

تعیین عوامل موثر بر بازده استخراج روغن با حلال از دانه های گلرنگ وحشی با استفاده از طرح فاکتوریل جزئی

فاطمه مظفری غربا^۱، احمد غضنفری مقدم^{۲*}، حمیدرضا اخوان^۳

۱- دانشجوی کارشناسی ارشد مکانیک ماشین‌های کشاورزی، دانشکده کشاورزی، دانشگاه شهید باهنر کرمان

۲- استاد بخش مکانیک بیوسیستم، دانشکده کشاورزی، دانشگاه شهید باهنر کرمان

۳- استادیار بخش علوم و مهندسی صنایع غذایی، دانشکده کشاورزی، دانشگاه شهید باهنر کرمان

(تاریخ دریافت: ۹۶/۰۴/۰۴ تاریخ پذیرش: ۹۶/۰۹/۱۱)

چکیده

گلرنگ وحشی مقاوم در برابر آب و هوای خشک است که از دانه آن می‌توان برای تولید روغن خوراکی یا مصارف صنعتی استفاده کرد. هدف از این پژوهش بررسی عوامل موثر بر استخراج روغن از دانه گلرنگ وحشی با استفاده از حلال است. با استفاده از طرح کاملاً تصادفی در قالب آزمایش‌های فاکتوریل جزئی (در دو سطح آماری یک و پنج درصد)، اثر پنج عامل شامل دما (۵۰ و ۷۰ درجه سانتی‌گراد)، زمان (۴ و ۶ ساعت)، حجم حلال (۲۰۰ و ۳۰۰ میلی‌لیتر)، وزن نمونه (۲۰ و ۳۰ گرم) و اندازه ذرات (۱/۰ و ۱/۵ میلی‌متر) در استخراج روغن گلرنگ وحشی با روش سوکسله مورد بررسی قرار گرفت. پس از تعیین عوامل موثر اصلی، با استفاده از روش سطح پاسخ و طرح مرکب مرکزی این عوامل بهینه‌سازی شدند. آزمایش‌های انجام شده با استفاده از آزمون فاکتوریل جزئی نشان داد که مدت زمان استخراج ($\alpha=0/01$)، اندازه ذرات ($\alpha=0/01$) و حجم حلال ($\alpha=0/05$) اثر معنی‌داری بر بازده استخراج روغن داشتند. نتایج آزمایش‌های انجام شده برای طرح مرکب مرکزی نشان داد که اندازه ذرات ($\alpha=0/01$)، مدت زمان استخراج ($\alpha=0/01$)، حجم حلال ($\alpha=0/05$) و اثر متقابل زمان و حجم حلال ($\alpha=0/01$) بر بازده استخراج روغن معنی‌دار بود. از میان ۵ عامل اصلی بررسی شده، مدت زمان استخراج و اندازه ذرات در سطح آماری ۱٪ و حجم حلال در سطح آماری ۵٪ بر بازده استخراج روغن تاثیر معنی‌داری داشتند. مقادیر بهینه عوامل اصلی شامل زمان استخراج، حجم حلال و اندازه ذرات به ترتیب ۶ ساعت ۴۰ دقیقه، ۳۳۴ میلی‌لیتر و ۱/۱ میلی‌متر شد. بیشینه بازدهی استخراج روغن در شرایط بهینه ۳۶/۶٪ به دست آمد.

کلید واژگان: گلرنگ وحشی، استخراج با حلال، طرح فاکتوریل جزئی، بهینه سازی

* مسئول مکاتبات: aghazanfari@uk.ac.ir

۱ - مقدمه

گلرنگ وحشی (*Carthamus oxyacantha* L.) از خانواده گل مینا گیاهی یکساله، مقاوم در برابر تنش های آبی و دیگر شرایط سخت زیستی است که کشت آن می تواند در مناطق گرم و خشک به منظور استخراج روغن مدنظر قرار گیرد. عملکرد دانه گلرنگ وحشی ۸۳۳-۹۳۹ کیلوگرم در هکتار و مقدار روغن آن در حدود ۲۴-۳۲ درصد می باشد [۱]. تولید جهانی دانه گلرنگ در سال ۲۰۱۴ نزدیک به ۸۶۸ هزار تن گزارش شده که سهم ایران از این تولید حدود ۵۷۰ تن بوده است [۲].

گلرنگ یک محصول کشاورزی چند منظوره است که به طور کلی برای تولید روغن کشت می گردد. روغن گلرنگ به علت دارا بودن محتوای بالای اسیدهای چرب اولئیک و لینولئیک به عنوان یک روغن مناسب شناخته می شود. این روغن کاربرد زیادی در صنایع غذایی، لوازم آرایشی، دارویی و خوراک دام دارد. مزیت دیگر روغن گلرنگ هزینه پایین تولید آن می باشد، بنابراین می تواند به عنوان جایگزین روغن زیتون و روغن های فراسودمند توسط کسانی باشد که قادر به خرید چنین روغن هایی نیستند [۳]. روغن گلرنگ به طور گسترده ای در صنایع غذایی به عنوان روغن پخت و پز، روغن سالاد، تولید مارگارین و رنگ آمیزی استفاده شده است. یک ویژگی شیمیایی مهم گلرنگ وجود اسیدهای چرب چند غیراشباع در ساختار تری گلیسیریدهای آن می باشد. روغن گلرنگ دارای اسیدهای چرب اشباع (پالمیتیک و استئاریک) و غیر اشباع (اولئیک، لینولئیک، و لینولئیک) می باشد. بسته به روش استخراج، محتوای اسیدهای اولئیک و لینولئیک در روغن گلرنگ در محدوده ۸ تا ۸۵ درصد می باشد. نقش اسید اولئیک در پایداری روغن سرخ کردنی و ایجاد طعم ملایم مفید است، همچنین اسید لینولئیک سطح کلسترول خون را کاهش می دهد [۴].

بخش روغنی دانه های روغنی را می توان با استفاده از روش های متداول (تقطیر با بخار و آب، روش سوکسله، خیساندن در حلال، پرس سرد) و روش های جدید (مایکروویو، سیال فوق بحرانی، فراصوت، مایع تحت فشار) استخراج کرد [۴]. پرس گسترده ترین روش مورد استفاده برای استخراج روغن از دانه ها می باشد. با این حال، روغن تولید شده به روش پرس، کدر و حاوی مقدار قابل

توجهی مواد زائد است که لازم است عمل تصفیه در مورد آن صورت گیرد [۵].

