

Raport științific proiect PN-III-P1-1.1-PD-2021-0290 cu titlul Extracția și caracterizarea fizico-chimică a pectinei din subproduse din industria zahărului și utilizarea în paste fără gluten – etapa I

Rezumat

În cadrul acestei etape s-a investigat aplicarea diferitelor pretratamente (uscarea și liofilizare) și metode de extracție (tehnici convenționale și neconvenționale) în vederea obținerii pectinei din tăiței de sfeclă de zahăr. Aceasta reprezintă prima utilizare ca sursă de pectină a tăițelilor de sfeclă de zahăr rezultați din tehnologia de obținere a zahărului în regiunea de nord-est a României. Influența pretratamentului aplicat și a metodei de extracție a fost evaluată pe baza randamentului de pectină și a conținutului de acid galacturonic al pectinei. Pretratamentul prin uscarea a materialului vegetal a fost mai eficient deoarece aplicarea acestuia a dus la obținerea celui mai mare randament de extracție și conținut de acid galacturonic în pectina extrasă, atunci când pentru extracție s-a utilizat acidul citric, iar materialul vegetal a prezentat dimensiuni ale particulelor de 125-200 μm . În ceea ce privește metodele de extracție, atât tehnica convențională, cât și tehnicile neconvenționale de extracție (extracția cu microunde și extracția cu ultrasunete în puls) duc la obținerea unei pectine de înaltă puritate, însă cel mai ridicat randament de extracție s-a obținut prin extracția convențională cu acid citric. Rezultatele obținute prin activitatea de cercetare realizată în cadrul acestei etape au fost diseminate într-o prezentare la o conferință internațională.

Descrierea științifică

Etapa 1 - Studiul pretratamentului aplicat tăițelilor de sfeclă de zahăr și investigarea condițiilor de extracție a pectinei din această materie vegetală

Act 1.1 - Pretratamentul aplicat tăițelilor de sfeclă de zahăr

- Pretratamentul prin uscarea al tăițelilor de sfeclă de zahăr.
- Pretratamentul prin liofilizare al tăițelilor de sfeclă de zahăr.
- Alegerea celei mai bune metode de pretratare a tăițelilor de sfeclă de zahăr: eficiența pretratamentului termic aplicat tăițelilor de sfeclă de zahăr în scopul evitării degradării pectinei se studiază pe baza randamentului de extracție și a conținutului de acid galacturonic al pectinei extrase.

Materialul vegetal utilizat în acest studiu a fost furnizat de unul dintre cei mai mari producători de zahăr din Europa. Două pretratamente diferite și anume un proces de uscarea și un tratament de liofilizare au fost aplicate separat pentru alegerea celei mai bune metode de pretratare a tăițelilor de sfeclă de zahăr; scopul pretratamentului este de a evita degradarea pectinei înainte de procesul de extracție.

Pretratamentul prin uscarea a fost realizat într-o etuvă cu ventilație la temperatura de 60 $^{\circ}\text{C}$, până la atingerea unei mase constante. În cazul pretratamentului prin liofilizare condițiile de lucru au fost următoarele: -50 $^{\circ}\text{C}$, 4,2 Pa și timp de 12 ore. După pretratament, materialul vegetal a fost măcinat pentru a studia simultan și influența dimensiunii particulelor, considerând pentru aceasta intervalele 200-300 μm , 125-200 μm și <125 μm . Pentru extracția pectinei s-a utilizat acid clorhidric sau acid citric pentru atingerea unui pH de 1,5 al soluției de extracție, s-a optat pentru un raport solid-lichid de 1:15 g/ml, iar procesul de extracție a avut loc la temperatura de 90 $^{\circ}\text{C}$ timp de 120 minute.

Metode de analiză

Randamentul de pectină a fost determinat în triplicat pentru fiecare metodă de extracție folosind formula:

$$\text{Randament de pectină (\%)} = \frac{m_0}{m} \times 100,$$

unde: m_0 – masa de pectină uscată, în g;

m – masa de tăiței de sfeclă de zahăr pretratați utilizată pentru extracție, în g.

