رساله‌ی دکتری: شیما معززی دامغان فر، ۱۳۹۴

## بهینه سازی استخراج موسیلاژ دانه ختمی (Althaea officinalis) توسط پیش تیمار فراصوت و مایکروویو و بررسی ساختار شیمیایی و رفتار رئولوژیکی آن

در طی سال های اخیر تحقیقات بسیاری جهت یافتن منابع جدید هیدروکلوئیدی و بررسی خواص عملکردی آن ها انجام پذیرفته است. گیاه ختمی گونه "Althaea officinalis" از خانواده پنیرکیان دارای سلول های لعاب دهنده موسیلاژی در ساقه، دمبرگ، گلبرگ و دانه می باشد که دارای خواص ضد میکروبی، ضدالتهابی، بهبود دهنده سیستم ایمنی بدن و بسیاری از تاثیرات دارویی دیگر می باشد. در فاز اول این تحقیق، با هدف بهینه سازی استخراج صمغ دانه ختمی، پیش تیمار فراصوت (صوت دهی در فرکانس ثابت kHz37، بازه های زمانی20-1دقیقه، دمایی50-30 درجه سانتی گراد و توان 160-100 وات) و پیش تیمار مایکروویو (توان های 180 تا 540 وات، زمان های 5 تا 10 دقیقه و وزن پودر دانه 30 تا 50 گرم) به کار گرفته شد و نتایج نشان داد که پیش تیمار فراصوت منجر به کاهش پروتئین و پیش تیمار مایکروویو منجر به افزایش بازده موسیلاژ مذکور گشته اند. با روش سطح پاسخ (Response Surface Methodology) RSM، شرایط بهینه استخراج با پیش تیمار مایکروویو در این تحقیق، زمان استخراج 5 دقیقه، وزن پودر دانه 30 گرم و توان 540 وات و شرایط بهینه استخراج با پیش تیمار فراصوت، زمان استخراج 1 دقیقه، دمای 50 درجه سلسیوس و توان 160 وات معرفی گردید.

در فاز دوم تحقیق، موسیلاژ دانه ختمی استخراج شده به روش متداول، مورد آزمون های متعددی از جمله تعیین اندازه ذرات، هدایت الکتریکی، پتانسیل زتا، مطالعه ریز ساختار نمونه¬ها توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی،گرماسنجی روبشی تفاضلی، طیف سنجی تشدید مغناطیس هسته‌ای، طیف سنجی مادون قرمز تبدیل فوریه و آنالیز عناصر توسط طیف سنجی فلورسانس پرتو ایکس) جهت تعیین ویژگی های موسیلاژ مذکور، قرار گرفت. آنالیزهای SEMنشان داد که موسیلاژ دانه ختمی دارای ساختار آمورف و اندازه ذرات نامنظم می باشد و بیشترین عناصر موجود در موسیلاژ مذکور به ترتیب کربن، پتاسیم و اکسیژن با مقادیر 26/59%، 26/39%، 18/32% بودند. محلول موسیلاژ دانه ختمی دارای بار منفی، پتانسیل زتای 22/4- (mv)، هدایت الکتریکی 1/753- (mS/cm) بود و اندازه ذرات دیسپرسیون موسیلاژ مذکور، 255/1 (d.nm) بوده در حالیکه شاخص پلی دیسپرسیتی آن، 0/66 ارزیابی شد. موسیلاژ دانه ختمی دارای دمای انتقال شیشه ای 37/9 درجه سلسیوس بوده و فرآیند ذوب شدن از دمای 34/3 درجه سلسیوس شروع و تا دمای 182/2 درجه سلسیوس ادامه داشته است. یک پیک گرماگیر در دمای °C 6/92 مشاهده شد. گرمای نهان ذوب نیز J/g 19/199 بود. مهم ترین گروه های عاملی شناسایی شده در FTIR کشش نامتقارن باند دوگانه (C=O) در گروه های عاملی کربوکسیلات پروتون زدایی شده در طول موج های 1627 cm-1 و 1413، حلقه ارتعاشی کششی پیرانوز در طول موج 1280 cm-1 و 1115 و پیوندهای اتصال گلیکوزیدی در سیگنال جذبی 780 cm-1 و 617 بود. در فاز سوم این پژوهش، موسیلاژ دانه ختمی در غلظت های 4، 6، 8% (w/w) تهیه و تحت تیمار حرارت دهی در دماهای (30، 55،80 درجه

