

Ayçiçeği Tablalarından Pektin Eldesi

I. Sıcaklığın Ekstraksiyona Etkisi

FERAL TURMUÇİN - Y. Prof. Dr. SUAT UNGAN - Y. Prof. Dr. FATIH YILDIZ

O.D.T.Ü. Gıda Mühendisliği Programı — ANKARA

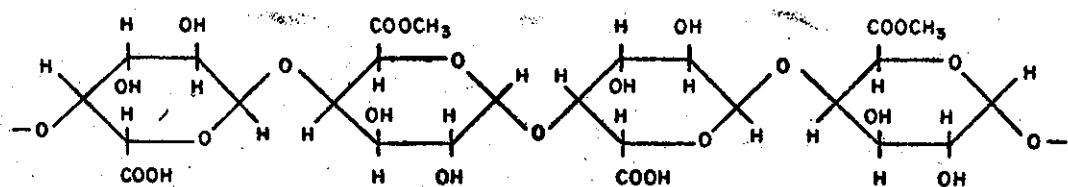
ÖZET

Pektin en çok elma posası, turuncgil kabukları, şeker pancarı artıkları ve ayçiçeği tablalarında bulunan bir polisakkarittir. Türkiye'de büyük bir potansiyel olduğu halde üretilmemekte ve dış ülkelerden ithal edilmektedir. Bu araştırmada ayçiçeği tablalarından pektin üretimi incelenmektedir. Ekstraksiyon parametreleri sıcaklık, pH, süre ve tanecik büyüklüğüdür. pH'sı 2.9 olan 0.5 lük okzalat çözeltisi ile 30'ar dakikalık iki basamakta yapılan ekstraksiyon işleminde optimum sıcaklık 90°C olarak bulunmuştur. Bu şartlarda elde edilen saflaştırılmış pektin verimi 14 % dır.

GİRİŞ

Pektin meyva ve sebzelerde bulunan polisakkaritlerden biridir. Şeker, asit ve su ile birlikte jel meydana getirir. Pektin molekülü, beş karbon ve bir oksijen atomundan oluşan birimlerin birleşerek meydana getirdiği uzun bir zincir şeklinde olup bu birimlere metoksil —COOCH₃ veya karboksil —COOH grupları bağlanabilir. Pektin molekülünün yapısı Şekil 1'de verilmiştir.

Pektin bir tersinir kolloitdir. Fiziksel özelliklerinde hiçbir değişiklik olmadan suda eritilip, çöktürülp, kurutulup, tekrar eritilebilir.



Şekil 1. Pektin Molekülünün Yapısı.

Pektin ilk olarak 1820'de Fransız kimyacı Braconnot tarafından elde edilmiş olmasına rağmen, büyük çapta üretime arıacak yirminci

yüzyılın başlarında geçilmiştir. En önemli pektin üreten ülkeler arasında A.B.D., Danimarka, İsrail, İngiltere, Almanya ve İsviçre sayılabilir. 1957 yılı için dünya üretimi 12,5 milyon lb. olarak belirlenmiştir. Türkiye'de pektin üretimi yoktur ve ithal edilmektedir. İthalat değerleri Tablo I'de verilmiştir.

TABLO I. Türkiye'nin pektin dış alımı (1)

Yıl	Miktar (kg)	Tutarı
1970	15.525	437.600 TL.
1971	21.610	648.731 TL.
1972	32.662	1.065.071 TL.
1977	11.918	58.936 dolar
1978	10.750	54.323 dolar
1979	11.976	80.391 dolar

Son yıllarda görülen düşüşün nedeni talep azalması değil, döviz darboğazıdır. Gerçekte pektin talebi, arzın çok üzerindedir.

Pektinin kullanım yerleri arasında şekerleme, reçel, marmalat ve ilaç sanayi vs. sayılabilir.

İçinde pektin bulunan en önemli kaynaklar; elma posası veya elma suyu ve sirke üretim artıkları, turuncgil kabukları veya sitrik asit ve diğer önemli turuncgil ürünlerinin üre-

tim artıkları; şeker pancarı artıkları ve ayçiçeği tablalarıdır. Bu hammaddeerdeki pektin miktarları Tablo II. de verilmiştir.

