

استفاده از فیبر پلی پیرویل نانوساختار برای مطالعه اثر موسیلاژ به دانه بر پروفایل کروماتوگرافی گازی ترکیبات فرار، خصوصیات حسی و فیزیکوشیمیایی ماست

سجاد پیرسا^{۱*}، ایمان یزدانی^۲، هادی الماسی^۳، محمد علیزاده^۴

- ۱- استادیار و عضو هیئت علمی گروه علوم و صنایع غذایی دانشگاه ارومیه
 - ۲- دانش آموخته گروه علوم و صنایع غذایی دانشگاه ارومیه
 - ۳- استادیار و عضو هیئت علمی گروه علوم و صنایع غذایی دانشگاه ارومیه
 - ۴- دانشیار و عضو هیئت علمی گروه علوم و صنایع غذایی دانشگاه ارومیه
- (تاریخ دریافت: ۹۵/۰۱/۳۱ تاریخ پذیرش: ۹۶/۰۱/۱۴)

چکیده

پلی پیرویل یکی از پلیمرهای هادی نانوساختار می باشد که به روش شیمیایی به راحتی و در دماهای پایین بر روی بسترهای عایق سنتز می شود. در این تحقیق پلی پیرویل به عنوان یک پلیمر جاذب به روش شیمیایی و در ابعاد نانومتری بر روی فیبر پل استری سنتز گردید. در این تحقیق از موسیلاژ به دانه به عنوان جایگزین چربی در ماست استفاده شد. اثر موسیلاژ دانه به بر روی خواص فیزیکوشیمیایی، حسی و پروفیل ترکیبات فرار در کروماتوگرافی گازی نمونه های ماست بررسی گردید. دو فاکتور کمی پیوسته غلظت موسیلاژ و زمان نگهداری با کاربرد طرح فاکتوریل افزایش یافته با نقاط مرکزی مورد مطالعه قرار گرفت. غلظت موسیلاژ در محدوده ۰ تا ۰/۰۳ درصد و نیز زمان بین ۱ تا ۲۱ روز مورد بررسی قرار گرفت. برای استخراج مواد فرار نمونه های ماست از فیبر پلی پیرویل نانوساختار به روش ریز استخراج فاز جامد از فضای فوقانی استفاده شد. بعد از جمع آوری داده ها، از آنالیز واریانس و رگرسیون برای یافتن اثرات معنی دار (در سطح احتمال ۵ درصد) و کیفیت برازش مدل خطی استفاده گردید. پس از مدلسازی داده ها تاثیر غلظت موسیلاژ و زمان بر روی خواص فیزیکوشیمیایی، حسی و پروفیل ترکیبات فرار با استفاده از روش گرافیکی مورد بررسی قرار گرفت. نتایج بدست آمده نشان دادند، با افزایش زمان نگهداری، اسیدیته ماست ها افزایش می یابد البته در انتهای دوره نگهداری سرعت افزایش اسیدیته کاهش می یابد و همچنین ماستهای حاوی موسیلاژ نسبت به ماست شاهد اسیدیته بالاتری را نشان می دهند. نتایج بدست آمده از پروفیل ترکیبات فرار نمونه های ماست و بررسی ویژگی های حسی ماست (عطر و طعم و پذیرش کلی) نشان داد که ارتباط معنی دار و خطی بین مجموع سطح زیر پیک های حاصل از مواد فرار ماست و عطر و طعم وجود دارد.

کلید واژگان: ماست، موسیلاژ به دانه، فیزیکوشیمیایی، پلی پیرویل، نانوساختار، کروماتوگرافی

۱- مقدمه

پلیمرهای هادی به سبب خواص چند عاملی و پتانسیل‌های کاربردی مختلف شامل استفاده به عنوان فیلترها، استخراج و جداسازی مواد توجه زیادی را به خود جذب کرده‌اند. جذب مواد فرار توسط این جاذب‌ها از طریق خصوصیات ذاتی این نوع پلیمرها از قبیل (آبگریزی، برهمکنش‌های $\pi-\pi$ ، برهمکنش‌های اسید و باز، تبادل یونی و پیوند هیدروژنی) و نیز وجود گروه‌های عاملی مختلف در منومر صورت می‌گیرد [۴-۱].

مصرف شیر و فراورده‌های آن در جهان به سرعت رو به افزایش است. یکی از محصولات تخمیری شیر، ماست می‌باشد. این محصول دارای طعم ترش و لذیذ می‌باشد جهت تولید ماست، ابتدا شیر را پاستوریزه کرده و سپس به آن استارتر (باکتری‌های تخمیر کننده) اضافه می‌شود. در طول تخمیر مواد طعم‌زا و اسید لاکتیک تولید می‌شود. ماست یکی از قدیمی‌ترین غذاهای عمومی در جهان می‌باشد زیرا که دارای ارزش غذایی و درمانی ویژه در رژیم‌های غذایی مردم است. ماست‌های معمولی دارای محتوای ۳/۵٪ چربی، ۳/۶۰٪ پروتئین، ۰/۷۶٪ خاکستر و ۴/۲٪ لاکتوز می‌باشند [۸-۵]. ماست همچنین منبع غنی از کلسیم و سایر املاح نظیر فسفر، منیزیم و روی، ویتامین‌ها و آنزیم‌های هضم کننده می‌باشد. از طرفی هضم پروتئین‌های آن بدلیل هیدرولیز نسبی توسط باکتری‌های آغازگر آسان‌تر از پروتئین‌های شیر است. متداولترین نقص در بافت که منجر به عدم پذیرش این فراورده نزد مصرف کننده می‌شود آب‌اندازی یا سینرزیس است که در هنگام ذخیره سازی اتفاق می‌افتد. برای جلوگیری از این نقص و نیز افزایش خواص عملکردی با اضافه کردن تثبیت کننده‌هایی شامل ژلاتین، نشاسته، پکتین، کاراگینان، کتیرا، گوار و ... می‌توان این مشکل را برطرف کرد [۸-۵].

