

# مجلة جامعة البعث

سلسلة العلوم الهندسية البترولية والكيميائية



مجلة علمية محكمة دورية

المجلد 44 . العدد 8

1443 هـ - 2022 م

الأستاذ الدكتور عبد الباسط الخطيب

رئيس جامعة البعث

المدير المسؤول عن المجلة

رئيس هيئة التحرير	أ. د. ناصر سعد الدين
رئيس التحرير	أ. د. درغام سلوم

مديرة مكتب مجلة جامعة البعث

بشرى مصطفى

عضو هيئة التحرير	د. محمد هلال
عضو هيئة التحرير	د. فهد شريباتي
عضو هيئة التحرير	د. معن سلامة
عضو هيئة التحرير	د. جمال العلي
عضو هيئة التحرير	د. عباد كاسوحة
عضو هيئة التحرير	د. محمود عامر
عضو هيئة التحرير	د. أحمد الحسن
عضو هيئة التحرير	د. سونيا عطية
عضو هيئة التحرير	د. ريم ديب
عضو هيئة التحرير	د. حسن مشرقي
عضو هيئة التحرير	د. هيثم حسن
عضو هيئة التحرير	د. نزار عبشي

تهدف المجلة إلى نشر البحوث العلمية الأصيلة، ويمكن للراغبين في طلبها

الاتصال بالعنوان التالي:

رئيس تحرير مجلة جامعة البعث

سورية . حمص . جامعة البعث . الإدارة المركزية . ص . ب (77)

. هاتف / فاكس : ++ 963 31 2138071

. موقع الإنترنت : [www.albaath-univ.edu.sy](http://www.albaath-univ.edu.sy)

. البريد الإلكتروني : [magazine@ albaath-univ.edu.sy](mailto:magazine@albaath-univ.edu.sy)

**ISSN: 1022-467X**

## شروط النشر في مجلة جامعة البعث

الأوراق المطلوبة:

- 2 نسخة ورقية من البحث بدون اسم الباحث / الكلية / الجامعة) + CD / word من البحث منسق حسب شروط المجلة.
  - طابع بحث علمي + طابع نقابة معلمين.
  - إذا كان الباحث طالب دراسات عليا:  
يجب إرفاق قرار تسجيل الدكتوراه / ماجستير + كتاب من الدكتور المشرف بموافقة على النشر في المجلة.
  - إذا كان الباحث عضو هيئة تدريسية:  
يجب إرفاق قرار المجلس المختص بإنجاز البحث أو قرار قسم بالموافقة على اعتماده حسب الحال.
  - إذا كان الباحث عضو هيئة تدريسية من خارج جامعة البعث :  
يجب إحضار كتاب من عمادة كليته تثبت أنه عضو بالهيئة التدريسية و على رأس عمله حتى تاريخه.
  - إذا كان الباحث عضواً في الهيئة الفنية :  
يجب إرفاق كتاب يحدد فيه مكان و زمان إجراء البحث ، وما يثبت صفته وأنه على رأس عمله.
  - يتم ترتيب البحث على النحو الآتي بالنسبة لكليات (العلوم الطبية والهندسية والأساسية والتطبيقية):  
عنوان البحث .. ملخص عربي و إنكليزي ( كلمات مفتاحية في نهاية الملخصين).
- 1- مقدمة
  - 2- هدف البحث
  - 3- مواد وطرق البحث
  - 4- النتائج ومناقشتها .
  - 5- الاستنتاجات والتوصيات .
  - 6- المراجع.

- يتم ترتيب البحث على النحو الآتي بالنسبة لكليات ( الآداب - الاقتصاد - التربية - الحقوق - السياحة - التربية الموسيقية وجميع العلوم الإنسانية):
- عنوان البحث .. ملخص عربي و إنكليزي ( كلمات مفتاحية في نهاية الملخصين).
- 1. مقدمة.
- 2. مشكلة البحث وأهميته والجديد فيه.
- 3. أهداف البحث و أسئلته.
- 4. فرضيات البحث و حدوده.
- 5. مصطلحات البحث و تعريفاته الإجرائية.
- 6. الإطار النظري و الدراسات السابقة.
- 7. منهج البحث و إجراءاته.
- 8. عرض البحث و المناقشة والتحليل
- 9. نتائج البحث.
- 10. مقترحات البحث إن وجدت.
- 11. قائمة المصادر والمراجع.
- 7- يجب اعتماد الإعدادات الآتية أثناء طباعة البحث على الكمبيوتر:
  - أ- قياس الورق 25×17.5 B5.
  - ب- هوامش الصفحة: أعلى 2.54- أسفل 2.54 - يمين 2.5- يسار 2.5 سم
  - ت- رأس الصفحة 1.6 / تذييل الصفحة 1.8
  - ث- نوع الخط وقياسه: العنوان . Monotype Koufi قياس 20
- . كتابة النص Simplified Arabic قياس 13 عادي . العناوين الفرعية Simplified Arabic قياس 13 عريض.
- ج . يجب مراعاة أن يكون قياس الصور والجداول المدرجة في البحث لا يتعدى 12سم.
- 8- في حال عدم إجراء البحث وفقاً لما ورد أعلاه من إشارات فإن البحث سيهمل ولا يرد البحث إلى صاحبه.
- 9- تقديم أي بحث للنشر في المجلة يدل ضمناً على عدم نشره في أي مكان آخر، وفي حال قبول البحث للنشر في مجلة جامعة البعث يجب عدم نشره في أي مجلة أخرى.
- 10- الناشر غير مسؤول عن محتوى ما ينشر من مادة الموضوعات التي تنشر في المجلة

11- تكتب المراجع ضمن النص على الشكل التالي: [1] ثم رقم الصفحة ويفضل استخدام التهميش الإلكتروني المعمول به في نظام وورد WORD حيث يشير الرقم إلى رقم المرجع الوارد في قائمة المراجع.

تكتب جميع المراجع باللغة الانكليزية (الأحرف الرومانية) وفق التالي:

آ . إذا كان المرجع أجنبياً:

الكنية بالأحرف الكبيرة . الحرف الأول من الاسم تتبعه فاصلة . سنة النشر . وتتبعها معترضة ( - ) عنوان الكتاب ويوضع تحته خط وتتبعه نقطة . دار النشر وتتبعها فاصلة . الطبعة ( ثانية . ثالثة ) . بلد النشر وتتبعها فاصلة . عدد صفحات الكتاب وتتبعها نقطة . وفيما يلي مثال على ذلك:

-MAVRODEANUS, R1986- Flame Spectroscopy. Willy, New York, 373p.

ب . إذا كان المرجع بحثاً منشوراً في مجلة باللغة الأجنبية:

. بعد الكنية والاسم وسنة النشر يضاف عنوان البحث وتتبعه فاصلة، اسم المجلد ويوضع تحته خط وتتبعه فاصلة . المجلد والعدد ( كتابة مختزلة ) وبعدها فاصلة . أرقام الصفحات الخاصة بالبحث ضمن المجلة . مثال على ذلك:

BUSSE,E 1980 Organic Brain Diseases Clinical Psychiatry News , Vol. 4. 20 – 60

ج . إذا كان المرجع أو البحث منشوراً باللغة العربية فيجب تحويله إلى اللغة الإنكليزية و التقيد

بالبنود ( أ و ب ) ويكتب في نهاية المراجع العربية: ( المراجع In Arabic )

## رسوم النشر في مجلة جامعة البعث

1. دفع رسم نشر (20000) ل.س عشرون ألف ليرة سورية عن كل بحث لكل باحث يريد نشره في مجلة جامعة البعث.
2. دفع رسم نشر (50000) ل.س خمسون ألف ليرة سورية عن كل بحث للباحثين من الجامعة الخاصة والافتراضية .
3. دفع رسم نشر (200) مئتا دولار أمريكي فقط للباحثين من خارج القطر العربي السوري .
4. دفع مبلغ (3000) ل.س ثلاثة آلاف ليرة سورية رسم موافقة على النشر من كافة الباحثين.

## المحتوى

الصفحة	اسم الباحث	اسم البحث
34-11	م. إيمان منصور د. حسين الجوهري	الاستخلاص المحفز بأشعة الميكرويف للمركبات الفعالة من أوراق إكليل الجبل
52-35	د. راميه المحمد	وضع مخطط تحكيمي لإيجاد الحدفة الضائعة على نول النسيج باستخدام الحساسات
66-53	د. راميه المحمد	التحليل الوظيفي لآلة نسيج ثلاثي البعد معدلة باستخدام مخطط FAST
90-67	م. رواد زهرة د. نسرين بيطار د. شريف صادق	تحديد محتوى الأفلاتوكسينات في أصناف القمح السوري ومنتجاته موسم 2021 باستخدام HPLC
110-91	د. سوسن بوطه	تأثير إضافة جنين القمح في الخصائص الريولوجية لنوعين من دقيق القمح مختلفي الاستخراج



134-111	م. ليلى الميرداس م. ريم سلمون	صباغة الأقمشة القطنية بالشاي الأحمر ودراسة بعض خصائصها
152-135	م. مي ابراهيم د. زاد سفور	تصنيع قماش قطني فانق الكره للماء باستخدام أكسيد الزنك النانوي المحضر بتقنية السول-جل



## الاستخلاص المحفز بأشعة الميكرويف للمركبات

### الفعالة من اوراق إكليل الجبل

طالبة الدكتوراه: م. إيمان المنصور

كلية الهندسة الكيميائية والبترولية - جامعة البعث

إشراف: د.م. حسين الجوهري

#### الملخص:

الهدف من هذا البحث هو استخلاص المركبات الفعالة من أوراق إكليل الجبل باستخدام طريقة الاستخلاص المحفز بأشعة الميكرويف، ودراسة تأثير مجموعة من العوامل على كل من نسبة و كفاءة الاستخلاص ( محتوى المستخلص من البوليفينولات ) ، والكشف عن أهم المركبات الفعالة في المستخلصات، ومقارنة النتائج مع نسبة وكفاءة الاستخلاص بطريقة التعطين، حيث أثبتت النتائج أن الاستخلاص المحفز بأشعة الميكرويف كان الأفضل من حيث نسبة وكفاءة الاستخلاص وذلك عند زمن أقصر من زمن الاستخلاص بالتعطين، كما أثبتت النتائج احتواء المستخلصات على أهم المركبات الفعالة والتي تشمل: البوليفينولات، الفلافونيدات، التربينات، القلويدات، التانينات، والصابونينات. تمّ في نهاية البحث نمذجة العملية بهدف إيجاد علاقة رياضية تربط بين جميع المحنولات ومعرفة قيمة الخطأ النسبي في حال افتراض العلاقة الخطية، وفي حال افتراض الحالة الأمتلية.

كلمات مفتاحية: إكليل الجبل، الميكرويف، التعطين، استخلاص.

## Microwave- Stimulated extraction of active compounds from Rosemary leaves

### Abstract:

The aim of this research is to extract the bioactive compounds from Rosemary using the microwave, and studying the effect of some factors one each of yield and efficiency, Detect the most important effective compounds, and compare the results with the yield and efficiency of extraction by maceration method .

The results proved that microwave assisted extraction have higher values for both yield and efficiency in a shorter time than the extraction time of maceration. The results also proved that all extracts contain the most important active compounds, which include Polyphenols, Flavonoids, Tannins, and Saponins.

At the end of the research, the process was modeled in order to find a mathematical relationship between all the variables and determining the value of the relative error in the case of assumption of linear relationship and in the case of assuming optimization.

**Keywords:** Rosemary, Microwave, Maceration, Extraction

## المقدمة: Introduction

تعتبر عملية الاستخلاص واحدة من أهم العمليات المستخدمة في الصناعات الكيميائية والغذائية والطبية، وقد ازداد الاهتمام بدراسة عمليات الاستخلاص بشكل كبير في الآونة الأخيرة من أجل استخلاص المركبات الفعالة من النباتات الطبية، فقد تم ابتكار العديد من طرق الاستخلاص الحديثة التي تتميز بالكفاءة العالية، والوفر الاقتصادي. ومن أهم طرق الاستخلاص الحديثة، الاستخلاص المدعم بأشعة الميكرويف.

## الميكرويف: Microwave

تم اكتشاف الميكرويف كطريقة للتسخين في عام 1946م، وتم استخدام أول أفران الميكرويف المنزلية التجارية عام 1950 وكان الاعتراف بأول ميكرويف تجاري للاستخدام المخبري عام 1978م، على مدى العقد الماضي تطور استخدام الميكرويف من جهاز يضر بالبيئة إلى تقنية ذات قيمة عالية تقدم مصدراً هاماً للطاقة البديلة والفعالة للعديد من العمليات الكيميائية. [1]

إن استخدام طاقة الميكرويف في معالجة المواد له مزايا من حيث توفير الطاقة والوقت مقارنةً مع المعالجة الحرارية التقليدية، حيث يتم نقل الحرارة بالطريقة التقليدية من خلال التوصيل Conduction، والحمل الحراري Convection، والإشعاع الحراري Radation، وتنتقل الحرارة بشكل تدريجي من خارج الجسم إلى داخله نتيجة الفرق في درجات الحرارة، أما بالنسبة للتسخين بالميكرويف فإن التسخين يعتمد على مبدأ تحويل الطاقة الكهرومغناطيسية إلى طاقة حرارية بدلاً من نقل الطاقة، ونظراً لأن طاقة الميكرويف يمكنها اختراق المواد فإن توليد الحرارة يكون في جميع أنحاء العينة بنفس الوقت وبالتالي فإن نقل الطاقة لا يعتمد على انتشارها من الأسطح إلى الداخل، ومن الممكن تحقيق تسخين سريع ومتجانس للمواد السميكة. [2]

يعتمد التسخين بالميكرويف على مبدأ قدرة بعض السوائل القطبية وبعض المواد الصلبة على امتصاص طاقة الميكرويف وتحويلها إلى حرارة، في هذا السياق، فإن الخاصية الأساسية التي يعتمد عليها التسخين بالميكرويف هي قدرة الجزيئات القطبية على توجيه نفسها باتجاه الحقل الكهربائي حيث أن اتجاه ثنائيات الأقطاب يتغير بتغير تردد واتجاه الحقل الكهربائي المطبق. وبالتالي يزداد تأثير أشعة الميكرويف بازدياد قطبية المواد. [2]

وهناك العديد من الدراسات الهامة التي تثبت كفاءة استخدام الميكرويف في الاستخلاص، حيث قام (Ganzeler, 1986) باستخلاص مركب الـ Gossypol باستخدام الميكرويف، وباستخدام السكسوليه، وقد توصل إلى أن الاستخلاص بالميكرويف على ثلاث مراحل، مدة كل مرحلة 30Sec، يفصل بين كل مرحلتين مرحلة تبريد أعطى نسبة أعلى من الاستخلاص بالسكسوليه لمدة أربع ساعات عند استخدام نفس المذيب. [3]

استخدم (X.H.Xiao et al, 2009) طريقة الاستخلاص بالميكرويف تحت الضغط التخلطي (Vacuum microwave-assisted extraction (VMAE) الفائدة من استخدام الضغط التخلطي هو الحفاظ على المركبات المستخلصة دون أي تخريب وذلك بسبب انخفاض درجة حرارة غليان المذيب، قام الباحثون بإجراء مقارنة بين طريقة الاستخلاص بالميكرويف تحت الضغط الجوي، وطريقة الاستخلاص بالميكرويف تحت الضغط التخلطي، حيث درسوا استخلاص فيتامين C من الجوافا والفلفل الأخضر، واستخلاص فيتامين E من فول الصويا وأوراق الشاي، و بينت الدراسة ارتفاع نسبة الاستخلاص عند استخدام طريقة الاستخلاص بالميكرويف تحت الضغط التخلطي بنسبة أعلى: 60%, 20%, 145%, 53% من طريقة الاستخلاص بالميكرويف تحت الضغط الجوي. [4]

## إكليل الجبل (Rosemare)

استعمل إكليل الجبل منذ زمن بعيد، فقد كان الإغريق والرومان يضعون أوراق وأزهار النبات على ملابسهم للتزينة به في المناسبات، كما انه كان يزرع في حدائق الملوك بوصفه نباتاً عطرياً، استعمل أيضاً في المجال الطبي بوصفه منشطاً للذاكرة وقد اكتشفت الفعالية المضادة للأكسدة لنبات إكليل الجبل في عام 1950، اما حامض الروزمارينيك فقد تم عزله من قبل العالمين Scarbate و Oriente عام 1960 من المستخلص المائي لنبات إكليل الجبل، وبدأ استعمال هذا النبات كمضاد للأكسدة منذ ذلك الحين فقد وجد أنه يحتوي على العديد من الحموض الفينولية (Phenolicacids) "أهمها الكارنوسول (Carnosol) وحمض الكارنوسيك (Carnosic) وحمض الروزمارينيك (Rosmarini acid) ومشتقات حمض السيناميك (Cenamic acid) و الفلافونيدات (Flafonoids) ، بالإضافة إلى أنواع من الزيوت الطيارة، كما أنه يحتوي مركبات تمنع تلف خلايا الدماغ وهو منعش ومقوي لجريان الدم، كما ان أوراقه المجففة لها مفعول مهدئ، مدر للبول، مضاد للتقلص، مطهر، ويستخدم في صناعة العطور، [5,6]

### الخصائص الطبية: Medicinal properties

استعمل إكليل الجبل منذ القدم، فقد عرفه الاغريق على أنه عشبة التذكر فهو يساعد على تنشيط الذاكرة، كما استعمل في الشعوذة كطارد للشر بحرق أغصانه، وحتى الوقت الحاضر يستعمله الطلاب في اليونان بحرق أغصانه داخل الغرف خلال فترة الامتحانات. [7]

إن وجود الزيت الطيار بتركيبته المختلفة يجعل منه مزيلاً للاحتقان لاحتوائه على السينيول، كما انه يحوي عدد كبير من مركبات الفلافونويد وفينولات ثنائي التربين والتي تعطيه خصائص خفض درجة الحرارة ومسكن للألم ومضاد التهاب وواق من أمراض القلب والأوعية الدموية. [8]

يعزى النشاط المضاد للأكسدة لنبات إكليل الجب لوجود الفلافونويد والكارنوزول والروزمانول وحمض الكارنوزيك والروزمارينيك والتي تعتبر جميعها مضادات أكسدة فعالة جداً ولها دور هام في كسح الجذور الحرة وبالتالي مقاومة الأمراض التي تؤدي إلى تدهور الخلايا مثل الزهايمر والأمراض السرطانية. [5,6]

تضمنت دراسة قام بها Mjeed et al. 2009. تقييم فعالية المستخلص الزيتي و المائي لإكليل الجبل في تثبيط بعض الاحياء المجهرية الممرضة، و أثبتت الدراسة فعالية المستخلص في تثبيط نمو Escherichia Coli, Salmonella typhi, Candida albicans , Aeromonas hydrophila بمنطقة تثبيط ذات قطر يتراوح ما بين

(18-26mm) للمستخلص الكحولي، وما بين (9-12 mm) للمستخلص المائي. [9]

درس Estprac et al. 2012. تأثير مستخلص الايتر النفطي لاكليل الجبل على نمو بعض انواع الفطور الممرضة للنبات، وأظهرت الدراسة وجود اثر تثبيطي مرتفع ضد فطريات Fusarium Oxysporum, Aspergillus Fiavus. [10]

درس Hua. Ebrahim. 2013. الفعالية البيولوجية للمستخلص الميثانولي لأوراق إكليل الجبل والفعالية ضد الأكسدة، وبينت الدراسة أن للمستخلص الايتانولي لإكليل الجبل فعالية تثبيط عالية على معظم المجموعات البكتيرية البوائية كالإيشيرشا كولي



والمكورات الذهبية والتي تعتبر مصدر العدوى الرئيسي في المشافي، كما أكدت الدراسة امتلاك المستخلص فعالية مضادة للأكسدة مما يعني إمكانية استعمال المستخلص الميتانولي في حماية الأغذية من الأكسدة لزيادة عمر تخزينها. [11]

#### هدف البحث: Research objective

استخلاص المركبات الفعالة من نبات إكليل الجبل بطريقة الاستخلاص المحفز بالأمواج الميكروبية وبطريقة التعطين، ودراسة تأثير أهم العوامل على نسبة وكفاءة الاستخلاص لكل من الطريقتين، والكشف عن أهم المركبات الفعالة في المستخلصات.

#### مواد البحث: Research materials

أوراق إكليل الجبل، مذيبات، كاشف فولين سيوكاليتو، حمض الغاليك، كواشف كيميائية- جهاز التحليل الطيفي (سبكتروفوتومتر) نوع Simtonics يعمل بالمجال المرئي وفوق البنفسجي بمجال طول موجي (1100-190)nm - مجفف- مبخر دوار- ميكرويف من شركة MC-9287BR(LG) يعمل عند خمس مستويات للطاقة وهي: (900, 720, 540, 360, 180)W

#### مخطط البحث: Research plan

- تحضير المواد الأولية (جني الأوراق وتنظيفها وتجفيفها وطحنها)
- استخلاص المركبات الفعالة باستخدام الميكرويف ودراسة تأثير أهم العوامل على نسبة وكفاءة الاستخلاص، الكشف عن المركبات الفعالة في المستخلص.
- استخلاص المركبات الفعالة بطريقة التعطين وحساب نسبة وكفاءة الاستخلاص، والكشف عن المركبات الفعالة في المستخلص.
- مقارنة النتائج

## الجزء العملي: Practical part

### ❖ تحضير المادة الأولية:

تم جمع أوراق إكليل الجبل من مدينة حرم جامعة البعث في مدينة حمص في نهاية شهر أيلول 2020، حيث تؤكد الدراسات أن اختلاف منطقة الزراعة يؤثر على محتوى النبات من المركبات [12]، نظفت الأوراق من الغبار والشوائب باستخدام تيار مستمر من الماء، وجففت بعد ذلك في الظل لمدة أسبوع، تم بعد ذلك طحن الأوراق باستخدام مطحنة كهربائية واستخدمت بعد ذلك في التجارب اللاحقة.

### ❖ تحضير العينات:

تم وزن 5g من الورق الجاف والمطحون لأجل كل عينة، وضعت الأوراق في عبوات زجاجية وأضيف لكل عينة 50ml من المذيب المناسب حيث استخدم الماء المقطر والكحول الايثيلي بتركيز تتراوح ما بين (50-90)%. خضعت بعد ذلك العينات للاستخلاص بطريقتي الميكرويف والتعطين، بعد انتهاء عملية الاستخلاص تم ترشيح العينات، تبخير المذيب باستخدام المبخر الدوار حتى الحصول على سائل كثيف، التجفيف عند درجة الحرارة 40°C باستخدام المجفف حتى ثبات الوزن، ثم تم حساب نسبة وكفاءة الاستخلاص.

### ❖ حساب نسبة الاستخلاص:

تم حساب نسبة الاستخلاص من العلاقة:

$$\text{نسبة الاستخلاص} = \frac{m_2}{m_1} \times 100$$

حيث:  $m_1$  وزن الأوراق الجافة،  $m_2$  وزن المستخلص الجاف.

### ❖ كفاءة الاستخلاص:

من أجل تحديد كفاءة الاستخلاص، تم اعتماد طريقة كاشف فولين سيوكاليتو لتحديد محتوى المستخلص من البوليفينولات من خلال تحديد تركيز حمض الغاليك.

### a. طريقة الاختبار:

تم تحضير محلول معياري من حمض الغاليك بتركيز 0.1mg/L ثم حضرت منه سلسلة عيارية بتركيز تتراوح ما بين (0.01- 0.1 g/L). أخذ 2ml من محلول الحمض وأضيف إليه 2ml من كاشف فولين الممدد عشر مرات بالماء المقطر، ترك المزيج عدة دقائق ثم أضيف إليه 2ml من محلول كربونات الصوديوم  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  بتركيز 20%، حفظت المحاليل في الظلام لمدة 90min وتم بعد ذلك قراءة الامتصاصية بجهاز التحليل الطيفي عند طول الموجة 760nm، تم رسم المنحني القياسي لحمض الغاليك فحصلنا على النتائج الموضحة في الشكل (1)

### b. تحضير العينات لتحديد كفاءة الاستخلاص:

حتى نتمكن من قراءة الامتصاصية بشكل صحيح والاستفادة من المنحني المعياري لحمض الغاليك، لابد أن يكون تركيز حمض الغاليك في العينة الخاضعة للاختبار ما بين (0.01-0.1)g/L. ولذلك تمّ تمديد العينات بشكل تدريجي حتى أصبح بالإمكان قراءة الامتصاصية، فكانت نسبة التمديد 120%. تم أخذ 2ml من المستخلص الممدد وأضيف إليه نفس المواد التي أضيفت للمحاليل العيارية لحمض الغاليك وتم قياس الامتصاصية، ولحساب كمية المركبات الفينولية الكلية في المستخلصات بالنسبة لحمض الغاليك المعبر عنه ب mg حمض غاليك لكل g من الأوراق الجافة dry leaves(dl) ( $\text{mg}_{\text{Gacid}}/\text{g}_{\text{dl}}$ ) من العلاقة التالية:

$$C(\text{mg}_{\text{Gacid}} / \text{g}_{\text{dl}}) = \frac{A}{K} \times F \times \frac{V}{P}$$

حيث أنّ:

C كمية المركبات الفينولية الكلية ( $\text{mg}_{\text{GAL}}/\text{g}_{\text{DI}}$ )

V حجم الخلاصة

P كتلة الورق الجاف وتساوي 5g

A الامتصاصية عند 760nm

K ميل المنحني القياسي لحمض الغاليك ويساوي 24

F معامل التمديد بالنسبة للمستخلصات ويساوي 120. [13]

أولاً: الاستخلاص المحفز بأشعة بالميكرويف Microwave–Stimulated extraction استخدم لأجل عملية الاستخلاص ميكرويف انتاج شركة (MC-9287BR(LG) يعمل عند خمس مستويات للطاقة وهي: (180, 360, 540, 720, 900) W، استخدمت الطريقة المنقطعة تحت الضغط الجوي.