Conținutul de acid galacturonic al pectinei a fost determinat în triplicat prin metoda cu reactiv sulfamat/ m -hidroxidifenil dezvoltată de către Filisetti-Cozzi et al. (Melton & Smith, 2001). Pentru determinări s-a folosit spectrofotometrul UV-3600 Plus UV-Vis-NIR (Shimadzu Corporation, Japonia).

Rezultate și discuții

Rezultatele obținute pentru randamentul de pectină și conținutul de acid galacturonic al pectinei, în funcție de pretratament și de dimensiunea particulelor, sunt prezentate în tabelul 1. Cu toate că pretratamentul prin uscare duce la obținerea unui randament de extracție ușor mai redus în comparație cu pretratamentul prin liofilizare, conținutul de acid galacturonic determinat în pectina extrasă din materialul vegetal pretratată prin uscare este mai ridicat și astfel pectina prezintă o puritate mai mare. După cum se observă din tabelul 1, rezultate mai bune au fost obținute în cazul utilizării acidului citric, ceea ce demonstrează că acest acid este o alternativă eficientă pentru acizii minerali utilizați în procesul industrial de extracție a pectinei. În ceea ce privește influența dimensiunii particulelor, s-a observat că un randament ridicat de extracție și un conținut ridicat de acid galacturonic în pectina extrasă se obține atunci când se utilizează tăiței de sfeclă de zahăr cu dimensiuni ale particulelor de 125-200 μm .

Tabel 1. Influența pretratamentului, tipului de acid și dimensiunii particulelor asupra extracției pectinei

Parametru	Randament de extracție, %		Conținut de acid galacturonic, g/100g	
	Uscare	Liofilizare	Uscare	Liofilizare
<i>Acid utilizat în extracție</i>				
Acid clorhidric	5,3	5,4	89,4	80,3
Acid citric	10,3	11,6	91,9	71,6
<i>Dimensiunea particulelor materialului vegetal</i>				
<125 μm	10,6	12,5	81,7	54,2
125-200 μm	16,2	15,3	91,9	71,6
200-300 μm	9,6	9,7	79,8	68,4

Concluzii

Având în vedere randamentul mare de pectină extrasă din tăiței de sfeclă de zahăr, se poate concluziona că acest material vegetal este o sursă viabilă de pectină. Ambele pretratamente aplicate materialului vegetal înainte de extracția pectinei au avut o influență pozitivă asupra recuperării pectinei. Cele mai bune rezultate (randament de extracție și conținut de acid galacturonic al pectinei) au fost obținute pentru pretratamentul prin uscare, atunci când s-a folosit pentru extracție acid citric și material vegetal cu dimensiuni ale particulelor de 125-200 μm .

Act 1.2 - Selectarea condițiilor de extracție și investigarea influenței parametrilor de extracție asupra rezultatului procesului

- Selectarea condițiilor pentru extracția cu acid citric și investigarea influenței acestora asupra randamentului în pectină și a conținutului de acid galacturonic: parametrii de proces care sunt variați sunt dimensiunea particulelor, raportul solid-lichid, pH-ul, temperatura și timpul de extracție.
- Selectarea condițiilor pentru extracția cu microunde și investigarea influenței acestora asupra randamentului în pectină și a conținutului de acid galacturonic: parametrii de proces care sunt variați sunt puterea microundelor, raportul solid-lichid, pH-ul și timpul de expunere.
- Selectarea condițiilor pentru extracția cu ultrasunete în puls și investigarea influenței acestora asupra randamentului în pectină și a conținutului de acid galacturonic: parametrii de proces care sunt variați sunt amplitudinea ultrasunetelor, raportul solid-lichid, pH-ul, temperatura și timpul de extracție.

În acest studiu s-a urmărit realizarea extracției convenționale cu acid citric a pectinei din tăiței de sfeclă de zahăr în condiții care prezintă interes pentru aplicarea procesului la nivel industrial. Mai mult, metoda convențională de extracție a fost comparată cu două metode neconvenționale de extracție și anume extracția cu microunde și extracția cu ultrasunete în puls. Având în vedere tendința actuală de dezvoltare a producției și utilizării pectinei la nivel mondial, rezultatele acestui studiu pot oferi informații privind modificările cantitative și în compoziția pectinei în funcție de condițiile de extracție.