باید توجه داشت که استخراج با حلال بازدهی بیشتری نسبت به استخراج با پرس داشته و روغنی خالص تر و شفاف تر تولید می شود ولی حذف کامل حلال از روغن هزینه بر است. روغن استخراج شده با سیال فوق بحرانی در مقایسه با روغن استخراج شده با حلال کیفیت بالاتری دارد. اما نیاز به سرمایه گذاری اولیه بیشتر از معایب روش استخراج با سیال فوق بحرانی است [۶]. در روش استخراج با حلال، دانه های روغنی پس از خرد شدن، چندین بار در معرض حلال قرار گرفته و روغن به تدریج در حلال حل شده که با حذف حلال، روغن نسبتاً خالصی به دست می آید [۷]. باید توجه داشت که زمان و دمای استخراج، اندازه ذرات، محتوای رطوبت، وزن نمونه، نوع حلال، نسبت حلال به ماده جامد از جمله عواملی هستند که بازده استخراج روغن را تحت تاثیر قرار می دهند [۸]. در این راستا تاثیر نوع حلال (هگزان، پترولیوم اتر، استون و متانول)، اندازه ذرات (۰/۳-۰/۱۸ میلی متر)، دمای استخراج (۴۳-۹۵ درجه سانتی گراد) و زمان ماند (۱-۱۲ ساعت) بر بازده استخراج روغن از دانه روغنی مورینگا [۹]، دانه کنجد [۱۰] بذر درخت کائوچو [۱۱]، دانه خربزه [۱۲] و دانه کدو تنبل [۱۳] گزارش شده است. در استخراج روغن از بذر درخت کائوچو، بیشینه بازدهی روغن (۴۹/۳۶ درصد) با استفاده از حلال هگزان، نسبت ۰/۰۸ گرم/لیتر ماده جامد به حلال، اندازه ذرات ۱ میلی متر و زمان ماند ۸ ساعت به دست آمد [۱۱]. هم چنین، بیشینه میزان استخراج روغن (۳۳/۵ درصد) از دانه مورینگا با استفاده از حلال هگزان اندازه ذرات ۰/۶۲ میلی متر، دمای استخراج ۵۶/۵ درجه سانتی گراد و زمان ماند ۷ ساعت گزارش شده است [۹].

در یک آزمایش ممکن است عوامل زیادی تاثیرگذار باشند که این عوامل می توانند در یک آزمایش غربالی برای تجزیه و تحلیل حساسیت به منظور تعیین عوامل مهم، مورد بررسی قرار گیرند. با افزایش تعداد عوامل، تعداد کل ترکیبات آنها افزایش می یابد. بنابراین، آزمایش های غربالی را می توان با استفاده از آزمون فاکتوریل جزئی انجام داد که باعث به وجود آمدن سطح اطمینان بالایی در نتایج تحلیل حساسیت می شود. تجزیه و تحلیل حساسیت در دو مرحله انجام می شود مرحله اول شامل آزمایش های غربالی برای تعیین عوامل موثر و مهم آزمایش و مرحله

۲-۲- استخراج روغن

برای استخراج روغن از دستگاه سوکسله با مخزن یک لیتری و محلول هگزان نرمال استفاده شد. برای این منظور هر بار مقدار مشخصی دانه آسیاب شده با قطر متوسط ۱/۰ یا ۱/۵ میلی‌متر در دستگاه سوکسله قرار داده شد و با کنترل دمای حلال، زمان ماند و حجم حلال، روغن‌گیری انجام شد. هرآزمایش دو بار تکرار شد تا بازده استخراج روغن ارزیابی گردد. بازده استخراج روغن (Y) در هر آزمایش به صورت زیر محاسبه شد [۱۶].

$$\text{رابطه (۲): } y (\%) = \left(\frac{w_i - w_f}{w_i} \right) \times 100$$

که در این رابطه w_i جرم اولیه نمونه قبل از استخراج و w_f جرم مقدار کنجاله روغن‌گیری شده می‌باشد.

۲-۳- تعیین فاکتورهای موثر

برای تعیین فاکتورهای مهم بر استخراج روغن در این پژوهش از آزمون فاکتوریل جزئی یک دوم با پنج عامل در دو سطح استفاده شد. که تعداد آزمایش‌ها در یک تکرار در این طرح برابر است با $2^{(5-1)}$ که برابر با ۱۶ اجرا و با دو تکرار تعداد اجراها ۳۲ می‌شود [۱۷]. با استفاده از طرح فاکتوریل جزئی هر یک از عوامل دمای حلال (T)، زمان ماند (t)، حجم حلال (V)، جرم نمونه (M) و اندازه ذرات نمونه (S) در دو سطح استفاده شد (جدول ۱). سطح‌های این عوامل بر اساس مطالعات اولیه انتخاب گردید و برای تجزیه و تحلیل طرح‌های فاکتوریل، واحدهای اندازه‌گیری اصلی در آزمایش‌های تجربی به واحد کدگذاری (بدون واحد) تبدیل می‌شوند. سطوح عامل به عنوان (پایین ۱- و بالا ۱+) کدهای شدند. در جدول ۱، مقادیر واقعی و کدگذاری شده‌ی عوامل با ترتیب تصادفی در آزمون فاکتوریل جزئی نشان داده شده است. برای مشخص شدن معنی‌دار بودن اثر عوامل اصلی و اثرات متقابل آن‌ها از آنالیز واریانس داده‌ها با سطح اطمینان ۰/۰۵ و برای تعیین مقادیر بهینه هر یک از عوامل اصلی به منظور استخراج بیشینه روغن از روش تابع مطلوب^۱ در نرم افزار مینی-تب استفاده شد [۱۸].

دوم شامل استفاده از روش سطح پاسخ برای تعیین شکل اثرات (خطی یا منحنی) و تعیین مقادیر بهینه عوامل است [۱۴]. از آزمون فاکتوریل جزئی زمانی استفاده می‌شود که تعداد فاکتورها بیش از چهار عدد باشد [۱۵].

برای استخراج روغن از دانه گلرنگ وحشی لازم است عوامل موثر بر استخراج شناسایی شده و اثر آنها بر بازده استخراج روغن مورد بررسی قرار گرفته و مقدار هر یک بهینه گردد. عوامل محیطی که در این روش بر مقدار استخراج روغن تاثیر می‌گذارند شامل زمان استخراج، دمای استخراج، اندازه ذرات، محتوای رطوبت، وزن نمونه و نوع حلال و حجم آن می‌باشند [۸]، که لازم است برای افزایش بازده استخراج روغن، این عوامل مورد بررسی قرار گرفته و بهینه گردند. بنابراین، هدف از این تحقیق بررسی عوامل مهم تاثیرگذار بر بازده استخراج روغن و بهینه‌سازی آن‌ها با استفاده از آزمون فاکتوریل جزئی بود.

