

استخدام طريقة سطح الاستجابة (RSM) لتحسين نقطة الانجماد ونقطة التضييب ونقطة الانسكاب لزيت احشاء سمك الكارب الشائع *Cyprinus carpio* L. المستخلص بالأشعة تحت الحمراء

أثير عبد الامير عبد الجبار المطوري* ، صباح مالك حبيب الشطي ^{id}

أسعد رحمان سعيد الحلفي ^{id}

قسم علوم الاغذية، كلية الزراعة، جامعة البصرة، العراق

*Corresponding Author e-mail: atheerengineer85@gmail.com

تاريخ الاستلام: 2022/08/21 تاريخ القبول: 2022/10/19 تاريخ النشر: 2023/06/25

المستخلص

نتيجة للمميزات الخاصة بالأشعة تحت الحمراء مثل عدم تأثيرها على تسخين الهواء وانها صديقة للبيئة وتقلل حجم المعدات المستخدمة في تسخين الاغذية وسهولة السيطرة عليها وهي من التقنيات الواعدة، لذا هدفت الدراسة الحالية الى التحري عن تطبيق الاشعة تحت الحمراء في استخلاص زيت احشاء سمك الكارب الشائع (*Cyprinus carpio* L.) ودراسة تأثيرالعوامل المستقلة و هي: القدرة (130، 190، 250 واط) و درجة الحرارة (50، 60، 70 °م) و المسافة بين مصدر الاشعة و سطح المخلفات (1، 15.5، 30 سم) في نقطة الانجماد ونقطة التضييب ونقطة الانسكاب لزيت احشاء سمك الكارب الشائع بأستخدام سطح الاستجابة. اظهرت النتائج ان ادنى قيم عملية ومنتبأ بها للصفات اعلاه كانت -4.6 و -3.1 و 11.9 و زيادة نقطة التضييب. بينت النتائج ان التداخل بين المسافة والقدرة ودرجة الحرارة ادى الى انخفاض نقطة الانجماد. كما اوضحت النتائج ان زيادة القدرة مع خفض درجة الحرارة وثبوت المسافة ادى الى زيادة نقطة الانسكاب. أظهرت النتائج ان الظروف المثلى كانت القدرة 315.94 واط و درجة الحرارة 66.14 °م و المسافة 20.02 سم. كما اظهرت نتائج التحليل الاحصائي ان معادلة الانحدار المتعدد اللاخطي استخدمت للتنبؤ بقيم نقطة التضييب، بينما استخدمت معادلة الانحدار الخطي المتعدد للتنبؤ بقيم نقطة الانسكاب. معادلة الانحدار المتعدد اللاخطي كان تأثيرها غير معنويا للتنبؤ بقيم نقطة الانجماد و بنسبة خطأ تراوحت من 0.32% الى 30%.

الكلمات المفتاحية: زيت احشاء السمك، الاشعة تحت الحمراء، نقطة الانجماد، نقطة التضييب، نقطة الانسكاب، طريقة سطح الاستجابة (RSM).

ذكر (Rustad 2003) ان حوالي 20 مليون طن والذي يعادل 25% من الانتاج الكلي للأسماك يتم تجاهله بوصفه ناتجا عرضيا او مخلفات، ان هذه المخلفات تسبب تلوثاً للبيئة في حين يمكن ان تكون هذه المخلفات مصدراً للإنزيمات والدهون (Arnesen and Gildberg, 2007; Bhabskar et al., 2007; Gildberg, 2001). ان محتوى الزيت في مخلفات الاسماك يتراوح بين 1.4-40.1% (Babbit, 1990) ستعملت طرائق تقليدية لاستخلاص زيوت الاسماك و مخلفاتها مثل الضغط الهيدروليكي والتقطير تحت التفريغ و التبلور باليوريا و الاستخلاص بالهكسان و التبلور التقليدي. الا ان العيوب الرئيسية لتلك الطرائق تتميز بكونها تحتاج الى درجات حرارة عالية مما تؤثر سلبا على النوعية التغذوية لزيوت الاسماك فضلا عن التكسير الحراري للمركبات الطبيعية القابلة للتغير والحساسية للحرارة ، اضافة الى سمية المذيبات التي قد يتبقى قسم منها في المنتج، وبالتالي ستؤثر سلبا على صحة الانسان (Hultin, 1994; Staby and Mollerup, 1993).

تعرف نقطة الانجماد بأنها الدرجة الحرارية التي تتحول عندها المادة من الحالة السائلة الى الحالة الصلبة (Zachariassen and Kristiansen, 2000) وبين (1995) Muhammad ان هناك عدة عوامل تؤثر على درجة الانجماد وهي طول السلسلة الكربونية فكلما زادت السلسلة في طولها ارتفعت نقطة الانجماد، كذلك فإن درجة عدم التشبع تتسبب في انخفاض نقطة الانجماد. وبصورة عامة الاحماض الدهنية غير المشبعة تكون نقاط انجمادها واطنة مقارنة بالاحماض الدهنية المشبعة التي تحتوي على عدد مساوٍ من ذرات الكربون ولذلك فإنها تجعل الدهون والزيوت التي تدخل في تركيبها أكثر سيولة. وجدت (Al-Hussainy 2007) ان قيمة نقطة الانجماد لزيوت المخلفات (الرؤوس والاحشاء) لإسماك مختلفة تراوحت بين 1-5 °م. تعرف نقطة التصلب بانها الدرجة الحرارية التي يلاحظ حصول تضرر وتكسر للمواد الموجودة في الزيوت خلال المراحل الاولى من البلورة وعندها يفقد الزيت شفافيته، وهي تُعطي مقياس لدرجة الحرارة التي يبدأ عندها التصلب في الدهون السائلة (FSSAI, 2012) وتحصل ظاهرة التبلور الابتدائي للمواد الموجودة في الزيوت عند تبريد العينة في ظروف معينة وبالتالي تكون العينة متضعبة فورا كما تنخفض نقطة التضرر بوجود المضافات مع الزيت (Ming et al, 2005) وجد من خلال الابحاث ان نقطة التضرر ترتبط ارتباطاً وثيقاً بدرجة تشبع الأحماض الدهنية اي كلما كانت نسبة الاحماض الدهنية المشبعة في الزيوت عالية كانت نقطة التضرر مرتفعة بينما تنخفض نقطة التضرر في حالة وجود احماض دهنية غير مشبعة بنسبة اكبر في الزيوت (Khalid et al.,)