هیدروکلوئیدها ترکیبات محلول در آب بوده و بدلیل وزن مولکولی بالا و توانایی آنها جهت بهبود بافت و خواص رئولوژیکی به طور وسیع‌تر در صنایع غذایی کاربرد دارند. این ترکیبات اغلب به عنوان ترکیب غذایی و مواد افزودنی به منظور

افزایش ویسکوزیته، تشکیل ساختار ژل و افزایش مقاومت فیزیکی، تشکیل فیلم، مهار سینرزیس و بهبود بافت کاربرد دارند. هیدروکلوئیدها بدلیل خاصیت آبدوستی بالا با آب تعامل قوی برقرار می‌کنند و با محبوس کردن آب آزاد موجود در ساختار مواد غذایی موجب بهبود بافت می‌شوند. میزان کالری این ترکیبات بسیار کم ولی حضور آن در غذاهای رژیمی بسیار مفید است. هیدروکلوئیدها در صنعت غذا به دلیل توانایی اصلاح خواص رئولوژیکی و خواص عملکردی مواد غذایی مورد استفاده قرار می‌گیرند. این ترکیبات در فرمولاسیون بسیاری از محصولات غذایی نظیر نان، سس‌ها، شربت‌ها، فرآورده‌های لبنی، غذاهای فوری کاربرد گسترده دارند [۱۱-۹]. کم کردن چربی و استفاده از جایگزین‌های چربی در ماست باعث کاهش کلسترول خون می‌شود، مطالعات نشان می‌دهد که افزودن صمغ گوار به ماست، باعث عدم جذب چربی و کلسترول در خون می‌شود [۱۱-۹]، ولی با کاهش چربی کیفیت بافت نیز کاهش می‌یابد که جهت جلوگیری از این مشکل می‌توان از هیدروکلوئیدها و یا مکمل پروتئین‌ها استفاده نمود. محققین دریافته‌اند که با افزودن ۲٪ مکمل پروتئینی و یا ۰/۰۱٪ هیدروکلوئید می‌توان بافت ماست را بهبود داد. آنها دریافتند که صمغ گوار و زانتان می‌تواند بافت ماست را بهبود و میزان آب‌انداختگی را کاهش دهد [۱۱-۹].

میوه به جزء خانواده *Roseaceae* طبقه بندی شده است و خواص مفید خوبی را بدلیل محتوای فنلی خود برای سلامتی انسان ثابت کرده است [۱۴-۱۲]. میوه به (*Cydonia oblonga*) یک منبع حاوی قند می‌باشد که قند‌های موجود در میوه به عمدتاً شامل گلوکز، فروکتوز و ساکارز می‌باشد. همچنین این میوه شامل ترکیبات فنولیک با فعالیت آنتی‌اکسیدانی می‌باشد. [۱۸-۱۴]. میوه به دارای گوشت خشک و تردی است که طعمی ترش و تقریباً گس دارد. سرشار از ویتامین‌های A و B، تانن و منبع غنی از ویتامین C است و به دلیل فیبر زیادی که دارد، به سلامت دستگاه گوارش کمک می‌کند [۱۸-۱۲].

کشور ژاپن ثبت شد. سرنگ هامیلتونی ۱۰ و ۲۵ میکرولیتری و پیپت های مدرج ۲ و ۵ میلی لیتری برای برداشتن حجم های مورد نیاز به کار رفت. شیشه های ۱۲ میلی لیتری با درب سیلیکونی و پارافیلیم و در پوش آلومینیومی پرسی برای انجام میکرو استخراج با روش SPME-GC به کار گرفته شد [۲۴].

دستگاه کروماتوگرافی گازی (Agilent7890 A, Wilmington, DE, USA) مجهز به شناساگر یونیزاسیون شعله ای^۲ و دریچه تزریق انشعابی/غیر انشعابی^۳ استفاده شد. از نرم افزار chemstation برای ثبت پیک ها و آنالیز داده ها استفاده شد. برای جداسازی پیک های مواد فرار نمونه های ماست دمای اولیه ستون به مدت ۱ دقیقه در دمای ۵۰ درجه درجه سلسیوس قرار گرفت سپس با سرعت ۲ درجه سلسیوس در دقیقه به دمای ۸۰ درجه سلسیوس رسید و به مدت ۵ دقیقه در آن دما نگه داشته شد. دمای دریچه تزریق و آشکارساز به ترتیب در ۲۵۰ و ۲۰۰ درجه سلسیوس تنظیم گردید. سرعت جریان گاز حامل نیتروژن ۲ میلی لیتر در دقیقه و سرعت گاز نیتروژن به عنوان گاز کمکی ۲۵ میلی لیتر در دقیقه تنظیم شد. ستون استفاده شده برای جداسازی ستون موئینه سیلیسی (HP-5) ساخت کشور آمریکا بوده و طول ستون ۳۰ متر و قطر آن ۰/۲۵ میلی متر و ضخامت فاز جامد ۰/۳۲ میکرومتر می باشد.

۲-۲- استخراج موسیلاژ به دانه

فرایند استخراج موسیلاژ به دانه به شکل زیر صورت پذیرفت: ابتدا دانه های به شستشو داده شده و سپس در آب ۵۰ درجه سانتی گراد به همراه همزدن به مدت ۵ ساعت (به وسیله هات پلیت) خیس گردید. موسیلاژ آزاد شده در آب توسط صافی، صاف شده و به حجم موسیلاژ و آب به آن استون اضافه گردید و به مدت ۱۲ ساعت در یخچال نگهداری شد. بعد از ۱۲ ساعت موسیلاژ جمع شده در داخل ظرف نگهداری جمع آوری شده و به مدت ۱۲ ساعت در داخل آون خشک گردید.

موسیلاژ به دانه ترکیبی از سلولوز و پلی ساکاریدهای هیدرولیز شده است. صمغ به دانه شامل ترکیباتی مانند سلولوز و آرابینوز است. میوه به بخاطر پالپ سخت، تلخی و حالت گسی، به صورت تازه کمتر مصرف می شود. اما وقتی که برسد تقاضای زیادی برای تولید مارمالاد، مربا و ژله دارد. ترکیبات میوه به شامل ۷۶/۷۲ گرم آب، ۵/۳۳ گرم فیبر و ۱/۹۵ گرم چربی به ازای هر ۱۰۰ گرم میوه به می باشد [۱۸-۱۳].