العوامل التي تمت دراستها هي:

- زمن الاستخلاص
- نوع و تركيز المذيب
- طاقة الجهاز
- عدد الأدوار .

دراسة العوامل المؤثرة على نسبة وكفاءة الاستخلاص:

### 1. تأثير زمن الاستخلاص: Effect of extraction time

قبل البدء بالاستخلاص لا بد من تعيين الحد الأقصى للتسخين بحيث لا تتجاوز درجة حرارة المواد في الميكرويف  $40^{\circ}\text{C}$ ، وذلك للحفاظ على فعالية المواد العضوية الفعالة المستخلصة من النبات، لتحقيق هذا الهدف تم وضع بيشر يحوي 200ml من الماء المقطر في الميكرويف، وتم قياس درجة الحرارة كتابع للزمن ومستوى الطاقة فحصلنا على النتائج المبينة في الشكل (2).

### 2. تأثير نوع وتركيز المذيب: Effect of solvent type and concentration

تم تحضير العينات بوزن 5g من أوراق إكليل الجبل الجافة أضيف إليها 50ml من المذيب لكل عينة، وضعت العينات في عبوات زجاجية ووضعت داخل الميكرويف، بالنسبة للمذيبات المستخدمة، فقد تم اختيار نوعين من المذيبات الجيدة والعالية القطبية، وذلك لأن المذيبات الضعيفة القطبية لا تتأثر بالأمواج الميكروية، المذيبات المستخدمة هي الماء المقطر، والايثانول بتركيز % (50,60, 70, 80, 90)، طاقة الجهاز 540W،

عدد الأدوار 5، حيث تم وضع العينات في الميكرويف لمدة 30 sec، تبرد بعد ذلك حتى درجة حرارتها الأولية، ثم تعاد إلى الميكرويف، تكرر العملية عدد من المرات تسمى الأدوار، حصلنا من خلال هذه التجربة على النتائج المبينة في الجدول (1).

### 3. تأثير طاقة الميكرويف: Effect of Microwave energy

تم اختيار أربع مستويات للطاقة وهي (180, 360, 540, 720)W، المذيبات المستخدمة هي الماء المقطر والايثانول 80%، عدد الأدوار 5، وكانت النتائج كما هو مبين في الجدول (2)

### 4. تأثير عدد الأدوار: Effect of number cycles

تم تثبيت مستوى الطاقة عند 720W، جهزت العينات وفق الطريقة المذكورة سابقاً، وتم اختبار تأثير عدد الأدوار على نسبة الاستخلاص حيث تم تجريب:

(5, 7, 9, 11, 13) دور، وكانت النتائج كما هو مبين في الجدول (3).

### 5. تحديد كفاءة الاستخلاص: Determination of extraction efficiency

تم اختيار العينات التي أعطت أعلى قيم لنسبة الاستخلاص من أجل تحديد محتواها من البوليفينولات وفق طريقة كاشف فولين سيتوكاليتو، فكانت النتائج كما هو مبين في الجدول (4).

### 6. الكشف الكيميائي: Chemical detection

تم الكشف عن المركبات الموجودة في المستخلص المائي والكحولي باستخدام طرق الكشف الكيميائي، [14,15] وكانت النتائج كما هو مبين في الجدول (5)، وتبين النتائج أن المستخلصين الكحولي والمائي يحتويان أهم المركبات الفعالة وهي: الفينولات، الفلافونيدات، التانينات، القلويدات، والصابونينات.

## ثانياً: الاستخلاص بالتعطين Maceraction:

من طرق لاستخلاص التقليدية والتي تقتصر فيها عملية الاستخلاص بنقع المادة الجافة بالمذيب المناسب في وعاء محكم الإغلاق عند درجة حرارة الغرفة فترة زمنية قد تصل إلى عشرين يوم (وسطياً أسبوع)، نقوم بتحريك الوعاء خلال هذه المدة عدة مرات، بعدها نقوم بعملية ترشيح الخلاصة السائلة عن المادة الصلبة، يتم تبخير المذيب و توضع العينات في المجفف حتى ثبات الوزن، ويحسب نسبة الاستخلاص.

تم اختيار الماء المقطر والايثانول 80% كمذيبات، نقعت العينات لمدة سبعة أيام عند درجة حرارة الغرفة، تم بعد ذلك ترشيح العينات وتبخير المذيب باستخدام المبخر الدوار عند درجة الحرارة  $40^{\circ}\text{C}$ ، جففت العينات عند درجة الحرارة  $40^{\circ}\text{C}$  وتم حساب كل من نسبة الاستخلاص وكفاءة الاستخلاص فصلنا على النتائج المبينة في الجدول (6).

## النتائج والمناقشة:

### • تأثير زمن الاستخلاص: Effect of extraction time

يتضح من الشكل (2) أن زمن الاستخلاص يجب أن لا يتجاوز 30sec ، وأن طاقة الجهاز يجب أن لا تتجاوز 720W, بناءً على هذه النتيجة تم اقتراح تطبيق عملية الاستخلاص وفق دورة، حيث يتم العينات في الميكرويف مدة 30sec، يتم اخراج العينات ويتم تبريدها ، تعاد العينات بعد ذلك إلى الميكرويف وتكرر العملية عدد من المرات تسمى بالأدوار.

• تأثير نوع وتركيز المذيب: **Effect of solvent type and concentration**

يتضح من الجدول (1) أن الايتانول 80% أعطى أعلى نسبة للاستخلاص يليه الماء المقطر. ويمكن تفسير هذه النتيجة بأن الايتانول هو مذيب عضوي له قدرة أعلى من الماء على إذابة المركبات العضوية. من ناحية أخرى، تتعلق نسبة الاستخلاص بقطبية المذيب عند استخدام الاستخلاص المحفز بالأموح فوق الصوتية حيث يزداد تأثير الأشعة بازياد قطبية المذيب، وبناءً على ذلك، فإنه عند ازياد تركيز الايتانول حتى 90% انخفضت قطبية المذيب مما أدى إلى تراجع نسبة الاستخلاص. [2]

• تأثير طاقة الميكرويف: **Effect of Microwave energy:**

يتضح من خلال النتائج الموضحة في الجدول (2) أن نسبة الاستخلاص تزداد بازياد طاقة الجهاز كما هو مبين في الشكل (3)، ويمكن تفسير هذه النتيجة بأنه مع طاقة الجهاز وبالتالي ارتفاع درجة الحرارة، يزداد معامل

$$D = D_0 e^{\frac{-E}{RT}}$$

حيث: D معامل الانتشار  $\text{cm}^2/\text{sec}$ ،  $D_0$  معامل الانتشار عند الشروط الحدية  $\text{cm}^2/\text{sec}$ ، E طاقة التنشيط  $\text{J/mol}$ ، T درجة الحرارة K، R ثابت الغاز العام  $\text{J/mol.K}$  وهذا يؤدي إلى ارتفاع نسبة الاستخلاص. [16]

• تأثير عدد الأدوار: **Effect of number cycles:**

يتضح من النتائج في الجدول (3) والشكل (4) أن نسبة الاستخلاص يزداد بزيادة عدد الأدوار وهذا يعود إلى انه بزيادة عدد الأدوار تزداد مدة تعرض العينات للإشعاع وبالتالي زيادة زمن التماس بين المذيب والنبات.

إلا أننا توقعنا عند 13 دور حفاظاً على المركبات العضوية التي قد تتعرض للتلف نتيجة تعرضها لأشعة الميكرويف فترةً أطول.

• **الكشف الكيميائي: Chemical detection**

يتضح من الجدول (5) احتواء المستخلصين المائي والكحولي على كافة المركبات الفعالة التي تم الكشف عنها.

• **تحديد كفاءة الاستخلاص: Determination of extraction efficiency**

بالنسبة لكفاءة الاستخلاص فقد كان المستخلص الكحولي أفضل بكفاءة استخلاص  $64.64 \text{ mg}_{\text{Ga}}/\text{g}_{\text{dl}}$ ، بينما كانت أعلى كفاءة للمستخلص المائي  $32.20 \text{ mg}_{\text{Ga}}/\text{g}_{\text{dl}}$ ، وهذا ما يوضحه الجدول (6).

• **نمذجة العملية:**

بهدف التوصل إلى معادلة رياضية تربط ما بين نسبة الاستخلاص ( التابع) والعوامل المؤثرة عليها ( المتحولات)، تمت نمذجة العملية باعتماد برنامج الماتلاب، تم اقتراح نموذجين للعلاقة الرياضية، اقتراح العلاقة الخطية بين التابع والمتحولات، واقتراح الحالة المثلى بين التابع والمتغيرات، ويبين الشكل (5) القيم التي تم اعتمادها لبناء النماذج الرياضية المقترحة، والنتائج التي تم التوصل إليها.

في حال افتراض العلاقة الخطية، تم التوصل إلى المعادلة التالية:

$$Y = 15.273 C + 0.88148 N + 0.010623 P - 0.26617 V$$

حيث: Y نسبة الاستخلاص، C تركيز المذيب، N عدد الدوار، P طاقة الجهاز، V حجم المذيب. قيمة الخطأ النسبي في حال تطبيق المعادلة %10.25



أما عند تطبيق الحالة الأمثلية، في هذه الحالة لا يمكن الاطلاع على العلاقة بين المتغيرات، ولكن نستطيع التعرف على القيم الأقرب للقيم التجريبية، ونسبة الخطأ النسبي. حيث بلغت قيمة الخطأ النسبي 8.5%

#### • الاستنتاجات:

1. أعطى الاستخلاص باستخدام الميكرويف نسبة استخلاص أعلى من نسبة الاستخلاص بالتعطين، حيث كان أعلى نسبة للاستخلاص بالميكرويف 17.67% عند استخدام الإيثانول 80%، بينما كان أعلى نسبة للاستخلاص بالتعطين 16.15% عند استخدام نفس المذيب. إلا أن مدة عملية الاستخلاص بالميكرويف لم تتجاوز 15min تتضمن 13 دور، مدة التسخين في كل دور 30Sec والباقي مرحلة تبريد، بينما استغرق الاستخلاص بالتعطين 7 أيام.
2. بالنسبة لكفاءة الاستخلاص أعطى الاستخلاص بالميكرويف كفاءة استخلاص قدرها 64.64mg<sub>Ga</sub>/g<sub>dI</sub> عند استخدام الإيثانول 80%، بينما كانت أعلى قيمة في حال الاستخلاص بالتعطين 30mg<sub>Ga</sub>/g<sub>dI</sub> باستخدام الماء المطر كمذيب.
3. بالنسبة لنتائج الكشف الكيميائي، بينت النتائج أن المستخلصات بالطريقتين ولكافة المذيبات تحتوي على جميع المركبات الفعالة الخاضعة للكشف، وبالتالي لم تؤثر طريقة الاستخلاص على نوع المركبات المستخلصة.

#### التوصيات والمقترحات:

- دراسة تأثير بعض العوامل الأخرى على نسبة وكفاءة الاستخلاص مثل: نسبة المذيب الصلب، درجة نعومة الأوراق، استخدام مذيبات متوسطة القطبية مثل الكلوروفورم.
- إجراء اختبار فعالية بيولوجية للمستخلصات الناتجة عن طريقتي الاستخلاص

الجدول (1) علاقة نوع وتركيز المذيب بنسبة الاستخلاص

النسبة	عدد الأدوار	مستوى	التركيز %	المذيب
6.91	5	540		الماء المقطر
4.42	5	540	50	الايثانول
5.00	5	540	60	
6.97	5	540	70	
8.45	5	540	80	
7.88	5	540	90	

الجدول (2) تأثير طاقة الجهاز على نسبة الاستخلاص

نسبة الاستخلاص %	عدد الأدوار	طاقة الجهاز	المذيب
5.32	5	180	الماء المقطر
7.3	5	360	الماء المقطر
8.18	5	540	الماء المقطر
11.86	5	720	الماء المقطر
6.03	5	180	الايثانول 80%
7.75	5	360	الايثانول 80%
8.45	5	540	الايثانول 80%
12.36	5	720	الايثانول 80%

جدول (3) تأثير عدد الأدوار على نسبة الاستخلاص

المذيب	طاقة الجهاز W	عدد الأدوار	نسبة الاستخلاص %
الماء المقطر	720	5	11.86
الماء المقطر	720	7	12.86
الماء المقطر	720	9	13.64
الماء المقطر	720	11	16.33
الماء المقطر	720	13	17.03
الايثانول 80%	720	5	12.36
الايثانول 80%	720	7	12.95
الايثانول 80%	720	9	13.99
الايثانول 80%	720	11	16.88
الايثانول 80%	720	13	17.67

جدول (4) كفاءة الاستخلاص

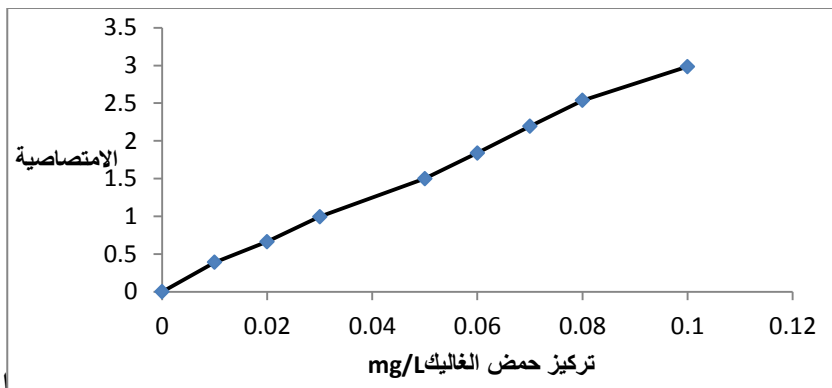
المذيب	طاقة الجهاز W	عدد الادوار	تركيز حمض الغاليك $mg_{Ga}/g_{dl}$
الايثانول 80%	720	9	35.36
		11	50.55
		13	64.64
ماء مقطر	720	9	31.18
		11	32.2
		13	32.75

الجدول (5) الكشف الكيميائي الكيفي للمركبات الفعالة في مستخلصات الطريقتين

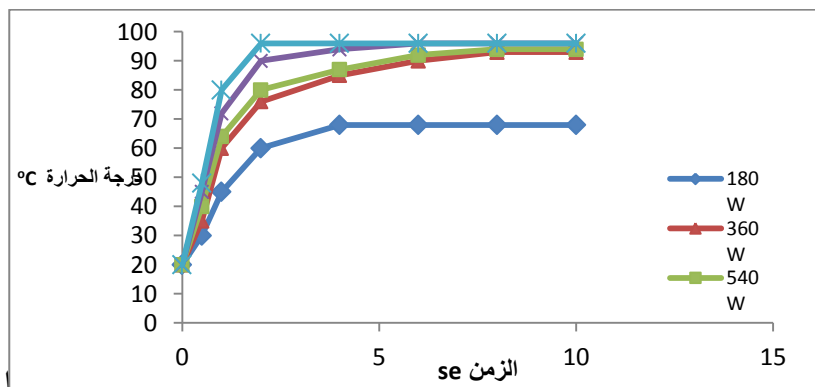
النتيجة	الخلاصة	الدليل	نوع الكاشف	المركب الفعالة
+	المائية	يضاف حجم من خلات الرصاص إلى حجم مساوي من الخلاصة، تشكل راسب بني دليل وجود التانينات	خلات الرصاص	التانينات (العفصات)
+	الايثانولية			
+	المائية	ظهور رغوة دائمة لاتزول بإضافة قطرات من HCl	رج المستخلص بعد إضافة الماء المقطر	(الصابونينات)
+	الايثانولية			
+	المائية	يضاف حجم من الكاشف إلى حجم مساوي من المستخلص، ظهور اللون الأصفر المخضر دليل وجود الفلافونيدات	محلول كحولي 10% لهيدروكسيد البوتاسيوم	الفلافونيدات
+	الايثانولية			
+	المائية	تشكل راسب أسود من حديدات الفينول عند إضافة حجم من الكاشف مساوي إلى حجم الخلاصة	كلور الحديد 1% $FeCl_3 \cdot 6H_2O$	الفينولات
+	الايثانولية			
+	المائية	تلون المحلول بلون برتقالي	كاشف دراغندروف	القلويدات
+	الايثانولية			

الجدول (6) تأثير نوع المذيب على نسبة الاستخلاص وكفاءة الاستخلاص بالتعطين

تركيز حمض الغاليك $mg_{Ga} / mg_{dl}$	نسبة الاستخلاص %	المذيب
30	10.38	الماء المقطر
28.3	16.15	الايثانول 80%

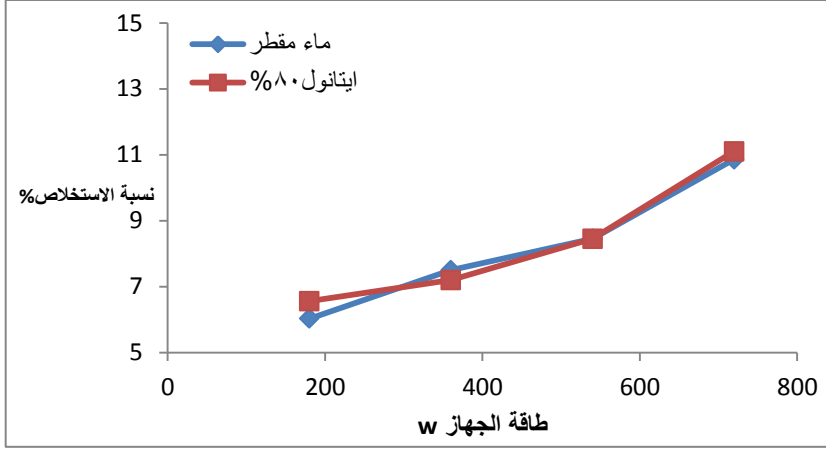


شكل (1) المنحني العياري لحمض الغاليك

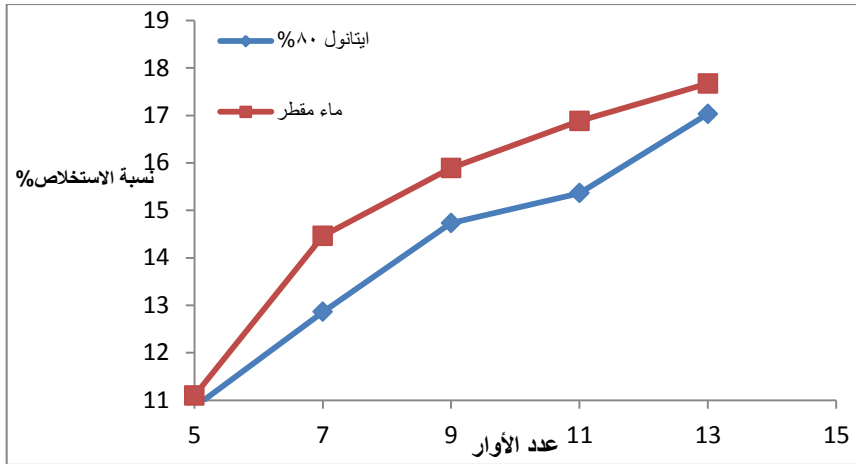


شكل (2) علاقة درجة الحرارة بكل من الزمن وطاقة الميكرويف

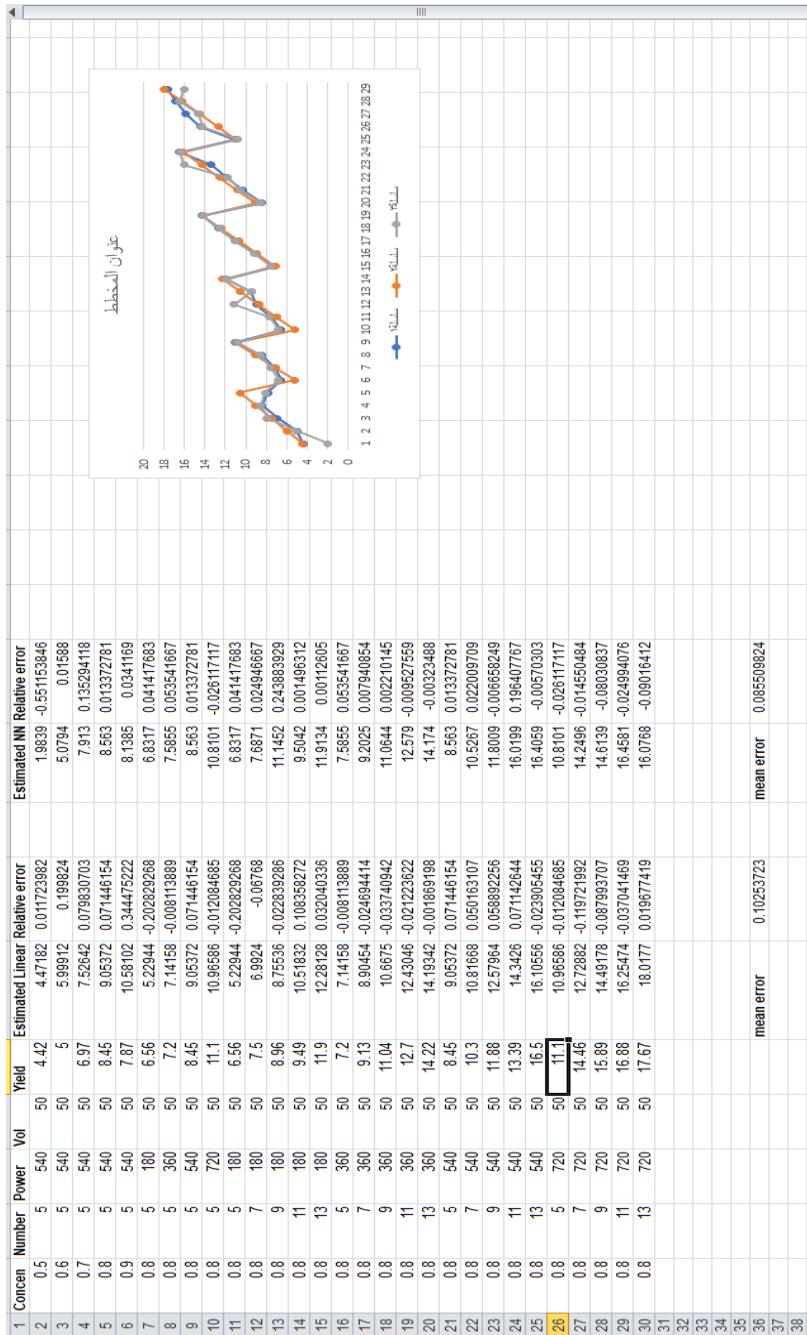
الاستخلاص المحفز بأشعة الميكرويف للمركبات الفعالة من أوراق إكليل الجب



الشكل (3) علاقة نسبة الاستخلاص بطاقة الميكرويف



الشكل (4) علاقة عدد الأدوار بنسبة الاستخلاص



الشكل (5) نتائج نمذجة عملية الاستخلاص المحفز بأشعة الميكرويف

## References:

- 1-Haggag, K., Ragheb, A,2014- Microwave Irradiation and its Application in Textile Industries. Published by Science Publishing Group, First Edition, Cairo, Egypt, 86.
- 2- 15. Chandra,U,2011- Microwave Heating, InTech, 370, 291-308.
- 3- Ganzeler, K., Bati, j ., Valko, K,1986- Anew method for the extraction and high- performance liquid chromatographic determination of vicine and convicine in faba beans. Chromatography ,84, 435-442.
- 4- F.Y. Du, X.H. Xiao, X.J. Luo, G.K. Li, Talanta, (2009) .
- 5- Sing,A., Sjarma,P.K., Gorg,G,2010- Natural products as preservatives. International journal of pharma and Bio sciences, 1(4),601-612.
- 6- Deferea,D., Ziogas,B., Polissiou, M,2000-GC-MS analysis of essential oil from som Greek aromatic plants and their fungitoxicity on pencillium digitatum.Journal of agriculturak and food chemictry, Athena, 48(6),2576-2581.
- 7- Eva, S.B., Marie, H.T., Csilla,R., and Szollosi, V,2003- Antioxidant effect of various rosemary clones. Act biological siege diesis. 47,111-113.



8- Sergi, M.B., Leoner,A., Karin,S,2000-The formation of phenolic diterpenes in Rosmarinusofficinalis L. under Mediterranean climate. Eur. Food Rs. Technol., 210, 263-267.

9. ابراهيم،عروبة.، عبد، مجيد.، عبد المنعم، علاء الدين، 2009- تقييم فعالية المستخلص المائي والزيتي لنبات إكليل الجبل في تثبيط بعض الأحياء المجهرية المرضية، المجلة الطبية البيطرية العراقية، المجلد 33، العدد2.

10. محمود،استبرق.، حميد، أطياف.، الابراهيمى، ثامر.2012- تأثير بعض مستخلصات الايتر النفطى لنباتى اكليل الجبل ةعرق السوس فى نمو بعض أنواع الفطريات الممرضة للنباتات، مجلة علوم المستنصرية، المجلد 23، العدد4، 2012.