(2011) بينت (Al-Hussainy (2007) ان قيمة التضييب لزيت المخلفات (الرؤوس والاحشاء) لأنواع مختلفة من الاسماك تراوحت بين 1-8 °م. نقطة الانسكاب هي أوطأ درجة حرارة يكون الزيت عندها سائلاً أو قابلاً للجريان فتبدأ عندها الدهون بالتحرك فوراً نحو الاسفل بسبب وزنها وتقدر هذه النقطة بوضع نموذج الزيت في انبوية اختبار بعد تسويله عند درجة حرارة معينة ، ثم نقوم بتبريده تدريجياً، بين (1995) Muhammad انه بالإمكان تقليل نقطة الانسكاب للزيوت عن طريق استعمال وحدات ازالة الشمع من الزيت، وانها تتخفص عند وجود المضافات مع الزيت (Shaine *et al.*, 2004). وجد (AL-Hussainy(2007) ان نقطة الانسكاب لزيوت المخلفات (الرؤوس والاحشاء) لأنواع مختلفة من الاسماك تراوحت بين 1-9 °م. هدفت الدراسة الحالية تأثير الاشعة تحت الحمراء على نقطة الانجماد ونقطة التضييب ونقطة الانسكاب لزيت مخلفات اسماك الكارب الشائع وتحليل تلك الصفات بطريقة سطح الاستجابة Response Surface Methodology (RSM).

مواد العمل وطرائقه

1-المواد الاولية

تم جمع مخلفات الاسماك وبقاياها من السوق المحلية لأسماك الكارب الشائع في محافظة البصرة ونقلت مباشرة في صندوق فليني مبرد الى مختبر هندسة الاغذية في قسم علوم الاغذية، كلية الزراعة، جامعة البصرة. تم غسل المخلفات بالماء للتخلص من الدم والاتربة واستبعدت الاكياس الهوائية والمرارة ومن ثم تم تقطيعها يدويا بالسكين الى قطع صغيرة. ثم توضع العينة التي وزنها 3.5 كغم في الجهاز ويتم الاستخلاص عند تشغيل الجهاز.

تحضير مستخلص الزيت

تم استخلاص زيت مخلفات اسماك الكارب الشائع بواسطة جهاز لاستخلاص الزيوت يعمل بالأشعة تحت الحمراء والمصنع محليا من قبل (Al-Hilphy *et al.* (2020) الذي يتكون من مصدر للأشعة تحت الحمراء واسطوانة استخلاص مثقبة ويعمل بطول موجي 6 مايكرومتر. تم تقدير نقطة الانجماد Freezing point ونقطة التضييب Cloud point ونقطة الانسكاب Pour point للزيوت المستخلصة من المخلفات حسب (Kakhia,2008) ; 2015FSSAI .

تصميم التجربة

استخدمت ثلاثة عوامل مستقلة هي درجة الحرارة والقدرة والمسافة بين مصدر الاشعة تحت الحمراء وسطح المخلفات لتحسين الصفات الفيزيائية لزيت احشاء الاسماك باستخدام برنامج Design

Expert v 7. بطريقة سطح الاستجابة Response Surface Methodology باستخدام التصميم المركب المركزي (CCD) Central Composite Design. وهناك عشرون معامل موزعة عشوائيا. استخدمت معادلة الانحدار المتعدد اللاخطي quadratic polynomial regression model للتنبؤ بالصفات الفيزيائية لزيت مخلفات الاسماك (معادلة 1):

$$Y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i X_i + \sum_{i=1}^k \beta_{ii} X_i^2 + \sum_{i<j=1}^k \beta_{ij} X_i X_j \quad (1)$$

حيث: Y : الاستجابة (نقطة الانجماد ونقطة التضييب ونقطة الانسكاب).

β_0 : ثابت

β_i : ثابت متعلق بالجزء الخطي بالمعادلة.

β_{ii} : ثابت متعلق بالجزء اللاخطي بالمعادلة.

β_{ij} : ثابت متعلق بالجزء الخاص بالتداخل في المعادلة.

k : عدد العوامل

جدول 1: المديات التجريبية للعوامل المستقلة في التصميم المركب المركزي CCD لبعض الصفات الفيزيائية للزيت.

المستويات			الرمز	العوامل
+1	0	1-		
70	60	50	X_1	درجة الحرارة (مئوي)
250	190	130	X_2	القدرة (واط)
30	15.50	1	X_3	المسافة (سم)

كما تم اجراء اختبار t للمقارنة بين القيم العملية والمتنبأ بها عند مستوى معنوية ($p < 0.05$)

(Al-Rawi and Khalaf Allah, 2000).

عملية التحسين والنمذجة

استخدمت طريقة التحسين العددية Numerical optimization methods لتحسين المتغيرات المستقلة وهي درجة الحرارة والقدرة و المسافة بين مصدر الاشعة تحت الحمراء و سطح المخلفات من

خلال الحصول على اقل نقطة انجماد ونقطة انسكاب ونقطة التضبيب. استخدمت دالة الاستصواب desirability function في برنامج Design-Expert software الاصدار 7 عند ظروف مختلفة من درجة الحرارة والقدرة و المسافة بين مصدر الاشعة تحت الحمراء و سطح المخلفات (المتغيرات المستقلة) للوصول الى القيم المثلى للمتغيرات المستقلة التي تعطي افضل صفات فيزيائية (نقطة انجماد ونقطة انسكاب ونقطة التضبيب)، ولتحقيق ذلك، يجبان تكون قيمة دالة الاستصواب قريبة من 1، وفي الدراسة الحالية بلغت 0.9.

النتائج والمناقشة

يلاحظ من الجدول (2) مصفوفة التصميم المركب المركزي للمسافة والقدرة ودرجة الحرارة واستجابة نقطة الانجماد المتنبأ بها للزيت عن طريق التحسين ومطابقتها مع نقطة الانجماد العملية. تم الحصول على الظروف المتمثلة المسافة 15.5 سم والقدرة 190 واط ودرجة الحرارة 60 م التسلسل 2 اذ اعطت ادنى نقطة انجماد للزيت اذ بلغت نقطة الانجماد العملية والمتنبأ بها للزيت - 4.6، 3.1^o م على التوالي وهذا يعود الى عدة عوامل منها طول السلسلة الكربونية فكلما زاد طول السلسلة انخفضت نقطة الانجماد كذلك درجة عدم التشبع تتسبب في انخفاض نقطة الانجماد وبشكل عام فان الاحماض الدهنية غير المشبعة تكون نقطة انجمادها واطئة.