Extracția convențională cu acid citric a fost realizată la temperaturi cuprinse între 80 și 100 °C, pH cuprins între 1 și 2, raport solid-lichid între 1:10 și 1:20 g/ml și timp de extracție care a fost variat între 60 și 180 minute. În cazul extracției cu microunde a fost variată puterea microundelor (280-560 W), pH-ul (1-2), raportul solid-lichid (1:10-1:20 g/ml) și timpul de extracție (30-90 secunde). Pentru extracția cu ultrasunete în puls s-a utilizat o baie cu ultrasunete (temperatura de 60 °C) și a implicat varierea amplitudinii ultrasunetelor (60-100%), pH-ului (1-2), raportului solid-lichid (1:10-1:20 g/ml) și timpului de extracție (20-60 minute). Procesul general de extracție, precipitare și purificare a pectinei este prezentat grafic în figura 1.

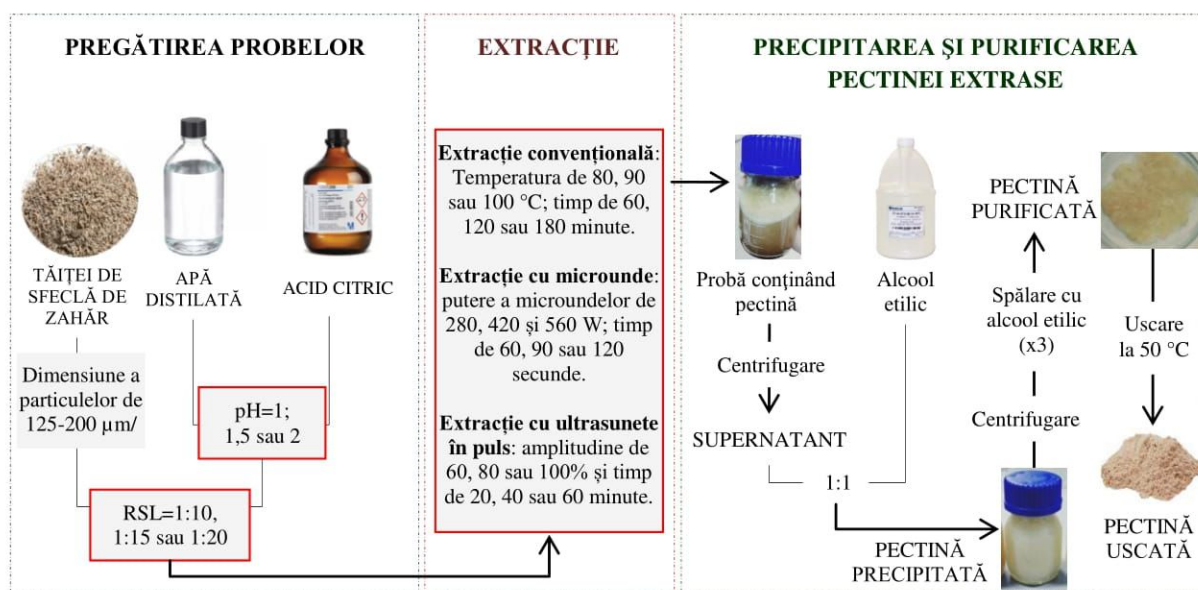


Figura 1. Reprezentare schematică a procedurii generale de extracție în studiul asupra influenței metodei de extracție; parametrii marcați cu chenar roșu reprezintă condițiile de extracție variate în cadrul procesului; RSL – raport solid-lichid

Metode de analiză

Determinarea randamentului de extracție și a conținutului de acid galacturonic al pectinei a fost făcută prin metodele prezentate pentru activitatea 1.1.

Rezultate și discuții

Rezultatele obținute pentru randamentul de pectină și conținutul de acid galacturonic al pectinei, în funcție de condițiile metodelor de extracție aplicate sunt prezentate în tabelele 2-4.

