

Nghiên cứu gốc

ĐÁNH GIÁ TÁC ĐỘNG CỦA PHƯƠNG PHÁP TRÍCH LY ĐẾN HIỆU SUẤT VÀ ĐẶC TÍNH CỦA PECTIN THU HỒI TỪ VỎ CHANH DÂY TÍM (*Passiflora edulis Sims.*)

Huỳnh Thành Đạt^{1,✉}, Diệp Thùy Trang¹, Trần Hoàng Phúc¹,
Nguyễn Thúy Vi¹, Đinh Ngọc Yến Vy¹, Trần Lê Thu², Trần Phước Nhật Uyên¹

¹ Khoa Kỹ Thuật - Công Nghệ, Trường Đại Học Văn Hiến

² Công ty trách nhiệm hữu hạn Zumex Việt Nam

TÓM TẮT

Mục tiêu: Khảo sát ảnh hưởng của các điều kiện trích ly đến hiệu suất thu hồi pectin và đặc tính của pectin thu được từ vỏ chanh dây tím (*Passiflora edulis Sims.*) với phương pháp trích ly bằng acid citric (AE) và phương pháp trích ly bằng acid citric có sự hỗ trợ của sóng siêu âm (UA).

Phương pháp: Phương pháp AE được thực hiện trong bể ổn nhiệt và phương pháp UA được thực hiện bằng thiết bị siêu âm. Pectin được mang đi sấy để tính hiệu suất thu hồi. Xác định hàm lượng methoxyl MeO%, mật độ ester hóa DE% và hàm lượng anhydrous uronic acid AUA% bằng phương pháp chuẩn độ với NaOH. Xác định các nhóm chức và các vùng cấu trúc đặc trưng của pectin bằng máy quang phổ FTIR. Hình thái pectin được xác định thông qua chụp cắt lớp bằng kính hiển vi điện tử quét SEM.

Kết quả: Phương pháp AE cho hiệu suất thu hồi pectin cao nhất 23,83% với tỷ lệ nguyên liệu và dung môi 1:20 g/mL, nồng độ acid citric 5%, trích ly ở 90°C trong 120 phút, pectin thu được có hàm lượng AUA là 86,77%. Phương pháp UA có hiệu suất thu hồi pectin cao nhất 12,02% với thời gian siêu âm 5 phút, nhiệt độ trích ly 60°C, hàm lượng AUA là 90,35%. Pectin thu được ở cả 2 phương pháp đều là pectin methoxyl cao có hình thái và cấu trúc tương tự với pectin thương mại.

Kết luận: Phương pháp AE cho hiệu suất thu hồi pectin cao hơn nhưng độ tinh khiết thấp hơn. Pectin thu được có tiềm năng thay thế pectin thương mại.

Từ khoá: Pectin, vỏ chanh dây tím, trích ly, acid citric, siêu âm

EVALUATION THE IMPACT OF EXTRACTION METHODS ON YIELD AND PROPERTIES OF PECTIN FROM PURPLE PASSION FRUIT PEEL (*Passiflora edulis Sims.*)

ABSTRACT

Aims: To investigate the influence of extraction conditions on the pectin recovery efficiency and properties of pectin from purple passion fruit peel (*Passiflora edulis Sims.*) by citric acid extraction (AE) and citric acid extraction with ultrasonic assistance (UA).

Methods: AE was performed in a thermostatic bath while the UA used an ultrasonic bath. Pectin was dried to calculate the recovery yields. Methoxyl content MeO%, degree of esterification density DE%, and anhydrous uronic acid content AUA% were determined by titration with NaOH. The functional groups and structural regions of pectin were determined by FTIR. The morphology of pectin was evaluated by scanning electron microscopy (SEM).

Results: AE achieved the highest pectin recovery efficiency of 23.83% with the ratio of raw material and solvent 1:20 g/mL, citric acid concentration 5%, extraction at 90°C for

✉ Tác giả liên hệ: Huỳnh Thành Đạt
Email: datdd.vn@gmail.com
Doi: 10.56283/1859-0381/784

Nhận bài: 22/9/2024 Chỉnh sửa: 27/9/2024
Chấp nhận đăng: 30/9/2024
Công bố online: 2/10/2024

120 minutes, and the resulting pectin had an AUA content of 86.77%. UA gave the highest pectin yield of 12.02% with an ultrasonic time of 5 minutes, extraction temperature of 60°C, and AUA content of 90.35%. The pectin obtained by both methods was high methoxyl pectin with similar morphology and structure to commercial pectin.

Conclusion: The AE method gave a higher pectin recovery efficiency but lower purity than the UA one. The resulting pectin has the potential to replace commercial pectin.

Keywords: Pectin, passion fruit peel, extract, acid citric, ultrasonic

I. ĐẶT VẤN ĐỀ

Chất xơ trong chế độ ăn uống mang lại nhiều lợi ích đối với sức khỏe bao gồm giảm nguy cơ mắc bệnh tim mạch, ung thư ruột kết và đái tháo đường type 2 [1]. Pectin là chất xơ hòa tan phổ biến có trong rau và trái cây. Một số nghiên cứu đã cho thấy chế độ ăn có nhiều chất xơ hòa tan sẽ giúp quá trình tiêu hóa và hấp thụ ở ruột non diễn ra lâu hơn và khả năng hấp thụ chất béo, cholesterol và đường đơn như glucose và fructose cũng sẽ giảm. Ngoài ra, chất xơ hòa tan được xem là prebiotic giúp tạo điều kiện cho sự phát triển của probiotics, từ đó mang lại nhiều lợi ích cho sức khỏe [2]. Trong công nghiệp chế biến rau quả, các sản phẩm phụ như vỏ, hạt được tạo ra với số lượng lớn. Những sản phẩm phụ này chứa nồng độ cao các thành phần hoạt tính sinh học như chất chống oxy hóa, sắc tố, protein, tinh dầu, enzyme và chất xơ [3]. Trong đó, pectin là một trong những chất có lợi phổ biến nhất. Do đó, việc cải thiện quá trình trích ly và thu hồi pectin là rất quan trọng để tận dụng tối đa các phụ phẩm này [4].