أما درجة الحرارة فيعود تأثيرها على الاحماض الدهنية غير المشبعة والتي تكون سائلة (Muhammad, 1995). يوضح الجدول (3) تحليل التباين للعوامل المستقلة (المسافة والقدرة ودرجة الحرارة) المؤثرة على سطح الاستجابة (نقطة الانجماد). اظهرت النتائج ان الموديل الرياضي كان تأثيره غيرمعنوياً ($0.05 < P$) وقيمة Lack of Fit كانت غير معنوية ($0.05 < P$)، المعادلة اللاخطية المخفضة التالية تم الحصول عليها لتصف تأثير العوامل المستقلة في نقطة الانجماد وكما في المعادلة (2) اذ ان كلا من درجة الحرارة والمسافة تؤدي الى خفض نقطة الانجماد، بينما القدرة ومربع المسافة تعمل على زيادة نقطة الانجماد.

على الرغم من ان Lack of Fit كانت غير معنوية ولكن عملية تمثيل نقطة الانجماد بموديل رياضي يعطي نسبة خطأ من 0.32% الى 30% بسبب عدم معنويته، لذلك وجدنا تفاوت في بعض البيانات العملية والنظرية وهذا قد يعود الى القيم السالبة للبيانات. حيث $X1$: درجة الحرارة (مئوي)، $X2$: القدرة (واط)، $X3$: المسافة (سم).

جدول 2: مصفوفة التصميم المركب المركزي للمسافة والقدرة ودرجة الحرارة واستجابة نقطة الانجماد (م°).

ت	المسافة (سم) X3	القدرة (واط) X2	درجة الحرارة 1X(م°)	نقطة الانجماد العملية	نقطة الانجماد المتنبأ بها
1	15.5 (0)	190 (0)	60 (0)	-3.1	-3.1
2	15.5 (0)	190 (0)	60 (0)	-4.6	-3.1
3	15.5 (0)	190 (0)	60 (0)	-3.2	-3.1
4	1 (-1)	130 (-1)	50 (-1)	-2.1	-1.66
5	30 (+1)	130 (-1)	50 (-1)	-1.2	-1.57
6	30 (+1)	190 (0)	60 (0)	-2.4	-2.21
7	15.5 (0)	130 (-1)	60 (0)	-3.7	-3.89
8	15.5 (0)	190 (0)	60 (0)	-3.2	-3.1
9	15.5 (0)	190 (0)	70 (+1)	-2.8	-3.33
10	15.5 (0)	190 (0)	60 (0)	-3.2	-3.1
11	15.5 (0)	190 (0)	50 (-1)	-1.6	-2.03
12	30 (+1)	130 (-1)	70 (+1)	-4.2	-4.07
13	1 (-1)	250 (+1)	70 (+1)	-3.2	-2.59
14	30 (+1)	250 (+1)	70 (+1)	-2.4	-2.6
15	1 (+1)	250 (+1)	50 (-1)	-2.6	-2.49
16	15.5 (0)	250 (+1)	60 (0)	-2.8	-3.57
17	30 (+1)	250 (+1)	50 (-1)	-1.7	-1.45
18	1 (-1)	130 (-1)	70 (+1)	-3.1	-3.11
19	15.5 (0)	190 (0)	60 (0)	-3.2	-3.1
20	1 (-1)	190 (0)	60 (0)	-1.1	-2.25

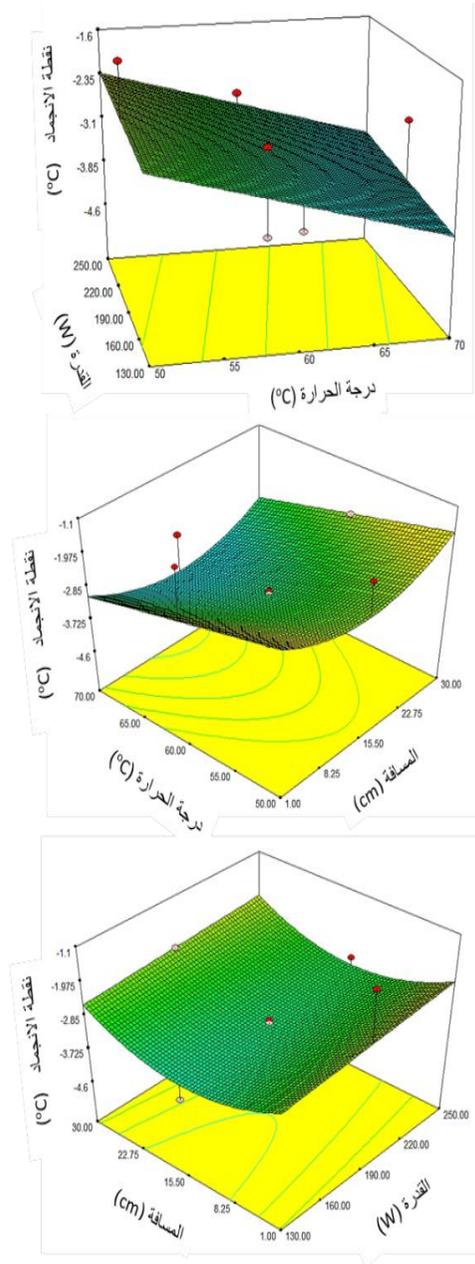
جدول 3: تحليل التباين لنقطة الانجماد

Source Model	Sum of Squares	df	Mean Square	F Value	p-value	
					Prob > F	
	10.34	9	1.15	2.06	0.1381	not significant
X1	4.23	1	4.23	7.57	0.0204	
X2	0.26	1	0.26	0.46	0.5136	
X3	4.00E-03	1	4.00E-03	7.17E-03	0.9342	
X1X2	0.91	1	0.91	1.63	0.2302	
X1X3	0.55	1	0.55	0.99	0.3438	
X2X3	0.45	1	0.45	0.81	0.3897	
X1 ²	0.48	1	0.48	0.86	0.3752	
X2 ²	1.1	1	1.1	1.97	0.1911	
X3 ²	2.07	1	2.07	3.71	0.0829	
Residual	5.58	10	0.56			
Lack of Fit	3.89	5	0.78	2.31	0.1902	not significant
Pure Error	1.69	5	0.34			
Cor Total	15.92	19				

