بررسی آزمایشگاهی خشک کردن انجیر به کمک سیال دی اکسید کربن فوق بحرانی

جواد سرگلزایی[1*]، سعید آیینه[2]

۱- دکتری مهندسی شیمی، استاد دانشگاه فردوسی مشهد

۲- کارشناسی ارشد مهندسی شیمی، دانش آموخته دانشگاه فردوسی مشهد

(تاریخ دریافت: ۹۷/۰۷/۰۸ تاریخ پذیرش: ۹۸/۰۸/۱۹)

چکیده

خشک کردن مواد غذایی مانند روشهای انجمادی و توسط هوای داغ ایده آل نیستند و باعث کاهش ارزش غذایی می شوند و گران هستند و تنها برای مواد غذایی با ارزش زیاد مورد استفاده قرار می گیرد. در این تحقیق، خشک کردن با سیال فوق بحرانی دی اکسید کربن جهت حذف رطوبت از انجیر مورد بررسی قرار گرفت. در روش خشک کردن با سیال فوق بحرانی ساختار محصولات غذایی هنگام خشک شدن حفظ می شود. طراحی آزمایش به روش فاکتوریل کامل به کمک نرم افزار Design Expert و جدول آنالیز واریانس برای تاثیر سه پارامتر فشار، دما و زمان برای اندازه گیری میزان حذف رطوبت انجام شد. مدل فاکتوریل محاسبه شده معنی دار و قادر به انتخاب پارامترهای برتر خشک کردن بود. در شرایط بهینه بیشترین عملکرد خشک کردن (۷۸,۱۰۹درصد) با میزان مطلوبیت ۰,۹۹۲ در فشار ۲۰ مگاپاسکال، دمای ٦۰ درجه سانتیگراد و مدت زمان ۱۲۰ دقیقه بود. نتایج نشان داد خشک کردن انجیر در کل دوره خشک کردن در مرحله نزولی صورت می‌گیرد که این امر نشاندهنده آن است که در خشک شدن این مواد، نفوذ درونی رطوبت کنترل‌کننده نرخ خشک کردن و انتقال جرم می‌باشد. در این تحقیق با حل قانون دوم فیک و در بازه فشار و دمای آزمایش شده با فرض کروی بودن انجیر به کمک معادله کرانک برای آن مقدار ضریب نفوذ رطوبت بین $۴/۵۱\times۱۰^{-۱۰}$ و $۰/۱۸\times۱۰^{-۱۰}$ مترمربع بر ثانیه به دست آمد. همچنین سرعت خشک کردن انجیر نیز محاسبه شد. افزایش دما و فشار باعث افزایش سرعت خشک شدن می شود.

کلید واژگان: انجیر، خشک کردن، سیال فوق بحرانی، معادله کرانک، ضریب نفوذ

* مسئول مکاتبات: sargolzaei@um.ac.ir

[Downloaded from fsct.modares.ac.ir on 2024-05-10]

۱- مقدمه

انجیر خوراکی با نام علمی فیکوس کاریکا[1] یک درخت برگ ریز از خانواده موراسه[2] یک محصول مهم در سراسر جهان است که در هر دو نوع تازه و خشک مصرف می شود. بیش از ۱۰۰۰ گونه شناخته شده درخت انجیر در جهان وجود دارد. تا ارتفاع ۷ تا ۱۰ متر رشد می کند. رنگ پوست آن از سبز تا بنفش تیره، متفاوت است [۱، ۲ و ۳]. انجیر میوه ای خوشمزه، مقوی و دارای خواص دارویی مانند کاهش خطر ابتلا به سرطان و بیماری های قلبی است [٤]. میوه انجیر دارای ترکیبات فعال زیستی مفید برای سلامتی مانند فنولیک، آنتوسیانین ها، استرول ها و مواد معدنی است. انجیر منبع بسیار خوبی از فیبر خام، فیتواسترول و کاروتنوئید است [۳]. با توجه به این که انجیر منبع مهم کربوهیدرات و حاوی اسیدهای آمینه ضروری و سرشار از ویتامین های آ، ب۱، ب۲، ث و مواد معدنی است دارای اهمیت غذایی زیادی در تغذیه می باشد [٥].انجیر یکی از میوه های بسیار محبوب است که با خشک کردن آن عمر مفیدش افزایش پیدا می کند و می توان اطمینان داشت که محافظت شود. انجیر خشک را می توان برای شش تا هشت ماه ذخیره کرد. هدف اصلی در خشک کردن محصولات کشاورزی کاهش رطوبت به یک سطح مشخص است که اجازه می دهد تا ذخیره سازی امن و طولانی مدت آن انجام شود [۱و٤و٥]. انرژی خورشیدی یک منبع جایگزین مهم انرژی و نسبت به سایر منابع انرژی ارجحیت دارد، زیرا فراوان، پایان ناپذیر و غیر آلاینده است. همچنین تجدید پذیر، ارزان و دوست دار محیط زیست است [٥]. اما برای میوه ای نظیر انجیر نیاز به فضای بزرگ برای مقدار زیادی از محصول می باشد [٦]. نگرانی در مورد ایمنی محصول نهایی وجود دارد که عمدتاً به دلیل خطر آفلاتوکسین است [۷]. سویای مرطوب با استفاده از کربن دی اکسید فوق بحرانی در دمای ٤٠ درجه سانتیگراد و فشار ۱۰,۳ مگاپاسکال و نرخ جریان ۲۰ میلی لیتر بر دقیقه کربن دی اکسید خشک شد [۸]. محققین قطعات استوانه ای هویج را با سیال فوق بحرانی در فشار ۲۰ مگاپاسکال و دمای ٤٠ تا ٦٠ درجه سانتیگراد خشک کردند [۹]. هویج پخته شده و پخته نشده با سیال فوق بحرانی و هوا در دمای ٤٠ تا ٦٠ درجه سانتیگراد خشک شد. رابطه بین مقدار رطوبت و زمان در خشک کردن با سیال فوق بحرانی خط مستقیم بود که نشان دهنده سینتیک صفر است. مدت زمان خشک کردن با سیال فوق بحرانی ۱۵۰ دقیقه بود [۱۰]. حلالیت آب در دی اکسید کربن فوق بحرانی بررسی شده است. حلالیت مایعات در مایعات فوق بحرانی تا فشار ۳۵ مگاپاسکال و محدوده دمایی ۲۰ تا ۱۵۰ درجه سانتیگراد است. افزایش دما و افزایش فشار باعث افزایش حلالیت آب در دی اکسید کربن مایع و فوق بحرانی می شود [۱۱و۱۲]. اسانس فلفل فرنگی با سیال فوق بحرانی دی اکسید کربن در دما، فشار و زمان های متفاوت استخراج شده است [۱۳]. با سیال فوق بحرانی در دمای ٤٠ تا ۸۰ درجه سانتیگراد و فشار ۱۰ تا ۳۰ مگاپاسکال روغن برگ پیپر بتل لین استخراج شده است [١٤]. همچنین با استفاده از دی اکسید کربن فوق بحرانی اسانس برگ و ساقه لیمو استخراج شد [۱۵]. فورفورال نیز با سیال فوق بحرانی دی اکسید کربن از سبوس برنج استخراج گردید و افزایش دما، فشار و جریان گاز باعث افزایش استخراج شد [١٦]. آنتوسیانین و فنولیک را از توت سیاه هندی با سیال فوق بحرانی دی اکسید کربن استخراج کرده اند[۱۷]. در تحقیقی روغن را از کدو تنبل با سیال فوق بحرانی دی اکسید کربن استخراج کردند [۱۸]. روغن کلزا با سیال فوق بحرانی دی اکسید کربن استخراج شد. توافق بسیار خوبی بین مقادیر مشاهده شده و پیش بینی شده یافت شد [۱۹]. ترکیبات فلاونوئید را از برگ کریسپوس با سیال فوق بحرانی دی اکسید کربن استخراج کرده اند [۲۰]. روغن از دانه های روغنی با استفاده از سیال فوق بحرانی دی اکسید کربن استخراج شده است. متغیر های ورودی دما، فشار، زمان، و نرخ جریان بود