Nhu cầu sử dụng chanh dây ngày càng tăng hàng năm và được trồng rộng rãi ở nhiều quốc gia trên thế giới. Thịt quả

chanh dây thường được sử dụng để làm nước trái cây và mứt [5]. Trong quá trình sản xuất này, nhiều sản phẩm phụ được tạo ra, đặc biệt là vỏ, chiếm khoảng 50 – 60% tổng khối lượng quả chanh dây. Cách sử dụng và nâng cao giá trị của vỏ chanh dây đã thu hút được nhiều sự quan tâm [6]. Hiện nay, nguồn chính để sản xuất pectin thương mại thường là bã táo và vỏ cam quýt [7]. Trong khi đó, vỏ chanh dây là nguồn nguyên liệu dồi dào và rẻ, lượng phụ phẩm này ngày càng tăng do diện tích trồng và các nhà máy chế biến sản phẩm từ chanh dây tăng trưởng nhanh [8]. Vỏ chanh dây chứa một lượng lớn các hợp chất hoạt tính sinh học và polysaccharides, chẳng hạn như pectin [9]. Theo Cục Trồng trọt - Bộ Nông nghiệp và Phát triển nông thôn, hết năm 2022, tổng diện tích chanh leo cả nước đạt khoảng 9,5 nghìn hecta, năng suất bình quân đạt 191-226 tạ/ha. Vì vậy, việc tận dụng nguồn phụ phẩm để trích ly pectin từ vỏ chanh dây sẽ vừa tạo ra sản phẩm có giá trị ứng dụng trong công nghiệp thực phẩm và dược phẩm, gia tăng giá trị từ phụ phẩm chanh dây nhằm nâng cao giá trị kinh tế tuần hoàn, vừa góp phần giải quyết vấn đề môi trường.

II. PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

2.1. Vật liệu nghiên cứu

Nguyên liệu gồm chanh dây được thu nhận từ Farm DNTP - Công ty Cổ phần đầu tư Nông nghiệp DNTP, Nông trường

1/5 xã Eakpam, huyện Cumga, tỉnh Daklak. Hoá chất sử dụng bao gồm: Acid citric, ethanol 96%, nước cất, NaOH, HCl.

2.2. Phương pháp trích ly Pectin

2.2.1. Sơ chế nguyên liệu

Chanh dây được sơ chế bằng cách rửa sạch và loại bỏ thịt quả. Vỏ sau khi sơ chế được cho vào tủ sấy ở nhiệt độ 60°C đến

độ ẩm 10,30% và bảo quản trong bình hút ẩm. Sau đó, mẫu được nghiền nhỏ và rây qua sàng có kích thước 0,25 mm.

2.2.2. Phương pháp trích ly pectin bằng acid citric ở nhiệt độ cao

Trích ly pectin theo quy trình của Ranganna và cộng sự (2001) với một số biến đổi [11]. Cân chính xác khoảng 10g mẫu khô đem xay nhuyễn, sau đó acid hóa bằng acid citric (2%, 5%, 8%, 11%.) với tỉ lệ nguyên liệu/dung môi (1:10, 1:15, 1:20, 1:25 g/mL) ở nhiệt độ (75, 85, 90, 95°C) khuấy trong bể ôn nhiệt trong khoảng thời gian (60, 80, 100, 120, 150, 180 phút). Huyền phù sau đó được lọc bằng vải để tách bã rắn. Dịch trích ly qua

lọc được kết tủa bằng một lượng ethanol 96% Vol. (tỉ lệ thể tích dung dịch trích ly/ethanol là 1:1 (v/v), khuấy nhẹ và giữ trong vòng 30 phút. Sau đó hỗn hợp được lọc và pectin trích ly được rửa bằng một lượng tối thiểu ethanol 96% Vol. (rửa 2 lần). Sấy pectin trong tủ sấy ở nhiệt độ 55°C cho đến khối lượng không đổi. Cuối cùng thu được pectin và đem xay, kiểm tra độ ẩm.

2.2.3. Phương pháp trích ly pectin bằng acid citric có sự hỗ trợ sóng siêu âm

Trích ly pectin bằng acid kết hợp siêu âm được thực hiện theo phương pháp của Oliveira và cộng sự (2016) với một số biến đổi [12]. Cân chính xác khoảng 10g mẫu khô đem xay nhuyễn, sau đó acid hóa bằng acid citric 5%, tỷ lệ nguyên liệu/dung môi 1:20 (m/v), trích ly ở nhiệt độ (50, 60, 70, 80°C) bằng thiết bị siêu âm (Elmasonic S, Đức) trong khoảng thời gian (5, 10, 15, 20 phút), công suất siêu âm 550W. Huyền phù sau đó được lọc

bằng vải để tách bã rắn. Dịch trích ly qua lọc được kết tủa bằng một lượng ethanol 96%Vol. (tỉ lệ thể tích dung dịch trích ly/ethanol là 1:1 (v/v), khuấy nhẹ và giữ trong vòng 30 phút. Sau đó hỗn hợp được lọc và pectin trích ly được rửa bằng một lượng tối thiểu ethanol 96% Vol.(rửa 2 lần). Sấy pectin trong tủ sấy ở nhiệt độ 55°C cho đến khối lượng không đổi. Cuối cùng thu được pectin và đem xay, kiểm tra độ ẩm.

2.2.4. Xác định hiệu suất trích ly pectin

Bột pectin khô thu được đem đi cân để đánh giá hiệu suất.

$$Y_f\% = \frac{M_p}{M_v} \times 100\%$$

Trong đó: Y_f là hiệu suất trích ly pectin dựa trên khối lượng vỏ khô M_v (trừ ẩm) và M_p là khối lượng pectin khô (trừ ẩm).

