Extraction and Characterization of Pectin from Grape Fruit (*Citrus paradisi*) and Valencia (*Citrus sinensis*)

Dr. Dima Al-Diab*
Rahaf Al-haj**

(Received 14 / 3 / 2022. Accepted 18 / 4 / 2022)

□ ABSTRACT □

Pectin is a polysaccharide naturally present in most plant tissues, its name comes from the Greek word "Pektos", which means tough and hard, indicating the ability of pectin to form hydrogels. the characteristics of pectin are mainly related to its microstructure, pectin has gained increasing importance over the years due to those characteristics**.**

The study includes two types of Citruses (Valencia-Grapefruit), The samples were collected during two different periods, including the beginning and end of the citrus season in Syria, in order to study the effect of the maturity stage on the yield of pectin extraction, in addition to its effect on the Degree of Esterification (DE) and Equivalent Weight (EW).This study aimed to extract pectin using the traditional way of extraction (Thermal Extraction) from two types of citruses and the Determination of some of its qualitative properties (Color and Solubility of extracted pectin)and quantitative properties (Extraction yield, Degree of Esterification, Equivalent Weight, Moisture, and Ash).

It was found that the color of the pectin differs according to the source of Citrus fruit, and that some of the quantitative properties of the extracted pectin were significantly affected by the time of citrus harvesting.

Keywords: Pectin -Degree of Esterification - Equivalent weight - Citrus harvesting

*Associate Professor - Analytical and Food Chemistry Department, Faculty of Pharmacy, Tishreen University, Lattakia, Syria. dimaaldyab@tishreen.edu.sy

**Postgraduate Student (MSc) - Analytical and Food Chemistry Department, Faculty of Pharmacy, Tishreen University, Lattakia, Syria. rahafalhaj@tishreen.edu.sy

استخلاص البكتين من بعض أنواع الحمضيات (فالنسيا – غريفون) وتحديد بعض خصائصه

د. ديمة الدياب*

رهف الحاج**

(تاريخ الإيداع 14 / 3 / 2022. قُبِل للنشر في 18 / 4 / 2022)

□ ملخّص □

يعتبر البكتين عديد السكاريد يتواجد بشكل طبيعي في أغلب الأنسجة النباتية، يأتي اسمه من الكلمة اليونانية "pektos" ومعناها متين وصلب، مما يشير إلى قدرة البكتين على تكوين الهلاميات المائية، ترتبط خصائص البكتين بشكل أساسي ببنيته المجهرية، اكتسب البكتين أهمية متزايدة خلال السنوات الأخيرة بسبب تلك الخصائص.

شملت الدراسة نوعين من الحمضيات (الفالنسيا– الغريفون) جُمعت العينات خلال فترتين مختلفتين شملت بداية ونهاية موسم الحمضيات في سورية، وذلك لدراسة تأثير مرحلة النضج على المردود بالإضافة إلى تأثيره على درجة الأسترة والوزن المكافئ.

يهدف هذا البحث إلى استخلاص البكتين بالطريقة التقليدية (استخلاص حراري) من نوعين من الحمضيات وتحديد بعض خصائصه الحسية (لون، وانحلالية البكتين) والكيميائية (المردود، درجة الأسترة، الوزن المكافئ، الرطوبة، والرماد). وجد أن لون البكتين يختلف باختلاف مصدر الحمضيات، كما وجد أن الخصائص الكمية للبكتين المستخلص تتأثر بشكل كبير بزمن قطاف الحمضيات.

الكلمات المفتاحية: البكتين، درجة الأسترة، الوزن المكافئ، زمن القطاف.

* **أستاذ مساعد ، كلية الصيدلة، جامعة تشرين، اللاذقية، سورية** dimaaldyab@tishreen.edu.sy

** **طالبة ماجستير ، كلية الصيدلة، جامعة تشرين، اللاذقية، سورية** rahafalhaj@tishreen.edu.sy

مقدمة

على مدى العقود الماضية، دُرست الألياف الغذائية بشكل واسع، وتم الوصول إلى دلائل وفيرة على فوائدها الصحية المختلفة وكما هو معروف فإن التقدم في الدراسات التغذويّة يؤدي إلى ظهور تطبيقات غذائية كثيرة (Li, Y.O. &Komarek, A.R. 2017). ازداد الاهتمام في السنوات الأخيرة بدراسة تأثير الأغذية على الصحة حيث تشير الكثير من الدراسات لضرورة اعتماد النظام الغذائي الغني بالخضراوات والفواكه (Aldiab, D. *et al.*, 2021)، إذ تعتبر الفواكه من المكونات الأساسية لنظام غذائي صحي وذلك بسبب امتلاك أغلب مكوناتها لخصائص مضادة للأكسدة (Al Assad, N. &Aldiab, D. 2017) حيث تلعب مضادات الأكسدة دوراً هاماً في الصحة والمرض عن طريق تقليل الضرر التأكسدي (Al Assad, N. &Aldiab, D. 2016).

تم اقتراح مصطلح الألياف الغذائية(DF: Dietary Fibers) لأول مرة في عام 1950، للإشارة إلى المواد المكونة لجدار الخلية النباتية، وقد استخدمت في وقت لاحق لتشير إلى مجموعة سكريات من أصل نباتي لا يمكن هضمها أو امتصاصها ضمن الجهاز الهضمي (Van der Kamp, J.W. 2004).

من أهم أنواع الألياف الغذائية، السيللوز، الهيمي سيللوز، الليغنين، البكتين، والصموغ، تختلف عن بعضها بالبنية الجزيئية، بأماكن توافرها، ونسب وجودها في الأغذية (Clemens, R.*et al*., 2012).

البكتين هو متماثر خطي، مؤلف من وحدات حمض الغالاكتورونيك مرتبطة بروابط من نمط α(1−4)، يتم الحصول عليه من الطبقة المتوضّعة بين القشرة القاسية الخارجية والثمرة أو ما يعرف بطبقة الألبيدو (albedo) في ثمار الحمضيات (Bagde, P.P. *et al.*, 2017)، يشكل البكتين حوالي ثلث المادة الجافة من الجدار الخلوي من النباتات العليا ويوجد بأعلى تركيز في الصفيحة الوسطى لهذه النباتات وينخفض تدريجياً. يساعد البكتين في ارتباط الخلايا مع بعضها البعض (Sundarraj, A.A. *et al.*, 2018) وله أربعة أنواع أساسية:

1. البروتوبكتين protopectin: مركب يسبق تشكل البكتين في الخلايا النباتية، يوجد في الفواكه غير مكتملة النضج ويتحول إلى بكتين بسهولة بوجود الماء الساخن والوسط الحمضي.

2. البكتين pectin: يتشكل من البروتوبكتين خلال نضج الفاكهة، يتواجد في العصير الذي يملأ فجوات الخلية في الثمار، ينحل في الماء، يترسب في الكحول أو الشوارد المعدنية ويشكل محلوله الحمضي هلام بوجود السكروز.

3. حمض البكتينيك pectinic acid: الناتج المرحلي لتفكك البكتين والذي يحتوي على وحدات حمض الغالاكتورونيك المؤستر جزئياً بمجموعات ميتيل بدرجة متوسطة. يشكل حمض البكتينيك هلام بوجود شوارد الكالسيوم وليس السكروز.

4. حمض البكتيك pectic acid: بكتين منزوع الأسترة كلياً يتواجد في الفاكهة مكتملة النضج وهو يترسب بوجود شوارد الكالسيوم (Sharma, B.R. *et al.*, 2006).

يعتبر البكتين عموماً مكوناً غذائياً آمناً وذلك وفقاً لتصريحات الاتحاد الأوروبي (EC 1333/2008) إذ يمكن استخدامه تحت مصطلح "Quantum Satis"، أي أنه يجب استخدامه بمستوى لا يزيد عن الكمية اللازمة والكافية فقط، وذلك وفقًا لممارسات التصنيع الجيدة (GMP: Good Manufacture Practice).

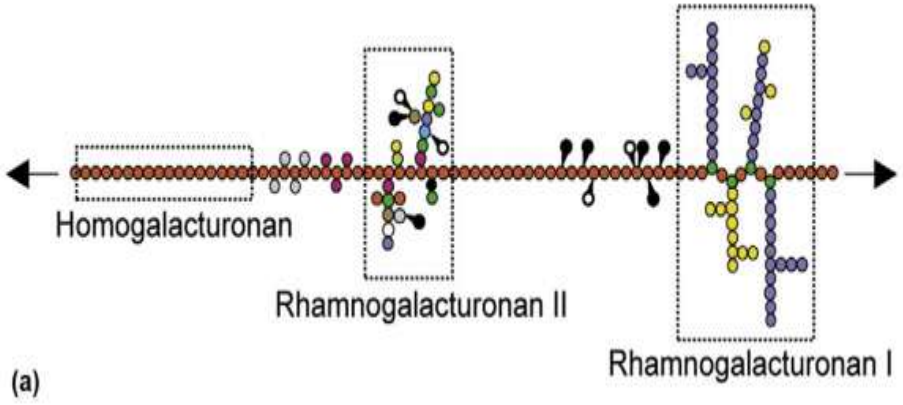
تعرّف منظمة الغذاء والدواء الأميركية (FDA: Food and Drug Administration) البكتين على أنه من المواد الآمنة بشكل عام (GRAS: Generally Recognized As Safe)، بينما قامت لجنة الخبراء المشتركة بين منظمة الأغذية والزراعة Food and Agriculture Organization ومنظمة الصحة العالميةWorld Health Organization الخاصة

بالمضافات الغذائية (JECFA: Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives) بإعطاء البكتين كمية يومية مقبولة "غير محددة" (Cindio, B.D. *et al.*, 2016).