1. Ficus carica
2. moraceae

[Downloaded from fsct.modares.ac.ir on 2024-05-10]

[۲۱]. روغن دانه گل تاج خروس با سیال فوق بحرانی استخراج شده است. متغیرهای ورودی دما، فشار، زمان استخراج و سرعت جریان بود [۲۲]. اسانس پوست انار را با استفاده از سیال فوق بحرانی استخراج کرده اند [۲۳]. اجزایی نظیر هیدروکربن های آروماتیک چند حلقه ای را از آلودگی های محیط با سیال فوق بحرانی دی اکسید کربن استخراج نموده اند [٢٤]. بتا کاروتن را با سیال فوق بحرانی از روغن پالم استخراج کردند. متغیرهای ورودی دما، فشار و زمان بود. ضریب نفوذ به فشار و دما وابسته و مستقل از زمان بود [۲۵]. با توجه به معایب روش‌های معمول خشک کردن، روش‌های مدرن نظیر سیال فوق بحرانی به دلیل مزایا و همچنین به دلیل محدودیت‌های قانونی موجود در صنایع غذایی و دارویی در استفاده از حلال‌های آلی در سال‌های اخیر مورد توجه بسیاری قرارگرفته‌اند. سیال فوق بحرانی رفتاری مانند گاز اما چگالی مانند مایع دارد. علاوه بر این ویسکوزیته سیال فوق بحرانی ۱۰ تا ۱۰۰ برابر کم تر و نفوذ آن ۱۰ برابر بیش تر از آب است در نتیجه انتقال جرم در سیال فوق بحرانی بهتر است. چگالی مایع مانند سیال فوق بحرانی به آن ها توانایی حلال خوب می دهد. تقریباً بیش تر برنامه های کاربردی فراوری مواد غذایی به روش فوق بحرانی، از سیال دی اکسید کربن که غیرقطبی و ایمن است، استفاده می کنند. فرآیند خشک کردن در سیال فوق بحرانی دی اکسید کربن یک فرآیند استخراج است. در حقیقت آب با تبخیر یا تصعید حذف نمی شود بلکه در سیال فوق بحرانی دی اکسید کربن حل می شود. مشکل اصلی این فرآیند، حلالیت کم آب در سیال فوق بحرانی دی اکسید کربن است. گرچه تحقیق بسیار کمی در خشک کردن مواد غذایی با این روش شده است، اما درمورد خشک کردن ژل ها بررسی زیاد شده است [٢٦]. دما و فشار مهم‌ترین پارامترهای تأثیرگذار در فرآیند سیال فوق بحرانی[3] می‌باشند. فرآیند خشک کردن (استخراج و جداسازی رطوبت از جامد) بیشتر سیالات فوق بحرانی در دمای پایین انجام می‌شود. در نتیجه این فرآیند برای مواد حساس به دما مناسب است [۲۷]. ۱هدف از این تحقیق رسیدن به روشی جایگزین برای خشک کردن انجیر با کیفیت بالا است و طبق آن خشک کردن با سیال فوق بحرانی انتخاب شده است. همچنین علاوه بر خشک کردن انجیر توسط سیال فوق بحرانی دی اکسید کربن، مدل ساده شده قانون دوم فیک برای درصد رطوبت حذف شده و ضریب نفوذ رطوبت انجیر در فشار، دما و زمان های مختلف بکار برده شد.