در سالیان اخیر گزارش ها و مقالات مروری بسیاری در زمینه استفاده از جاذب های در روش استخراج با فاز جامد ترکیبات آلی به ثبت رسیده اند. در هنگام آنالیز مقادیر بسیار کم در نمونه های بیولوژیکی و محیطی نیاز به جاذب ها در استخراج و پیش تغلیظ ترکیبات آلی پیش از مراحل دیگر وجود دارد. پتانسیل پلیمرهای هادی در این زمینه باعث شده تا پژوهشگران توجه ویژه ای به آنها داشته باشند. بیشتر گزارش ها حاکی از استفاده از این جاذب ها به عنوان فاز جامد در روش ریز استخراج SPME^۱ بوده است [۲۳-۱۹].

از آنجا که کاهش چربی احتمال خطر ابتلا به بیماریهای قلبی را کاهش می دهد، در این تحقیق به بررسی تاثیر این موسیلاژ بر خواص فیزیکی شیمیایی، حسی، پروفیل ترکیبات فرار و میزان پایداری نمونه های ماست به عنوان جایگزین چربی پرداخته شده است.

۲- مواد و روش ها

۲-۱- مواد و دستگاهها

پیرول استفاده شده قبل از مصرف تحت خلا تقطیر شد و باکلرید آهن ۳ مورد استفاده قرار گرفت. مونومر پیرول از شرکت مرک و سایر ترکیبات آلی مورد استفاده از شرکت آلد ریچ تهیه شدند. در تمام آزمایشات و برای تهیه ی محلول از آب مقطر دوبار تقطیر استفاده شد. تصاویر SEM با استفاده از میکروسکوپ الکترون روبشی (S4160C Hitachi) ساخت

2. Flame Ionization Detector (FID)
3. Split/Splitless injection system

1. Solid Phase Microextraction

۲ میلی لیتر ماست تهیه شده در داخل شیشه‌های ۱۲ میلی لیتری حاوی مگنت با درب سیلیکونی و پارافیلیم و در پوش آلومینیومی پرسی قرار داده شد. سرنگ طراحی شده حاوی فیبر پلی پیرویل در فضای فوقانی شیشه قرار گرفت به طوری که فیبر در تماس با بخارات نمونه قرار گیرد. شیشه بر روی یک هیتر همزن قرار گرفت. مواد فرار ماست در تماس با فیبر تهیه شده جذب فیبر می شوند. بعد از جذب مواد فرار، فیبر توسط سرنگ طراحی شده از شیشه خارج شده و بلافاصله به محل تزریق دستگاه کروماتوگرافی گازی انتقال داده می شود. در شکل ۱ کروماتوگرام مواد فرار ماست استخراج شده بوسیله فیبر پلی پیرویل نمایش داده شده است.

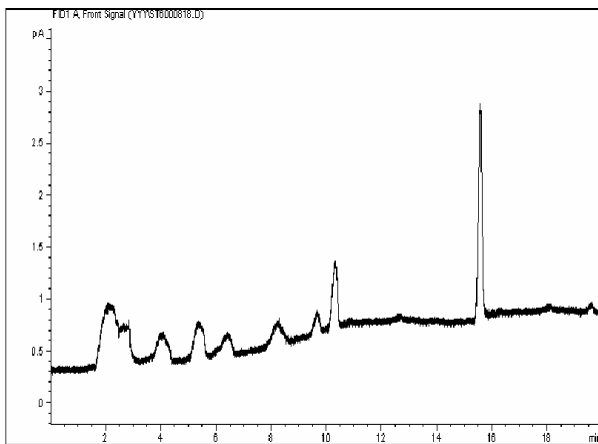


Fig 1 GC-FID chromatogram of volatile compounds of yogurt

۲-۶- طرح آماری

ارزیابی دو فاکتور کمی پیوسته غلظت موسیلاژ و زمان نگهداری طرح فاکتوریل افزایش یافته با نقاط مورد مطالعه قرار گرفت. غلظت موسیلاژ در محدوده ۰ تا ۰/۰۳ درصد و نیز زمان بین ۱ تا ۲۱ روز مورد بررسی قرار گرفت. هدف از طراحی این آزمایش بررسی اثر غلظت موسیلاژ و زمان نگهداری نمونه های ماست بر روی خواص فیزیکی شیمیایی، حسی و پروفیل کروماتوگرافی گازی ترکیبات فرار، بررسی برهمکنش بین غلظت موسیلاژ و زمان نگهداری و بدست آوردن شرایط بهینه و نیز بررسی ارتباط بین خواص حسی نمونه های ماست و پروفیل ترکیبات فرار می باشد. دو متغیر مستقل شامل غلظت موسیلاژ (X_1) و زمان نگهداری (X_2) در سه سطح مورد بررسی قرار گرفت. بر اساس

۲-۳- روش تهیه ماست

تهیه ماست به ترتیب زیر صورت گرفت:

- ۱- تهیه شیر
- ۲- تنظیم ماده خشک
- ۳- تنظیم چربی شیر (۱/۵٪)
- ۴- افزودن موسیلاژ به دانه طبق طرح آماری (جدول ۲) و حل کردن آن در شیر با استفاده از مخلوط کن
- ۵- پاستوریزاسیون شیر در دمای ۸۵ درجه سانتی گراد به مدت ۱۵ دقیقه
- ۶- سرد کردن شیر تا دمای ۴۳ درجه سانتی گراد و افزودن استارتر
- ۷- انکوباسیون تا رسیدن pH به ۴/۶
- ۸- سرد کردن تا دمای ۴ درجه سانتی گراد

۲-۴- تهیه فیبر پلی پیرویل

برای پوشش دهی فیبر پلی استری با ذرات پلی پیرویل از روش سنتز شیمیایی در حضور مونومر پیرویل و اکسیدان کلرید آهن ۳ به روش زیر استفاده شد:

