

بهینه‌سازی استخراج اسانس از صمغ آنگوزه به روش تقطیر به کمک مایکروویو و شناسایی ترکیبات اسانس

زهرا حسینعلی‌زاده، فیروزه دانافر*

گروه مهندسی شیمی، دانشگاه شهید باهنر کرمان، کرمان، ایران

چکیده

در این پژوهش پس از تعیین اثر میزان حلال، تاثیر پارامترهای زمان، نسبت حلال به جامد و توان بر بازدهی استخراج اسانس از صمغ آنگوزه که خواص دارویی متعددی دارد، به روش تقطیر به کمک مایکروویو بررسی شد. با آنالیز آماری به روش سطح پاسخ مشخص شد که پارامترهای زمان، نسبت و توان دارای تاثیری معنی‌دار بر بازدهی هستند. شرایط بهینه برای رسیدن به حداکثر بازدهی استخراج، نسبت حلال به جامد ۳۰ میلی‌لیتر بر گرم، توان ۹۰۰ وات و زمان ۲۶ دقیقه به دست آمدند که با انجام آزمایش تحت این شرایط مقدار بازدهی (درصد وزن اسانس به وزن ماده‌ی اولیه خشک) $4/853 \pm 0/045$ به دست آمد. مطابق با نتایج آنالیز GC/MS، ۷۱ ترکیب شناسایی شد که ۹۷/۱۸ درصد کل اسانس را تشکیل می‌دادند. برخی از ترکیبات اصلی عبارت بودند از: γ -Eudesmol، α -Pinene، β -Pinene، ۲- ترکیب γ -Eudesmol اصلی‌ترین ترکیب بود که بالاترین درصد اسانس را تشکیل داده بود.

مشخصات مقاله

دریافت: ۲۰ خرداد ۱۴۰۲

دریافت پس از اصلاح: ۲۴ مرداد ۱۴۰۲

پذیرش نهایی: ۳۱ شهریور ۱۴۰۲

کلمات کلیدی:

آنگوزه
تقطیر
مایکروویو
اسانس
GC/MS

۱- مقدمه

گیاهان به خاطر خواص درمانی خود که تا حدودی مربوط به ترکیبات فعال زیستی موجود در آنهاست، از گذشته مورد استفاده قرار می‌گرفته‌اند [۱،۲]. در سال‌های اخیر، علاقه و تقاضا به استفاده از محصولات طبیعی و داروهای گیاهی به جای مواد مصنوعی در جهان افزایش یافته است [۳،۴]. از جمله این ترکیبات زیستی اسانس‌ها هستند که روغن‌های اتری یا روغن‌های فرار هم نامیده می‌شوند [۵]. اسانس عبارت است از: "محصولات معطر با ترکیب پیچیده که از عصاره خام گیاهی به وسیله بخار آب، تقطیر خشک و یا یک روش مکانیکی مناسب بدون حرارت، استخراج می‌شوند. به طور کلی، یک روش فیزیکی برای جداسازی اسانس از فاز آبی به کار می‌رود که تغییر قابل توجهی در ترکیب شیمیایی آن ندارد" [۶].

جنس فرولا با ترکیبات فعال بیولوژیکی مانند مشتقات و ترکیبات حاوی گوگرد که در سال‌های اخیر توجه زیادی را به خود جلب کرده‌اند و با خواص دارویی مثل ضدکرم، ضد عفونت، ضداسپاسم گوارشی، مسکن، سیتوتوکسیک^۱، ضد-تومور، ضددیابت و درمان انواع اختلالات، به خانواده‌ی گیاهی چتریان^۲ تعلق دارد. این جنس در داروهای سنتی و به عنوان ادویه استفاده می‌شود [۷-۱۱]. آنگوزه که طعمی ناخوشایند و بویی تند دارد، شیره یا صمغ گیاه فرولاست که با تیغ زدن خارج، و به مرور سفت می‌شود [۱۲]. این صمغ که از گونه‌های مختلفی از این گیاه به دست می‌آید، علاوه بر کاربرد در داروسازی به دلیل خواصی مثل رفع بیماری‌های عصبی، فعالیت‌های آنتی‌اکسیدان و ... در عطرسازی هم کاربرد دارد [۱۳]. برخی از ترکیبات گوگردی موجود در روغن صمغ آنگوزه، که مسئول بوی بد آن است، مشابه با سیر و پیاز است و با خواص ضد میکروبی آن ارتباط دارد [۱۴،۱۵].

روش‌های سنتی استخراج به دلیل معایبی مثل زمان زیاد، از بین رفتن برخی ترکیبات و بازدهی پایین جای خود را به روش‌های جدید داده‌اند [۱۶]. از جمله روش‌های نوین، استخراج با مایکروویو، استخراج با سیال فوق بحرانی، استخراج با حلال تحت فشار و استخراج با امواج فراصوت هستند که مزایایی مثل سرعت بالاتر، مصرف کمتر انرژی و حلال و بهبود بازدهی محصول را دارند [۱۷-۱۹]. در میان روش‌های نوین

استخراج، استفاده از امواج مایکروویو که در سال ۱۹۸۶ توسط گروه تحقیقاتی گانزله^۳ ارائه شد، از نظر صنعتی مزایای گوناگونی دارد [۲۰،۹]. این فرایند تکرارپذیر است و از آنجا که ظرف حرارت را جذب نمی‌کند، نمونه مستقیماً گرم می‌شود [۲۱]. در حال حاضر انواع روش‌های استخراج با مایکروویو از جمله استخراج حلال به کمک مایکروویو^۴، تقطیر با بخار مایکروویو^۵، تقطیر مایکروویو هوای فشرده^۶، تقطیر با آب مایکروویو خلا^۷، نفوذ بخار مایکروویو^۸، تقطیر با آب به کمک مایکروویو^۹، استخراج مایکروویو بدون حلال^{۱۰}، تقطیر با بخار تسریع شده مایکروویو^{۱۱} و مایکروویو با نفوذ هیدرو و جاذبه^{۱۲} توسعه یافته‌اند [۲۳،۲۲،۱۶،۸].

امینی و همکاران در سال ۲۰۱۹ [۲۴] اسانس اندام‌های مختلف گیاه آنگوزه (ریشه، ساقه، برگ و گل) را به روش تقطیر با بخار آب با دستگاه کلونجر استخراج کردند. نتایج نشان داد که به ترتیب بیشترین و کمترین مقدار اسانس (۰/۷ و ۰/۱ درصد) متعلق به اندام‌های گل و برگ گیاه آنگوزه بود. اصلی‌ترین ترکیبات اسانس هر چهار اندام گیاه، بتا-پینن، آلفا-پینن، پروپیل‌ان-بوتیل دی سولفید و ۲،۱-دی تیولان بودند. شکوری و همکاران در سال ۲۰۱۵ [۲۵] ترکیبات شیمیایی، خواص ضد میکروبی و فعالیت آنتی‌اکسیدانی اسانس و عصاره گیاه آنگوزه در نیشابور را بررسی کردند. گیاه آنگوزه با استفاده از تقطیر با آب و دستگاه کلونجر اسانس‌گیری شد. ۱۳ ترکیب در اسانس شناسایی شد که اصلی‌ترین آنها آلفا-پینن (۲۱/۴٪)، بتا-پینن (۴۷/۱٪) و ۲،۱-دی تیولان (۱۸/۶٪) بودند. ترک و همکاران در سال ۲۰۱۸ [۲۶] به بهبودسازی پارامترها در تقطیر به کمک مایکروویو اسانس صمغ کندر^{۱۳} پرداختند. هدف مقایسه روش تقطیر با آب (HD) با تقطیر به کمک مایکروویو (MWHD) در چگالی‌های توان مختلف بود. نتایج نشان داد که روغن تولید شده به روش MWHD ویژگی‌های کیفی جدید و ترکیبات شیمیایی متفاوتی نسبت به استخراج با روش‌های مرسوم داشت. مولایی و همکاران در

³ Ganzler research group

⁴ microwave - assisted solvent extraction

⁵ microwave steam distillation (MSD)

⁶ compressed air microwave distillation (CAMD)

⁷ vacuum microwave hydrodistillation (VMHD)

⁸ microwave steam diffusion (MSDF)

⁹ microwave hydro distillation (MWHD)

¹⁰ solvent-free microwave extraction (SFME)

¹¹ microwave accelerated steam distillation (MASD)

¹² microwave by hydro diffusion and gravity (MHG)

¹³ frankincense

¹ cytotoxic

² Apiaceae (Umbelliferae)