2.3. Xác định đặc tính của pectin

a) Xác định hàm lượng methoxyl MeO%, mật độ ester hóa DE%, AUA%

Phương pháp xác định MeO% và DE% kế thừa từ nghiên cứu của Castillo-Israel và cộng sự (2015) [13]. Cân chính xác khoảng 0,1 g pectin cho vào bình nón 250 mL và thêm 1 mL ethanol 99% Vol. Thêm 0,5 g natri clorua và 60 mL nước cất và đun nóng trong nồi cách thủy trong

30 phút ở 45°C. Cuối cùng, thêm 2 giọt đồ phenol vào và chuẩn độ dung dịch bằng NaOH 0,05N. Sự kết thúc chuẩn độ được biểu thị bằng sự xuất hiện màu tím và thể tích chuẩn độ được ghi lại (V_1 , mL). Thêm 25 mL NaOH 0,25N vào dung dịch và trộn kỹ. Dung dịch được giữ trong bình

có nút đẩy ở nhiệt độ phòng trong 30 phút. Sau đó, thêm 25 mL HCl 0,25N và chuẩn độ bằng NaOH 0,1N (V_2 , mL) cho đến khi quan sát thấy màu tím. Sau đó, MeO và DE được tính theo sau:

$$\text{MeO} = \frac{V_2 \cdot 0,1 \cdot 31}{m} \cdot 100$$

$$\text{DE} = \frac{V_2}{V_1 + V_2} \cdot 100$$

b) Xác định đặc điểm cấu trúc pectin

Phương pháp FTIR sử dụng nhằm mục đích xác định và đối chiếu các nhóm chức chính có trong pectin, đồng thời so sánh với pectin thương mại. Các mẫu được đựng trong bình tráng thủy tinh có chứa silicagel khan trước khi phân tích.

c) Xác định đặc điểm hình thái pectin

Hình thái của bột pectin được phân tích dựa trên kính hiển vi điện tử quét SEM (JSM-IT200 - JEOL). Pectin trích ly từ vỏ chanh dây được sàng qua lưới lọc

$$\text{AUA} = \frac{0,1 \cdot (V_1 + V_2) \cdot 176}{m} \cdot 100$$

Trong đó: 31: khối lượng phân tử của nhóm methoxyl; 176: khối lượng phân tử của acid anhydrouronic; V_1, V_2 : lần lượt là thể tích sử dụng cho phép chuẩn độ thứ nhất và thứ hai (mL); m: khối lượng mẫu sử dụng (mg).

Phổ FTIR được ghi lại bằng cách sử dụng phụ kiện ATR đa năng trên một máy quang phổ FTIR (Bruker Tensor 27 FT-IR Spectrometer) với phạm vi số sóng từ 4000 đến 400 cm^{-1} và độ phân giải đo là 4 cm^{-1} .

để kích thước các hạt đồng đều trước khi được đưa vào máy đo. Ảnh SEM được chụp dưới điện áp gia tốc 20kV, độ phóng đại từ 100 tới 500 lần.

2.4. Phương pháp xử lý số liệu

Trong nghiên cứu này, tất cả các thí nghiệm được lặp lại 3 lần. Kết quả được trình bày dưới dạng giá trị trung bình \pm SD (sai số %). Tất cả dữ liệu được phân tích phương sai một yếu tố (ANOVA) với

mức ý nghĩa thống kê $p < 0,05$ để đánh giá sự khác biệt, sử dụng phần mềm Microsoft Excel 2010.

III. KẾT QUẢ VÀ BÀN LUẬN

3.1. Khảo sát ảnh hưởng của điều kiện trích ly đến hiệu suất thu hồi pectin bằng phương pháp sử dụng acid citric

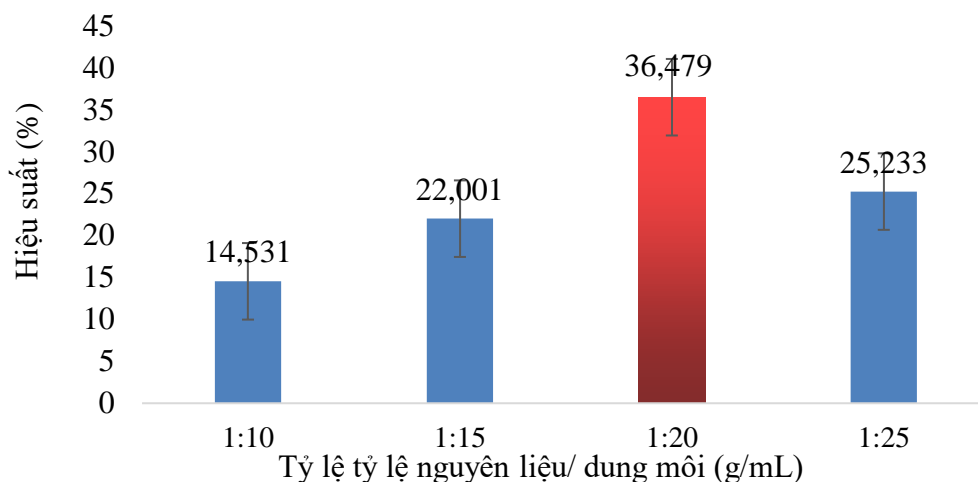
3.1.1. Ảnh hưởng của tỷ lệ nguyên liệu/ dung môi đến hiệu suất thu hồi pectin .

Dựa vào phương pháp xác định ở mục 2.2.2 ta thu được kết quả chỉ ra ở Hình 1. Thí nghiệm khảo sát ảnh hưởng của tỷ lệ nguyên liệu/ dung môi đến hiệu suất thu hồi pectin được thực hiện với các thông số cố định: nhiệt độ trích ly 95 $^{\circ}$ C, nồng độ acid citric 5% [14], thời gian trích ly 80 phút.

Tỷ lệ nguyên liệu khô/dung môi là yếu tố ảnh hưởng lớn đến hiệu suất trích ly pectin. Từ hình 1 cho thấy hiệu suất chiết pectin tăng dần khi tăng tỷ lệ nguyên liệu khô/ dung môi từ 1:10 – 1:20 (g/mL). Nhưng khi tăng tỷ lệ nguyên liệu khô/ dung môi đến 1:25 (g/mL) hiệu suất trích ly pectin bắt đầu giảm. Khi sử dụng tỷ lệ

thấp hơn 1:10 (g/mL) quá trình chiết đạt được hiệu suất rất thấp do lượng dung môi không đủ để hòa tan pectin. Có sự gia tăng hiệu suất trích ly khi tăng tỷ lệ rắn-lỏng do khả năng hòa tan tăng lên. Tuy nhiên,

khi tăng thêm tỷ lệ không có tác động đáng kể đến hiệu suất trích ly [15]. Theo kết quả trên, tỷ lệ nguyên liệu/dung môi là 1:20 g/mL cho hiệu suất thu hồi pectin cao nhất.