11. ابراهيم، حواء، 2013 -دراسة الفعالية البيولوجية لبعض نباتات العائلة الشفوية الفعالية ضد الأكسدة، جامعة قاصدي مرباح ورقلة.

12. Abbas, I., Hasan, E., Ahmad, S., Abdula, M, 2010-Quantitative study of volatile oil extracted from Rosamarinus officinalis L. growing in Kaebala riegion as comparison with equivalent leaves imported from Jordan. Karbala Journal of Pharmaceutical Sciences number (1).

13.Asses, N, L., Ayed, H., Bouallagui, S., Hamdi,M,2009-Biodegradation of different molecular-mass polyphenols drived from olive mill wastewaters by geotrichum candidum int, Biodeter, Biodegr, 63, 407-413.

14. Harbone, J.B, 1973– Pytochemical methods. C.X&Wyman Lyd, Norfolk,pp278.
15. Sehgal, R., Arya,S., Kumar, V.L, 2005– Inhibitory effect of extracts of latex of Calotropis procera against candida albicans, apreliminary study. Indian Journal, 37(5), 334–335.
- 16– – TAO Y., ZHANG Z., SUN D.W. 2014– Kinetic modeling of ultrasound–assisted extraction of phenolic compounds from grape marc: Influence of acoustic energy density and temperature. Ultrason. Sonochem. 21(4), 1461–1469.

# وضع مخطط تحكمي لإيجاد الحدفة الضائعة على نول النسيج باستخدام الحساسات

الدكتورة: راميه المحمد

قسم هندسة الغزل والنسيج كلية الهندسة الكيميائية والبتروولية - جامعة البعث

## ملخص البحث

من أهم المشاكل في قطاع الصناعات النسيجية هو إيجاد الحدف الضائع على آلة النسيج الذي كان يأخذ وقتاً وجهداً بالإضافة إلى تأثيره على إنتاجية الآلة ولذلك تم البحث عن إيجاد حل لتقليل توقفات النول و بالتالي زيادة الإنتاجية و جعل عملية النسيج إلى حد ما مؤتمتة بالكامل.

لحل هذه المشكلة، بدايةً تم اختيار ثلاث حساسات بصرية تثبت على المشط مقابل بحر المنسوج و كذلك استخدام مقص بالإضافة إلى ملقط صغير يثبت بجانب مكان دخول خيط اللحمة في بحر المنسوج.

وبناءً على ذلك، تم وضع برنامج تحكمي جديد مختص بإيجاد الحدف الضائع دون تدخل العمال و دون الحاجة إلى إيقاف الآلة وتمت عملية المحاكاة بنجاح.

**الكلمات المفتاحية :** الحدف الضائع، حساسات بصرية، آلة نسيج مؤتمتة

# Developing a Control Schema to Find the Missing Pick on a Weaving Machine by Using Sensors

## Abstract:

One of the most important problems in the textile industries sector is to find the missing pick on the weaving machine, which was taking time and effort, in addition to its impact on the productivity of the machine. Therefore, a solution was found to reduce the machine stops and thus increase productivity and make the weaving process fully automated.

To solve this problem, three optical sensors were initially selected to be installed on the comb against the fabric, as well as the use of scissors in addition to a small forceps installed next to the place of entry of the weft thread in the fabric.

Accordingly, a new control program was developed to find the missing pick without the intervention of workers and without the need to stop the machine, and the simulation process was successfully completed.

**Key words:** Missing Pick, Optical Sensors, Automated Textile Machine

**1. مقدمة Introduction:**

يتشكل النسيج من تشابك خيوط طولية (تسمى السداء) وخيوط عرضية (تسمى الحدف) وفق تركيب نسيجي محدد [1] حيث يوجد عدد كبير من طرق تشابك هذين النوعين من الخيوط و الذي يسمى "التصميم النسيجي" الذي يحدد من جهة بناء النسيج ومن جهة أخرى يحدد المواصفات النهائية للمنسوج بالمشاركة مع نوع الخيط المستخدم، مثل المظهرية و الخصائص الميكانيكية [2،3].

تتم عملية النسيج على نول النسيج الذي يشكل الوحدة الأساسية لهذه الصناعة والذي تطور عبر العصور حتى وصل إلى ما هو عليه الآن من التقنية والتطور مثل آلة JAT710 من شركة Toyota (المتميزة ب جهاز فتح النفس E-shed) و كذلك آلة Alpha من شركة Schönherr (المتميزة ب جهاز فتح النفس Unival 500).

رغم التطور الكبير لأنوال النسيج إلا أنها بقيت محافظة على مبدأ واحد لعملية النسيج مهما كان نوع النسيج المطلوب نسجه [4].

مبدأ عمل آلة النسيج:

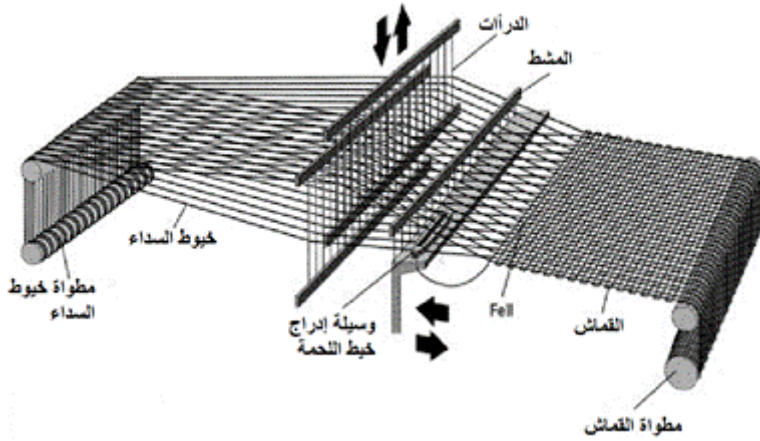
يتم تغذية خيوط السداء، في الاتجاه الطولي للآلة، من المصدر. يكون هذا المصدر إما حامل الكونات الذي يزود الآلة بخيوط فردية، أو مطواة أو عدة مطاوي من السداء تحمل العدد اللازم من خيوط السداء المطلوبة.

بعد ذلك، تمر خيوط السداء عبر نظام قضبان لضبط الشد (في الحالة التي يكون فيها المصدر عبارة عن حامل الكونات) أو حامل خيوط (في الحالة التي يكون فيها المصدر عبارة عن مطواة سداء) من أجل الحفاظ على مكانها الصحيح ومحاذاتها لبعضها البعض بالإضافة للحصول على قوة شد متجانسة على جميع الخيوط.

بعد ذلك، كل خيط سداء :

- يمر من خلال حساس خيط السداء و الهدف منه هو إيقاف الآلة بمجرد قطع أحد خيوط السداء؛
- يدخل في جهاز فتح النفس، حيث يمكن تشغيل هذا الجهاز عن طريق التحكم الميكانيكي أو التحكم الإلكتروني. يسمح برفع كل خيط على حدة (آلية جاكار) أو مجموعة من الخيوط في وقت واحد (آلية كام أو راتبير) ؛
- يدخل من خلال إحدى أسنان المشط التي تتحرك للخلف وللأمام لضم خيط الحدف المُدخل مقابل وجه القماش.

بعد ذلك، يمر القماش على أسطوانة متحركة، والتي عندما تدور، تتسبب في تقدم القماش بشكل متساوٍ. خطوة هذا التقدم قابلة للتعديل حيث يتم ضبطها بواسطة منظم الحدف (عكس الخطوة). في نهاية هذه العملية، يتم تخزين القماش على مطواة القماش. يوضح الشكل (1) المخطط التكنولوجي لنول النسيج.



الشكل(1): المخطط التكنولوجي لنول النسيج[5]

مهما كان نوع القماش المراد تصنيعه، هناك خمس حركات أساسية لازمة لتعاشق خيوط السداء والحذف وفق التصميم النسيجي المطلوب والتي هي [5,6]:

1. رخو خيوط السداء Warp let-off.

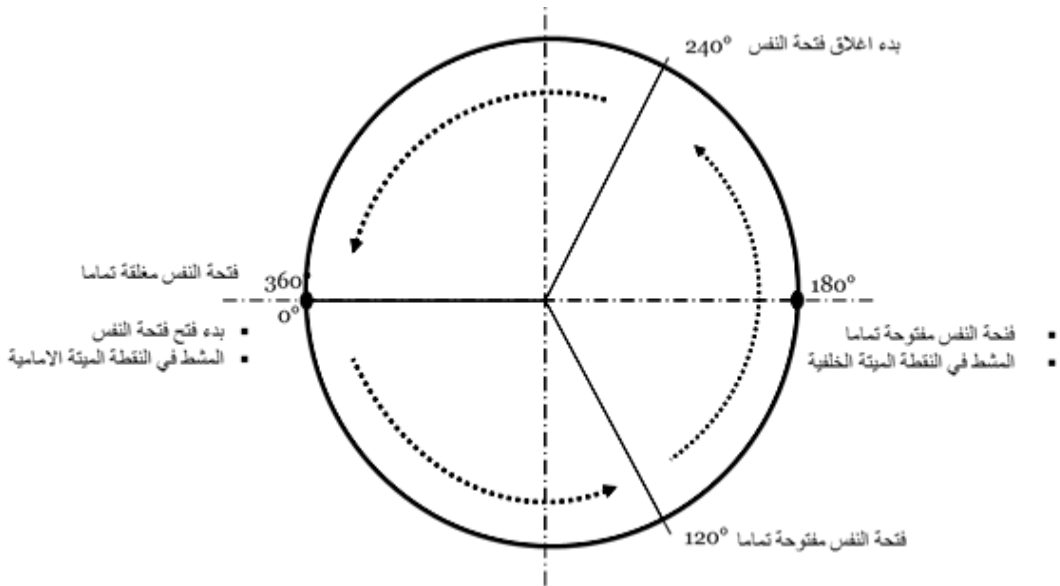
2. فتح النفس Warp Shedding .

3. إدخال خيط اللحمة Filling Insertion.

4. ضم خيط اللحمة Weft beat-up.

5. سحب النسيج Fabric take-up.

يجب أن تكون جميع هذه الأجهزة متزامنة فيما بينها، وأن يؤمن تتابع حركات هذه الأجهزة دورة نسيج كاملة حسب جدول زمني محدد، كما هو موضح في الشكل (2).



الشكل (1): الجدول الزمني لنول النسيج [7]

لتحقيق تزامن حركات هذه الأجهزة مع بعضها تم أتمتة نول النسيج بالكامل باستخدام ال PLCs وحدات التحكم المنطقية القابلة للبرمجة والتي تستوجب كذلك استخدام حساسات بأنواعها المختلفة على كامل نول النسيج.

بالرغم من الأتمتة الكاملة لنول النسيج إلا أنه بقيت بعض المشاكل بما يخص مراقبة خيوط السداء والحدف ومن أهم هذه المشاكل [8]:

- انقطاع خيط السداء أو ضياعه: ينتج هذا العطل عن حدوث شد زائد لخيوط السداء من قبل الدرأ مما يؤدي لانقطاع الخيوط ذات المقاومة الأضعف للشد، و ممكن أن يحدث هذا العطل نتيجةً لخلل معين في تصنيع الخيط أو تشابك الخيوط مع بعضها بالتالي انقطاعها.
- انقطاع خيط الحدف أو ضياعه : و ينتج هذا العطل عن حدوث الشد المفاجئ للخيط من قبل أداة إدخال خيط اللحمه (مكوك - طلاقة - بثق مائي...) في فتحة النفس و تكون قوة الشد أقوى من استطاعة الخيط ذاته مما يؤدي لانقطاعه. و ممكن أن يحدث فقدان لخيوط الحدف نتيجة مرور أداة إدخال خيط الحدف دون أن تكون حاملة الخيط معها و هذا العطل ناتج عن خلل معين في أداة إدخال الخيط أو عدم وجود الخيط في موقعه.

نظراً لما تمّ تقدم ذكره سابقاً فإن هذه الأمور استوجبت بالضرورة وجود وحدات هندسية تقوم بالتحكم بهذه الأنظمة حيث أن هذه الوحدات تعمل عمل الإنسان و تقوم بالعمل بفعالية عالية.



## 2.1 التحكم بخيوط الحدف :

يتم تزويد آلة النسيج بخيوط الحدف عن طريق تجهيزات متصلة بوحدة التحكم الرئيسية للآلة. تختلف وتتغير هذه التجهيزات وفقاً لنمرة الخيط ونوعه ومادته الأولية، يتم التحكم بها باستخدام محرك مستقل [9]. كما هو موضح في الشكل التالي حيث أن :

1. أداة توجيه خيط الحدف مكونة من عين مجوفة على حلقة تدور بواسطة محرك الكهروني صغير (م).

2. اسطوانة 3

. نظام الفرملة : الذي يقوم بتثبيت الشد المطبق على الخيط.

4. أداة ثانية لتوجيه خيط الحدف.



الشكل(2): مغذيات خيط اللحمة [9]

باستخدام هذه المغذيات يمكن التحكم بالادخال الصحيح لخيط اللحمة، مراقبة هل الخيوط مقطوعة أم لاء و هل تصل الخيوط إلى الطرف الآخر للنول بما يتناسب مع المخطط التحكمي لهذه الآلة .

تم وضع حساسات بأنواع مختلفة حسب نوع آلة النسيج لتقوم بالوظائف السابقة ولكن بقيت مشكلة إيجاد الحدفة الضائعة في عرض النسيج هي الشغل الشاغل لعمال النسيج لأنها تسبب عيوب كبيرة في القماش المنتج [11] [10].

2. هدف البحث :

نتيجة للعيوب المتكررة على عرض القماش نتيجة الحدفة الضائعة وضياع الوقت لاستدراك هذه العيوب. تم اقتراح استخدام حساسات توضع على عرض النول لتفادي مثل هذه العيوب.

3. مواد وطرائق البحث :

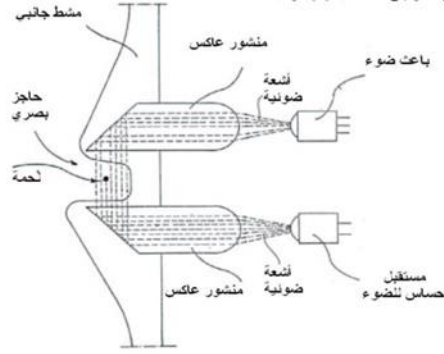
3.1 مواد البحث :

3.1.1 آلة نسيج في معمل نسيج اللاذقية من نوع بيكانول.

3.1.2 حساسات بصرية :وهي عبارة عن خلايا ضوئية ذات أشعة تحت الحمراء تستخدم لاكتشاف وجود الخيط.

تعمل هذه الحساسات على مراقبة الإدخال الصحيح لخيط اللحمة و تعطي ايعاز بإيقاف الآلة في حال الإدخال الغير صحيح. يقرأ الحساس وجود الخيط عندما يصل طرفه الأمامي الحر إلى مجال قياس الحساس و يمر فيه.

يوجد على النول بشكل عام مجسّان ضوئيان يقابلان بعضهما البعض كما هو واضح في الشكل (4) و يشكلان حاجزاً بصرياً يشوش عليه مرور خيط اللحمة [12].



الشكل(3): الحساسات البصرية[4]

نظراً لمبدأ عمل هذه الحساسات تم اقتراح استخدامها في ايجاد الحدفة الضائعة في بحر المنسوج والتي لايمكن لباقي الحساسات من تحسسها.

3.1.3 حساسات EYE- ELTEX : يستخدم هذا الحساس لاكتشاف الخيط المقطوع على آلة النسيج حيث له أكثر من عين (ثقب) بحيث نستطيع إمرار كل خيوط الحدف المركبة على الآلة، وبالتالي يتحسس في حال عدم وجود خيط ويصدر إشارة إلى دارة التحكم. تتميز هذه الحساسات بإمكانية تركيبه على أي نوع من أنواع آلات النسيج و بأنها بسيطة الاستخدام، لا تتأثر بالغبار والأوساخ و يمكن استخدامها مع جميع أنواع خيوط الغزل. اعتماداً على نوع الحساس، يمكن توصيله مباشرة إلى الوحدة التحكم PLC أو عن طريق معدات التحكم الأخرى[13].



الشكل(4): حساس الخيط [13] EYE ELTEX

3.1.4 أجل تنفيذ البرنامج التحكيمي المطلوب تم اختيار برنامج برنامج Logo!Soft comfort v8 من شركة Siemens وذلك لتوفره و سهولة استخدامه.

3.2 طرق البحث :

تم اقتراح إضافة الأجزاء التالية على آلة النسيج المذكورة من أجل تحقيق الهدف المرجو:

1. نوضع في بحر المنسوج ثلاثة حساسات بصرية مثبتة على المشط المسافة بينهما 30 سم، إشارة خرج هذه الحساسات هي مداخل لوحدة ال PLC.

2. وضع حساسات كهرواجهادية Eltex يمر من خلالها خيط الحدف بعد خروجه مباشرة من البكرة (حامل خيط الحدف) وقبل دخوله إلى بحر المنسوج.

3. استخدام مقص يوضع قبل الملقط السابق حيث يقوم بقص الخيط المقطوع عندما تأتيه إشارة من وحدة ال PLC.

4. تركيب ملقط بجوار بحر المنسوج يتحرك لسحب خيط الحدف المقطوع عند وصول إشارة من وحدة ال PLC.

5. وضع برنامج تحكيمي، يمثل جزء من برنامج أتمتة الآلة بالكامل، للتحكم بالأجزاء الجديدة المضافة على الآلة باستخدام برنامج Logo!Soft comfort v8 من شركة سيمنس [14].

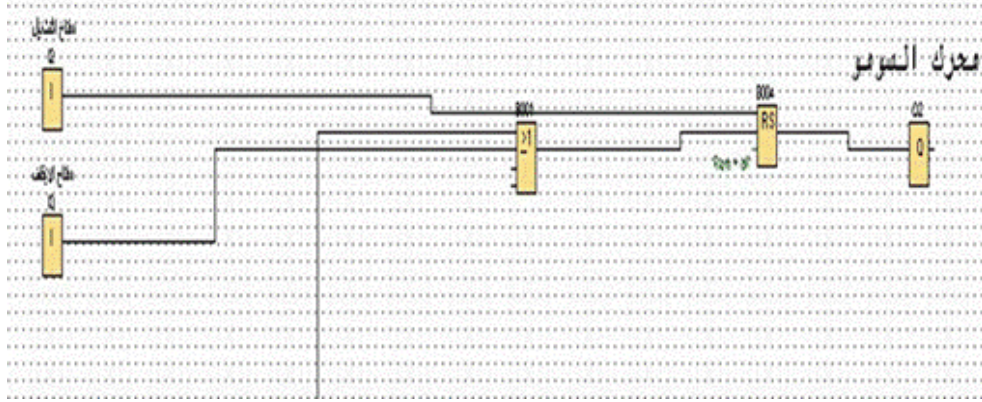
عند وجود حدفة ضائعة تعطي الحساسات السابقة إشارة تتقل لتنفيذ جزء البرنامج المنجز مؤخراً، وبعد أن يتم استخراج الحدفة الضائعة من النسيج وزوال المشكلة، يستأنف البرنامج بدورة نسيج جديدة.

## 4. النتائج ومناقشتها :

تم وضع برنامج للألة وفق الخطوات التالية:

الجزء الأول: في هذا الجزء تم تعريف مدخلين هما:

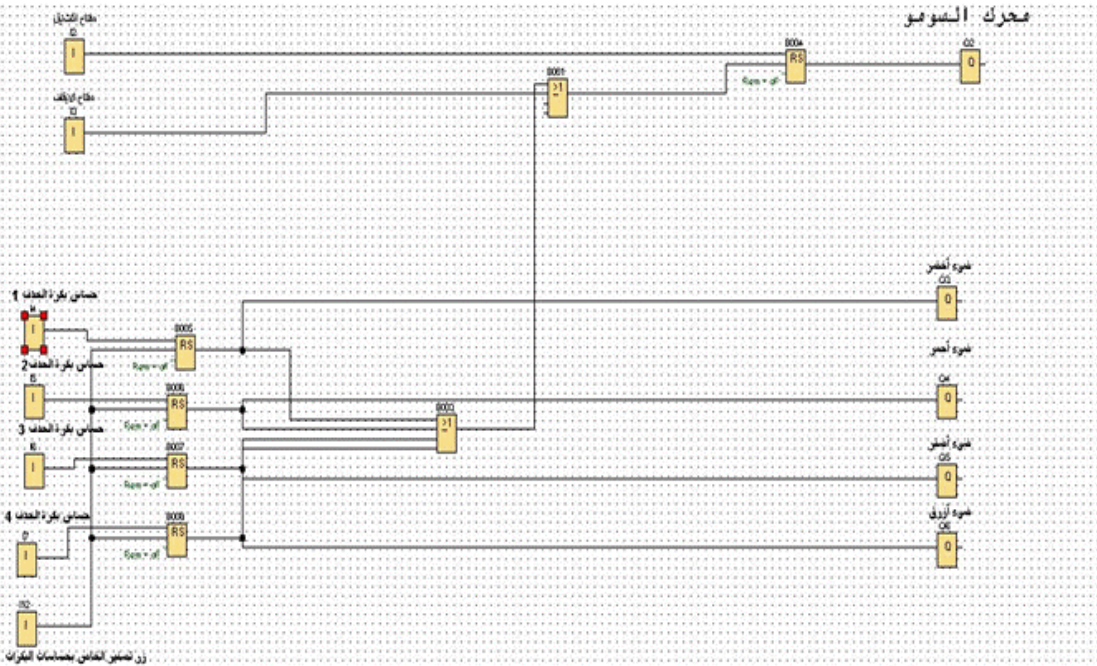
- المدخل  $I_2$  يعبر عن زر تشغيل الألة (المحرك)
- المدخل  $I_3$  يعبر عن زر إيقاف المحرك .



الشكل(5): جزء المخطط التحكمي المسؤول عن تشغيل وإيقاف الألة

الجزء الثاني: في هذا الجزء من المخطط تم تعريف المداخل 14, 15, 16, 17 وهي خرج حساسات وجود خيط لحمة الخارجة من البكرات وهي من نوع ، مهمة الحساس هنا إعطاء إشارة لإيقاف الألة لعدم وجود خيط حذف.

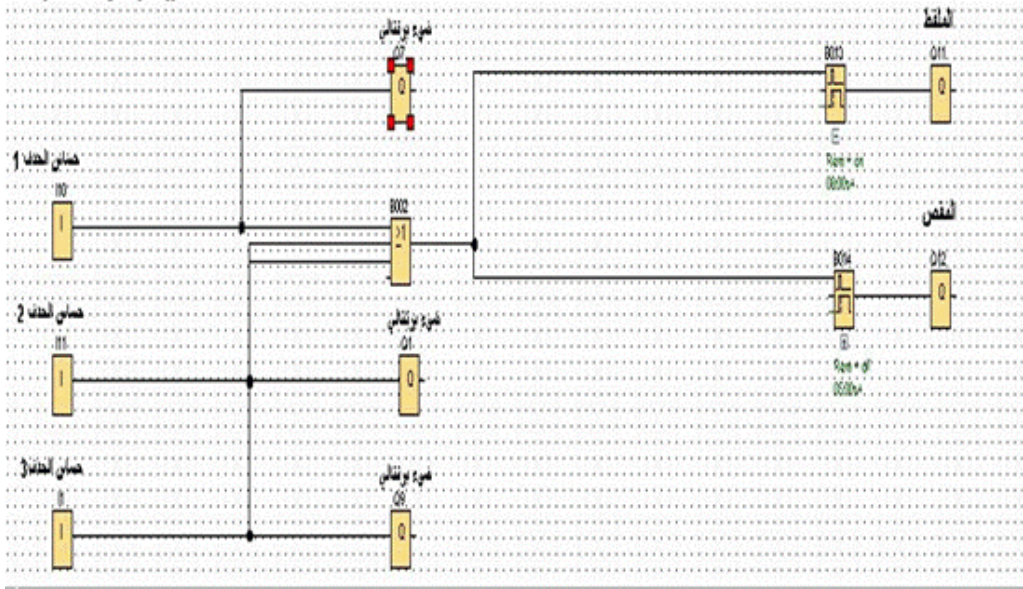
بضيئ ضوء معين (حسب كل بكرة) لإنذار العامل المسؤول عن الألة، ثم يقوم العامل بإصلاح الخطأ الناتج، وبعد الإنتهاء من إصلاح الخطأ يقوم العامل بكبس الزر الخاص بتفسير الحساسات. (يتم تعريف زر تفسير الحساسات كمدخل رمزه 112) ولتهيئة الألة للعمل من جديد.



الشكل(7): جزء المخطط التحكمي المسؤول عن وجود خيط حذف

### الجزء الثالث :

في هذا الجزء تم تعريف المداخل  $I_1 I_{10} I_{12}$  كحساسات لمسار خيط الحذف ضمن بحر المنسوج وهو الجزء الأهم في تعديل البرنامج للوصول إلى الحدفة الضائعة.