۲- مواد و روش ها

نمونه‌های انجیر سبز از انجیرستان شهرستان استهبان استان فارس چیده شد و پس از آن در داخل بسته‌های پلاستیکی قرار داده و داخل یخچال با دمای ٤ درجه سانتیگراد نگه داری شد تا دما و محتوای رطوبت در همه جای نمونه‌ها همگن شود و سپس برای انجام آزمایش از داخل یخچال خارج گردید. برای مقایسه مقدار رطوبت نمونه‌ها طی فرآیند خشک کردن با داده-های آزمایشگاهی و محاسبه خواص دیگر، انجیر کروی شکل در نظر گرفته شد. ابتدا نمونه را با ترازوی دیجیتال با دقت ±۰,۰۱ (شرکت M.T. Electronic آلمان) وزن کرده و با کولیس با دقت (کولیس آکاد ساده ۱۵ سانت) قطر ۰,۰۲ میلی متر اندازه گیری شد. روش پاسخ سطح به کمک نرم افزار Design Expert ver. 7نیز برای آنالیز متغیرها و بهینه سازی مقدار رطوبت حذف شده انجیر استفاده شد. در این روش با داشتن سه متغیر فشار، دما و زمان خشک کردن طراحی آزمایش ها به روش فاکتوریل کامل و به کمک نرم افزار Design Expert انجام شد. جدول ۱ دامنه تغییرات تعریف شده برای متغیرهای ورودی را نشان می دهد.

3. Supercritical Fluid Extraction (SFE)

[Downloaded from fsct.modares.ac.ir on 2024-05-10]

Table 1 The range of inputs variation in the complete factorial method

variable	code	unit	Bottom level	Up level	Range of variations
temperature	A	°C	40	60	20
pressure	B	MPa	8	20	12
time	C	min	60	120	60

با توجه به این سه متغیر اعمال شده تعداد ۸ آزمایش به روش فاکتوریل کامل ارائه شد که در جدول ۲ داده های آزمایشگاهی به عنوان ورودی به نرم افزار داده شده است.

Table 2 Experiment data Design Expert Software

Y (amount moisture of removal) (%)	time (min)	Temperature (°C)	Pressure (MPa)
78.7	120	60	200
27.15	60	60	200
70.93	120	40	200
21.67	60	40	200
25	120	60	80
8.4	60	60	80
14.5	120	40	80
5.8	60	40	80

نرم افزار با استفاده از نتایج به دست آمده از آزمایش های انجام شده برای هر متغیر پاسخ، انواع خطوط را در نقاط آزمایش شده برازش کرده و ارائه می کند. جدول آنالیز واریانس [4] (ANOVA)ابزاری است که با ارائه برخی نکات، صحت و دقت برازش را بررسی می کند. مقادیر بالای F-value حاکی از اهمیت اثر است. اگر p-value برای اثری بیش تر از ۰٫۰۵ باشد، آن اثر مهم نخواهد بود و مقادیر کم تر از ۰٫۰۱ نشان گر اهمیت اثر است. مقدار p-value مدل برای متغیر خروجی رطوبت حذف شده ۰٫۰۰۰۲ است که بیانگر دقت بالای برازش می باشد.معیار ارزیابی بهترین مدل محاسبه ضریب همبستگی(R^2) و ریشه متوسط مربعات خطا (RMSE) است که از روابط ۱ و ۲ به دست می آید:

$$R^2 = 1 - \frac{\sum_{n=0}^{\infty}(y_{obs}-y_{est})^2}{\sum_{n=0}^{\infty}(y_{pred}-y_{obs})^2} \quad (۱)$$

$$RMSE = \sqrt{\frac{\sum_{n=0}^{\infty}(y_{obs}-y_{est})^2}{N}} \quad (۲)$$

در معادلات بالا y_{obs}، y_{pred}، R^2 و $RMSE$ به ترتیب مقادیر آزمایشی، پیشگویی، ضریب همبستگی و ریشه میانگین مربعات خطا و N تعداد مشاهدات (داده ها) است. هرچه R^2 بالاتر(نزدیک به یک) و RMSE پایین تر باشد تغییرات نسبت رطوبت را در طی خشک شدن مناسب تر پیش بینی می کند. برای به دست آوردن ضریب نفوذ رطوبت ابتدا باید انجیر را با دما و فشارهای مختلف خشک کرده و تغییرات رطوبت آن در حین خشک کردن به دست آورده شود. برای به دست آوردن ضریب نفوذ از فرض کره بودن انجیر استفاده شده است. ضریب نفوذ انجیر با استفاده از رابطه کرانک برای کره محاسبه شده است:

$$\frac{M(\theta)-M_e}{M_0-M_e} = MR(\theta) = \frac{6}{\pi^2}\sum_{n=1}^{\infty}\frac{1}{n^2}\exp(-n^2\pi^2 FO_m) \quad (۳)$$

عدد بدون بعد فوریه (FO_m) برای کره به صورت زیر می‌باشد:

$$FO_m = \frac{D_{eff}t}{R^2} \quad (٤)$$

با لگاریتم گرفتن از طرفین رابطه (۳) معادله خطی زیر حاصل می شود:

$$\ln(MR(\theta)) = \ln\left(\frac{6}{\pi^2}\right) - \pi^2 FO_m + \ln[1 + {}^1/_4\exp(-3\pi^2 Fo_m) + {}^1/_9\exp(-8\pi^2 Fo_m) + \cdots] \quad (۵)$$

برای کاهش خطای محاسباتی، ضریب نفوذ (D_{eff}) در رابطه شماره ۳ محاسبه می شود.