دو بار تکرار انجام شد. در هر آزمایش ابتدا ۲۰ گرم پودر صمغ آنغوزه وزن و مقدار اولیه‌ی ۱۰۰، ۲۰۰ و ۳۰۰ میلی‌لیتر آب مقطر به آن اضافه شد. سپس استخراج اسانس با استفاده از دستگاه مایکروویو سامسونگ (ساخت کره جنوبی) مدل MG402MADXBB با فرکانس ۲۴۵۰ مگاهرتز که متصل به یک سیستم تقطیر با آب در خارج از مایکروویو بود، انجام شد. (شکل ۲). دستگاه مایکروویو دارای گستره‌ی توان محدودی (۱۰۰، ۱۸۰، ۳۰۰، ۴۵۰، ۶۰۰ و ۹۰۰ وات) بود و سیستم تقطیر با آب شامل تعدادی رابط اتصال، کندانسور، قطره‌گیر و دکانتور بود. آزمایش‌ها در توان ثابت ۹۰۰ وات انجام شدند و به هر آزمایش برای استخراج تا زمانی که حلال تقریباً تمام شود (تبخیر تقریباً کامل حلال توسط انرژی مایکروویو) زمان داده شد. در نهایت آب از اسانس جدا و درصد بازده اسانس‌ها بر اساس فرمول ۱ محاسبه شد که در آن Y درصد بازده استخراج، W_0 وزن اسانس به دست آمده و W_i وزن ماده‌ی اولیه خشک می‌باشد.

$$(\%)Y = \frac{W_o}{W_i} \times 100 \quad (1)$$



شکل ۲- سیستم تقطیر با آب به کمک مایکروویو

۳-۲- بهینه‌سازی استخراج اسانس به روش تقطیر با مایکروویو

برای بهینه‌سازی شرایط استخراج اسانس به روش تقطیر با مایکروویو ۱۴ آزمایش با ۳ تکرار با مقادیر مختلف زمان (A)، نسبت حلال به جامد (B) و توان (C) مطابق با جدول ۱ انجام شد. برای انجام هر آزمایش ابتدا مقادیر مختلفی از پودر صمغ آنغوزه با مقدار ثابت ۳۰۰ میلی‌لیتر آب مقطر (تعیین شده از قسمت ۲-۲) مخلوط شد. سپس استخراج اسانس با استفاده از سیستم ذکر شده در قسمت ۲-۲ در توان‌ها و

سال ۲۰۱۹ [۲۷] استخراج روغن‌های فرار گیاه چویل^{۱۴} با استفاده از روش MWDH را بهینه‌سازی کردند. سپس این روش را با روش HD مقایسه کردند. حداکثر بازده اسانس (۶/۳۰٪) با توان مایکروویو ۹۸۰ وات و نسبت گیاه به مایع (g/100ml) ۲ در ۷۲ دقیقه به دست آمد که بیشتر از اسانس حاصل از روش تقطیر با آب (۲/۶۵٪) بود. بنابراین نتایج نشان داد که MWDH می‌تواند زمان، آسیب‌های زیست‌محیطی و مصرف انرژی را کاهش دهد و در عین حال باعث افزایش فعالیت‌های بیولوژیکی در مقایسه با روش HD شود.

اگر چه تاکنون مطالعاتی بر روی صمغ آنغوزه انجام شده است، اما تا به حال مطالعه‌ای برای بهینه‌سازی استخراج اسانس از صمغ این ماده ارزشمند به روش نوین تقطیر به کمک مایکروویو انجام نشده است. بنابراین، در این پژوهش بهینه‌سازی شرایط استخراج برای رسیدن به حداکثر درصد بازدهی و بررسی اثر پارامترهای زمان، توان و نسبت حلال به جامد بر درصد بازدهی استخراج اسانس به دست آمده با استفاده از تقطیر با مایکروویو از صمغ آنغوزه با استفاده از روش سطح پاسخ مورد مطالعه قرار گرفته است. همچنین شناسایی ترکیبات اسانس به دست آمده در شرایط بهینه هدف دیگر این پژوهش است.

۲- مواد و روش‌ها

۲-۱- ماده‌ی گیاهی

صمغ آنغوزه (شکل ۱) از بازار محلی خریداری و تا حد امکان ناخالصی‌های آن جدا شد و سپس با استفاده از آسیاب پودر شد.



شکل ۱- صمغ آنغوزه خریداری شده

۲-۲- استخراج اسانس با مقادیر اولیه مختلف حلال

برای بررسی اثر میزان اولیه حلال بر بازدهی اسانس استخراج شده با روش تقطیر به کمک مایکروویو، ۳ آزمایش با

¹⁴ Ferulago angulate

با تکرار انجام شد. درصد بازده اسانس‌ها بر اساس درصد وزن اسانس به وزن ماده‌ی اولیه خشک مطابق با فرمول ۱ تعیین شد.

۲-۶- استخراج اسانس در نسبت حلال به جامد زیاد

برای بررسی اثر نسبت حلال به جامد زیادتر بر بازدهی استخراج، ۷/۵ گرم پودر صمغ آنگوزه با ۳۰۰ میلی‌لیتر آب مخلوط شد و سپس استخراج اسانس توسط سیستم ذکر شده در قسمت ۲-۲ در توان ثابت ۹۰۰ وات و در نسبت حلال به جامد ۴۰ میلی‌لیتر بر گرم با تکرار انجام شد. درصد بازده اسانس‌ها بر اساس درصد وزن اسانس به وزن ماده‌ی اولیه خشک مطابق با فرمول ۱ تعیین شد.

۲-۷- مقایسه بازدهی اسانس‌های به دست آمده برای

مقادیر مختلف حلال و زمان طولانی

برای بررسی اثر میزان حلال و زمان طولانی بر بازدهی اسانس‌های به دست آمده، آنالیز واریانس یک‌طرفه با استفاده از نرم‌افزار Minitab ورژن ۱۸ انجام شد. سپس با استفاده از جدول آنالیز واریانس و مقدار P-Value بازده آزمایش‌ها مقایسه و معنی‌دار بودن اختلاف آنها بررسی شد. به این صورت که برای P-Value کمتر از ۰/۰۵ اختلاف معنی‌دار در نظر گرفته شد.

۲-۸- آنالیز کروماتوگرافی گازی- طیف‌سنجی جرمی

(GC/MS)

تعیین ترکیبات اسانس‌ها با آنالیز کروماتوگرافی گازی- طیف‌سنجی جرمی (GC/MS) توسط شرکت مهماکس در تهران انجام شد. دستگاه مورد استفاده ساخت شرکت Agilent (آمریکا) مدل ۷۸۹۰ مجهز به MS ساخت شرکت Agilent مدل ۵۹۷۵ ورودی Split/Spitless که دارای طیف‌سنج جرمی از نوع چهار قطبی می‌باشد، بود. جداسازی توسط یک ستون موئین از نوع پلی‌دی‌متیل‌سیلوکسان از جنس سیلیکا با ضخامت فیلم ۰/۲۵ میکرومتر انجام شد. دمای انژکتور و حجم تزریق به ترتیب ۲۶۰ درجه سانتی‌گراد و ۱ میکرولیتر بودند. از هلیوم با خلوص ۹۹/۹۹۹٪ به عنوان گاز حامل استفاده شد. نرم‌افزار دستگاه MSD ChemStation ورژن E.02.01.1177 بود.

زمان‌های مختلف انجام شد. در نهایت آب از اسانس جدا شد و اسانس به دست آمده در ظرف تیره در یخچال نگهداری شد. درصد بازده اسانس‌ها بر اساس فرمول ۱ محاسبه شد.

جدول ۱- مقادیر سطوح برای متغیرهای آزمایش

سطوح			نماد	متغیرها
سوم	دوم	اول		
۲۶	۱۹	۱۲	A	زمان (دقیقه)
۳۰	۲۰	۱۰	B	نسبت حلال به جامد (میلی‌لیتر حلال بر گرم جامد)
۹۰۰	۶۰۰	۴۵۰	C	توان (وات)

۲-۴- طراحی آزمایش به روش سطح پاسخ و تجزیه و

تحلیل آماری

برای پیدا کردن درصد بازدهی بهینه و بررسی اثر پارامترهای A، B و C بر بازدهی استخراج، بهینه‌سازی به روش سطح پاسخ با استفاده از نرم‌افزار Minitab ورژن ۱۸ انجام شد. به این صورت که برای هر ۳ پارامتر انتخاب شده ۳ سطح مطابق با آزمایش‌های اولیه و بررسی کارهای گذشته در نظر گرفته شد (جدول ۱). از آنجایی که دستگاه مایکروویو مورد استفاده دارای گستره‌ی توان محدودی بود، توان به عنوان پارامتر گسسته در نظر گرفته شد. پس از وارد کردن طرح انتخابی شامل ۴۲ آزمایش (شامل ۲ نقطه‌ی مرکزی و ۳ تکرار برای هر آزمایش) در قسمت worksheet نرم‌افزار، تجزیه و تحلیل با در نظر گرفتن درصد بازدهی استخراج به عنوان پاسخ با درصد اطمینان ۹۵٪ انجام شد. سپس با استفاده از جدول آنالیز واریانس و مقدار P-Value برای هر پارامتر تاثیر آنها بر بازدهی استخراج و معنی‌دار بودن اثر آنها بررسی شد. به این صورت که برای P-Value کمتر از ۰/۰۵ تاثیر بر بازدهی معنی‌دار در نظر گرفته شد. در نهایت بهینه‌سازی با هدف رسیدن به درصد بازدهی بیشینه با سطح اطمینان ۹۵٪ برای تمامی فواصل و با استفاده از مدل سطح پاسخ توسط نرم‌افزار انجام شد.