يفترض التفسير التقليدي لبنية البكتين على أنه عديد السكاريد مكون بشكل أساسي من سلاسل حمض D-غالاكتورونيك مرتبطة بروابط من نمط α(1-4) إذ يجب على الأقل أن تكون نسبة حمض الغالاكتورونيكGal A 65% (وذلك من أجل أهداف تجارية)، ويدعى أيضاً بالهوموغالاكتورونان.

ضمن سلاسل حمض D-غالاكتورونيك يوجد وحدات من حمض الرامنوز المرتبطة مع السلسلة بروابط α(1-2). تتفرع من وحدات الرامنوز العديد من السلاسل الجانبية المختلفة والمؤلفة من سكريات محايدة (Cindio, B.D. *et al.*, 2016)، ويتم فصل هذه الأخيرة عن طريق المناطق الغنية بحمض الغالاكتورونيك (المناطق الملساء) والتي يمكن أن يصل طولها إلى 100 وحدة تقريباً (Sharma, B.R. *et al.*, 2006).

تحوي السلاسل الجانبية الأساسية على سلاسل خطية ومتفرعة من α-L- آرابينوفورانوزيل و/أو β-Dغالاكتوبيرانوزيل والتي تختلف نسبتها ونوعيتها باختلاف المصدر النباتي، كما يمكن وجود سلاسل جانبية أُخرى ولكن بشكل عام تكون أقصر من السلاسل الأساسية (Sharma, B.R. *et al.*, 2006).



الشكل1. الصيغة المفصلة لبنية البكتين بالوصف التقليدي (Sharma, B.R. *et al.*, 2006)

يقتصر الإنتاج التجاري للبكتين في الوقت الحالي على مصدرين رئيسيين هما ثفل التفاح وقشر الحمضيات، حيث أن كلا المصدرين عبارة عن منتجات ثانوية لعملية تصنيع العصائر (Dranca, F. &Oroian, M. 2018).

تم توثيق استخلاص البكتين السائل من ثفل التفاح لأول مرة في ألمانيا عام 1908، لذلك شهدت صناعة البكتين حينها نمواً سريعاً في أوروبا وأميركا الشمالية. بينما في الوقت الحالي يأتي الإنتاج الأكبر للبكتين المتاح تجارياً من قشور الحمضيات (85.5%) ونسبة صغيرة من الاستخلاص يتم تغطيته عن طريق ثفل التفاح (14%)، لب قصب السكر (0.5%) (Ciriminna, R. *et al.*, 2016)، وبالتالي لا يزال إنتاج البكتين متمركزاً في المنطقة الأوروبية إضافة لبعض البلدان المنتجة للحمضيات في أميركا الجنوبية (Bhatia, S. *et al.*, 2016).

يوجد مصادر أخرى تؤخذ بعين الاعتبار لاستخلاص البكتين، منها قشر الموز، الجزر، ثفل الطماطم، قشور البطيخ، البطاطا، المشمش وغيرها (Kalapathy, U.& Proctor, A. 2001) (Dranca, F. &Oroian, M. 2018) (Stabnikova, O. *et al.*, 2010).

يستخدم البكتين في الكثير من المجالات، منها الصناعات الغذائية كعامل مهلم ومثبت (Cindio, B.D. *et al.*, 2016)، كما يستخدم كبديل عن الدسم في الأغذية الوظيفية ذات السعرات الحرارية المنخفضة (Zhang, M. *et al.*, 2018)، زاد الاهتمام بالبكتين في مجال الصناعات الدوائية كطريقة لإيصال الأدوية الهدفية (Thakur, B.R. *et al.*, 1997) (Cindio, B.D. *et al.*, 2016)، يستخدم أيضاً لعلاج الإسهال (Fracasso, A.F.*et al.*, 2017). بالإضافة لاستخدامه في الصناعات فهو يمتلك العديد من التأثيرات الإيجابية على الصحة باعتباره واحداً من الألياف الغذائية المنحلة بالماء (Aldiab, D. & Nasser, S. 2018)، حيث يمتلك خصائص خافضة لكوليسترول وسكر الدم (Naqash, F.*et al.*, 2017) (ASP, N.G. 1981) (*et al.*, 1989) (Fuse, K. *et al.*, 2015) كما يساعد في انقاص الوزن (Adam, C.L. *et al.*, 2011)، وله تأثيرات مضادة للسرطان وبالأخص سرطان الكولون (Aldiab. D. &Jarkas, B. 2015)، بالإضافة إلى أن البكتين ينمي الجراثيم المفيدة في الأمعاء(Mohanty, D. et al., 2018) فهو أحد أنواع Prebiotics التي تحفز نمو و/أو فعالية Probiotic(Al-Diab, D. & Al-As`aad, N. 2015).

أخيراً يمتلك البكتين خصائص مضادة للأكسدة (Wathoni, N. *et al.*, 2019) (Aldiab. D. &Jarkas, B. 2015) (Abboud, A. *et al.*, 2015)، حيث توصي منظمة الصحة العالمية بضرورة استهلاك مضادات الأكسدة من مصادرها الطبيعية أي من الخضار والفواكه ومنتجاتها من العصائر(Nezam, A. *et al.*, 2021) للاستفادة من فوائدها الصحية (Aldiab, D. & Nasser, S. 2018) (World health organization 2002).

يوجد عدة طرق لاستخلاص البكتين، منها الاستخلاص التقليدي بالحرارة والاستخلاص بمساعدة الأمواج الميكروية (Marić, M. *et al.*, 2018)، الاستخلاص بواسطة الإنزيمات (Adetunji, L.R. *et al.*, 2016)، الاستخلاص بمساعدة الأمواج فوق الصوتية (Zhu, Z.*et al.*, 2017)(Marić, M.*et al.*, 2018)، الاستخلاص بمساعدة العناصر المعدنية والاستخلاص بتشكيل معقدات مع البروتينات(Ren, J.N. *et al.*, 2019).تعتبر الطريقة التقليدية (الاستخلاص الحراري) هي الأكثر شيوعاً(Khan, M. *et al.*,2015).

من العوامل المؤثرة في مردود استخلاص البكتين درجة الحرارة (Khan. M, *et al.*, 2015)، درجة الحموضة (Visser, J. *et al.*, 1996)، زمن الاستخلاص (Bagde, P.P.*et al.*, 2017)، أبعاد الجزيئات (Canteri-Schemin, M.H.*et al.*, 2005) ومستوى النضج للفاكهة (Aprajita, B. *et al* 2014).

تقسم الاختبارات التي يتم إجراؤها على البكتين إلى نوعين من الاختبارات:

1.اختبارات حسيّة:

- **لون البكتين:** تؤخذ عينة بكتين بعد الاستخلاص والتجفيف، وتتم معاينتها بصرياً وتسجيل لونها (Bagde, P.P.*et al.*, 2017).

يختلف لون البكتين الناتج باختلاف عدة عوامل منها الثمار المستخدمة في الاستخلاص، فيتراوح لون البكتين ما بين الأرجواني المحمر والأصفر.

يمكن تمييز بكتين Black Currant والبلسان Elderberry باللون الأرجواني المحمر، في حين أن بكتين الحمضيات والتفاح يكون بلون أصفر نوعاً ما(Cserjési, P. *et al.*, 2011).يختلف لون البكتين بحسب خطوات فصل البكتين من

الخلاصة وتنقيتها(Sundararaman, S. *et al.*,2016)، أيضاً يمكن أن يختلف اللون نتيجة تلوث سطح العينة، عوامل بيئية(Aina, V.O. *et al.*, 2012) أو كمية الكحول المستخدمة في الاستخلاص والتنقية غير الكافية(Mc Gready, R.M. 1996)، يتراوح لون البكتين بالحالات المذكورة سابقاً ما بين أبيض، أبيض مصفر، رمادي فاتح وبني فاتح(JECFA 2009).

- **انحلالية البكتين:** تتم عادة دراسة انحلالية البكتين ضمن الماء البارد والساخن.

يعتبر البكتين قابل للذوبان بالماء النقي الساخن، عادة ما تكون الأملاح الشاردية أحادية التكافؤ ذوابة في الماء، بينما ثنائية وثلاثية التكافؤ تكون ضعيفة الانحلال أو غير قابلة للذوبان (Sundar Raj, A. *et al* 2012)، يميل مسحوق البكتين الجاف عند إضافته للماء إلى الترطيب بسرعة وتشكيل تكتلات، تتكون هذه التكتلات من حزم شبه جافة من البكتين، موجودة ضمن غلاف خارجي عالي الرطوبة (Rolin, C. 1993).

كما تتم أيضاً دراسة انحلالية البكتين في محلول قلوي بارد وساخن أيضاً، حيث يشكل البكتين ضمن القلوي البارد معلق ذو لون أصفر، يتحول إلى معلق أبيض عند التسخين إلى درجة حرارة (°90–85م) لمدة 15 د (Aina, V. O. *et al.*,) (2012.