تحليل سطح الاستجابة لنقطة الانجماد

Freezing point Response Surface Analysis for

يلاحظ من الشكل (1) الرسم الثلاثي الابعاد والذي يعطي صورة واضحة حول العلاقة بين العوامل المستقلة (المسافة، القدرة، درجة الحرارة) والعامل التابع (نقطة الانجماد) فكلما ارتفعت درجة الحرارة يحصل نقصان غير معنوي في نقطة الانجماد ولكن عند زيادة القدرة ادت الى زيادة غير معنوية في نقطة الانجماد، عند خفض القدرة مع تثبيت درجة الحرارة والمسافة ادت الى انخفاض نقطة انجماد الزيت. فعند المسافة 30سم والقدرة 130 واط ودرجة الحرارة 50°م اعطت نقطة انجماد مقدارها 1.2°م وعند زيادة القدرة الى 190 واط عند المسافة 30 سم ودرجة الحرارة 50°م انخفضت نقطة انجماد الزيت الى -6°م على التوالي وهذا يعود الى ان الاشعة ذات القدرة المتوسطة تسقط على المخلفات وترفع درجة حرارتها مما ادت الى التأثير على الاحماض الدهنية غير المشبعة المكونة للزيت. ان لكل من درجة الحرارة والقدرة تأثيرا مباشرا في نقطة الانجماد فمثلا عند القدرة 130 واط ودرجة الحرارة 60°م بلغت نقطة انجماد الزيت -3.7°م وعند زيادة القدرة الى 190 واط ودرجة الحرارة الى 70°م.



شكل 1: تأثير القدرة والمسافة ودرجة الحرارة على نقطة الانجماد

بلغت نقطة انجماد الزيت $^{\circ}\text{C}$ -2.8 وهذا بسبب ان زيادة القدرة ادت الى زيادة حركة الجزيئات وساهمت بشكل كبير برفع درجة حرارة المخلفات وكلا العاملين يعملان على زيادة حركة الجزيئات وبالتالي فانهما يلعبان دورا في خفض نقطة انجماد الزيت.

عند زيادة القدرة الى 250 واط وخفض درجة الحرارة الى $^{\circ}\text{C}$ 50 م ارتفعت نقطة الانجماد للزيت بصورة معنوية ($P > 0.05$) الى $^{\circ}\text{C}$ -1.7 م. بالنسبة لتأثير درجة الحرارة والمسافة فعند المسافة 1سم ودرجة الحرارة $^{\circ}\text{C}$ 60 م مع تثبيت القدرة على 190 واط فقد بلغت نقطة انجماد الزيت -1.1، اما بالنسبة لتأثير القدرة والمسافة فعند المسافة 30 سم والقدرة 130 واط وتثبيت درجة الحرارة على $^{\circ}\text{C}$ 70 م فقد بلغت نقطة انجماد الزيت -4.2 وعندما قلت المسافة الى 15.5 سم مع تثبيت القدرة على $^{\circ}\text{C}$ 130 واط بلغت نقطة انجماد الزيت -3.7 م واتفقت هذه النتائج مع ما توصلت له (Al- (2007) Hussainy عند دراستها نقطة الانجماد لزيوت المخلفات الطازجة والمجمدة لسمك الصبور (-4) $^{\circ}\text{C}$ م واعلى من نقطة الانجماد لزيوت المخلفات الطازجة والمجمدة لسمك الكارب الشائع -12، -9 $^{\circ}\text{C}$ م على التوالي لنفس الباحثة.

نقطة التضييب

يوضح جدول (4) مصفوفة التصميم المركب المركزي للمسافة والقدرة ودرجة الحرارة واستجابة نقطة التضييب المنتبأ بها للزيت عن طريق التحسين ومطابقتها مع نقطة التضييب العملية. تم الحصول على الظروف المتمثلة بالمسافة 30سم والقدرة 250 واط ودرجة الحرارة $^{\circ}\text{C}$ 70م التسلسل 14 اذ اعطت اعلى نقطة تضييب للزيت اذ بلغت نقطة التضييب العملية والمنتبأ بها للزيت 15.6 و15.07 $^{\circ}\text{C}$ م على التوالي وهذا يعود الى ارتفاع درجة الحرارة التي تؤثر على الاحماض الدهنية المشبعة وبالتالي تؤدي الى ارتفاع نقطة التضييب للزيت.

تتخفض نقطة التضييب بازيداد نسبة الاحماض الدهنية غير المشبعة في الزيت (Khalid et al.,2011)، وهي تعطي مقياس لدرجة الحرارة التي تبدأ عندها الدهون السائلة في التصلب (FSSAI, 2012).

جدول 4: مصفوفة التصميم المركب المركزي للمسافة والقدرة ودرجة الحرارة واستجابة نقطة التضييب (م°)

ت	المسافة (سم) X3	القدرة (واط) X2	درجة الحرارة (م) X1	نقطة التضييب العملية °C	نقطة التضييب المتنبأ بها °C
1	15.5 (0)	190 (0)	60 (0)	12.5	12.35
2	15.5 (0)	190 (0)	60 (0)	12.1	12.35
3	15.5 (0)	190 (0)	60 (0)	12.3	12.35
4	1 (-1)	130 (-1)	50 (-1)	13.4	13.99
5	30 (+1)	130 (-1)	50 (-1)	12.8	12.65
6	30 (+1)	190 (0)	60 (0)	12.6	12.56
7	15.5 (0)	130 (-1)	60 (0)	14.3	13.84
8	15.5 (0)	190 (0)	60 (0)	12.4	12.35
9	15.5 (0)	190 (0)	70 (+1)	11.9	12.2
10	15.5 (0)	190 (0)	60 (0)	12.2	12.35
11	15.5 (0)	190 (0)	50 (-1)	12.4	11.86
12	30 (+1)	130 (-1)	70 (+1)	12.7	13.04
13	1 (-1)	250 (+1)	70 (+1)	12.2	12.41
14	30 (+1)	250 (+1)	70 (+1)	15.6	15.07
15	1 (+1)	250 (+1)	50 (-1)	12.4	12.12
16	15.5 (0)	250 (+1)	60 (0)	13.7	13.92
17	30 (+1)	250 (+1)	50 (-1)	13.9	14.28
18	1 (-1)	130 (-1)	70 (+1)	14.2	13.88
19	15.5 (0)	190 (0)	60 (0)	12.1	12.35
20	1 (-1)	190 (0)	60 (0)	12.1	11.9