۲-۵- استخراج اسانس در زمان طولانی

برای بررسی اثر مدت زمان طولانی بر بازدهی استخراج، ۱۰ گرم پودر صمغ آنگوزه با ۳۰۰ میلی‌لیتر آب مخلوط شد و سپس استخراج اسانس توسط سیستم ذکر شده در قسمت ۲-۲ در توان ثابت ۶۰۰ وات و در سه زمان ۱۲، ۲۶ و ۴۰ دقیقه

۳- بحث و نتیجه گیری

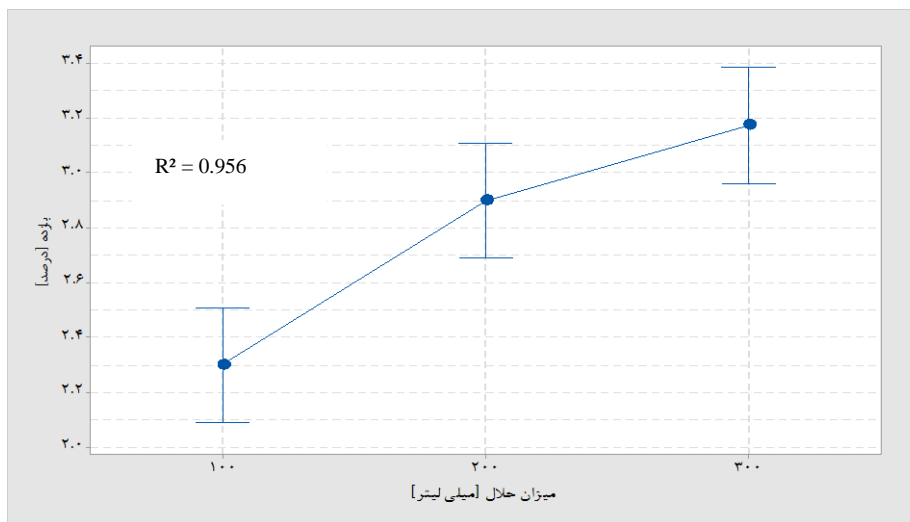
۳-۱- تاثیر میزان اولیهی حلال بر بازدهی

مدت زمان استخراج برای مقادیر اولیهی ۱۰۰، ۲۰۰ و ۳۰۰ میلی لیتر حلال به ترتیب ۱۴، ۷ و ۲۱ دقیقه بود. درصد بازدهی اسانس های به دست آمده در جدول ۲ بیان شده است. با آنالیز این داده ها توسط نرم افزار، جدول آنالیز واریانس (جدول ۳) به صورت زیر به دست آمد. همانطور که در جدول آنالیز واریانس مشاهده می شود مقدار P-Value کمتر از ۰/۰۵ است و به این معناست که میانگین بازده به دست آمده از آزمایش ها با مقادیر اولیهی مختلف حلال اختلاف معنی داری با هم دارند و همانطور که در جدول ۲ مشاهده می شود بیشترین

بازدهی مربوط به بیشترین میزان اولیهی حلال یعنی ۳۰۰ میلی لیتر می باشد. مقادیر بیشتر حلال می تواند باعث افزایش گرادیان غلظت و در نتیجه انتقال جرم شود و بازدهی استخراج را افزایش دهد. در این تحقیق به دلیل مقیاس ظروف و دستگاه مورد استفاده تاثیر مقادیر اولیهی بالاتر از ۳۰۰ میلی-لیتر حلال بر بازدهی بررسی نشد اما همانطور که در شکل ۳ مشاهده می شود شیب نمودار برای مقادیر اولیهی بالاتر حلال کاهش یافته است که بیانگر این است که برای مقادیر اولیهی خیلی زیاد حلال ممکن است افزایش در بازدهی کاهش یابد.

جدول ۲- درصد بازدهی های به دست آمده برای مقادیر اولیه مختلف حلال

مقدار حلال (میلی لیتر)	درصد بازده (میانگین \pm انحراف معیار)
۱۰۰	۲/۳۰۰ \pm ۰/۱۴۱
۲۰۰	۲/۹۰۰ \pm ۰/۰۷۰
۳۰۰	۳/۱۷۵ \pm ۰/۰۳۵



شکل ۳- نمودار درصد بازدهی برای مقادیر اولیه مختلف حلال

جدول ۳- جدول آنالیز واریانس برای بررسی اثر میزان اولیهی حلال بر بازدهی

منابع تغییر	درجه آزادی	مجموع مربعات	میانگین مربعات	F-Value	P-Value
فاکتور	۲	۰/۸۰۰	۰/۴۰۰	۴۵/۷۶	۰/۰۰۶
خطا	۳	۰/۰۲۶	۰/۰۰۸		
مجموع	۵	۰/۸۲۷			

۲-۳- بررسی اثر پارامترهای A، B و C بر بازدهی استخراج

مقادیر درصد بازدهی استخراج به دست آمده تحت شرایط مختلف در جدول ۴ گزارش شده است. کمترین و بیشترین بازدهی به دست آمده به ترتیب $0.064 \pm 1/735$ و $0.084 \pm 4/128$ بودند. مطابق جدول آنالیز واریانس (جدول ۵) مقدار P-Value برای پارامترهای خطی A، B و C کمتر از ۰/۰۵ است. این نشان می‌دهد که این پارامترها تاثیری معنی-

دار بر درصد بازدهی استخراج اسانس از طریق روش تقطیر با مایکروویو دارند. همچنین بر طبق نتایج با افزایش A، B و C مقدار بازدهی افزایش یافته است. همانطور که در نمودار پارتو (شکل ۴) مشاهده می‌شود علاوه بر پارامترهای خطی A، B و C، تاثیر AA و AC هم بر روی درصد بازدهی معنی‌دار است ولی اثر آنها کمتر از پارامترهای خطی است. ترتیب تاثیر پارامترها بر درصد بازدهی استخراج به صورت زیر است:

$$A > C > B > AC > AA$$

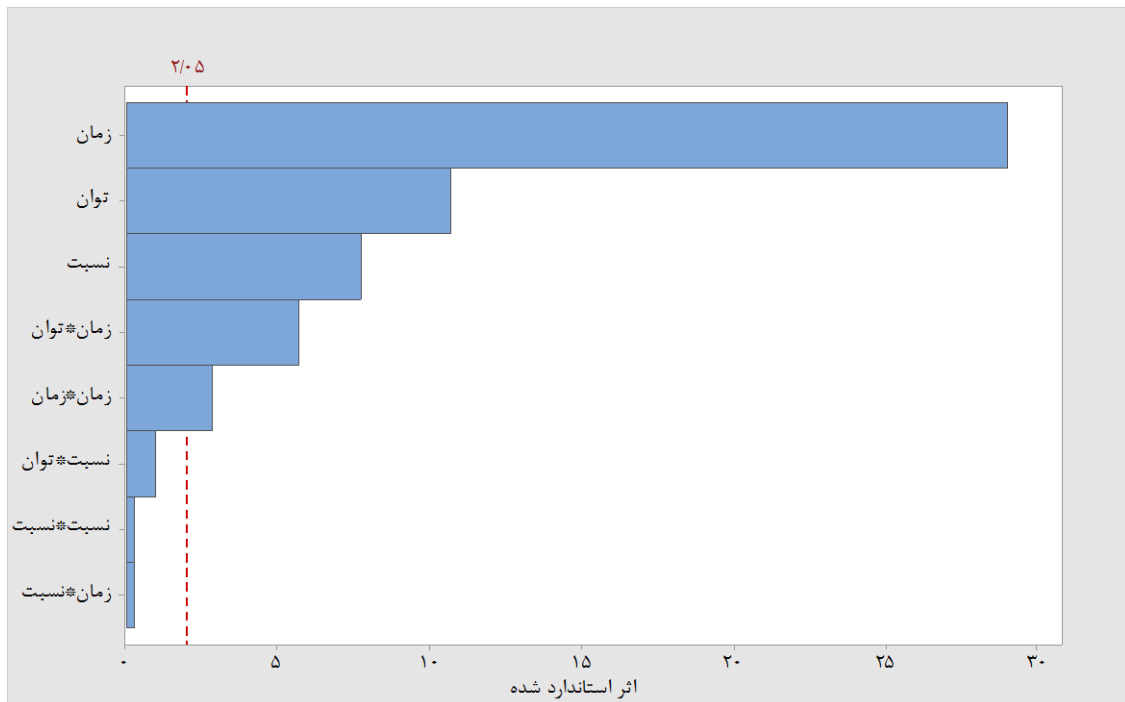
جدول ۴- درصد بازدهی‌های استخراج به دست آمده در شرایط مختلف