Hình 1. Ảnh hưởng của tỷ lệ nguyên liệu/ dung môi đến hiệu suất thu hồi pectin ($p < 0,05$)

3.1.2. Ảnh hưởng của nồng độ dung môi đến hiệu suất thu hồi pectin

Dựa vào phương pháp xác định ở mục 2.2.2 ta thu được kết quả chỉ ra ở Bảng 1. Thí nghiệm khảo sát ảnh hưởng của nồng độ dung môi đến hiệu suất thu hồi pectin

được thực hiện với các thông số cố định: tỷ lệ nguyên liệu/ dung môi 1:20 g/mL, nhiệt độ trích ly 95°C, thời gian trích ly 80 phút.

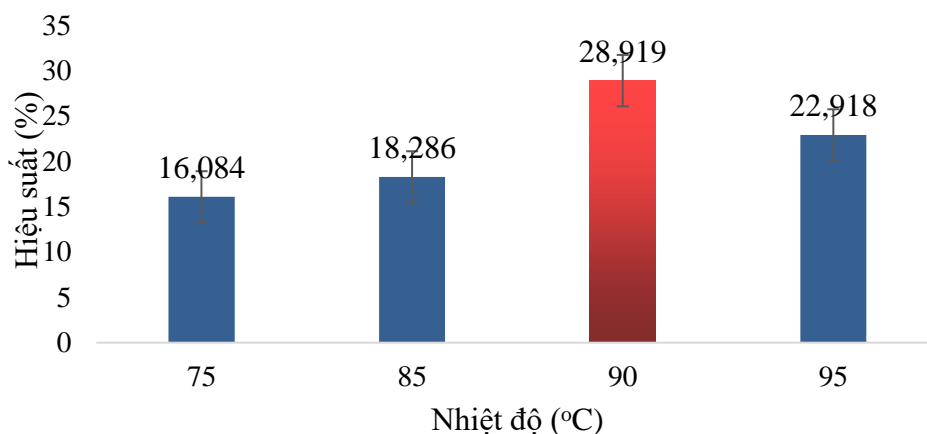
Bảng 1. Ảnh hưởng của nồng độ dung môi đến hiệu suất thu hồi pectin ($p < 0,05$)

Nồng độ acid citric(%)	pH	Hiệu suất (%)
2	2,33	18,086±1,290
5	2,05	30,648±1,382
8	1,93	29,812±1,171
11	1,86	29,340±0,848

Theo Bảng 1 cho thấy quá trình trích ly bằng acid citric có pH thấp thì hiệu suất trích ly pectin tăng. Môi trường dung dịch acid có độ pH thấp kích thích quá trình thủy phân và hòa tan protopectin. Khi nồng độ acid thấp các liên kết giữa các mạch polysaccharide trong vách tế bào khó bị phá vỡ dẫn đến pectin khó thoát ra

nên hiệu suất thấp [8]. Tuy nhiên, khi nồng độ acid tăng quá mức tối ưu thì cấu trúc của pectin bị phân hủy, làm tăng khả năng phân cắt các liên kết glycoside dẫn tới pectin không thể kết tủa với cồn [16]. Từ kết quả nghiên cứu cho thấy hiệu suất trích ly đạt cao nhất tại nồng độ acid citric 5% (pH 2,05).

3.1.3. Ảnh hưởng của nhiệt độ trích ly đến hiệu suất thu hồi pectin

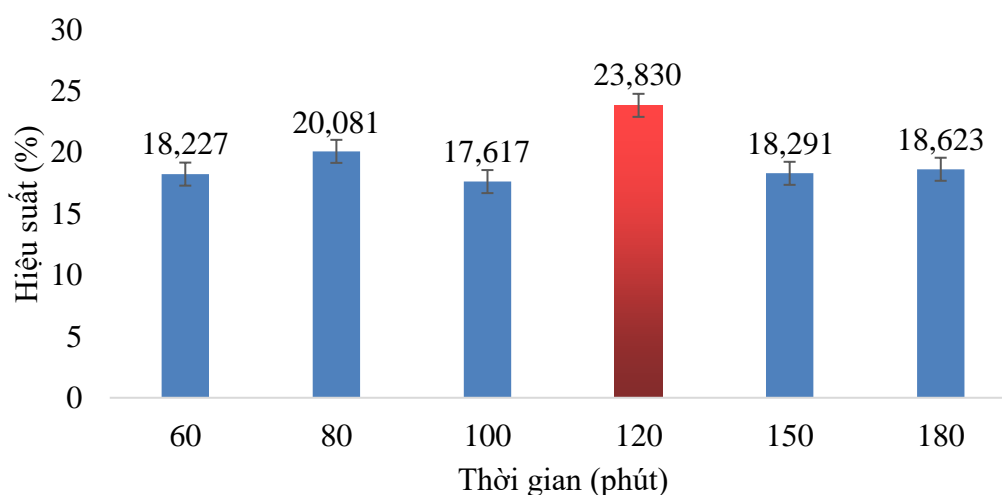


Hình 2. Ảnh hưởng của nhiệt độ trích ly đến hiệu suất thu hồi pectin ($p < 0,05$)

Dựa vào phương pháp xác định ở mục 2.2.2 ta thu được kết quả chỉ ra ở Hình 2. Từ kết quả ở hình 2 cho thấy hiệu suất trích ly pectin thô tăng từ 16,084% lên 28,919% khi nhiệt độ trích ly tăng từ 75°C lên 90°C. Tuy nhiên, hiệu suất trích ly pectin thu được có xu hướng giảm ở 95°C. Nhiệt độ đóng vai trò quan trọng trong quá trình trích ly bằng dung môi. Năng lượng cao có thể đẩy nhanh tốc độ khuếch tán các hợp chất chiết ra môi

trường và ảnh hưởng đến hiệu suất thu hồi. Nhiệt độ tăng sẽ làm tăng cường phản ứng thủy phân protopectin thành pectin hòa tan [17]. Tuy nhiên, khi nhiệt độ tăng quá mức tối ưu thì cấu trúc của pectin bị phân hủy dẫn tới pectin không thể kết tủa với cồn [16]. Đối với nghiên cứu này, hiệu suất đạt cao nhất ở 90°C và giảm ở nhiệt độ cao hơn. Pectin có thể bị biến tính ở nhiệt độ rất cao và làm giảm hiệu quả trích ly.