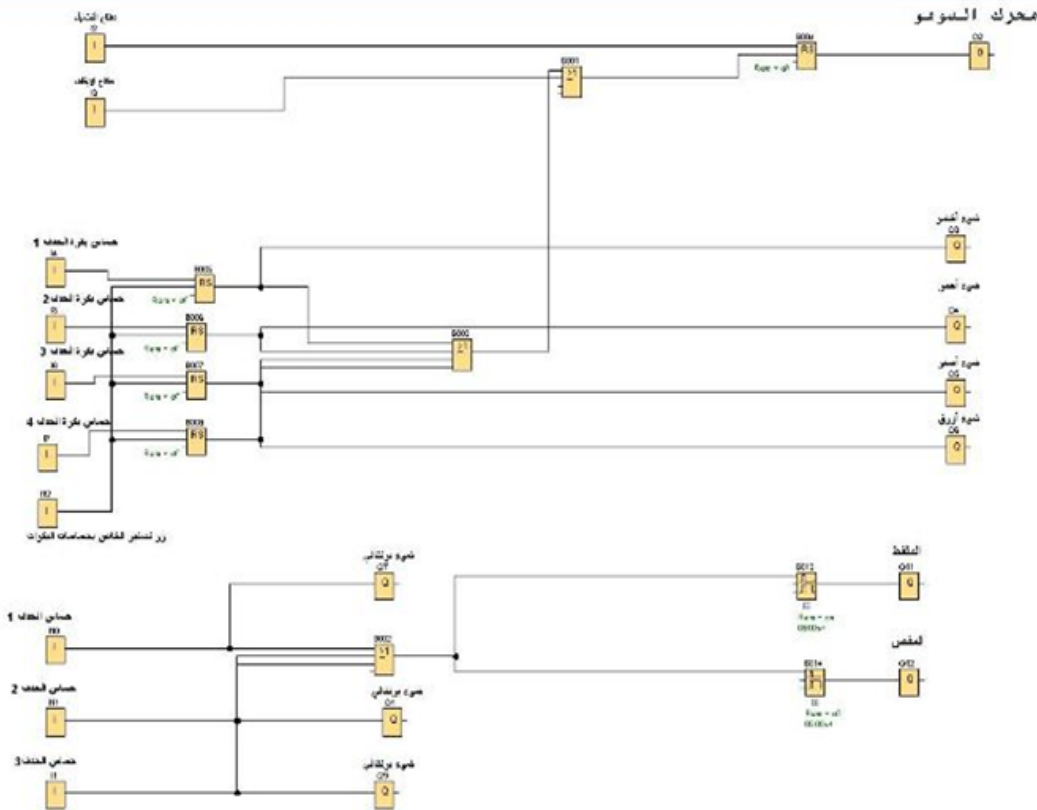
الشكل(8): جزء المخطط التحكمي المسؤول عن اكتشاف انقطاع الخيط ضمن بحر المنسوج

أي أنه في حال إصدار أحد الحساسات لإشارة عدم وجود خيط الحدف ضمن بحر المنسوج يعطي ضوء برتقالي للحظة (الضوء موحد هنا لأنه لا يوجد أهمية في أي منطقة تم انقطاع الخيط حيث لا يوجد تدخل للعامل) مع إعطاء أمر لتحريك المقص ليقوم بعملية القص لخيط الحدف المنشور ضمن بحر المنسوج من قبل أحد الحساسات وكذلك لتحريك الملقط بشكل متزامن وسحب الخيط من بحر المنسوج (الملقط موجود في مكان ثابت ومركب أسفل الآلة وفي نقطة توازي تقريباً نقطة دخول خيط الحدف إلى بحر المنسوج) ، وبعد سحب الخيط يعود حامل خيط الحدف للبحث عن خيط جديد و إكمال الدورة النسيجية.

نلاحظ في هذا الجزء أنه لا يرتبط بمحرك الآلة وبالتالي عند حدوث خطأ لا يتوقف المحرك الأساسي للآلة بل فقط الجزء المختص لإصلاح الخطأ وتداركه بسرعة

كبيرة، وهكذا نكون قد وفرنا طاقة كبيرة وهي طاقة إعادة إقلاع المحرك من جديد وكذلك تم توفير الوقت لإعادة الاقلاع وبدء دورة نسيجية جديدة.

وفيما يلي المخطط التحكيمي بشكل كامل :



الشكل(6): المخطط التحكيمي المسؤول عن خيط الحدف

تم إجراء Simulation للبرنامج محاكي للواقع في حال انقطع خيط الحدف ضمن بحر المنسوج ومن خلال ذلك تم معرفة صحة البرنامج المقترح و إمكانية تطبيقه على الواقع في المعمل.



5. التوصيات والمقترحات :

1. تصميم الجزء الميكانيكي للمقص والملقط ومن ثم تثبيتهم على الآلة في المكان المدروس.
2. شراء الحساسات وتركيبها على الآلة.
3. تنفيذ البرنامج التحكمي عن طريق نقله لوحدة ال PLC على الآلة ومعرفة مدى فاعليته وصحته في تحقيق الهدف المرجو منه.

6. المراجع العلمية :

1. Ormerod. A, Sondhelm W. S., 1995. – Weaving: technology and operations. Textile Institute. Manchester.
2. Lord P. R., M. H. Mohamed., 1982.– Weaving: conversion of yarn to fabric. Merrow Publishing CO., Watford, England,.
3. Caramaro L., 2006.– Textiles à usage technique . Techniques d'Ingénieur. Paris.
4. Badawi S. S., 2007. – Development of the weaving machine and 3D woven spacer fabric structures for lightweight composites materials. Technische Universitat Dresden.
5. Chen X., Taylor L. W. r and Tsai L.–J., 2011. – An overview on fabrication of three–dimensional woven textile preforms for composites, *Textile Research Journal*. vol. 81, n° 9, p. 932-944.
6. Adanur S., 2002.– Handbook of Weaving, Technomic Publishing.
7. Almohamad R., 2014.– Étude du tissage hybride multicouche : réalisation d'une machine par une approche multiaxes synchronisés, These, Université de Haute Alsace, Mulhouse, France.

8. Almohamad R., Barbier G. And Drean J.-Y., 2013.- Application of "PLC Motion Controller" For Development of New Textile Machine, AUTEX World Textile Conference, Dreasden, Germany, 22-24 May, 2013.
9. Jouve D. and BUI D., 2014.- Servomoteurs brushless : c'est le capteur qui fait souvent la différence. Mesures 765. Infranor, Linas.
10. Missing Pick in The Fabric, A fabric Defect, A Weaving Defect, Causes, And Remedies, Textile Adviser, January, 2019
11. Hongge Yao, Qin Na, 2022.- Fabric Defect Detection With an Attention Mechanism Based on Hard Sample Training, Textile Research Journal 92 (9-10), 1429-1443.
12. BARBIER G., 2021.- Cours de l'Electrotechnique, Université de Haute Alsace, ENSISA, Laboratoire de Physique et Mécanique Textiles.
13. Eltex of Sweden, Yarn Break Sensors , Yarn Tension Monitors , 2015 Eltex of Sweden.
14. Manuel de LOGO, Siemens Industry online Support, 2022



# التحليل الوظيفي لآلة نسيج ثلاثي البعد معدلة

## باستخدام مخطط FAST

الدكتورة: راميه المحمد

قسم هندسة الغزل والنسيج - كلية الهندسة الكيميائية والبتروولية -

جامعة البعث

### ملخص البحث:

يهدف هذا البحث لوضع دفتر الشروط لآلة نسيج معدلة لإنتاج قماش ثلاثي البعد ذو مواصفات خاصة عن طريق استخدام التحليل الوظيفي (FAST Diagram). لذلك تم الانطلاق من دراسة التحليل الوظيفي لآلة النسيج التقليدية والذي سيقودنا إلى الكشف عن دفتر شروط آلة النسيج، ثم تم وضع الحلول التقنية من حيث الاحتفاظ ببعض الوظائف وتطوير جزء منها للحصول على تصميم الآلة المطلوبة لإنتاج بنى نسيجية ثلاثية البعد.

تم التوصل للتحليل الوظيفي المطلوب و أصبحت الآلة بشكل عام واضحة للبدء بتصميم وتنفيذ الجزء الميكانيكي والتحكمي.

**الكلمات المفتاحية :** نسيج ثلاثي البعد، التحليل الوظيفي لآلة نسيج، دفتر شروط آلة النسيج، وظائف آلة النسيج التقليدية.

# *Functional Analysis of a Modified 3D Weaving Machine Applying FAST Diagram*

## **Abstract:**

This research aims to develop the technical catalog of a modified weaving machine to produce a three-dimensional fabric with special specifications by using functional analysis (FAST Diagram). Therefore, we proceeded from the study of the functional analysis of the traditional weaving machine, which will lead us to the find the technical catalog of weaving machine.

Then, technical solutions were developed by retaining some functions and developing part of them to obtain the new design of weaving machine for producing three-dimensional textile structures.

The required functional analysis was reached and the machine in general became clear to start designing and implementing the mechanical and control part.

**Key words:** Three-dimensional fabric, weaving machine functional analysis, Technical catalog of weaving machine, Traditional weaving machine functions.

## 1. مقدمة :

نتيجةً للتقدم الكبير في مجال الصناعة لإنتاج أنواع جديدة من الأقمشة لتلبي متطلبات السوق تم التوجه لإنتاج قماش ثلاثي الطبقات معدّل و ذلك بإدخال مواد جديدة داخل طبقات القماش ولكن استحالة تنفيذه على آلة النسيج الموجودة في المعامل، تم اقتراح تصميم آلة جديدة بالاعتماد على الآلة التقليدية ولكن بإضافة بعض المعدات الجديدة على الآلة. تم اقتراح تعديل بعض الأجزاء الميكانيكية، كذلك إضافة أجزاء أخرى و بالتالي تعديل في الأجزاء التحكمية والبرنامج التحكمي للآلة حسب الهدف الجديد المرجو من الآلة.

قبل التوجه لتصميم الآلة، تم وضع مخطط توضيحي للآلة بناءً على الهدف المرجو وهو نسيج ثلاثي البعد معدّل، باستخدام مخطط فاست.

تعتمد تقنية تحليل الوظائف (FAST) Function Analysis System Technique أو ما يسمى بمخطط فاست على إنشاء رسم بياني يوضح العلاقات المنطقية بين الوظائف أو المهام الموجودة بمشروع، خدمة، منتج أو آلة .. بحيث يساعد هذا المخطط على تحديد المشكلة والتفكير في حلها بموضوعية و ذلك بالاعتماد على طرح ثلاث أسئلة وهي : كيف نحقق هذه الوظيفة؟ ولماذا ننفذها؟ و متى تعمل عدة وظائف معاً [2,1].

يهدف مخطط فاست لتحديد الوظيفة الأساسية للهدف المدروس ( مشروع، منتج، آلة ... ) و ايجاد الوظائف المفقودة أو الوظائف غير الضرورية ومن ثم تحديد المشكلات وتبسيطها وتوضيحها وتنظيم العلاقات بين الوظائف وفهماها[3].

من أجل وضع مخطط فاست لا بد من بداية من :

1. مخطط تحديد الحاجة : يعطي هذا المخطط وصفاً موجزاً للحاجة الواجب أن يستجيب لها مشروع الدراسة من خلال بيان الغرض منه، وما هو العنصر أو العناصر التي تعمل عليها، والجهاز الذي سيتم استخدامه للاستجابة [3][4,5].
2. مخطط التوصيف الوظيفي : من أجل تحديد الوظائف الرئيسية FPi (الاستجابة للاحتياجات) والوظائف المقيدة FCi (الشروط الواجب التقيد بها من أجل الاستجابة الصحيحة للاحتياجات) [2,1,5].

## 2. هدف البحث :

ايجاد مخطط تحليل الوظائف (مخطط فاست) لآلة نسيج ثلاثية البعد لتحديد الوظائف الرئيسية و كذلك تحديد الوظائف الإضافية وبالتالي وضع المخطط التصميمي النهائي للآلة الجديدة.



## 3. المواد وطرق البحث :

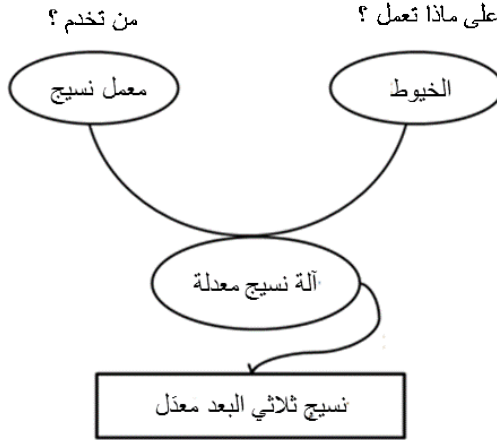
تم في البداية دراسة دفتر شروط آلة النسيج التقليدية.

## 1.3. دراسة دفتر شروط آلة النسيج

من أجل تقديم دراسة الآلة الجديدة، استخدمنا الأدوات التقليدية للتحليل الوظيفي التي توصلنا إلى دفتر شروط (مواصفات) هذه الآلة [8]. .

## 1.1.3 تحديد الحاجة

يوضح الشكل (1) مخطط تحديد الحاجة بعد تعريف آلة النسيج بأنها وسيلة للاستجابة للحاجة، سندرس بيئتها وتفاعلاتها المختلفة معها.

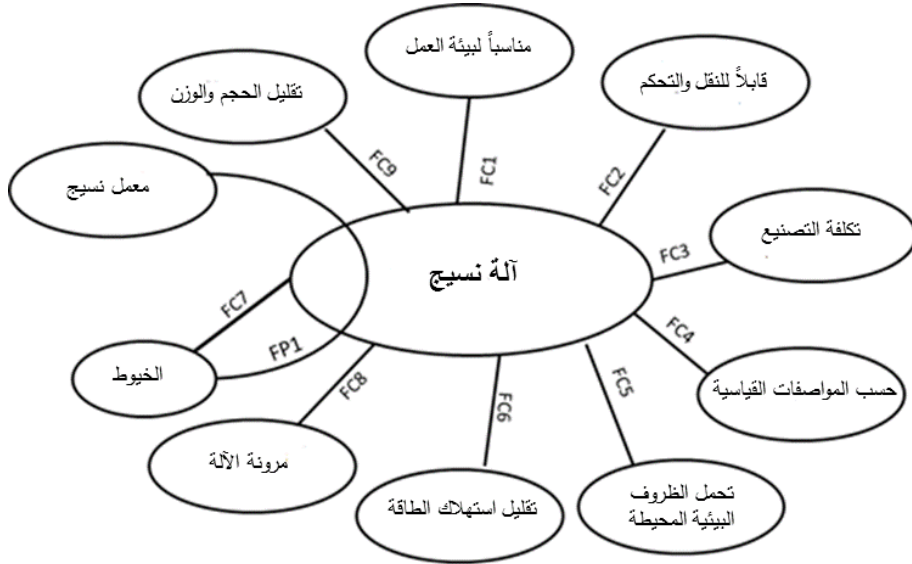


الشكل (1) : مخطط تحديد الحاجة

### 2.1.3. وصف بيئة آلة النسيج

يحدد هذا المخطط بيئة آلة النسيج من أجل تحديد الوظائف الرئيسية FPi (الاستجابة للاحتياجات) والوظائف المقيدة FCi (الشروط الواجب التقيد بها من أجل الاستجابة الصحيحة للاحتياجات).

يقودنا تطبيق هذه الأداة على آلة النسيج لدينا إلى الشكل 2.



الشكل (2) : مخطط وصف بيئة آلة النسيج

في حالة آلة النسيج، نقوم بإنشاء وظيفة رئيسية (FP) واحدة و 9 وظائف مقيدة (FC) وهي:

FP1: بتجميع خيوط السداء واللحمة لإنشاء بنية نسيج ثلاثي البعد.

FC1: مناسباً لبيئة العمل.

FC2: قابلاً للنقل والتحكم.

FC3: تقيد بتكلفة التصنيع.

FC4: حسب المواصفات القياسية (من حيث سلامة المستخدمين من وجهة نظر كهربائية أو ميكانيكية، إلخ، أو من حيث التحكم أو المعالجة التي تتم على المواد المستخدمة).

FC5: تحمل الظروف البيئية المحيطة للاستخدام (البيئة المحيطة) ، وتقليل مخاطر التلوث (الضوضاء الصادرة عن الآلة، إلخ).

FC6: تقليل استهلاك الطاقة.

FC7: تحكم في شد الخيوط (الموضع وشد الخيوط).

FC8: تقديم مرونة معينة (في نطاق المنتجات المصنعة).

FC9: تقليل الحجم والوزن.

تبعاً لهدف تصنيع هذه الآلة تم تحديد وظائف مقيدة معينة يجب أخذها في الاعتبار في الأولوية. انطلاقاً من تطوير لنموذج أولي لآلة مخبرية (وليست صناعية) والذي يسمح بالتحقق من صحة تصنيع آلة نسيج معدلة، لم يتم إعطاء اهتمام دائم من جانبنا للكثير من القيود المتعلقة بالتكلفة والطاقة والحجم والوزن وما إلى ذلك.

في دراستنا تم الاهتمام بالوظيفة الرئيسية FP1، بناءً على الدالة المقيدة FC7، مع مراعاة حد أدنى من القيود الأخرى.

يصف الجدول 1 مواصفات هاتين الوظيفتين حيث يمكننا أن نرى البيانات الرئيسية لكل وظيفة من حيث العناصر المميزة، مثل: النمرّة والمواد الأولية المستخدمة للخيوط.

## التحليل الوظيفي لآلة نسيج ثلاثي البعد معدلة باستخدام مخطط FAST

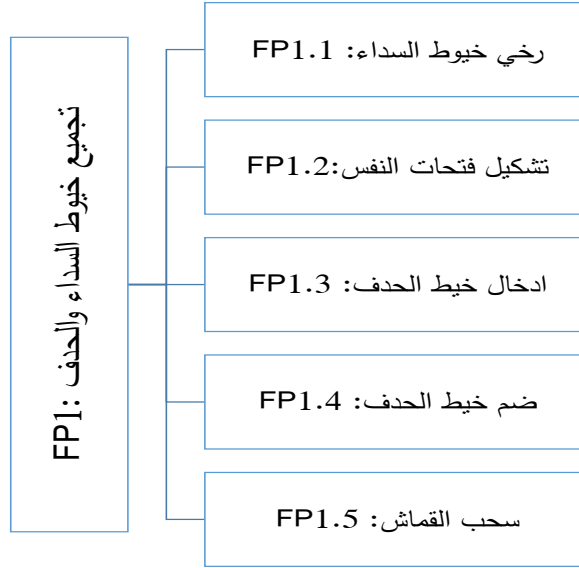
الجدول 1: دفتر الشروط الرئيسي للآلة

	المعايير	العناصر	الوظيفة
FP1	خيط PA 6.6 نمرة dtex940	خيط السداء و الربط	تجميع الخيوط لإنتاج نسيج ثلاثي البعد معدل
	خيط PA 6.6 نمرة dtex 940	خيط الحذف	
	متغير متحكم به	التركيب النسيجي	
	ثلاثي البعد معدل	البنى النسيجية	
	المدة الإجمالية = 1 دقيقة	مدة الدورة النسيجية	
FC7	الشد المسموح به لخيوط السداء $T <$ والحذف	الشد	التحكم بشد الخيوط

بمجرد تحديد دفتر الشروط (المواصفات)، نبحث عن الحلول التكنولوجية المناسبة لتنفيذ هذه الوظائف. ومن المنهجيات شائعة الاستخدام لوصف هذه الحلول هي تقنية نظام تحليل الوظائف (مخطط FAST) [4,5,7].

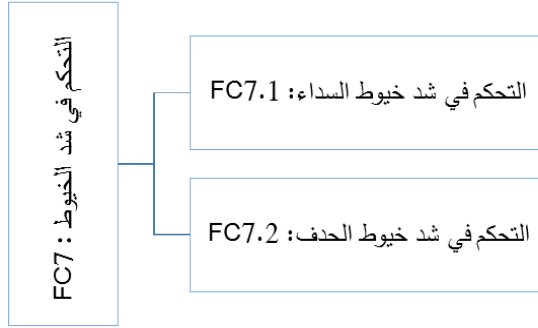
### 2.3. التحليل الوظيفي لآلة النسيج

يسمح استخدام مخطط FAST تطوير كل وظيفة إلى وظائف فرعية تقنية. وتعكس كل واحدة منها المهام اللازمة لتنفيذ الوظيفة المرتبطة بها. يوضح الشكل (3) تحليل وظيفة .FP1



الشكل (3) : مكونات FP1

تحليل الوظيفة FC7 موضحة في الشكل (4).

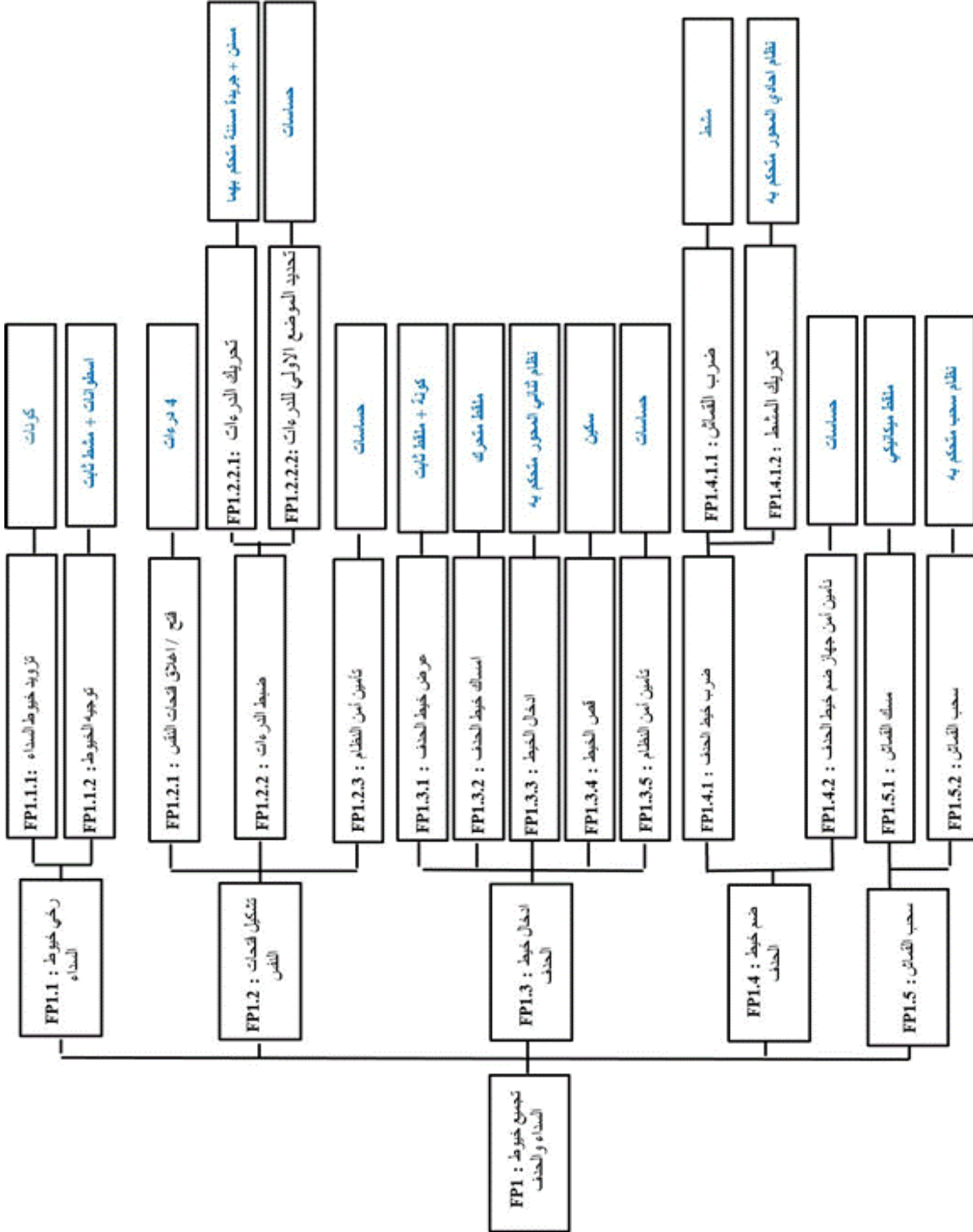


الشكل 4: مكونات FC7

وبالتالي لضمان الشد الأمثل للخيوط، يجب التحكم في شد خيوط السداء وشد خيوط اللحمة وتحقيق هذا الهدف لابد من تفكيك الوظائف التقنية إلى الوظائف الفرعية التقنية، بقدر الضرورة، وفقاً لتعقيد الآلة، للوصول أخيراً إلى الحلول التكنولوجية المحتفظ بها والمنفذة على مستوى العناصر الميكانيكية المستخدمة (درأت، مسننات، جريدة مسننة، ...).

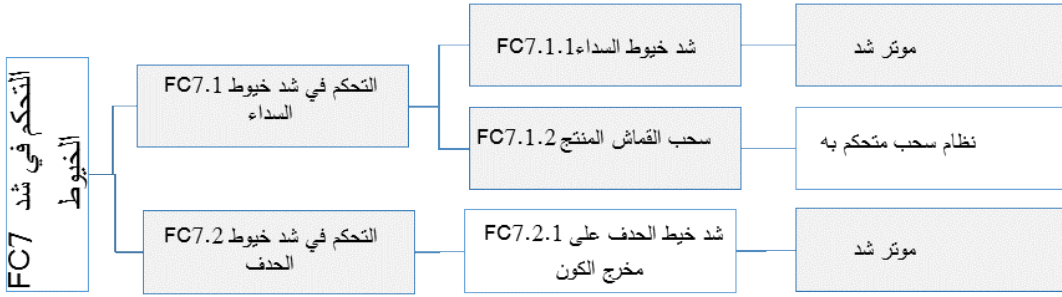
يوضح الشكل 5 والشكل 6 الوظائف الفرعية التقنية المستخدمة واختيار الحلول التكنولوجية المرجوة.