شماره آزمایش	نسبت حلال به جامد (میلی لیتر بر گرم)	توان (وات)	زمان (دقیقه)	درصد بازده استخراج (انحراف معیار \pm میانگین)
۱	۲۰	۴۵۰	۱۲	$0.064 \pm 1/735$
۲	۲۰	۴۵۰	۲۶	$0.079 \pm 3/142$
۳	۲۰	۹۰۰	۱۲	$0.033 \pm 3/355$
۴	۲۰	۹۰۰	۲۶	$0.084 \pm 4/128$
۵	۱۰	۶۰۰	۱۲	$0.065 \pm 2/548$
۶	۱۰	۶۰۰	۲۶	$0.031 \pm 3/626$
۷	۳۰	۶۰۰	۱۲	$0.071 \pm 2/897$
۸	۳۰	۶۰۰	۲۶	$0.070 \pm 4/003$
۹	۱۰	۴۵۰	۱۹	$0.077 \pm 2/529$
۱۰	۱۰	۹۰۰	۱۹	$0.052 \pm 3/572$
۱۱	۳۰	۴۵۰	۱۹	$0.050 \pm 2/807$
۱۲	۳۰	۹۰۰	۱۹	$0.064 \pm 3/807$
۱۳	۲۰	۶۰۰	۱۹	$0.033 \pm 3/355$
۱۴	۲۰	۶۰۰	۱۹	$0.056 \pm 3/324$

۲-۳-۱- اثر زمان

در این پژوهش اثر زمان‌های استخراج مختلف (۱۲، ۱۹ و ۲۶ دقیقه) مورد بررسی قرار گرفت. نتایج نشان داد که اثر زمان بر روی درصد بازدهی استخراج معنادار است به صورتی که با افزایش زمان استخراج مقدار بازدهی افزایش یافت و بیشترین بازدهی برای بیشترین زمان استخراج استفاده شده

یعنی ۲۶ دقیقه به دست آمد. همچنین اثر درجه دوم زمان (AA) نیز دارای تاثیری معنادار بر بازدهی بود. برای اهداف صنعتی، زمان کمتر به دلیل مزایای اقتصادی و کاهش مصرف انرژی مطلوب است [۲۸، ۱۹]. با این حال، اگر ماده به مدت طولانی در معرض امواج مایکروویو قرار بگیرد، بازده استخراج به علت از بین رفتن برخی از ترکیبات کاهش می‌یابد [۱۹].



شکل ۴- نمودار پارتو

۳-۲-۲- اثر نسبت حلال به جامد

در این پژوهش اثر نسبت‌های مختلف حلال به جامد مورد بررسی قرار گرفت. به این صورت که مقدار حلال ثابت در نظر گرفته شد (۳۰۰ میلی‌لیتر مطابق با بخش ۳-۱) و مقدارهای مختلفی از پودر صمغ (۱۰، ۱۵ و ۳۰ گرم پودر صمغ خشک آنغوزه) در آزمایش‌های مختلف استفاده شد. نتایج نشان داد که اثر نسبت حلال به جامد بر روی درصد بازدهی معنادار است به صورتی که با افزایش نسبت حلال به جامد (مقدار کمتر جامد) مقدار بازدهی افزایش یافت و درصد بازدهی بهینه برای بیشترین نسبت حلال به جامد استفاده شده یعنی ۳۰ (میلی‌لیتر بر گرم) به دست آمد.

دلایل احتمالی برای کاهش بازدهی استخراج با افزایش مقدار نمونه جامد می‌تواند به صورت زیر باشد:

(۱) افزایش جرم جامد باعث کاهش سطح موجود برای حلال برای نفوذ به مواد گیاهی و حل کردن مولکول‌های هدف می‌شود. (۲) جذب و پخش انرژی میکروویو توسط مقدار بیشتری از مواد گیاهی. (۳) کاهش تابش میکروویو تابشی به ازای هر ذره با افزایش بارگذاری جامد در یک توان معین. این امر باید اثر گرمایش دی‌الکتریک^{۱۵} نسبتاً کمی داشته باشد و در نتیجه باعث کاهش اثر اشعه میکروویو شود. (۴) جذب

امواج میکروویو توسط مواد گیاهی نزدیک سطح ظرف، باعث کاهش عمق نفوذ امواج میکروویو به سوسپانسیون^{۱۶} می‌شود. بنابراین مواد خام در بخش داخلی ظرف سطح یکسانی از تابش میکروویو را نخواهند داشت.

دمای مخلوط نمونه - حلال، خواص مواد شیمیایی گیاهی هدف (به عنوان مثال پایداری حرارتی)، استخراج‌کننده مبتنی بر میکروویو (با یا بدون همزن)، حلال و غیره احتمالاً با تاثیر نسبت جامد به آب بر بازده استخراج ارتباط دارند. اگر حجم مایع ثابت بماند و جرم جامد کاهش یابد، دمای مخلوط تقریباً ثابت است و بازده استخراج به تدریج افزایش می‌یابد. مقادیر نسبت جامد به آب اغلب در محدوده ۱:۵۰ تا ۱:۱۰ به کار گرفته می‌شود، اما این نسبت باید برای هر ماده خام بهینه‌سازی شود [۲۹].

۳-۲-۳- اثر توان میکروویو

در این پژوهش اثر توان‌های مختلف (۴۵۰، ۶۰۰ و ۹۰۰ وات) بر بازدهی استخراج مورد بررسی قرار گرفت. با توجه به اینکه دستگاه میکروویو مورد استفاده برای استخراج اسانس دارای گستره‌ی توان محدودی بود، برای هر توان یک معادله رگرسیون برای بازدهی بر حسب زمان و نسبت حلال به جامد

¹⁶ suspension¹⁵ dielectric heating effect

بهبودسازی استخراج اسانس از صمغ آنگوزه به روش تقطیر به کمک مایکروویو و شناسایی ترکیبات اسانس

مایکروویو منجر به افزایش دما (وابسته به توانایی ماده و حلال در جذب انرژی امواج مایکروویو) و سرعت استخراج (تبخیر) می‌شود. انتخاب یک حلال با قدرت استخراج بالا و فعل و انفعال قوی با ماده مهم است. حلال‌های قطبی مثل آب و محلول‌های یونی (معمولا اسیدها) بر خلاف حلال‌های غیر قطبی مثل هگزان به عنوان حلال در روش استخراج به کمک مایکروویو مناسب هستند زیرا آنها به دلیل گشتاور دوقطبی دائمی انرژی مایکروویو را به خوبی جذب می‌کنند. در واقع جذب امواج مایکروویو مربوط به ثابت دی‌الکتریک است که توانایی ماده برای جذب امواج مایکروویو را مشخص می‌کند. مثلا آب ثابت دی‌الکتریک بالایی دارد یعنی انرژی مایکروویو بیشتری را نسبت به اتلاف آن جذب می‌کند. بنابراین باعث افزایش دما و نفوذ ترکیبات به حلال می‌شود [۲۹].

از طریق تجزیه و تحلیل آماری با نرم‌افزار به دست آمد (جدول ۶). نتایج نشان داد که اثر توان بر روی درصد بازدهی معنادار است به صورتی که با افزایش توان مقدار بازدهی افزایش یافت و بیشترین بازدهی برای بیشترین توان استفاده شده یعنی ۹۰۰ وات) به دست آمد.

