

TRÍCH LY PECTIN TỪ CÂY SƯƠNG SÁO (*Mesona chinensis* Benth)

Phan Văn Kim Thi, Trần Thị Hồng Cẩm,
Đàm Thị Bích Phượng, Hoàng Thị Trúc Quỳnh*

Trường Đại học Công nghiệp Thực phẩm TP.HCM

*Email: quynhhtt@cntp.edu.vn

Ngày nhận bài: 10/8/2016; Ngày chấp nhận đăng: 07/3/2018

TÓM TẮT

Nghiên cứu nhằm khảo sát các điều kiện trích ly pectin từ cây sương sáo (*Mesona chinensis* Benth). Hiệu suất trích ly đạt 20,67% trong điều kiện sử dụng dung dịch acid citric 12 % làm dung môi. Điều kiện trích ly ở 85 °C trong 90 phút. Pectin thô thu được có trọng lượng phân tử 7042,25 đvC, các chỉ số methoxyl (MI), chỉ số anhydrogalacturonic acid (AUA) và chỉ số ester hóa (DE) tương ứng là 3,162%, 42,944% và 41,083%. Với các chỉ số methoxyl và ester hóa nêu trên có thể phân loại pectin sương sáo thuộc loại pectin có chỉ số methoxyl thấp (LMP).

Từ khóa: Acid citric, cây sương sáo, đặc tính, pectin, trích ly.

1. ĐẶT VẤN ĐỀ

Pectin là hợp chất tạo gel có nguồn gốc từ thực vật bậc cao, được ứng dụng rộng rãi trong công nghệ thực phẩm. Nguồn pectin dồi dào trong tự nhiên là bã táo, vỏ quả có múi (citrus) (Xin Wang *et al.*, 2014), đó là những nguồn nguyên liệu chính trong sản xuất pectin công nghiệp. Ngoài khả năng tạo gel nổi bật, pectin còn là chất tạo đặc, tạo nhũ tương và ổn định rất hiệu quả. Vì vậy, nó được nhiều nước trên thế giới quan tâm nghiên cứu sản xuất và ứng dụng [1, 2].

Cây sương sáo (*Mesona chinensis* Benth) là loài thực vật thân thảo, thấp, có nhựa kết thạch trong nước và được dùng làm thức uống giải khát. Nhiều kết quả nghiên cứu cho thấy sương sáo không chỉ là thức uống giải khát thông thường mà còn là một dược liệu. Lá sương sáo có vị ngọt, tính mát, có tác dụng giải nhiệt, giúp hạ huyết áp, trị cảm mạo, đau khớp... tốt cho sức khỏe con người [2-4].

Mục tiêu của nghiên cứu là xác định điều kiện trích ly pectin từ cây sương sáo đạt hiệu suất cao, làm cơ sở dữ liệu cho các nghiên cứu phát triển công nghệ sản xuất pectin từ cây sương sáo trên quy mô công nghiệp.

2. VẬT LIỆU VÀ PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

2.1. Vật liệu

Cây sương sáo (*Mesona chinensis* Benth) được cung cấp bởi các vựa thu mua sương sáo khô tại các tỉnh Tiền Giang, Đồng Tháp.

Hóa chất dùng trong nghiên cứu: Acid citric, acid acetic của hãng Weifang Ensign (Trung Quốc), NaOH, HCl của hãng YunPhos (Trung Quốc) được cung cấp bởi công ty TNHH TM-DV Anh San.

2.2. Phương pháp nghiên cứu

Độ ẩm nguyên liệu được xác định theo TCVN 1867:2001 [5].

Hàm lượng pectin được xác định bằng phương pháp canxi pectat [6].

Đặc tính của pectin sương sáo được xác định gồm: Trọng lượng phân tử, chỉ số anhydrogalacturonic acid (AUA), chỉ số methoxyl (MI) và chỉ số ester hóa (DE) [6, 7].