در یک بشر حاوی ۵۰ میلی لیتر آب مقطر مقدار مورد نیاز پیرویل تقطیر شده اضافه شده و بشر با همزدن داخل حمام آب و یخ قرار گرفت سپس ۵۰ سانتی متر فیبر پلی استری بداخل بشر اضافه شد و پس از ۵ دقیقه مقدار مورد نیاز کلرید آهن ۳ به عنوان اکسیدان و آغاز کننده ی پلی مریزاسیون که در ۱۰ میلی لیتر آب مقطر حل شده است در مدت ۳۰ دقیقه قطره قطره به داخل بشر اضافه شد. سپس واکنش به مدت ۲ ساعت ادامه یافت. در طول آزمایش محلول داخل بشر توسط همزن مغناطیسی همزده می شد. پس از انجام عمل پوشش دهی، فیبر پلی استری پوشش داده شده از محلول خارج شدند و ابتدا با آب مقطر شسته شدند و سپس در محلول آب و شوینده شسته شد تا مواد اضافی موجود در الیاف خارج شود. در انتها فیبر در آون با دمای ۵۰ درجه ی سانتی گراد به مدت ۱ ساعت خشک گردید. فیبر پلی پیرویل تهیه شده در تیوب نگهدارنده فیبر در سرنگ مخصوص SPME طراحی شده در گروه تحقیقاتی دکتر پیرسا و دکتر علیزاده قرار داده شد [۲۴].

۲-۵- عملیات استخراج مواد فرار ماست با

روش SPME

سطح بالا (با کد +۱) و یک سطح پائین (با کد -۱) در نظر گرفته شد. اطلاعات مربوط به سطح هر یک از متغیرها در جدول ۱ نشان داده شده است.

طراحی صورت گرفته ۲۴ آزمایش به صورت تصادفی انجام گرفت. سطح هر یک از فاکتورهای مستقل بر اساس آزمایش های اولیه مشخص شد. برای هر یک از دو متغیر مورد مطالعه یک

Table 1 The Variables and Values Used for Increased Factorial Design

Variable	Coded factor levels		
	Low (-1)	0	High (+1)
F1: Mucilage (%)	0	0.015	0.03
F2: Storage time (day)	1	11	21

۲-۷- آنالیز حسی

بررسی ویژگی های حسی نمونه های ماست شامل عطر و طعم، رنگ، بافت و پذیرش کلی بوسیله روش های استاندارد (ISO 13299, ISO 6658, 22935-1, ISO 8586-1) (ISO 6564) صورت گرفت. این روش ها جزء روش های معمول در آنالیز حسی مواد غذایی می باشد که در تحقیقات مختلفی استفاده شده است. در این استاندارد برای تمامی ویژگی های حسی نمره ای بین ۱ تا ۵ در نظر گرفته می شود که کمترین نمره مربوط به عدد ۱ و بالاترین نمره به عدد ۵ اطلاق می شود و تعداد ۱۵ نفر مورد آزمون قرار میگیرند.

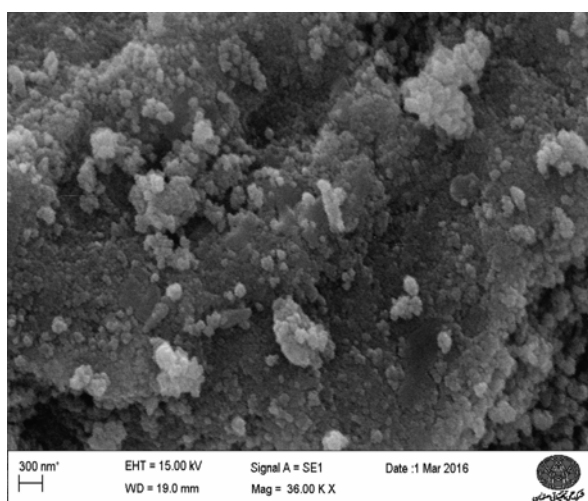


Fig 2 SEM image of polyester fibers coated by PPy

طرح فاکتوریل به صورت مقادیر واقعی در جدول ۲ و ۳ ارائه شده است. این مقادیر با استفاده از نرم افزار SAS v9.1 بدست آمده اند. در این جدول طرح آماری ارائه شده با دو فاکتور متغیر (غلظت موسیلاژ و زمان نگهداری) در سه سطح و پاسخ های بدست آمده گزارش شده است. جدول ۲ پاسخ های بدست آمده شامل ۱- pH، ۲- اسیدیته، ۳- سینرسیس و ۴- ماده خشک و نیز جدول ۳ پاسخ های بدست آمده بر اساس ۱- خواص حسی (عطر و طعم، بافت، رنگ و پذیرش کلی) و ۲- پروفیل ترکیبات فرار (مجموع سطح زیر پیک ها و مجموع ارتفاع پیک ها) را نشان می دهد.

۳- نتایج و بحث

۳-۱- مطالعه مورفولوژی پلیمرهای سنتز شده

مورفولوژی و اندازه ذرات پلی پیرویل پوشیده شده بر روی فیبر پلی استر بوسیله تکنیک میکروسکوپ الکترون روبشی بررسی شد. نتایج بدست آمده نشان می دهند که ذرات پلیمری در ابعاد نانو متری و به شکل دانه ای بر روی بستر تشکیل شده اند (شکل ۲).

۳-۲- طراحی آزمایش

بر اساس مدل آماری ارائه شده در این تحقیق فهرست آزمایش های انجام شده بر اساس طرح فاکتوریل افزایش یافته با نقاط مرکزی و استار پوینت ها مورد مطالعه قرار گرفت.

Table 2 List of Experiments in the Increased Factorial Design (Coded Values) and the physicochemical properties

Run	F1	F2	Response			
	A: mucilage (%)	B: Storage time (day)	pH	Acidity (%)	Syneresis (%)	Dry matter (%)
1	0	0	4.54	0.82	31.79	11.85
2	-1	0	4.53	0.78	37.74	11.53
3	0	0	4.50	0.76	31.52	10.86
4	-1	0	4.60	0.71	34.37	10.24
5	0	0	4.48	0.71	31.59	10.67
6	0	0	4.47	0.81	32.52	11.52
7	0	1	4.46	0.81	30.54	10.52
8	-1	1	4.60	0.80	36.52	10.36
9	1	1	4.47	0.88	35.62	11.21
10	0	-1	4.60	0.63	33.80	9.84
11	-1	-1	4.90	0.61	31.58	9.62
12	1	-1	4.50	0.63	33.64	9.66
13	1	1	4.50	0.89	34.21	11.01
14	-1	1	4.63	0.79	35.26	10.45
15	0	1	4.47	0.80	46.25	10.25
16	0	0	4.41	0.81	30.62	11.52
17	1	0	4.38	0.82	36.40	11.91
18	0	0	4.43	0.78	31.94	11.53
19	1	-1	4.50	0.63	35.28	10.15
20	-1	-1	4.88	0.62	36.72	9.55
21	0	-1	4.61	0.60	34.38	10.50
22	1	0	4.36	0.86	35.96	11.64
23	0	0	4.47	0.77	32.60	10.03
24	-1	0	4.56	0.71	36.65	10.27

