



استخراج نیمه صنعتی پکتین از ضایعات پرتقال و ارزیابی ویژگی‌های کمی و کیفی آن

حامد صابریان^{۱،۳}، زهره حمیدی اصفهانی^{۲*}، حسن احمدی گاولیقی^۲

^۱دانش آموخته گروه علوم و مهندسی صنایع غذایی، دانشکده کشاورزی، دانشگاه تربیت مدرس

^۲گروه علوم و مهندسی صنایع غذایی، دانشکده کشاورزی، دانشگاه تربیت مدرس

^۳آستادیار گروه پژوهشی افزودنی‌های غذایی، پژوهشکده علوم و فناوری مواد غذایی، سازمان جهاد دانشگاهی خراسان رضوی

تاریخ دریافت: ۱۳۹۷/۰۷/۱۶؛ تاریخ پذیرش: ۱۳۹۸/۰۱/۱۹

چکیده

سابقه و هدف: پکتین پلی‌ساکارید طبیعی با ویژگی‌های عملکردی ارزشمند و متنوع شامل قوام‌دهندگی، ژل‌کنندگی، پایدارکنندگی، امولسیفایری و اتصال‌دهندگی جهت کاربرد در صنایع غذایی، دارویی و آرایشی-بهداشتی است. تمام پکتین مورد نیاز صنایع از خارج از کشور تأمین می‌گردد؛ در صورتی که تولید این زیست‌پلیمر ارزشمند بویژه از پسماند صنایع فرآوری میوه پتانسیل بالایی وجود دارد. بعلاوه، فرایند تولید این محصول نسبتاً ساده و کم هزینه با ارزش افزوده بالا می‌باشد. تولید پکتین تنها در سطح آزمایشگاهی صورت گرفته و هنوز صنعتی نشده است. بنابراین، هدف از پژوهش حاضر بهینه‌سازی استخراج پکتین در شرایط آزمایشگاهی از پسماند فرآوری پرتقال و سپس افزایش مقیاس استخراج به سطح نیمه صنعتی بود. طراحی و ساخت خط تولید نیمه صنعتی استخراج پکتین از ضایعات پرتقال برای اولین بار در ایران جهت ارزیابی امکان صنعتی کردن و بومی‌سازی تولید پکتین انجام شد.

مواد و روش‌ها: ابتدا بهینه‌سازی مقدار pH (۳-۱/۵)، زمان استخراج (۴-۱ ساعت) و نسبت ماده جامد به حلال (S/L)، ۱:۱۰-۱:۳۰ گرم بر میلی‌لیتر) بر بازده استخراج پکتین صورت گرفت. سپس در شرایط بهینه آزمایشگاهی پکتین به تولید نیمه‌صنعتی رسید. برای جداسازی ناخالصی‌ها از دو روش فیلتراسیون (فیلتر پرس و سانتریفیوژ) استفاده شد. پکتین‌های تولیدی در سطح نیمه‌صنعتی از نظر شاخص‌های بازده، درجه استری و میزان اسیدگالاکتورونیک با نوع آزمایشگاهی مقایسه شدند.

یافته‌ها: براساس نتایج پژوهش حاضر هر سه عامل pH، زمان استخراج و نسبت S/L تأثیر معنی‌داری بر بازده استخراج پکتین داشتند ($P \leq 0/05$). با افزایش pH از ۱/۵ به ۲ بازده پکتین افزایش یافت و در pH ۲ به بالاترین مقدار (۱۴/۸۷) گرم بر ۱۰۰ گرم ماده خشک) رسید. با افزایش بیشتر pH تا ۳ مقدار بازده به ۶/۶۵ گرم به‌ازای ۱۰۰ گرم کاهش یافت. با افزایش زمان استخراج تا ۳ ساعت بازده بطور معنی‌داری افزایش یافت اما پس از آن ثابت ماند. با افزایش نسبت S/L از ۱:۱۰ تا ۱:۱۵ بازده پکتین بطور معنی‌داری از ۱۶/۵۵ تا ۱۸/۸۴ گرم به‌ازای ۱۰۰ گرم ماده خشک افزایش و پس از آن مجدداً بطور معنی‌داری یافت ($P \leq 0/05$). پس از طراحی خط تولید پکتین استخراج نیمه صنعتی آن در شرایط بهینه تعیین شده (pH برابر با ۲، نسبت S/L ۱:۱۵ و زمان ۳ ساعت) صورت پذیرفت. بازده استخراج در تولید نیمه صنعتی در شرایط استفاده از فیلتر پرس بالاتر از بازده آزمایشگاهی بود، اما میزان اسید گالاکتورونیک آن بطور معنی‌داری کمتر بود ($P \leq 0/05$). کمیت (بازده) و کیفیت (درجه استری، میزان اسید گالاکتورونیک، آرابینوز، رامنوز و زایلوز و وزن مولکولی) پکتین استخراجی در روش سانتریفیوژ حاکی از خلوص بالای پکتین و مشابه مقیاس آزمایشگاهی بود ($P > 0/05$).

*مسئول مکاتبه: hamidy_z@modares.ac.ir

نتیجه‌گیری: بازده و کیفیت پکتین حاصله در مقیاس نیمه صنعتی، در شرایط استفاده از دستگاه سانتریفیوژ (به جای فیلترپرس) برای مرحله صاف کردن مشابه روش متداول آزمایشگاهی بود و بنابراین امکان تولید پکتین با بازده و کیفیت بالا در سطح نیمه صنعتی و صنعتی وجود دارد.

واژه‌های کلیدی: پکتین، ضایعات پرتقال، طراحی فرآیند، استخراج نیمه صنعتی

مقدمه

پکتین پلی‌ساکاریدی بلند زنجیر از آلفا-۱،۴-دی-گالاکتورونیک اسید می‌باشد که در دیواره سلولی گیاهان وجود دارد. در ساختار این ترکیب هتروپلی‌ساکارید علاوه بر اسید گالاکتورونیک، قندهای دیگری از قبیل رامنوز، آرابینوز و گالاکتوز نیز وجود دارند که حدود ۲۰ درصد کل ترکیب را شامل می‌شوند (۲، ۱۹، ۲۲). گروه کربوکسیل اسید گالاکتورونیک (در موقعیت کربن ۶) می‌تواند با متانول استریفیه شود که این عامل به شدت ویژگی‌های عملکردی پکتین (از قبیل ژل‌کنندگی و ویسکوزیته) را تحت تأثیر قرار می‌دهد. براین اساس دو نوع پکتین با درجه استری پایین‌تر از ۵۰ درصد (به عنوان پکتین کم‌متوکسیل) و پکتین با درجه استری بالاتر از ۵۰ درصد (به عنوان پکتین با متوکسیل بالا) وجود دارند (۳۰). پکتین بطور گسترده‌ای در صنایع غذایی، دارویی و آرایشی با ویژگی‌های عملکردی اصلی شامل قوام‌دهندگی، تشکیل ژل، پایدارکنندگی و امولسیفایری کاربرد دارد (۷، ۳۰).

پکتین تجاری از منابع گیاهی مختلف استخراج می‌شود و متداول‌ترین منبع، پوست مرکبات و تفاله سیب می‌باشد (۳۳). منابع دیگری از قبیل تفاله چغندر قند، طبق گل آفتابگردان، پوست موز، پوست خربزه و کدو نیز مورد بررسی قرار گرفته‌اند (۱۴، ۱۸، ۲۸). پکتین تفاله سیب درختی به‌علت استفاده از آنزیم‌های پکتولیتیک حین تولید کنسانتره آب سیب، پکتین تفاله چغندر قند به‌دلیل وجود گروه‌های استیل و پکتین طبق آفتابگردان به‌علت درجه متوکسیلاسیون

پایین منابع مناسبی (بویژه جهت ایجاد ویسکوزیته) نیستند؛ درحالی که پکتین تفاله مرکبات با درجه متوکسیلاسیون بالا و قدرت ایجاد ژل قوی بهترین منبع استخراج پکتین می‌باشد (۱۱، ۱۹).