۲- مواد و روش‌ها

۲-۱- مواد

دانه‌های گلرنگ وحشی گونه *Carthamus oxyacantha* از زمین‌های محوطه مزرعه دانشکده کشاورزی دانشگاه شهید باهنر کرمان که به صورت خودرو روئیده بودند، به صورت دستی جمع‌آوری شدند. حلال مورد استفاده جهت روغن‌کشی، هگزان بود که از شرکت مرک خریداری شد. دانه‌های گلرنگ وحشی به مدت ۲۴ ساعت در دمای ۶۵ درجه سانتی‌گراد در آون قرار گرفتند تا محتوای رطوبت آن‌ها به حدود ۷ درصد رسید. دانه‌ها به دو قسمت تقسیم و با استفاده از آسیاب آزمایشگاهی یک قسمت به مدت ۴ دقیقه و قسمت دیگر به مدت ۸ دقیقه آسیاب و قطر متوسط آن‌ها با استفاده از رابطه (۱) محاسبه شد. رابطه (۱):

$$\bar{x} = ((\sum \bar{x}_i \times w_i) / \sum w_i)$$

در این رابطه \bar{x} میانگین قطر ذرات بر روی الک، w جرم نمونه بر روی الک و i شماره الک می‌باشد. براساس این رابطه قطر متوسط ذرات آسیاب شده به مدت ۴ دقیقه آسیاب برابر با ۱/۵ میلی‌متر و بعد از ۸ دقیقه آسیاب ۱/۰ میلی‌متر به دست آمد.

1. Desirability function

Table 1 Actual and the coded values of variables in fractional factorial design

Variable	Low level	Code	High value	Code
Temperature (°C)	50	-1	70	+1
Residence time (h)	4	-1	6	+1
Solvent volume (mL)	200	-1	300	+1
Mass of sample (gr)	20	-1	30	+1
Particle size (mm)	1.0	-1	1.5	+1

در این طرح شامل هشت آزمایش اصلی طرح فاکتوریل، دو نقطه مرکزی و شش آزمایش در نقاط محوری بود که مجموعاً ۱۶ آزمایش انجام شد. برای انجام آنالیز واریانس داده‌ها، لازم است که مقدار عوامل اصلی کددهی شوند و مقدار کد برای سطح بالا و پایین عوامل به ترتیب +1 و -1 می‌باشد. برای نقاط بین این دو سطح کد صفر است. مقدار کد برای نقاط محوری $\pm\alpha$ است که از رابطه $\alpha=2^{n/4}$ بدست می‌آید. در این رابطه n تعداد عوامل است. با توجه به اینکه در این پژوهش n برابر با ۳ است پس مقدار α برابر با $1/\sqrt{8}$ می‌باشد (جدول ۲). مقدار سطوح عوامل و کد آن‌ها در جدول ۲ نشان داده شده است. در ضمن برای انجام آزمایش‌های طرح مرکب مرکزی (بر اساس نتایج آزمون فاکتوریل جزئی انجام شده)، مقدار دما و جرم نمونه به ترتیب ۵۰ درجه سانتی-گراد و ۳۰ گرم در نظر گرفته شدند.

۲-۴- مدل سازی و بهینه‌سازی استخراج روغن

برای تعیین شکل نهایی اثرات از روش سطح پاسخ و طرح مرکب مرکزی استفاده شد، تعداد آزمایش‌های به‌دست آمده از این روش نسبت به آزمایش‌های به‌دست آمده از روش فاکتوریل دو سطحی بیشتر می‌باشد. برای تعیین تعداد آزمایش‌ها در این طرح از رابطه ۳ استفاده گردید.

$$N = 2^k + 2k + n_0 \quad (3)$$

که N تعداد آزمایش‌ها، k تعداد سطوح، $2k$ تعداد نقاط محوری و n_0 تعداد نقاط مرکزی می‌باشد [۱۱]. عوامل مهم با تاثیر معنی‌دار، با استفاده از آزمون فاکتوریل جزئی شامل زمان ماند، حجم حلال و اندازه ذرات نمونه بود. برای انجام این آزمایش‌ها، فاکتورهای مورد بررسی شامل زمان، اندازه ذرات و حجم حلال هر یک در سه سطح مورد بررسی قرار گرفتند. تعداد آزمایش‌ها

Table 2 Actual and the coded values of variables in central composite design

Particle size		Solvent volume		Extraction time	
Coded value	Real value	Coded value	Real value	Coded value	Real value
1.68	0.83	1.68	164.91	1.68	3.32
1	1.0	1	200	1	4
0	1.25	0	250	0	5
-1	1.5	-1	300	-1	6
-1.68	1.67	-1.68	334.09	-1.68	6.68

(R^2) هر یک از مدل‌های به‌دست آمده، مدلی که دارای بیشترین ضریب تبیین بود به عنوان بهترین مدل معرفی گردید.

۳- نتایج و بحث

میزان بازده استخراج روغن در هر آزمایش، در آزمون فاکتوریل جزئی در جدول ۳ نشان داده شده است. بر اساس نتایج حاصله، بالاترین میزان استخراج روغن ۳۳ درصد بود و میانگین بازده استخراج روغن به‌دست آمده در شرایط مختلف آزمایش ۲۹/۸ درصد بود.