2.اختبارات كيميائية:

- **تحديد الرطوبة:** يجب أن يكون محتوى الرطوبة في البكتين منخفض (أقل من 12%) لكي يعتبر ذي جودة مقبولة (Begum, R. *et al.*, 2014)، يمكن أن يحدث مشاكل في التخزين عند تجاوز الحد المسموح من الرطوبة، بالإضافة إلى إمكانية زيادة نمو الجراثيم ضمن البكتين، وجود الجراثيم بدوره سيؤثر على جودة البكتين نتيجة تنشيطها لإنزيمات البكتيناز (Zadeh, M.J. *et al.*, 2010) (Begum, R. *et al.*, 2014).
- **تحديد الرماد:** يعبر الرماد عن الشوائب اللاعضوية ضمن عينة البكتين، يجب ألا تتجاوز نسبة الرماد في عينة البكتين الجافة الـ 10% (Bagde, P.P. *et., al.*, 2017). يعتبر البكتين الحاوي على نسبة رماد منخفضة أفضل في تشكيل الهلام (Azad. A.K.M *et al.*, 2014) ولذلك يتم تخفيض محتوى البكتين من الشوائب اللاعضوية عبر غسل البكتين بواسطة الكحول الحمضي وبالتالي إنقاص نسبة الرماد (Begum, R. *et al.*, 2014). يتم تحديد الرماد وفق الطريقة المرجعية (AOAC 2002).
- **درجة الأسترة:** يعبر عنها بعدد مولات الميتانول في 100 مول من حمض الغالاكتورونيك (Noreen, A. *et al.*, 2017)، كما يعبر عنها بنسبة مجموعات حمض الغالاكتورونيك المؤستر إلى إجمالي مجموعات حمض الغالاكتورونيك الموجودة (Daud, N.Z.A.*et al.*,2019). يقسم البكتين بالاعتماد على درجة الأسترة إلى بكتين عالي الميتوكسي (DE>50%) وبكتين منخفض الميتوكسي (DE<50%) (Sayah, M.Y. *et al.*, 2016). يتأثر البكتين بمراحل عملية استخلاصه إضافة إلى تأثره بالمعاملة الحمضية المستمرة مما يؤدي إلى تشكل بكتين منخفض الميتوكسي (Yadav, S.D. *et al.*, 2017). عندما يصل عدد مجموعات الكربوكسيل المؤستر مع الميتانول إلى 100%. يتشكل البروتوبكتين، ويبدأ البكتين في فقد قابليته للذوبان في الماء وتضيع قدرته على تكوين مادة هلامية (Bennion 1980). يعتبر البكتين ذو درجة الأسترة ما بين 60-80% عالي الذوبان بالماء (Gee *et al.*, 1958).
- **الوزن المكافئ:** هو خاصية فيزيائية مهمة جداً للبكتين يعتبر الصفة الأساسية في تحديد الخصائص الوظيفية له، حيث ترتبط قدرة التبلور لجزيئات البكتين ارتباطاً وثيقاً في الوزن المكافئ (Yadav, S.D. *et al.*, 2017).

يعرف الوزن المكافئ بالمحتوى الكلي من حمض الغالاكتورونيك الحر غير المؤستر ضمن سلسلة البكتين (Shukla. R.N. 2014). يكون الوزن المكافئ مرتفع في الفاكهة غير الناضجة وينخفض مع نضج هذه الفاكهة نتيجة زيادة تحلل البكتين (Shukla, R.N. 2014)، يختلف الوزن المكافئ للبكتين باختلاف طريقة الاستخلاص، والحمض المستخدم في الاستخلاص. يعتبر البكتين ذو الوزن المكافئ العالي ذو قدرة أعلى على تكوين الهلام (Ramli, N. &Asmawati, 2011). يتم استخدام الوزن المكافئ لحساب المحتوى من حمض anhydrouronic ودرجة الأسترة، ويتم تحديده عن طريق المعايرة باستخدام محلول هيدروكسيد الصوديوم للوصول إلى درجة حموضة 7.5 وباستخدام مشعر أحمر الفينول أو مشعر هينتون (Ronganna 1986).

أهمية البحث وأهدافه

أهمية البحث:

- تأتي أهمية البحث من إمكانية الاستفادة من تخفيف التلوث البيئي بمخلفات قشور الفواكه عبر تحويل هذه المخلفات إلى مصدر لاستخلاص البكتين.
- إمكانية اختلاف كمية وصفات البكتين المستخلص باختلاف الثمرة ومتغيرات طريقة الاستخلاص، وبالتالي اختلاف خواصه الوظيفية في الصناعات الغذائية والدوائية، وكذلك تأثيراته الإيجابية على الجسم كمكون وظيفي ضمن الأغذية الوظيفية.

أهداف البحث:

- تحديد كمية البكتين ببعض الثمار ومخلفاتها.
- إجراء بعض الاختبارات على البكتين المستخلص.

طرائق البحث ومواده

- **المواد والتجهيزات المستخدمة:**

استخدمت في الدراسة مجموعة من الأجهزة والأدوات المخبرية المتوافرة في مخابر كلية الصيدلة والموضحة في الجدول (1) و(2) كما استخدمت مجموعة من المواد والمحلات الموضحة في الجدول (3).

الجدول (1): الأجهزة المستخدمة في الدراسة العملية

الجهاز	الطراز
ميزان ذو حساسية 0.0001غ	RADWAG, AS 220/C/2
سخان كهربائي	LABINCO MODEL L34
فرن كهربائي	Janat instruments
مرمدة	HEATECH
ميكروويف	Wattar lux Mod: wat-26A
طاحونة كهربائية	Kenwood
مقياس PH	Jenway
حمام مائي	K & H industries

الجدول (2): الأدوات المخبرية المستخدمة في الدراسة العملية

الأداة	السعة
بيشر	أحجام متعددة
أسطوانة مدرجة	50 – 100 مل
هاون ومدقة	–
مبرّد	–
ملقط معدني	–
بوتقة	–
جفنة	–
ورق ترشيح	–
قمع ترشيح	
ممصّات عيارية	أحجام مختلفة
ستالة	
بوالين معايرة	أحجام مختلفة

الجدول (3): المواد والمحلات المستخدمة في الدراسة العملية

المادة	الشركة
حمض كلور ماء	Riedel-De Haen AG, Germany
كحول إيتيلي ETHANOL %95	Sari, Syria
ماء مقطر حديثاً	--
هيدروكسيد صوديوم	Surechem, UK
مشعر فينول فتالئين	Rectapur, UK
مشعر أحمر الفينول	BDH, UK

- **طرائق البحث**
  - **جمع العينات:**

شملت الدراسة نوعين من الفواكه المنتشرة بكثرة في سوريا، وهي البرتقال من نوع الفالنسيا والغريفون. جُمعت العينات في بداية ونهاية موسم الحمضيات، وذلك من أرض زراعية تقع في قرية (شامية المهالبة) في ريف محافظة اللاذقية، حيث تم الحصول على عشر عينات من كل صنف من الفواكه في بداية ونهاية الموسم كما
هو موضح بالجدول (4).

حُضرت العينات من الطبقة البيضاء (الألبيدو) المحيطة بالثمرة عن طريق التقشير اليدوي ومن ثم تحويل هذه القشور إلى قطع صغيرة ووزنها قبل التجفيف. تلا ذلك تجفيف العينات بالميكروويف ومن ثم طحنها بالطاحونة الكهربائية.

جدول (4): العينات المدروسة من الفواكه

الفاكهة				وزن العينات (gr)			
الاسم العربي	الاسم الأجنبي	الاسم اللاتيني	الفصيلة	بداية الموسم 2020/10		نهاية الموسم 2021/4	
				قبل التجفيف	بعد التجفيف	قبل التجفيف	بعد التجفيف
برتقال الفالنسيا	Valencia	*Citrus Sinensis*	Rutaceae	220.1366	114.0366	389.6901	231.1221
الغريفون	Grapefruit	*Citrus Paradisi*	Rutaceae	302.54	86.4633	555.45	220.17

- **استخلاص البكتين:**

تم الاستخلاص وفق الخطوات التالية:

بداية أخذت عينة 10غ من مسحوق قشور (الفالنسيا/الغريفون) وأضيف لها 200مل ماء مقطر، و4 مل HCl(0.5M)، وثم تم تسخين العينات على سخان كهربائي (90°م) لمدة 45د مع التحريك المستمر. تلا ذلك تبريد بواسطة حمام مائي بارد، ثم الترشيح باستخدام أقماع ترشيح للحصول على الخلاصة المائية، وبعد ذلك تم إضافة الكحول الإيتيلي (95%) بنسبة 1:1 (خلاصة مائية: كحول إيتيلي) لترسيب البكتين. تركت العينة لمدة ساعة تقريباً حتى تمام ترسب البكتين ثم فصل البكتين بالإبانة وتم وضعه على قطع قماشية للتخلص من الماء والكحول المتبقي. أخيراً تم نقل البكتين المستخلص إلى زجاجة ساعة موزونة ومجففة مسبقاً ووضع في الهواء ضمن الغرفة حتى تمام الجفاف. بعد ذلك طُحن ووزنت الزجاجة مع البكتين، وحسبت النسبة المئوية للبكتين على أساس المادة الجافة من قشور الحمضيات المستخدمة (Georgiev, Y. *et al.*, 2012) (Bagde, PP. *et al.*, 2017) (Khan, M. *et al.*, 2015) (Aprajita, B. *et al.*, 2014) (Canteri-Schemin, M.H.*et al.*, 2005) (Marić, M. *et al.*, 2018).