2.3. Phương pháp trích ly và xác định hàm lượng pectin trong nguyên liệu

Ngâm 5 g bột cây sương sáo khô trong thời gian 1 giờ với dung dịch acid citric 5% ở nhiệt độ 85 °C, ly tâm tách dịch chiết, để nguội. Dùng cồn 96° để kết tủa pectin trong dịch chiết, tiến hành lọc và thu kết tủa pectin thô bằng giấy lọc sấy khô đã biết trước khối lượng không đổi. Cuối cùng, rửa kết tủa pectin thô bằng cồn lạnh nhiều lần và sấy khô ở 50 °C đến trọng lượng không đổi. Kết tủa pectin thô sau khi sấy được để nguội và xác định khối lượng bằng cân phân tích. Hàm lượng pectin (%) trong nguyên liệu được xác định như sau:

$$\text{Hàm lượng pectin (\%)} = \frac{\text{Khối lượng pectin thô sau trích ly}}{\text{Khối lượng khô của mẫu}} \times 100 \quad [6]$$

Trọng lượng phân tử, các chỉ số anhydrogalacturonic acid, chỉ số methoxyl và chỉ số ester hóa... của pectin sương sáo cũng được xác định trong nghiên cứu này.

2.4. Phương pháp xử lý số liệu

Các số liệu từ thực nghiệm được xử lý thống kê bằng phần mềm JMP 10.

Công cụ Microsoft Excel được sử dụng để vẽ biểu đồ.

3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

3.1. Đánh giá sơ bộ về chất lượng nguyên liệu

Đặc điểm nguyên liệu thô (sương sáo khô Đồng Tháp và Tiền Giang, sương sáo tươi Tiền Giang) được trình bày ở Bảng 1.

Bảng 1. Độ ẩm và hàm lượng pectin của sương sáo

Giá trị	Sương sáo tươi Tiền Giang	Sương sáo khô Tiền Giang	Sương sáo khô Đồng Tháp
Độ ẩm (%)	86,26 ± 0,32	13,61 ± 0,03	11,43 ± 0,13
Pectin (%)	-	9,3 ± 0,4	8,7 ± 0,3

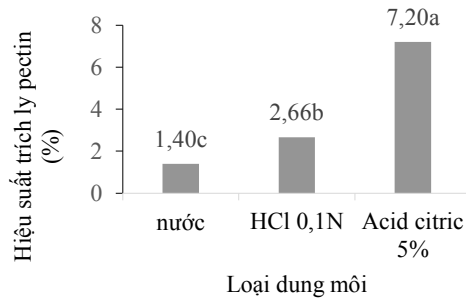
Bảng 1 cho thấy, độ ẩm của sương sáo tươi Tiền Giang rất cao (86,26%), trong khi ở sương sáo khô Tiền Giang và Đồng Tháp tương ứng là 13,61% và 11,43%, hàm lượng pectin thu được từ cây sương sáo Đồng Tháp chỉ 8,7% so với 9,3% ở sương sáo khô Tiền Giang. Do đó, sương sáo khô Tiền Giang được chọn làm nguyên liệu chính trong các nghiên cứu tiếp theo.

3.2. Khảo sát các yếu tố ảnh hưởng đến hiệu suất trích ly pectin

3.2.1. Ảnh hưởng của loại dung môi

3 loại dung môi được khảo sát để trích ly pectin từ cây sương sáo là nước, HCl 0,1N và dung dịch acid citric 5%. Kết quả cho thấy, xử lý nguyên liệu bằng dung dịch acid citric 5% cho hiệu suất thu hồi đạt 7,2%, cao gấp 5,14 lần so với sử dụng nước và 2,7 lần so với dung dịch acid HCl 0,1N làm dung môi trích ly. Mặt khác, acid citric là dung môi hữu cơ an toàn,

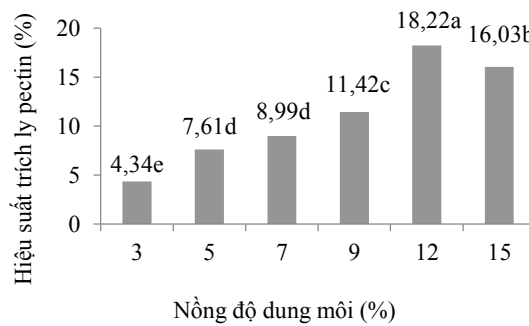
không gây độc nếu như còn sót lại trong sản phẩm. Do đó, acid citric được chọn làm dung môi trích ly pectin từ sương sáo cho các khảo sát tiếp theo.