3.1.4. Ảnh hưởng của thời gian trích ly đến hiệu suất thu hồi pectin



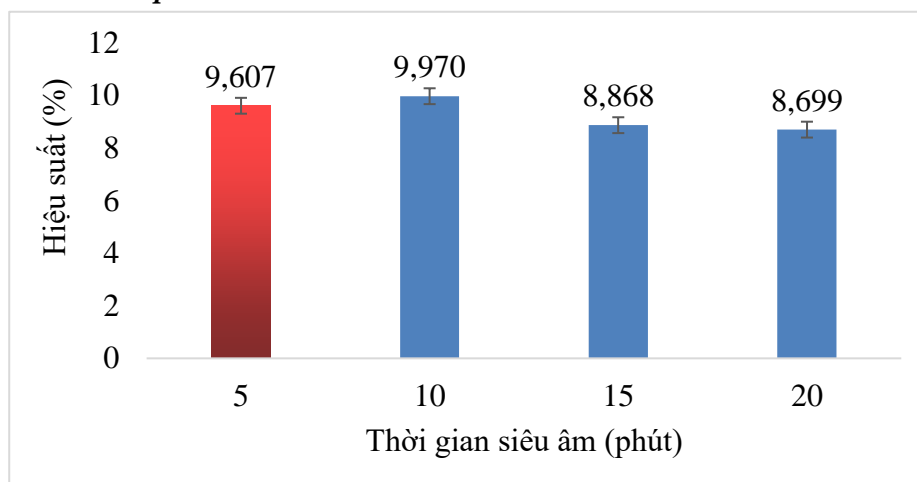
Hình 3. Ảnh hưởng của thời gian trích ly đến hiệu suất thu hồi pectin ($p < 0,05$)

Dựa vào phương pháp xác định ở mục 2.1.4 ta thu được kết quả chỉ ra ở Hình 3. Từ kết quả ở Hình 3 cho thấy hiệu suất thu hồi pectin có xu hướng tăng từ 18,227% lên 23,830% khi kéo dài thời gian trích ly từ 60 đến 120 phút, sau đó hiệu suất thu hồi pectin giảm khi thời gian trích ly dài hơn. Hình 3 cho thấy hiệu suất trích ly ở 120 phút có sự khác biệt đáng kể so với các thời gian khảo sát còn lại. Thời gian trích ly ngắn, liên kết giữa

pectin với các thành phần khác như cellulose và hemicellulose không thể bị cắt đứt. Do đó, Protopectin bị thủy phân thành dạng hòa tan, ảnh hưởng đến hiệu suất trích ly [18]. Khi thời gian trích ly kéo dài, acid pectic sẽ được hình thành do pectin hòa tan thủy phân. Do đó, sẽ làm giảm hiệu suất chiết pectin. Đối với nghiên cứu này thời gian trích ly ở 120 phút là thời gian đạt được hiệu suất thu hồi pectin cao nhất.

3.2. Khảo sát ảnh hưởng của điều kiện trích ly đến hiệu suất thu hồi pectin bằng acid có sự hỗ trợ sóng siêu âm

3.2.1. Ảnh hưởng của thời gian trích ly bằng acid citric có hỗ trợ sóng siêu âm đến hiệu suất thu hồi pectin

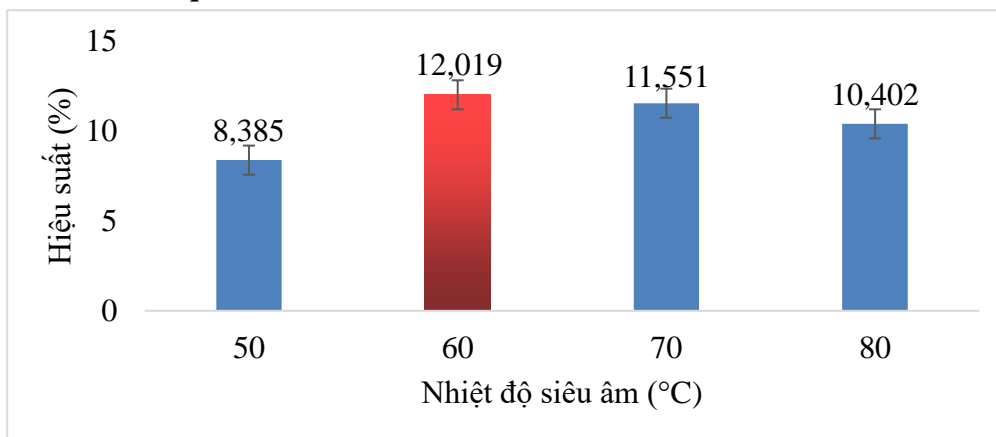


Hình 4. Ảnh hưởng của thời gian siêu âm đến hiệu suất thu hồi pectin ($p > 0,05$)

Dựa vào phương pháp xác định ở mục 2.2.3 ta thu được kết quả chỉ ra ở Hình 4. Từ kết quả ở hình 4 cho thấy hiệu suất thu hồi pectin có xu hướng tăng lên trong khoảng thời gian từ 5 đến 10 phút, tuy nhiên kéo dài thời gian siêu âm hiệu suất trích ly có xu hướng giảm. Nghiên cứu của Xu và cộng sự (2014) đã cho thấy sự phân hủy pectin khi siêu âm trong thời gian dài và thời gian siêu âm trong 10 phút là đủ để đạt được trạng thái cân bằng của quá trình truyền khối trong quá trình trích ly bằng siêu âm [19]. Theo nghiên

cứu của Cibele Freitas de Oliveira và cộng sự (2016) kết quả cho thấy hiệu suất trích ly pectin từ vỏ chanh dây bằng acid HNO_3 (pH 2,0; 1,0 mol/L) cũng cho kết quả hiệu suất trích ly đạt cao nhất (khoảng 8,5%) ở thời gian 10 phút [12]. Hình 4 cho thấy hiệu suất trích ly tại thời gian siêu âm 10 phút và 5 phút lần lượt là 9,970% và 9,670%. Tuy nhiên, tại các thời gian siêu âm không có sự khác biệt ý nghĩa về mặt thống kê ở mức ý nghĩa 5% nên chọn thời gian siêu âm 5 phút để tiến hành các nghiên cứu tiếp theo.