Table 3 List of Experiments in the Increased Factorial Design (Coded Values) and the chromatographic and sensory properties

Run	F1	F2	Response					
	A: mucilage (%)	B: Storage time (day)	Sensory properties			GC character		
			Color	Texture	Odor and taste	General acceptance	Total peak area	Total peak height
1	0	0	5	4.8	4.4	4.9	123.6	3.8
2	-1	0	5	4.2	4.9	4.5	279.5	12
3	0	0	5	5.0	4.5	4.8	166.4	4.5
4	-1	0	5	4.3	4.7	4.3	214.9	6.58
5	0	0	5	4.8	4.0	4.7	23.1	0.9
6	0	0	5	4.6	4.2	4.9	81.3	3.7
7	0	1	5	4.7	4.6	4.5	189.2	5.4
8	-1	1	5	4	5.0	4.6	296.8	14.1
9	1	1	5	4.1	4.4	4.0	131.9	3.2
10	0	-1	5	5	4.3	4.9	95.9	2.6
11	-1	-1	5	3.9	4.5	4.6	155.2	4.1
12	1	-1	5	4.2	4.0	3.9	25.8	1.01
13	1	1	5	4.0	4.1	4.1	62.8	2.6
14	-1	1	5	4.3	4.7	4.5	215.3	6.3
15	0	1	5	4.9	4.4	4.7	137.5	3.4
16	0	0	5	4.7	4.0	4.8	53	1.6
17	1	0	5	4.1	4.1	4.0	60.6	2.4
18	0	0	5	4.5	4.3	4.5	197.2	2.9
19	1	-1	5	4.0	4.7	3.8	212	6.2
20	-1	-1	5	4.3	4.8	4.4	237.4	8.1
21	0	-1	5	4.8	4.0	4.6	24.6	0.9
22	1	0	5	4.1	4.8	4.1	226.9	8.7
23	0	0	5	4.7	4.2	4.5	79.8	3.5
24	-1	0	5	3.9	4.8	4.4	223.3	9.3

مستقل و $\beta_0, \beta_1, \beta_2$ ضرایب رگرسیون بدست آمده از روش حداقل مربعات می باشند. نتایج نشان داد که یک مدل چند جمله ای مرتبه دوم برای بیان ارتباط واقعی بین پاسخ ها و متغیرهای مستقل کافی می باشد. در نهایت برای رسیدن به یک مدل ساده و واقع گرایانه عبارت هایی را که اهمیت کمتری دارند ($P > 0.05$) بر اساس فرایند حذف برگشتی از مدل ارائه شده حذف شدند البته این حذف تا زمانی تداوم یافت که ضریب تبیین اصلاح شده (R^2_{adj}) افزایش می یافت. مدل های بدست آمده برای پاسخ های مختلف همراه با ضرایب تبیین در جدول ۴ گزارش شده است.

پاسخ های بدست آمده در مدل های چند جمله ای درجه ۲ برازش گردیدند (معادله ۱) که این مدل ها پاسخ های بدست آمده را به عنوان تابعی از دو فاکتور غلظت موسیلاژ و زمان نگهداری گزارش می کنند.

$$Y = \beta_0 + \sum_{i=1}^2 \beta_i x_i + \sum_{i=1}^2 \sum_{j=i+1}^2 \beta_{ij} x_i x_j + \sum_{i=1}^2 \beta_{ii} x_i^2 \quad (1)$$

این مدل پاسخ ها (خواص فیزیکی شیمیایی، حسی و کروماتوگرافی گازی ترکیبات فرار) بر اساس دو فاکتور غلظت موسیلاژ و زمان نگهداری را ارتباط می دهد. در این معادله \mathbf{x}_i و \mathbf{x}_j فاکتورهای

Table 4 Some Characteristics of the Constructed Models for Responses

Response (Y)	Linear regression	R ²	R ² _{adjusted}
	$Y = \beta_0 + \beta_1 * C(\%) + \beta_2 * time(day) + \beta_3 * C(\%) * time(day)$		
Acidity		89.3	87.1
Dry matter syneresis		75.1	71.3
General acceptance		-	-
Total peak area		80.6	78.3
Total peak height		57	48.1
		78.1	73.5

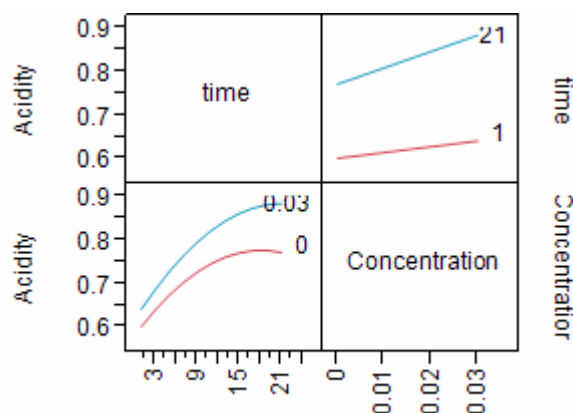


Fig 3 Regression curve of acidity versus storage time and mucilage concentration

همانطور که شکل ۳ نشان می دهد با افزایش زمان نگهداری، اسیدیته ماست ها افزایش می یابد البته در انتهای دوره نگهداری سرعت افزایش اسیدیته کاهش می یابد و همچنین نتایج بدست آمده نشان داد که نمونه ماست حاوی موسیلاژ اسیدیته بالاتری نسبت به نمونه ماست شاهد، از خود نشان داد که احتمالاً به

۳-۳- بررسی برهمکنش پارامترها

از منحنی های پاسخ برای ارائه مدل برای بیان ارتباط بین فاکتورها (متغیرها) و پاسخ های اندازه گیری شده استفاده می شود. با استفاده از منحنی های پاسخ می توان شرایط بهینه آزمایش را به دست آورد. منحنی های پاسخ در شکل های ۳ تا ۷ نمایش داده شده است. شکل ۳ منحنی پاسخ اسیدیته بر اساس پارامترهای غلظت موسیلاژ و زمان نگهداری، شکل ۴ منحنی پاسخ ماده خشک نمونه های ماست بر اساس پارامترهای غلظت موسیلاژ و زمان نگهداری، شکل ۵ منحنی پاسخ پذیرش کلی بر اساس زمان نگهداری، شکل ۶ منحنی پاسخ مجموع سطح زیر پیک ها بر اساس پارامترهای غلظت موسیلاژ و زمان نگهداری و نهایتاً شکل ۷ منحنی پاسخ مجموع ارتفاع پیک ها بر اساس پارامترهای غلظت موسیلاژ و زمان نگهداری را نشان می دهند.