Hình 1. Ảnh hưởng của loại dung môi đến hiệu suất trích ly pectin (a,b,c chỉ sự khác biệt có ý nghĩa thống kê ($p < 0,05$) giữa các giá trị)

3.2.2. Ảnh hưởng của nồng độ dung dịch acid citric lên hiệu suất trích ly

Khảo sát ảnh hưởng của nồng độ dung dịch acid citric (3, 5, 7, 9, 12, 15%) đến hiệu suất trích ly pectin từ cây sương sáo. Kết quả được trình bày trong Hình 2.



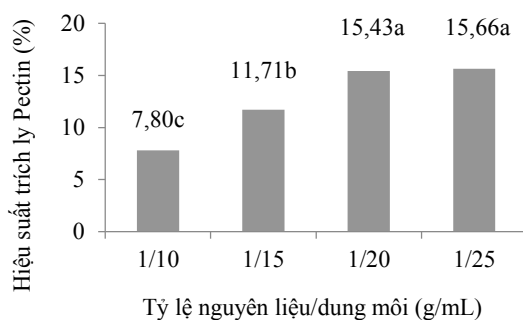
Hình 2. Ảnh hưởng của nồng độ dung dịch acid citric đến hiệu suất trích ly pectin (a,b,c chỉ sự khác biệt có ý nghĩa thống kê ($p < 0,05$) giữa các giá trị)

Kết quả từ Hình 2 cho thấy khi nồng độ acid citric tăng từ 3 - 12% hiệu suất trích ly liên tục tăng từ 4,34 - 18,22%. Tuy nhiên, khi nồng độ acid tăng từ 12% - 15% thì hiệu suất trích ly pectin giảm còn 16,03%. Có thể nồng độ acid tăng làm cho các liên kết giữa các mạch polysaccharide trong vách tế bào bị phá vỡ giúp pectin được giải phóng dễ dàng hơn. Nhưng khi nồng độ acid citric tăng làm pH giảm có thể làm cho các liên kết trong chuỗi acid polygalacturonic bị phân cắt mạnh, một phần pectin bị phân hủy và dẫn đến hiệu suất trích ly pectin giảm. Xu hướng tương tự cũng được tìm thấy trong các công trình của P. Kanmani *et al.* (2014) khi nghiên cứu trích ly pectin từ vỏ quả citrus, của Ermias Girma *et al.* (2016) khi nghiên cứu trích ly pectin từ vỏ chuối và vỏ xoài [6, 8].

Từ kết quả nhận được, dung dịch acid citric 12% được dùng làm dung môi trích ly cho những khảo sát tiếp theo.

3.2.3. Ảnh hưởng của tỷ lệ nguyên liệu/dung môi lên hiệu suất trích ly

Các tỷ lệ nguyên liệu/dung môi: 1/10, 1/15, 1/20, 1/25 được dùng để khảo sát về ảnh hưởng của tỷ lệ nguyên liệu/dung môi lên hiệu suất trích ly pectin từ cây sương sáo (Hình 3).

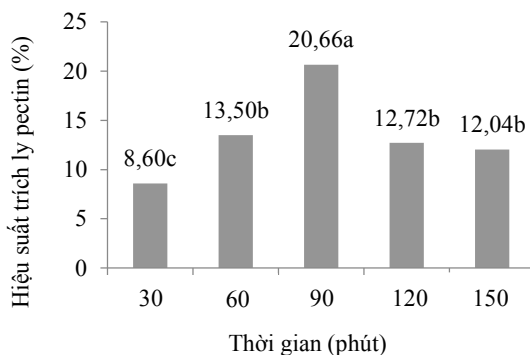


Hình 3. Ảnh hưởng tỷ lệ nguyên liệu/dung môi đến hiệu suất trích ly pectin (a,b,c chỉ sự khác biệt có ý nghĩa thống kê ($p < 0,05$) giữa các giá trị)

Kết quả ở Hình 3 cho thấy hiệu suất trích ly tăng từ 7,8 - 15,66% khi tỷ lệ nguyên liệu/dung môi thay đổi từ 1/10 - 1/25. Tuy nhiên, hiệu suất trích ly ở tỷ lệ 1/20 và 1/25 khác nhau không có ý nghĩa về mặt thống kê ($p < 0,05$). Tác giả Xin Wang *et al.* (2014) khi nghiên cứu trích ly pectin từ bã táo cũng nhận thấy quy luật tương tự [2].