4. Analysis Of Variance (ANOVA)

[Downloaded from fsct.modares.ac.ir on 2024-05-10]

۲-۱- خشک کردن با سیال فوق بحرانی

دستگاه سیال فوق بحرانی در دانشگاه فردوسی مشهد در آزمایشگاه صنایع غذایی گروه مهندسی شیمی ساخته شده است. قسمت های اصلی این دستگاه عبارتند از: مخزن پیش گرم کن، سل استخراج cc ۵۰، پمپ، لوله کشی و اتصالات و سیال فوق بحرانی کربن دی‌اکسید بود که در درون سیلندر ٤٥ کیلوگرمی (شرکت خوراکیان، جاده قوچان، ایران) قرار داشت. طرحواره این دستگاه در شکل ۱ نشان داده شده است.

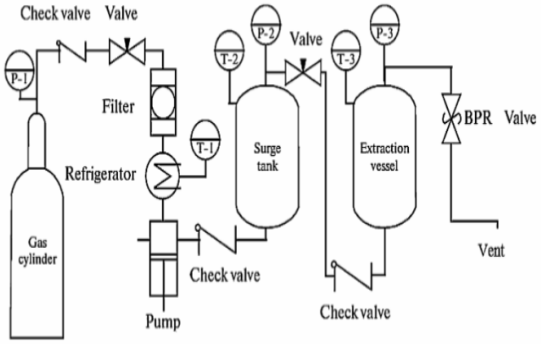

Fig 1 High pressure apparatus for supercritical fluid extraction

ابتدا انجیرهای توزین شده را با استفاده از توری های خاص که برای این کار در نظر گرفته شد وارد سل استخراج کرده و درب آن را بسته و برای ایمنی کار در طول عملیات خشک شدن کاملاً اطمینان حاصل شود. با توجه به فشارسنج باید دبی و فشار گاز دی اکسید کربن ورودی را طوری تنظیم کرد تا فشار مورد نظر در سل استخراج به فشاری بالاتر از فشار بحرانی دی اکسید کربن رسد.

پس از آن گاز دی اکسید کربن آب داخل انجیر را در خود حل می کند. با گذشت زمان که بر اساس طرح آزمایش مشخص می شود (در نتایج این تحقیق حدود ۱۲۰ دقیقه) عملیات را متوقف کرده و تخلیه کامل دی اکسید کربن از سل انجام و انجیرها از مخزن خارج می شوند. وزن انجیر را اندازه گیری کرده تا میزان آب از دست داده مشخص گردد. همچنین قطر انجیر نیز اندازه گیری شد. در انتهای بازه زمانی خشک کردن، نمونه‌ها داخل آون (شرکت پارسیان طب، ایران) با دمای ۸۰ درجه سانتیگراد قرار گرفتند تا جرم خشک هر نمونه که برای محاسبه رطوبت محصول موردنیاز می‌باشد، تعیین شود.

۲-۲ محاسبه درصد رطوبت حذف شده

با ترازوی دیجیتال وزن اولیه و وزن ثانویه و وزن خشک انجیرها اندازه گیری شد. سپس با استفاده از روابط ٦ و ۷ می توان درصد رطوبت از دست داده را بر مبنای خشک محاسبه کرد:

(٦)

$$\text{درصد رطوبت از دست داده} = \left(\frac{X_0 - X_f}{X_0}\right) \times 100$$

(۷)

$$X_i = \frac{\text{وزن رطوبت}}{\text{وزن جامد خشک}} = \left(\frac{W_i - W_e}{W_e}\right)$$

داده های اندازه گیری و محاسبه شده در جداول ۳ و ٤ آورده شده است.

Table 3 Dry fig weight in pressures and at different times

Dry weight (gr)	Weight after 120 minutes (gr)	Weight after 90 minutes (gr)	Weight after 60 minutes (gr)	Weight after 30 minutes (gr)	Diameter (mm)	Initial (gr) weight	temperature (^oC)	pressure (MPa)	test
1.55	1.65	1.74	1.83	1.92	15.22	2.02	60	20	1
1.66	1.80	1.88	1.95	2.05	14.98	2.14	40	20	2
1.93	2.14	2.22	2.30	2.38	15.02	2.47	60	15	3
1.93	2.25	2.32	2.39	2.45	17.10	2.53	40	15	4
2.22	2.60	2.67	2.74	2.81	15.08	2.89	60	12	5
2.03	2.45	2.49	2.55	2.61	15.96	2.66	40	12	6
2.16	2.64	2.68	2.71	2.76	15.10	2.8	60	8	7
1.98	2.46	2.48	2.49	2.52	18.90	2.54	40	8	8

[Downloaded from fsct.modares.ac.ir on 2024-05-10]

Table 4 Weight (initial, secondary and dry) and moisture content (initial, secondary and lost) data

Y (%)	Secondary moisture X_f	Initial moisture X_o	(gr)Dry weight W_e	(gr)Secondary weight W_f	(gr)Initial weight W_o	(min) time	(°C) temperature	(MPa) pressure
78.7	0.064	0.303	1.55	0.1	0.47	120	60	20
27.15	0.212	0.291	1.51	0.32	0.44	60	60	20
70.93	0.084	0.289	1.66	0.14	0.48	120	40	20
21.57	0.235	0.300	1.70	0.40	0.51	60	40	20
25	0.222	0.296	2.16	0.48	0.64	120	60	8
8.4	0.284	0.310	3.03	0.86	0.94	60	60	8
14.5	0.242	0.283	1.98	0.48	0.56	120	40	8
5.8	0.293	0.311	2.70	0.79	0.84	60	40	8
61.1	0.109	0.280	1.93	0.21	0.54	120	60	15
46.6	0.166	0.311	1.91	0.32	0.60	120	40	15
43.4	0.171	0.302	2.22	0.38	0.67	120	60	12
33.2	0.207	0.310	2.03	0.42	0.63	120	40	12

۳- بحث و نتایج

۳-۱- طراحی و آنالیز آزمایش

جدول ۵ بیانگر توانایی منحنی برازش شده در پیش بینی نقاط آزمایش می باشد. با توجه به مدل به دست آمده از روش آنالیز واریانس که مقادیر خروجی از نرم افزار طراحی آزمایشات است می توان مطمئن شد که این مدل ها می توانند برای توصیف فضای طراحی به کار روند [۲۳].