روش‌های مختلفی برای استخراج پکتین از ضایعات کشاورزی-صنعتی مورد بررسی قرار گرفته است که از جمله آن‌ها استفاده از آب داغ، محلول داغ و یا سرد، عوامل شلاته‌کننده، اسیدهای داغ رقیق (به‌عنوان روش متداول شیمیایی)، هیدروکسید سدیم رقیق سرد (۷، ۲۱)، روش‌های نوین آنزیمی، فراصوت، ریزموج، فشار هیدروستاتیک بالا و گرمایش اهمی می‌باشند (۴، ۸، ۲۴، ۲۷). با این وجود استخراج پکتین در صنعت، همچنان با استفاده از روش متداول شیمیایی صورت می‌پذیرد. تحقیقات متعدد حاکی از آن بوده است که مهم‌ترین فاکتورهای موثر بر بازده استخراج و کیفیت پکتین تولیدی شامل دما، pH، زمان استخراج و نسبت ماده خشک نمونه به حلال می‌باشد (۱۲، ۳۷).

کرامت و همکاران (۲۰۰۰) با بررسی اثر درجه حرارت (۸۵ و ۹۰ درجه سانتی‌گراد)، زمان استخراج (۳۰، ۵۰ و ۶۰ دقیقه) و pH (۱/۶، ۱/۸ و ۲) بر بازده استخراج پکتین از تفاله مرکبات نشان دادند در pH معادل ۱/۶، درجه حرارت ۹۰ درجه سانتی‌گراد و زمان ۵۰ دقیقه بهترین شرایط برای استخراج پکتین حاصل می‌شود (۱۱). در پژوهش مصباحی و جمالیان (۲۰۰۰) اثر pH (۱ و ۱/۵)، دما (۸۰ و ۹۰ درجه سانتی‌گراد) و زمان استخراج (۱، ۲، ۳ و ۴ ساعت) بر بازده پکتین استخراجی از تفاله چغندر قند مورد

نسبتاً ساده پکتین از یک طرف و ارزش افزوده و پتانسیل کارآفرینی بالای این محصول و همچنین حفظ محیط زیست (با کاهش دفع ضایعات کارخانه‌ای) از سوی دیگر، ضرورت پژوهش پیرامون استخراج نیمه‌صنعتی پکتین با هدف زمینه‌سازی برای صنعتی و تجاری شدن این محصول را دوچندان می‌کند. بنابراین هدف اصلی پژوهش حاضر، طراحی و ساخت خط تولید نیمه‌صنعتی پکتین برای اولین بار در ایران و استخراج نیمه‌صنعتی پکتین در شرایط بهینه‌شده آزمایشگاهی و در نهایت مقایسه کمیت و کیفیت پکتین حاصله با روش آزمایشگاهی می‌باشد.

مواد و روش‌ها

مواد اولیه: سود سوزآور (هیدروکسید سدیم)، کلرید سدیم، اسید کلریدریک، اسید سولفوریک، استیک انهیدرید و معرف فنل فتالین از شرکت مرک و ۳، ۵-دی متیل فنل، اسید D-گالاکتورونیک، آرابینوز، رامنوز، زایلوز، پکتین مرکبات، NaBD_4^1 و TFA^2 از شرکت سیگما و اتانول ۹۶ درصد از شرکت مجللی ایران خریداری شد.

آماده‌سازی نمونه‌ها: ضایعات پرتقال از آب‌میوه فروشی در تهران تهیه شد. ضایعات پرتقال پس از تقسیم‌بندی به قطعات کوچکتر و جداکردن دانه‌ها در آون هوای گرم (ممرت، آلمان) با دمای ۶۰ درجه سانتی‌گراد تا رسیدن به وزن ثابت (حدود ۳۶ ساعت) خشک شدند. ضایعات خشک شده با استفاده از آسیاب تیغه‌ای نیمه صنعتی (توس شکن خراسان، TS 2700) پودر و از الک با مش ۴۰ عبور داده شد تا پودر مناسب و یکنواختی تهیه شود. پودر آسیاب شده در دمای محیط نگهداری شد.

بررسی قرار گرفت. بیشترین بازده استخراج پکتین (۲۲/۳۵ درصد) تحت شرایط دمایی ۹۰ درجه سانتی‌گراد، pH برابر ۱ و مدت استخراج ۴ ساعت به‌دست آمد (۱۹). فتحی و همکاران (۲۰۱۲) در بررسی اثر pH (۱، ۲، ۳ و ۴)، دما (۶۰، ۷۵ و ۹۰ درجه سانتی‌گراد) و زمان استخراج (۱، ۲ و ۳ ساعت) بر بازده پکتین، درجه استری و میزان اسید گالاکتورونیک کدوی آجیلی نشان دادند در شرایط سخت‌تر استخراج اسیدی (pH پایین‌تر، دما و زمان بیشتر)، بازده استخراج و میزان گالاکتورونیک اسید افزایش اما درجه استریفیکاسیون کاهش یافت (۷). چان و چو (۲۰۱۳) نیز مشاهده کردند دما، زمان استخراج و نسبت محلول استخراج‌کننده به سوبسترا بطور قابل توجهی بر بازده استخراج، میزان اسید اورونیک، درجه متیله‌شدن و درجه استیله‌شدن پکتین استخراجی از پوست نارگیل موثر بود (۶).

مصرف جهانی پکتین روند رو به رشد ثابتی دارد؛ بطوریکه از مصرف سالانه ۲۰۰۰۰ تن در سال ۲۰۰۰، به بیش از ۴۵ هزار تن در سال ۲۰۱۷ رسید و تا کنون ادامه دارد (۲۵). تولید پکتین در جهان توسط تعداد محدودی از تولیدکنندگان در اروپا، آمریکای مرکزی و جنوبی انجام می‌شود و بیشتر کشورها واردکننده این محصول می‌باشند. در ایران سالیانه نزدیک به ۲۰۰ تن پکتین در صنایع غذایی و داروئی به مصرف می‌رسد، که بطور کامل از خارج از کشور تأمین می‌گردند (۱). ظرفیت کشور ایران از نظر تولید پکتین از ضایعات صنایع نوشیدنی پرتقال و سیب حدود ۲ هزار تن در سال می‌باشد (۲۶).

اگرچه تاکنون تحقیقات گسترده‌ای در کشور جهت استخراج آزمایشگاهی پکتین صورت پذیرفته اما هیچ‌گاه به مرحله صنعتی شدن نرسیده است. پتانسیل بسیار مناسب کشور از نظر وفور ضایعات صنایع آب پرتقال و سیب و همچنین فرآوری و تولید

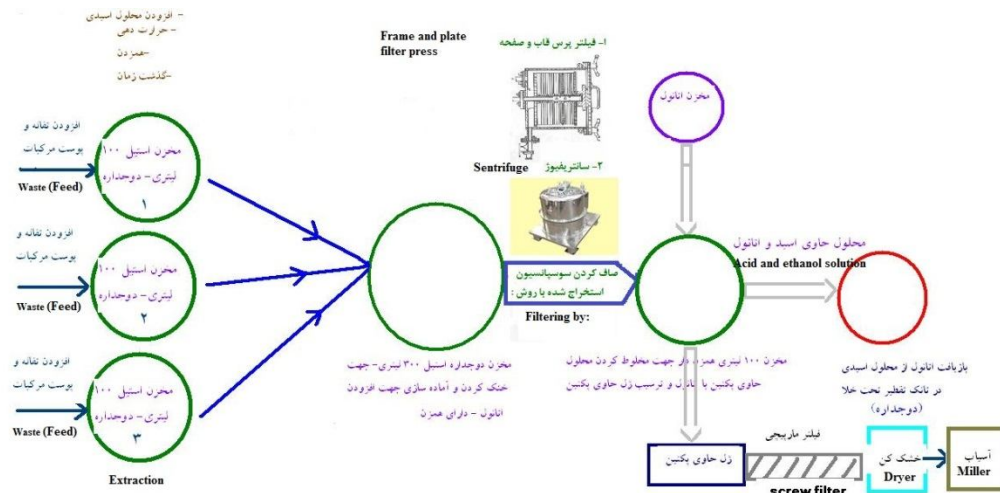
1. Sodium borodeuteride
2. Trifluoroacetic acid