- **الاختبارات الحسّية المجراة على البكتين:**

1.لون البكتين:

تمت دراسة اختلاف لون البكتين عياناً باختلاف المصدر، طريقة تجفيف العينات قبل الاستخلاص (Aina, V.O. *et al.*, 2012)، وطريقة تجفيف البكتين المستخلص (Bagde, P.P. *et al.*, 2017).

2.انحلالية البكتين:

دُرست انحلالية البكتين ضمن نوعين من المحلات:

- **محلول مائي بارد وساخن:**

أُخذ 0.1غ من البكتين المستخلص المجفف ضمن قارورة مخروطية، وأُضيف لها 10مل كحول إيتيلي 95% و50مل ماء مقطر بحرارة الغرفة مع التحريك اليدوي المستمر بواسطة قضيب زجاجي لمدة 20د ومراقبة الانحلال وسُجلت النتائج.

كما أُخذ 0.1غ من البكتين المستخلص المجفف ضمن قارورة مخروطية وأُضيف لها 10مل كحول إيتيلي 95%، و50مل ماء مقطر ساخن ووضعت على سخان كهربائي (85–95°م) مع التحريك المستمر بواسطة قضيب زجاجي لمدة 15 د بواسطة محرك مغناطيسي وسُجلت النتائج (Bagde, P.P. *et al.*, 2017).

تم تكرار التجربة مرتين مع تسجيل المتوسط الحسابي والانحراف المعياري.

- **محلول قلوي (NaOH) بارد وساخن:**

أُخذ 0.1غ من البكتين المستخلص المجفف ضمن قارورة مخروطية، وأُضيف لها 10مل من محلول هيدروكسيد الصوديوم مع التحريك المستمر بواسطة قضيب زجاجي لمدة 20 د ومراقبة الانحلال وسُجلت النتائج.

كما أُخذ 0.1غ من البكتين المستخلص المجفف ضمن قارورة مخروطية وأُضيف لها 10مل من محلول هيدروكسيد الصوديوم الساخن، ووضعت على سخان كهربائي (80–95°م) مع التحريك المستمر بواسطة قضيب زجاجي لمدة 15 د بواسطة محرك مغناطيسي وسُجلت النتائج (Bagde, P.P. *et al.*, 2017).

تم تكرار التجربة مرتين مع تسجيل المتوسط الحساب والانحراف المعياري.

- **الاختبارات الكمية المجراة على البكتين**

1.تحديد النسبة المئوية لمردود استخلاص البكتين:

تم حساب النسبة المئوية لمردود استخلاص البكتين على أساس المادة الجافة بعد استخلاصه باتباع الطريقة الموضحة سابقاً وفق القانون التالي:

مردود الاستخلاص = وزن البكتين الجاف/ وزن العينة × 100% (Khan, M. *et al.*, 2015)

2.تحديد النسبة المئوية للرطوبة في عينات البكتين المجفف بطريقة التجفيف حتى الوزن الثابت باستخدام الفرن الكهربائي:

تم تحديد محتوى الرطوبة في عينات البكتين المستخلص المجفف من كلا المصدرين (فالنسيا –غريفون) وفق الطريقة المرجعية (AOAC 2002).

بدايةً أُخذ 0.5غ من البكتين المستخلص المجفف ثم وضعها في بوتقة مصقولة وموزونة مسبقاً ونقلها إلى الفرن الكهربائي بدرجة حرارة (105)م، ثم إخراج البوتقة من الفرن بعد الحصول على الوزن الثابت ووضعها في مبرد ومن ثم وزنها.

تم حساب النسبة المئوية للرطوبة (M%) Moisture Content وفقاً للمعادلة التالية:

$$M\% = (W2-W1)/(W2-W3) \times 100$$ (AOAC 2002)

حيث:

W2: وزن البوتقة مع العينة قبل التجفيف.

W1: وزن البوتقة مع العينة بعد التجفيف.

W3: وزن البوتقة فارغة.

تم تكرار التجربة 3 مرات مع تسجيل المتوسط الحسابي والانحراف المعياري.

3.تحديد النسبة المئوية للرماد في عينات البكتين المستخلص المجفف باستخدام المرمدة:

تم تحديد محتوى عينات البكتين المستخلص المجفف من كلا المصدرين (فالنسيا –غريفون) من الرماد وفق الطريقة المرجعية (AOAC 2002).

بدايةً أُخذ عينة وزنها 0.5غ من البكتين المستخلص المجفف، ووضعت في جفنة ترميد مصقولة وموزونة مسبقاً، ليُضاف لها 1–2 مل من حمض الآزوت المركز ثم نقلت إلى المرمدة بدرجة حرارة (550–600)° م حتى ظهور اللون الأبيض. تم حساب وزن الرماد من خلال طرح وزن الجفنة فارغة من وزن الجفنة بعد الترميد.

وحساب النسبة المئوية للرماد وفقاً للمعادلة التالية:

الرماد (%) = (وزن الرماد / وزن العينة) x 100 (AOAC 2002)

تم تكرار التجربة 3 مرات مع تسجيل المتوسط الحسابي والانحراف المعياري.

4.تحديد درجة الأسترة:

تؤخذ 0.5غ من البكتين المستخلص والمجفف تُرطب بـ 2مل إيتانول ثم يضاف 25مل ماء مقطر ساخن يحرك باستمرار حتى انحلال العينة، يضاف قطرتين من مشعر الفينول فتالئين، تتم المعايرة باستخدام NaOH 0.25M لتعديل مجموعات الكربوكسيل الحرة من حمض الغالاكتورونيك وتسجّل النتيجة على أنها V1، ثم يضاف 10 مل NaOH 0.25Mوتترك العينة لمدة 30د لتمام تفاعل التصبن مع التحريك. بعد إتمام التفاعل يضاف 10 مل HCL 0.25M مع التحريك حتى زوال اللون الوردي، ثم معايرة الحمض الزائد بـNaOH 0.1M ويسجل الحجم المستهلك على أنه V2. وتُحسب درجة الاسترة DE بالاعتماد على القانون التالي:

$$DE= (v2/v1+v2) \times 100\%$$

(Rose, P.A.E &Abilasha, D. 2016) (Mohamed, H. 2016)

أجريت التجربة على 4 عينات، العينة (1) بكتين مستخلص من ألبيدو الفالنسيا في بداية الموسم، العينة (2) بكتين مستخلص من ألبيدو الفالنسيا في نهاية الموسم (ناضج)، العينة (3) بكتين مستخلص من ألبيدو الغريفون في بداية الموسم، العينة (4) بكتين مستخلص من ألبيدو الغريفون في نهاية الموسم.

كررت التجربة 3 مرات مع تسجيل المتوسط الحسابي والانحراف المعياري.

5.تحديد الوزن المكافئ:

يؤخذ 0.5غ من البكتين المستخلص والمجفف وترطب بـ 5مل إيتانول، يضاف بعد ذلك حوالي 1غ NaClثم 100مل ماء مقطر ساخن مع التحريك حتى انحلال عينة البكتين، يضاف بضع قطرات من مشعر أحمر الفينول، ثم تجرى المعايرة ببطئ (لتجنب حدوث نزع أسترة) باستخدام NaOH 0.1M ونستدل على انتهاء المعايرة بتحول اللون من أحمر إلى أصفر، ويحسب الوزن المكافئ بالقانون التالي:

الوزن المكافئ = (وزن العينة\حجم القلوي المستخدم ×تركيزه) × 100%

(Yadav, S.D. *et al.*, 2017) (Mohamed, H. 2016)

تم إجراء التجربة على 4 عينات بكتين مستخلص مجفف، العينة (1) بكتين مستخلص من ألبيدو الفالنسيا في بداية الموسم، العينة (2) بكتين مستخلص من ألبيدو الفالنسيا في نهاية الموسم (ناضج)، العينة (3) بكتين مستخلص من ألبيدو الغريفون في بداية الموسم، العينة (4) بكتين مستخلص من ألبيدو الغريفون في نهاية الموسم. كررت التجربة 3 مرات مع تسجيل المتوسط الحسابي والانحراف المعياري.

النتائج والمناقشة

1.استخلاص البكتين:

تم استخلاص البكتين باتباع طريقة الاستخلاص التقليدي بالحرارة والترسيب بالكحول الإيتلي وذلك وفق الخطوات الموضحة سابقاً في فقرة استخلاص البكتين وكما هو موضح بالأشكال التالية (2)و(3).

كانت النسبة المئوية لمردود استخلاص البكتين على أساس المادة الجافة من ألبيدو الفالنسيا والغريفون في بداية الموسم 13.57% و19.52% على التوالي وطبّقت الاختبارات المختلفة على البكتين المستخلص والمجفف.