În cazul extracției convenționale cu acid citric (tabelul 2) se observă că cel mai mare randament de extracție s-a obținut la temperatura de 90 °C, pH 1, raport solid-lichid de 1:15 g/ml și timp de extracție de 120 minute. În timp ce valori intermediare ale temperaturii, raportului solid-lichid și timpului duc la cele mai bune randamente de extracție, în ceea ce privește influența pH-ului se observă că randamentul scade odată cu creșterea pH-ului de la 1 la 2. Această influență a pH-ului a fost observată și în cazul extracției pectinei din alte materiale vegetale și se explică prin faptul că utilizarea unei soluții de extracție cu pH redus duce la hidroliza fracțiunilor insolubile în pectină solubilă, iar solubilitatea și difuzia acestora din materialul vegetal în soluția de extracție sunt îmbunătățite prin creșterea temperaturii și a timpului de extracție (Jafari et al., 2017).

De cealaltă parte, conținutul de acid galacturonic în pectina extrasă este mai ridicat la valori ale pH-ului de 2, raport solid-lichid de 1:20 g/ml și timp de extracție de 60 minute, ceea ce arată că un mediu puternic acid și un timp de extracție mare duc la obținerea unei pectine cu puritate mai redusă.

Tabel 2. Influența condițiilor extracției convenționale cu acid citric asupra randamentului de pectină și conținutului de acid galacturonic

Condiții de extracție	Randament de extracție, %	Conținut de acid galacturonic, g/100g
<i>Temperatură, °C</i>		
80	15,8	63,2
90	19,7	75,4
100	18,7	66,6
<i>pH</i>		
1	19,1	65,1
1,5	18,4	67,4
2	8,3	88,7
<i>Raport solid-lichid, g/ml</i>		
1:10	10,6	76,5
1:15	17,8	78,0
1:20	17,4	83,3
<i>Timp de extracție, minute</i>		
60	8,6	78,4
120	21,2	67,5
180	18,1	65,5

Pentru extracția pectinei cu microunde (tabelul 3) s-a observat că valori intermediare ale parametrilor puterea microundelor și pH (420 W și pH de 1,5) au dus la obținerea celor mai mari randamente de extracție. De cealaltă parte, randamentul de pectină a crescut odată cu creșterea raportului solid-lichid și a timpului de extracție confirmând concluzia unor studii precedente care au arătat că un raport solid-lichid redus duce la o extracție incompletă a pectinei (Lefsih et al.,

2017). Pentru conținutul de acid galacturonic s-au obținut cele mai ridicate valori la cea mai mare putere a microundelor (560 W) și cel mai ridicat pH, însă la valori intermediare ale raportului solid-lichid (1:15 g/ml) și timpului de extracție (90 secunde).

Tabel 3. Influența condițiilor extracției cu microunde asupra randamentului de pectină și conținutului de acid galacturonic

Condiții de extracție	Randament de extracție, %	Conținut de acid galacturonic, g/100g
<i>Puterea microundelor, W</i>		
280	3,4	67,2
420	5,4	74,6
560	4,5	77,5
<i>pH</i>		
1	3,3	66,7
1,5	5,4	72,8
2	2,6	75,7
<i>Raport solid-lichid, g/ml</i>		
1:10	3,2	71,7
1:15	3,8	78,0
1:20	8,2	73,5
<i>Timp de extracție, secunde</i>		
60	2,7	64,5
90	2,9	79,0
120	10,1	75,3

După cum datele din tabelul 4 arată, cel mai redus randament de extracție s-a obținut prin aplicarea tratamentului cu ultrasunete în puls. Obținerea unui randament mai mic de extracție, în comparație cu randamentele maxime ale metodei convenționale de extracție și ale extracției cu microunde, poate fi atribuită, pe de o parte, puterii maxime de lucru a băii cu ultrasunete (200 W), care este mai mică în raport cu alte echipamente utilizate pentru acest tip de extracție (450 W și 800 W) și, pe de altă parte, absenței tratamentului termic la temperaturi de peste 60 °C. În ceea ce privește influența condițiilor de extracție, creșterea amplitudinii ultrasunetelor și cea a raportului solid-lichid au avut o influență pozitivă asupra extracției pectinei. De asemenea, în pectina extrasă conținutul de acid galacturonic a fost mai ridicat atunci când pH-ul, raportul solid-lichid și timpul de extracție au avut cele mai mari valori.