(استخراج اسیدی) انجام پذیرفت و تنها تفاوتش با استخراج آزمایشگاهی، در بزرگنمایی (حدود ۱۰۰۰ برابر) مخازن استخراج، تقطیر، خشک کردن و آسیاب کردن بود (شکل ۱). فرآیند استخراج پکتین در هر سه مخزن شماره ۱، ۲ و ۳ به صورت متوالی صورت گرفت. فرایند استخراج در مخازن به فاصله زمانی کوتاهی آغاز شد؛ به نحوی که همواره خروج محصول استخراج شده از این مخازن به قسمت‌های بعدی (از قبیل فیلتراسیون) وجود داشته باشد و در واقع فرایند به صورت نیمه پیوسته ادامه پیدا کرد. بعد از اینکه دمای مخلوط به ۹۰ درجه سانتی‌گراد رسید، زمان بهینه تعیین شده در مرحله آزمایشگاهی اعمال شد.

مخلوط محتوی پس از فیلتراسیون و جداسدن ذرات نامحلول وارد مخزن ترسیب شد تا خنک شود. سپس، حجم دو برابر اتانول ۹۶ درصد به محلول پکتینی اضافه شد تا پکتین رسوب کند. پکتین ژلی شکل وارد فیلتر ماریچی شده تا محلول آب، اتانول و اسید آن جدا شود و پس از خشک شدن با استفاده از آسیاب چکشی به پودر تبدیل شد (شکل ۲). همچنین بعد از ترسیب پکتین در مخزن، مخلوط اتانول، آب و اسید وارد تانک تقطیر تحت خلأ شده تا با کاهش فشار توسط پمپ خلأ، اتانول در دمای حدود ۵۰-۶۰ درجه سانتی‌گراد تبخیر و تقطیر شود و بتوان مجدداً از آن استفاده نمود. میزان افت اتانول کمتر از ۵ درصد تخمین زده شد.

استخراج پکتین با روش متداول در شرایط آزمایشگاهی: اثر عوامل مختلف pH (۱/۵-۳)، زمان استخراج (۴-۱ ساعت) و نسبت ماده جامد به حلال^۱ (S/L) (۱:۳۰-۱:۱۰ گرم بر میلی‌لیتر) بر بازده پکتین مورد بررسی قرار گرفت. pH حلال با افزودن اسید کلریدریک ۱۰ درصد (حجمی/حجمی) تنظیم شد. دمای استخراج ۹۰ درجه سانتی‌گراد در نظر گرفته شد. پارامترهای استخراج در چند مرحله بهینه‌سازی شدند. ابتدا pH محلول (۱/۵ تا ۳) در شرایط ثابت زمان و نسبت S/L به ترتیب ۲ ساعت و ۱:۲۰ گرم بر میلی‌لیتر بهینه‌سازی شد. این آزمون، pH بهینه استخراج را مشخص نمود. سپس زمان بهینه (۱ تا ۴ ساعت) جهت استخراج پکتین در شرایط pH از پیش بهینه شده و نسبت S/L برابر با ۱:۲۰ گرم بر میلی‌لیتر مورد بررسی قرار گرفت تا زمان دستیابی به بیشترین بازده پکتین انتخاب گردد. در نهایت، نسبت S/L (از ۱:۱۰ تا ۱:۳۰ گرم بر میلی‌لیتر) در شرایط ثابت pH و زمان بهینه‌شده در مراحل قبل، بهینه‌سازی شد. سوسپانسیون اسیدی ضایعات پرتقال در داخل ارلن ریخته شد و دهانه ارلن با فویل آلومینیوم پوشانده شد. فرآیند استخراج در حمام آب گرم با دور همزن ۲۰۰ دور بر دقیقه انجام شد (۲۶، ۲۷).

طراحی خط تولید نیمه صنعتی پکتین و استخراج پکتین در شرایط بهینه شده: شرایط بهینه استخراج آزمایشگاهی پکتین از ضایعات پرتقال از نظر pH، زمان استخراج و نسبت S/L مشخص شد و در مقیاس نیمه صنعتی مورد استفاده قرار گرفت. در این قسمت نیز استخراج پکتین به روش متداول شیمیایی



شکل ۱- شماتیک خط تولید نیمه‌صنعتی پکتین از ضایعات پرتقال

Figure 1. Schematic diagram of semi-pilot production line of pectin from orange waste



شکل ۲ - خط تولید نیمه‌صنعتی پکتین از ضایعات پرتقال

Figure 2. Semi-pilot production line of pectin from orange waste

به مدت ۱۵ دقیقه سانتریفیوژ شد. سپس روماند با استفاده از دو برابر حجمی اتانول ۹۶ درصد در دمای ۴ درجه سانتی‌گراد به مدت ۱ ساعت نگهداری شد تا پکتین موجود در آن رسوب کند. پکتین رسوب

خالص‌سازی پکتین: بعد از انجام فرآیند استخراج در سطح آزمایشگاهی، مخلوط اسیدی داغ پودر ضایعات تا دمای اتاق سرد شد و سپس با استفاده از سانتریفیوژ (سیگما، ساخت آلمان) در ۱۰۰۰۰ دور بر دقیقه

داده شده با استفاده از اتانول ۹۶ درصد شستشو داده شد تا ناخالصی‌هایی از قبیل مونو و دی ساکاریدها و ترکیبات فنلی حذف شوند. پکتین حاصله در آن هوای گرم با دمای ۶۰ درجه سانتی‌گراد تا رسیدن به وزن ثابت (حدود ۱۶ ساعت) خشک و سپس توزین گردید. مشابه روش آزمایشگاهی، در سطح نیمه صنعتی نیز پکتین رسوب داده شده، مجدداً با اتانول شستشو داده شد تا ناخالصی‌های آن حذف شوند و به همراه آب اسیدی و الکل و با استفاده از فیلتر ماریجی از تفاله پکتینی جداسازی شدند. پس از خشک شدن در آسیاب چکشی پودر شدند و بازده پکتین با استفاده از رابطه ۱ به صورت گرم بر ۱۰۰ گرم ماده خشک گزارش شد (۳۴).