الشكل (2): مراحل استخلاص البكتين من ألبيدو الفالنسيا

الشكل (3): مراحل استخلاص البكتين من ألبيدو الغريفون

2.الاختبارات الحسية المجراة على البكتين المستخلص:

1.2 لون البكتين:

تم دراسة لون البكتين المستخلص من الفالنسيا، حيث كان اللون أبيض شفاف قبل التجفيف وحافظ على لون الأبيض مائل إلى الأصفر الفاتح عند التجفيف بالهواء الطلق (الشكل4)، وذلك يتوافق مع ماورد عن مواصفات البكتين (JECFA 2009).

a b

الشكل (4): البكتين المستخلص من الفالنسيا a. بكتين مجفف بالهواء، b. بكتين مستخلص قبل التجفيف

كان البكتين المستخلص من قشور الغريفون ذو لون برتقالي فاتح قبل التجفيف وبقي لونه برتقالي بعد التجفيف بالهواء الطلق ولكن أصبح داكن أكثر مقارنة مع قبل التجفيف (الشكل5)، وذلك يتوافق مع ماورد في مواصفات البكتين في الـ(JECFA 2009) حيث وجد أن اللون يمكن أن يتراوح ما بين الأبيض، أبيض مصفر، رمادي فاتح، برتقالي وبني فاتح.

a b

الشكل (5): البكتين المستخلص من الغريفون a. بكتين مجفف بالهواء الطلق، b. بكتين مستخلص قبل التجفيف

2.2 انحلالية البكتين المستخلص من ألبيدو الفالنسيا والغريفون:

1.2.2 الانحلالية في الماء البارد والساخن:

بعد استخلاص البكتين وتجفيفه درست الانحلالية ضمن الماء المقطر البارد والساخن وكانت النتائج كماهي موضحة بالجدول (5):

الجدول (5): انحلالية البكتين ضمن الماء البارد والساخن

الانحلالية	الماء البارد	الماء الساخن
بكتين الفالنسيا	حدث انحلال بسيط انتباج لبقية العينة	انحل جزء كبير من البكتين بقي جزء بسيط منتبج
بكتين الغريفون	لم يحدث انحلال حدث انتباج للعينة	انحل جزء كبير من البكتين بقي جزء صغير منتبج

تتوافق النتائج السابقة مع ماورد في الكثير من الدراسات، حيث وجد أن البكتين المستخلص من قشور الغريفون غير ذواب بالماء البارد ولكن ينتبج ويشكل معلق بعد التحريك بشكل قوي ومستمر (Aina, V.O. *et al.*, 2012)، بينما البكتين المستخلص من قشور البرتقال انحل بشكل خفيف بالماء البارد، وبعد التحريك المستمر شكل معلق (Aina, V.O. *et al.*, 2012) (Bagde, P.P. *et al.*, 2017).

انحل البكتين من كلا المصدرين بشكل كبير في الماء الساخن، وذلك يتوافق أيضاً مع ماذكر بالدراسات، حيث ينحل البكتين من أي مصدر بالماء الساخن (Sundararaman, S. *et*) (Bagde, P.P. *et al.*, 2017) (Aina, V.O. *et al.*, 2012 *al.*, 2016).

2.2.2 الانحلالية في المحلول القلوي البارد والساخن:

بعد استخلاص البكتين وتجفيفه درست الانحلالية ضمن محلول من هيدروكسيد الصوديوم، وكانت النتائج كماهي موضحة بالجدول (6)

الجدول (6): انحلالية البكتين ضمن الماء والمحلول القلوي

الانحلالية	القلوي البارد	القلوي الساخن
بكتين الفالنسيا	شكل البكتين معلق بلون أصفر فاتح	انحلال البكتين بشكل كامل إعطاء محلول لزج
بكتين الغريفون	لم يحدث انحلال حدث انتباج للعينة	انحل جزء كبير من البكتين بقي جزء صغير منتبج

توافق الانحلالية في المحلول القلوي مع ماورد في الكثير من الدراسات، حيث وجد أن البكتين المستخلص من قشور الغريفون والفالنسيا يشكل ضمن المحلول القلوي البارد معلقاً بلون أصفر (Aina, V.O. *et al.*, 2012) (Bagde, P.P. *et* *al.*, 2017). كما ورد ضمن الدراسات أن البكتين المستخلص من الفالنسيا والغريفون يذوب بالمحلول القلوي الساخن ويشكل سائل حليبي القوام (Aina, V.O. *et al.*, 2012) (Bagde, P.P. *et al.*, 2017).

3.الاختبارات الكيميائية المجراة على البكتين المستخلص:

1.3 تحديد النسبة المئوية لمردود استخلاص البكتين على أساس المادة الجافة:

على اعتبار أن زمن القطاف يؤثر على مردود استخلاص البكتين من الثمار المختلفة، فقد استخلص البكتين في هذه الدراسة من عينات في بداية ونهاية موسم الحمضيات، وذلك من القشرة البيضاء (الألبيدو) للفالنسيا والغريفون باتباع خطوات الاستخلاص الموضّحة سابقاً (الشكل 2)، ثم حُسب مردود الاستخلاص على أساس المادة الجافة من كلا المصدرين باختلاف زمن القطاف، وكانت النسبة المئوية لمردود استخلاص البكتين كما هو موضح بالجدول (7).

الجدول (7): النسبة المئوية لمردود استخلاص البكتين على أساس المادة الجافة

العينة (ألبيدو)	غريفون بداية الموسم	غريفون نهاية الموسم	فالنسيا بداية الموسم	فالنسيا نهاية الموسم
المردود%	0,08 ± %19,52	0,10 ± %9,51	0,05 ± %13,57	1,02 ± %5,34

في دراسة قام بها الباحث Ververis, C. وزملاؤه عام 2007 على البرتقال، وجد أن نسبة البكتين فيها تتراوح ما بين 25–30%. في دراسة أخرى وجد أن النسبة المئوية للبكتين المستخلص من قشور البرتقال تتراوح مابين 12– 28%

(Kalapathy, U. & Proctor, A. 2001). أخيراً، في دراسة اتبعت طريقة مشابهة لطريقة الاستخلاص المتبعة في دراستنا، وجد أن مردود استخلاص البكتين من قشور الحمضيات حوالي 17% (Khan, M. *et al.*, 2015).

في دراسة أجريت لاستخلاص البكتين من قشور الغريفون كان مردود الاستخلاص 19,16% (Bagherian, H. *et al.*, 2011). في دراسة أخرى كان مردود استخلاص البكتين 18% (Yeoh, S. *et al.*, 2008). أخيراً في دراسة أجريت في جامعة تشرين وجد أن مردود استخلاص البكتين من الفالنسيا 22,21%، ومردود استخلاص البكتين من الغريفون 26,8% (Tanjour, Z. 2020). يعزى الاختلاف بنسب مردود الاستخلاص غالباً إلى عدة عوامل منها اختلاف المتغيرات المتبعة ضمن بروتوكول الاستخلاص مثل درجة الحرارة، زمن الاستخلاص، الحمض المستخدم في الاستخلاص، أبعاد العينة، وغيرها من العوامل المؤثرة، إضافة إلى ذلك الأرض الزراعية التي تم الحصول على العينات منها والمعاملات التي تعرضت لها الثمار قبل قطافها (Kalapathy, U. & Proctor, A. 2001) (Bagherian, H. *et al.*, 2011).

2.3 تحديد النسبة المئوية للرطوبة في البكتين المستخلص من ألبيدو الغريفون والفالنسيا:

بعد تجفيف عينات البكتين المستخلص من كل من ألبيدو الغريفون والفالنسيا بالهواء الطلق دُرس محتوى الرطوبة في العينات وكان المتوسط الحسابي للنتائج كما هو موضح بالجدول (8).

الجدول (8): النسبة المئوية للرطوبة في البكتين المستخلص من الغريفون والفالنسيا

مصدر البكتين	ألبيدو الفالنسيا	ألبيدو الغريفون
الرطوبة%	0,25 ± %11,51	0,07 ± %9,88

تبعاً لمعايير جودة البكتين التجاري، يجب أن تكون نسبة الرطوبة في البكتين المستخلص من أي مصدر أقل من 12% (JECFA 2009). يُلاحظ من النتائج الدراسة الحالية أن رطوبة البكتين المستخلص كان ضمن المجال المسموح به. يعتبر المستوى المنخفض من الرطوبة ضروري لتخزين البكتين بشكل سليم، بالإضافة إلى منع النمو الأحياء الدقيقة والذي يمكن أن يؤثر على بنية البكتين نتيجة تحفيزه لإنتاج إنزيم البكتيناز(Akhtar, J. *et al.*, 2020).

3.3 تحديد النسبة المئوية للرماد في البكتين المستخلص من ألبيدو الغريفون والفالنسيا:

بعد تجفيف عينات البكتين المستخلص من كلا المصدرين حُدد محتوى الرماد في العينات، وكانت النتائج كما هو موضح بالجدول (9).

الجدول (9): النسبة المئوية للرماد في البكتين المستخلص من الغريفون والفالنسيا

مصدر البكتين	ألبيدو الفالنسيا	ألبيدو الغريفون
الرماد%	0,07 ± %0,61	0,02 ± %1,98

تتراوح نسبة الرماد في البكتين المستخلص من الغريفون مابين 1,8–2%، بينما تكون في رماد البكتين المستخلص من البرتقال بحدود 0,852% (Mohamed, H. 2016). وجد في الدراسات أن نسبة الرماد تزداد كلما تناقص مردود الاستخلاص (Azad, A.K.M*et al.*, 2014).كذلك وجدت الدراسات أن البكتين يمكن أن يكون عالي الرماد أو منخفض الرماد، حيث ذكر العالم(Ranganna1995) أن البكتين ذو المحتوى العالي من الرماد تكون نسبته حوالي10,96%، بينما

يعتبر البكتين ذو محتوى منخفض من الرماد عندما تكون نسبته حوالي 0,76%، ويعتبر البكتين ذو المحتوى المنخفض من الرماد مناسباً جداً لتشكيل الهلام (Castillo- Israel, K.A.T.*et al.*, 2015).

