH 0,1N. Để hỗn hợp qua đêm cho pectin bị xà phòng hóa hoàn toàn thành acid pectic. Thêm 50ml dung dịch acid axetic 1N và sau 5 phút thêm 50ml CaCl₂ 1N rồi để yên 1 giờ. Tiếp đó, đun sôi 5 phút và lọc qua giấy lọc 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 được tính theo công thức sau:

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

với m (g): Khối lượng của kết tủa canxi pectat (g);

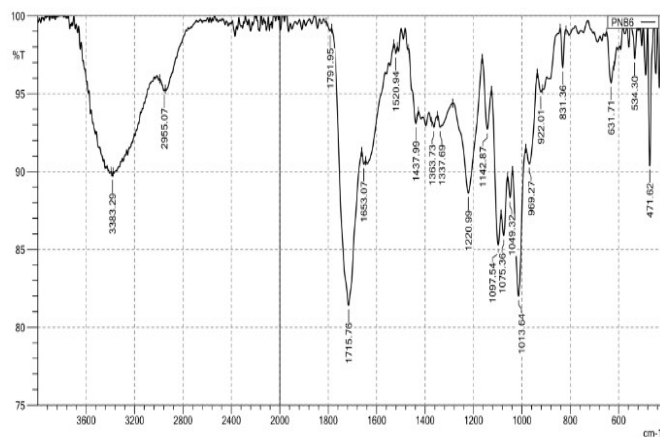
M (g): Khối lượng pectin thô (g);

Hệ số 0,92: Pectin có 92% trong canxi pectat.

3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

3.1. Xác định cấu trúc của sản phẩm pectin

Phổ IR của pectin (hình 1) xuất hiện pic chân rộng với đỉnh pic ở 3383,29cm⁻¹ đặc trưng cho dao động của liên kết O-H.



Hình 1. Phổ IR của pectin

Trên phổ đồ xuất hiện các pic với cường độ yếu, đỉnh pic ở 2955,07cm⁻¹ đặc trưng cho các dao động kéo dài của liên kết C-H các nhóm -CH, -CH₂, -CH₃. Pic ở 1715,76cm⁻¹ đặc trưng cho dao động kéo dài không đối xứng C=O có trong nhóm carboxyl hoặc ester. Pic ở 1653,07cm⁻¹ và 1437,99cm⁻¹ đặc trưng cho các dao động kéo dài đối xứng COO và không đối xứng của acid polygalacturonic. Sự xuất hiện của dải ở 1363,73 - 1337,69cm⁻¹ có thể là dao động uốn cong của nhóm C-H hoặc O-H. Băng sóng ở 1220,99 - 1013,64cm⁻¹ được cho là của các dao động kéo

dài C-O-C. Các kết quả phân tích cấu trúc và tính chất của sản phẩm pectin thu được phù hợp với các tài liệu đã công bố về vật liệu này [5, 7-9].

3.2. Nghiên cứu các yếu tố ảnh hưởng đến quá trình chiết xuất pectin

3.2.1. Ảnh hưởng của nhiệt độ đến hiệu suất thu sản phẩm

Ảnh hưởng của nhiệt độ đến hiệu suất thu sản phẩm được thể hiện trong bảng 1. Có thể thấy hiệu suất thu sản phẩm tăng khi tăng nhiệt độ phản ứng từ 60 lên 80°C, tiếp tục tăng nhiệt độ lên 90°C, hiệu suất tăng không đáng kể. Không quan sát thấy sự thay đổi theo quy luật của độ tinh khiết và chỉ số DE. Sự ảnh hưởng của nhiệt độ đến hiệu suất thu sản phẩm thu được tương tự như một số nghiên cứu đã công bố [3, 4]. Do đó, nhiệt độ 80°C được lựa chọn là nhiệt độ thích hợp cho phản ứng.

Bảng 1. Ảnh hưởng của nhiệt độ đến hiệu suất thu pectin

Nhiệt độ, °C	H _{pectin} , %	Độ tinh khiết, %	Chỉ số DE, %
60	9,24	68,31	52,15
70	11,50	70,56	55,67
80	14,26	74,35	50,98
90	14,38	75,14	53,20

(Điều kiện phản ứng: 1 giờ; nồng độ acid 5%; tỷ lệ nguyên liệu : dung dịch acid = 1:20g/ml)

3.2.2. Ảnh hưởng của thời gian đến hiệu suất thu sản phẩm

Sự phụ thuộc hiệu suất vào thời gian phản ứng được trình bày trong bảng 2. Có thể thấy hiệu suất phản ứng tăng nhanh từ 0 đến 1 giờ, sau đó tăng chậm dần khi kéo dài thời gian phản ứng lên 1,5 giờ, tiếp tục tăng thời gian phản ứng lên 2 giờ, hiệu suất thu sản phẩm hầu như không thay đổi. Việc kéo dài thời gian phản ứng đến 3 giờ thậm chí dẫn đến hiệu suất thu sản phẩm giảm.