رابطه ۱ بازده پکتین (گرم / ۱۰۰ گرم ماده خشک) = $\frac{\text{وزن پکتین}}{\text{وزن نمونه}}$

تعیین درجه استریفیکاسیون^۱ (DE): درجه استریفیکاسیون نمونه‌های پکتین با استفاده از روش سانتوس و همکاران (۲۰۱۳) با اندکی اصلاحات اندازه‌گیری شد (۲۹). ابتدا ۰/۱ گرم از نمونه پکتین خشک‌شده در حجم مشخصی از آب مقطر به صورت کامل حل شد. نمونه محلول با استفاده از سود ۰/۱ نرمال تا ظهور رنگ صورتی کم‌رنگ تیترو و حجم مصرفی اولیه (V₁) ثبت شد. سپس ۱۰ میلی‌لیتر از سود ۰/۵ نرمال جهت صابونی‌کردن استرهای پکتین نرمال به نمونه‌ها اضافه شد. ۱۰ میلی‌لیتر از اسید کلریدریک ۰/۵ نرمال جهت خنثی‌سازی سود اضافه شد. در نهایت محلول نهایی با سود ۰/۱ نرمال تا ظهور رنگ صورتی کم‌رنگ تیترو شد و به عنوان حجم ثانویه (V₂) ثبت گردید. درجه استریفیکاسیون نمونه‌ها با استفاده از رابطه ۲ محاسبه گردید.

$$\text{رابطه ۲} \quad \text{DE (\%)} = \frac{V_2}{V_2 + V_1} \times 100$$

1. Degree of esterification

تعیین میزان اسید گالاکتورونیک: میزان اسید گالاکتورونیک نمونه‌ها مطابق روش اسکات (۱۹۷۹) با اندکی اصلاحات اندازه‌گیری شد (۳۱). ۲ میلی‌لیتر اسیدسولفوریک ۷۲ درصد به نمونه‌های پودر پکتین اضافه شد و در حمام آب گرم با دمای ۵۰ درجه سانتی‌گراد برای مدت ۱۰ دقیقه جهت هضم پکتین حرارت داده شدند. سپس نمونه‌ها به نسبت ۱:۱ با سود ۰/۵ نرمال رقیق شدند تا متانول موجود در پکتین استرزدایی شود. ۲ میلی‌لیتر از اسید سولفوریک غلیظ (۹۶ درصد) به محلول قبلی افزوده شد و همزدن صورت پذیرفت. نمونه‌ها به مدت ۱۰ دقیقه در حمام آب گرم با دمای ۷۰ درجه سانتی‌گراد قرار گرفتند و سپس سریعاً تا دمای محیط سرد شدند. ۰/۱ میلی‌لیتر از معرف رنگی ۳، ۵-دی متیل فنل به محلول افزوده شد و بعد از همزدن به مدت ۱۵ دقیقه در دمای محیط نگهداری شد. جذب نمونه‌ها در طول موج‌های ۴۰۰ و ۴۵۰ نانومتر خوانده شد و تفاضل این طول موج‌ها محاسبه گردید. جهت رسم منحنی استاندارد از غلظت‌های مختلف (۲۵-۱۲۵ میکروگرم بر میلی‌لیتر) اسید گالاکتورونیک استفاده شد.

تعیین میزان ترکیبات مونوساکاریدی پکتین: برای تعیین ترکیب مونوساکاریدی پکتین استخراجی از ضایعات پرتقال، ابتدا پکتین با TFA (۴ مولار، ۱۰۰ درجه سانتی‌گراد، ۶ ساعت) هیدرولیز شد. سپس آزمون احیاء و استیلاسیون با استفاده از NaBD₄ و استیک انهیدرید ادامه پیدا کرد. در نهایت آنالیز مشتقات قندی رامنوز، آرابینوز و زایلوز با استفاده از کروماتوگرافی گازی-طیف‌سنجی جرمی (CA) (Agilent Technologies, Santa Clara, ۰/۲۵×۳۰ متر HP-5MS مویینه HP-5MS (۰/۲۵×۳۰ میلی‌متر) مجهز به میکرومتر) انجام شد (۱).

تعیین وزن مولکولی: توزیع اندازه پکتین‌ها با استفاده از کروماتوگرافی اندازه‌پردی تعیین شد. پکتین با

S/L و زمان استخراج به ترتیب در مقادیر ثابت ۱:۲۰ و ۲ ساعت نگه داشته شدند. نتایج نشان داد که با افزایش pH از ۱/۵ به ۲ بازده پکتین افزایش یافت؛ به طوری که در pH ۲ به بالاترین مقدار خود (۱۴/۸۷ گرم بر ۱۰۰ گرم ماده خشک) رسید. بازده پکتین با افزایش pH تا ۳ به ۶/۶۵ گرم به ازای ۱۰۰ گرم کاهش یافت. علت این امر به توانایی اسید در انحلال پروتوپکتین (یا دیگر مواد پکتینی غیرمحلول در آب) از ضایعات پرتقال طی کاهش pH (یا افزایش قدرت اسیدی) بر می‌گردد (۲۰). کاهش بازده در pH برابر ۱/۵ نسبت به pH ۲ را می‌توان به تخریب و شکسته شدن پکتین و عدم ترسیب با اتانول نسبت داد (۱۰).

یپو (۲۰۰۹) گزارش داد بازده پکتین استخراجی از آلبیدو و پوست میوه کیاپودو زرد^۲ در pH های پایین‌تر (۱/۴ نسبت به ۲/۵) بطور معنی‌داری بیشتر و مستقل از نوع اسید مصرفی بود (۳۸). یپو در تحقیق دیگری در سال ۲۰۰۷ نشان داد با کاهش pH از ۲ به ۱/۵، بازده پکتین استخراجی از پالپ چغندر قند افزایش یافت (۳۹). کالاپاتی و پروکتور (۲۰۰۱) نشان دادند با افزایش قدرت اسید از ۰/۰۵ به ۰/۱ نرمال، بازده پکتین استخراجی از پوست سویا از ۲۶ به ۲۸ درصد افزایش یافت؛ اما پس از آن و با افزایش قدرت اسیدی به ۰/۳ نرمال، بازده پکتین کاهش یافت. آن‌ها بیان کردند محلول اسیدی قوی به‌علت هیدرولیز نسبی می‌تواند منجر به ایجاد مولکول‌های محلول کوچکتر پکتین شود که با الکل رسوب نمی‌کنند (۱۰).
تأثیر زمان استخراج بر بازده پکتین: اثر زمان بر بازده پکتین استخراجی از ضایعات آب پرتقال با روش استخراج اسیدی مورد بررسی قرار گرفت (شکل ۴). سایر پارامترهای شرایط استخراج شامل نسبت S/L و pH استخراج به ترتیب در مقادیر ثابت ۱:۲۰ و ۲ نگه داشته شدند. نتایج حاکی از آن بود که با افزایش زمان

غلظت ۲ میلی‌گرم بر میلی‌لیتر در آب دیونیزه حل و از طریق فیلتر سرنگی ۰/۴۵ میکرومتری فیلتر شد. ۴۰ میکرولیتر از نمونه به سیستم HPLC مجهز به پمپ LC-20AD و آشکار ساز RID، ستون Ultrahydrogel با طول و قطر ۳۰۰ و ۷/۸ میلی‌متر (Waters, USA) و متصل به یک ستون محافظ (با طول و قطر ۴۰ و ۶ میلی‌متر) تزریق شد. از روش ایزوکراتیک و حلال نیترات سدیم ۰/۱ مولار (حاوی ۰/۰۲ درصد سدیم نیترات به‌عنوان نگهدارنده) در دمای ۴۰ درجه سانتی‌گراد با سرعت جریان ۱ میلی‌لیتر بر دقیقه استفاده شد. از ترکیب پولولان با متوسط وزن مولکولی ۵۹۰۰، ۱۱۸۰۰، ۲۲۸۰۰ و ۷۸۸۰۰۰ دالتون به‌عنوان ترکیب مرجع استفاده شد (۳۵).

تجزیه و تحلیل آماری

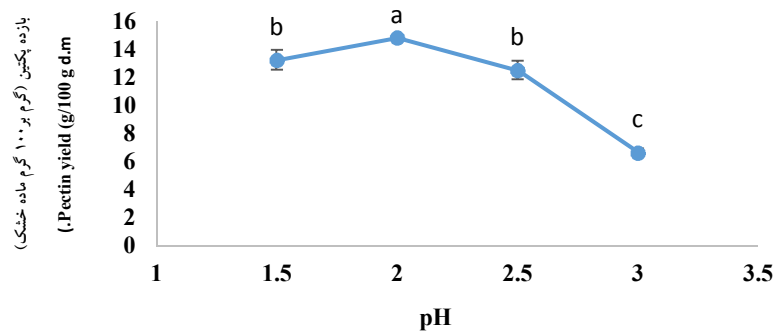
آزمایش‌های مربوط به انتخاب بهترین pH، زمان استخراج و نسبت S/L از نظر بازده استخراج، با استفاده از طرح یک فاکتور در یک زمان^۱ انجام شد و به‌منظور مقایسه میانگین‌ها از نرم افزار SPSS 21 و آزمون چند دامنه‌ای دانکن استفاده گردید. آزمایش‌های مربوط به مقایسه‌های دوتایی با استفاده از آزمون t-test انجام شد.