برای تعیین مدل ریاضی بین متغیر پاسخ و عوامل موثر در روش سطح پاسخ، مدل رگرسیون به دو صورت چندجمله‌ای درجه یک یا چندجمله‌ای درجه دو می‌باشد که به صورت کلی زیر بیان می‌شود:

رابطه (۴):

$$y = \beta_0 + \sum_{i=1}^p \beta_i x_i + \sum_{i=1}^p \sum_{j=1}^p \beta_{ij} x_i x_j + \sum_{i=1}^p \beta_{ii} x_i^2$$

در این رابطه میانگین کلی پاسخ، اثر اصلی آمین فاکتور، اثر متقابل بین آمین و آمین فاکتور و اثر درجه دو برای فاکتور آمین می‌باشد. در صورت استفاده از مدل درجه یک، جمله آخر طرف راست معادله ۴ حذف می‌گردد. پس از محاسبه ضریب تبیین

Table 3 The yield of oil extraction from wild safflower seeds in fractional factorial design

Run	Temperature	Residence time	Solvent volume	Mass of	Particle size	Oil extraction
1	50	6	200	20	1.5	29.94
2	50	6	300	30	1.5	33.02
3	70	6	200	30	1.5	30.94
4	50	6	200	20	1.5	30.45
5	70	6	200	20	1.0	29.82
6	70	4	200	30	1.0	28.12
7	50	6	200	30	1.0	29.37
8	50	6	300	20	1.0	29.09
9	50	4	200	30	1.5	29.06
10	50	4	300	30	1.0	29.06
11	70	6	200	20	1.0	30.65
12	50	4	200	20	1.0	28.18
13	70	4	200	20	1.5	31.36
14	70	6	300	20	1.5	31.81
15	70	6	300	20	1.5	31.45
16	70	6	200	30	1.5	31.56
17	70	4	300	20	1.0	27.72
18	50	4	300	30	1.0	28.44
19	70	4	200	30	1.0	27.81
20	70	6	300	30	1.0	29.06
21	50	4	200	20	1.0	28.08
22	50	6	300	20	1.0	28.63
23	70	6	300	30	1.0	28.43
24	50	6	300	30	1.5	32.50
25	50	4	300	20	1.5	30.90
26	70	4	300	30	1.5	30.31
27	50	4	300	20	1.5	30.44
28	70	4	300	30	1.5	30.62
29	50	6	200	30	1.0	28.75
30	70	4	200	20	1.5	31.20
31	70	4	300	20	1.0	28.18
32	50	4	200	30	1.5	29.68

جدول ۴ نتایج آنالیز واریانس داده‌های به دست آمده از بررسی عوامل موثر بر میزان استخراج روغن را نشان می‌دهد. بر اساس این جدول، عواملی که مقدار احتمال آن‌ها کمتر از سطح اطمینان (۱ و ۵ درصد) آزمون شده است دارای تاثیر قابل توجه بر میزان استخراج روغن می‌باشند و هر چه این مقدار به صفر نزدیک‌تر باشد، تاثیر آن عامل بیشتر است. تمامی اثرات اصلی به جز دما و جرم نمونه دارای اثر معنی‌داری بر میزان استخراج روغن بودند ($p < 0.05$). از میان اثرات متقابل، اثر دما×حجم ($p < 0.01$)، دما×جرم ($p < 0.01$)، زمان×جرم ($p < 0.05$)، حجم×جرم ($p < 0.01$) و حجم×اندازه ($p < 0.01$) معنی‌دار بودند و سایر اثرات متقابل تاثیر مهمی بر میزان استخراج روغن نداشتند.

۳-۱- اثر عوامل اصلی بر بازده استخراج روغن

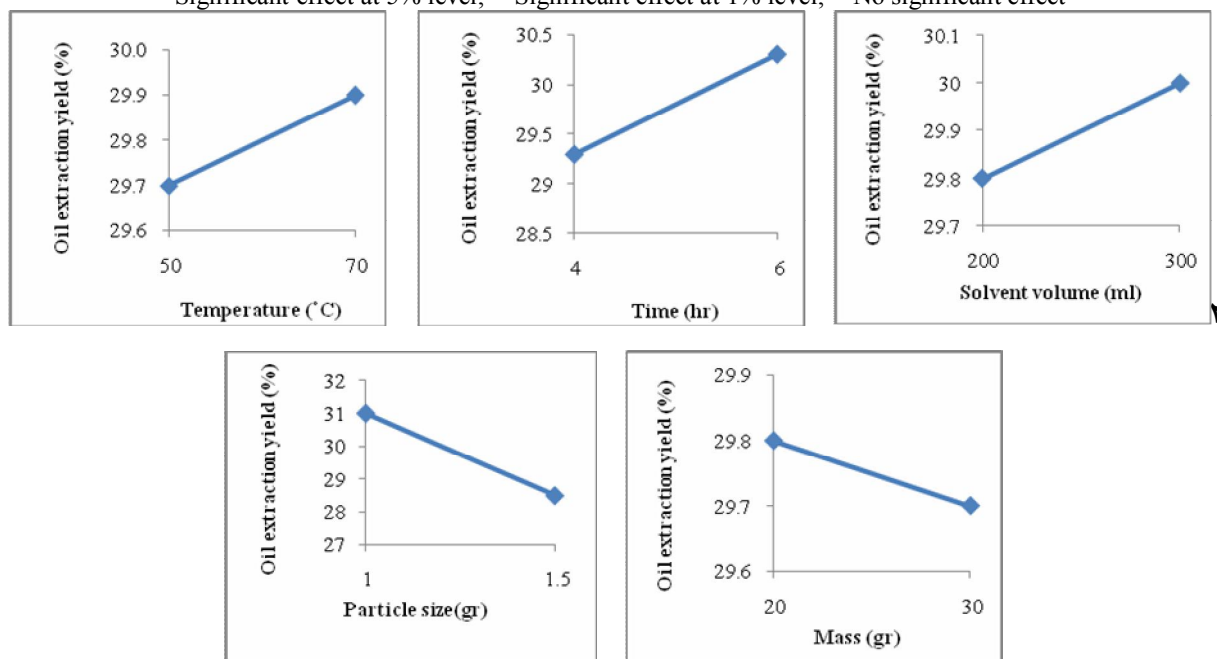
شکل ۱ اثر عوامل اصلی بر بازده استخراج روغن (با فرض این‌که بقیه عوامل ثابت نگه داشته شوند) را نشان می‌دهد. با توجه به این شکل، اندازه ذرات، زمان ماند و حجم حلال بیشترین تاثیر را بر بازده استخراج روغن دارند. تاثیر دما و جرم کمتر از سایر عوامل است.

جدول ۴ نتایج آنالیز واریانس داده‌های به دست آمده از بررسی عوامل موثر بر میزان استخراج روغن را نشان می‌دهد. بر اساس این جدول، عواملی که مقدار احتمال آن‌ها کمتر از سطح اطمینان (۱ و ۵ درصد) آزمون شده است دارای تاثیر قابل توجه بر میزان استخراج روغن می‌باشند و هر چه این مقدار به صفر نزدیک‌تر باشد، تاثیر آن عامل بیشتر است. تمامی اثرات اصلی به جز دما و جرم نمونه دارای اثر معنی‌داری بر میزان استخراج روغن بودند ($p < 0.05$). از میان اثرات متقابل، اثر دما×حجم ($p < 0.01$)، دما×جرم ($p < 0.01$)، زمان×جرم ($p < 0.05$)، حجم×جرم ($p < 0.01$) و حجم×اندازه ($p < 0.01$) معنی‌دار بودند و سایر اثرات متقابل تاثیر مهمی بر میزان استخراج روغن نداشتند.