يبين الجدول (5) تحليل التباين للعوامل المستقلة (المسافة والقدرة ودرجة الحرارة) المؤثرة على سطح الاستجابة (نقطة التضييب). اظهرت نتائج التحليل الاحصائي ان الموديل الرياضي كان تأثيره معنوياً ($0.05 > p$) و قيمة Lack of Fit كانت معنوية ($0.05 > p$) وهذا يعني ان الموديل الرياضي يمكن من خلاله التنبؤ بنقطة التضييب بالاعتماد على العوامل المستقلة وتداخلاتها. ان العلاقة بين نقطة التضييب والعوامل المستقلة التي تمثل المسافة والقدرة ودرجة الحرارة والتداخل بينهما تنطبق عليه معادلة الانحدار المتعدد اللاخطي والتي من خلالها يمكن التنبؤ بنقطة التضييب للزيت وكما في المعادلة (3) اذ ان درجة الحرارة والقدرة ومربع القدرة ومربع المسافة تؤدي الى خفض نقطة التضييب عند زيادتها، بينما المسافة والتداخل بين درجة الحرارة والقدرة، ودرجة الحرارة والمسافة، ومربع درجة الحرارة والمسافة، ومربع القدرة ودرجة الحرارة والتداخل الثلاثي بين العوامل المستقلة الثلاث يعمل على زيادة نقطة التضييب عند زيادتهم. ان نسبة الخطأ بين النتائج العملية والمنتبأ بها بهذا الموديل تراوحت بين 0.4% الى 2.25% وهي نسبة منخفضة جدا وبالإمكان تطبيق هذا الموديل الرياضي

$$\begin{aligned} \text{Cloud point} = & +12.35 - 0.25X_1 - 0.30X_2 + 0.25X_3 + 0.10X_1X_2 + 0.12X_1X_3 \\ & + 0.87X_2X_3 - 0.32X_1^2 - 0.12X_3^2 + 0.35X_1X_2X_3 \\ & + 0.43X_1^2X_2 + 0.100X_1^2X_3 + 0.53X_1X_2^2 \end{aligned} \quad (3)$$

بسبب تأثيره المعنوي.

حيث X_1 درجة الحرارة (مئوي)، X_2 : القدرة (واط)، X_3 : المسافة (سم).

جدول 5: تحليل التباين للعوامل المستقلة المؤثرة على سطح الاستجابة لنقطة التضييب.

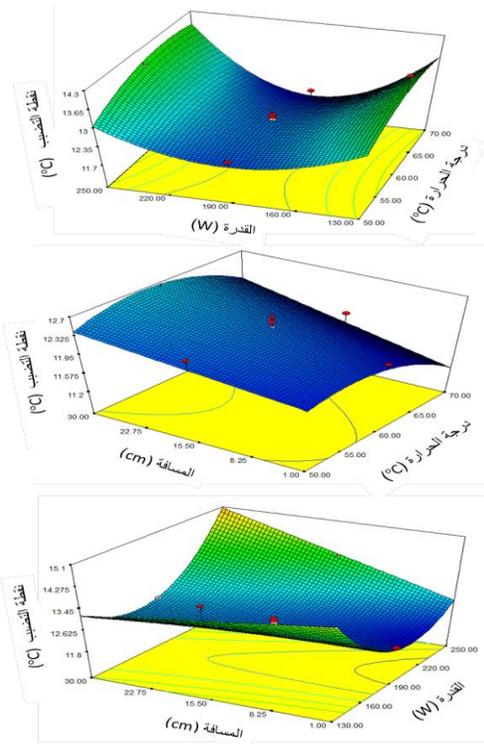
Source Model	Sum of Squares	df	Mean Square	F Value	p-value	
					Prob > F	
	16.14	9	1.79	8.97	0.001	significant
X1	0.29	1	0.29	1.45	0.257	
X2	0.016	1	0.016	0.08	0.783	
X3	1.09	1	1.09	5.45	0.0418	
X1X2	0.08	1	0.08	0.4	0.5412	
X1X3	0.12	1	0.12	0.63	0.4475	
X2X3	6.12	1	6.12	30.63	0.0002	
X1 ²	0.29	1	0.29	1.43	0.259	
X2 ²	6.41	1	6.41	32.08	0.0002	
X3 ²	0.041	1	0.041	0.21	0.6587	
Residual	2	10	0.2			
Lack of Fit	1.87	5	0.37	14	0.0058	significant
Pure Error	0.13	5	0.027			
Cor Total	18.14	19				

تحليل سطح الاستجابة لنقطة التضييب

Response Surface Analysis for Cloud point

يوضح الشكل (2) الرسم الثلاثي الابعاد والذي يعطي صورة واضحة حول العلاقة بين العوامل المستقلة (المسافة و القدرة و درجة الحرارة) والعامل التابع (نقطة التضييب) فكلما ارتفعت درجة الحرارة تحصل زيادة غير معنوية في نقطة التضييب ولكن عند زيادة القدرة ادت الى زيادة معنوية في نقطة التضييب، عند زيادة القدرة مع تثبيت درجة الحرارة والمسافة ادت الى زيادة نقطة التضييب فمثلا عند المسافة 30سم والقدرة 250واط ودرجة الحرارة 50°م بلغت نقطة التضييب للزيت 13.9 م وعند تثبيت القدرة على 250 واط عند نفس المسافة وزيادة درجة الحرارة الى 70°م قد ازدادت نقطة التضييب الى 14.5مئوي وهذا يعود الى ان اغلب الاشعة تسقط بشكل مباشر على المخلفات وترفع درجة حرارتها وبالتالي ارتفاع نقطة التضييب ان لكل من درجة الحرارة والقدرة تأثيرا مباشرا في نقطة التضييب فمثلا عند القدرة 130 واط ودرجة الحرارة 60°م بلغت نقطة التضييب 14.3. عند خفض درجة الحرارة الى 50°م مع بقاء نفس القدرة بلغت نقطة التضييب 12.8 وهذا بسبب انخفاض الحرارة التي ادت الى خفض نقطة التضييب اما بالنسبة لتأثير المسافة ودرجة الحرارة فمثلا عند المسافة 1سم ودرجة الحرارة 50°م بلغت نقطة التضييب 13.4م وعند زيادة المسافة

الى 30 سم ودرجة الحرارة 70°م بلغت نقطة التضييب 12.7 وجاءت هذه النتائج اعلى من نقطة التضييب لزيوت المخلفات الطازجة والمجمدة لأسماك ابوعينه و الجفوته والصبور والكارب الشائع 1،1.50،2،1.8،3،م على التوالي في دراسة (2007) AL-Hussainy. وجد (2013) Reaume and Ellis ان نقطة التضييب لزيتي النخيل والذرة كانت 17.5 و11.5 م على التوالي.