TABLO II.
Bazı maddelerdeki pektin miktarları (2)

Artıklar	Pektin miktarı (kuru baz)
Limon kabuğu	37.00 %
Portakal kabuğu	30.70 %
Elma posası	17.52 %
Şeker pancarı	17.75 %
Ayçiçeği tablası	18.00 %

Türkiye'de pektin üretimi için büyük bir potansiyel vardır. Genellikle, pektin üretten bir fabrikanın ekonomik olması için senede en az 500 ton üretmesi gerektiği düşünülmektedir. Bu kapasitedeki bir fabrikanın yaklaşık 16000 ton turuncgil kabuğuna ihtiyacı vardır. Türkiye'deki meyva suyu endüstrisinin kurutulmamış artıkları senede 46570 ton'dur. Bu değer sadece meyva suyu endüstrisinin artıklarının, pektin üretken bir fabrikanın ekonomik olarak çalışması için gereken miktarın çok üzerinde olduğunu göstermektedir (3).

Pektin üretimindeki önemli işlemler şunlardır :

- 1) Kabukların ekstraksiyon veya daha sonra kullanılmak üzere depolanmak için hazırlanması
 - a) Kabuktaki yağın çıkarılması
 - b) Yıkamayı ve ekstraksiyonu kolaylaştmak için küçük parçalara ayrılması
 - c) Çekirdeklerin ayrılması
 - d) Suda eriyebilen şeker, vb. su ile ayrılması.
- 2) Kabuktaki protopektinin pektine dönüşümü
- 3) Kabuktan ayrılan pektinin süzülmesi
- 4) Çöktürme, arıtma ve kurutma.

Turuncgil kabuklarında bulunan enzimler pektinin kalitesinde değişikliklere neden olabileceği için işlemler sırasında enzimlerin etkisiz hale getirilmesi önemlidir.

Pektinin ham maddeden ekstraksiyonu genellikle sıcak seyreltik asit çözeltileri ile yapılmaktadır. Bu işlem sırasında önemli faktörler pH, süre ve sıcaklıktır. Pektinin istenen özelliklere sahip olabilmesi için sıcaklığın 40 - 100°C arasında olması gerekmektedir. Eğer

sıcaklık çok düşük olursa, ekstraksiyon süresi uzayacağından, pektinin diesterifikasyonu ile sonuçlanacaktır.

1918 yılında Stoikoff, ayçiçeği tablalarındaki pektin veriminin yüksek olduğunu ve ham madde olarak kullanılabileceğini belirtmiştir. En yüksek verim, ekstraksiyon için sıcak seyreltik amonyum okzalat - okzalik asit kullanıldığında elde edilmiştir. Bu metod pektini diğer polisakkaritlerden ayırmak için oldukça etkilidir (4). Pektin verimi kuru tabla ağırlığının yüzde 14 - 18'i arasında değişmektedir ve jelilik derecesi yaklaşık olarak 150'dir. Verim ve kalite iklim, mevsim ve tablaların olgunluğu ve durumu ile etkilenmektedir. En uygun ekstraksiyon işlemi amonyum okzalat ve okzalik asit'in eşit oranında birleştirilerek kullanılmasıyla yapılmıştır. Bu karışım için pH yaklaşık olarak 4.0 ve sıcaklık 90°C, süre 60 dakika en uygun şartlardır (5).

Pektin kalitesi jelilik derecesi cinsinden değerlendirilir. Jelilik derecesi bir birim pektin ile standart kuvvet ve kalitede jöle meydana getirmek için gerekli olan şeker ağırlığıdır. Standart jölenin eriyebilen katı miktarı % 65 dir ve standart sertliği vardır.

MATERİYAL VE METOD

1. Ham Pektin Ekstraksiyonu

Çekirdeklerinden temizlenmiş ve tarlada kurumuş olarak elde edilen ayçiçeği tablaları öğütülür. Tanecik büyüklüğü 20-mesh'lik elektron geçecek şekildedir. Enzimlerin etkinliğini durdurmak için 10 gramlık örnek 400 ml. % 80 etanol içinde 78°C de 30 dakika karıştırılarak kaynatılır. Alkolde eriyebilen, moleküller ağırlığı düşük olan şekerler ve pigmentler santrifüj ile ayrılarak atılır. Pektik maddelerin ekstraksiyonu 0.5 % okzalat çözeltisi (0.25 % amonyum okzalat - 0.25 % okzalik asit) ile değişik sıcaklıklarda yapılır. 200'er ml. lık okzalat çözeltisi ilave edilerek 30'ar dakikalık iki basamakta yapılan ekstraksiyonu, naylon kumaştan süzme işlemi takip eder. Elde edilen ekstrakt, içinde 2 ml HCl/l olan soğutulmuş iki katı hacimdeki 95 % etanol'un içine boşaltılır; iyice çalkalandıktan sonra 5°C de 1 saat bekletilerek pektinin jelleşmesi sağlanır. Pektin jelleri nay-