وجد أن الرماد في البكتين المستخلص من البرتقال يتراوح مابين 0,75–4,80%، وذلك تحت شروط استخلاص مختلفة (Daud, N.Z.A. *et al.*, 2019). كما ذكر في دراسات أخرى أنه طالما كانت محتوى البكتين من الرماد أقل من 10%، فيعتبر البكتين ذو جودة عالية ومثالي لتشكيل الهلام (Azad, A.K.M.*et al.*, 2014) (Ismael, N.S.M.*et al.*, 2002). في الدراسة الحالية يعتبر البكتين المستخلص سواء من ألبيدو الفالنسيا أو الغريفون ذي محتوى منخفض من الرماد، وبالتالي فهو بكتين ذو قدرة جيدة على تشكيل الهلام وذو جودة مقبولة.

4.3 تحديد درجة الأسترة:

تعرف درجة الأسترة بالنسبة المئوية لوحدات حمض الغالاكتورونيك المؤسترة مع الميتانول وتلعب درجة الأسترة دوراً هاماً في شروط تشكيل الهلام. يقسم البكتين حسب درجة الأسترة إلى نوعين أساسيين: بكتين عالي الميتوكسي (DE>50%) يتطلب وجود حمض وسكر لتشكيل الهلام، وبكتين منخفض الميتوكسي (DE<50%) يتطلب وجود شوارد الكالسيوم لتشكيل الهلام. نتيجةً لأهميته تم إجراء التجربة على 4 عينات من البكتين المستخلص من ألبيدو الفالنسيا والغريفون ببداية ونهاية الموسم وكانت النتائج كما هي موضحة بالجدول (10).

الجدول (10): النسب المئوية لدرجة الأسترة للبكتين المستخلص من الفالنسيا والغريفون في مواسم مختلفة

مصدر البكتين	درجة الأسترة (%)
	متوسط حسابي ± انحراف معياري
ألبيدو الفالنسيا، بداية الموسم	0.29 ± 69.75
ألبيدو الفالنسيا، نهاية الموسم	1.00 ± 54.44
ألبيدو الغريفون، بداية الموسم	0.55 ± 75.66
ألبيدو الغريفون، نهاية الموسم	2.40 ± 56.86

ورد في معظم الدراسات أن درجة الأسترة تعتمد بشكل أساسي على عدة متغيرات منها نوع الثمار المستخدم، مرحلة النضج (Yadav, S.D. *et al.*, 2017). تنخفض درجة الأسترة مع التقدم بمراحل نضج الفاكهة (Rose, P.A.E &Abilasha, D. 2016). يُلاحظ في الدراسة الحالية أن البكتين المستخلص من ألبيدو الفالنسيا والغريفون في بداية الموسم كانت درجة أسترته 69.75% و 75.66% على التوالي وبالتالي يعتبر بكتين عالي المحتوى من الميتوكسي (HMP)، كما أن البكتين المستخلص من ألبيدو الفالنسيا والغريفون في آخر الموسم كانت درجة أسترته 54.44% و 56.87% على التوالي، وبالتالي يصنف كبكتين عالي المحتوى من الميتوكسي أيضاً، وبالتالي فإن البكتين المستخلص ببداية ونهاية الموسم من ألبيدو الفالنسيا والغريفون كان عالي المحتوى من الميتوكسي، ولكن ببداية الموسم كان المحتوى من الميتوكسي أعلى من نهاية الموسم. يعتبر البكتين عالي المحتوى من الميتوكسي مفيد في تكوين هلام بسرعة بدرجات الحرارة المرتفعة ودرجة حموضة منخفضة (Fakayode, O.A &Abobi, K.E. 2018) إضافة إلى توافق نتائج الدراسة الحالية مع نتائج دراسة قام بها العالم Sayah, M. على ثمار البرتقال والغريفون في بداية الموسم، حيث وجد أن DE للبكتين المستخلص من ألبيدو الغريفون تساوي 75.35%، وللبكتين المستخلص من ألبيدو الفالنسيا تساوي 74.51%.

وفي دراسة أخرى أجريت على بقايا ثمار الغريفون المأخوذة في نهاية موسم الحمضيات وجد فيها أن درجة الأسترة تساوي 55.01% (Mohamed, H. 2016). أخيراً في دراسة أجريت على قشور البرتقال في بداية الموسم وجد أن درجة الأسترة للبكتين المستخلص من البرتقال تتراوح مابين 65.7–68.7% (Schalwo, S. *et al.*, 2017).

5.3 الوزن المكافئ:

يعرف الوزن المكافئ بالمحتوى الكلي من حمض الغالاكتورونيك الحر غير المؤستر ضمن سلسلة البكتين، وترتبط قدرة التبلور لجزيئات البكتين ارتباطاً وثيقاً في الوزن المكافئ.

تم إجراء التجربة على 4 عينات من البكتين وكانت النتائج كما هي موضحة بالجدول (11).

الجدول (11): النسب المئوية للوزن المكافئ للبكتين المستخلص من الفالنسيا والغريفون في مواسم مختلفة

مصدر البكتين	الوزن المكافئ (%)
	المتوسط الحسابي ± الانحراف المعياري
ألبيدوالفالنسيا، بداية الموسم	0.16 ± 1082.5
ألبيدوالفالنسيا، نهاية الموسم	0.025 ± 272.15
ألبيدوالغريفون، بداية الموسم	0.91 ± 900.62
ألبيدوالغريفون، نهاية الموسم	0.36 ± 132.61

تؤثر مرحلة النضج على الوزن المكافئ كلما نضجت الفاكهة أدى ذلك إلى انخفاض الوزن المكافئ (Virk, B.S. & DR. Sogi, D.S. 2004) وذلك نتيجة الانحلال الجزئي العالي للبكتين المترافق مع نضج الفاكهة (Mohamed, H. 2016) (Yadav, S.D.*et al.*, 2017)، كما يمكن أن تتعلق ارتفاع أو انخفاض الوزن المكافئ للبكتين بكمية حمض الغالاكتورونيك الحر (Yadav, S.D.*et al.*, 2017) (Ramli, N. &Asmawati 2011) بالإضافة إلى الظروف الحمضية (Daud, N.Z.A. *et al.*, 2019).

في دراسة أجريت على الليمون في عام 2014، تم حساب الوزن المكافئ للبكتين المستخلص من ثمار الليمون في بداية الموسم، وبعد اكتمال النضج، فوجد أن الوزن المكافئ يتراوح مابين 368±3 بالنسبة للثمار المكتملة النضج، بينما بالثمار غير الناضجة كان 1632±137 (Azad, A.K.M.*et al.*, 2014)، وجدت دراسة أجريت على ثمار الغريفون أن الوزن المكافئ للبكتين المستخلص من الغريفون 999.95% عند درجة حرارة 100°م (Khan, A. *et al.*, 2014)، بينما وجدت دراسة أخرى أن الوزن المكافئ للبكتين كان حوالي 953 (Kumar, A., & Chauhan., G., 2010). في دراسة أجريت على ثمار الغريفون والبرتقال والليمون، كان الوزن المكافئ للبكتين المستخلص منها هو 293.6%، 534%، 694.44% على التوالي (Aina, V.O.*et al.*, 2012). بينما أشارت دراسة أجريت على البرتقال إلى أن الوزن المكافئ يتراوح بين قيم متعددة ويرتبط بقيم pHالمطبقة، فالوزن المكافئ للبكتين المستخلص عند درجة حموضة 1.5 يتراوح ما بين 199.4 –418.3. بينما عند درجة حموضة 2 يصل الوزن المكافئ إلى 1098.8 (Daud, N.Z.A.*et al.*, 2019).

الاستنتاجات والتوصيات

الاستنتاجات:

1. يعتبر كل من الفالنسيا والغريفون مصدر غني بالبكتين.
2. دُرست الخصائص الكيفية والكمية للبكتين المستخلص من ألبيدو الفالنسيا والغريفون، ووجد أن لون البكتين المستخلص من الفالنسيا أصفر فاتح بينما المستخلص من الغريفون برتقالي فاتح عند التجفيف بالهواء الطلق.
3. انحل البكتين المستخلص من ألبيدو الفالنسيا والغريفون بشكل شبه كامل بالماء الساخن والقلوي الساخن، بينما انحل جزئياً بالقلوي البارد.
4. تتأثر قيم درجة الأسترة والوزن المكافئ بمرحلة النضج، فكلما نضجت الثمار انخفضت قيم كل منهما.