شكل 2: تأثير القدرة ودرجة الحرارة والمسافة على نقطة التضييب.

نقطة الانسكاب

يلاحظ من الجدول (6) مصفوفة التصميم المركب المركزي للمسافة والقدرة ودرجة الحرارة واستجابة نقطة الانسكاب المنتبأ بها عن طريق التحسين ومطابقتها مع نقطة الانسكاب العملية تم الحصول على الظروف المتمثلة المسافة 1سم والقدرة 250 واط ودرجة الحرارة 70 °م التسلسل 13 اذ اعطت ادنى نقطة انسكاب للزيت اذ بلغت نقطة الانسكاب العملية والمنتبأ بها 6.8، 7.01 على التوالي وهذا يعود الى الشدة العالية للإشعاع المنبعث من مصباح الأشعة تحت الحمراء وكذلك

درجة الحرارة المرتفعة التي تؤدي الى خفض نقطة الانسكاب. وان نقطة الانسكاب تنخفض كلما ارتفعت نسبة الاحماض الدهنية غير المشبعة في الزيت او الدهن (Muhammad 1995).

جدول 6: مصفوفة التصميم المركب المركزي للمسافة والقدرة ودرجة الحرارة واستجابة نقطة الانسكاب.

ت	المسافة(سم) 3X	القدرة (واط) 2X	درجة الحرارة (م°) 1X	نقطة الانسكاب العملية	نقطة الانسكاب المنتبأ بها
1	15.5 (0)	190 (0)	60 (0)	7.9	7.69
2	15.5 (0)	190 (0)	60 (0)	7.7	7.69
3	15.5 (0)	190 (0)	60 (0)	7.8	7.69
4	1 (-1)	130 (-1)	50 (-1)	8.9	8.66
5	30 (+1)	130 (-1)	50 (-1)	8.1	7.63
6	30 (+1)	190 (0)	60 (0)	7.2	7.77
7	15.5 (0)	130 (-1)	60 (0)	7.4	7.76
8	15.5 (0)	190 (0)	60 (0)	7.8	7.69
9	15.5 (0)	190 (0)	70 (+1)	7.6	7.53
10	15.5 (0)	190 (0)	60 (0)	7.9	7.69
11	15.5 (0)	190 (0)	50 (-1)	7.2	7.85
12	30 (+1)	130 (-1)	70 (+1)	6.9	6.75
13	1 (-1)	250 (+1)	70 (+1)	6.8	7.01
14	30 (+1)	250 (+1)	70 (+1)	8.4	8.37
15	1 (+1)	250 (+1)	50 (-1)	6.9	6.78
16	15.5 (0)	250 (+1)	60 (0)	8.3	7.62
17	30 (+1)	250 (+1)	50 (-1)	8.4	8.34
18	1 (-1)	130 (-1)	70 (+1)	8.2	8.23
19	15.5 (0)	190 (0)	60 (0)	7.8	7.69
20	1 (-1)	190 (0)	60 (0)	7.4	7.61

اوضح جدول (7) تحليل التباين للعوامل المستقلة (المسافة والقدرة ودرجة الحرارة) المؤثرة على سطح الاستجابة (نقطة الانسكاب). اظهرت نتائج التحليل الاحصائي ان الموديل الرياضي كان تأثيره معنوياً ($p < 0.05$) و قيمة Lack of Fit كانت غير معنوية ($0.05 < p$) وهذا يعني ان الموديل الرياضي يمكن من خلاله التنبؤ بنقطة الانسكاب بالاعتماد على العوامل المستقلة وتداخلاتها. أن تأثير كل من درجة الحرارة والقدرة والمسافة كل على حدة لم يكن معنوياً في نقطة الانسكاب وكان للتداخل بين القدرة والمسافة تأثيراً معنوياً ($0.05 > p$) في نقطة الانسكاب.

جدول 7: تحليل التباين للعوامل المستقلة المؤثرة على سطح الاستجابة لنقطة الانسكاب

Source Model	Sum of Squares	df	Mean Square	F Value	p-value	significant
					Prob > F	
	4.17	6	0.7	3.96	0.0179	significant
X1	0.26	1	0.26	1.46	0.2489	not significant
X2	0.049	1	0.049	0.28	0.6063	
X3	0.064	1	0.064	0.36	0.5565	
X1X2	0.41	1	0.41	2.31	0.1529	
X1X3	0.02	1	0.02	0.11	0.7412	
X2X3	3.38	1	3.38	19.24	0.0007	
Residual	2.28	13	0.18			not significant
Lack of Fit	1.8	8	0.22	2.3	0.1872	
Pure Error	0.49	5	0.098			
Cor Total	6.46	19				

ان العلاقة بين نقطة الانسكاب والعوامل المستقلة التي تمثل المسافة والقدرة ودرجة الحرارة والتداخل بينهما تنطبق عليه معادلة الانحدار المتعدد الخطي والتي من خلالها يمكن التنبؤ بنقطة الانسكاب للزيت وكما في المعادلة (4) اذ بينت بانها عند زيادة كل من درجة الحرارة والقدرة والمسافة والتداخل بين درجة الحرارة والمسافة أدت الى خفض نقطة الانسكاب بينما ادت زيادة كل من التداخل بين درجة الحرارة والقدرة، والقدرة والمسافة الى زيادة نقطة الانسكاب.

$$\text{Pour point} = +14.94075 - 0.081905X1 - 0.035247X2 - 0.11575X3 + 3.75000X1X2 - 3.44828X1X3 + 7.47126X2X3 \quad (4)$$

حيث $X1$: درجة الحرارة (مئوي)، $X2$: القدرة (واط)، $X3$: المسافة (سم).