İon kumaştan süzülerek ayrılır. Asitlenmiş alkol, pektinden serbest tuzların büyük bir kısmını ayırr. Pektinin arıtılması, kül miktarının azaltılması için üç defa asitlenmiş alkolle yıkanır. Yıkınmak için 5 ml HCl/100 ml etanol-su (1:1) karışımı kullanılır. Serbest klor iyonlarının ayırması için etanol-su (1:1, v/v) karışımı ile yıkanır. Son olarak pektin 95 % etanol ile yıkanır ve 40°C'deki vakumlu fırında 16 saat süre ile kurutulur. Elde edilen pektinin ağırlığının, örnek olarak alınan öğütülmüş ayçiçeği tablasının ağırlığına oranı pektin verimini verir.

2. Ham Pektinin Arıtılması

Ayçiçeği tablalarından okzalat ekstraksiyonu ile elde edilen ham pektin 1 % lik çözelti oluşturacak şekilde sıcak suda eritilir. Pektin çözeltisi soğutulduktan sonra derişik HCl eklenerek, 0.05 M'lik HCl derişimi sağlanır. İki katı hacimdeki 95 % lik etanole yavaş ve karıştırarak ilave edilir. Pektinin çökelmesi için bir gece bekletilir ve naylon kumaştan süzülür. Önce etanol-etyl eter daha sonra tekrar etil eter ile yıkanır ve kurutulur (6).

ARAŞTIRMA BULGULARI

Ayçiçeği tablalarından pektin eldesini içeren bu araştırmada yapılan ilk deneylerde ekstraksiyon sıcaklığının pektin verimine olan etkisi incelenmiştir. Bu deneylerde çözücü olarak pH'sı 2.9 olan 0.5 % lik okzalat çözeltisi (0.25 % amonyum okzalat - 0.25 % okzalik asit) kullanılmıştır. Ekstraksiyon işlemi sabit pH'da ve 30'er dakikalık iki basamakta yapılmıştır. Sıcaklığın etkisini görebilmek için pektin 70, 80, 90 ve 95°C de ekstrakte edilmiştir. Pektin verimi, elde edilen pektin ağırlığının, deneyde kullanılan öğütülmüş ayçiçeği tablalarından alınan örnek ağırlığına (10 g) oranı olarak hesaplanmıştır. Elde edilen sonuçlar Tablo III de verilmiştir.

TABLO III. Sıcaklığın verime etkisi

Ekstraksiyon sıcaklığı (°C)	Pektin verimi (%)
70	21.67
80	22.69
90	25.00
95	25.16

Ekstraksiyon sonucunda elde edilen ham pektin, tekrar arıtma işleminden geçirilmiştir. Bu işlemlerin sonuçları Tablo IV de verilmiştir.

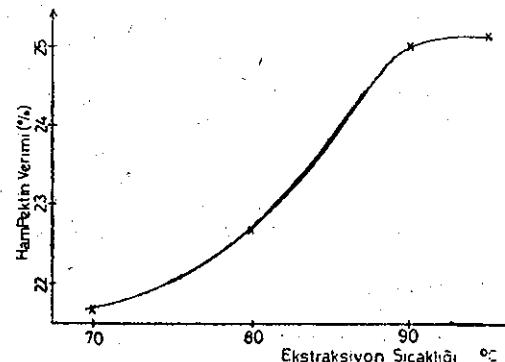
TABLO IV.
Saf pektin veriminin sıcaklığa göre değişimi

Ekstraksiyon sıcaklığı (°C)	Saf pektin verimi (%)
70	8.27
80	10.28
90	13.97
95	12.88

TARTIŞMA

Pektin ekonomik yönden oldukça önemli bir maddededir. Türkiye'de pektin üretimi için büyük bir potansiyel olduğu halde, üretilmemekte ve ithal edilmektedir.