Table 5 Results of ANOVA table in experimental design

	p-value	F-value	R^2	R^2_{adj}	R^2_{pred}	Adeq. Precision
Y	0.0004	239.70	0.9969	0.9927	0.9778	39.580

۳-۲-آنالیز آماری درصد رطوبت حذف شده

جدول ANOVA که اثرات مهم آن در جدول ٦ آورده شده است، نمایش می دهد که فشار، زمان و دما به ترتیب مقادیر F-value بالا و p-value پایین دارند و در درصد حذف رطوبت مهم هستند.

Table 6 ANOVA table for important effects of removed moisture

Source	Sum of squares	Df	Mean square	F-value	p-value Prob>F	Comment
Model	5406.55	4	1351.64	239.70	0.0004	important
A-temperature	86.79	1	86.79	15.39	0.0295	
B-pressure	2619.07	1	2619.07	464.47	0.0002	
C-time	1987.97	1	1987.97	352.55	0.0003	
BC	712.72	1	712.72	126.40	0.0015	
Residual	16.92	3	5.64			
Cor total	5423.46	7				
Std. Dev.	2.37					
Lack of fit	160.57					
Mean	31.52					
C. V. %	7.53					
Press	120.29					

[Downloaded from fsct.modares.ac.ir on 2024-05-10]

معنی‌دار بودن آزمون عدم برازش (Lack of fit) برای یک مدل بیانگر این است که نقاط به خوبی اطراف مدل قرار نگرفته‌اند و در نتیجه نمی‌توان از مدل برای پیشگویی مقادیر متغیرهای تابع استفاده نمود. برای اینکه مدل توانایی خوبی برای برازش اطلاعات داشته باشد لازم است که ضرایب همبستگی دارای بالاترین مقدار باشند. P-value برای مدل و همه پارامترها مقدار کم تر از ۰٫۰۵ بود. با داشتن میزان انحراف معیار پایین ($۱٫۴۵۸\times۱۰^{-۳}$) و دقت محاسبات بیشتر از ٤ و مقدار فقدان برازش بیشتر از ۰٫۰۵ می توان انتظار داشت که این مدل بتواند داده های جدید را به خوبی پیش بینی کند. میانگین حذف رطوبت ۰٫۰۹۳ است. افزایش فشار، زمان و دما باعث افزایش درصد رطوبت حذف شده می شود. تاثیر زمان بیش تر از دما بر حذف رطوبت است. با افزایش دما مقدار حذف رطوبت بسیار کم افزایش پیدا می کند اما با افزایش زمان خشک شدن، حذف رطوبت افزایش چشم گیری دارد. مدل به دست آمده برای رطوبت از دست رفته که معادله وابستگی متغیرهای ورودی و خروجی است، طبق رابطه زیر می باشد:

(۸)

$$Model=0.093+0.011A+0.053B+0.047C+5.875\times10^{-3}AC+0.029BC$$

۳-۳ بهینه سازی

مقدار بهینه هر پاسخ اینگونه تعریف می شود که می تواند بیشینه، کمینه در یک محدوده خاص یا حتی یک عدد خاص باشد. نرم افزار بهترین شرایط را به گونه ای ارائه می کند که مجموعه متغیرهای پاسخ به مقدار بهینه خود نزدیک باشند و عددی به نام مطلوبیت نیز برای هر کدام از این شرایط ارائه می دهد. این عدد بین صفر و یک است و هر چه به یک نزدیک تر باشد بهتر است. شرایطی که دارای مطلوبیت بیشتر است به عنوان شرایط بهینه در جدول ۷ ارائه شده است. معیار بهینه یابی در نرم افزار روشهای عددی است که در داخل آن محاسبات انجام شده و مقدار بهینه درصد حذف رطوبت ارائه می شود. همچنین می توان با تغییر درصد رطوبت حذف شده متغیر خروجی، میزان اهمیت آن را در فرآیند بهینه سازی کم و زیاد کرد.

Table 7 Optimum conditions and desirability percentage

	temperature (°C)	pressure (MPa)	time (min)	% removal moisture	desirability
Optimum	60	20	120	78.109	0.992

۳-٤- بررسی تغییرات رطوبت انجیر

در دما و فشارهای مختلف رطوبت انجیر هر ۳۰ دقیقه در بازه زمانی ۱۲۰ دقیقه اندازه گیری شد که در شکلهای ۲ و ۳ نتایج آمده است.

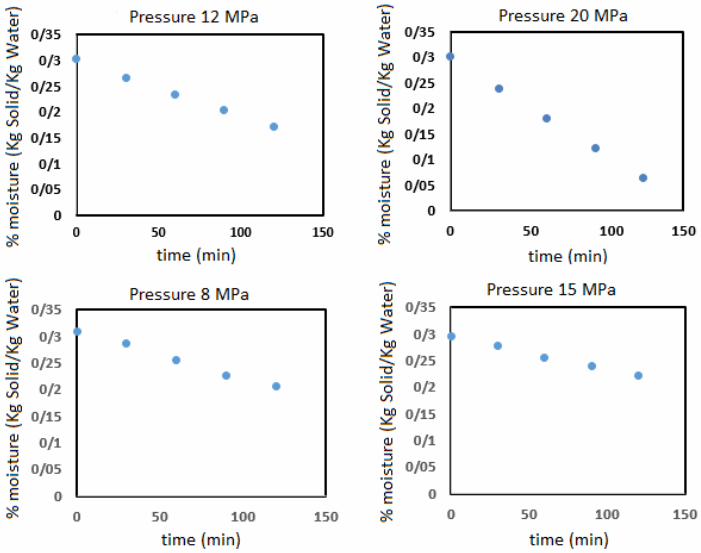

Fig 2 Diagram for drying figs at different pressures in 60 ° C

[Downloaded from fsct.modares.ac.ir on 2024-05-10]