Để đảm bảo hiệu quả trích ly pectin cao mà tiết kiệm được dung môi thì tỷ lệ nguyên liệu/dung môi được chọn là 1/20 (g/mL) cho các nghiên cứu tiếp theo.

3.2.4. Ảnh hưởng của thời gian lên hiệu suất trích ly



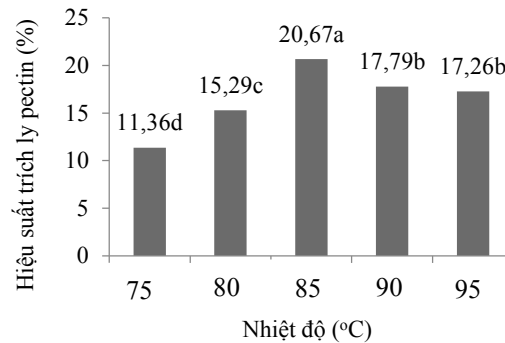
Hình 4. Ảnh hưởng của thời gian xử lý đến hiệu suất trích ly pectin (a,b,c chỉ sự khác biệt có ý nghĩa thống kê ($p < 0,05$) giữa các giá trị)

Ảnh hưởng của thời gian xử lý: 30, 60, 90, 120, 150 phút lên hiệu suất trích ly pectin từ cây sương sáo được ghi nhận ở Hình 4.

Kết quả cho thấy thời gian trích ly ảnh hưởng phi tuyến tính đến hiệu suất trích ly pectin từ cây sương sáo. Cụ thể, hiệu suất trích ly tăng từ 8,6 - 20,66% khi thời gian xử lý tăng từ 30 - 90 phút. Hiệu suất trích ly đạt cao nhất là 20,66% sau 90 phút xử lý. Nhưng tiếp tục tăng thời gian xử lý lên 120 và 150 phút thì hiệu suất giảm lần lượt 1,62 và 1,71 lần so với xử lý 90 phút. Tiếp tục tăng thời gian xử lý thì pectin có thể bị phân hủy bởi nhiệt độ cao và thời gian dài, do đó hiệu suất trích ly giảm. Quy luật tương tự cũng được Charity *et al.* (2016) tìm thấy khi nghiên cứu trích ly pectin từ các nguồn phế phẩm nông nghiệp khác [9]. Như vậy, kết quả thực nghiệm cho thấy hiệu suất trích ly pectin từ sương sáo đạt cao nhất khi thời gian trích ly 90 phút.

3.2.5. Khảo sát ảnh hưởng của nhiệt độ lên hiệu suất trích ly

Khảo sát ảnh hưởng của nhiệt độ xử lý lên hiệu suất trích ly được thực hiện ở các điều kiện 75, 80, 85, 90 và 95 °C (Hình 5).



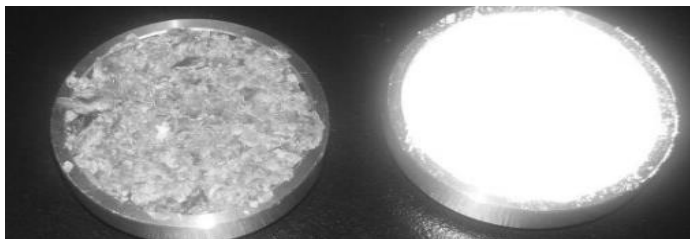
Hình 5. Ảnh hưởng nhiệt độ đến hiệu suất trích ly pectin (a,b,c chỉ sự khác biệt có ý nghĩa thống kê ($p < 0,05$) giữa các giá trị)

Kết quả cho thấy, ảnh hưởng của nhiệt độ xử lý lên hiệu suất trích ly cũng có chiều hướng tương tự như ảnh hưởng của thời gian. Theo đó, hiệu suất trích ly đạt cao nhất ở nhiệt độ 85 °C và có xu hướng giảm khi nhiệt độ tiếp tục tăng. Điều này được giải thích bởi khi nhiệt độ quá cao sẽ làm cho pectin bị biến tính, do đó làm giảm hiệu suất trích ly. Quy luật tương tự cũng được các tác giả Kanmani (2014) và Norazelina (2012) tìm thấy khi trích ly pectin từ vỏ quả citrus và trái thanh long [8, 11].