التحليل الوظيفي لآلة نسيج ثلاثي البعد معدلة باستخدام مخطط FAST



الشكل (5): مخطط FAST لوظيفة FP1

في الشكل (5)، يمكننا أن نرى الوظيفة الرئيسية (FP1) مقسمة إلى خمس وظائف تقنية، يتم تقسيمها على التوالي إلى وظائف فرعية تقنية (على مستوى أو مستويين) وتؤدي إلى الحلول التكنولوجية المستهدفة.



الشكل (6): مخطط FAST لوظيفة القيد FC7

يوضح الشكل (6) التفكيك المماثل لـ (FC7). يمكن للعديد من الحلول التقنية تلبية احتياجاتنا.

#### 4. مناقشة النتائج :

توصلنا باستخدام التحليل الوظيفي (FAST Diagram) لمعرفة جميع الوظائف الرئيسية على آلة النسيج ومن ثم معرفة وتحديد الوظائف الثانوية. ومن ثم وضعنا المخطط الأولي للآلة المراد تصنيعها لتصنيع نسيج ثلاثي البعد معدّل وذلك بالمحافظة على الأجزاء الموجودة سابقاً وإضافة أجزاء جديدة لتحقيق الهدف المرجو من الآلة.

5. التوصيات و المقترحات:

1. تصميم وتنفيذ الأجزاء الميكانيكية بما يتناسب مع آلة نسيج مخبرية.
2. إنشاء برنامج تحكمي معدل بما يتناسب مع التعديلات الجديدة على الآلة.
3. إجراء بعض النماذج من النسيج المطلوب.



## 6. المراجع العلمية:

1. Hosseinpour n., Kazemi F. and Mahdizadeh H., 2022.- A cost-benefit analysis of applying urban agriculture in sustainable park design. Land Use Policy 112,105834.
2. Ruiz minguela P. Blanco J. and Jeffery H.,2022.- Technology-Agnostic Assessment of wave energy system capabilities. Energies 15(7), 2624.
3. B. Yannou.,1998.-Analyse fonctionnelle et analyse de la valeur, Laboratoire Productique-Logistique de l'Ecole Centrale, Paris.
4. J. Corbel., 2012.- Management de projet, fondamentaux, méthodes, outils, Groupe Eyrolles, Paris.
5. F. Audry and P. Taillard ., 2010.- La démarche d'analyse fonctionnelle, Guide pour le professeur, Académie Versailles.
6. C. Jouineau., 1993. - Analyse de la valeur, Association française pour l'analyse de la valeur, Paris.
7. Afnor.,1990.- FX50-150/151, analyse de la valeur, analyse fonctionnelle, Association française de normalisation, Paris.

8. Chen X., Taylor L. W. r and Tsai L.-J., 2011. – An overview on fabrication of three-dimensional woven textile preforms for composites, *Textile Research Journal*. vol. 81, n° 9, p. 932-944.

## تحديد محتوى الأفلاتوكسينات في أصناف القمح السوري ومنتجاته موسم 2021 باستخدام HPLC

شريف صادق<sup>(1)</sup> نسرين بيطار<sup>(2)</sup> رواد زهرة<sup>(3)</sup>

### المخلص

تناولت هذه الدراسة تحديد تراكيز الأفلاتوكسينات في أصناف القمح السوري لموسم 2021 وعددها (25) عينة، باستخدام الكروماتوغرافيا السائلة عالية الاداء HPLC-FLD بتقنية الاشتقاق بالخلية الكيميائية الضوئية، حيث تم الحصول على العينات من مركز البحوث الزراعية في دمشق.

بينت النتائج أن 52% من عينات القمح المدروسة ملوثة بالأفلاتوكسين B1، وأن جميع عينات القمح الطري ملوثة بالأفلاتوكسين B1 وتراوح مسوى التلوث بين (0.05-0.271)، في حين بينت الدراسة خلو جميع العينات من الأفلاتوكسينات الثلاثة (B2, G1, G2)، كذلك لوحظ أن جميع عينات القمح القاسي خالية من الافلاتوكسينات الاربعة. بينت النتائج أن 100% من عينات نخالة القمح الطري ملوثة بالأفلاتوكسين B1، و 46% من عينات دقيق القمح الطري ملوثة بالأفلاتوكسين B1، فُورنت النتائج مع المواصفة القياسية السورية رقم 2680 لعام 2008 فكانت جميع العينات الملوثة أدنى من الحد الأقصى المسموح به، وهو (AFB1=2.0 µg/Kg)، كذلك بينت مقارنة نتائج البحث بنتائج الدراسات السابقة أن مستويات تلوث عينات القمح في هذه الدراسة أقل منها في باقي الأبحاث.

كلمات مفتاحية: HPLC, أفلاتوكسينات ، عمود جذب مناعي ، الاشتقاق ، قمح.

(1) أستاذ دكتور، قسم الهندسة الغذائية، كلية الهندسة الكيميائية والبترولية، جامعة البعث.

(2) دكتورة مدرّسة، قسم الهندسة الغذائية، كلية الهندسة الكيميائية والبترولية، جامعة البعث.

(3) طالب دكتوراه، قسم الهندسة الغذائية، كلية الهندسة الكيميائية والبترولية، جامعة البعث.

## Determination of aflatoxins in Syrian wheat cultivars and their wheat products for the 2020-2021 season using HPLC

SH.Sadek<sup>(1)</sup>

N.Al Bitar<sup>(2)</sup>

R. Zahrah<sup>3</sup>

### ABSTRACT

This study dealt with the determination of the concentrations of aflatoxins in the Syrian wheat cultivars for the 2021 season, which numbered (25) samples, using HPLC-FLD high-performance liquid chromatography with the photochemical cell derivatization technique, where the samples were obtained from the Agricultural Research Center in Damascus. The results showed that 52% of the studied wheat samples were contaminated with aflatoxin B1, and that all soft wheat samples were contaminated with aflatoxin B1, while the study showed that all samples were free of the three aflatoxins (B2, G1, G2), and it was also noted that all durum wheat samples were free of aflatoxins. After grinding the infected samples, the results showed that 100% of the soft wheat bran samples were contaminated with aflatoxin B1, and 46% of the soft wheat flour samples were contaminated with aflatoxin B1, the results were compared with the Syrian Standard Specification No. 2680/2008. It is (AFB1 = 2.0 µg/Kg), and the comparison of the results of the research with the results of previous studies showed that the levels of contamination of wheat samples in this study are lower than in the rest of the research.

**Keywords:** HPLC, aflatoxins, immunoaffinity column, derivatization, wheat.

<sup>1</sup>- Professor, Department of Food Engineering, College of Chemical and Petroleum Engineering, Al-Baath University.

<sup>2</sup>- Lecturer, Department of Food Engineering, College of Chemical and Petroleum Engineering, Al-Baath University.

<sup>3</sup>- Ph. D. Student, Department of Food Engineering, College of Chemical and Petroleum Engineering, Al-Baath University.

## 1- مقدمة: 1- Intoduction:

يعد القمح واحد من أكثر المحاصيل أهمية من حيث الإنتاجية مقارنة بباقي المحاصيل في العالم وذلك نظراً لقدرته العالية على التكيف في ظروف المناخ، بالإضافة إلى خصائصه الفريدة حيث من الممكن أن يصنَّع إلى أصناف مختلفة من المنتجات الغذائية [1].

كما يعد القمح من أهم المحاصيل المزروعة عالمياً لما له من أهمية كبيرة في الحفاظ على النظام الغذائي العالمي، ومساهمته كمصدر أساسي للطاقة والبروتين، والفيتامينات، والمعادن، والألياف [2].

يستخدم القمح لإنتاج الدقيق والذي يستخدم عادة في صناعة الخبز والمعكرونة والكعك (المعجنات)، في حين أن النخالة الناتجة عن تصنيع الدقيق والتي تعد غنية بمحتواها من الألياف والتي تستهلك بشكل واسع إما بشكلها المباشر أو كمكون في الأطعمة الأخرى [3]، برز مؤخراً الاهتمام الكبير في زيادة معدل استهلاك الألياف لما له من الأهمية حيث يسهل من عمل الأمعاء والجهاز الهضمي عموماً، كما أنه قد يكون سبب في تخفيض محتمل للإصابة بسرطان القولون، والمستقيم لذلك لقيت منتجات القمح، وبخاصة نخالة القمح اهتماماً متزايداً على مستوى العالم [4].

وعلى الرغم من الدور الرئيسي الذي يلعبه القمح بالنسبة للهرم الغذائي إلا أنه في حال لم تعتمد الممارسات الزراعية الجيدة أثناء زراعة وتخزين حبوب القمح فإن الفطريات الخيطية مثل الفوزاريوم والاسبرجيلوس، وغيرها قد تتطور لتعطي منتجات أيضاً ثانوية تسمى السموم الفطرية [5-6]، يعد تلوث القمح بالسموم الفطرية مشكلة صحية عامة نتيجة السمية العالية لهذه السموم على الإنسان والحيوان على حد سواء كونها تتميز بثباتيتها العالية أثناء عمليات التصنيع التي يخضع لها القمح للحصول على منتجاته الثانوية مثل السميد والدقيق والنخالة [7-8].

تُعرف السموم الفطرية بأنها مركبات أيضية ثانوية سامة ذات أوزان جزيئية منخفضة نسبياً تنتجها مجموعة من الفطريات الخيطية التي يمكن أن تلوث الغذاء البشري أو الأعلاف الحيوانية ابتداءً بالحقل وانتهاءً بالمستهلك، وقد تم إلى يومنا هذا اكتشاف عدة مئات من أنواع السموم الفطرية أهمها:

الأفلاتوكسينات (Aflatoxins) والترايكوتسين (Trichothecen) والأوكراتوكسين (Ochratoxins) والزريرالينون (Zearalenone)، حيث تؤثر هذه السموم بالفعاليات الحيوية لجسم الكائن الحي بشتى الصور وربما تؤدي في نهاية المطاف إلى هلاكه إذا ما تناولها بمستويات تفوق الحدود المتفق دولياً على السماح بوجودها في المواد الأولية سواء تلك المستعملة في غذاء الانسان أو التي تدخل في صناعة الأعلاف الخاصة بالحيوانات الداجنة [9].

تلوث هذه السموم 25% من الحبوب المستهلكة في العالم [10]، حيث تنتقل إلى المنتجات الغذائية في مراحل مختلفة من الإنتاج والمعالجة خاصة في ظروف الرطوبة ودرجة الحرارة الملائمة [11]، وقد حظيت الأفلاتوكسينات باهتمام كبير على مستوى العالم لأنها من أشهر السموم الفطرية وقد تناولتها الكثير من الأبحاث حول العالم نظراً لخطورتها على الإنسان والحيوان على حد سواء، وقد ثبت أنها تسبب آثاراً صحية ضارة على البشر تعددت بين تليف الكبد أو حتى تلف الكبد الحاد، بالإضافة إلى تحريض الأورام السرطانية والتأثيرات المسخية وكبت المناعة [12] [13]، والأفلاتوكسينات عبارة عن منتجات أيض ثانوية سامة تنتجها الفطريات والأعفان من نوع (Aspergillus flavus) والتي تنمو على مجموعة متنوعة من المنتجات الزراعية والحبوب كالذرة والقمح والبقول السوداني والسمسم وغيرها [14] [15]، ومن بين 18 نوعاً مختلفاً من الأفلاتوكسينات المعروفة عالمياً فإن الأنواع الرئيسية التي تم عزلها واستخلاصها بشكل يقع متألقة هي الأفلاتوكسينات الأربعة B1, B2, G1, G2 إذ تشير

الحروف إلى لون التآلق الذي تظهره البقع على صفائح الكروماتوغرافيا الورقية عند فحصها تحت الأشعة فوق البنفسجية، ويرمز الحرف B إلى اللون الأزرق والحرف G إلى اللون الأخضر أما الأرقام 1,2 فتتميز إلى معامل الترحيل (RF) (rate of flow) التي تظهرها البقع على صفائح TLC (Meerdink, 2004)، وبحسب ترتيب السمية فإنها تصنف على النحو التالي AFB1 < AFG1 < AFB2 < AFG2 [16] [17].

حيث يعد الأفلاتوكسين (AFB1) أخطر الأفلاتوكسينات ومن أهم مسببات سرطان الكبد المعروفة في الثدييات [18] [19]، وتصنفه الوكالة الدولية لأبحاث السرطان (IARC) كمسرطن من المجموعة الأولى [20].

## 2- أهمية وهدف البحث:

### 2- The importance and purpose of the research:

انطلاقاً من خطورة السموم الفطرية (الأفلاتوكسينات) كونها لا تعرض صحة الإنسان والحيوان للمخاطر فحسب بل وتؤثر على الأمن الغذائي العالمي، فقد أكدت منظمة الصحة العالمية بالتعاون مع منظمة الأغذية والزراعة وهيئة دستور الغذاء على أهمية تقييم المخاطر لهذه السموم من خلال تحديد وضبط مستويات التلوث في الأغذية، وإيماناً منّا بأهمية القمح ومنتجاته في حياتنا اليومية كون الجرعة اليومية لاستهلاك القمح ومنتجاته عالية في بلادنا، ولعدم وجود معلومات عن مستويات التلوث في أصناف القمح الموجودة في سورية جاء الهدف من هذا البحث للتعين المتزامن للأفلاتوكسينات الأربعة B1, B2, G1, G2 وفق تقانة HPLC-FLD مع اشتقاق بالخلية الكيميائية الضوئية في أصناف القمح السوري بنوعيه القاسي والطري، ومقارنة النتائج بنتائج البحوث السابقة العربية والعالمية، ومقارنتها بالموصفة القياسية السورية رقم 2680 لعام 2008 الخاصة بالحدود القصوى للسموم الفطرية المسموح بها في الأغذية والأعلاف (الميكوتوكسينات).

### 3- مواد وطرائق البحث:

#### 3- Materials and Methods:

##### 3-1- المواد والمحاليل المستخدمة:

##### 3-1- Materials and Solvents:

الجدول (1): يبين المواد والمحاليل والشركة المصنعة

اسم المادة	درجة النقاوة	الشركة المصنعة	الدولة المصنعة
مزيج عياري للأفلاتوكسينات	99.0%≤	SUPELCO	USA
ميثانول (Methanol, CH <sub>3</sub> OH)	99.0%≤	Merck	Germany
أسيتونتريل (Acetonitrile, CH <sub>3</sub> CN)	99.0%≤	Merck	Germany
ماء ثنائي التقطير منزوع الشوارد	-----	Billerica	USA
ملح كلوريد الصوديوم	98.8%≤	TEK IM	England
محلول PBS	-----	محضر مخبرياً	-----

ملاحظة: إن جميع المحاليل والمواد الكيميائية المستخدمة هي ذات درجة عالية من النقاوة (HPLC-grade).



### 3-2- الأجهزة والأدوات المستعملة:

#### 3-2- Apparatus and Tools:

الجدول (2): يبيّن التجهيزات المستخدمة والشركات المصنّعة

بلد التصنيع	الشركة المصنّعة	اسم الجهاز
اليابان	SHIMADZU	جهاز الكروماتوغرافيا السائلة عالية الأداء (HPLC)
ألمانيا	LC tech	خلية الاشتقاق الكيميائية الضوئية
اسبانيا	CRISON	جهاز قياس تركيز شوارد الهيدروجين PH- METER
EU	Grant	حمام مائي يعمل بالأموح فوق الصوتية (Ultrasonic bath)
سويسرا	PRECISA	ميزان تحليلي حساس بدقة وزن تصل إلى gr 0.0001
ألمانيا	MN	عمود نوعي لفصل الأفلاتوكسينات من نوع C18
اسكتلندا	WIDE AFLARHONE	عمود جذب مناعي نوعي (IAC)
بلجيكا	Whatman	ورق ترشيح عادي mm150
المانيا	MN	ورق ترشيح زجاجي 90mm
المانيا	MN	فلتر تنقية خاصة ذات غشاء
المانيا	Buhler	مطحنة مخبرية

### 3-3- تحضير المحاليل والمذيبات:

#### 3-3- Preparation of Solutions and Solvents:

1- الطور المتحرك (mobile phase):

مزيج من الماء والميثانول والاسيتونتريل بنسبة مزج حجمية (15:30:60) على الترتيب، وبعد تمام مزج مكونات الطور المتحرك ينقل الطور المتحرك إلى حمام الأمواج فوق الصوتية لمدة لا تقل عن 20 دقيقة قبل تمريره في جهاز الكروماتوغرافيا السائلة بهدف طرد الغازات المنحلة في الطور المتحرك.

2- المحلول الموقى (PBS):

نقوم بحل 8 غرام ملح كلوريد الصوديوم، 0.2 غرام ملح كلوريد البوتاسيوم، 0.2 غرام  $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ، و 2.92 غرام  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$  بنحو 900 ما من الماء منزوع الشوارد وضبطت بعدها قيمة pH المحلول عند القيمة  $+7.2-0.05$  باستخدام حمض كلور الماء المركز أو محلول 1M من هيدروكسيد الصوديوم، ويتم المحلول حتى 1000 مل في دورق حجمي سعة 1 ليتر بالماء المنزوع الشوارد .

3- تحضير المحاليل العيارية (Preparation of Standard Solutions):

تم تحضير المحليل العيارية لمزيج الأفلاتوكسينات ابتداء من أنبولة 1 مل من المزيج العياري وبتراكيز  $(0.165, 0.53, 0.16, 0.535) \mu\text{g/ml}$  على الترتيب، زود الدورق ببطاقة تعريف، وحفظ بعد تغليفة بورق الألمنيوم في مكان مظلم في المجمدة في درجة حرارة ( $-20^\circ\text{C}$ ) إلى حين استخدامه في تحضير سلسلة المحاليل العيارية.

### 3-4- العينات:

#### 3-4- Sampling:

تم الحصول على العينات من هيئة البحوث الزراعية في دمشق وهي 25 عينة ( 12 عينة من القمح القاسي، و 13 عينة من القمح الطري) وجميعها من أصناف القمح السوري لموسم 2021 تم تغليف العينات في عبوات مناسبة وحفظها في البراد.

جدول (3): بیّن نوع العینات والرمز المقابل لكل عینة.

رمز العینة	نوع العینات	اسم العینة
Sham 4	قمح طري	شام 4
Sham 6	قمح طري	شام 6
Sham 7	قمح طري	شام 7
Sham 8	قمح طري	شام 8
Sham 10	قمح طري	شام 10
Bhoos 4	قمح طري	بحوث 4
Bhoos 6	قمح طري	بحوث 6
Bhoos 8	قمح طري	بحوث 8
Bhoos10	قمح طري	بحوث 10
Doma 2	قمح طري	دوما 2
Doma 4	قمح طري	دوما 4
Doma 6	قمح طري	دوما 6
Jolan 2	قمح طري	جولان 2
Sham 1	قمح قاسي	شام 1
Sham 3	قمح قاسي	شام 3
Sham 5	قمح قاسي	شام 5
Sham 9	قمح قاسي	شام 9
Doma 1	قمح قاسي	دوما 1
Doma 3	قمح قاسي	دوما 3
Bhoos 5	قمح قاسي	بحوث 5
Bhoos 7	قمح قاسي	بحوث 7
Bhoos 9	قمح قاسي	بحوث 9
Bhoos H	قمح قاسي	بحوث H
Horani	قمح قاسي	حوراني
Exad	قمح قاسي	اكساد 65

### 3-5- استخلاص وتنقية العينة:

#### 3-5- Extraction and purification of Aflatoxin:

حضرت العينة المدروسة على النحو الآتي ( وفق الإجراءات الواردة في النشرة المرفقة بأعمدة الجذب المناعي (lac):

- تطحن العينة باستخدام مطحنة مخبرية خاصة حيث يوزن 50 غرام من العينة، ويضاف إليها 5 غرام من كلوريد الصوديوم إلى وعاء الخلط، ثم يضاف 100 مل من الميثانول 80% (20:80 v:v) ميثانول وماء إلى وعاء الخلط حيث تمزج بسرعة عالية لمدة 2 دقائق.

- يرشح المزيج الناتج عن الخلط بورق ترشيح عادي من نوع (whatman No. 113) ثم نأخذ 2 مل من الرشاحة ويضاف لها 14 مل من محلول بفر سالين (PBS).

- ترشح الخلاصة الممددة عبر ورق ترشيح مصنوع من ألياف زجاجية دقيقة لإزالة العكر المتبقي.

- يمرر المزيج من خلال عمود الجذب المناعي بمعدل 2 مل ادقيقة (1-2 نقطة في الثانية).

- يغسل العمود بتمرير 20 مل من بفر سالين من خلال العمود.

- يمرر الهواء خلال العمود للتخلص من السوائل المتبقية ضمنة.

- تتم عملية اقتلاع الأفلاتوكسينات من خلال العمود وذلك بتمرير 1.5 مل من الميثانول النقي ثم بتمرير 1.5 مل من الماء منزوع الشوارد وذلك بمعدل نقطة في الثانية.

- تجمع نواتج الاقتلاع في عبوة خاصة وترشح باستخدام مرشح غشائي خاص بمسامية  $0.45 \mu\text{m}$  ويؤخذ منها 1 مل توضع في فيال خاص بجهاز الـ HPLC لتصبح جاهزة لبدء عملية التحليل عبر حقن الخلاصة الناتجة في الجهاز.

### 3-6- تحديد الأفلاتوكسينات باستخدام تقانة Hplc:

#### 3-6- Determination of AFLATOXIND by Hplc technique:

كان لا بد من انتقاء تقانة عالية الحساسية لضبط المستويات المنخفضة من التلوث بالأفلاتوكسينات حيث استخدمت تقانة (HPLC-FLD) لتحليل العينات، وذلك باستخدام جهاز من شركة (Shimadzu, Kyoto, Japan) مع مكشاف الفلورة (FLD)، وقد استخدم لهذا الغرض عمود فصل كروماتوغرافي من نوع C18 (MACHEREY-NAGEL, 150L×4.6mm I.D, 5µm) مقدم من شركة (Germany) مع عمود حماية (C18 (10L×4.6mm I.D, 5µm, MN) يوضع بين الحاقن الآلي والعمود الكروماتوغرافي، وطور متحرك من الماء: الميثانول: الأسيتونتريل بنسب مزج حجمية (15:30:60) على الترتيب، بالإضافة الى معدل سرعة تدفق (1 ml/min) ، وحجم الحقنة (20µm)، عند درجة حرارة عمود 40°C، وعند أطوال موجية لمكشاف الفلورة (طول موجة الاثارة 365nm، وطول موجة الإصدار 440nm) خلال زمن تحليل لم يتجاوز 10 دقيقة. تم استخدام الاشتقاق بالخلية الكيميائية الضوئية (LC Tech, Germany) UVE حيث توضع بين عمود الفصل الكروماتوغرافيا ومكشاف الفلورة، يتم إظهار المنحنيات البيانية ومعالجتها باستخدام برنامج (LC Solution) موجود على الحاسوب.

تم تحديد نسبة الاسترجاع المئوية (Recovery Percentage) وذلك باضافة أربعة تراكيز عيارية من مزيج الأفلاتوكسينات إلى عينات خالية من الأفلاتوكسين، وأعيد استخلاصها وفق الطريقة الموصوفة لنحصل على النتائج المبينة في الجدول رقم (2)

الجدول (4): نسب الاسترجاع للأفلاتوكسينات الأربعة في حبوب القمح

Aflatoxins	spiked aflatoxins µg/Kg*	Wheat Mean Recovery (%) ± RSD** (%)
AFB1	0.6687	97.7± 2.2
	1.337	95.4± 1.9
	2.675	99.8± 2.5
	5.350	98.8± 1.8
AFB2	0.206	98.2± 1.5
	0.4125	96.8± 1.9
	0.825	97.1± 2.3
	1.650	99.7± 2.3
AFG1	0.6625	98.9± 2.8
	1.325	97.3± 1.8
	2.650	99.0± 2.5
	5.30	97.2± 1.4
AFG2	0.2	97.6± 1.2
	0.4	98.0± 1.7
	0.8	99.4± 1.4
	1.60	96.9± 2.1
*متوسط نسبة الاسترجاع المئوية لكل من المركبات لخمس مكررات. **متوسط الانحراف المعياري النسبي المئوي.		