Table 4 ANOVA for fractional factorial design

source	df	SS	MS	F-value	p-value
Main effect	5	49.58	9.92	76.53	0.000**
Temperature	1	0.37	0.37	2.87	0.110 ^{ns}
Residence time	1	8.31	8.31	64.16	0.000**
Solvent volume	1	0.69	0.69	5.31	0.035*
Mass of sample	1	0.04	0.04	0.33	0.576 ^{ns}
Particle size	1	40.16	40.16	309.98	0.000**
Interaction effect	10	13.10	1.31	10.11	0.000**
Temperature×time	1	0.01	0.01	0.06	0.813 ^{ns}
Temperature×solvent	1	4.84	4.84	37.39	0.000**
Temperature×mass	1	2.82	2.82	21.81	0.000**
Temperature×size	1	0.29	0.29	2.27	0.151 ^{ns}
Time×volume	1	0.00	0.00	0.03	0.873 ^{ns}
Time×mass	1	0.70	0.70	5.44	0.033*
Time×size	1	0.00	0.00	0.00	0.958 ^{ns}
Volume×mass	1	1.81	1.81	13.97	0.002**
Volume×size	1	2.55	2.55	19.67	0.000**
Mass×size	1	0.06	0.06	0.51	0.487 ^{ns}
Error	16	2.07	0.13	-	-
Total	31	64.76	-	-	-

*Significant effect at 5% level; ** Significant effect at 1% level; ^{ns} No significant effect

**Fig 1** Main effect plots for oil extraction yield in fractional factorial design

استخراج روغن است، اما اهمیت آن کمتر از زمان استخراج و اندازه ذرات می‌باشد، به طوری که با افزایش درجه حرارت، بازده استخراج روغن افزایش یافته که چنین موضوعی در فرآیند

بر اساس شکل ۱، با تغییر درجه حرارت از ۵۰ به ۷۰ درجه سانتی‌گراد، متوسط بازده استخراج روغن بین ۲۹/۵ تا ۳۰ درصد متغیر بود. درجه حرارت یکی از عوامل مهم و تاثیرگذار در

کاهش اندازه ذرات از ۱/۵ به ۱/۰ میلی‌متر منجر به افزایش بازده استخراج از ۲۹ درصد به ۳۱ درصد شد که این افزایش می‌تواند به دلیل افزایش سطح رویه دانه باشد. در تولید و فرآوری مواد، کاهش اندازه معمولاً به منظور افزایش سطح تماس آن‌ها انجام می‌شود، زیرا در بسیاری از واکنش‌های مربوط به ذرات جامد، میزان واکنش به طور مستقیم به سطح تماس بستگی دارد [۱۴]. با افزایش سطح رویه دانه، سطح تماس بین دانه و حلال افزایش یافته، در نتیجه انتقال جرم روغن از فاز جامد به فاز مایع نیز افزایش می‌یابد. همچنین می‌توان بیان کرد که فرآیند استخراج با افزایش سطح در واحد حجم جامدی که با حلال استخراج می‌گردد و با کاهش فاصله شعاعی که باید در طول جامد طی شود رابطه دارد، که این دو نیز با کاهش اندازه ذرات مرتبط هستند. زمان مورد نیاز برای انتشار حلال به داخل ذرات کوچک دانه، در مقایسه با ذرات بزرگ کمتر است. افزایش میزان استخراج روغن با کاهش اندازه ذرات در پژوهش‌های دیگری نیز گزارش شده است. در این راستا، بازده استخراج روغن از دانه‌های کنجد [۱۰] و هسته دانه مورینگا [۹] با کاهش اندازه ذرات، به صورت معنی‌داری افزایش یافت. زیرا ذرات با اندازه بزرگ‌تر مقاومت بیشتری در برابر نفوذ حلال از خود نشان می‌دهند [۹].

۳-۲- اثر متقابل عوامل بر استخراج روغن

اثرات متقابل عوامل مورد مطالعه در میزان استخراج روغن از دانه‌های گلرنگ وحشی در شکل ۲ نشان داده شده است. در این نمودار عواملی بر یکدیگر اثر متقابل دارند که تغییرات پاسخ یک عامل در سطوح عامل دیگر یکسان نباشد و یا به عبارت دیگر، خطوط پاسخ یک عامل در سطوح بالا و پایین عامل دیگر متقاطع باشند. نمودار اثرات متقابل در شکل ۲ نشان دهنده‌ی این است که دما×جرم نمونه، دما×حجم حلال، زمان×جرم نمونه و حجم×جرم نمونه بر یکدیگر اثر متقابل دارند ($p < 0.05$) و اثرات متقابل بقیه عوامل بر استخراج روغن قابل توجه نمی‌باشد.

استخراج روغن از دانه کنجد [۱۰] گزارش شده است. لازم به ذکر است که به علت اتلاف حلال و ایمنی فرآیند، استفاده از دمای بالا مجاز نمی‌باشد، بر این مبنا انتخاب دمای مناسب برای فرآیند استخراج ضروری است.

با توجه به شکل ۱، میزان استخراج روغن با افزایش زمان استخراج افزایش یافت. با تغییر زمان استخراج از ۴ به ۶ ساعت میزان روغن استخراجی از ۲۹ درصد به ۳۰/۵ درصد رسید. بر اساس نتایج به دست آمده، زمان استخراج اثر قابل توجهی بر بازده استخراج روغن از دانه‌های گلرنگ وحشی داشت. در این راستا، افزایش زمان استخراج باعث افزایش بازده استخراج روغن از دانه خربزه [۱۲] و کدو تنبل [۱۳] نیز شده است. با این حال، طولانی شدن زمان استخراج به علت قرار گرفتن روغن در برابر حرارت می‌تواند کیفیت روغن را کاهش دهد.