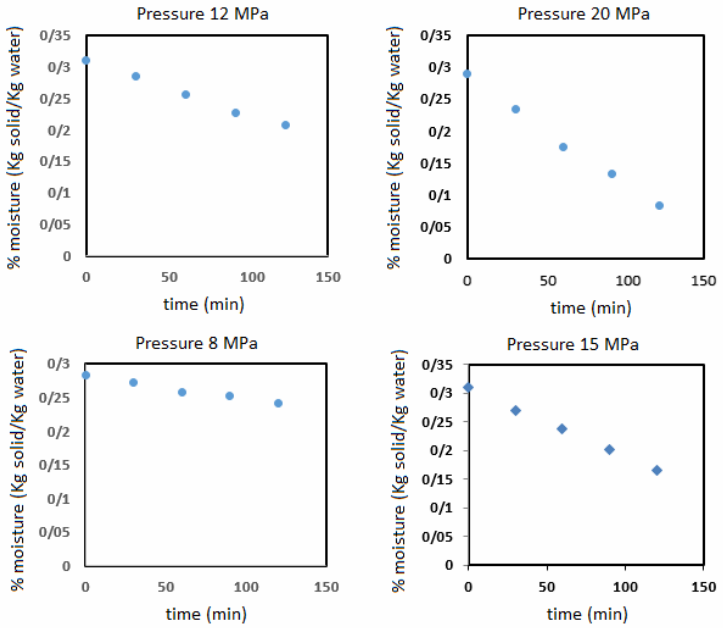

Fig 3 Diagram for drying figs at different pressures in 40 °C

شکل‌های ۲ و ۳ نشان دهنده آن است که خشک کردن انجیر در کل دوره خشک کردن در مرحله نزولی صورت می‌گیرد که این امر نشان می دهد در خشک شدن این مواد، نفوذ درونی رطوبت کنترل‌کننده نرخ خشک کردن و انتقال جرم می‌باشد. در کل بازه خشک شدن، آب در دی اکسید کربن حل می شود. با نرم افزار اکسل نمودار درصد رطوبت-زمان رسم شد. در مقایسه با نتایج دیگران مطابق جدول ۸ می توان نتایج این تحقیق را قابل قبول دانست.

Table 8 Comparison the results of this study with others

P (MPa)	T(°C)	Time (hr)	% moisture	
0.1	55-85	72	22.3	[28]
29	44.7	1.42	25.95	[29]
0.1	60	33	50	[7]
0.1	64	24	30	[30]
0.1	65	216	40	[31]
20	60	2	78.109	In this study

۳-۵- نتایج محاسبه ضریب نفوذ رطوبت انجیر

به کمک روابط ۳ و ٤ محاسبه ضریب نفوذ در دماها و فشارهای مختلف انجام شد و نتایج آن در جدول شماره ۹ آمده است.

با توجه به داده‌های آزمایشگاهی مربوط به خشک کردن نمونه-های انجیر در دما و فشارهای مختلف و با رسم نمودار ln(MR) در مقابل زمان خطی با شیب ثابت به دست می آید.

[Downloaded from fsct.modares.ac.ir on 2024-05-10]

Table 9 Diffusion coefficient in variable temperatures and pressures for n=10000

Temperature (°C)	Pressure (MPa)	$D_{eff}(m^2/s) \times 10^{10}$	$R(m) \times 10^3$
60	20	4.51	7.61
40	20	3.55	7.49
60	15	2.47	7.51
40	15	1.82	8.55
60	12	1.15	7.54
40	12	0.76	7.98
60	8	0.35	7.55
40	8	0.18	9.45

٣-٦- سرعت خشک کردن انجیر

با تقسیم رطوبت حذف شده بر زمان می توان سرعت خشک کردن را محاسبه کرد. شکل ٤ نمودار تغییرات سرعت خشک کردن انجیر بر حسب دما و فشار را نشان می دهد.

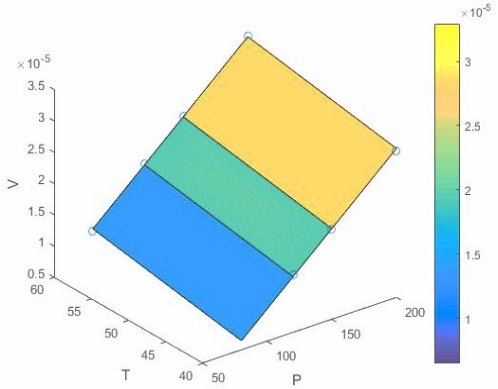

Fig4 Variations chart of velocity in terms of temperature and pressure

افزایش دما و فشار باعث افزایش سرعت خشک شدن می شود که در رابطه زیر معادله آن آمده است:

$$V = \frac{dX}{dt} = \frac{X_2 - X_1}{\Delta t} \quad (٩)$$

$$V=2.069\times10^{-7}T+1.858\times10^{-7}P-1.664\times10^{-5} \quad (١٠)$$

رابطه ١٠ معادله سرعت است که برحسب دما و فشار با نرم افزار Matlab به دست آمده است. مقادیر $R^2=0.9989$, $R^2_{adj}=0.9983$, $RMSE=3.243\times10^{-7}$ مطلوب است.