Từ kết quả nghiên cứu trên, nhiệt độ 85 °C được chọn làm nhiệt độ trích ly pectin từ cây sương sáo cho các nghiên cứu tiếp theo.

3.2.6. Đánh giá sơ bộ chất lượng pectin thô thu được

3.2.6.1. Hàm lượng pectin trong mẫu pectin thô so với pectin chuẩn

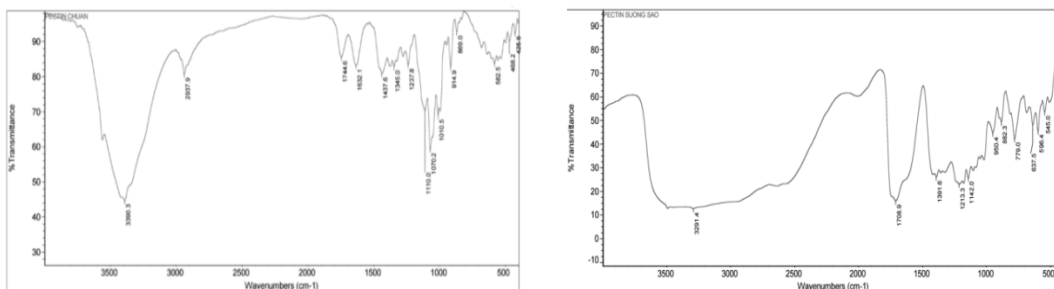


Hình 6. So sánh pectin thô thu được (trái) và pectin chuẩn (phải)

Chế phẩm pectin thô thu được từ sương sáo có màu nâu sẫm, dẻo, khó nghiền thành bột, trong khi pectin chuẩn đã tinh sạch là bột màu trắng, mịn. Kết quả phân tích cho thấy, trong chế phẩm thô thu được chỉ chứa $6,99 \pm 0,31\%$ pectin tinh khiết.

3.2.6.2. Phân tích nhóm chức trong chế phẩm pectin thô

Kết quả phân tích so sánh phổ hồng ngoại của chế phẩm pectin sương sáo với pectin chuẩn bằng máy quang phổ hồng ngoại (FTIR) được thể hiện ở Hình 7.



Hình 7. Phổ IR của pectin chuẩn (trái) và pectin sương sáo thô (phải)

Kết quả phân tích về mức độ hấp thụ phổ hồng ngoại của các nhóm chức ở 2 mẫu pectin được trình bày trong Bảng 2. Các nhóm OH, carbonyl (C=O), ester carboxyl (COO-) trong 2 mẫu pectin được hấp thụ tại các số sóng tương tự nhau và tương tự với kết quả nghiên cứu của Jitra Singthong (2005) khi phân tích đặc tính pectin trích ly từ lá cây Krueo Ma Noy [13]. Như vậy có thể khẳng định rằng mẫu chiết tách từ bột sương sáo khô là pectin.

Bảng 2. Các nhóm chức hấp thụ phổ hồng ngoại ở mẫu pectin thô và pectin chuẩn

Nhóm chức	Mẫu pectin	Số sóng hấp thụ (cm ⁻¹)	Cường độ hấp thụ (%)
Nhóm carbonyl (C=O)	Pectin chuẩn	1744,6	86,099
	Pectin thô	1708,9	15,146
Nhóm ester carboxyl (COO-)	Pectin chuẩn	1237,6	82,470
	Pectin thô	1213,3	20,086
Nhóm OH	Pectin chuẩn	3390,3	45,141

3.2.6.3. Một số chỉ tiêu khác của pectin thô

Pectin thô thu được có trọng lượng phân tử là 7042,25 đvC, chỉ số methoxyl (MI) 3,162%, anhydrogalacturonic acid (AUA) 42,944%, ester hóa (DE) 41,083%. Như vậy, từ những kết quả nêu trên có thể khẳng định pectin thô thu được thuộc loại pectin methoxyl hóa thấp (LMP).