افزایش بازده استخراج با افزایش توان مایکروویو، مربوط به اثرات مستقیم انرژی مایکروویو بر مواد گیاهی می‌باشد [۱۹]. توان مایکروویو بسیار به دما در طول استخراج به کمک مایکروویو مربوط است و با افزایش توان مایکروویو، دما افزایش می‌یابد [۳۰]. زمانی که ماده در معرض امواج مایکروویو قرار می‌گیرد ساختار غشاهای سلولی شکسته و در نتیجه اسانس وارد حلال می‌شود. بنابراین، افزایش توان مایکروویو به طور کلی بازدهی استخراج را بهبود می‌بخشد. زیرا افزایش توان

جدول ۵- جدول آنالیز واریانس

منابع تغییر	درجه آزادی	مجموع مربعات	میانگین مربعات	F-Value	P-Value
مدل	۱۳	۱۶/۴۸۲	۱/۲۶۸	۱۶۶/۴۵	۰
بلاک‌ها	۲	۰/۰۱۳	۰/۰۰۷	۰/۸۸	۰/۴۲۷
خطی	۴	۱۵/۲۶۸	۳/۸۱۷	۵۰/۱/۱	۰
زمان	۱	۶/۴۲۲	۶/۴۲۲	۸۴۳/۱۴	۰
نسبت	۱	۰/۴۶۰	۰/۴۶۰	۶۰/۳۵	۰
توان	۲	۸/۳۸۶	۴/۱۹۳	۵۵۰/۴۵	۰
مربع	۲	۰/۰۶۷	۰/۰۳۴	۴/۴	۰/۰۲۲
زمان × زمان	۱	۰/۰۶۱	۰/۰۶۱	۸/۰۲	۰/۰۰۸
نسبت × نسبت	۱	۰/۰۰۱	۰/۰۰۱	۰/۰۹	۰/۷۶۳
تعامل دوطرفه	۵	۰/۳۲۰	۰/۰۶۴	۸/۴	۰
نسبت × زمان	۱	۰/۰۰۱	۰/۰۰۱	۰/۰۸	۰/۷۷۸
توان × زمان	۲	۰/۳۰۱	۰/۱۵۰	۱۹/۷۵	۰
توان × نسبت	۲	۰/۰۱۸	۰/۰۰۹	۱/۲۱	۰/۳۱۵
خطا	۲۸	۰/۲۱۳	۰/۰۰۸		
نقص برازش	۲۵	۰/۲۰۷	۰/۰۰۸	۳/۹۱	۰/۱۴۳
خطای خالص	۳	۰/۰۰۶	۰/۰۰۲		
کل	۴۱	۱۶/۶۹۵			

جدول ۶- معادلات رگرسیون میانگین بر روی بلاک‌ها

شماره معادله	معادله	توان (وات)
(۲)	$Y (\%) = -0.112 + 0.1603 A + 0.0085 B - 0.001628 A \times A + 0.000086 B \times B + 0.000102 A \times B$	۴۵۰
(۳)	$Y (\%) = 0.980 + 0.1378 A + 0.0128 B - 0.001628 A \times A + 0.000086 B \times B + 0.000102 A \times B$	۶۰۰
(۴)	$Y (\%) = 1.953 + 0.1150 A + 0.0064 B - 0.001628 A \times A + 0.000086 B \times B + 0.000102 A \times B$	۹۰۰

است و می‌توان از آن برای تحلیل و پیش‌بینی داده‌های آینده استفاده کرد. پارامتر موثر دیگر در بررسی مدل LOF است که همانطور که در جدول آنالیز واریانس مشاهده می‌شود مقدار P-Value برای آن ۰/۱۴۳ یعنی بیشتر از ۰/۰۵ است که نشان‌دهنده غیرمعنی‌دار بودن آن و تناسب مدل با داده‌های تجربی است.

۳-۴- شرایط بهینه

شرایط بهینه برای حداکثر بازدهی نسبت حلال به جامد ۳۰ (میلی‌لیتر بر گرم)، توان ۹۰۰ وات و زمان ۲۶ دقیقه به دست آمدند که تحت این شرایط بازدهی پیش‌بینی شده توسط نرم‌افزار ۴/۱۹۱۰ بود و با انجام آزمایش تحت شرایط بهینه مقدار بازدهی ۴/۸۵۳ ± ۰/۰۴۵ درصد به دست آمد. این نتایج در جدول ۷ مشاهده می‌شوند.

جدول ۷- شرایط بهینه برای حداکثر درصد بازدهی

A	B	C	بازده (%)	مطلوبیت مرکب	بازده تجربی (%)
۲۶	۳۰	۹۰۰	۴/۱۹۱	۰/۹۹۱	۴/۸۵۳ ± ۰/۰۴۵

۳-۵- تأثیر مدت زمان طولانی بر بازدهی

نتایج درصد بازدهی به دست آمده در زمان‌های ۱۲، ۲۶ و ۴۰ دقیقه در جدول ۸ گزارش شده است. همانطور که در جدول ۸ مشاهده می‌شود در زمان‌های ۱۲ تا ۲۶ دقیقه با افزایش زمان، بازده افزایش چشم‌گیری داشته ولی از ۲۶ تا ۴۰ دقیقه درصد بازدهی کاهش یافته است که احتمالاً تخریب اسانس به دلیل تجزیه حرارتی و هیدرولیز اسانس در زمان‌های طولانی دلیل این امر است. بنابراین در دقایق پایانی میزان استخراج اسانس و بازدهی کاهش می‌یابد و بیشتر استخراج در دقایق اولیه تا میانی انجام می‌شود.

۳-۳- بررسی کیفیت مدل

از لحاظ آماری، کیفیت یک مدل با اهمیت رگرسیون با توجه به آزمون ANOVA ارزیابی می‌شود. ضریب تعیین چندگانه^{۱۷} (R^2 یا $R\text{-sq}$)، نشان‌دهنده تغییر پاسخ توضیح داده‌شده توسط مدل است؛ و ضریب تعیین چندگانه تعدیل‌شده^{۱۸} (R^2_{adj} یا $R\text{-sq}(\text{adj})$)، ظرفیت مدل را برای پیش‌بینی نشان می‌دهد. برای تناسب خوب، $R\text{-sq}$ باید حداقل ۸۰٪ باشد. در یک مدل آماری خوب $R\text{-sq}(\text{adj})$ باید قابل مقایسه و مشابه با $R\text{-sq}$ باشد. یک مدل زمانی که یک رگرسیون^{۱۹} معنی‌دار و یک نقص برازش^{۲۰} (LOF) غیرمعنی‌دار یافت شود، با داده‌های تجربی متناسب خواهد بود [۲۸].

در جدول آنالیز واریانس مشاهده می‌شود که مقدار P-Value برای مدل ۰ است یعنی کمتر از ۰/۰۵ که این یعنی حداقل یکی از پارامترها بر بازدهی استخراج تأثیر دارد و مدل، مدل خوبی است. همچنین از آنجا که مقدار P-Value برای منابع تغییر خطی، درجه دوم و تعاملی کمتر از ۰/۰۵ است یعنی حداقل یکی از حالت‌های این منابع دارای تأثیر بر بازدهی استخراج می‌باشد. در این پژوهش مقدار $R\text{-sq}$ برای مدل ۹۸/۷۲ درصد بود که نشان‌دهنده تناسب خوب مدل می‌باشد. همچنین $R\text{-sq}(\text{adj})$ ۹۸/۱۳ درصد بود که ظرفیت خوب مدل را برای پیش‌بینی نشان می‌دهد. همچنین قابل مقایسه و مشابه بودن $R\text{-sq}(\text{adj})$ با $R\text{-sq}$ نشان‌دهنده مناسب و خوب بودن مدل آماری در این پژوهش است. همچنین مقدار $R\text{-sq}(\text{pred})$ در این کار ۹۷/۱۰ درصد بود که نشان می‌دهد که مدل پیش‌بینی بسیار دقیق و قابل اعتماد است. بنابراین می‌توان ادعا کرد مدل پیش‌بینی درست و موثر

¹⁷ multiple determination coefficient (R^2)

¹⁸ adjusted multiple determination coefficient (R^2_{adj})

¹⁹ regression

²⁰ lack of fit (LOF)