یکی دیگر از عوامل موثر بر بازده استخراج روغن حجم حلال است. با توجه به شکل ۱، با افزایش حجم حلال میزان استخراج افزایش یافت. اما افزایش حجم حلال از ۲۰۰ به ۳۰۰ میلی‌لیتر تنها سبب افزایش ۰/۵ درصدی بازده استخراج گردید. باید توجه داشت که در طی استخراج روغن با حلال، به دلیل اشباع شدن حلال مقدار مشخصی از روغن از نمونه جدا شده و در واقع با افزایش حجم حلال بازده استخراج افزایش می‌یابد. به عبارتی در نسبت‌های پائین‌تر حلال/نمونه به علت تراکم بالاتر نمونه بازده استخراج کاهش می‌یابد [۱۱].

همان‌طور که در شکل ۱ نشان داده شده است با کاهش جرم نمونه از ۳۰ به ۲۰ گرم، بازده استخراج روغن افزایش یافت. این موضوع را می‌توان به نفوذ راحت‌تر حلال با حجم یکسان در نمونه‌هایی با جرم کمتر در مقایسه با جرم بیشتر نسبت داد. بر این مبنا می‌توان نتیجه گرفت که نرخ انتقال جرم توده‌های کوچک بیشتر است. بر اساس نتایج به دست آمده تغییر در جرم نمونه تغییر خیلی ناچیزی بر بازده استخراج روغن از دانه‌های گلرنگ وحشی داشت. در راستای پژوهش حاضر، افزایش بازده استخراج روغن لوبیا لیما [۱۹] و روغن هسته خرما [۲۰] با کاهش جرم گزارش شده است.

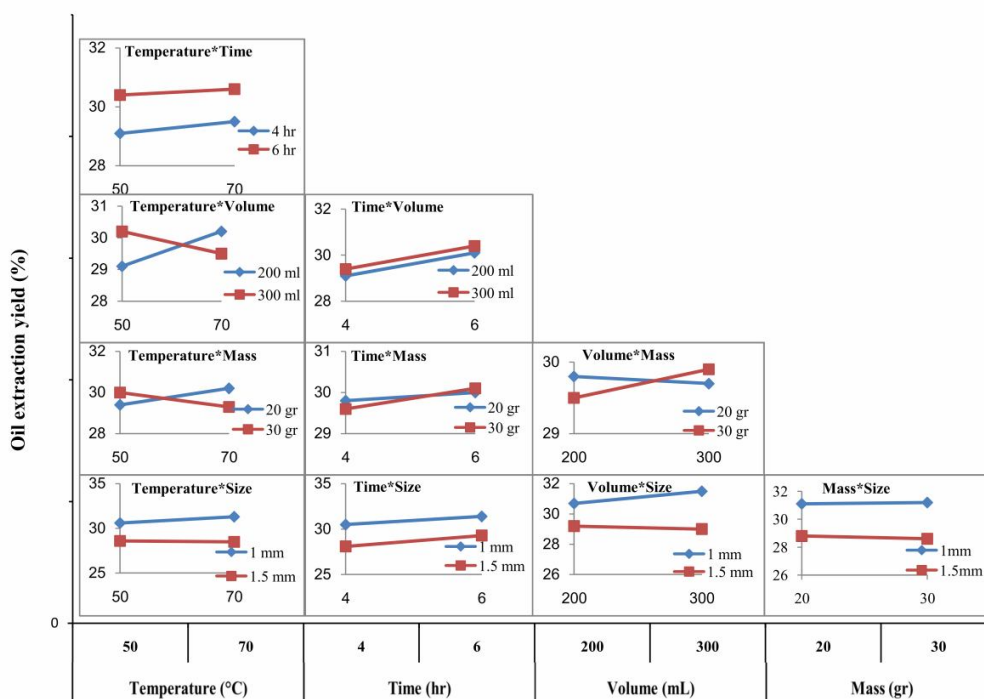


Fig 2 The effect of interactions on the oil extraction yield in fractional factorial design

از ۱۶۵/۹ تا ۳۰۰ میلی لیتر افزایش و با افزایش حجم تا ۳۳۴ میلی لیتر نیز کمی کاهش یافت.

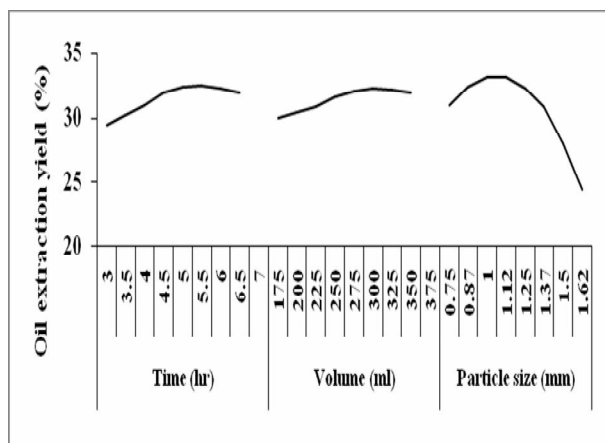


Fig 3 The effects of main factors on the oil extraction yield by central composite design

تغییر اندازه ذرات از ۱/۰ تا ۱/۷ میلی متر تغییرات زیادی بین ۲۴-۳۳/۵ درصد در پاسخ ایجاد کرد. با کاهش اندازه ذرات کمتر از ۱/۰ میلی متر نیز کاهش بازده استخراج روغن مشاهده گردید.

۳-۳- مدل سازی و بهینه سازی استخراج روغن

نتایج حاصل از آزمایش های مربوط به طرح مرکب مرکزی در جدول ۵ نشان داده شده است. بر اساس این نتایج میانگین مقدار روغن استخراج شده ۳۰/۴ درصد بود. بیشترین مقدار روغن استخراجی در این مرحله ۳۴/۳ درصد مربوط به زمان ۶ ساعت، حجم حلال ۳۰۰ میلی لیتر و قطر متوسط ۱/۰ میلی متر بود. در شکل ۳، تغییرات پاسخ بر اساس تغییرات سه عامل زمان ماند، حجم حلال و اندازه ذرات به صورت جداگانه نشان داده شده است و پاسخ برای هر سه عامل به صورت درجه دو می باشد. با افزایش زمان از ۳ ساعت ۱۹ دقیقه تا ۶ ساعت عملکرد روغن در این مرحله افزایش یافت. دامنه تغییرات پاسخ بر اساس تغییر زمان زیاد نبوده و در زمان های طولانی تر تقریباً افت کمی در بازده استخراج مشاهده گردید که این افت با افزایش زمان بیش از ۶ ساعت شروع شد. همچنین بازده استخراج روغن با افزایش حجم