Tabel 4. Influența condițiilor extracției cu ultrasunete în puls asupra randamentului de pectină și conținutului de acid galacturonic

Condiții de extracție	Randament de extracție, %	Conținut de acid galacturonic, g/100g
<i>Amplitudine, %</i>		
60	2,1	63,4
80	2,4	84,3
100	2,7	78,5
<i>pH</i>		
1	3,0	69,3
1,5	3,7	70,2

2	2,6	74,7
Raport solid-lichid, g/ml		
1:10	1,5	60,7
1:15	2,8	73,3
1:20	3,9	80,2
Timp de extracție, minute		
20	2,4	68,4
40	2,9	71,8
60	2,2	98,7

Concluzii

Aplicarea metodelor neconvenționale de extracție (extracție cu microunde și extracție cu ultrasunete în puls) a pectinei a avut ca scop obținerea unor rezultate comparabile cu cele ale extracției convenționale cu acid citric.

Pentru toate metodele, valorile determinate pentru conținutul de acid galacturonic au fost comparabile. De cealaltă parte, diferențe mari în funcție de metoda de extracție au fost observate pentru randamentul de pectină. În funcție de randamentul maxim rezultat prin fiecare metodă de extracție aplicată pentru obținerea pectinei, metodele se succed ca eficiență astfel: extracție convențională cu acid citric, extracție cu microunde și extracție cu ultrasunete în puls.

Referințe bibliografice

- [1] Jafari, F., Khodaiyan, F., Kiani, H., & Hosseini, S. S. (2017). Pectin from carrot pomace: Optimization of extraction and physicochemical properties. *Carbohydrate Polymers*, 157, 1315–1322.
- [2] Lefsih, K., Giacomazza, D., Dahmoune, F., Mangione, M. R., Bulone, D., San Biagio, P. L., Passantino, R., Costa, M. A., Guarrasi, V., & Madani, K. (2017). Pectin from *Opuntia ficus indica*: Optimization of microwave-assisted extraction and preliminary characterization. *Food Chemistry*, 221, 91–99.
- [3] Melton, L. D., & Smith, B. G. (2001). Determination of the Uronic Acid Content of Plant Cell Walls Using a Colorimetric Assay. *Current Protocols in Food Analytical Chemistry*, 00(1), E3.3.1-E3.3.4.

Act 1.3 - Managementul proiectului, achiziția de materiale și echipamente necesare și diseminarea rezultatelor cercetărilor

- Managementul proiectului.
- Achiziția de materiale și echipamente în conformitate cu legislația națională.
- Diseminarea rezultatelor cercetărilor – prezentarea unei lucrări științifice la o conferință internațională.

A fost achiziționată o balanță analitică Kern ABT 220-5DNM, care este utilizată pentru pregătirea probelor în vederea analizei compoziției fizico-chimice a pectinei extrase din tăiței de sfeclă de zahăr. De asemenea, s-au achiziționat materiale consumabile necesare în activitatea desfășurată în cadrul proiectului.

Rezultatele obținute în această etapă au fost diseminate prin prezentarea lucrării (tip poster) intitulată “Pectin extraction from sugar beet flakes: study of the pretreatment of plant material and influence of the extraction agent”, autori Florina Dranca și Silvia Mironeasa, la European Biotechnology Congress, manifestare științifică care s-a desfășurat în Praga, Republica Cehă, în perioada 5-7 octombrie 2022.

Siteul proiectului este disponibil la adresa: <https://fia.usv.ro/cercetare/sugarbeetpec/>

Toate activitățile asumate în cadrul etapei I a proiectului au fost realizate și au fost obținute rezultatele estimate.

Director de proiect,

Șef lucrări univ. dr. ing. Florina DRANCA