پذیرش کلی نمونه های ماست تحت تاثیر غلظت موسیلاژ به دانه قرار نگرفت ($p > 0.05$) و تنها زمان نگهداری اثر معنی داری بر آن داشت. همانطور که شکل ۵ نشان می دهد بیشترین پذیرش حسی در غلظت های موسیلاژ حدود ۰/۰۱ درصد حاصل می شود و با افزایش بیشتر موسیلاژ پذیرش کلی رو به کاهش می گذارد. نتیجه بدست آمده با نتایج تحقیقات سومیا و همکاران (۲۰۰۹) مطابقت دارد [۲۷].

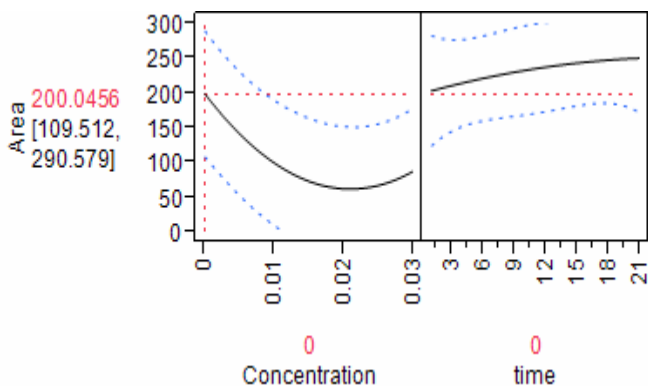


Fig 6 Regression curve of total peak area versus storage time and mucilage concentration

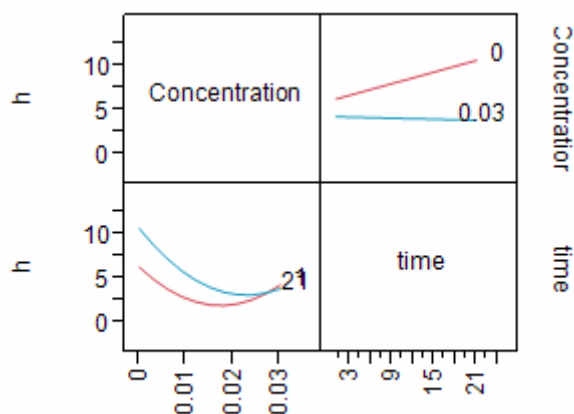


Fig 7 Regression curve of total peak height versus storage time and mucilage concentration

مجموع مساحت زیر پیکهای کروماتوگرام و مجموع ارتفاع پیک ها تحت تاثیر اثر خطی و کوادراتیک غلظت قرار گرفت و زمان نگهداری همانطور که در شکل ۶ و ۷ نشان داده شده است تاثیر چشمگیری بر مساحت زیر پیک ها و ارتفاع پیک ها نداشته است. کاهش مساحت زیر پیکها و کاهش ارتفاع پیک ها با افزایش غلظت موسیلاژ نشان دهنده جذب مواد فرار و معطر

دلیل فعالیت بیشتر باکتری های ماست با حضور افزودنی ها می باشد. حسن و همکاران (۲۰۱۵) گزارش کرده اند که با افزایش درصد موسیلاژ دانه به، بر مقدار اسیدیته افزوده می شود [۲۵].

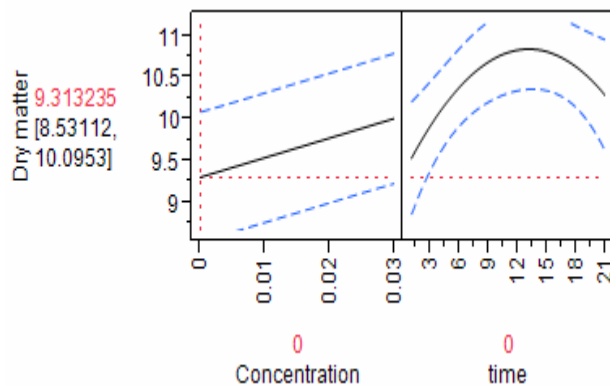


Fig 4 Regression curve of dry matter versus storage time and mucilage concentration

شکل ۴ نشان می دهد که با افزایش غلظت موسیلاژ به دانه ماده خشک ماست افزایش می یابد اگرچه این افزایش چندان قابل توجه نیست. وابستگی ماده خشک به زمان حالت کوادراتیک دارد یعنی در آغاز، ماده خشک افزایش می یابد و پس از رسیدن به ماکزیمم دوباره رو به کاهش می گذارد. این رفتار را می توان به هیدراته شدن موسیلاژ با گذشت زمان و جذب آب نسبت داد. سهن و همکاران (۲۰۰۸) نشان دادند که افزایش β -گلوکان، ماده خشک ماست را بطور قابل توجهی افزایش داد و نیز افزایش فیبر گندم موجب کاهش درصد رطوبت در ماست میوه ای گردید که با نتایج این طرح مطابقت دارد [۲۶].