٤- نتیجه‌گیری

روش های خشک کردن مواد غذایی مانند خشک کردن انجمادی و هوا ایده آل نیستند زیرا زمان طولانی برای خشک شدن نیاز است. به عنوان یک جایگزین خشک کردن ، خشک کردن با سیال فوق بحرانی دی اکسید کربن مورد بررسی قرار گرفت. نتایج آزمایشگاهی نشان می‌دهد که در طی فرآیند خشک کردن، دوره آهنگ ثابت خشک کردن مشاهده نمی‌شود و خشک شدن از همان ابتدا در دوره آهنگ نزولی اتفاق می-افتد. این بدان معناست که بلافاصله بعد از این که انجیر در معرض سیال فوق بحرانی قرار می گیرد، به علت پایین بودن مقاومت خارجی در مقابل انتقال جرم و حرارت، رطوبت سطحی ذره خیلی سریع دفع خواهد شد. در این مطالعه به منظور نشان دادن صحت داده های به دست آمده، مقادیر آزمایشگاهی و مقادیر مدل‌سازی شده رطوبت با هم مقایسه شده اند که نزدیکی نتایج آزمایشگاهی را به نتایج مدل نشان می‌دهد. از نتایج این تحقیق می توان گفت افزایش فشار باعث کاهش زمان خشک کردن و افزایش حذف رطوبت می شود چرا که افزایش دما و افزایش فشار باعث افزایش حلالیت آب در دی اکسید کربن فوق بحرانی، افزایش ضریب نفوذ، افزایش سرعت خشک شدن خواهد شد. برای محاسبه ضریب نفوذ از رابطه کرانک برای کره استفاده شد که این مقدار بین ٤/٥١×١٠^-١٠ و ٠/١٨×١٠^-١٠ مترمربع بر ثانیه به دست آمد.

[Downloaded from fsct.modares.ac.ir on 2024-05-10]

۵- علائم و اختصارها

درصد رطوبت حذف شده	Y
سرعت خشک کردن	v
ضریب همبستگی مقادیر آزمایش	R^2_{adj}
ضریب همبستگی مقادیر پیشگویی	R^2_{pre}
ریشه میانگین مربعات خطا	RSME
مرتبه	n
عدد بدون بعد فوریه	FO_m
زمان بدون بعد	θ
نسبت رطوبت	MR
جرم در زمان θ	$M(\theta)$
جرم در انتهای خشک کردن	M_e
جرم در ابتدای خشک کردن	M_0

۵- منابع

[1] Yemis, O., Bakkalbasi, E., and Atrik, E., 2012, Changes in pigment profile and surface color of fig (Ficus carica L.) during drying, International Journal of Food Science and Technology, 47, 1710–1719.

[2] Hiwale, S., 2015, Fig (Ficus carica), Sustainable Horticulture in Semiarid Dry Lands, 159-174.

[3] Kamiloglu, S. Capanoglu, E.2015. Polyphenol Content in Figs (Ficus carica L.): Effect of Sun-Drying. International Journal of Food properties, 18(3), 521-535.

[4] Naikwadi, P. M., Chavan, U.D., Pawar, V.D., Amarowicz, R., 2010, Studies on dehydration of figs using different sugar syrup treatments, Journal Food Science Technologists, 47(4), 442–445.

[5] Doymaz, I., 2005, Sun drying of figs: an experimental study. Journal of Food Engineering, 71(4), 403–407.

[6] El-Gendy, M.A., 2014, Evaluation of quality attributes of dehydrates Figs prepared by osmotic-drying process. Food Technology Resourses, Institute, ARC, Giza, Egypt, 92(1), 337-348.

[7] Piga, A., Pinna, I., Ozer, K.B., Agabbio, M., and Aksoy, U., 2004, Hot air dehydration of figs (Ficus carica L.): drying kinetics and quality loss, International Journal of Food Science and Technology, 39, 793–799.

[8] Davarnejad, R., Niza, N.M., Arpanahzadeh, Sh., Zakeri, M. 2014, Supercritical fluid extraction of β-carotene from crude palm oil using CO2 in a bubbler extractor: mass transfer study, Journal Chemical Engineering, 33(4), 79-87.

[9] Lee, L.Y. Lin, Y.J. Wang, C.H., 2016, Study of the supercritical drying of wet Okara, 15th international conference on sustainable energy technology.

[10] Brown, Z.K., 2010, The drying of foods using supercritical carbon dioxide, A thesis of doctor of engineering, University of Birmingham, England.

[11] Brown, Z.K. Fryer, P.J. Norton, I.T. Bakalis, S. Bridson, R.H., 2008, Drying of foods using supercritical carbon dioxide investigation with carrot, Innovative food science and emerging technologies, 9(3), 280-289.

[12] Sabirzyanov, A.N. Llin, A.P. Akhunov, A.R. and Gumerov, F.M., 2000, Solubility of water in supercritical carbon dioxide, Kazan state university of technology, 40, 203-206.

[13] King, M.B. Mubarak, A. Kim, J.D. Bott, T.R., 1992, The mutual solubility of water with supercritical and liquid carbon dioxide, The journal of supercritical fluids, 5, 296-302.

[14] Avila. Y.Y.A., Olivares, J.C., Alonso, C.P., Estrada, C.H.O., Mercado, M.C.C., 2017, Supercritical extraction process of allspice essential oil, Journal of chemistry, Hindawi, 1-8.

[15] Aziz, A.H.A., Yunus, M.A.C., Arsad, N.H., Lee, N.Y., Idham, Z., Razak, A.Q.A., 2016, Optimization of supercritical carbon dioxide extraction of Piper Betel Linn Leaves oil and total phenolic content, IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, 162.