جدول ۸- درصد بازدهی‌های به دست آمده در زمان‌های مختلف

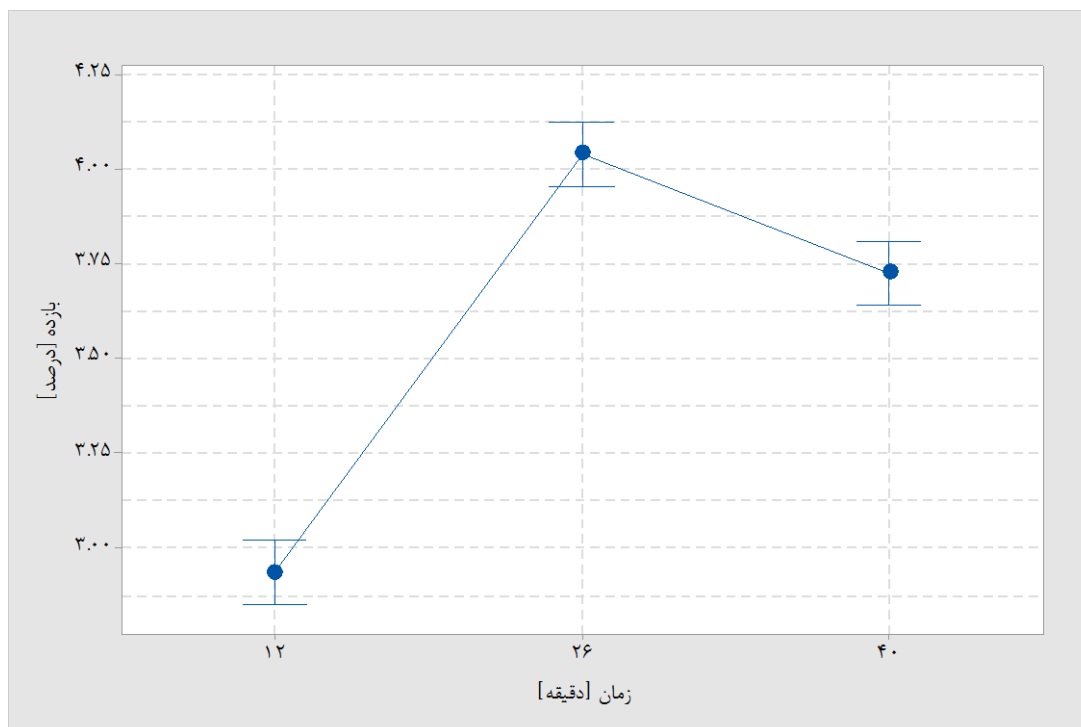
درصد بازده (میانگین \pm انحراف معیار)	زمان استخراج (دقیقه)
$2/935 \pm 0/035$	۱۲
$4/04 \pm 0/042$	۲۶
$3/725 \pm 0/035$	۴۰

همانطور که در شکل مشاهده می‌شود شیب نمودار از ۱۲ تا ۲۶ دقیقه مثبت و از ۲۶ تا ۴۰ دقیقه منفی است که به این معناست که در دقایق پایانی میزان استخراج اسانس و بازدهی کاهش می‌یابد و بیشتر استخراج در دقایق اولیه انجام می‌شود.

همانطور که در جدول ۹ مشاهده می‌شود مقدار P-Value کمتر از ۰/۰۵ شده است که نشان‌دهنده اختلاف معنی‌دار میانگین درصد بازدهی‌های به دست آمده در زمان‌های گوناگون است. نتایج در شکل ۵ مشاهده می‌شوند.

جدول ۹- جدول آنالیز واریانس برای بررسی اثر زمان بر بازدهی

منابع تغییر	درجه آزادی	مجموع مربعات	میانگین مربعات	F-Value	P-Value
فاکتور	۲	۱/۲۹۶	۰/۶۴۸	۴۵۲/۱۷	۰
خطا	۳	۰/۰۰۴	۰/۰۰۱		
مجموع	۵	۱/۳۰۰			



شکل ۵- درصد بازدهی در زمان‌های مختلف

۳-۶- تاثیر نسبت حلال به جامد زیاد بر بازدهی

درصد بازدهی با ثابت نگه داشتن سایر شرایط بهینه و تنها با افزایش نسبت حلال به جامد به ۴۰ میلی لیتر بر گرم، $0.132 \pm 4/746$ درصد به دست آمد که کمتر از درصد بازدهی به دست آمده با انجام آزمایش تحت شرایط بهینه ($0.145 \pm 4/853$ درصد) بود. با این حال با استفاده از تست t دو نمونه مشخص شد که اختلاف معنی داری بین میانگین درصد بازدهی های به دست آمده با نسبت های ۳۰ و ۴۰ میلی لیتر بر گرم وجود ندارد ($P-Value > 0.05$). بنابراین با وجود کاهش ظاهری میانگین درصد بازدهی با افزایش نسبت حلال به جامد از ۳۰ به ۴۰ میلی لیتر بر گرم، اما این اختلاف معنی دار نبود.

۳-۷- بررسی ترکیبات

با انجام آنالیز GC/MS بر روی اسانس استخراج شده در شرایط بهینه در مجموع ۷۱ ترکیب شناسایی شد که ۹۷/۱۸ درصد کل اسانس را تشکیل می دادند. ترکیبات شناسایی شده در جدول ۱۰ گزارش شده است. همانطور که در جدول مشاهده می شود ترکیبات اصلی که درصد بالاتری از اسانس را تشکیل داده بودند عبارتند از: γ -Eudesmol، Alpha-Pinene، Cis propenyl sec butyl disulfide، 2-Beta-Pinene، Epi-ligulyl oxide، Valencene، (-)-Aristolene، γ -Eudesmol اصلی ترین ترکیب بود که بالاترین درصد اسانس (۲۳/۵۸ درصد) را تشکیل داده بود. همچنین ترکیبات گوگردی Cis propenyl sec butyl disulfide و Trans propenyl sec butyl disulfide که مسئول بوی بد اسانس هستند تقریباً ۳/۶۱ درصد را تشکیل داده بودند. برخی از ترکیبات شناسایی شده از جمله Alpha-Pinene، مشابه با نتایج سایر پژوهش ها از جمله [۲۴] و [۲۵] بودند.

جدول ۱۰- ترکیبات شناسایی شده در اسانس

شماره	کیفیت	نام ترکیب	درصد ترکیب	RT (min)
۱	۹۴	.alpha.-Thujene	۰/۰۹	۷/۰۲۶
۲	۹۶	.ALPHA.-PINENE	۱۲/۲۳	۷/۳۳۵
۳	۹۸	Camphene	۰/۴	۷/۶۹۷
۴	۹۷	2-.BETA.-PINENE	۱۵/۷۶	۸/۸۲۹
۵	۹۶	.beta.-Myrcene	۰/۷۲	۹/۳۰۱
۶	۹۵	Cymene	۰/۱۲	۱۰/۳۹۷
۷	۹۹	dl-Limonene	۰/۳۴	۱۰/۸۰۶
۸	۵۹	Chroman-4-one	۰/۱۲	۱۱/۴۷۱
۹	۹۰	2,3,3-Trimethyl-3-cyclopentene acetaldehyde	۰/۱۲	۱۴/۳۷
۱۰	۹۵	trans-Pinocarveol	۰/۱۷	۱۵/۱۶۲
۱۱	۹۴	Pinocarvone	۰/۱۹	۱۵/۸۳۳
۱۲	۹۱	endo-Borneol	۰/۱	۱۶/۳۶۲
۱۳	۷۲	CIS PROPENYL SEC BUTYL DISULFIDE	۲/۷۵	۱۶/۶۱۴
۱۴	۷۲	TRANS PROPENYL SEC BUTYL DISULFIDE	۰/۸۶	۱۶/۷۶۶
۱۵	۹۶	Bicyclo[3.1.1]hept-2-ene-2-carboxaldehyde, 6,6-dimethyl-	۰/۲۶	۱۷/۲۴۳

بهبودسازی استخراج اسانس از صمغ آنگوزه به روش تقطیر به کمک مایکروویو و شناسایی ترکیبات اسانس

جدول ۱۰- ترکیبات شناسایی شده در اسانس (ادامه‌ی جدول)