4. KẾT LUẬN

Hiệu suất trích ly pectin từ cây sương sáo đạt giá trị cao nhất 9,3% khi trích ly bằng acid citric 12% với tỷ lệ nguyên liệu/dung môi là 1/20 g/mL ở nhiệt độ 85 °C trong thời gian 90 phút. Pectin thô thu được từ cây sương sáo thuộc nhóm pectin methoxyl hóa thấp MI 3,162%, chỉ số DE 41,803% và trọng lượng phân tử 7042,25 đvC.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. Behall K. and Reiser S. - Effects of pectin on human metabolism, chemistry and function of pectins, American Chemical Society, Washington (1986) 248-265.
2. Xin Wang, Quanru Chen, Xin Lü. - Pectin extracted from apple pomace and citrus peel by subcritical water, Food Hydrocolloids **38** (2014) 129-137.
3. Nangia Makker P., Hogan V., Honjo Y., Baccarini S., Tait L. - Inhibition of human cancer cell growth and metastasis in nude mice by oral intake of modified citrus pectin, Journal of the National Cancer Institute **94** (2002) 1854-1862.
4. Nguyễn Năng Nhượng - Nghiên cứu công nghệ sản xuất một số sản phẩm từ cây Thạch đen Cao Bằng thành hàng hóa, Trung tâm chuyển giao Công nghệ và Tư vấn đầu tư Cao Bằng (2009).
5. Lin Shaobin, Zhu Shumin. - Study on *Mesona chinensis* Benth polysaccharide isolation, purification and identification, Natural Product Research and Development **3** (1992) 008-015.
6. Ermias Girm, Teshome Worku. - Extraction and characterization of pectin from selected fruit peel waste, International Journal of Scientific and Research Publications **6** (2) (2016) 447-454.
7. Elizabeth Devi W., Shukla R.N., Anitha Abraham, Surender Jarpula and Kaushik U. - Optimized extraction condition and characterization of pectin from orange peel, International Journal of Research in Engineering & Advanced Technology **2** (2), (2014) 1-9.
8. Kanmani P., Dhivya E., Aravind J. and Kumaresan K. - Extraction and analysis of pectin from citrus peels: augmenting the yield from citrus limon using statistical experimental design, Iranica Journal of Energy & Environment **5** (3) (2014) 303-312.
9. Charity U. Ogunka-Nnoka and Mary F. Atinlikou. - Extraction and characterization of pectin from some selected non-citrus agricultural food wastes, Journal of Chemical and Pharmaceutical Research **8** (5) (2016) 283-290.
10. Azad A. K. M, M. A. Ali, Sorifa Akter, Jiaur Rahman, and Maruf Ahmed. - Isolation and characterization of pectin extracted from lemon pomace during ripening, Journal of Food and Nutrition Sciences **2** (2014) 30-35.
11. Norazelina Sah Mohd, Norziah Mohd, Hani Zainudin Meon. - Extraction and characterization of pectin from dragon fruit (*Hylocereus polyrhizus*) using various extraction conditions, Sains Malaysiana **41** (1) (2012) 41-45.
12. Tạ Duy Tiên, Dương Thị Hương Giang, Phan Thị Bích Trâm. - Tách chiết, tinh sạch pectin và điều chế dẫn xuất chlorophyllin tan trong nước từ lá dây hoàng thanh, Tạp chí Khoa học Đại học Cần Thơ **10** (2008) 118-125.
13. Jittra Singthong, Suwayd Ningsanond, Steve W. Cui, H. Douglas Goff - Extraction and physicochemical characterization of *Krueo Ma Noy* pectin, Food Hydrocolloids **19** (2005) 793-801

ABSTRACT

EXTRACTION OF PECTIN FROM *Mesona chinensis* BENTH

Phan Van Kim Thi, Tran Thi Hong Cam,
Dam Thi Bich Phuong, Hoang Thi Truc Quynh*
Ho Chi Minh City University of Food Industry
*Email: quynhhtt@cntp.edu.vn

In this study, the extraction conditions of pectin from *Mesona chinensis* Benth were examined. The highest yield of pectin was 20.67% in the extraction condition of citric acid 12% at 85 °C in 90 minutes. The results of analysis and characterization of pectin showed that the pectin equivalent weight (7042.25), methoxyl content (3.162%), anhydrouronic acid (42.944%) and the degree of esterification (41.083%). Based on the value of methoxyl content and the degree of esterification, pectin from *Mesona chinensis* Benth can be categorized as low-methoxyl pectin.

Keywords: *Mesona chinensis* Benth, extraction, pectin, acid citric, characterization.