Bảng 2. Ảnh hưởng của thời gian phản ứng đến hiệu suất thu pectin

Thời gian phản ứng, giờ	H _{pectin} , %	Độ tinh khiết, %	Chỉ số DE, %
0,5	6,55	69,20	47,55
1,0	14,26	74,35	50,98
1,5	15,93	74,60	53,75
2,0	15,87	75,17	55,20
3,0	15,50	75,15	51,46

(Điều kiện phản ứng: 80°C; nồng độ acid 5%; tỷ lệ nguyên liệu : dung dịch acid = 1:20g/ml)

3.2.3. Ảnh hưởng của tỷ lệ nguyên liệu :dung dịch acid đến hiệu suất thu sản phẩm

Ảnh hưởng của tỷ lệ nguyên liệu :dung dịch acid đến phản ứng được khảo sát từ 1:10 đến 1:50g/ml (bảng 3). Quan sát thấy hiệu suất thu pectin tăng khi tăng từ 1:10 lên 1:20, tiếp tục tăng tỷ lệ nguyên liệu:dung dịch acid 1:30, hiệu suất thu pectin không thay đổi đáng kể. Điều này có thể được giải thích như sau: Với lượng dung môi ít, dưới tác dụng của nhiệt độ, hỗn hợp phản ứng trở nên đặc, khó khuấy trộn, cản trở sự tiếp xúc giữa nguyên liệu và dung dịch chiết. Khi tăng lượng dung dịch chiết, khả năng tiếp xúc giữa nguyên liệu và dung môi chiết tăng, độ nhớt của dung dịch giảm, quá trình tách chiết pectin trở nên hiệu quả hơn. Tuy nhiên, khi tăng thể tích lên quá nhiều sẽ dẫn tới giảm nồng độ pectin và độ nhớt của trong dung dịch, dẫn tới giảm khả năng đông tụ của pectin với ethanol khi tiến hành kết tủa, từ đó dẫn tới giảm hiệu suất thu hồi pectin. Quan sát rõ nhất sự sụt giảm hiệu suất khi sử dụng tỷ lệ 1:50. Hiệu suất thu pectin tốt hơn cả ở tỷ lệ nguyên liệu/dung dịch acid 1:20 đến 1:30g/ml.

Bảng 3. Ảnh hưởng của tỷ lệ nguyên liệu:dung dịch acid đến hiệu suất thu pectin

Tỷ lệ nguyên liệu : dung dịch acid	H _{pectin} , %	Độ tinh khiết, %	Chỉ số DE, %
1 : 10	7,65	69,25	54,11
1 : 20	15,93	74,60	53,75
1 : 30	16,10	74,04	51,30
1 : 40	15,41	71,22	48,54
1 : 50	13,05	68,37	47,32

(Điều kiện phản ứng: 80°C; nồng độ acid 5%; 1,5 giờ)

Tỷ lệ 1:20g/ml có lợi cho quá trình khi xét về mặt hóa chất và năng lượng, do đó, nó được lựa chọn là tỷ lệ chiết thích hợp.

3.2.4. Ảnh hưởng của nồng độ acid đến hiệu suất thu sản phẩm

Ảnh hưởng của nồng độ acid đến phản ứng (bảng 4) cho thấy hiệu suất thu pectin tăng khi tăng nồng độ của acid trong dung dịch chiết từ 1 lên 8%. Kết quả này phù hợp với nhiều nghiên cứu đã công bố [3, 5, 6].

Bảng 4. Ảnh hưởng của nồng độ acid đến hiệu suất thu pectin

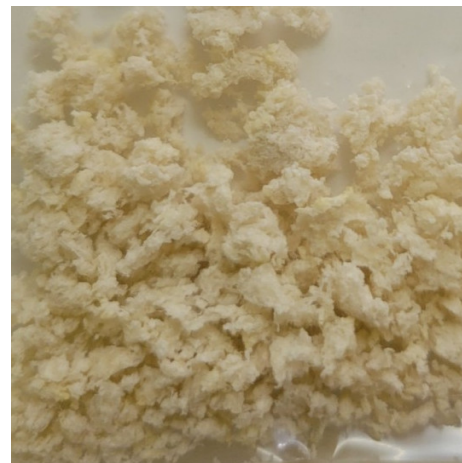
Nồng độ acid	H _{pectin} , %	Độ tinh khiết, %	Chỉ số DE, %
1	6,85	71,14	47,55
2,5	9,20	72,05	50,69
5	15,93	74,60	53,75

8	19,21	74,39	54,41
10	17,40	71,38	54,13

(Điều kiện phản ứng: 80°C; 1,5 giờ; tỷ lệ nguyên liệu : dung dịch acid = 1:20g/ml)