تحليل سطح الاستجابة لنقطة الانسكاب

Response Surface Analysis for Pour point

يوضح الشكل (3) الرسم الثلاثي الابعاد والذي يعطي صورة واضحة حول العلاقة بين العوامل المستقلة (المسافة، القدرة، درجة الحرارة) والعامل التابع (نقطة الانسكاب) فكلما انخفضت درجة الحرارة تحصل زيادة غير معنوية في نقطة الانسكاب ولكن عند زيادة القدرة ادت الى زيادة في نقطة الانسكاب، عند زيادة القدرة مع خفض درجة الحرارة وثبوت المسافة ادت الى زيادة نقطة الانسكاب فمثلا عند المسافة 30سم والقدرة 250 واط ودرجة الحرارة 50 °م بلغت نقطة الانسكاب 8.1 °م وعند انخفاض القدرة الى 130 واط عند نفس المسافة ودرجة الحرارة قد ارتفعت نقطة الانسكاب الى 8.4م على التوالي. ان لكل من درجة الحرارة والقدرة تأثيرا معنويا في نقطة الانسكاب فمثلا عند القدرة 130 واط ودرجة الحرارة 60 °م بلغت نقطة الانسكاب 7.4 °م وعند زيادة القدرة الى 250 واط ودرجة الحرارة الى 70 °م بلغت نقطة الانسكاب 8.4 م وهذا بسبب ان زيادة درجة الحرارة والقدرة ادتا الى ارتفاع نقطة الانسكاب للزيت. عند خفض القدرة الى 190 واط وخفض درجة الحرارة الى 60°م انخفضت نقطة الانسكاب بصورة غير معنوية ($p > 0.05$) الى 7.2°م.

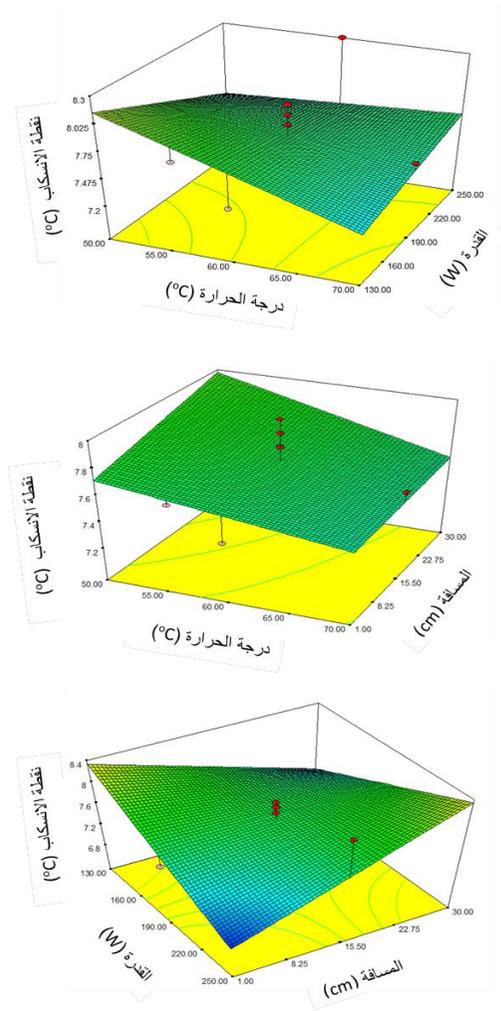
اما بالنسبة لتأثير القدرة والمسافة فعند المسافة 1 سم والقدرة 190 واط وثبتت درجة الحرارة على 60 °م فقد بلغت نقطة الانسكاب 7.4 وعندما ازدادت المسافة الى 15.5 سم والقدرة الى 250 واط بلغت نقطة الانسكاب 8.3 °م. وجاءت هذه النتائج اعلى من نقطة الانسكاب لزيوت المخلفات الطازجة والمجمدة لأسماك ابو عوينة، الجفوتة، الصبور، الكارب الشائع المدروسة من قبل (Al-Hussainy (2007)، اذ بلغت 6.5، 1.30، 1.30، 1.2، 1.9، 6.0 °م على التوالي. وجد (Akhtar et al. (2009) ان نقطة الانسكاب لزيت بذور القطن كانت 4.7- °م.

عملية التحسين

اظهرت نتائج عملية التحسين ان الظروف المثلى (درجة الحرارة 66.14 °م، والقدرة 215.94 واط والمسافة 20.02 سم) اعطت افضل نقطة انجماد ونقطة تضييب ونقطة انسكاب لزيت مخلفات اسماك الكارب الشائع كما في الجدول (8).

جدول 8: الظروف المثلى (درجة الحرارة، القدرة، المسافة) لعملية التحسين نقطة الانجماد و نقطة التضييب و نقطة الانسكاب للزيت المستخلص من الاحشاء الداخلية لأسماك الكارب الشائع.

العوامل المستقلة		نقطة الانجماد	نقطة التضييب	نقطة الانسكاب
درجة الحرارة (م)	القدرة (واط)	المسافة (سم)	عملي	
66.14	215.94	20.02	متنبأ به	0.88±1.47 ^a
				0.13± 3.15 ^a
				0.467±1.34 ^a
				0.17± 3.30 ^a
				0.906±1.58 ^a



شكل 3: تأثير القدرة ودرجة الحرارة والمسافة على نقطة الانسكاب.

الاستنتاجات

من خلال النتائج المستحصلة من الدراسة تبين ان زيوت احشاء سمك الكارب كانت ذات صفات فيزيائية جيدة من الناحية النوعية وظهرت نتائج عملية التحسين ان الظروف المثلى لتحسين الصفات الفيزيائية للزيت تحققت باستخدام درجة الحرارة 66.14°C و القدرة 215.94 واط والمسافة 20.02 سم.

التوصيات

نوصي باستخدام الأشعة تحت الحمراء في استخلاص زيت مخلفات اسماك الكارب الشائع. كما نوصي ايضا بتجربة دمج طرق اخرى لاستخلاص زيوت الاسماك مثل الاستخلاص بالأشعة تحت الحمراء بمساعدة التسخين الأومي