#### 4- النتائج والمناقشة:

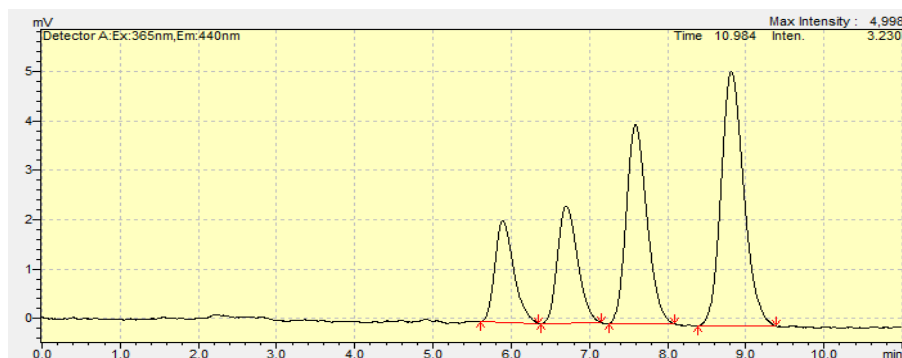
#### 4- Results and Discussion:

#### 4-1- النتائج:

#### 4-1- Results:

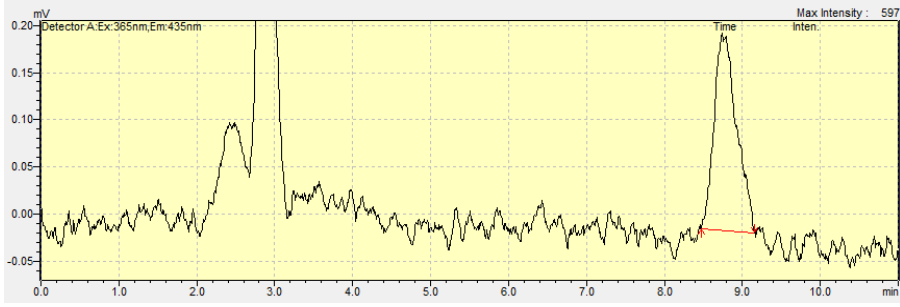
بينت نتائج البحث أن 52% من عينات القمح المدروسة ملوثة بالأفلاتوكسين B1 في حين أن 100% من عينات القمح الطري ملوثة بالأفلاتوكسين B1، بنسب تراوحت بين  $(0.050 - 0.270) \mu\text{g/Kg}$  وبمعدل قدرة  $0.167 \mu\text{g/Kg}$ ، ولوحظ أن جميع العينات أي بنسبة 100% دون الحد الأقصى المسموح في المواصفة القياسية السورية رقم 2680 لعام 2008 الخاصة بالحدود القصوى المسموح بها في الأغذية والأعلاف وهو  $(2.0 \mu\text{g/Kg})$  للأفلاتوكسين B1 و  $(4.0 \mu\text{g/Kg})$  بالنسبة لمجموع الأفلاتوكسينات الأربعة المسموح به.

كما بينت الدراسة خلو عينات القمح القاسي كلياً من التلوث بالسموم الفطرية حيث لم يسجل تلوث أي من العينات والتي عددها 12 عينة والتي تناولتها الدراسة بأي من الأفلاتوكسينات الأربعة كما هم موضح في الجدول رقم (3)، وفيما يلي نستعرض بعض الكروماتوغرامات لبعض عينات البحث .

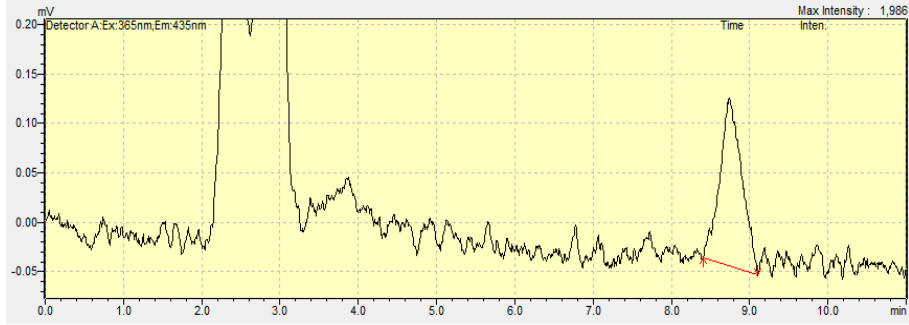


الشكل (1): كروماتوغرام لمحلول عياري

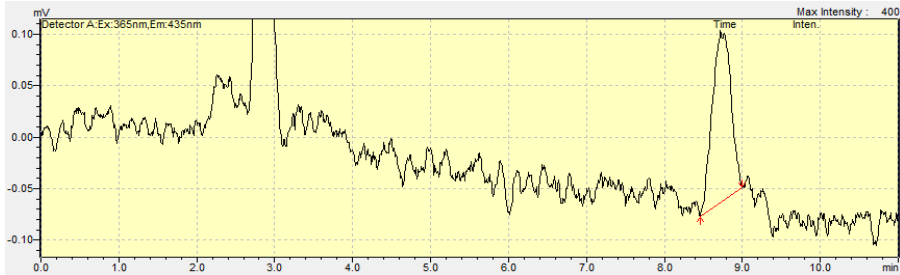
لمزيج الأفلاتوكسينات ( $B_1, B_2, G_1, G_2$ )، على الترتيب.



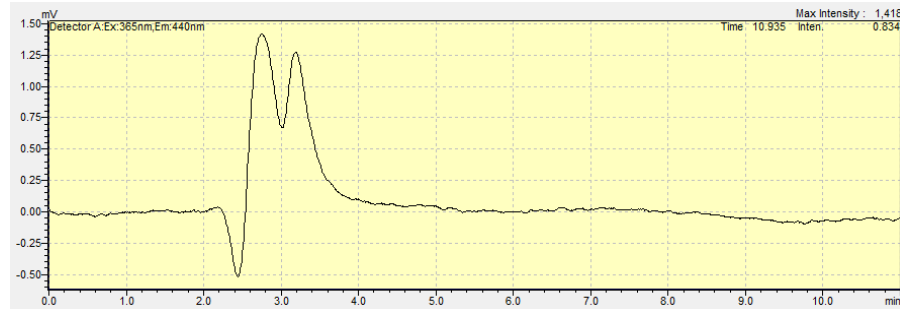
الشكل (2): كروماتوغرام للعينة (شام 10).



الشكل (3): كروماتوغرام للعينة (دوما 2).



الشكل (4): كروماتوغرام للعينة (دوما 4).



الشكل (5): كروماتوغرام للعينة (اكساد).



الجدول (5): تراكيز الأفلاتوكسينات الأربعة B1,B2,G1,G2 مقدره بتركيز  $\mu\text{g}/\text{Kg}$  في عينات القمح الطري والقاسي.

Sample name	AFB <sub>1</sub>	AFB <sub>2</sub>	AFG <sub>1</sub>	AFG <sub>2</sub>	Aft
Sham 4	0.195±1.05	ND*	ND	ND	0.195±1.05
Sham 6	0.162±1.24	ND	ND	ND	0.162±1.24
Sham 7	0.149±2.03	ND	ND	ND	0.149±2.03
Sham 8	0.197±1.74	ND	ND	ND	0.197±1.74
Sham10	0.271±1.82	ND	ND	ND	0.271±1.82
Bhoos 4	0.102±1.61	ND	ND	ND	0.102±1.08
Bhoos 6	0.05±1.94	ND	ND	ND	0.257±1.47
Bhoos 8	0.113±1.22	ND	ND	ND	0.113±1.22
Bhoos10	0.164±1.73	ND	ND	ND	0.164±1.73
Doma 2	0.219±2.11	ND	ND	ND	0.219±2.11
Doma 4	0.206±1.57	ND	ND	ND	0.206±1.57
Doma 6	0.196±1.08	ND	ND	ND	0.196±1.08
Jolan 2	0.177±1.87	ND	ND	ND	0.177±1.87
Sham 1	ND	ND	ND	ND	ND
Sham 3	ND	ND	ND	ND	ND
Sham 5	ND	ND	ND	ND	ND
Sham 9	ND	ND	ND	ND	ND
Doma 1	ND	ND	ND	ND	ND
Doma 3	ND	ND	ND	ND	ND
Bhoos 5	ND	ND	ND	ND	ND

تحديد محتوى الأفلاتوكسينات في أصناف القمح السوري ومنتجاته موسم 2021 باستخدام HPLC

Bhoos 7	ND	ND	ND	ND	ND
Bhoos 9	ND	ND	ND	ND	ND
Bhoos H	ND	ND	ND	ND	ND
Horani	ND	ND	ND	ND	ND
Exad	ND	ND	ND	ND	ND
*ND : لم يُكتشف.					

بعد طحن العينات الملوثة بالأفلاتوكسينات باستخدام مطحنة مخبرية من نوع بوهرلر وبنسبة استخراج 70 % وحددت نسبة الاستخراج باستخدام مناخل قياسية وبتطبيق طريقة التحليل السابقة المطبقة في تحري الأفلاتوكسينات في عينات القمح السوري:

- بينت نتائج البحث أن 100 % من عينات نخالة القمح الطري ملوثة بالأفلاتوكسين B1، بنسب تراوحت بين  $(0.048 - 0.257) \mu\text{g}/\text{Kg}$  وبمعدل قدرة  $0.144 \mu\text{g}/\text{Kg}$ ، ولوحظ أن جميع العينات أي بنسبة 100% كانت دون الحد الأقصى المسموح في المواصفة القياسية السورية رقم 2680 لعام 2008 الخاصة بالحدود القصوى المسموح بها في الأغذية والأعلاف وهو  $2.0 \mu\text{g}/\text{Kg}$  للأفلاتوكسين B1 وبنسبة  $4.0 \mu\text{g}/\text{Kg}$  بالنسبة لمجموع الأفلاتوكسينات الأربعة المسموح.

الجدول (6): تراكيز الأفلاتوكسينات الأربع B1,B2,G1,G2 مقدره بتركيز  $\mu\text{g}/\text{Kg}$  في عينات النخالة الناتجة عن طحن عينات القمح الملوثة بالأفلاتوكسينات

Sample name	AFB <sub>1</sub>	AFB <sub>2</sub>	AFG <sub>1</sub>	AFG <sub>2</sub>	Aft
Sham 4	0.181±2.12	ND*	ND	ND	0.181±2.12
Sham 6	0.157±1.70	ND	ND	ND	0.157±1.70
Sham 7	0.137±2.18	ND	ND	ND	0.137±2.18
Sham 8	0.182±1.29	ND	ND	ND	0.182±1.29
Sham10	0.253±1.06	ND	ND	ND	0.253±1.06
Bhoos 4	0.092±1.44	ND	ND	ND	0.092±1.44
Bhoos 6	0.048±2.38	ND	ND	ND	0.048±1.71
Bhoos 8	0.101±1.81	ND	ND	ND	0.101±1.81
Bhoos10	0.153±1.56	ND	ND	ND	0.153±1.56
Doma 2	0.201±2.07	ND	ND	ND	0.206±2.07
Doma 4	0.190±1.82	ND	ND	ND	0.194±1.82
Doma 6	0.182±1.34	ND	ND	ND	0.186±1.34
Jolan 2	0.166±1.52	ND	ND	ND	0.166±1.52
ND* : لم يُكتشف.					

- بينت نتائج البحث أن 46 % من عينات دقيق القمح الطري - المتحصل عليها من طحن عينات القمح الملوثة - ملوثة بالأفلاتوكسين B1، بنسب تراوحت بين  $\mu\text{g}/\text{Kg}$  (0.011 - 0.017) وبمعدل قدرة  $0.014 \mu\text{g}/\text{Kg}$ ، ولوحظ أن جميع العينات أي بنسبة 100% كانت أقل من الحد الأدنى المسموح في المواصفة القياسية السورية رقم 2680 لعام 2008 الخاصة بالحدود القصوى المسموح بها في الأغذية والأعلاف

تحديد محتوى الأفلاتوكسينات في أصناف القمح السوري ومنتجاته موسم 2021 باستخدام HPLC

وهو  $0.2 \mu\text{g/Kg}$  للأفلاتوكسين B1 وبنسبة  $4.0 \mu\text{g/Kg}$  بالنسبة لمجموع الأفلاتوكسينات الأربعة المسموح.

الجدول (7): تراكيز الأفلاتوكسينات الأربع B1, B2, G1, G2 مقدره بتركيز  $\mu\text{g/Kg}$  في عينات الطحين الناتجة عن طحن عينات القمح الملوثة بالأفلاتوكسينات

Sample name	AFB <sub>1</sub>	AFB <sub>2</sub>	AFG <sub>1</sub>	AFG <sub>2</sub>	AFt
Sham 4	0.011±1.95	ND*	ND	ND	0.011±1.49
Sham 6	ND	ND	ND	ND	ND
Sham 7	ND	ND	ND	ND	ND
Sham 8	0.012±2.20	ND	ND	ND	0.011±2.20
Sham	0.014±1.95	ND	ND	ND	0.014±1.95
Bhoos	ND	ND	ND	ND	ND
Bhoos	ND	ND	ND	ND	ND
Bhoos	ND	ND	ND	ND	ND
Bhoos	ND	ND	ND	ND	ND
Doma 2	0.013±1.88	ND	ND	ND	0.013±1.88
Doma 4	0.012±2.07	ND	ND	ND	0.012±2.07
Doma 6	0.010±1.19	ND	ND	ND	0.010±1.74
Jolan 2	ND	ND	ND	ND	ND
ND* : لم يُكتشف.					

بالمقارنة مع الدراسات السابقة:

في عام 2020 قام Joubrane وآخرون بتحديد الأفلاتوكسينات في 156 عينة من القمح جمعت من مستودعين رسميين في لبنان A,B، وذلك باستخدام تقنية HPLC، بينت نتائج الدراسة أن تراكيز الأفلاتوكسين B1 تراوحت بين  $1.05 \mu\text{g/Kg}$  حتى  $7.36$ ، حيث كانت نسبة التلوث  $23.3\%$  و  $25.3\%$  في كلا المستودعين على التوالي، وبمعدل إجمالي يزيد عن  $2 \mu\text{g/Kg}$ ، توضح مقارنة النتائج مع هذا البحث أن عينات القمح السوري كانت ملوثة بتراكيز أقل منها في الدراسة المذكورة [21].

في عام 2014 قام Felipe وآخرون بجمع 108 عينات من القمح ومنتجاته من الأسواق البرازيلية على النحو التالي 35 عينة من القمح الكامل، 32 عينة من نخالة القمح، 26 عينة من دقيق القمح الكامل، 15 عينة من دقيق القمح المكرر، ومن ثم تحديد الأفلاتوكسينات الأربعة B1,B2,G1,G2، وذلك باستخدام تقنية HPLC، حيث بينت الدراسة أن  $30.6\%$  من إجمالي العينات المحللة ملوثة بالأفلاتوكسين B1 بمعدل تلوث بلغ  $0.6 \mu\text{g/Kg}$ ، حيث سجل القمح الكامل أعلى نسبة تلوث تلاه نخالة القمح ومن ثم دقيق القمح الكامل و سجلت الدراسة وجود عينة واحدة ملوثة بمعدل يزيد عن الحد المسموح في المواصفة البرازيلية وهو  $5 \mu\text{g/Kg}$ ، توضح مقارنة النتائج مع هذا البحث أن عينات القمح السوري كانت ملوثة فقط بالأفلاتوكسين B1 بتراكيز أقل منها في هذه البحث وبترتيب التلوث ذاته حيث كانت عينات القمح الأكثر تلوثاً تلتها عينات نخالة القمح ومن ثم دقيق القمح [22].

في عام 2016 قام Namjoo وآخرون بجمع 34 عينة من قمح الأسواق الإيرانية، ومن ثم تحديد الأفلاتوكسينات، وذلك باستخدام HPLC، حيث بينت الدراسة أن  $29.4\%$  من إجمالي العينات المحللة ملوثة بالأفلاتوكسينات، حيث بلغ معدل التلوث بالأفلاتوكسين B1  $6.91 \mu\text{g/Kg}$ ، حيث سجلت الدراسة وجود عينة واحدة ملوثة بمعدل يزيد عن الحد المسموح في المواصفة الإيرانية وهو  $15 \mu\text{g/Kg}$ ، توضح مقارنة النتائج مع هذا البحث أن تراكيز تلوث عينات القمح السوري كانت أقل منها في هذه البحث [23].

في عام 2020 قام Abdel-Fattah وآخرون بجمع 34 عينة من القمح من نقاط بيع مختلفة في مصر، ومن ثم تحديد الأفلاتوكسينات، وذلك باستخدام طريقة HPLC، حيث

بينت الدراسة أن 33.33% من إجمالي العينات المحللة ملوثة بالأفلاتوكسين B1، كما أن 16.6% من عينات الدراسة تجاوز فيها مستوى التلوث الحد الأقصى الذي تسمح به المفوضية الأوربية وهو  $2\mu\text{g}/\text{Kg}$ ، توضح مقارنة النتائج مع هذا البحث أن عينات القمح السوري كانت ملوثة بتركيز أقل منها في هذا البحث [24].

في عام 2017 قام Zhao وآخرون بجمع 32 عينة قمح من المحلات التجارية الصينية، ومن ثم تحديد الأفلاتوكسين B1، وذلك باستخدام طريقة LC-MS/MS، حيث بينت الدراسة أن 18.8% من إجمالي العينات المحللة ملوثة بالأفلاتوكسين B1، حيث بلغ معدل التلوث بالأفلاتوكسين B1  $(0.06)\mu\text{g}/\text{Kg}$ ، توضح مقارنة النتائج مع هذا البحث أن عينات القمح السوري كانت ملوثة كذلك بالأفلاتوكسين B1 بتركيز أعلى منها في هذه البحث [25].

في عام 2020 قام Turksoy and Kabak بجمع 141 عينة قمح من تركيا، ومن ثم تحديد الأفلاتوكسينات الأربعة، وذلك باستخدام طريقة HPLC، حيث بينت الدراسة أن 2% من إجمالي العينات المحللة ملوثة بالأفلاتوكسينات B1, B2، فقط، حيث تراوح معدل التلوث بالأفلاتوكسين B1 بين  $(0.21-0.35)\mu\text{g}/\text{Kg}$  في حين كان معدل التلوث بالأفلاتوكسين B2 بحدود  $0.094\mu\text{g}/\text{Kg}$ ، توضح مقارنة النتائج مع هذا البحث أن عينات القمح السوري كانت ملوثة فقط بالأفلاتوكسين B1 بتركيز تراوحت بين  $(0.050 - 0.270)\mu\text{g}/\text{Kg}$  [26].

## 5- الاستنتاجات والتوصيات:

### 5-Conclusions and Recommendations

- 52% من إجمالي عينات القمح المدروسة ملوثة بالأفلاتوكسين B1.
- جميع عينات القمح الطري ملوثة بالأفلاتوكسين B1 بنسب تراوحت بين  $0.167\mu\text{g}/\text{Kg}$  و  $(0.270 - 0.050)$  وبمعدل قدرة  $0.167\mu\text{g}/\text{Kg}$ .
- جميع العينات الملوثة كانت أدنى من الحد الأقصى المسموح في المواصفة القياسية السورية رقم 2680 لعام 2008 الخاصة بالحدود القصوى المسموح بها في الأغذية

والأعلاف وهو  $2.0 \mu\text{g/Kg}$  للأفلاتوكسين B1 وبنسبة  $4.0 \mu\text{g/Kg}$  بالنسبة لمجموع الأفلاتوكسينات الأربعة المسموح به.

- جميع عينات القمح القاسي خالية كلياً من التلوث بالسموم الفطرية حيث لم يسجل تلوث أي من العينات الـ 12 والتي تناولتها الدراسة بأي من الأفلاتوكسينات الأربعة.

- جميع عينات نخالة القمح الطري المتحصل عليها من طحن العينات المصابة ملوثة بالأفلاتوكسين B1، بنسب تراوحت بين  $0.048 - 0.257 \mu\text{g/Kg}$  وبمعدل قدرة  $0.144 \mu\text{g/Kg}$ .

- 46% من عينات دقيق القمح الطري المتحصل عليها من طحن العينات المصابة ملوثة بالأفلاتوكسين B1، بنسب تراوحت بين  $0.011 - 0.017 \mu\text{g/Kg}$ .

- تبين أن نسبة التلوث بالأفلاتوكسين في العينات المدروسة في هذا البحث أدنى منها في جميع الدراسات السابقة التي تمت المقارنة معها.

- على الرغم من نسبة التلوث والتي تعد منخفضة بالنسبة لباقي الدراسات إلا أننا لا بد أن نأخذ بعين الاعتبار الجرعة اليومية العالية من استهلاك القمح ومنتجاته للفرد الواحد في بلدنا، مما يشكل تهديداً للصحة العامة وبخاصة للأطفال حيث يدخل القمح في تركيب أغلب أغذية الأطفال.

- إن وجود تلوث بالأفلاتوكسين B1 في عينات القمح الطري المدروسة يعد مؤشر خطير لأنه ينذر بوجود إصابة حقلية ويهدد الصحة العامة الأمر الذي يتطلب معالجة عاجلة للأسباب .

- أهمية المراقبة الدورية لمحاصيل القمح السوري وكذلك للأقمح المستوردة.

- مراقبة دورية لجميع المحاصيل الاستراتيجية السورية لضبط التلوث في مراحل مبكرة إن وجد.

- تطوير تقنيات الكشف المبكر عن الإصابة بالفطريات وبالسموم الفطرية.

- التنسيق بين جميع الجهات ذات الشأن بما يضمن سلامة الغذاء في بلدنا الحبيب.

## 6- References

- [1] Shewry P. R, Tatham A. S, 1997- Bio technology of wheat quality. Journal of the Science of Food and Agriculture,73. 397-406.
- [2] Embrapa ,Trigo. 2013 - Available at: <http://www.cnpt.embrapa.br/> Access on: 19 May 2013.
- [3] KARL J. P, et al, 2012 The role of whole grains in body weight regulation. Advances in Nutrition, Madison, v. 3, n. 5, p. 697-707.
- [4] DALTON S. M. et al, 2012- Potential health benefits of whole grain wheat components. Nutrition Today, Boston, v. 47, n. 4, p. 163-174,.
- [5] MYLONA K, et al. 2012- Relationship between environmental factors, dry matter loss and mycotoxin levels in stored wheat and maize infected with Fusarium species. Food Additives & Contaminants, Amsterdam, v. 29, n. 7, p. 1118- 1128.
- [6] GREGORI R, et al, 2013- Dynamics of fungi and related mycotoxins during cereal storage in silo bags. Food Control, Berkshire, v. 30, n. 1, p. 280-287.
- [7] Rapid Alert System For Food And Feed (Rasff): annual report. 2012. Available at: <<http://ec.europa.eu/RASFF>>. Access on: 19 May 2013.
- [8] European Food Safety Authority (EFSA). Mycotoxins. 2012. Available at: <<http://www.efsa.europa.eu/en/aboutefsa.htm>>. Access on: 19 May 2013.
- [9] Creppy E, 2002- Update of survey regulation and toxic effects of mycotoxins in Europe. Department of toxicology, 8;127pp 19-28.
- [10] Devegowda G, Raju M, Afzali N, Swami H , 1998- Proceedings of the 14th Annual Symposium, Nottingham University Press, p. 241.



- [11] Bittencourt. A B F, Oliveira, C A F, Dilkin. P, Correa. B, 2005, Food Control, 16, 117.
- [12] Milhome M, Lima. C, Nascimento R, 2014- Occurrence of aflatoxins in cashew nuts produced in northeastern Brazil. Food Control. 42:34-7.
- [13] Anukul N, Vangnai K, Mahakarnchanakul W, 2013- Significance of regulation limits in mycotoxin contamination in Asia and risk management programs at the national level. J Food Drug Anal ;21:227e41.
- [14] Smela ME, Hamm ML, Henderson PT, Harris CM, Harris TM, Essigmann JM, 2002- The aflatoxin B1 form amidopyrimidine adduct plays a major role in causing the types of mutations observed in human hepatocellular carcinoma. Proceedings of the National Academy of Sciences. 99:6655–60.
- [15] Rawal S, Kim JE, Coulombe R, 2010- Aflatoxin B1 in poultry: toxicology, metabolism and prevention. Res Vet Sci. 89(3):325–31.
- [16] Ammidaa N H S, Micheli L, Palleschi G, 2004- Electrochemical immunosensor array using a 96-well screen-printed microplate for aflatoxin B1 detection. Chim. Acta, 520, 159.
- [17] Xiulan S, Xiaolian. Z, Jian. T, Xiaohong. G, Jun. Z, Chu F S, 2006, *Food Control*, 17, 256.
- [18] Makun. H A, Apeh. D O, Adeyemi. H Y, Nagago, T, Okeke. J O, Mustapha. A, Oyinloye. B A, 2014, Determination of Aflatoxins in Sesame, Rice, Millet and Acha from Nigeria using HPLC. e-Journals in Chemical sciences transactions. 3(4), 1516- 1534.
- [19] Ferre F S, 2016- Worldwide occurrence of mycotoxins in rice. Food control, 62, 291-298.
- [20] International Agency for Research on Cancer-IARC. IARC monographs, 56, 359 (1993).
- [21] Joubrane K, Manyer D, El Khoury A, Awad E, 2020- Co-Occurrence of Aflatoxin B1 and Ochratoxin A in Lebanese Stored Wheat, J Food Port 83(9) :1547-1552.

- [22] Felipe M, Douglas M, Yuri P, Thaís S, Glória D, Marcelo F, Tatiana S, 2014- Determination of Aflatoxins in Wheat, Marketed in Rio de Janeiro, Brazil, Jurnal of Food and nutrition research Technology, Institute of Technology,. v2(10) 671-674.
- [23] Namjoo M, SalMAT f, Joshaghani H, 2016-Quantitive Determination of Aflatoxin by high performance liquid chromatography in wheat Silos in Golestan Province North of Iran.J Public Health. jul; 45(7): 905-910.
- [24] Abdel-Fattah SH, Hathout A, et al.2020- Incidence and exposure assessment of aflatoxins and ochratoxin A in Egyptian wheat. Toxicology reports; 7(11): 867-876.
- [25] Zhao Y, Wang Q, Huang L, 2017 -Aflatoxin B1 and sterigmatocystin in wheat and wheat products fro supermarkets in China, Food addiatives and contaminants: part B. 11(1)
- [26] Turksoy S, Kabak Bm, 2020- Determenation of aflatoxins and Ochratoxin in wheat from different regions of Turkey by HPLC with fluorescence detection. Acta Alimentaria,2020.49(1).pp 118-124.