Nguyên nhân được cho là khi tăng nồng độ acid (nồng độ H⁺ tăng), dẫn đến tăng khả năng liên kết với OH⁻ trong mạch pectin để hình thành liên kết hydro ngoại phân tử, dẫn đến làm tăng khả năng hòa tan pectin vào dung dịch. Đồng thời, pH thấp tạo điều kiện thuận lợi cho quá trình thủy phân pectin ở dạng không tan (protopectin) về dạng hòa tan. Tuy nhiên, khi nồng độ acid tiếp tục tăng lên 10% thì hiệu suất thu pectin lại sụt giảm. Điều này là do dung dịch acid mạnh dẫn đến bất lợi cho các phân tử pectin nhỏ hơn do bị thủy phân sớm. pH thấp dưới ngưỡng gây ra sự kết tinh glucose và hoá gel nhanh tạo nên các vón cục làm cản trở việc tách chiết pectin.

Trong khoảng khảo sát, hiệu suất thu pectin lớn nhất đạt được ở giá trị nồng độ acid 8%. Do vậy, nồng độ acid 8%. được lựa chọn là thích hợp cho quá trình chiết xuất.



Hình 2. Pectin khô chiết xuất từ vỏ bưởi

4. KẾT LUẬN

Đã chiết xuất thành công pectin từ vỏ bưởi. Ở điều kiện 80°C, thời gian 1,5 giờ, với nguyên liệu : dung dịch acid = 1:20g/ml, nồng độ acid 8%, hiệu suất thu pectin đạt giá trị lớn nhất là 19,21%. Sản phẩm pectin có độ tinh khiết và chỉ số DE đạt giá trị tương ứng là 74,39% và 54,41%. Kết quả thử nghiệm ứng dụng của pectin với vai trò phụ gia cho dược phẩm và thực phẩm sẽ được trình bày trong các công bố tiếp theo.

LỜI CẢM ƠN

Nhóm tác giả trân trọng cảm ơn Chương trình Nông nghiệp và Phát triển nông thôn, Sở Khoa học và Công nghệ tỉnh Ninh Bình đã cấp kinh phí thực hiện đề tài thông qua hợp đồng số 10/HĐKHCHN.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1]. Hosseini S.S., et al., "Optimization of microwave assisted extraction of pectin from sour orange peel and its physicochemical properties," *Carbohydrate polymers*, V.140, 59-65, 2016.
- [2]. Mùi N. V., *Thực hành hóa sinh học*. Nhà xuất bản Đại học Quốc gia Hà Nội, 2001.
- [3]. Nguyễn Hồng Khôi Nguyên, Trần Thanh Trúc, Bạch Long Giang, "Trích ly pectin từ vỏ bưởi năm roi (*Citrus grandis* (L.) Osbeck) bằng phương pháp trích ly có hỗ trợ nhiệt," *Tạp chí Khoa học Trường Đại học Cần Thơ*, 59, 1B, 66-75, 2023.
- [4]. Ngô Đại Hùng và cộng sự, "Nghiên cứu thu nhận pectin từ cùi quả bưởi," *Tạp chí Khoa học Đại học Thủ Dầu Một*, 3(46), 65-71, 2020.
- [5]. Nguyễn Thị Hà, Nguyễn Hải Minh, Nguyễn Đình Ngọc, Lưu Ngọc Hưng, Lê Thị Hoàng Oanh, "Nghiên cứu ứng dụng pectin từ vỏ bưởi làm chất trợ keo tụ sinh học trong xử lý nước thải," *Tạp chí Khoa học Đại học Quốc gia Hà Nội: Các Khoa học Trái đất và Môi trường*, 33, 1S, 157-162, 2017.
- [6]. J. Kongsin, P. Methacanon, C. Gamonpilas, S.M. Goh, "Studies on pomelo pectin: characterisation and rheological properties," *Gums and Stabilisers for the Food Industry*, 17, 139-144, 2014.
- [7]. Yuree Wandee, Dudsadee Uttapap, Petra Mischnick, "Yield and structural composition of pomelo peel pectins extracted under acidic and alkaline conditions," *Food Hydrocolloids*, 87, 237-244, 2019.
- [8]. Khalid Mehmood Wani, Ramagopal V.S. Uppaluri, "Characterization of pectin extracted from pomelo peel using pulsed ultrasound assisted extraction and acidic hot water extraction process," *Applied Food Research*, 3, 100345, 2023.
- [9]. Yangyang Yu, et al., "Differences in physicochemical properties of pectin extracted from pomelo peel with different extraction techniques," *Scientific Reports*, 14:9182, 2014. <https://doi.org/10.1038/s41598-024-59760-7>.

AUTHORS INFORMATION

Pham Thi Nam Binh¹, Nguyen Manh Ha², Ha Thi Huong¹

¹Hoa Lu University, Vietnam

²Hanoi University of Industry, Vietnam