RT (min)	درصد ترکیب	نام ترکیب	کیفیت	شماره
۱۷/۷۷۲	۰/۱۷	Myrtenol	۹۶	۱۶
۱۸/۸۱۵	۰/۱	Disulfide, bis(1-methylpropyl)	۹۰	۱۷
۲۰/۷۶	۰/۱۱	1,2-Dithiane	۴۳	۱۸
۲۲/۴۰۶	۱/۲۱	L-bornyl acetate	۹۹	۱۹
۲۴/۰۹۹	۰/۶۴	Xanthoxylin	۸۳	۲۰
۲۵/۲۱۶	۰/۰۹	(+)-2-CARENE	۹۳	۲۱
۲۵/۷۶۱	۰/۶۶	α -Longipinene	۹۹	۲۲
۲۶/۴۷۹	۰/۳۵	.beta.-Neoclovene	۹۰	۲۳
۲۶/۶۲۶	۰/۲۵	2,4-Hexadiene, 3,4-dimethyl-, (Z,Z)-	۴۳	۲۴
۲۶/۷۹۴	۰/۳۴	.alpha.-Copaene	۹۸	۲۵
۲۷/۳۲۸	۰/۸۶	β -Elemene	۹۷	۲۶
۲۷/۵۳۳	۰/۱۴	(+)-Aromadendrene	۹۹	۲۷
۲۷/۸۵۲	۰/۵۳	10s,11s-Himachala-3(12),4-diene	۷۸	۲۸
۲۸/۰۷۳	۰/۳۹	(+)-.BETA.-FUNEBRENE	۹۹	۲۹
۲۸/۳۸۲	۵/۴۸	(-)-Aristolene	۹۹	۳۰
۲۸/۵۵	۱/۰۲	Himachala-2,4-diene	۸۶	۳۱
۲۸/۸۱۲	۱/۵۱	Calarene	۹۹	۳۲
۲۸/۹۹	۰/۶۳	Tricyclo[3.2.1.01,5]octane	۴۳	۳۳
۲۹/۳۵۲	۱/۳۵	β -Chamigrene	۸۷	۳۴
۲۹/۶۸۲	۰/۱۶	(Z)-.beta.-Farnesene	۹۶	۳۵
۲۹/۹۱۳	۰/۳۹	Caryophyllene-(II)	۷۲	۳۶
۳۰/۰۷۵	۰/۱۵	alpha.-Himachalene	۹۷	۳۷
۳۰/۱۶۹	۰/۱۱	.beta.-Chamigrene	۹۵	۳۸
۳۰/۲۷۹	۰/۳۸	α -Gurjunene	۹۸	۳۹
۳۰/۵۵۷	۱/۳۱	.beta.-Selinene	۹۹	۴۰
۳۰/۷۳	۰/۲۲	(.+/-)-Cadinene	۹۸	۴۱

جدول ۱۰- ترکیبات شناسایی شده در اسانس (ادامه‌ی جدول)

شماره	کیفیت	نام ترکیب	درصد ترکیب	RT (min)
۴۲	۹۹	Valencene	۰/۶۸	۳۰/۸۲۵
۴۳	۹۸	Cuparene	۰/۲۵	۳۰/۹۷۷
۴۴	۹۸	α -Longipinene	۰/۱۵	۳۱/۰۵۵
۴۵	۹۶	Eremophilene	۰/۲۴	۳۱/۱۵۵
۴۶	۹۵	.beta.-Bisabolene	۰/۷۴	۳۱/۴۱۲
۴۷	۹۴	(-)-.alpha.-Panasinsen	۰/۹۳	۳۱/۵۶۹
۴۸	۵۳	Kessane	۰/۷۸	۳۱/۸۰۵
۴۹	۹۰	cis-Valerenyl acetate	۰/۸۴	۳۱/۹۵۷
۵۰	۹۵	.ALPHA.-CALACORENE	۰/۱۱	۳۲/۱۰۹
۵۱	۹۱	Elemol	۰/۸۶	۳۲/۳۸۱
۵۲	۷۲	Epi-ligulyl oxide	۵/۱۹	۳۲/۷۵۹
۵۳	۵۸	Spathulenol	۰/۱۵	۳۳/۱۴۷
۵۴	۹۹	Guaiol	۰/۵۳	۳۳/۹۰۷
۵۵	۷۲	Phenol, 2-(1,1-dimethylethyl)-5-methyl-	۰/۲	۳۳/۹۸۶
۵۶	۵۸	(3S,4R,5S,6R,7S)-Aristol-9-en-3-ol	۰/۳۸	۳۴/۱۱۷
۵۷	۸۶	valencene 1	۰/۱۶	۳۴/۶۳
۵۸	۹۱	Selinenol	۰/۱۸	۳۴/۸۴۵
۵۹	۹۰	.delta.-Cadinene	۰/۳۳	۳۵/۰۹۲
۶۰	۹۴	.beta.-Eudesmol	۰/۱	۳۵/۲۹۶
۶۱	۹۶	.alpha.-Gurjunene	۱/۱۲	۳۵/۴۲۲
۶۲	۸۶	γ -Eudesmol	۲۳/۵۸	۳۶/۳۸۱
۶۳	۹۵	Guaiac acetate	۰/۴۶	۳۷/۶۶
۶۸	۷۶	2-Hexadecanone	۰/۲۱	۳۹/۶۳۶
۶۹	۹۲	Valencen	۲/۸۱	۳۹/۹۷۷
۷۰	۹۶	2-Heptadecanone	۰/۱	۴۲/۲۱۵
۷۱	۹۱	1,6,10-Dodecatrien-3-ol, 3,7,11-trimethyl-	۰/۱۵	۴۴/۶۳۲

۴- نتیجه‌گیری

در این پژوهش اثر پارامترهای زمان، نسبت حلال به جامد و توان بر درصد بازدهی استخراج اسانس از صمغ آنگوزه به روش تقطیر به کمک مایکروویو بررسی شد. همچنین ترکیبات اسانس به دست آمده در شرایط بهینه مورد ارزیابی قرار گرفت. ابتدا اثر میزان اولیه‌ی حلال بر درصد بازدهی استخراج بررسی شد که برای بیشترین مقدار اولیه‌ی حلال یعنی ۳۰۰ میلی‌لیتر بیشترین میزان بازدهی $0.35 \pm 3/175$ درصد به دست آمد که می‌تواند به دلیل افزایش انتقال جرم برای مقادیر بالاتر حلال باشد. میانگین درصد بازدهی استخراج برای مقادیر اولیه‌ی مختلف حلال دارای اختلافی معنی‌دار بودند و با افزایش مقدار اولیه‌ی حلال بازدهی افزایش یافت. سپس آزمایش‌های بهینه‌سازی با در نظر گرفتن مقداری ثابت برای حلال (۳۰۰ میلی‌لیتر) انجام شدند. بر اساس نتایج، پارامترهای زمان، نسبت حلال به جامد و توان دارای تأثیری معنادار بر بازدهی بودند. شرایط بهینه نسبت حلال به جامد ۳۰ (میلی‌لیتر بر گرم)، توان ۹۰۰ وات و زمان ۲۶ دقیقه به دست آمدند که تحت این شرایط بازدهی پیش‌بینی شده توسط نرم افزار ۴/۱۹۱۰ بود و با انجام آزمایش تحت شرایط بهینه مقدار بازدهی $0.45 \pm 4/853$ درصد به دست آمد. همچنین نتایج به دست آمده در بررسی زمان و نسبت حلال به جامد بیشتر برای استخراج نشان دادند که برای مدت زمان طولانی و نسبت بالاتر، درصد بازدهی استخراج اسانس کاهش یافت. همچنین بر اساس نتایج آنالیز GC/MS در مجموع ۷۱ ترکیب شناسایی شد که ۹۷/۱۸ درصد کل اسانس را تشکیل می‌دادند. ترکیبات اصلی که درصد بالاتری از اسانس را تشکیل می‌دادند عبارت بودند از: α -Pinene, γ -Eudesmol, Cis propenyl sec butyl disulfide, 2-Beta.-Pinene, (-)-Aristolene, Valencene, Epi-ligulyl oxide. ترکیب γ -Eudesmol اصلی‌ترین ترکیب بود که بالاترین درصد اسانس (۲۳/۵۸ درصد) را تشکیل داده بود.