نتایج و بحث

تأثیر pH بر بازده استخراج پکتین در شرایط آزمایشگاهی: باتوجه به شرایط استخراج، pH به‌عنوان یکی از مهمترین پارامترهای موثر بر بازده و ویژگی‌های کیفی پکتین قلمداد می‌شود (۱۷). اثر pH بر بازده پکتین استخراجی از ضایعات پوست پرتقال به‌روش متداول در شرایط آزمایشگاهی در شکل ۳ نشان داده شد. سایر پارامترهای استخراج شامل نسبت

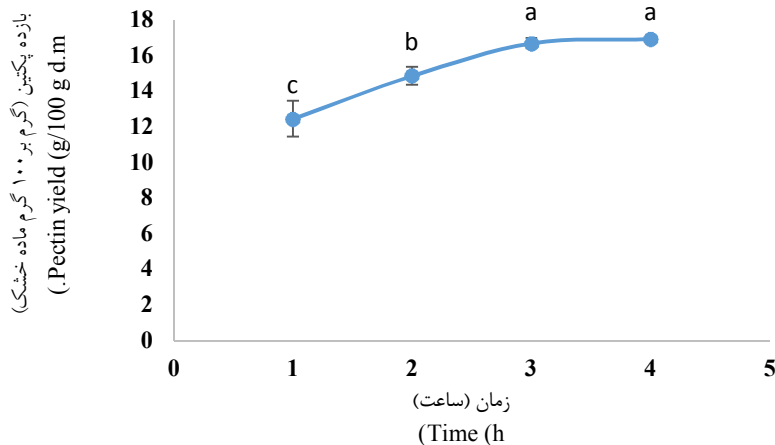
زمان استخراج افزایش یافت (۵، ۲۹). زامبیا و همکاران (۲۰۱۴) گزارش کردند با افزایش مرحله به مرحله زمان استخراج از ۱۰ به ۶۰ دقیقه، بازده پکتین نوعی از مرکبات به نام سیتراچ به طور پیشرونده‌ای افزایش یافت. همچنین افزایش زمان استخراج تا ۹۰ دقیقه تأثیری بر بازده پکتین نداشت و بنابراین زمان بهینه استخراج ۶۰ دقیقه بود (۴۰).

استخراج تا ۳ ساعت، بازده به طور معنی داری افزایش و پس از آن ثابت ماند. برای نفوذ حلال به داخل ماتریس و انحلال پذیری پکتین و استخراج آن، نیاز به زمان کافی می‌باشد (۲۰) که در این آزمون، زمان کافی و بهینه ۳ ساعت تعیین شد. سانتوس و همکاران (۲۰۱۳) و کانتری شمین و همکاران (۲۰۰۵) به ترتیب نشان دادند بازده پکتین استخراجی از ضایعات گیاه سیسال و تفاله سیب بطور قابل توجهی با افزایش



شکل ۳- تأثیر pH های مختلف بر بازده استخراج پکتین از ضایعات آب پرتقال

Figure 3. The effect of different pH values on the yield of pectin extracted from orange juice waste



شکل ۴- تأثیر زمان استخراج بر بازده پکتین استخراجی از ضایعات آب پرتقال

Figure 4. The effect of extraction time on the yield of pectin extracted from orange juice waste

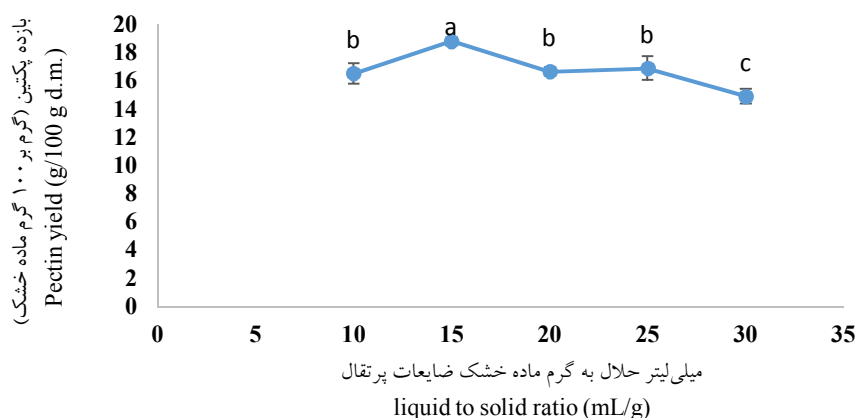
ویژگی‌های کیفی پکتین استخراجی به روش متداول مورد بررسی قرار گرفت (شکل ۵). pH محلول استخراج، ۲ و زمان استخراج ۳ ساعت نگه داشته شد.

تأثیر نسبت S/L بر بازده پکتین: نسبت S/L متغیر متداولی است که به طور معنی داری کارایی استخراج را تحت تأثیر قرار می‌دهد. اثر نسبت S/L بر بازده و

(۲۰۱۴) مشاهده کردند بازده پکتین بطور معنی‌داری تا نسبت ۱:۲۰ افزایش و بعد از آن (تا نسبت ۱:۳۰) کاهش یافت (۱۸). آن‌ها نتیجه گرفتند در ابتدا با افزایش سطح تماس بین ماتریس گیاهی و حلال، تورم مواد گیاهی و در نتیجه بازده پکتین افزایش می‌یابد و بعد از آن شکست دیواره سلولی نیز اتفاق می‌افتد. ماران و همکاران (۲۰۱۵) بیان کردند بازده پکتین از ۱:۲۰ تا ۱:۳۰ افزایش و بعد از آن در نسبت ۱:۴۰ کاهش یافت. آن‌ها بیان کردند غلظت و ویسکوزیته کمتر حلال استخراج (در نسبت S/L برابر با ۱:۳۰) می‌تواند منجر به حل شدن بیشتر مولکول‌های پکتین در حلال شود اما پس از آن در نسبت S/L برابر با ۱:۴۰ بازده پکتین کاهش یافت زیرا سرعت تخریب پلیمرها با کاهش غلظت پلیمر افزایش یافته است (۱۶، ۲۳). بنابراین میزان مواد خام کمتر، محافظت کمتری از پکتین را به همراه داشت و در نتیجه تخریب پکتین را تسهیل کرد. به‌عنوان نتیجه نهایی، با افزایش قسمت مایع تا یک حد مشخص (که در این آزمون ۱:۱۵ است) استخراج پکتین بهبود پیدا می‌کند که این مسأله توسط شاخص انحلال‌پذیری محدود می‌شود اما با تخریب پکتین در نسبت S/L بالاتر، بازده کاهش می‌یابد که مطابق با نتایج محققان مذکور می‌باشد.

مطابق شکل ۵، نتایج حاکی از آن بود که با افزایش نسبت S/L از ۱:۱۰ تا ۱:۱۵، بازده پکتین به‌طور معنی‌داری از ۱۶/۵۵ تا ۱۸/۸۴ گرم به ازای ۱۰۰ گرم ماده خشک افزایش و پس از آن مجدداً بطور معنی‌داری کاهش یافت ($P \leq 0/05$). بنابراین، بیشترین بازده در نسبت ۱:۱۵ بدست آمد. دلیل اصلی کاهش بازده در نسبت S/L برابر با ۱:۱۰ عدم وجود مقدار کافی ماده استخراج‌کننده (حلال) مورد نیاز برای حل کردن پکتین می‌باشد (۹). همچنین کاهش بازده در نسبت‌های S/L ۱:۲۰ تا ۱:۳۰ ممکن است به افزایش سرعت تخریب پکتین با کاهش غلظت مربوط شود (۳۷).