- **التوصيات:**

1. التوسع بدراسة استخلاص البكتين من مصادر مختلفة
2. دراسة خصائص البكتين الأخرى مثل اللزوجة، القدرة على التهلم، الوزن الجزيئي وغيرها
3. دراسة خصائص البكتين كمضاد للأكسدة
4. دراسة فعالية البكتين كـ Prebiotic
5. دراسة البكتين ضمن مجال زمني أوسع لتقييم تأثير النضج بشكل أكبر على خصائصه
6. التأكيد على التوسع بدراسة أنواع مختلفة من الألياف الغذائية وذلك نظراً لأهميتها في الكثير من المجالات

Reference

- Adetunji LR, Adekunle A, Orsat V, Raghavan V, Advances in the pectin production process using novel extraction techniques: a review. Food Hydrocoll, 62:239–250, 2017.
- Aline FrancielleFracasso, Camila Augusto, Perussello, Danielle Carpin´e, Carmen L´ucia de Oliveira Petkowicz, Charles WindsonIsidoroHaminiuk,Chemical modification of citrus pectin: Structural, physical and rheologial implications, International Journal of Biological Macromolecules S0141-8130(17)32334-6 2017
- Al Diab, Dima.; Jarkas Bushra, Controlof hydroxyl methyl furfural levels in available honey in Lattakia, Tishreen University Journal for Research and Scientific Studies - Health Sciences Series Vol. (37) No. (2) 2015

الدياب د.؛ جركس ب. مراقبة سويّات هيدروكسي ميتيل فورفورال في العسل المتوفّر في محافظة اللّاذقية مجلة جامعة تشرين للبحوث والدراسات العملية سلسلة العلوم الصحية 2015 ,2 .n ,37 .v .,

- AL-Diab Dima & Nasser Sendos, Study of Some Affecting Factors on Phenolic Compounds Levels and Their Antioxidant Activity in Some Functional Juices, Tishreen University Journal for Research and Scientific Studies - Health Sciences Series Vol (04) .No. (5) 2018

الدياب د.; ناصر س. دراسة بعض العوامل المؤثرة على سويات المركبات الفينولية وفعاليتها االمضادة للأكسدة في بعض العصائر الوظيفية، مجلة جامعة تشرين للبحوث والدراسات العملية سلسلة العلوم الصحية 2018 ,N.5 ,V.4

- Al Diab Dima, Hasan Nouma and Nezam Akram, Using Albumin Denaturation Inhibition Method to Determine the Anti-Inflammatory Activity of Phenolic Compounds in

Some Locally Available Fruit Juices, Tishreen University Journal. Health Sciences Series Vol (43), No(1) 2021

الدياب د.، حسن ن.، نظام أ. استخدام طريقة تثبيط تمسخ الألبومين في تحديد الفعالية المضادة للالتهاب للمركبات الفينولية في بعض عصائر الفواكه المتوفرة محلياً، مجلة جامعة تشرين للبحوث والدراسات العملية سلسلة العلوم الصحية، 2021 V.43, N.1

- AL-Diab Dima, Al-As'aad Nour, Determination of Phenolic Compounds Levels and Their Antioxidant Activity in Some Local Functional Juices, Tishreen University Journal for Research and Scientific Studies - Health Sciences Series Vol. (37) No. (1) 2015

الدياب د.، الأسعد ن. تحديد سويات المركبات الفينولية وفعاليتها المضادة للأكسدة في بعض العصائر الوظيفية المحلّيّة، مجلة جامعة تشرين للبحوث والدراسات العملية سلسلة العلوم الصحية 2015 .V.37, N.1

- Antony AllwynSundarraj, Thottiam Vasudevan, Ranganathan,ˈSriramulu Gobikrishnanˈ Optimized extraction and characterization of pectin from jackfruit (Artocarpus integer) wastes using response surface methodology, International Journal of Biological Macromolecules, Volume 106, January 2018, Pages 698-703
- Arora T, Sharma R, Frost G Propionate. Anti-obesity and satiety enhancing factor? Appetite 56:511–515, 2011
- Asp NG, Agardh CD, Ahren B, Dencker I, Johansson CG, Lundquist I, Nyman M, Sartor G, Schersten B Dietary fibre in type II diabetes. Acta Med Scand Suppl 656:47–50, 1981
- .A. Allwyn Sundar Raj*, S. Rubila, R. Jayabalan and T. V. Ranganathan, A Review on Pectin: Chemistry due to General Properties of Pectin and its Pharmaceutical Uses, Scientific Reports ,Volume 1 • Issue 12 • 2012
- A. K. M. Azad1, M. A. Ali2, Mst. Sorifa Akter3, Md. Jiaur Rahman1, Maruf Ahmed1, Isolation and characterization of pectin extracted from lemon pomace during ripening, Journal of Food and Nutrition Sciences 2014; 2(2): 30-35
- AOAC Official Methods of Analysis. Plants. 16th edn. Association of Official Analytical Chemists, Washington, DC, 2002
- Ayat Abboud, Dr. Dima AldiabAnd Leen Odaima, Influence of Some Home Preparation and Storage Conditions on Ascorbic Acid Content of Infant Formula, Tishreen University Journal for Research and Scientific Studies - Health Sciences Series Vol. (37) No. (4) 2015
- Akram Nezam1*, Dima Al Diab1 ,Nouma Hasan, In-vitro Anti-inflammatory activity of Total Phenolic content of some fruit juices in Syria, Research J. Pharm. and Tech. 14(7): July 2021
- Bennion, M. The Science of Food. New York. 1980
- Bagde, PP. ,Dhenge, S. and Bhivgade, S. , Extraction of pectin from orange peel and lemon peel, International Journal of Engineering Technology Science and Research Volume 4, Issue 3 2017
- B.R. Sharma, Naresh L., N.C. Dhuldhoya, S.U. Merchant and U.C. Merchant, An Overview on Pectins, Times Food Processing Journal, June-July Issue, Page no. 44-51 (2006)
- B De Cindio, D Gabriele, and FR Lupi, Pectin: Properties Determination and Uses, University of Calabria, Arcavacata di Rende (CS), Italy ã 2016 Elsevier
- Bhatia, S., Sharma, H., &Alam, M. S. Pectin from agricultural by-products: Structure, methods of extraction, physiological benefits and applications. *Indian Journalof Agricultural Biochemistry*, *29*(1), 1–8 (2016).

- Bhardwaj Aprajita *, Singhal Naveen1, Verma Satish, Effect of different extraction conditions on yield of pectin extracted from *Prunus armeniaca*, Asian Journal of Biomedical and Pharmaceutical Sciences; 04 (36); 2014, 26-30
- Bagherian H, ZokaeeAshtiani F, Fouladitajar A, Mohtashamy M. Comparisons between conventional, microwave- and ultrasound-assisted methods for extraction of pectin from grapefruit. Chem Eng Process ProcessIntensif. Elsevier B.V.; 2011; 50: 1237±1243. doi: 10.1016/j.cep.2011.08.002
- B. S. Virk and Dr. D. S. Sogi, Extraction and Characterization of Pectin from Apple (Malus Pumila. Cv Amri) Peel Waste, International Journal of Food Properties, Vol. 7, No. 3, pp. 693–703, 2004.
- Clare L. Adam*, Lynn M. Thomson, Patricia A. Williams, Alexander W. Ross, Soluble Fermentable Dietary Fibre (Pectin) Decreases Caloric Intake, Adiposity and Lipidaemia in High-Fat Diet-Induced Obese Rats, PLoS ONE 10(10): e0140392. (2015)
- Canteri-Schemin M.H., Ramos Fertonani H.C., Waszczynskyj N., Wosiacki G, Extraction of pectin from apple pomace, Brazilian Archives of Biology and Technology 48 (2), 259-266. 2005
- Castillo-Israel, K.A.T., Baguio, S.F., Diasanta, M.D.B., Lizardo, R.C.M., Dizon, E.I. and Mejico, M.I.F., Extraction and characterization of pectin from Saba banana [*Musa 'saba'(Musa acuminata* x *Musa balbisiana)*] peel wastes: A preliminary study, International Food Research Journal 22(1): 190-195 (2015)
- Debapriya Mohanty, SnigdhaMisra, Swati Mohapatra, PriyadarshiSoumyaranjanSahu, Prebiotics and synbiotics: Recent concepts in nutrition,Food BioscienceVolume 26, December 2018, Pages 152-160
- Florina Dranca, Mircea Oroian, Extraction, purification and characterization of pectin from alternative sources with potential technological applications, *Food Research International,* Frin (2018), doi:10.1016/j.foodres.2018.06.065
- Farah Naqash, F.A. Masoodi, Sajad Ahmad Rather, S.M. Wani, Adil Gani, Emerging concepts in the nutraceutical and functional properties of pectin—A Review, Carbohydrate PolymersVolume 168, 15 July 2017, Pages 227-239
- Fuse, K.; Bamba, T.; Hosoda, S. Effects of pectin on fatty acid and glucose absorption and on thickness of unstirred water layer in rat and human intestine. *Dig. Dis. Sci.* 1989, *34*, 1109–1116
- Frost G, Sleeth ML, Sahuri-Arisoylu M, Lizarbe B, Cerdan S, Brody L, et al. The short-chain fatty acid acetate reduces appetite via a central homeostatic mechanism. Nat Commun 5: 361, (2014).
- Georgiev, Y., Ognyanov, M., Yanakieva, I., Kussovski, V., &Kratchanova, M, Isolation, characterization and modification of citrus pectins. *Journal of Bioscience andBiotechnology*, *1*, 223–233. (2012).
- Gee M, McComb EA, McCready RM. A method for the characterization of pectic substances in some fruit and sugar-beet marcs. Journal of Food Science. 1958;23(1):72-5.
- Huda Mohamed, Extraction and characterization of pectin from grapefruit peels, *MOJ Food Process Technol.* 2016;2(1):31–38.
- Ismail NSM, Ramli N, Hani NM, et al. Extraction and characterization of pectin from dragon fruit (*Hylocereuspolyrhizus*) using various extraction conditions. *SainsMalaysiana*. 2002;41(1):41–45.