Table 5 The oil extraction yield for the experiments in central composite design

Run number	Residence time (°C)	Solvent volume (ml)	Particle size (mm)	Oil extraction yield	
				Experiment	Model
1	4.0	200	1.00	32.7	32.2
2	6.0	200	1.00	31.7	32.4
3	4.0	300	1.00	30.8	31.0
4	6.0	300	1.00	34.9	34.3
5	4.0	200	1.50	27.4	28.1
6	6.0	200	1.50	26.4	26.3
7	4.0	300	1.50	26.6	26.0
8	6.0	300	1.50	30.7	31.2
9	3.3	250	1.25	29.7	29.9
10	6.7	250	1.25	32.3	32.1
11	5.0	166	1.25	30.6	30.2
12	5.0	334	1.25	32.6	33.0
13	5.0	250	0.80	32.3	32.5
14	5.0	250	1.70	24.36	24.0
15	5.0	250	1.25	32.5	32.6
16	5.0	250	1.25	32.5	32.5

چون ریز کردن بیش از حد ذرات باعث مسدود شدن منافذ شده و با کاهش حرکت آزاد حلال در درون نمونه جامد، استخراج روغن سخت‌تر خواهد شد [۶].

Table 6 ANOVA table in central composite design

Source	DF	SS	MS	F-value	P-value
Temperature	1	8.22	8.22	17.87	0.006**
Volume	1	4.93	4.93	10.72	0.017*
Particle size	1	77.80	77.80	168.95	0.000**
Time×time	1	2.68	2.68	5.83	0.052 ^{ns}
Volume×volume	1	0.98	0.98	2.14	0.194 ^{ns}
Size×size	1	21.14	21.14	45.91	0.001**
Time×volume	1	12.75	12.75	27.69	0.002**
Time×size	1	0.00	0.00	0.00	0.960 ^{ns}
Volume×size	1	0.55	0.55	1.20	0.316 ^{ns}
Error	6	2.76	0.55	-	-
Total	15	129.24	-	-	-

*Significant effect at 5% level; ** Significant effect at 1% level; ^{ns} No significant effect

مدل درجه یک طرح مرکب مرکزی به صورت زیر می-باشد:

$$R^2 = 80.7\%$$

$$\text{Yeild (\%)} = 73.4 - 5.47 t - 0.14 v - 14.5 s$$

اثرات تمامی عوامل و اثرات متقابل آن‌ها به جز اثر اصلی اندازه در این مدل معنی‌دار نمی‌باشند. ضریب رگرسیون این معادله برابر با ۰/۸ می‌باشد که این ضریب نشان می‌دهد عوامل به خوبی

معادله رگرسیونی در طرح مرکب مرکزی می‌تواند یک معادله درجه یک یا یک معادله درجه دو باشد. معادله درجه یک و درجه دو مقدار استخراج روغن بر اساس عوامل زمان ماند، حجم حلال و اندازه ذرات نمونه و اثرات متقابل آن‌ها و اثرات درجه دو این عوامل پس از حذف عوامل غیر مهم به ترتیب در رابطه‌های ۵ و ۶ نشان داده شده‌اند.

۵- منابع

- [1] Ahmad Zadeh, A.K., Almassi, M., Meighani, H.M., Borghei, A.M. and Azizian, J. 2011. Suitability of *Carthamus oxyacantha* plant as biodiesel feedstock. *Australian Journal of Crop Science*, 5:12.1639-1643.
- [2] FAO, 2016. Statistical Database of the Food and Agriculture Organization of the United Nations. Available online in <http://faostat3.fao.org/> [06 August 2016].
- [3] Khalid, N., Khan, R. S., Hussain, M. I., Farooq, M., Ahmad, A. and Ahmed, I. 2017. A comprehensive characterisation of safflower oil for its potential applications as a bioactive food ingredient-a review. *Trends in Food Science and Technology*. 66: 176-186.
- [4] Conte, R., Gullich, L. M., Bilibio, D., Zanella, O., Bender, J. P., Carniel, N. and Priamo, W. L. 2016. Pressurized liquid extraction and chemical characterization of safflower oil: A comparison between methods. *Food chemistry*, 213: 425-430.
- [5] Liauw, M.Y., Natan, F., Widiyanti, P., Ikasari, D., Indraswati, N., and Soetaredjo, F. 2008. Extraction of neem oil (*Azadirachta indica* A. Juss) using n-hexane and ethanol: studies of oil quality, kinetic and thermodynamic. *ARPN Journal of Engineering and Applied Sciences*. 3:3.49-54.
- [6] Reverchon, E., and De Marco, I. 2006. Supercritical fluid extraction and fractionation of natural matter. *The Journal of Supercritical Fluids*. 38:2.146-66.
- [7] Adejumo, B., Inaede, S., and Adamu, T. 2013. Effect of moisture content on the yield and characteristics of oil from moringa oleifera seeds. *Academic Research International*. 4:4.160-170.
- [8] Gutierrez, L.F., Ratti, C., and Belkacemi, K. 2008. Effects of drying method on the extraction yields and quality of oils from quebec sea buckthorn (*Hippophae rhamnoides* L.) seeds and pulp. *Food Chemistry*. 106:3.896-904.
- [9] Mani, S., Jaya, S., and Vadivambal, R. 2007. Optimization of solvent extraction of Moringa (*Moringa oleifera*) seed kernel oil using response surface methodology. *Food and Bioproducts Processing*. 85:4.328-35.

در مدل درجه یک برازش نشده‌اند. مدل درجه دو طرح مرکب مرکزی به صورت زیر می‌باشد:

$$R^2 = 97.9\% \quad (۶)$$

$$\text{Yeild (\%)} = 16.0 - 0.09 t - 0.0752 v + 45.9 s - 24.17 s \times s + 0.02525 t \times v$$

ضریب رگرسیون معادله مقدار روغن برابر با ۰/۹۸ می‌باشد که این ضریب نشان می‌دهد عوامل به خوبی از مدل درجه دو برازش شده‌اند و چون در مجموع، انعطاف مدل درجه دو نسبت به مدل درجه یک بیشتر است و تخمین پارامترها (β) در مدل درجه دو راحت‌تر می‌باشد، مناسب‌ترین مدل برای ارزیابی مقدار روغن مدل درجه دو می‌باشد.