## تأثير إضافة جنين القمح في الخصائص الريولوجية لنوعين من دقيق القمح مختلفي الاستخراج

الباحثة: د. سوسن بوطه

كلية الهندسة الكيميائية والبترولية - جامعة البعث - سوريا

### المخلص

يُعتبر جنين القمح منتجاً ثانوياً في صناعة طحن القمح، يتميز بقيمة غذائية مرتفعة، ومع ذلك، فإن استخدامه محدود نظراً لتأثيره السلبي في جودة العجين. يهدف هذا البحث إلى تحديد تأثير إضافة جنين القمح في الخصائص الريولوجية لنوعين من دقيق القمح مختلفين في نسب الاستخراج (80-70) %، حيث أُضيف جنين القمح بنسب (0-10-15-20) %، ودرُس تأثيره في خصائص خلط العجين (امتصاصية الماء، زمن تطوّر العجين، الثباتية أثناء العجن، ودرجة ضعف العجين) باستخدام جهاز الفارينوغراف، وخصائص العجين الإنسيابية (قوة العجين - مقاومة العجين للتمدد (المطاطية)) باستخدام جهاز الاكستتسوغراف، بهدف تحديد الدقيق المناسب لإضافة الجنين ونسبة الإضافة الملائمة ونوع المنتج النهائي.

تُظهر نتائج البحث أنّ إضافة جنين القمح في العجين أدّت إلى إحداث تأثير معنوي في الخصائص الريولوجية لكلا نوعي الدقيق، وتشمل التأثيرات الريولوجية: زيادة في امتصاصية الماء بنسبة 1.1% لكل 5% زيادة في نسبة الإضافة، زيادة درجة ضعف العجين (97-94)% لدقيق استخراج (70-80)% على التوالي عند النسبة 20%، ازدياد زمن تطوّر العجين حتى (5.3-5.7) دقيقة لدقيق استخراج (70-80)% على التوالي، تقلّ ثباتية العجين ممّا يجعل العجين أقلّ قدرة على تحمل المعالجات الميكانيكية الطويلة، وتُحدث نسبة الإضافة 20% تأثيراً معنوياً سلبياً في مؤشّرات الفارينوغراف والاكستتسوغراف لذلك يُفضّل استبعادها، في حين تكون النسبة 10% ملائمة لدقيق استخراج 80%، أمّا دقيق استخراج 70% فكان أكثر تحملاً للإضافة 10-15%، ويُنصح بإضافة جنين القمح لمنتجات المخازن التي تستخدم دقيق عالي الاستخراج وزمن تخمير أقلّ.

**الكلمات المفتاحية:** جنين القمح، دقيق استخراج 70%، دقيق استخراج 80%، الخصائص الريولوجية

# Effect of adding wheat germ on the rheological properties of two wheat flour types that differ in extraction rate

Dr. Sawsan Bouta

Faculty of Chemical and Petroleum Engineering, Al-Baath University, Syria

## Abstract

Wheat germ is known as a secondary product of wheat milling industry and considered as a product of high nutritional value. Nevertheless, the use of wheat germ is restricted due to its bad influence on dough properties. This research aims to determine the impact of adding wheat germ on the rheological characteristics of two types of flour differs in extraction rate a (70, 80)%. Wheat germ was added in 3 levels (10, 15, 20)%, and its influence in dough mixing properties (water absorption, dough development time, stability during kneading, degree of dough softening) was studied using farinegraph. Also, extensibility properties of dough (dough strength, dough resistance) were studied using Extensograph. In order to determine the appropriate wheat and suitable addition level of wheat germ and final product.

Results showed that adding wheat germ into dough caused notable influence on rheological properties of both types of wheat flour. This includes: increasing of water absorbance up to 1.1% for every 5% of addition level, increasing of dough softening 94% and 97% at extraction rate of 70% and 80% respectively (20% wheat germ). Also, dough development time was increased up to 5.3 and 5.7 min at extraction rate of 70% and 80% respectively, moreover, dough resistance was decreased which makes dough less able to bear long mechanical processing. The level of 20% of wheat germ was exclusion because it gives negative values in farinograph and Extensograph, while the level of 10% is more suitable for wheat of extraction rate of 70% and 10-15% is more suitable for wheat of extraction rate of 80%. Finally, it is advised to add wheat germ to baked products that uses high extraction ratio of wheat and low time of fermentation

**Key words:** Wheat germ, wheat flour extraction rate a 70% and 80%, rheological characteristics

## Introduction:

Rheology science studies the deformation of the material and its response to stress applied to it. Most foodstuffs are classified under non-Newtonian viscoelastic regimes. Dough can be considered the most distinguished system because of its viscoelastic system that formed from gliadin and glutenin (the gluten complex is a sticky, rubbery protein responsible for forming the structure of dough) (Abang Zaidel *et al.*, 2010).

Rheological measurements are generally used in order to monitor mechanical properties in order to know the behavior of materials during processing, detect the effect of flour components and additives on the behavior of dough during baking industry, and predict the quality of the final product (Dobraszczyk and Salmanowicz, 2008).

The Farinograph is considered the most important experimental rheological device used to monitor the behavior of dough during mixing and kneading. The most important indicators that provides are: **a)** Water absorbance: water absorbance associates directly with the properties of major flour components: gluten and starch, therefore productivity of bakeries. Also it is one of the most important factors that evaluate the "flour strength", and calculate product prices. **b)** Dough development time: which is the time from the beginning of the kneading until the maximum consistency is achieved. It depends on the quality of the gluten, the size of the starch granules, and the percentage of the crumbled starch. **c)** Dough stability: It is one of the quality standards of gluten that describes the viscoelastic properties of the gluten compound formed. **d)** The degree of weakness of the dough: the greater it means, the increase in the weakness of the dough (Dubois *et al.*, 2008 ).

Farinograph also makes it possible to monitor the effect of additives, thus allowing to improve flour processing in term of knowing the quality of flour produced from raw materials of variable quality (Ktenioudaki *et al.*, 2011).

The expandability is unique property of wheat dough, and the Brabender Extensograph instrument is the most common way to measure it by stretching a piece of dough at equal rates in two perpendicular directions in one vertical line (Kieffer *et al.*, 2006). The most important indicators that provides are: **a)** Maximum stretching resistance ( $R_{max}$ ), **b)** The stretching ability of dough (elasticity E). These two indicators are indirectly responsible for the expectation of volume increase of dough during the fermentation process and the capacity (energy). Note that the greater the space the greater of the ability of gas retention by the dough, also boost the capability to ferment, led to a large volume of bread, also the more The stronger the flour, the greater the energy required to stretch the dough (Anderssen *et al.*, 2004).

In recent years, there has been an increase in the consumption of bread made of highly extracted wheat flour, or whole wheat flour, or flour fortified with health-promoting ingredients, for low-extraction wheat flour depletes most of the valuable nutrients, such as dietary fiber, minerals and vitamins, which it loses during the milling stages (Mahmoud *et al.*, 2015).

Wheat germ is an essential source of nutrients due to its distinctive chemical composition, and is used either for direct consumption or to enhance the nutritional value of food products. Also it is composed about (2.5-3%) of wheat kernel and known as secondary product of wheat milling (Boukid *et al.*, 2018). Moreover, it is high in nutritional value because it is considered to be the main source of vitamin E in the wheat grain, and it is also rich in B vitamins, proteins and most essential amino acids. also, it is rich in Saturated fatty acids including oleic acid, linoleic acid,  $\alpha$ -linolenic acid and biofunctional compounds including flavonoids, sterols and glutathione (Verni *et al.*, 2019).

The limited use of wheat germ (WG) in bakery industries is due to its instability during the preservation period of other baked products, as the high activity of lipase and lipoxidase causes the formation of free fatty acids and consequently the appearance of a rancid taste in baked goods (Marti *et al.*, 2014). In addition, the presence of wheat germ negatively

affects the technological quality of flour and more on the stability of the dough. The challenge is to isolate, store and use wheat germ to maintain this high nutritional quality and prevent fat oxidation (Giuseppe *et al.*, 2010).

### **Aim of search:**

This research aims to study the rheological effect of adding wheat germ to two types of flour with different extraction rate, where the addition of wheat germ was in proportions (0-10-15-20)% in order to know the appropriate flour for adding and the best percentage of wheat germ so that its negative effect on the dough is not significant.

### **Materials and Methods:**

#### **Materials:**

- **Wheat germ samples:** Wheat germ samples were taken from two different mills (A and B) that differ from each other in the length of the production line, the technology used in production, and the quality of wheat used. The most important difference between the two mills is that semolina flakes are used in the A mill and not in the B mill. In addition, wheat germ samples of two types of wheat were taken from the mill (A). One of them was used in the process of adding wheat germ to flour.
- **Wheat flour samples:** two flour samples were used in this research, one of which is 70% extraction flour and the other 80% extraction flour produced by the General Company for Mills in the city of Homs, Syria.

#### **Analysis Methods:**

- **Flour and wheat germ tests:**

The moisture of the studied wheat flour and germ samples was determined according to (AACC,44-15,2000), the ash according to

(AACC, 2000, No. 104/1), and the protein content using the Kieldahl method (AACC, 2000, No. 105/1). The percentage of wet and dry gluten and the gluten index according to (AACC, 2000, No. 155), and the percentage of Crude fiber according to (AOAC, 2000).

- **Rheological Tests:**

Farinograph method according to (ICC, No. 115,1999) to determine the indicators of dough mixing: the percentage of water absorbed - the dough development time - the stability of the dough - the degree of dough weakness.

Extensograph method according to (ICC, No. 114,1999) method to determine dough flow indicators.

- **Statistical Analysis:**

Three replicates were performed for all tests, then statistical evaluation of the results was carried out using Minitab version 19.0 at the level of reliability ( $p \leq 0.05$ ).

## **Results and Discussion:**

- **Characterization of the flour and wheat germ samples used:**

Table (1) shows the results of the tests of flour samples, where the high percentage of moisture and gluten in flour extracted 70% compared to flour extracted 80% was noticed. Although there is a clear difference in the percentage of wet and dry gluten, there is no significant difference in the gluten index, which means that there is no significant difference in the quality of gluten, and gluten is considered to be of strong quality in both two types of flour. Whereas water absorbency of 80% extraction flour was greater compared to 70% extraction flour, and this corresponds to (Hadnadev *et al.*, 2011).

Note that the low percentage of moisture, ash and protein for the 70% extraction flour and was due to the low percentage of extraction.



**Table (1): Characterization of the wheat flour samples used**

test	(80%) extraction flour	(70%) extract flour
Moisture content, (%)	13.70 <sup>a</sup>	15.2 <sup>b</sup>
Ash (dm), (%)	0.77 <sup>a</sup>	0.58 <sup>b</sup>
wet gluten, (%) *	21.70 <sup>a</sup>	26.2 <sup>b</sup>
Dry gluten, (%) *	7.60 <sup>a</sup>	0.9 <sup>b</sup>
Gluten Index	970 <sup>a</sup>	98 <sup>a</sup>
Absorbance, (%)	59.70 <sup>a</sup>	58.4 <sup>b</sup>

\* Based on 14% moisture.

\*\* Numbers shares same letter in one line have no significant effect at ( $P \leq 0.05$ ).

dm: dry matter

Table (2) shows the results of tests of wheat germ samples. It was noted that there was no significant difference between the content of the two types of embryo produced by Mill A, while a slight difference is due to the difference in the type of wheat used, However, it is noted that the percentage of protein, fat and the low percentage of fiber were in the samples of the mill germ (B). Comparison with wheat germ samples from mill (A) is evidence of the purity of the germ. That was due to the differences in mill equipment (B) compared to mill (A).

As for fat: The experimental results confirm the theoretical principles that indicate a significant increase in the wheat germ content of fatty substances. As for the ash, a significant increase in the proportion of ash was found in the germ compared to flour, and this indicates the high content of the wheat germ of mineral elements.

**Table (2): Results of wheat germ samples tests (%)**

Sample Name Ratio	Moisture	protein (dm)	fat (dm)	Ash (dm)	Fiber (dm)
A-1	10.6 <sup>a</sup>	23.4 <sup>a</sup>	7.7 <sup>a</sup>	4.6 <sup>a</sup>	6.75 <sup>a</sup>
A-2	11.2 <sup>a</sup>	24.3 <sup>a</sup>	7.0 <sup>a</sup>	4.8 <sup>a</sup>	6.65 <sup>a</sup>
B-1	13.9 <sup>c</sup>	27.5 <sup>b</sup>	8.3 <sup>c</sup>	3.9 <sup>b</sup>	5.21 <sup>b</sup>

\* Numbers shares same letter in the same column have no significant effect at ( $P \leq 0.05$ ).

dm: dry matter

- **Rheological tests:**

**1-Farinograph indicators:**

Figure (1) and Table (3) show the results of adding different percentages of wheat germ to the samples of **80%** extraction flour on the farinograph indicators. It was noted that there was no significant difference in the indicators when adding 10% of wheat germ, whereas the significant difference appears in the percentages 15 and 20%, hence the percentage of absorbed water increases with an increase in the percentage of addition, and the increase is at a rate of 1.1% for every 5% increase in the percentage of the wheat germ, because the fibers have a greater absorbency than flour.

**The development time of the dough:** results showed that this indicator increased significantly when adding 15% of wheat germ, and this when increasing the percentage of addition, the percentage of proteins forming the gluten network decreases, and the amount of water needed to form it increases because the wheat germ granules absorb part of the added water, and the fatty substances impede the formation of the gluten network. Therefore, gluten needs a longer time to form, and this is consistent with (Noori and Sabir, 2019).

**Stability of the dough:** it was noted that this indicator decreases significantly when adding 15-20%, this explained by the wheat germ is a source of reduced glutathione, that causes the continuity of the kneading process and leads the breakdown of the disulfide bonds formed in gluten network and binding of glutathione with it, which finally causes the weakness in stability of dough by increasing the percentage of addition (Noori, & Sabir, 2019).

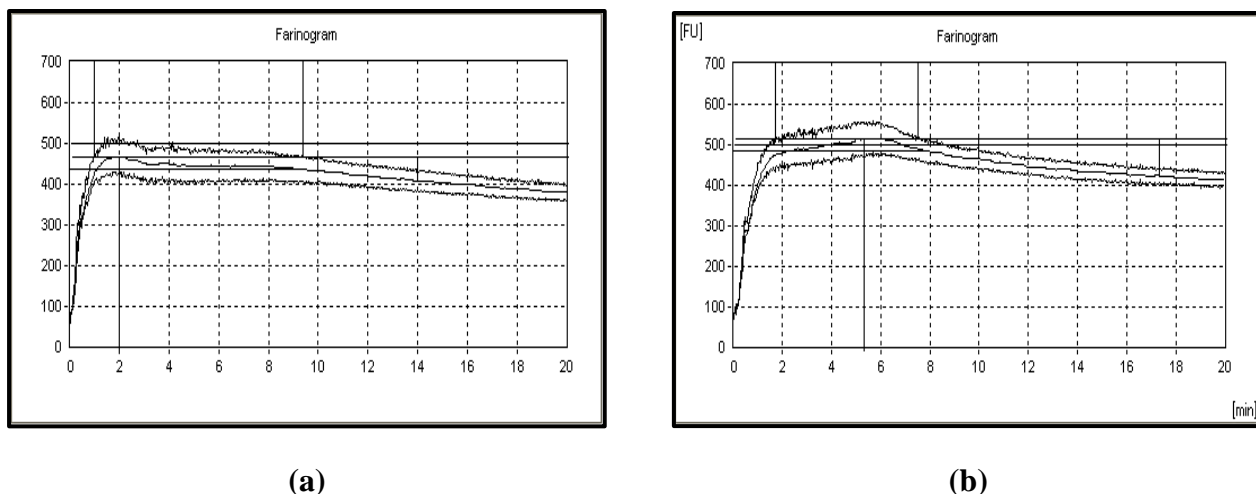
**Degree of dough weakness:** The dough weakness appears significantly when adding 15% of wheat germ and above.

**Table (3): Farinograph results for a sample of 80% extraction flour and its mixtures from wheat germ**

	Flour 80%	Flour +(10% germ)	Flour +(15% germ)	Flour + (20% germ)
<b>Water absorbency*, (%)</b>	<b>58.4<sup>a</sup></b>	<b>58.4<sup>a</sup></b>	<b>58.9<sup>b</sup></b>	<b>59.6<sup>c</sup></b>
<b>Dough development time, (min)</b>	<b>2<sup>a</sup></b>	<b>2<sup>a</sup></b>	<b>5.7<sup>b</sup></b>	<b>5.3<sup>b</sup></b>
<b>immutability, (min)</b>	<b>8.4<sup>a</sup></b>	<b>8.4<sup>a</sup></b>	<b>7.7<sup>b</sup></b>	<b>5.8<sup>c</sup></b>
<b>The degree of weakness (FU)</b>	<b>60<sup>a</sup></b>	<b>60<sup>a</sup></b>	<b>86<sup>b</sup></b>	<b>94<sup>c</sup></b>
<b>Farinograph guide</b>	<b>93<sup>a</sup></b>	<b>93<sup>a</sup></b>	<b>91<sup>b</sup></b>	<b>77<sup>c</sup></b>

\*Water absorption values based on 14%.

\*\* Numbers shares same letter in one line have no significant effect at ( $P \leq 0.05$ ).



**Figure 1: Farinogram of (A): 80% extraction flour + 0%wheat germ, (B): 80% extraction flour + 20% wheat germ**

Figure (2) and Table (4) show the results of adding wheat germ to **70%** extraction flour, where it is noticeable **that water absorbency** increases with the first 10% addition, after that, the effect of adding wheat germ becomes insignificant, research found that the water absorbency increases when increasing the percentage of addition for whole wheat flour (Sun *et al.*, 2015).

**The development time of the dough:** results showed that The dough development time increased in flour of 70% extraction rate up to 5.7 minutes at the addition rate of 20%, that was more than when compared to flour of 80% extraction rate which was 5.3 min at the same addition level.

**the dough stability** was significantly reduced until it reached 4.9 minutes at the 20% addition rate, which is less than the stability of the dough prepared from 80% extraction flour.

**The degree of weakness of the dough:** the dough showed a significant increase in the degree of weakness at the addition of 10%, and

the effect of the added wheat germ percentages of 15-20% was significantly close in weakness indicator.

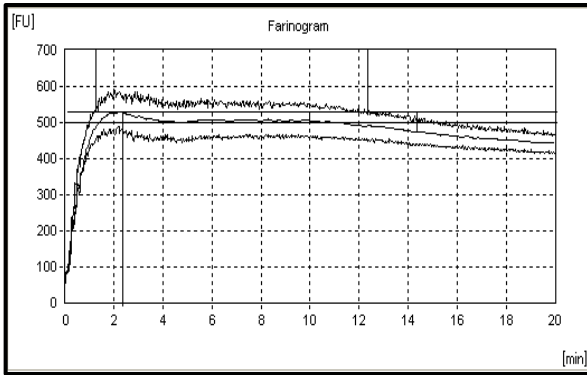
**Farinograph index:** it was found, when comparing tables (3) and (4), that the farinograph index decreases with the increase in the percentage of addition. In flour of 70% extraction rate, the moral effect appears at 10% and reaches a value of (76) at 20% of added wheat germ, which means that 20% causes a similar negative effect in both types of flour.

**Table (4): Farinograph results for a sample of 70% extraction flour and its mixtures from wheat germ**

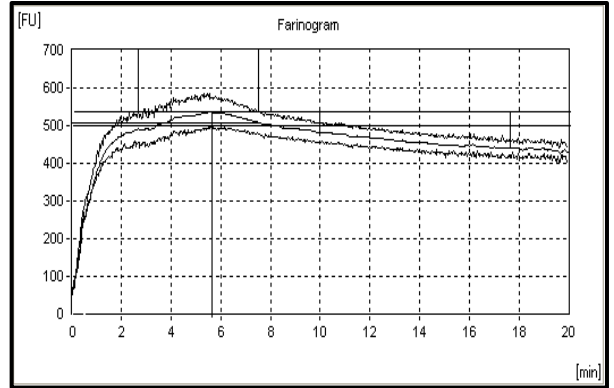
	Flour 70%	Flour +(10% germ)	Flour +(15% germ)	Flour + (20% germ)
<b>Water absorbency*, (%)</b>	<b>59.7<sup>a</sup></b>	<b>61.2<sup>b</sup></b>	<b>61.5<sup>b</sup></b>	<b>62<sup>b</sup></b>
<b>Dough development time, (min)</b>	<b>2.4<sup>a</sup></b>	<b>6.5<sup>b</sup></b>	<b>5.8<sup>b</sup></b>	<b>5.7<sup>c</sup></b>
<b>immutability, (min)</b>	<b>11.1<sup>a</sup></b>	<b>9.3<sup>b</sup></b>	<b>7.1<sup>b</sup></b>	<b>4.9<sup>c</sup></b>
<b>The degree of weakness (FU)</b>	<b>54<sup>a</sup></b>	<b>93<sup>b</sup></b>	<b>98<sup>b</sup></b>	<b>97<sup>b</sup></b>
<b>Farinograph guide</b>	<b>114<sup>a</sup></b>	<b>97<sup>b</sup></b>	<b>90<sup>b</sup></b>	<b>76<sup>c</sup></b>

\*Water absorption values based on 14%.

\*\* Numbers shares same letter in one line have no significant effect at (P≤0.05).



(a)



(b)

**Figure 2: : Farinogram of (A): 70% extraction flour + 0%wheat germ, (B): 70% extraction flour + 20% wheat germ**

## 2-Extensograph indicators:

Figure (3) and Table (5) show the extensograph indicators of flour samples, **80%** extraction rate with the additions. The table shows that there is no significant difference in the **elasticity E**, adding 10% of wheat germ showed a very small improvement in the elasticity, then it returned to the limits of the control sample when adding 15% and decreased at 20% compared to the control.

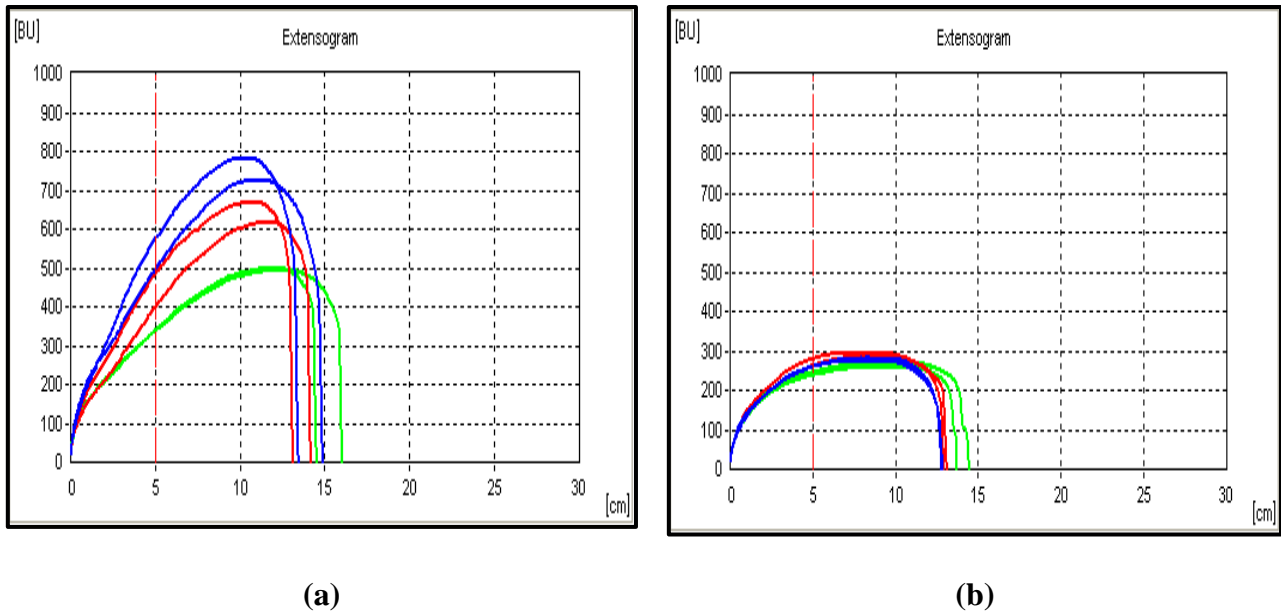
**The resistance R5** showed a direct weakness when increasing the addition rate of wheat germ, and this is expected because the more the addition of wheat germ, the more the weakness of the gluten network. As for the **max resistance R<sub>max</sub>**, there was a clear decrease and also a significant decrease in the **capacity (energy)**, especially at the addition rate of 20%. This shows the weak properties of gluten, as the decrease in the energy needed to expand the dough means that the flour has become weaker, and this leads to a decrease in the volume of baked products.

The shape of the extensogram curve gives an idea of the results that can be expected in the baking phase. Also it gives conceptions of the

appearance of the cross-section of bread loaf. Figure (3) shows the significant difference in the shape of the extensogram between the control sample and the sample when adding 20% wheat germ at 80% extraction rate of flour. The volume of product (B) can be expected to be significantly lower compared to the control (Gómez *et al.*, 2018).