مراجع

- potential therapeutic agents: A review". *Journal of Essential Oil Research*. 32(4), 279-295.
- [3] F. Golmohammadi (2016) "Ferula assa-foetida as a main medicinal plant in East of Iran (Harvesting, main characteristics and economical importance)". *Journal of Progressive Agriculture*. 7(2), 1-15.
- [4] C. Turek. and F.C. Stintzing (2013) "Stability of essential oils: a review". *Comprehensive reviews in food science and food safety*. 12(1), 40-53.
- [۵] احسان عالی، رزاق محمودی، مسعود کاظمی‌نیا، رضا حضرتی و فرزین آذربی (۱۳۹۶) «اسانس های گیاهی به عنوان ترکیبات دارویی طبیعی: مقاله مروری»، مجله دانشکده پزشکی، دانشگاه علوم پزشکی تهران، دوره ۷۵، شماره ۷، صفحه‌های ۴۸۰-۴۸۹.
- [6] Z.A. Aziz. A. Ahmad. S.H.M. Setapar. A. Karakucuk. M.M. Azim. D. Lokhat. ... and G.M. Ashraf (2018) "Essential oils: extraction techniques, pharmaceutical and therapeutic potential-a review". *Current drug metabolism*. 19(13), 1100-1110.
- [7] E.F.Topdas. M. Sengul. A. Taghizadehghalehjoughi. and A. Hacimuftuoglu (2020) "Neuroprotective Potential and Antioxidant Activity of Various Solvent Extracts and Essential Oil of Ferula orientalis L". *Journal of Essential Oil Bearing Plants*. 23(1), 121-138.
- [8] N. Faqeryar. and Y. Mori (2018) "Extraction of Essential Oils from Afghanistan Medicinal Plants Using Microwave and Conventional Methods". *Journal of Pharmacy and Pharmacology*. 6, 202-16.
- [9] M. Mohammadhosseini. and M. Nekoei (2014) "Chemical compositions of the essential oils and volatile compounds from the aerial parts of Ferula ovina using hydrodistillation, MAHD, SFME and HS-SPME methods". *Journal of Essential Oil Bearing Plants*. 17(5), 747-757.
- [10] U. Yaqoob. and I.A. Nawchoo (2016) "Distribution and taxonomy of Ferula L.: A review". *Res. Rev. J. Bot*. 5(3), 15-23.
- [11] M. Salehi. M.R. Naghavi. and M. Bahmankar (2019) "A review of Ferula species: Biochemical characteristics, pharmaceutical and industrial applications, and suggestions for biotechnologists". *Industrial Crops and Products*. 139, 111511.
- [12] F. Golmohammadi (2019) "Ferula assa-foetida and its Traditional Knowledge and Economic Importance in the Rural Areas of South East of Iran". *Black Sea Journal of Agriculture*. 2(3), 164-170.
- [13] A. Saadatfar. S.H. Jafari. and I. Tavassolian (2020) "Improving biochemical traits, oleo-gum yield and compositions of asafoetida (Ferula assa-foetida L.) essential oil using 24-epibrassinolide in Kerman natural habitats (Iran)". *Journal of Medicinal Plants*. 20(77), 93-107.
- [14] R. Niazmand. and B.M. Razavizadeh (2021) "Ferula asafoetida: chemical composition, thermal behavior, antioxidant and antimicrobial activities of leaf and gum
- [1] A.E. Edris (2007) "Pharmaceutical and therapeutic potentials of essential oils and their individual volatile constituents: a review". *Phytotherapy Research: An International Journal Devoted to Pharmacological and Toxicological Evaluation of Natural Product Derivatives*. 21(4), 308-323.
- [2] S. Baptista-Silva. S. Borges. O.L. Ramos. M. Pintado. and B. Sarmiento (2020) "The progress of essential oils as

- hydrodistillation". *Journal of Chromatography A*. 1305, 41-47.
- [24] هاجر امینی، محمدرضا نقوی، مهرداد ایرانشاهی، نجمه یزدانفر و جابر نصیری (۱۳۹۸) «آنالیز ترکیب شیمیایی اندام‌های مختلف *Ferula assa-foetida* L. با استفاده از GC-MS»، مجله علوم گیاهان زراعی ایران، دوره ۵۰، شماره ۳، صفحه‌های ۸۹-۹۶.
- [25] سینا شکوری، علیرضا متولی‌زاده کاخکی و مهنا دیلم صالحی (۱۳۹۴) «بررسی ترکیبات شیمیایی، خواص ضد میکروبی، فعالیت آنتی‌اکسیدانی اسانس و عصاره گیاه آنغوزه (*Ferula assa foetida* L) در نیشابور»، بیست و سومین کنگره ملی علوم و صنایع غذایی ایران، قوچان.
- [26] M. Turk. C. Mathe. A.S. Fabiano-Tixier. D. Carnaroglio. and F. Chemat (2018) "Parameter optimization in microwave-assisted distillation of frankincense essential oil". *Comptes Rendus Chimie*. 21(6), 622-627.
- [27] S. Mollaei. F. Sedighi. B. Habibi. S. Hazrati. and P. Asgharian (2019) "Extraction of essential oils of *Ferulago angulata* with microwave-assisted hydrodistillation". *Industrial Crops and Products*. 137, 43-51.
- [28] C. Detti. L. B. dos Santos Nascimento. C. Brunetti. F. Ferrini. and A. Gori (2020) "Optimization of a green ultrasound-assisted extraction of different polyphenols from *Pistacia lentiscus* L. leaves using a response surface methodology". *Plants*. 9(11), 1482.
- [29] H. S. Kusuma. and M. Mahfud (2017) "Microwave hydrodistillation for extraction of essential oil from *Pogostemon cablin* Benth: analysis and modelling of extraction kinetics". *Journal of Applied Research on Medicinal and Aromatic Plants*. 4, 46-54.
- [30] I. Elez Garofulić. V. Kruk. A. Martić. I. Martić. Z. Zorić. S. Pedisić. ... and V. Dragović-Uzelac (2020) "Evaluation of polyphenolic profile and antioxidant activity of *Pistacia lentiscus* L. leaves and fruit extract obtained by optimized microwave-assisted extraction". *Foods*. 9(11), 1556.
- hydroalcoholic extracts". *Journal of Food Science and Technology*. 58(6), 2148-2159.
- [15] C.K. George (2012) "Asafoetida". *Handbook of Herbs and Spices*, Woodhead Publishing Series in Food Science, Technology and Nutrition. 151-165.
- [16] A.C. Stratakos. and A. Koidis (2016) "Methods for extracting essential oils". In *Essential oils in food preservation, flavor and safety*. Academic Press. 31-38.
- [17] F. Dahmoune. G. Spigno. K. Moussi. H. Remini. A. Cherbal. and K. Madani (2014) "Pistacia lentiscus leaves as a source of phenolic compounds: Microwave-assisted extraction optimized and compared with ultrasound-assisted and conventional solvent extraction". *Industrial Crops and Products*. 61, 31-40.
- [18] V. Samavati. and M. Adeli (2014) "Isolation and characterization of hydrophobic compounds from carbohydrate matrix of *Pistacia atlantica*". *Carbohydrate polymers*. 101, 890-896.
- [19] S. Karimi. S. Sharifzadeh. and H. Abbasi (2020) "Sequential ultrasound-microwave assisted extraction as a green method to extract essential oil from *Zataria multiflora*". *Journal of Food and Bioprocess Engineering*. 3(2), 101-109.
- [20] A. Filly. X. Fernandez. M. Minuti. F. Visinoni. G. Cravotto. and F. Chemat (2014) "Solvent-free microwave extraction of essential oil from aromatic herbs: from laboratory to pilot and industrial scale". *Food chemistry*. 150, 193-198.
- [21] A. Bampouli. K. Kyriakopoulou. G. Papaefstathiou. V. Louli. M. Krokida. and K. Magoulas (2014) "Comparison of different extraction methods of *Pistacia lentiscus* var. chia leaves: Yield, antioxidant activity and essential oil chemical composition". *Journal of Applied Research on Medicinal and Aromatic Plants*. 1(3), 81-91.
- [22] G. A. Cardoso-Ugarte. G. P. Juárez-Becerra. M. E. SosaMorales. and A. López-Malo (2013) "Microwave-assisted extraction of essential oils from herbs". *Journal of Microwave Power and Electromagnetic Energy*. 47(1), 63-72.
- [23] S. Périno-Issartier. C. Ginies. G. Cravotto. and F. Chemat (2013) "A comparison of essential oils obtained from lavender via different extraction processes: Ultrasound, microwave, turbohydrodistillation, steam and

Optimizing the extraction of essential oil from Anghuzeh gum by Microwave-assisted distillation method and identification of essential oil compounds

Zahra Hosseinalizadeh, Firoozeh Danafar*

Department of Chemical Engineering, Kerman Shahid Bahonar University, Kerman, Iran

ABSTRACT

In this research, after determining the effect of the amount of solvent, the effect of parameters of time, ratio of solvent to solid and power on the yield of essential oil extraction from angouzeh gum, which has many medicinal properties, was investigated by Microwave-assisted distillation method. With statistical analysis using the response surface method, it was determined that time, ratio and power parameters have a significant effect on yield. The optimal conditions to reach the maximum extraction yield, solvent to solid ratio of 30 (ml/g), power of 900 watts and time of 26 minutes were obtained, and by conducting the experiment under these conditions, the yield value (percentage of the weight of the essential oil to the weight of the dry raw material) was obtained 4.853 ± 0.045 . According to the results of GC/MS analysis, 71 compounds were identified, which constituted 97.18% of the total essential oil. Some of the main compounds were: γ -Eudesmol, Alpha.-Pinene, 2-.Beta.-Pinene. γ -Eudesmol compound was the main compound that made up the highest percentage of essential oil.

All right reserved.

ARTICLE INFO

Article history:

Received: June 10, 2023

Received in revised form: August 15, 2023

Accepted: September 22, 2023

Key words:

Anghuzeh

Distillation

Microwave

Essential oil

GC/MS

* Corresponding author
danafar@uk.ac.ir