Bu araştırmada, Türkiye ekonomisinde önemli bir yer tutan ayçiçeğinin artıkları olan tablalarından pektin üretimi incelenmektedir. Deneylerde kullanılan ayçiçeği tablaları Söke yöresinden sağlanmıştır. Pektin üretimi sırasında en önemli işlem pektin tablalarından uygun bir çözücü ile ekstraksiyonudur. Ekstraksiyon parametreleri sıcaklık, pH, süre ve tanecik büyülüğündür. Amonyum okzalat ve okzalik asit karışımı çözücü olarak kullanılmaktadır. İlk deneylerde diğer parameterler sabit tutularak sıcaklık değişimini pektin verimine olan etkisi incelenmiştir. Ekstraksiyon işlemi 70, 80, 90 ve 95°C de yapılmıştır. Pektin verimini değişimini Şekil II. de görülmektedir.

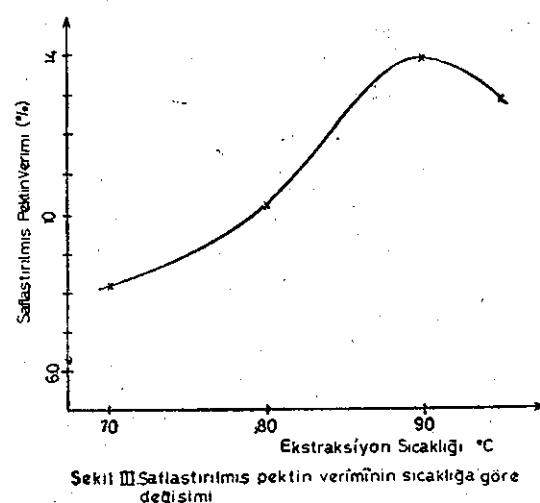


Şekil II: Ham pektin veriminin sıcaklığa göre değişimi

Sıcaklık arttıkça, pektin verimi de artmaktadır. Bu artış 90°C'ye kadar devam etmekte-

dir. Sıcaklık 90°C in üzerine çıktığında verimin yaklaşık olarak 25 % de sabit kaldığı kabul edilebilir.

Ekstraksiyon sonundaki süzme işlemi sırasında selülozik artık maddelerinde süzülmüş olabileceği düşünülerek elde edilen pektinler tekrar arıtılmışlardır. Saflaştırılmış pektin veriminin sıcaklığa göre değişimi Şekil III. de verilmiştir.



Verim sıcaklıkla artarak 90°C de maksimuma ulaşmakta ve daha yüksek sıcaklıklarda bir düşüş göstermektedir. Ham pektin için elde edilen en yüksek verim 25 % olduğu halde saflaştırma işleminden sonra bu değer 14 %

e düşmüştür. Bu azalma ham pektinin içinde selülozik maddelerin kaldığını göstermektedir.

Bu sonuçlara göre ayçiçeği tablalarından okzalat çözeltisi ile pektin ekstraksiyonu için en uygun sıcaklığın 90°C olduğunu karar verilmiştir. Optimum sıcaklık literatürde de 90°C olarak verildiği için 90 ve 95°C deki deneyler ikişer kere yapılmış, ortalama değerler alınmıştır. 90°C deki saf pektin verimi 14 % olarak bulunmuştur.

Bundan sonra yapılacak olan deneylerde diğer parametrelerin etkisi incelenecel, ekstraksiyon için en uygun şartlar belirleneceel ve elde edilen pektinin özellikleri araştırılacaktır.

ABSTRACT

Pectin is a polysaccharide which is abundant in apple pomace, citrus peel, sugar beet pulp and sunflower heads. Even though there is a high potential for the production of pectin in Turkey, it is not manufactured but imported. In this study production of pectin from sunflower heads is investigated. Extraction parameters are temperature, pH, time, and particle size. Optimum temperature is found as 90°C when the extraction is done with 0.5 % oxalate solution at a pH 2.9 and in two steps of 30 minutes each. Under these conditions the yield of purified pectin is obtained as 14 %.

KAYNAKLAR

1. Ticaret Bakanlığı İstatistikleri
2. TÜBİTAK Yayınları No. 7
3. Vilites, A., 1974. O.E.C.D. raporu
4. Bishop, C.T., «Carbohydrates of Sunflower Heads», Canadian Journal of Chemistry», 33:1521 (1955)
5. Shewfelt, A.L., and Worthington, O.J., «The Extraction of Pectin from Sunflower Heads», Food Technology, 7:336 (1953)
6. Armarego, W.L.F., Perrin, D.D.; Perrin, D.R., «Purification of Laboratory Chemicals», Pergamon Press, Oxford, Page 229.
7. Sabir, M.A., Sosulski, F.W., and Campbell, S.J., «Polymetaphosphate and Oxalate Extraction of Sunflower Peetins», J. Agric. Food Chem., 24(2) : 348 (1976).