کولکاری و ویجایاناند (۲۰۱۰) مشاهده کردند بازده پکتین پوست کدو با افزایش نسبت S/L از ۱:۱۰ به ۱:۳۰ از ۱/۹۱ تا ۱۴/۸۰ درصد افزایش پیدا کرد و افزایش بیشتر نسبت S/L هیچ اثر معنی‌داری بر بازده پکتین استخراجی نداشت (۳۷). زو و همکاران (۲۰۱۴) دریافتند که با افزایش نسبت S/L از ۱:۱۰ تا ۱:۵۰، بازده پکتین استخراجی از پوست گریپ فروت بطور معنی‌داری افزایش یافت اما بعد از آن (از ۱:۵۰ تا ۱:۷۰) کاهش یافت (۱۲). ویکیرا و همکاران (۲۰۱۵) نشان دادند با افزایش نسبت S/L از ۱:۵ تا ۱:۱۵ بازده پکتین افزایش و سپس با افزایش نسبت S/L تا ۱:۲۵ کاهش یافت (۳۶). ماران و همکاران



شکل ۵- تأثیر نسبت‌های S/L مختلف بر بازده استخراج پکتین از ضایعات آب پرتقال

Figure 5. The effect of S/L ratio on the yield of pectin extracted from orange juice waste

آزمایشگاهی به شدت افزایش یافت. علت افزایش بیش از دو برابری بازده پکتین در مرحله نیمه صنعتی را می‌توان به عدم خلوص پکتین نسبت داد زیرا فیلترپرس به‌خوبی قادر به جداسازی ذرات نامحلول از محلول حاوی پکتین نبود. بعلاوه، میزان اسید گالاکتورونیک پکتین مرحله نیمه‌صنعتی نیز به کمتر از نصف اسید گالاکتورونیک آزمایشگاهی رسید که بیانگر خلوص بسیار پایین این نوع پکتین است.

تأثیر فیلترپرس بر کمیت و کیفیت پکتین استخراجی در شرایط بهینه آزمایشگاهی و نیمه صنعتی: شرایط بهینه استخراج پکتین در سطح آزمایشگاهی شامل pH برابر با ۲، زمان ۳ ساعت و نسبت S/L برابر با ۱:۱۵ گرم بر میلی‌لیتر بود. بنابراین استخراج نیمه‌صنعتی در این شرایط انجام شد. مطابق جدول ۱، با وجود کاهش میزان اسید گالاکتورونیک بازده پکتین استخراجی در مرحله نیمه صنعتی نسبت به مرحله

جدول ۱- بازده، میزان اسید گالاکتورونیک و درجه استری پکتین‌های استخراجی در شرایط بهینه در سطوح آزمایشگاهی و نیمه‌صنعتی

Table 1. The yield, galacturonic acid content and DE of the pectins extracted at the optimized condition at the laboratory and semi-pilot scales

میزان اسید گالاکتورونیک (%) Galacturonic acid content (%)	DE (%)	بازده پکتین (g/100 g d.m.) Pectin yield (g/100 g d.m.)	سطح استخراج در شرایط بهینه* Extraction scale at the optimized condition
72.7 ± 0.1 ^a	70.40 ± 0.95 ^a	18.84 ± 0.26 ^b	Laboratory
32.55 ± 4.70 ^b	65.00 ± 1.35 ^b	40.85 ± 0.95 ^a	Semi pilot (Filter press)

* شرایط بهینه شامل pH برابر با ۲، زمان ۳ ساعت و نسبت S/L برابر با ۱:۱۵ گرم بر میلی‌لیتر بود.

*The optimized conditions were included pH value of 2, time of 3 h and S/L ratio of 1:15 (g/ml).

می‌باشد و اندازه ذرات نیز کوچک است، بنظر می‌رسد که روش فیلترپرس قادر به انجام کارآمد فرایند صاف کردن در این مرحله نیست مگر اینکه از کاغذهای صافی (به جای پارچه صافی) استفاده شود که در این صورت به تجهیزات گران‌قیمت و پیشرفته جهت تحمل فشار بالا نیاز می‌باشد. بنابراین جهت جداسازی ناخالصی‌های پکتین، روش صاف کردن با سانتریفیوژ روشی ساده، ارزان و کارآمدتر از روش فیلترپرس قاب و صفحه است و پیشنهاد می‌شود در مرحله صاف کردن، سانتریفیوژ جایگزین گردد.

مقایسه پکتین تولیدی در شرایط نیمه‌صنعتی با نمونه تجاری: جهت اطمینان از کیفیت نمونه پکتین استخراج شده در سطح نیمه صنعتی (که از روش سانتریفیوژ برای صاف کردن آن استفاده شده بود)، وزن مولکولی، میزان اسید گالاکتورونیک، رامنوز، آرابینوز و زایلوز با نمونه تجاری مورد مقایسه قرار گرفت. همانطور که در جدول ۳ مشاهده می‌شود،

تأثیر سانتریفیوژ بر کمیت و کیفیت پکتین استخراجی در شرایط بهینه آزمایشگاهی و نیمه‌صنعتی: از آنجایی که فیلترپرس حتی با کمترین مش موجود (۲۴۰ میکرومتر) قادر به جداسازی ذرات نبود، از سانتریفیوژ نیمه‌صنعتی (BET Co.۱) برای این منظور استفاده شد. شرایط استخراج، مشابه شرایط استخراج نیمه‌صنعتی مذکور بوده و تنها تفاوت به جایگزینی سانتریفیوژ با فیلترپرس جهت جداسازی ذرات ناخالصی مرتبط بود. نتایج پکتین حاصل در جدول ۲ ذکر شده است.

تفاوت معنی‌داری در بازده استخراج نیمه‌صنعتی با استخراج آزمایشگاهی مشاهده نشد (جدول ۲). یکسان بودن میزان اسید گالاکتورونیک نمونه‌های استخراجی در دو سطح آزمایشگاهی و نیمه‌صنعتی نیز حاکی از خلوص بالای پکتین است. از آنجایی که سوسپانسیون استخراجی دارای ویسکوزیته بالایی

تفاوت معنی‌داری در میزان شاخص‌های کیفی دو بنابرین پکتین استخراجی در سطح نیمه صنعتی قابل نمونه پکتین نیمه صنعتی و تجاری وجود نداشت. رقابت با نوع تجاری می‌باشد.

جدول ۲- بازده، میزان اسید گالاکتورونیک و درجه استری پکتین‌های استخراجی در شرایط بهینه در سطح نیمه صنعتی (اصلاح فیلتراسیون)
Table 2. The yield, galacturonic acid content and DE of the pectins extracted at the optimized condition at the laboratory and semi- pilot scales (modification in filtration)

میزان اسید گالاکتورونیک (%) Galacturonic acid content (%)	DE (%)	بازده پکتین (g/100 g d.m.) Pectin yield (g/100 g d.m.)	سطح استخراج در شرایط بهینه* Extraction scale at the optimized condition
70.45 ± 0.65 ^a	70.40 ± 0.95 ^a	18.84 ± 0.26 ^b	Laboratory
72 ± 0.03 ^a	68.10 ± 1.35 ^a	19.85 ± 0.75 ^a	Semi pilot (Centrifuge)

* شرایط بهینه شامل pH برابر با ۲، زمان ۳ ساعت و نسبت S/L برابر با ۱:۱۵ گرم بر میلی‌لیتر بود.