Ohmic heating assisted infrared extraction

المصادر

- Akhtar, N.; Adnan, Q.; Ahmad, M.; Mehmood, A. and Farzana, K. (2009). Rheological studies and characterization of different oils. J. Chem. Soc. Pak., 31(2): 201-206. [URL](#).
- Al-Hilphy, A. R.; Al-Shatty, S. M.; Al-Mtury, A. A. A. and Gavahian, M. (2020). Infrared-assisted oil extraction for the valorization of carp viscera: Effects of process parameters, mathematical modeling, and process optimization. LWT, 129, 109541. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2020.109541>.
- Al-Hussainy, K.S.J. (2007). Extraction of oil from fish and their by-products and studying their chemical, physical properties and their uses in food, drag and industrial systems. Ph. D. Thesis, Coll. Agric., Univ. Basrah, Iraq. 226 pp. (In Arabic).
- Al-Rawi, K.M. and Khalaf Allah, A. M. (2000). Design and analysis of agricultural experiments. Second Edition. Ministry of Higher Education and Scientific Research. University of Al Mosul. College of Agriculture and Forestry. House of books for printing and publishing. 488 pp. (In Arabic).
- Arnesen, J.A. and Gildberg, A. (2007). Extraction and characterization of gelatin from Atlantic salmon (*Salmo salar*) skin. Bioresour. Technol., 98(1): 53-57. [doi: 10.1016/j.biortech.2005-11.021](https://doi.org/10.1016/j.biortech.2005.11.021).
- Babbit, K.J. (1990). Intrinsic quality and species of north pacific fish in making profits out of seafood wastes. In: Proceedings of the International Conference on Fish by Products. Keller, S. (ed.), 25-27 April 1990. University of Alaska Sea Grant. Fairbanks, AK, USA, pp: 39-43. [URL](#).
- Bhaskar, N.; Sathisha, A.D.; Sachindra, N.M.; Sakhare, P.Z. and Mahendrakar, N.S. (2007). Effect of acid ensiling on the stability f visceral waste proteases of Indian major Carp *Labeo rohita*. J.

- Aquat. Food Prod. Technol., 16(1): 73-86. https://doi.org/10-1300/JO30v16n01_06.
- FSSAI: Food Safety and Standards Authority of India (2012) . Oils and Fats. Ministry of Health and Family Welfare Government of India, 110 pp. www.fssai.gov.in.
- FSSAI: Food Safety and Standards Authority of India (2015). Manual of methods of analysis of foods: Oils and fats. Ministry of Health and Family Welfare Government of India, 96pp. www.fssai.gov.in.
- Gildberg, A. (2001). Utilization of male arctic capelin and Atlantic cod intestines for fish sauce production-Evaluation of fermentation conditions. Bioresour. Technol., 76(2): 119-123. [https://doi.org/10.1016/S0960-8524\(00\)00095-X](https://doi.org/10.1016/S0960-8524(00)00095-X).
- Hultin, H.O. (1994). Oxidation of lipids in seafoods . In: Seafoods: Chemistry, processing technology and quality. Shahidi, F. and Botta, J.R., (eds.). Chapman and Hall, London, UK. pp: 49-74. https://doi.org/10.1007/978-1-4615-2181-5_1.
- Kakhia, T.I. (2008). Analysis of oils and fats and their raw and auxiliary materials. Syrian Chemical Society. <https://tarek-kakhia.org>. (In Arabic).
- Khaild, K.; Musa, M.; Jusoff, K.; Abdullah, R.; Md, Z.M. and Somsudin, A. (2011). Lowering of palm oil cloud point by enzymatic acidolysis. World Appl. Sci. J., 12 (Special Issue on Service Sector Transforms the Economy): pp:28-31. [URL](http://www.worldscientific.com/doi/10.1142/S1793549311000000).
- Ming, T.C.; Ramli, N.; Lye, O.T.; Said, M. and Kasim, Z. (2005). Strategies for decreasing the pour point and cloud point of palm oil products. Eur. J. lipid Sci. Technol., 107(7-8): 505-512. <https://doi.org/10.1002/ejlt.200400944>.
- Muhammad, R. S. F. (1995). Physical and chemical analyses of oils and fats. First Edition, Academic Library, Cairo, Egypt. 212 pp. (In Arabic)
- Reaume, S.J and Ellis, N. (2013). Use of isomerization and hydroisomerization reactions to improve the cold flow properties

vegetable oil based biodiesel. *Energies*, 6(2): 619-633. <https://doi.org/10.3390/en6020619>.

Rustad, T. (2003). Utilization of marine by-products. *Electron. J. Environ. Agric. Food Chem.*, 2(4): 458-463. ISSN 1579-4377. [URL](#).

Shaine, K.T.; Bozell, P.; Wallace, R.; Peterson, E. and Moens, L. (2004). Biomass oil analysis: Research needs and Recommendations. Technical. Rep. pp: 1-87. [URL](#).

Staby, A. and Mollerup, J. (1993). Separation of constituents of fish oil using supercritical fluids: A review of experimental solubility, extraction, and chromatographic data. *Fluid Phase Equilibr.*, 91: 349-386. [https://doi.org/10.1016/0378-3812\(93\)85109-Y](https://doi.org/10.1016/0378-3812(93)85109-Y)

Zachariassen, K.E. and Kristiansen, E. (2000). Ice nucleation and antinucleation in nature. *Cryobiology*, 41(4): 257-279. <https://doi.org/10.1006/cryo.2000.2289>.

The use of response surface methodology (RSM) for improving Freezing point, Cloud point and Pour point of common carp (*Cyprinus carpio* L.) fish viscera oil extracted by infrared ray

Atheer A. Al-Mtury*, Sabah M. Al-Shatty [iD](#), Asaad R. Al-Hilphy [iD](#)

Department of Food Science, Collage of Agriculture, University of Basrah, Basrah- Iraq

*Corresponding Author e-mail: atheerengineer85@gmail.com

Received: 21/08/2022 Accepted: 19/10/2022 Published: 25/06/2023

Abstract

As a result of the special advantages of infrared such as ambient does not affect by IR heating, being environmentally friendly, reducing the size of equipment used in food heating and ease of control. Moreover, it is one of the most promising techniques, so the current study aimed to investigate the application of infrared ray in extracting the oil of common carp fish wastes (*Cyprinus carpio* L.), and the study of the effect of the independent factors, which are: power (130, 190, 250 watts), temperature (50, 60, 70 °C), the distance between the radiation source and the surface of the waste (1, 15.5, 30 cm) on the freezing point, cloud point and pour of carp waste oil using response surfaces methodology. The results showed that the lowest practical and predicted values for the above traits were -4.6, -3.1, 11.9, 12.2, 6.8, and 7.01, respectively, and that the increase in power and temperature had a negative effect, as it led to an increase in the cloud point. The results illustrated that the interaction between distance, power and temperature led to a decrease in the freezing point. The results also clarified that the increase in power with a decrease in temperature and stability of the distance led to an increase in the pour point. The results indicated that the optimal conditions were the power 315.94W, the temperature 66.14° C, and the distance is 20.02 cm. The results of the statistical showed that the nonlinear multiple regression equation was used to predict the values of the cloud point, while the multiple linear regression equation was used to predict the pour point values. The nonlinear multiple regression equation had a non-significant effect to predict the freezing point values, with an error rate ranging from 0.32% to 30%.

Keywords: Fish waste oil, infrared, freezing point, cloud point, pour point.