3.2.2. Ảnh hưởng của nhiệt độ trích ly bằng acid citric có hỗ trợ sóng siêu âm đến hiệu suất thu hồi pectin



Hình 5. Ảnh hưởng của nhiệt độ siêu âm đến hiệu suất thu hồi pectin ($p < 0,05$)

Dựa vào phương pháp xác định ở mục 2.2.3 ta thu được kết quả chỉ ra ở hình 5. Hiệu suất trích ly phụ thuộc rất lớn vào nhiệt độ, nghiên cứu của Cibele Freitas de Oliveira và cộng sự (2016) cho thấy dù trích ly ở công suất siêu âm cao thì hiệu suất trích ly vẫn khá thấp khi nhiệt độ trích ly thấp. Hiệu suất trích ly bằng siêu âm đạt cao nhất khi trích ly ở nhiệt độ cao

và công suất siêu âm lớn [12]. Điều này cho thấy nhiệt độ là một thông số quan trọng để trích ly pectin dựa trên cơ sở khi nhiệt độ tăng sẽ làm tăng độ hòa tan của pectin. Hình 5 cho thấy hiệu suất trích ly pectin đạt cao nhất (12,019%) ở nhiệt độ 60°C. Tuy nhiên, khi tăng nhiệt độ trên 60°C thì hiệu suất trích ly có xu hướng giảm dần.

3.3. Xác định đặc tính của pectin

3.3.1. Xác định chỉ số ester hoá (DE), hàm lượng methoxyl (MeO), hàm lượng anhydrouronic Acid (AUA).

Dựa vào phương pháp xác định ở mục 2.3 ta thu được kết quả chỉ ra ở bảng 2. Hàm lượng acid khan rất quan trọng để xác định độ tinh khiết, mức độ este hóa và tính chất vật lý của pectin [11]. Hàm lượng AUA của pectin từ vỏ chanh dây trích ly bằng acid citric là $86,768 \pm 0,176$ %. Trong khi đó, hàm lượng AUA của pectin từ vỏ chanh dây tăng lên đáng kể khi trích ly bằng acid citric có sự hỗ trợ của sóng siêu âm đạt $90,347 \pm 0,711$ %. Pectin từ vỏ chanh dây có chỉ số acid khan cao hơn giá trị được tìm thấy của pectin trong cam [20], táo và thanh long (59.52% and 70.50%) [21]. AUA không nên nhỏ hơn 65% [22]. Bảng 2 pectin trích

ly bằng acid citric có hỗ trợ sóng siêu âm có độ tinh khiết cao hơn so với trích ly bằng acid citric ở nhiệt độ cao.

Mức độ este hóa của pectin (DE) là một chỉ số quan trọng, xác định loại pectin đã trích ly, tính chất vật lý và hóa học của pectin. Giá trị DE của pectin thu được từ vỏ chanh dây là 74,983–83,701%, thuộc loại pectin methoxy cao (HMP). Dựa vào bảng 2 cho thấy DE của pectin trích ly bằng acid citric có hỗ trợ siêu âm (83,701%) cao hơn đáng kể so với trích ly bằng acid (74,983%). Kết quả này tương tự như nghiên cứu của Liang, Y và cộng sự (2022) cho thấy DE của pectin trích ly bằng acid citric có hỗ trợ siêu âm cao hơn

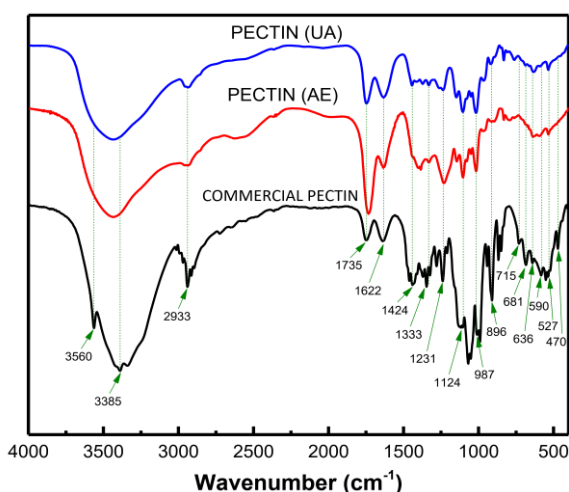
so với chỉ trích ly bằng acid citric [23]. Sự khác biệt giá trị DE giữa 2 phương pháp trích ly có thể do nhiệt độ trích ly thấp hơn

và thời gian trích ly của phương pháp trích ly bằng acid citric có sự hỗ trợ sóng siêu âm ngắn hơn [12, 24].

Bảng 2. Hàm lượng MeO, DE, AUA của pectin vỏ chanh dây

Chỉ số	Phương pháp trích ly bằng acid citric	Phương pháp trích ly bằng acid citric có hỗ trợ sóng siêu âm
DE (%)	74,983 ± 0,192	83,701 ± 0,121
MeO (%)	11,460 ± 0,018	13,320 ± 0,117
AUA (%)	86,768 ± 0,176	90,347 ± 0,711

3.3.2. Đặc tính cấu trúc pectin



Hình 6. Phổ FTIR của mẫu pectin chanh dây trích ly bằng acid (màu đỏ), pectin trích ly bằng acid hỗ trợ siêu âm (màu xanh) và phổ so sánh với pectin thương mại (màu đen)