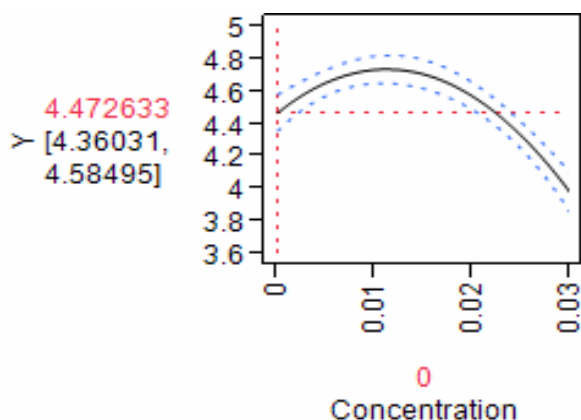


Fig 5 Regression curve of overall acceptability versus storage time

از طرح آماری فاکتوریل افزایش یافته با نقاط مرکزی مورد مطالعه قرار گرفت. اثر موسیلاژ به دانه و زمان نگهداری بر روی ویژگی های حسی، فیزیکی شیمیایی و پروفیل کروماتوگرافی نمونه های ماست کم چرب در مدت زمان های ننگه داری مختلف بررسی شد. اسیدیته و ماده خشک ماست با افزایش غلظت موسیلاژ افزایش یافت ولی پذیرش کلی ماست با افزایش غلظت موسیلاژ تا ۰/۱۵٪ افزایش یافته و از آن به بعد کاهش می یابد. همچنین نتایج بدست آمده نشان دادند که ارتباط معنی دار و خطی بین سطح زیر پیک ها و پذیرش کلی و عطر و طعم ماست وجود دارد که بیانگر این مطلب می باشد که می توان از آنالیز های کروماتوگرافی گازی برای بررسی کیفیت و زمان ماندگاری ماست استفاده کرد.

۵- منابع

- [1] Jonas, F, Heywang, G, 1994, Technical applications for conductive polymers, *Electrochimica Acta*, 39, 1345–1347.
- [2] Smitha, B, Sridhar, S, Khan, A.A, 2003, Synthesis and characterization of protonconducting polymer membranes for fuel cells, *Journal of Membrane Science*, 225, 63–76.
- [3] Thiemann, C, Brett, C.M.A, 2001, Electrosynthesis and properties of conducting polymers derived from aminobenzoic acids and from aminobenzoin acids and aniline, *Synthetic metals*, 123, 1–9.
- [4] Iroh J.O, Rajagopalan R, 2000, Electrochemical synthesis of polyaniline-polypyrrole composite coatings on carbon fibres in aqueous toluene sulphonate solution, *Surface Engineering*, 16, 481–486.
- [5] Hussein, M.M, Fatma A.M, Hassan, H.H, Abdel Daym, A, Salama, A.K, Abd El-Galil, A.A, 2011, Utilization of some plant polysaccharides for improving yoghurt consistency, *Journal of Annals of Agricultural Science*, 56, 97–103.
- [6] Roland, A, Phillips, L, Boor, K. J, 1999, Effects of Fat Replacers on the Sensory Properties, Color, Melting, and Hardness of Ice Cream. *Journal of Dairy Science*, 82, 2094–2100.

توسط این افزودنی دارد که از خروج مواد از ماتریس ماست به فضای فوقانی جلوگیری می کند.

۳-۴- بررسی ارتباط بین سطح زیر پیک ها و

عطر و طعم ماست

نتایج بدست آمده از پروفیل ترکیبات فرار نمونه های ماست و بررسی ویژگی های حسی ماست (عطر و طعم و پذیرش کلی) نشان داد که ارتباط معنی دار و خطی بین مجموع سطح زیر پیک های حاصل از مواد فرار ماست و عطر و طعم وجود دارد. شکل ۸ منحنی خطی بین عطر و طعم ماست و مجموع سطح زیر پیک های کروماتوگرافی گازی نمونه ها را نشان می دهد همانطور که مشخص است ارتباط خطی با ضریب رگرسیون ۰/۹۴۲ بین عطر و طعم و پیک های کروماتوگرافی وجود دارد که همین ویژگی با عت شود تا از آنالیز کروماتوگرافی گازی ماست برای بررسی کیفیت، زمان مدت زمان ماند و ویژگی های دقیق حسی ماست استفاده شود.

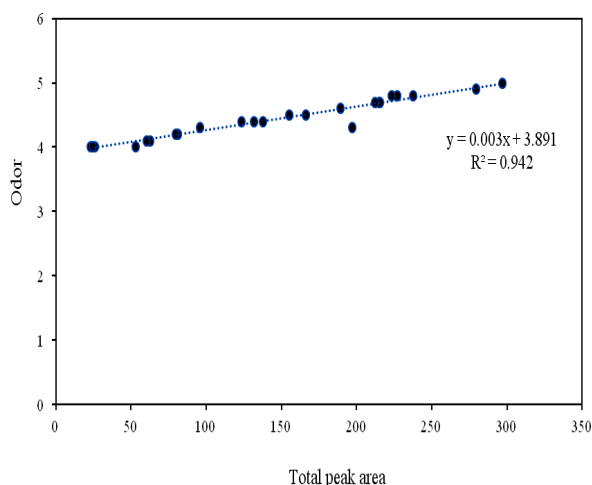


Fig 8 Linear regression of yogurt odor total peak area

۴- نتیجه گیری

فیبر پلی پیرویل نانو ساختار به روش شیمیایی سنتز گردید. از فیبر پلی پیرولی برای استخراج مواد فرار ماست به روش SPME استفاده شد. اثر موسیلاژ به دانه به عنوان جایگزین چربی در ماست و زمان نگهداری ماست به عنوان دو فاکتور مهم با استفاده