۳-۴- بهینه‌سازی عوامل مهم با طرح مرکب

مرکزی

بهینه‌سازی نهایی عوامل موثر بر بازده استخراج روغن به وسیله طرح مرکب مرکزی انجام شد. بر اساس این طرح، مقادیر بهینه سه عامل زمان استخراج، حجم حلال و اندازه ذرات محاسبه گردید. مقدار بهینه برای زمان استخراج ۶ ساعت و ۴۰ دقیقه، حجم حلال ۳۳۴ میلی‌لیتر که این مقدار برابر با نسبت حجم حلال به وزن نمونه ۱:۱ میلی‌لیتر بر گرم و اندازه ذرات ۱/۱ میلی‌متر بود که مقدار پیش‌بینی شده برای این سطح از عوامل ۳۶/۶ درصد بود.

۴- نتیجه گیری کلی

بررسی اولیه نشان داد که اندازه ذرات و زمان در سطح آماری ۱ درصد و حجم حلال در سطح آماری ۵ درصد بر بازده استخراج روغن اثر معنی‌داری داشتند ولی دما و جرم نمونه اثر قابل توجهی بر بازده استخراج نداشتند. مقدار بهینه هر یک از عوامل موثر بر بازده استخراج روغن با استفاده از طرح مرکب مرکزی، ۶ ساعت و ۴۰ دقیقه برای زمان، ۳۳۴ میلی‌لیتر برای حجم حلال و برای اندازه ذرات ۱/۱ میلی‌متر بدست آمد. با توجه به مقادیر بهینه ذکر شده، مقدار بهینه تخمینی روغن قابل استخراج ۳۶/۶٪ محاسبه گردید. بازده استخراج روغن به صورت یک مدل درجه دو از عوامل موثر بیان گردید که این مدل به خوبی در داده‌های آزمایشگاهی برازش شد ($R^2 = ۰/۹۸$).

- [15] Srinivasan, A., and Viraraghavan, T. 2010. Oil removal from water by fungal biomass: A factorial design analysis. *Journal of hazardous materials*. 175:1.695-702.
- [16] Da Porto, C., Voinovich, D., Decorti, D., and Natolino, A. 2012. Response surface optimization of hemp seed (*Cannabis sativa* L.) oil yield and oxidation stability by supercritical carbon dioxide extraction. *The Journal of Supercritical Fluids*. 68:45-51.
- [17] Montgomery, D.C. 2008. *Design and analysis of experiments*. Wiley New York, USA, 680p.
- [18] Jeong, I.-J., and Kim, K.-J. 2009. An interactive desirability function method to multiresponse optimization. *European Journal of Operational Research*. 195:2.412-26.
- [19] Olutoye, M.A., and Garba, M.U. 2008. Extraction and characterization of oil from Lima beans using 23 full factorial designs. *AU Journal of Technology*. 12:2.86-91.
- [20] Momoh, O.J., Okafor, V.N., and Obada, D.O. 2015. Mathematical modeling of the solvent extraction of palm kernel oil from palm kernel. *Palestine Technical University Research Journal*. 3:1.23-9.
- [10] Hashim, A.B., Giwa, S.O., Ibrahim, M., and Giwa, A. 2015. Finding the optimum parameters for oil extraction from sesame seed using response surface methodology. *International Journal of Scientific Research & Management Studies*. 2:1.1-13.
- [11] Reshad, A.S., Tiwari, P., and Goud, V.V. 2015. Extraction of oil from rubber seeds for biodiesel application: Optimization of parameters. *Fuel*. 150:636-44.
- [12] Mbah, G., Amulu, N., Eng, M., and Onyiah, M. 2014. Effects of process parameters on the yield of oil from melon seed (*Colocynthis citrullus*). *The Pacific Journal of Science and Technology*. 15:2.43-49.
- [13] Rodriguez-Miranda, J., Hernandez-Santos, B., Herman-Lara, E., Gomez-Aldapa, C.A., Garcia, H.S., and Martinez-Sanchez, C.E. 2014. Effect of some variables on oil extraction yield from Mexican pumpkin seeds. *CyTA-Journal of Food*. 12:1.9-15.
- [14] Telford, J.K. 2007. A brief introduction to design of experiments. *Johns Hopkins Apl Technical Digest*. 27:3.224-232.

Determining the significant factors affecting solvent oil extraction from wild safflower seeds using fractional factorial design

Mozafari Gharba, F.¹, Ghazanfari Moghaddam, A.^{2*}, Akhavan, H. R.³

1. M.Sc. Student, Department of Mechanic of Agricultural Machineries, Faculty of Agriculture, Shahid Bahonar University of Kerman, Kerman, Iran
2. Professor, Department of Mechanic of Agricultural Machineries, Shahid Bahonar University of Kerman, Kerman, Iran
3. Assistant Professor, Department of Food Science and Technology, Faculty of Agriculture, Shahid Bahonar University of Kerman, Kerman, Iran

(Received: 2017/06/25 Accepted:2017/12/02)

Wild safflower is a plant resistant to dry climate and the seeds are used for producing edible or industrial oils. The objective of this research was to investigate the factors affecting solvent oil extraction from wild safflower seeds. The effect of 5 factors including solvent temperature (50 and 70°C), time of extraction (4 and 6 h), volume of solvent (200 and 300 ml), mass of the seeds (20 and 30 g) and size of the ground seeds (1.0 and 1.5 mm) on extracting oil by Soxhlet extractor was investigated using fractional factorial experiments based on completely randomized design ($\alpha=0.01$ and $\alpha=0.05$). After determining the significant factors, the value of the factors were optimized using response surface methodology based on the central composite design method. The experiments performed by fractional factorial experiments showed that extraction time ($\alpha=0.01$), size of seed particles ($\alpha=0.01$) and solvent volume ($\alpha=0.05$) had meaningful effects on the oil extraction yield. The experiment performed based on central composite design indicated that particle size ($\alpha=0.01$), extraction time ($\alpha=0.01$), volume of solvent ($\alpha=0.05$), and the interaction of time and solvent volume ($\alpha=0.01$) had significant impact on the oil extraction yield. From the 5 investigated factors, time of extraction and the size of ground seeds ($\alpha=0.01$) and the volume of solvent ($\alpha=0.05$) had significant effects on the oil extraction yield. The optimized values for extraction time, volume of solvent and the size of the ground seeds were 6:40 h, 335 ml and 1.1 mm, respectively. The maximum oil extraction yield at the optimum conditions was 36.6%.

Keywords: Wild safflower seed, Solvent extraction, Fractional factorial design, Optimization.

*Corresponding Author E-mail address: aghazanfari@uk.ac.ir