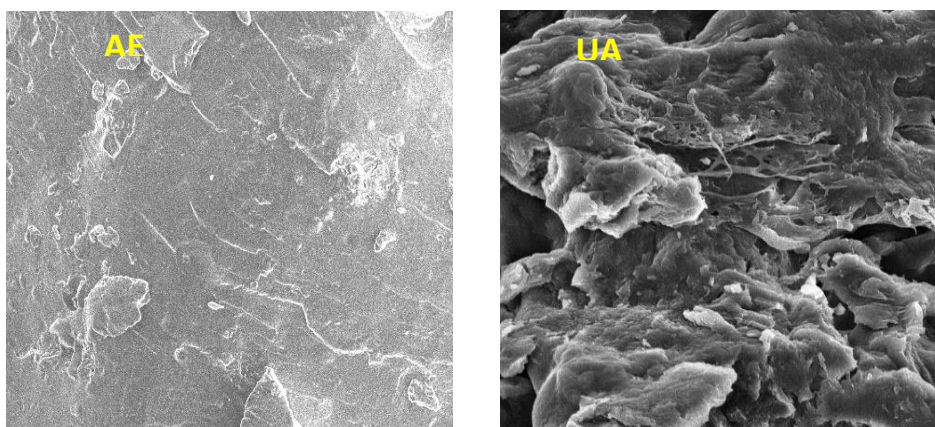
Dựa vào phương pháp xác định ở mục 2.3 ta thu được kết quả chỉ ra ở hình 6. Kết quả phân tích FTIR của mẫu pectin trích ly từ vỏ chanh dây và mẫu pectin thương mại cho thấy các mẫu đều hấp thụ ở các số sóng tương tự nhau. Peak xuất hiện ở vùng 3300 – 3500 cm^{-1} thể hiện nhóm chức $-\text{OH}$ do liên kết hydro nội và liên phân tử của polyme acid galaturonic. Trong vùng 3000 – 2933 cm^{-1} tương ứng với sự hấp thụ nhóm $-\text{CH}$, gồm các dao động kéo giãn và uốn cong của CH , CH_2 và CH_3 . Dải mạnh xung quanh đỉnh 1735 cm^{-1} thể hiện sự hấp thụ của nhóm carbonyl ($\text{C}=\text{O}$) trong nhóm metyl este hóa (COOCH_3). Dải mạnh xung quanh

đỉnh 1622 cm^{-1} và dải yếu hơn gần 1424 cm^{-1} là do dao động kéo dài của anion cacboxylat (COO^-). Dải quang phổ trong khoảng từ 1300 and 800 cm^{-1} có liên quan đến “vùng vân tay” của pectin, cụ thể 2 peak 1120 and 987 cm^{-1} có liên quan furanose and pyranose trong cấu trúc của pectin [25]. Có sự khác biệt về tỉ lệ cường độ của hai peak xung quanh 1740 and 1630 cm^{-1} là khác nhau là do sự khác nhau về mật độ ester hóa của 2 loại pectin trích ly bằng phương pháp AE và phương pháp UA [26]. Phổ pectin trong nghiên cứu này cũng đồng thuận với pectin trích ly từ vỏ chanh dây của Thi Tuyet Mai Phan và Thi Sen Ngo (2019) [27].

3.2.4. Đặc tính hình thái của pectin

Dựa vào phương pháp xác định ở mục 2.2 ta thu được kết quả chỉ ra ở hình 7. SEM được thực hiện để mô tả hình thái bề mặt của pectin ở độ phóng đại x1000 (Hình 7). Bề mặt của pectin được chiết bằng AE và UA tương đối nhẵn, mịn, nhưng có một số lỗ siêu âm điển hình trong UA. Hình thái pectin trong nghiên cứu này cũng tương tự như nghiên cứu Cibele Freitas de Oliveira và cộng sự (2016) [23]. Tính chất bề mặt của các hạt

pectin có liên quan đến tương tác pectin-nước vì nước không chỉ liên kết với nhóm ưa nước của các hạt pectin mà còn bị hấp phụ vật lý trên bề mặt hạt và bị mắc kẹt trong các lỗ hoặc các vi mao mạch. Kết quả có thể suy ra rằng pectin chanh dây có thể có khả năng hấp phụ thấp và độ hòa tan cũng thấp. Khả năng này mang lại cho pectin sự linh hoạt trong lưu trữ và đóng gói, phù hợp cho đa dạng các ứng dụng thực phẩm.



Hình 7. Hình thái của pectin trích ly từ vỏ chanh dây trích ly bằng acid (AE) và trích ly bằng acid có sự hỗ trợ sóng siêu âm (UA)

V. KẾT LUẬN

Nghiên cứu cho thấy vỏ chanh dây có thể được coi là nguồn pectin tiềm năng và có thể được sử dụng để trích ly pectin. Lượng pectin thô được trích ly từ vỏ bị ảnh hưởng bởi loại dung môi, tỷ lệ vỏ trên dung môi và điều kiện trích ly như thời gian và nhiệt độ. Phương pháp cho hiệu suất thu hồi pectin cao nhất (23,83%) là phương pháp AE ở điều kiện tỷ lệ nguyên liệu và dung môi 1:20 (g/mL), nồng độ acid citric 5%, nhiệt độ trích ly 90°C và thời gian trích ly 120 phút. Pectin thu được là pectin methoxyl cao (HMP). Đối với phương pháp UA tuy cho hiệu suất

thấp hơn (12,02%) nhưng độ tinh khiết cao hơn phương pháp AE với hàm lượng AUA lần lượt là 90,35% và 86,77%. Trong nghiên cứu này cho thấy phương pháp trích ly bằng acid citric cho hiệu suất cao hơn, độ tinh khiết tương đối cao và phương thức thực hiện đơn giản nên phương pháp này có tiềm năng triển khai ở quy mô công nghiệp. Kết quả phân tích AUA, chụp phổ FTIR cho thấy pectin thu được rất có tiềm năng, với độ tinh khiết cao phù hợp ứng dụng trong sản xuất các sản phẩm thực phẩm, dược phẩm.