- Jing-Nan Ren, Yuan-Yuan Hou, Gang Fan, Lu-Lu Zhang, Xiao Li, Kaijing Yin, Si-Yi Pan. Extraction of orange pectin based on the interaction between sodium caseinate and pectin, *Food Chemistry* .2019.01.046
- JECFA Compendium of Food Additive Specifications: Monographs 7, 68th meeting. Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives: Rome (2009).
- Javeed Akhtar, MebrhitGebremariamAbrha, P.K. Omre, GebremeskelGebrekirstosGebru, Extraction And Characterization of Pectin From Lemon Peels Waste, Res J. Chem. Environ. Sci. Vol 8 [1] February 2020: 25-37 Febr
- Kumar A, Chauhan, GS. Extraction and characterization of pectin from apple pomace and its evaluation as lipase (steapsin) inhibitor. *Carbohydrate Polymer*, 82: 454-459 (2010).
- Kalapathy, U. & Proctor, A. Effect of acid extraction and alcohol precipitation conditions on the yield and purity of soy hull pectin. Food Chemistry, 73, 393–396 (2001).
- Khan, M. ,Bibi, N. and Zeb, A. , Optimization of Process Conditions for Pectin Extraction from Citrus Peel , Science Technology and Development 34 (1): 9-15, 2015
- Muhamad zadeh J, Sadghi-Mahoonak AR, Yaghbani M, Aalam M. Extraction of Pectin from Sunflower Head Residues of Selected Iranian Caltivers. *World AppliedScience Journal*, 8: 21-24. (2010).
- McGready, R.M.,. Extraction of Pectin from Citrus Peels and Conversion of Pectin Acid. 2nd Edn., Academic Press, New York, 4: 167-170, 1996.
- Mirela Marić, AntonelaNinčevićGrassino, Zhenzhou Zhu, Francisco J. Barba, MladenBrnčić, SuzanaRimacBrnčić, An overview of the traditional and innovative approaches for pectin extraction from plant food wastes and by-products: Ultrasound-, microwaves-, and enzyme-assisted extraction, *Trends in Food Science & Technology* (2018), doi: 10.1016/j.tifs.2018.03.022
- NasrulWathonia,*, Chu Yuan Shan a, Wong Yi Shan a, Tina Rostinawati b, Raden BayuIndradib,RimadaniPratiwi c, MuchtaridiMuchtaridi, Characterization and antioxidant activity of pectin from Indonesian mangosteen (Garcinia mangostana L.) rind, Heliyon 5 (2019) e02299
- Nour AL Assad & Dima Aldiab, Determination of total antioxidant activity of fruit juices widely consumed in Syria, Research journal of pharmacy and technology, vol(10) issue (4) 2017.
- Nour Al Assad, Dima Aldiab, Antioxidant Activity and Phenolic Content of Eight Mediterranean Fruit Juices, *International Journal of Pharmaceutical Sciences and Nanotechnology*, Vol 9 No 3 (2016): May-June 2016
- Olugbenga Abiola Fakayode and Kingsley Emmanuel Abobi, Optimization of oil and pectin extraction from orange (Citrus sinensis) peels: a response surface approach, Journal of Analytical Science and Technology (2018) 9:20
- P. Alfa Ezhil Rose, D. Abilasha, Extraction and characterization of pectin from lemon peel, International Journal of Advanced Science and Research,VOL. 1, ISSUE 12 (2016)
- Petra Cserjési1, Katalin Bélafi-Bakó2, Zsófia Csanádi3,Sándor Beszédes 4,Cecilia Hodúr, Simultaneous Recovery of Pectin and Colorants from Solid Agro-wastes Formed in Processing of Colorful Berries, *Progress in Agricultural Engineering Sciences 7 (2011), 65–80*
- R. Begum , M.G. Azizb, M.B. Uddinb, Y.A. Yusofa,, Characterization of Jackfruit (*Artocarpus heterophyllus*) Waste Pectin as Influenced by Various Extraction Conditions, Agriculture and Agricultural Science Procedia 2 (2014) 244 – 251

- Ronganna, S. .Manual of Analysis of Fruits and Vegetable Products.Tata McGraw Hill publishing Company Ltd. New Delhi, pp. 40-42, 1986.
- R N Shukla, K L Bala, A Kumar, A A Mishra, K C Yadav, Extraction of Pectin from Citrus Fruit Peel and Its Utilization in Preparation of Jelly, International Journal of Engineering Research & Technology (IJERT), Vol. 3 Issue 5, May – 2014
- Ramli, N., Asmawati,. Effect of Ammonium Oxalate and Acetic Acid at Several Extraction Time and pH on Some Physicochemical Properties of Pectin from Cocoa Husks (TheobromaCacao). African Journal of Food Science 5(15), 790-798, 2011
- Roger Clemens [1], Sibylle Kranz, Amy R Mobley, Theresa A Nicklas, Mary Pat Raimondi, Judith C Rodriguez, Joanne L Slavin, Hope Warshaw Filling America's fiber intake gap: summary of a roundtable to probe realistic solutions with a focus on grain-based foods. *Journal of Nutrition*, 142: S1390–S1401 (2012).
- Sebastian Schalow1 · Mary Baloufaud2 · Thibaut Cottancin2 · Jürgen Fischer3 · Stephan Drusch1, Orange pulp and peel fibres: pectin‑rich by‑products from citrus processing for water binding and gelling in foods, Eur Food Res Technol DOI 10.1007/s00217-017-2950
- Sudhir D. Yadav1, Namrata S. Bankar2, Namrata N. Waghmare3, Deepali C. Shete, Extraction and Characterization of Pectin from Sweet Lime, 4th International Conference on Multidisciplinary Research & Practice (4ICMRP-2017)
- Sundararaman Sathish, Narendrakumar, G, Sundari N, AmarathMohidra, Thayyil Philip J, Extraction of pectin from used citrus limon and optimization of process parameters using response surface methodology, Research journal of pharmacy and technology vol (9), issue (12) 2016
- S. Yeoh, J. Shi, T.A.G. Langrish, Comparisons between different techniques for water-based extraction of pectin from orange peels, Journal of Desalination 218 (2008) 229–237.
- Thakur B.R, Singh R.K, and Handa A.K. Chemistry and uses of pectin – a review. Critical Reviews in Food Science and Nutrition 37: 47–73, (1997)
- Ververis, C., Georghiou, K., Danielidis, D., Hatzinikolaou, D. G., Santas, P., Santas, R., &Corleti, V. (2007). Cellulose, hemicelluloses, lignin and ash content of some organic materials and their suitability for use as paper pulp supplements. *BioresourceTechnology*, *98*(2), 296 301.https://doi.org/10.1016/j.biortech.2006.01.007
- Visser J, Voragen, AGJ eds Pectins and pectinases (Vol. 14). Elsevier (1996).
- V.O. Aina, 1Mustapha M. Barau, 2O.A. Mamman, 1Amina Zakari, 1Hauwa Haruna, M.S. Hauwa Umar and 1Yagana Baba Abba, Extraction and Characterization of Pectin from Peels of Lemon (*Citrus limon*), Grape Fruit (*Citrus paradisi*) and Sweet Orange (*Citrus sinensis*), British Journal of Pharmacology and Toxicology 3(6): 259-262, 2012
- Van der Kamp, J. W. *Edited, Dietary Fiber – Bio-active Carbohydrates for Food and Feed*. Wageningen Academic Publishers, Wageningen, TheNetherlands (2004).
- Yao Olive Li, and Andrew R. Komarek, Dietary fibre basics: Health, nutrition, analysis, and applications, *Food Quality and Safety*, 2017, 1, 47–59
- Yadav SD, Bankar NS, Waghmare, NN, Shete DC Extraction and characterization of pectin from sweet lime. 4th International Conference on Multidisciplinary Research & Practice, pp. 58–63, (2017)
- Zhang, M., Zeng, G., Pan, Y., & Qi, N. Difference research of pectins extracted from tobacco waste by heat reflux extraction and microwave-assisted extraction. *Biocatalysis and Agricultural Biotechnology, 15*, 359–363. (2018).

- Zhu, Z., Guan, Q., Koubaa, M., Barba, F. J., Roohinejad, S., Cravotto, G., … He, J. HPLC-DAD-ESI-MS2 analytical profile of extracts obtained from purple sweet potato after green ultrasound-assisted extraction. *Food Chemistry*, *215*, 391–400, (2017).
- Zenan Tanjour, Extraction of pectin from different varieties of citrus Fruits and identify factors influencing extraction, Tishreen University Journal for Research and Scientific Studies - Biological Sciences Series Vol. (24) No. (3) 4242. 2020

زنان طنجور، استخلاص البكتين من ثمار أصناف مختلفة من الحمضيات وتحديد العوامل المؤثرة على الاستخلاص، مجلة جامعة تشرين للبحوث والدراسات العملية سلسلة العلوم البيولوجية، 2020 ,N.3 ,V.24