[16] Ha, H.K., Maridable, J., Gaspillo, P., Hasika, M., Malaluan, R., Kawasaki, J., 2007, Modeling and optimization of supercritical carbon dioxide extraction on essential oil from lemongrass using response surface methodology, Journal of Research in Science Computing and Engineering, 4(3), 1-

[Downloaded from fsct.modares.ac.ir on 2024-05-10]

12.
[17] Sangarunlert, W., Piumsomboon, P., Ngamprasertsith, S., 2007, Furfural production by acid hydrolysis and supercritical carbon dioxide extraction from rice husk, Korean Journal of Chemical Engineering, 24(6), 936-941.
[18] Maran, J.P., Priya, B., Manikandan, S., 2014, Modeling and optimization of supercritical fluid extraction of anthocyanin and phenolic compounds from Syzygium cumini fruit pulp, Journal Food Science Technologies, 51(9), 1938–1946.
[19] Wang, X., Wang, CH., Zha, X., Mei, Y., Xia, J., Jiao, Zh., 2017, Supercritical carbon dioxide extraction of β-carotene and α-tocopherol from pumpkin: a Box–Behnken design for extraction variables, Aalytical Methods, 9, 294-303.
[20] Cvjetko, M., Jokic, S., Lepojevic, Z., Vidovic, S., Maric, B., Redovnikovic, I.R., 2012, Optimization of the Supercritical CO2 Extraction of Oil from Rapeseed Using Response Surface Methodology, Food Technology, Biotechnology, 50(2), 208–215.
[21] Salleh, L.M., Rahman, R.A., Selamat, J., Hamid, A., Islam Sarker, M.D.Z., 2013, Optimization of Extraction Condition for Supercritical Carbon Dioxide (SC-CO2) Extraction of Strobhilantes crispus (Pecah Kaca) Leaves by Response Surface Methodology, Journal of Food Processing and Technology, 4, 197.
[22] Chu, K., Xu, W., Li, H., Chen, L., Zhang, Y., Tang, X., 2011, Extraction of Lepidium apetalum Seed Oil Using Supercritical Carbon Dioxide and Anti-Oxidant Activity of the Extracted Oil, Molecules, 16, 10029-10045.
[23] Kraujalis, P., Venskutonis, P.R., 2013, Optimization of supercritical carbon dioxide extraction of amaranth seeds by response surface methodology and characterization of extracts isolated from different plant cultivars, The Journal of Supercritical Fluids, 73, 80-86.
[24] Mahdavi Ara, K. Raofie, F., 2016, Application of response surface methodology for the optimization of supercritical fluid extraction of essential oil from pomegranate (Punica granatum L.) peel, Journal Food Science Technologies, 53(7), 3113–3121.
[25] Ho, J.S., Tang, P.H., 1992, Optimization of supercritical fluid extraction of enviromental pollutants from a liquid-solid extraction cartridge, Journal of Chromotographic Science, 30(9), 344-350.
[26] Bourdou, S., Li, D., Rajkovic, A., Devlieghere, F., Uyttendaele, M., 2016, Performance of Drying Technologies to Ensure Microbial Safety of Dried Fruits and Vegetables, Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety, 15(6), 1056-1066.
[27] Ameer, K., Shahbaz, H .M., Kwon, J. H., 2017, Green extraction methods for polyphenols from plant matrices and their byproducts: a review, Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety, 16(2), 295-315.
[28] Oksar, R.E., Şen, F., Aksoy, U., 2017, Effect of drying under plastic tunnels on drying rate and quality of fig (Ficus carica L. 'Sarılop'), Acta Horticulturae, 1173, 297-302.
[29]Wang, L., Zhang, Z., Zhao, C., Tang, X., Ma, J., 2013, Optimization of supercritical carbon dioxide extraction of oil from fig fruit (ficus carica L.) seeds using response surface methodology, Journal of Chinese Institute of Food Science and Technology, 13(1):37-43.
[30] Slatnar, A., Klancar, U., Stampar, F., Veberic, R., 2011, Effect of Drying of Figs (Ficus carica L.) on the Contents of Sugars, Organic Acids, and Phenolic Compounds, Journal of Agricalture Food Chemistry, 59(21), 11696-702.
[31] Rezaei, A., Rahemi, M., Navab, F., Qaraei, H., 2005, The Effect of Different Harvesting, Washing, and Drying Methods on the Quality of Figs, 4th Congress of Horticultural Sciences, Tehran.

[Downloaded from fsct.modares.ac.ir on 2024-05-10]

Experimental study of fig drying using supercritical fluid of carbon dioxide

Sargolzaei, J.[1*], Aeeneh, S. [2]

1. Professor in Chemical Engineering, , Ferdowsi University of Mashhad, Faculty of Engineering, Dept. Chemical Engineering.
2. Graduated Master in Chemical Engineering, Ferdowsi University of Mashhad, Faculty of Engineering, Dept. Chemical Engineering.

(Received: 2018/09/30 Accepted:2019/11/10)

Drying foods, such as freezing methods and hot air, are not ideal and reduces the nutritional value and is also expensive and is used only for high value food. In this research, drying with supercritical fluid of carbon dioxide was investigated to remove moisture from the figs. In the drying process with supercritical fluid, the structure of food products is maintained during drying. The design of the experiment was carried out in a factorial arrangement using Design Expert software and analysis variance table to determine the effect of three pressure parameters, temperature, and time to measure the removal rate of moisture. The calculated factorial model was meaningful and able to select the best drying parameters. In optimum conditions, the highest yield (78.109%) with the desirability of 0.992 at 20 MPa, 60 °C and 120 minutes duration. The results showed that the drying of figs during the whole drying period is carried out at the downstream stage, which indicates that the drying of these materials, the internal moisture control, controls the rate of drying and mass transfer. In this study, by solving the second Fick's law and in the range of pressure and temperature tested, with the assumption of the spherical of the fig using the Crank equation, the amount of moisture diffusion coefficient between 4.51×10^{-10} and 0.18×10^{-10} m^2/s were obtained. The fig's drying rate was also calculated. Increasing temperature and pressure caused to increase the drying rate.

Keywords: Crank equation, Diffusion coefficient, Drying, fig, Supercritical fluid

*Corresponding Author E-Mail Address: Sargolzaei@um.ac.ir

[Downloaded from fsct.modares.ac.ir on 2024-05-10]