Tài liệu tham khảo

- O'Keefe SJ. The association between dietary fibre deficiency and high-income lifestyle-associated diseases: Burkitt's hypothesis revisited. *Lancet Gastroenterol Hepatol*. 2019;4:984–996.
- Blanco-Pérez, F., Steigerwald, H., Schülke, S., Vieths, S., Toda, M., & Scheurer, S. The Dietary Fiber Pectin: Health Benefits and Potential for the Treatment of Allergies by Modulation of Gut Microbiota. *Current Allergy and Asthma Reports*. 2021;21(10):43.
- Trigo JP, Alexandre EM, Saraiva JA, Pintado ME. High value-added compounds from fruit and vegetable by-products—Characterization, bioactivities, and application in the development of novel food products. *Crit Rev Food Sci Nutr*. 2020; 60:1388–1416.
- Figuerola KHN, García NVM, Vega RC. Cocoa By-Products. In *Food Wastes and By-Products: Nutraceutical and Health Potential*. John Wiley & Sons: Hoboken, NJ, USA. 2020;373–411.
- Fonseca AMA, Gerald MV, Junior MRM, Silvestre AJD, Rocha SM. Purple passion fruit (*Passiflora edulis f. edulis*): A comprehensive review on the nutritional value, phytochemical profile and associated health effects. *Food Res*. 2022; 160:111665.
- Delvar A, de Caro P, Candy L, Caro Y, Sing ASC, Raynaud C. Integrated process for extraction and formulation in emulsions of active molecules from fresh passion fruits (*Passiflora edulis Sims*). *J Food Eng*. 2019; 263:388–397.
- Mesbahi G, Jamaliana J, & Farahnaky A. A comparative study on functional properties of beet and citrus pectins in food systems. *Food Hydrocolloids*. 2005; 19:731–738.
- Nguyễn Trọng Thăng, Lê Minh Nguyệt. 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 tím (*Passiflora edulis Sims*). *Tạp chí Khoa học Nông nghiệp Việt Nam*. 2021;19(6):795-806.
- López-Vargas JH, Fernández-López J, Pérez-Álvarez JA, Viuda-Martos M. Chemical, physico-chemical, technological, antibacterial and antioxidant properties of dietary fiber powder obtained from yellow passion fruit (*Passiflora edulis var. flavicarpa*) co-products. *Food Res Int*. 2013;51(2):756–763.
- Kliemann E, Simas KND, Amante ER, Amboni R. Optimisation of pectin acid extraction from passion fruit peel (*Passiflora edulis flavicarpa*) using response surface methodology. *Inter J F Sci Techno*. 2009;44(3):476-483.
- Ranganna S. Pectin: handbook of analysis and quality control for fruit and vegetable products. USA: *Tata McGraw-Hill Publishing*. 2001:31-47.
- De Oliveira CF, Giordani D, Lutckemier R, et al. Extraction of pectin from passion fruit peel assisted by ultrasound. *LWT Food Sci Technol*. 2016;71:110–115.
- Castillo-Israel K, Diasanta S, Lizardo M, Dizon R, & Mejico M. Extraction and characterization of pectin from Saba banana [*Musa 'saba'* (*Musa acuminata* x *Musa balbisiana*)] peel wastes: A preliminary study. *International Food Research Journal*. 2015;22(1):202-207.
- Nguyen TH, Tran HXN, Vu TT, Ho TTL, & Nguyen TTV. The effects of extraction conditions on the yield of crude pectin extract from passion fruit (*Passiflora edulis Sims.*) and the application of the extract on jam forming ability. *CTU Journal of Innovation and Sustainable Development*. 2022;14(2), 99-108.
- Kulkarni SG & Vijanand P. Effect of extraction conditions on the quality characteristics of pectin from passion fruit peel (*Passiflora edulis f. flavicarpa L.*). *LWT- Food Science & Technology*. 2010;43:1026–1031.
- Ziari H, Ashtiani FZ & Mohtashamy M. Comparing the effectiveness of processing parameters in pectin extraction from apple pomace. *Afinidad*. 2010;67: 374-379.
- Chan SY & Choo WS. Effect of extraction conditions on the yield and chemical properties of pectin from cocoa husks. *Food Chemistry*. 2013;141(4):3752-3758.
- Quoc LPT, Huyen VTN, Hue LTN, Hue NTH, Thuan NHD, Tam NTT, Thuan NN, & Duy TH. Extraction of pectin from pomelo (*Citrus maxima*) peel with the assistance of microwave and tartaric acid. *International Food Research Journal*. 2015;22(4):1637-1641.

19. Yuting Xu, Lifen Zhang, Yakufu Bailina et al. Effects of ultrasound and/or heating on the extraction of pectin from grapefruit peel. *Journal of Food Engineering*. 2014; 126: 72-81.
20. Azad AKM, Ali MA, Mst. Sorifa Akter, Md. Jaur Rahman, Maruf Ahmed. Isolation and Characterization of Pectin Extracted from Lemon Pomace during Ripening. *Journal of Food and Nutrition Sciences*. 2014;2(2):30-35.
21. Kliemann E, de Simas KN, Amante ER et al. Optimisation of pectin acid extraction from passion fruit peel (*Passiflora edulis flavicarpa*) using response surface methodology. *Int J Food Sci Technol*. 2009;44(3):476-483.
22. Committee on Food Chemicals Codex, Food and Nutrition Board. Food Chemicals Codex, Fourth Edition. National Academy Press, Washington, DC 1996.
23. Liang Y, Yang Y, Zheng L, Zheng X, Xiao D, Wang S, Ai B, Sheng Z. Extraction of Pectin from Passion Fruit Peel: Composition, Structural Characterization and Emulsion Stability Foods. 2022;11(24):3995.
24. Basak, S.; Annature, U.S. Trends in “green” and novel methods of pectin modification—A review. *Carbohydr Polym*. 2022;278:118967.
25. Tangsuphoom N, Chavasit. Effect of extraction condition on the chemical and emulsifying properties of pectin from *Cyclea barbata* Miers leave. *International Food Research Journal*. 2014;21(2):799-806.
26. Sze Hui Jong, Norazlin Abdullah, Norhayati Muhammad. Rheological characterization of low methoxyl pectin extracted from durian rind. *Carbohydrate Polymer Technologies and Applications*. 2023;5:100290.
27. Thi Tuyet Mai Phan & Thi Sen Ngo. Pectin and cellulose extraction from passion fruit peel waste. *Vietnam Journal of Science, Technology and Engineering*. 2020;62(1):32-37.