سلسیوس) قرار گرفته و رفتار رئولوژیکی مستقل از زمان آن ها مورد بررسی قرار گرفت و نتایج نشان داد که موسیلاژ دانه ختمی دارای رفتار شبه پلاستیک (n1>) است. در مدل قانون توان با افزایش غلظت محلول ها در تمامی دماهای مورد آزمایش، مقدار ضریب قوام K به طور معنی داری افزایش یافت (0/01 ?p). همچنین مقدار عددی شاخص رفتار جریان از 0/5092 تا 0/7934 تغییر کرد و در دماهای بالاتر (55 و 80 درجه سلسیوس)، با افزایش غلظت محلول ها به طور مشخص و معنی داری کاهش یافت.

**کلیدواژه‌ها:** موسیلاژ دانه ختمی، رفتار رئولوژیکی، گرانروی ظاهری، فراصوت، مایکروویو، ویژگی های ساختاری

**شماره‌ی پایان‌نامه:** ۱۲۷۵۰۴۱۸۹۳۱۰۰۲
**تاریخ دفاع:** ۱۳۹۴/۱۱/۲۹
**رشته‌ی تحصیلی:** علوم و صنایع غذایی - تکنولوژی مواد غذایی
**دانشکده:** کشاورزی و دامپزشکی
**استادان راهنما:** دکتر امیرحسین الهامی راد و دکتر محمدحسین حدادخداپرست
**استاد مشاور:** دکتر لیلا ناطقی

## *Ph.D. Dissertation:*

# Optimization extraction of marshmallow (Althaea officinalis) seed mucilage by Pretreatment ultrasound and Microwave and evaluation of its chemical structure and rheological behavior

In recent years a lot of studies have been carried out to find new sources of hydrocolloids and investigation of their functional properties. marshmallow (Althaea officinalis) belonging to Malvaceae family possesses mucilage containing cells in stem, petiole, petals and seeds showing antimicrobial activity, anti inflammatory, immunomodulatory effects, Antitussive effects among others. In the first step of this research with the aim of optimizing the extraction of marshmallow seeds mucilage, ultrasound Pretreatment (sonication in constant frequency 37kHz, time duration of 1-20 min, temperature Intervals 30-50 ° C and the power of 160-100 W) and microwave pre treatment (180 to 540 watts of power, time of 5 to 10 minutes and weigh 30 to 50 grams of seed powder) was used. The results showed that ultrasound pretreatment leads to a reduction of protein and microwave pretreatment leads to Increasing yield extraction of mucilage. By the RSM statistical software, optimization of microwave pretreatment extraction in this research, extraction time of 5 minutes, 30 g of seed powder, and power of 540 w was introduced. and optimum extraction conditions with ultrasound pre-treatment, extraction time of 1 minute, 50 ° C and power 160 w. In second phase of this study, in order to determine the characteristics of marshmallow seed mucilage, some instrument methods (Scanning

Electron Microscopy, Fourier transform infrared spectroscopy, nuclear magnetic resonance spectroscopy, etc.) were used. SEM analysis showed that the mucilage had an amorphous structure and disordered particle size. Mucilage solution at pH 7 had negative charge; zeta potential of -22.4 mV, electrical conductivity of -1.753 mS /cm and particle size being 255.1 d.nm. Its glass transition temperature (Tg) was 37.9 °C and the melting process started at 34.3 °C to 182.2 °C. An endothermal peak was observed at 92.6°C. Heat of infusion was 199.19 J/g. The most important functional groups identified by FTIR were an asymmetric stretching of double-bond (C=0) in the deprotonated carboxylated groups at 14.3 and 1627 cm-1 vibratory stretching ring of pyranose at 1280 cm-1 and 1115 cm-1 as well as glycoside bonds at 617 and 780 cm-1. The most predominant elements found in the mucilage were carbon (26.59%), potassium (26.39%). In third step of this study, marshmallow seed mucilage was prepared at concentrations of 40, 60 and 80 (g/L) and subjected to heat treatments at 30, 55 and 80°C. The findings revealed that marshmallow seed mucilage has a pseudoplastic behavior (n<1). in power low model, consistency coefficient (K) significantly has been increased with increasing concentration at all temperatures tested (p?0.01). Also flow behavior index value changed from 0.5092 to 0.7934 and showed a significant decrease at higher temperatures (55 and 80 °C) as well as result of increase in the concentration.