*The optimized conditions were included pH value of 2, time of 3 h and S/L ratio of 1:15 (g/ml).

جدول ۳- مقایسه ویژگی‌های کیفی (میزان رامنوز، آرابینوز، زایلوز و وزن مولکولی) پکتین استخراجی در شرایط بهینه در سطح نیمه صنعتی (اصلاح فیلتراسیون) با نمونه تجاری

Table 3. The comparison of the quality properties (galacturonic acid content, Rhamnose, Arabinose, Xylose and molecular weight) of the pectins extracted at the optimized condition at semi- pilot scales (modification in filtration) with commercial pectin

وزن مولکولی (کیلو دالتون) Molecular weight (k Da)	زایلوز (%) Xylose (%)	آرابینوز (%) Arabinose (%)	رامنوز (%) Rhamnose (%)	میزان اسید گالاکتورونیک (%) Galacturonic acid content (%)	سطح استخراج در شرایط بهینه* Extraction scale at the optimized condition
809.2 ± 8.2 ^a	2.75 ± 0.03 ^a	19.84 ± 0.03 ^a	4.70 ± 0.03 ^a	72.7 ± 0.10 ^a	Commercial pectin
758.9 ± 6.08 ^a	2.42 ± 0.06 ^a	20.84 ± 0.07 ^a	4.73 ± 0.05 ^a	72.0 ± 0.03 ^a	Semi-pilot (Centrifuge)

* شرایط بهینه شامل pH برابر با ۲، زمان ۳ ساعت و نسبت S/L برابر با ۱:۱۵ گرم بر میلی‌لیتر بود.

*The optimized conditions were included pH value of 2, time of 3 h and S/L ratio of 1:15 (g/ml).

بازده و کیفیت پکتین حاصله در سطح نیمه‌صنعتی - که از دستگاه سانتریفیوژ برای مرحله صاف کردن استفاده شده بود- با روش متداول آزمایشگاهی بود و در نتیجه ارتقاء مقیاس تولید با موفقیت صورت پذیرفت. بنابراین نتایج این تحقیق می‌تواند زمینه‌ساز تولید صنعتی و تجاری پکتین در کشور گردد تا با توجه به پتانسیل‌های مناسب کشور از جهت مواد اولیه (ضایعات مرکبات و سیب)، ضمن تأمین پکتین مورد نیاز کشور، امکان صادرات نیز فراهم گردد.

نتیجه‌گیری

تأثیر هر سه عامل pH، زمان استخراج و نسبت S/L بر بازده استخراج پکتین بررسی و بهترین شرایط استخراج تعیین گردید. بیشترین بازده در pH ۲، نسبت S/L ۱:۱۵ و همچنین زمان ۳ ساعت مشاهده گردید. طراحی خط تولید نیمه‌صنعتی جهت استخراج نیمه‌صنعتی پکتین در شرایط بهینه شده آزمایشگاهی صورت پذیرفت. مرحله فیلتراسیون با استفاده از دستگاه فیلترپرس و سانتریفیوژ، تأثیر قابل توجهی بر بازده و کیفیت پکتین داشت. نتایج حاکی از تشابه

منابع

- Gavlighi, H.A., Tabarsa, M., You, S., Surayot, U., and Ghaderi-Ghahfarokhi, M. 2018. Extraction, characterization and immunomodulatory property of pectic polysaccharide from pomegranate peels:

- Enzymatic vs conventional approach. International J. of Biological Macromolecules. 116: 698-706.
- Agarwal, P.C., and Pruthi, J.S. 1968. A study of factors governing the recovery and quality of pectin from fresh mandarin

- orange waste (peel and pomace). *Indian Food Packer*. 22: 3.5-9.
3. Azadbakht, M., Tabatabaei, M.H., and Sabet Ahd Jahromi, A. 2001. The comparison of different extraction methods of pectin from *Citrus Decumana Murry*. *Journal of Medical Science*. 1: 21-28. (In Persian).
 4. Bagherian, H., Ashtiani, F.Z., Fouladitajar, A., and Mohtashamy, M. 2011. Comparisons between conventional, microwave-and ultrasound-assisted methods for extraction of pectin from grapefruit. *Chemical engineering and processing: Process Intensification*. 50: 11. 1237-1243.
 5. Canteri-Schemin, M.H., Fertoni, H.C.R., Waszczynskyj, N., and Wosiacki, G. 2005. Extraction of pectin from apple pomace. *Brazilian Archives of Biology and Technology*. 48:2. 259-266.
 6. Chan, S.Y., and Choo, W.S. 2013. Effect of extraction conditions on the yield and chemical properties of pectin from cocoa husks. *Food chemistry*. 141: 4. 3752-3758.
 7. Fathi, B., Maghsoudloo, Y., and Khomeiri, M. 2012. The effect of pH, temperature and time of acidic extraction on the yield and characterization of pectin obtained from pumpkin waste. *Journal of Food Research*. 22: 4.465-475. (In Persian).
 8. Guo, X., Han, D., Xi, H., Rao, L., Liao, X., Hu, X., and Wu, J. 2012. Extraction of pectin from navel orange peel assisted by ultra-high pressure, microwave or traditional heating: A comparison. *Carbohydrate Polymers*. 88: 2. 441-448.
 9. <http://www.alibaba.com>.
 10. Kalapathy, U., and Proctor, A. 2001. Effect of acid extraction and alcohol precipitation conditions on the yield and purity of soy hull pectin. *Food Chemistry*. 73: 4. 393-396.
 11. Keramat, J., Kabir, Gh., and Ghenaati, B. 2000. Quantitative and qualitative Study of the pectins extracted from orange concentrate waste. *Science and Technique of Agriculture and Natural Resources*. 4: 6.141-150. (In Persian).
 12. Koubala, B.B., Kansci, G., Mbome, L.I., C, Crepeau, M.J., Thibault, J.F., and Ralet, M.C. 2008. Effect of extraction conditions on some physicochemical characteristics of pectins from ‘‘Améliorée’’ and ‘Mango’ mango peels. *Food Hydrocolloids*. 22: 7.1345-1351.
 13. Kulkarni, S., and Vijayanand, P. 2010. Effect of extraction conditions on the quality characteristics of pectin from passion fruit peel (*Passiflora edulis f. flavicarpa* L.). *LWT-Food Science and Technology*. 43: 7.1026-1031.
 14. Levigne, S., Ralet, M.-C., and Thibault, J.F. 2002. Characterisation of pectins extracted from fresh sugar beet under different conditions using an experimental design. *Carbohydrate polymers*. 49: 2.145-153.
 15. Maran, J.P., Sivakumar, V., Thirugnanasambandham, K., and Sridhar, R. 2014. Microwave assisted extraction of pectin from waste *Citrullus lanatus* fruit rinds. *Carbohydrate Polymers*. 101: 786-791.
 16. Maran, J.P., Swathi, K., Jeevitha, P., Jayalakshmi, J., and Ashvini, G. 2015. Microwave-assisted extraction of pectic polysaccharide from waste mango peel. *Carbohydrate Polymers*. 123: 67-71.
 17. May, C.D. 1990. Industrial pectins: Sources, production and applications. *Carbohydrate Polymers*. 12: 1.79-99.
 18. Mesbahi, G., Jamalain, J., and Farahnaky, A. 2005. A comparative study on functional roperties of beet and citrus pectins in food systems. *Food Hydrocolloids*. 19: 4.731-738.
 19. Mesbahi, Gh., and Jamalain, J. 2000. Extraction of pectin from sugar beet waste and its applicaion in food products. *Science and Technique of Agriculture and Natural Resources*. 2: 6.125-137. (In Persian).
 20. Methacanon, P., Krongsin, J., and Gamonpilas, C. 2014. Pomelo (*Citrus maxima*) pectin: Effects of extraction parameters and its properties. *Food Hydrocolloids*. 35: 383-391.
 21. Mirmajidi, A., and Babaei, B. 2007. Extraction of pectin by pre-hydrolysis method from some commercial type of sugar beet. *Research in Agricultural Engineering*. 4: 9.103-114. (In Persian).