- heterophyllus as a tablet binder, *Journal of Chemical Pharmaceutic Research*, 2, 161-166.
- [16] Silva, B. M, Andrade, P.B, Martins, RC, Valentao, P, Ferreres, F, Seabra, R.M, 2005, Quince (*Cydonia oblonga* Miller) fruit characterization using principal component analysis, *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 53, 111-122.
- [18] Shinomiya, F, Hamauzu, Y, Kawahara, T, 2009, Anti-allergic effect of a hot-water extract of quince (*Cydonia oblonga*), *Bioscience, Biotechnology and Biochemistry*, 78, 1773-1778.
- [19] Minjia, H, Chao, T, Qunfang, Z, Guibin, J, 2004, Preparation of polyaniline coating on a stainless-steel wire using electroplating and its application to the determination of six aromatic amines using headspace solid-phase microextraction, *Journal of Chromatography A*, 1048, 257-262.
- [20] Bagheri, H, Mir, A, Babanezhad, E, 2005, An electropolymerized aniline-based fiber coating for solid phase microextraction of phenols from water, *Analytica Chimica Acta*, 532, 89-95.
- [21] jozan, D, Pournaghi-Azar, M.H, Bahar, S, 2004, Modified polypyrrole with tetrasul fonated nickel phthalocyanine as a fiber for solid-phase microextraction. Application to the extraction of BTEX compounds from water samples, *Chromatographia*, 59, 595-599.
- [22] Mohammadi, A, Yamini, Y, Alizadeh, N, 2005, Dodecylsulfate-doped polypyrrole film prepared by electrochemical fiber coating technique for headspace solid-phase microextraction of polycyclic aromatic hydrocarbons, *Journal of Chromatography A*, 1063, 1-8.
- [23] Liu, Y, Lee, L, 1997, Solid-phase microextraction of PAHs from aqueous samples using fibers coated with HPLC chemically bounded silica stationary phases, *Analytical Chemistry*, 69, 5001-5005.
- [24] Pirsas, S, Alizadeh, M, ghahremannejad, N, 2016, Application of Nano-sized Poly N-phenyl Pyrrole Coated Polyester Fiber to Headspace Microextraction of Some Volatile Organic Compounds and Analysis by Gas
- [7] Illupapalayam, V.V, Smith, S.C, Gamlath, Sh, 2012, Consumer acceptability and antioxidant potential of probiotic-yogurt with spices, *Journal of LWT - Food Science and Technology*, 55, 255-262.
- [8] Romanchik-Cerpovicz, J, Costantino, A, Gunn, L, 2006, Sensory Evaluation Ratings and Melting Characteristics Show that Okra Gum Is an Acceptable Milk-Fat Ingredient Substitute in Chocolate Frozen Dairy Dessert, *Journal of Diet Assoc*, 106, 594-597.
- [9] Nabavi, S, Rafraf, M, Somi, M.H, Homayouni-Rad, A, Asghari-Jafarabadi, M, 2014, Effects of probiotic yogurt consumption on metabolic factors in individuals with nonalcoholic fatty liver disease, *Journal of American Dairy Science Association*, 97, 7386-7393.
- [10] Barat, J. M, Fito, P, 2001, Modelling of simultaneous mass transfer and structural changes in fruit tissues, *Journal of Food Engineering*, 49, 77-85.
- [11] Fattouch, S, Caboni, P, Coroneo, V, Tuberoso, C, Angioni, A, Dessi, S, 2008, Comparative analysis polyphenols profiles and antioxidant and antimicrobial activities of Tunisian pome fruit pulp and peel aqueous acetone extracts, *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 56, 1084-1090.
- [12] Renfrew, A. G, Cretcher, L. H, 1932, Quince seed mucilage, *The Journal of Biological Chemistry*, 97, 503.
- [13] Tamri, P, Hemmati, A, Ghafourian Boroujerdnia, M, 2014, Wound healing properties of quince seed mucilage: In vivo evaluation in rabbit full-thickness wound model, *International Journal of Surgery*, 12, 843-847.
- [14] Jouki, m, Mortazavi, S.A, Tabatabaei Yazdi, F, Koocheki, A, Khazaei, N, 2014, Use of quince seed mucilage edible films containing natural preservatives to enhance physico-chemical quality of rainbow trout fillets during cold storage, *Food Science and Human Wellness*, 3, 65-72.
- [15] Narkhede, S.B, Vidysagar, G, Jadhav, A.G, Bendale, A.R, Patel, K.N, 2010, Isolation and evaluation of mucilage of artocarpus

yogurt as affected by a β -glucan hydrocolloidal composite during storage, *Food Hydrocolloids*, 22(7): 1291-1297.

[27] Sowmya, M, Jeyarani, T, Jyotsna, R, Indrani, D, 2009, Effect of replacement of fat with sesame oil and additives on rheological, microstructural, quality characteristics and fatty acid profile of cakes, *Food Hydrocolloids*, 23, 1827-1836.

chromatography, *Current Analytical Chemistry*, 12, 1-8.

[25] Hassan, K, Haggag, F, ElKalyoubi, H, EL-Aziz, A, El-Sayed, M, Sayed, F, 2015, Physico-chemical properties of yoghurt containing cress seed mucilage or guar gum, *Annals of Agricultural Sciences*, 60(1), 21-28.

[26] Sahan, N, Yasar, K, Hayaloglu, A, 2008, Physical, chemical and flavour quality of non-fat

Application of nano-sized polypyrrole fiber to Study Quince seed mucilage Effect on the volatile compounds gas chromatographic profile, sensory and physicochemical properties of yogurt

Pirsa, S. ^{1*}, Yazdani, I. ¹, Almasi, H. ¹, Alizadeh, M. ¹

1. Department of Food Science and Technology, Faculty of Agriculture, UrmiaUniversity

(Received: 2016/04/11 Accepted: 2017/04/03)

Polypyrrole is one of the conducting polymers that easily synthesized on the different substrates at low temperature. In this work a nanosized polypyrrole (PPy) coated polyester fiber was provided by chemically-deposition of PPy on the surface of polyester. The PPy fiber was employed to the extraction of volatile organic compounds (VOCs) in yogurt samples as an extraction agent. The effects of Quince seed mucilage (Qm) and storage time on the sensory, physicochemical properties, total peak area and the total peak height of volatile compounds of yogurt in gas chromatography (GC) were studied. A factorial design with central points and star points was applied to design the experiments and find out the interaction between different factors and relation between sensory and physicochemical properties and GC parameters (total peak area and total peak height) of yogurt. The results showed that the yogurt sample acidity is increased by increasing of storage time and yogurt sample modified by mucilage has more acidity than blank yogurt, quince seed mucilage and storage time affect sensory and physicochemical properties of yogurt. There is good relation between sensory properties and GC parameters of yogurt, so it is possible to determine quality, odor, storage time and other properties of yogurt samples by gas chromatographic analysis of yogurt.

Keywords: Yogurt, Quince seed mucilage, physicochemical, Polypyrrole, nanostructure, chromatography.

* Corresponding Author E-Mail Address: pirsa7@gmail.com