22. Mohnen, D. 2008. Pectin structure and biosynthesis. *Current Opinion in Plant Biology*. 11: 3.266-277.
23. Mohod, A.V., and Gogate, P.R. 2011. Ultrasonic degradation of polymers: Effect of operating parameters and intensification using additives for carboxymethyl cellulose (CMC) and polyvinyl alcohol (PVA). *Ultrasonics Sonochemistry*. 18: 3.727-734.
24. Ptichkina, N., Markina, O., and Rumyantseva, G. 2008. Pectin extraction from pumpkin with the aid of microbial enzymes. *Food Hydrocolloids*. 22: 1.192-195.
25. Raji, Z., Khodaiyan, F., Rezaei, K., Kiani, H., and Hosseini, S.S. 2017. Extraction optimization and physicochemical properties of pectin from melon peel. *International Journal of Biological Macromolecules*. 98: 709-716.
26. Saberian, H. 2017. Optimization of pectin extraction from orange waste by ohmic and enzymatic novel methods. Ph.D Thesis, Tarbiat Modares University. (In Persian).
27. Saberian, H., Hamidi-Esfahani, Z., Gavlighi, H.A., and Barzegar, M. 2017. Optimization of pectin extraction from orange juice waste assisted by ohmic heating. *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification*. 117: 154-161.
28. Sahari, M. A., Akbarian, A., and Hamed, M. 2003. Effect of variety and acid washing method on extraction yield and quality of sunflower head pectin. *Food Chemistry*. 83: 1. 43-47.
29. Santos, J.D.G., Espeleta, A.F., Branco, A., and de Assis, S.A. 2013. Aqueous extraction of pectin from sisal waste. *Carbohydrate Polymers*. 92: 2.1997-2001.
30. Sato, M.D.F., Rigoni, D.C., Canteri, M. H.G., Petkowicz, C.L.D.O., Nogueira, A., and Wosiacki, G. 2011. Chemical and instrumental characterization of pectin from dried pomace of eleven apple cultivars. *Acta Scientiarum Agronomy*. 33: 3.383-389.
31. Scott, R.W. 1979. Colorimetric determination of hexuronic acids in plant materials. *Analytical Chemistry*. 51: 7.936-941.
32. Urias-Orona, V., Rascón-Chu, A., Lizardi-Mendoza, J., Carvajal-Millán, E., Gardea, A.A., and Ramírez-Wong, B. 2010. A novel pectin material: Extraction, Characterization and gelling properties. *International Journal of Molecular Sciences*. 11: 10.3686-3695.
33. Voragen, F. et al. (Eds.). 1995. *Advances in Pectin and Pectinase Research*. Springer, Berlin (pp. 123-135).
34. Wai, W.W., Alkarkhi, A.F., and Easa, A.M. 2010. Effect of extraction conditions on yield and degree of esterification of durian rind pectin: An experimental design. *Food and Bioproducts Processing*. 88: 2.209-214.
35. Wandee, Y., Uttapap, D., and Mischnick, P. 2019. Yield and structural composition of pomelo peel pectins extracted under acidic and alkaline conditions. *Food Hydrocolloids*. 87: 237-244.
36. Wikiera, A., Mika, M., and Grabacka, M. 2015. Multicatalytic enzyme preparations as effective alternative to acid in pectin extraction. *Food Hydrocolloids*. 44: 156-161.
37. Xu, Y., Zhang, L., Bailina, Y., Ge, Z., Ding, T., Ye, X., and Liu, D. 2014. Effects of ultrasound and/or heating on the extraction of pectin from grapefruit peel. *Journal of Food Engineering*. 126: 72-81.
38. Yapo, B.M. 2009. Biochemical characteristics and gelling capacity of pectin from yellow passion fruit rind as affected by acid extractant nature. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 57: 4.1572-1578.
39. Yapo, B.M., Robert, C., Etienne, I., Wathelet, B., and Paquot, M. 2007. Effect of extraction conditions on the yield, purity and surface properties of sugar beet pulp pectin extracts. *Food chemistry*. 100: 4. 1356-1364.
40. Zouambia, Y., Ettoumi, K.Y., Krea, M., and Moulai-Mostefa, N. 2014. A new approach for pectin extraction: Electromagnetic induction heating. *Arabian Journal of Chemistry*. 10: 4.480-487.

Semi-Pilot scale extraction of pectin from orange peel waste and evaluation of its quantitative and qualitative features

H.Saberian^{1,3}, Z. Hamidi-Esfahani^{2*}, H. Ahmadi Gavlighi²

¹PhD. graduated, Department of Food Science and Technology, Tarbiat Modares University, Tehran

²Department of Food Science and Technology, Tarbiat Modares University, Tehran

³Associate Prof., Department of Food Additives, Food Science and Technology Research Institute, ACECR, Mashhad

Received: 2018/10/08; Accepted: 2019/04/08

Abstract

Background and objective: Pectin as a natural polysaccharide possesses valuable and wide spectrum of functional properties including thickening, gelation, stabilization, emulsification, and cation-binding agent, etc for various applications in food, drug, and cosmetic industries. All of the required pectin for industries are provided from abroad while there is a good potential for production of this valuable biopolymer from waste of the beverage industries. In addition, pectin production is relatively simple and low-cost with high added-value. Pectin is produced only at the laboratory scale and has not yet been industrialized in Iran. Therefore, the purpose of this research was to optimize the pectin extraction from the waste of orange juice industry in the laboratory scale and then, scaling up its semi-pilot extraction. In this research, for the first time in Iran, the process line of semi-pilot scale extraction of pectin from orange peel was designed and finally, the possibility of industrialization and localization of the pectin was evaluated.

Materials and methods: First, the effects of pH values (1.5-3), extraction time (1-4 h), and S/L ratio (1:10- 1:30 g/mL) on yield of pectin extraction were optimized. Then, semi-pilot scale production of pectin at the optimized laboratory conditions was obtained. Two filtration methods (filter press and centrifuge) were used to remove impurities. The yield, DE and galacturonic acid content of the extracted pectins in the semi- pilot scale were compared with the laboratory one.

Results: The results indicated that all the parameters had significant effects on the yield of the extracted pectin ($P \leq 0.05$). Also, increasing the pH from 1.5 to 2 increased the yield. In this regard, the highest yield (14.87 g/100 g (d.b.)) was obtained at pH=2 and decreased to 6.65 g/100 g (d.b) by pH increment to the value of 3. Moreover, the yield significantly enhanced by increasing extraction time up to 3 h and then remained constant. Furthermore, the yield was increased from 16.55 to 18.84 g/100 g (d.b.) by increasing the S/L ratio from 1:10 to 1:15 and then decreased. Designing the pectin production line was done and semi- pilot scale extraction was done at the optimized conditions (pH of 2, S/L ratio of 1:15, 3 h). The yield of extracted pectin in the semi-pilot scale (which filter press employed instead of centrifuge) was more than that obtained at the laboratory scale although its galacturonic acid content was lower than that obtained at semi-pilot scale. When centrifuge was employed, the extracted pectin at the semi-pilot scale was comparable with laboratory one, indicating its high purity.

Conclusion: Results indicated that pectin yield and quality extracted at the semi-pilot scale extraction in which centrifuge was employed (instead of filter press), were similar to the pectin extracted at the laboratory scale and therefore, producing the pectin with high yield and quality at the semi-pilot scale is possible.

Keywords: Pectin, Orange waste, Process design, Semi-pilot scale extraction.

*Corresponding author; hamidy_z@modares.ac.ir