**Table (5): Extensograph results for a sample of flour, 80% extraction with additives from wheat germ.**

sample	fermentation time, (min)	E, (min)	R <sub>5</sub> , (Bu)	R <sub>max</sub> , (Bu)	Energy, (cm <sup>2</sup> )	R/E
Flour	45	153	343	497	102	2.2
	90	137	446	643	112	3.3
	135	142	540	755	138	3.8
Flour + 10% (wheat germ)	45	163	278	377	86	1.7
	90	145	334	445	87	2.3
	135	147	306	418	84	2.1
Flour + 15% (wheat germ)	45	142	289	341	70	2.0
	90	138	328	384	75	2.4
	135	146	326	383	78	2.2
Flour + 20% (wheat germ)	45	141	245	226	57	1.7
	90	130	273	291	57	2.1
	135	128	262	279	53	2.0



**Figure 3: Extension diagram of the flour sample: (A): 80% extraction + 0% wheat germ, (B): sample of 80% extraction flour + 20% wheat germ.**

Figure (4) and Table (6) show the extensograph indicators of flour samples extracting 70% with additions. Table (6) shows that **elasticity E** showed a non-significant decrease at 10% addition rate of wheat germ, and the effect was significant at 20%. Also, the **resistance R5** did not show weakness clearly except when adding 20% when brewing for 45 min, the percentage of addition of 10% did not show a clear weakness, and there was an improvement in the **resistance R5** and the weakness began to appear when brewing for 90 min, and for the **max resistance R<sub>max</sub>**, the weakness appeared clearly from the first addition rate (10 %). Also, there was a decrease in the capacity to retain gas in the dough at 20% of wheat germ.

When studying the **fermentation times**, it was noted that the increase in the fermentation time did not lead to a significant increase in the values of capacity and elasticity at the rates of 10-15% of wheat germ addition levels, and the elasticity decreased at the rate of 20% at the

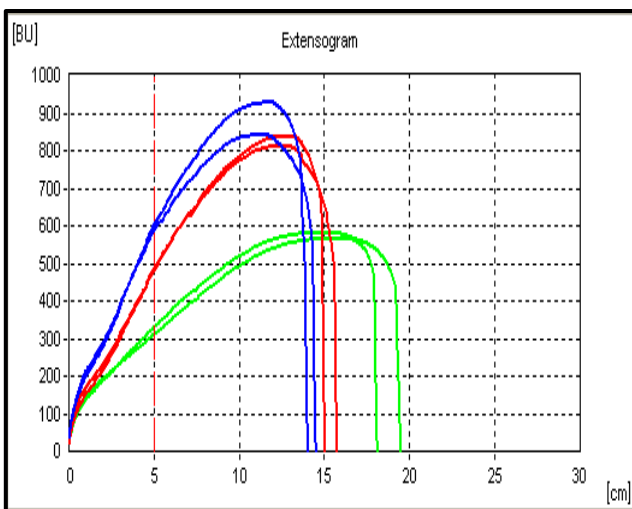


fermentation time of 135 min. It could be conclude that by shortening the fermentation time, it is possible to overcome the weakness of dough when adding wheat germ to the flour.

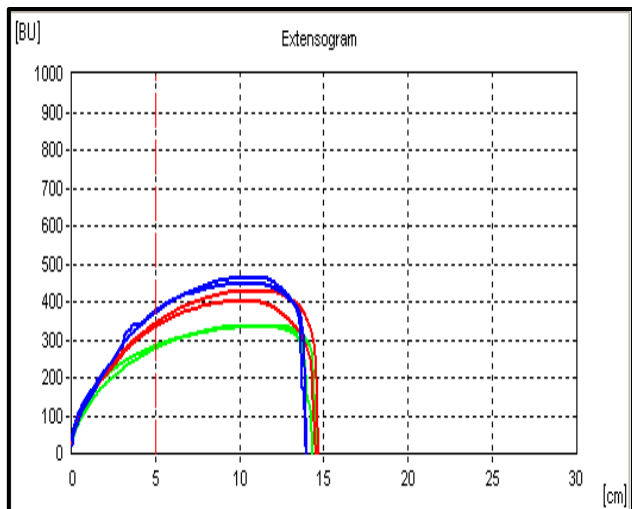
**Extensograph curves** with low resistance to expansion indicate the volume of sloppy bread (figure 4), and dough with a well-balanced **R/E ratio** is considered to be of good quality for bread production. A higher percentage indicates the stagnant properties of gluten, which leads to a lower volume of baked goods.

**Table (6): Extensograph results for a sample of 70% extraction flour**

sample	fermentation time, (min)	E , (min)	R <sub>5</sub> , (Bu)	R <sub>max</sub> , (Bu)	Energy, (cm <sup>2</sup> )	R/E
Flour	45	188	325	576	141	1.7
	90	154	488	827	156	3.2
	135	143	600	886	160	4.2
Flour + 10% (wheat germ)	45	182	336	502	123	1.8
	90	151	418	601	119	2.8
	135	156	424	616	124	2.7
Flour + 15% (wheat germ)	45	160	326	429	96	2.0
	90	141	393	489	96	2.8
	135	145	447	593	115	3.1
Flour + 20% (wheat germ)	45	144	283	337	71	2.0
	90	146	342	415	85	2.3
	135	140	377	456	89	2.7



(a)



(b)

**Figure 3: Extension diagram of the flour sample: (A): 70% extraction + 0% wheat germ, (B): sample of 70% extraction flour + 20% wheat germ.**

### Conclusions:

1. The addition of wheat germ significantly affects the rheological properties of both types of flour (extraction rate 70 and 80%), and its effect on the gluten network is evident in the properties of farinograph and xtensogram at the ratio of 15 and 20%.
2. The addition percentage of 20% is excluded for both types of flour, but it can be added to 80% extracted flour in proportions of 10 and 15% with a fermentation time of 45 minutes, and therefore it can be added to Arabic bread or tannour bread in these proportions, since its fermentation time is less than that of samoon bread.
3. Wheat germ can be added to flour extracting rate 70% with a percentage of 10% and less, with the aim of making cake bread or

samoun bread because its tolerance is greater when the fermentation time is increased.

4. The rheological effects of adding wheat germ include: an increase in water absorption, an increase in the degree of weakness of the dough, an increase in the development time of the dough, a decrease in the stability of the dough, which makes the dough less able to withstand prolonged mechanical processing.

5. The extensograph provides data relevant to the assessment of dough behavior during fermentation processes and baking performance.

## References:

- AACC. 2000. Approved Methods of the AACC, 10th edn. Methods 38-12A, 08-01, 26-95, 26-50, 54-21, 30-10, 56-81B, 54-10, 44-15A, 46-10. St Paul, MN. AACC.
- Abang Zaidel, D. N., Chin, N. L. & Yusof, Y. A. (2010). A Review on Rheological Properties and Measurements of Dough and Gluten. **Journal of Applied Sciences**, Vol. 10, No. 20, pp. (2478-2490), ISSN 18125654
- Anderssen, R. S., Bekes, F., Gras, P.W., Nikolov, A. & Wood, J. T. (2004). Wheat-Flour Dough Extensibility As a Discriminator for Wheat Varieties. **Journal of Cereal Science**, Vol. 39, No. 2, (March 2004), pp. 195–203, ISSN 0733-521
- AOAC. 2000. Official methods of analysis, (16th ed.) Association of Official Analytical Chemists, Washington, DC. Bureau, W. G. 2007. History of Whole Grains.
- Boukid, F., Folloni, S., Ranieri, R., & Vittadini, E. (2018). **A** compendium of wheat germ: Separation, stabilization and food applications. **Trends in Food Science and Technology**, 78(June), 120–133.
- Dobraszczyk, B. J. & Salmanowicz, B. P (2008). Comparison of Prediction of Baking Volume Using Large Deformation Rheological Properties. **Journal of Cereal Science**, Vol. 47, No. 2, (March 2008), pp. 292-301, ISSN 0733-5210
- Dubois, M. Dubat, A. & Launay, B. (2008). **The AlveoConsistograph Handbook** (2nd edition),
- Giuseppe, C., Luana, R., & Gobbetti, M. (2010). Use of sourdough fermented wheat germ for enhancing the nutritional , texture and

- sensory characteristics of the white bread. 645–654.
- Gómez, M., González, J., & Oliete, B. (2012). Effect of extruded wheat germ on dough rheology and bread quality. **Food and Bioprocess Technology**, 5(6), 2409-2418.
  - Hadnađev, T. D., Pojić, M., Hadnađev, M., & Torbica, A. (2011). The role of empirical rheology in flour quality control. **Wide spectra of quality control**, 335-360.
  - ICC Standards. (1999). Standard Methods of the International Association for Cereal Science and Technology, International Association for Cereal Science and Technology, Vienna, Austria
  - Kieffer, R., Popper, W., Schäfer & W. Freund,. (2006). The Role of Gluten Elasticity in the Baking Quality of Wheat, In: Future of Flour A Compendium of Flour Improvement, **Verlag Agrimedia**, ISBN 978-3-86037-309-5, Clenze, Germany 169-178,
  - Ktenioudaki, A., Butler, F. & Gallagher, E. (2011). Dough Characteristics of Irish Wheat Varieties I. Rheological Properties and Prediction of Baking Volume. **LWT - Food Science and Technology**, Vol. 44, No. 3, (April 2011), pp. 594-601, ISSN 0023-6438
  - Mahmoud, A. A., Mohdaly, A. A. A., & Elneairy, N. A. A. (2015). Wheat Germ: An Overview on Nutritional Value, Antioxidant Potential and Antibacterial Characteristics. **Food and Nutrition Sciences**, 06(02), 265–277
  - Marti, A., Torri, L., Casiraghi, M. C., Franzetti, L., Limbo, S., Morandin, F., Quaglia, L., & Pagani, M. A. (2014). Wheat germ stabilization by heat-treatment or sourdough fermentation: Effects on dough rheology and bread properties. **LWT - Food Science and Technology**, 59 (2P1), 1100–1106.
  - Noori, L. Y. M., & Sabir, D. A. (2019). Effect of Wheat Germ on

Quality of Wheat Bread Dough. **Kurdistan Journal of Applied Research**, 4(2), 102-109.

- Sun, R., Zhang, Z., Hu, X., Xing, Q., & Zhuo, W. (2015). Effect of wheat germ flour addition on wheat flour, dough and Chinese steamed bread properties. **Journal of Cereal Science**, 64, 153-158.
- Verni, M., Rizzello, C. G., Coda, R., & Bran, W. (2019). *Fermentation Biotechnology Applied to Cereal Industry By-Products* : **Nutritional and Functional Insights**. 6(April)

## صبغة الأقمشة القطنية بالشاي الأحمر ودراسة بعض خصائصها

م. ليلى الميرداس م. ريم سلمون

قسم هندسة الغزل والنسيج

كلية الهندسة الكيميائية والبتروولية - جامعة البعث

### ملخص البحث:

في هذا البحث تم استخدام أوراق الشاي الأحمر كمصدر طبيعي للصبغة، حيث تم استخلاص الصبغة في وسط قلوي ثم صبغة قماش قطني بالمستخلص المحضر، وباستخدام بعض الأملاح المعدنية كمرسحات بطريقتي الترسيخ المسبق واللاحق، أظهرت النتائج ثباتية جيدة جداً وممتازة في الاحتكاك والغسيل، كما ساهم استخدام المرسحات (في طريقتي الترسيخ المسبق واللاحق) وخصوصاً الشبة في تحسين الثباتات المدروسة، والحصول على قماش قطني ذي نفاذية أقل للأشعة فوق البنفسجية وعامل حماية من هذه الأشعة أعلى من عامل الحماية الخاص بالقماش غير المصبوغ وخصوصاً عند استخدام كلور القصديري كمرسخ بطريقة الترسيخ المسبق.

كلمات مفتاحية : صبغة طبيعية، أوراق الشاي، المرسحات، الثباتية للاحتكاك، الثباتية للغسيل، معامل الحماية من الأشعة فوق البنفسجية (UPF).

## **Dyeing cotton fabrics with red tea and studying some of its properties**

**Eng. Lina Almirdash                      Eng. Reem Salamon**  
**Department of Textile and Spinning Engineering**  
**Faculty of Chemical and Petroleum Engineering**  
**AL- Baath University, Homs – Syria**

### **Abstract:**

In this study, red tea leaves was used as natural source of dye, the dye was extracted in alkaline medium and then cotton fabric was dyed by the extracting. Some metal salts were used as mordants, dying was carried out through pre and post mordanting method, results show a very good and excellent degree for rubbing fastness and washing fastness, pre and post mordanting improve those fastness especially when alum was used, and obtaining dyed cotton fabrics with lower UV transmittance and UV protection factor higher than undyed cotton fabrics, especially when stannous chloride was used as mordant.

**Keyword: natural dye, tea leaves, mordants, rubbing fastness, washing fastness, UV protection factor**



## 1- مقدمة:

أصبحت الأصبغة الطبيعية في الآونة الأخيرة أكثر أهمية لأنها تعتبر صديقة للبيئة. ومع ذلك، فإن الحد من التلوث ليس فقط الجانب الرئيسي الذي يجعلها مثيرة للاهتمام، حيث يمكن إضافة خصائص جديدة مثل مضادات الجراثيم، والحماية من أشعة الشمس، وما إلى ذلك، إلى المواد المصبوغة بها.

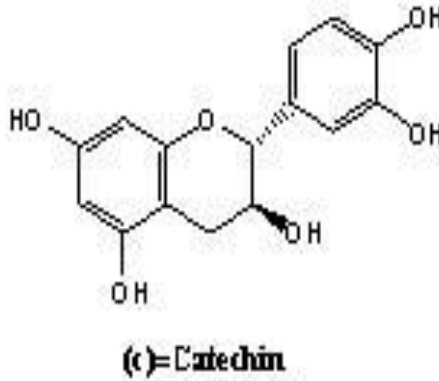
لوحظ مؤخرًا اهتمام متزايد بالأصبغة الطبيعية فيما يتعلق بمجال صباغة المنسوجات، واكتسبت أهمية خاصة بسبب الوعي بحماية البيئة والاستجابة للتفاعلات السامة والحساسية المرتبطة بالأصبغة الاصطناعية. [7]

ومع ذلك، فمن المعروف أن المشاكل في الصباغة بالأصبغة الطبيعية تستند أساسًا إلى انخفاض مستويات استنزاف الحمام الصباغي بالإضافة إلى خصائص الثباتية الضعيفة للأقمشة المصبوغة. وقد تم حل هذه المشكلات باستخدام مواد مختلفة لتحسين خصائص الثباتية وتطوير ظلال مختلفة بنفس الصبغة. [2]

مع زيادة الوعي بالسلامة البيئية والمخاوف الصحية، تستعيد منتجات الموارد الحيوية الصديقة للبيئة وغير السامة شعبيتها في مجالات مختلفة من حياتنا. فالأصبغة الطبيعية التي يتم الحصول عليها من مصادر مختلفة مثل النباتات والحيوانات والمعادن، هي منتجات موارد حيوية متجددة ومستدامة ذات تأثير بيئي ضئيل ومعروفة منذ العصور القديمة لاستخدامها، ليس فقط في تلوين المنسوجات ولكن أيضًا كمكونات غذائية ومستحضرات تجميل [3].

أوراق الشاي (*C. Sinensis*) هي عضو مهم في عائلة *Theaceae*، وهي شجيرة خضراء تزرع في المناطق الاستوائية وشبه الاستوائية في الصين وتايوان والهند واليابان. يحتوي المستخلص النباتي على مركبات التمثيل الغذائي (*metabolic*) القوية التي لها نشاط قوي مضاد للميكروبات ومضاد للسرطان ومضاد للأكسدة ونشاط مضاد للفطريات ويستخدم على نطاق واسع كدواء لعلاج الأمراض المختلفة. أوراقها غنية بمركبات البوليفينول بما في ذلك *flavonoids*، *Catechin*، *quercetin*، *Kaempferol*،

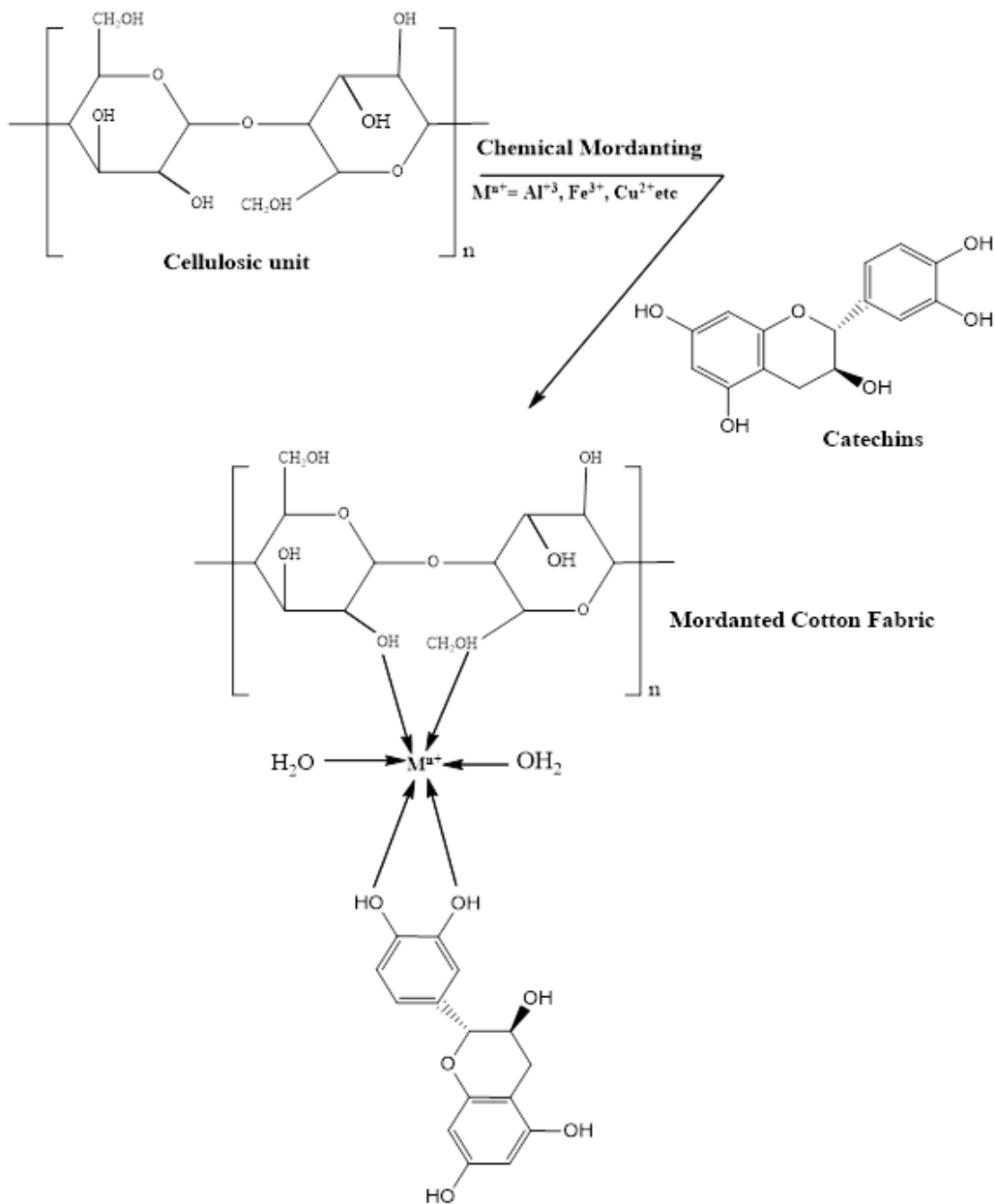
rutin، حمض gallic، وحمض الفينول، ويعتبر الكاتكين (catechins) الموضح في الشكل (1) من صبغات التلوين الرئيسية التي تضيء اللون البني على الأقمشة، ويمكن الاستفادة منه في مجال مضادات أكسدة وتنشيط اللهب عند الاستخلاص في وسط قلوي، ويملك العديد من الفوائد والوظائف الصحية، مثل مضادات البكتيريا وحماية من الأشعة فوق البنفسجية. [8]



الشكل (1): بنية صباغ Catechin في مستخلص الشاي.

يتم استخدام القطن على نطاق واسع فهو ناعم بطبيعته وله امتصاص ممتاز، حيث يتم استخدام مجموعات الهيدروكسيل الطرفية الموجودة في الوحدة السيللوزية للترابط مع الملون أو المرسخ لإعطاء الظلال اللونية. [4]

يوضح الشكل (2) التفاعل المقترح لموقع النسيج الوظيفي (زمر الهيدروكسيل الطرفية في السيللوز) مع الملون (Catechin) والمرسخ ( $M^{n+}$ ).



الشكل (2): التفاعل المقترح لموقع النسيج الوظيفي (السيلوز) مع الملون (Catechin) والمرسخ ( $M^{n+}$ ).

## 1-1. استخدام الشاي في صبغة المنسوجات:

1- في عام (2016) قام Eman A Bydoon بدراسة صبغة الأقمشة القطنية بالملونات الطبيعية المستخرجة من أوراق الشاي حيث تمت عملية الصبغة باستخدام تقنيات مختلفة بمذيبات مختلفة، وأظهرت النتائج التي تم الحصول عليها أن تقنية الميكروويف باستخدام الماء المؤين ( ionized water ) مع كبريتات الحديد كمرسخ مسبق بعد المعالجة بالجيلاتين أعطت القيم الأعلى مقارنة بالتقنيات الأخرى والمذيبات والمرسحات المختلفة. [3]

2- في عام (2016) قام Ma Ángeles وزملاؤه بدراسة فعالية صبغة القطن بمستخلصات الشاي من خلال قيمة (K/S) والقيم اللونية CIELab. وتم تحديد الحماية من الأشعة فوق البنفسجية (UV) كعامل الحماية من الأشعة فوق البنفسجية (UPF)، واستنتج أن اللون النهائي وUPF يتأثر بطريقة الاستخراج أكثر من تأثيره بنوع الشاي المستخدم. بخصوص ، [2]

3- في عام (2019) قام Adhir Chandra Paul وزملاؤه باستخلاص صباغ طبيعي من أوراق الشاي المستهلكة بالماء ومذيب الإيثانول، وتم أخذ نسبة مختلفة من أوراق الشاي المستهلكة (غ) مع الماء (مل) ومذيب الإيثانول (مل) وتم اختيار أفضلها لتنفيذ الإجراء. تم توصيف الأصبغة المستخرجة واتباع الوصفة التقليدية لعملية الدباغة والصبغة. [5]

4- في عام (2021) قام Adeel S وزملاؤه باستخدام إشعاعات الميكروويف (MW) كأداة استخلاص خضراء لاستكشاف فاعلية التلوين الطبيعي لأوراق الشاي لصبغة الأقمشة القطنية، وعزل الصباغ الطبيعية عن أوراق الشاي في الأوساط المائية والقلوية، واستنتج أن طاقة الميكروويف لها قدرة ممتازة على عزل الملونات من أوراق الشاي لصبغة الأقمشة القطنية تحت ظروف الصبغة المثلى. [4]

5- في عام (2021) قام (SITI ROSHAYU BINTI HASSAN) وزملاؤه بإجراء دراسة للتنبؤ بكفاءة طرق الاستخلاص بمساعدة الموجات فوق الصوتية في استعادة الصباغ الطبيعي من نفايات الشاي الأسود لتطبيقات صبغة القطن، حيث تم إجراء الاستخلاص

بمساعدة الموجات فوق الصوتية لأحجام مختلفة من المذيبات بزمن استخلاص مختلف. من أجل تطبيق الصباغة على القطن، فقد لوحظ نتيجة صباغة ممتازة عند الدرجة (40 - 50) °م مع كمية ضئيلة من المرسخ المعدني (0.5%). [6]

## 2- هدف البحث:

يهدف البحث إلى دراسة إمكانية تطبيق الصباغ المستخلصة من الشاي الأحمر على النسيج القطني ودراسة تأثير الصباغة على بعض الخصائص، يتخلص هدف البحث بالنقاط التالية:

- 1) استخلاص الصباغ الطبيعي من أوراق الشاي ضمن وسط قلوي.
- 2) صباغة قماش القطن المبيض بالصباغ المستخلص.
- 3) صباغة القماش القطني بالصباغ الطبيعي مع استخدام مرسخات وإتباع طريقتي الترسخ المسبق والترسوخ اللاحق.
- 4) دراسة ثباتية الأقمشة المحضرة للاحتكاك الجاف والرطب وثباتيته للغسيل ونفوذيته لأشعة (UV).
- 5) دراسة تأثير اختلاف طريقة الترسخ (الترسوخ المسبق واللاحق) في الخواص المذكورة أعلاه.

## 3- المواد المستخدمة في البحث:

- 1- نسيج قطني 100% مبيض تركيبه النسجي سادة (1/1) ووزن المتر المربع ( $160 \text{ g/m}^2$ ).
- 2- أوراق الشاي الأحمر (نوع skytea) كمصدر للصباغ الطبيعي.
- 3- كربونات الصوديوم (صودا آش) ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ).
- 4- الشبة (كبريتات ألومنيوم بوتاسيوم) ( $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot \text{K}_2\text{SO}_4 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$ ).
- 5- كلور القصديري ( $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ).
- 6- كبريتات النحاس المائية ( $\text{CuSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ).

7- كبريتات الحديدية المائية ( $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ).

4- خطوات إجراء البحث:

4-1. الأجهزة والأدوات المستخدمة:

1- سخان كهربائي باستطاعة (800 watt) استخدم في تجارب الاستخلاص والصبغة.

2- بياشر وسلندرات زجاجية.

4-2. تحضير العينات النسيجية:

تمّ قص مجموعة من العينات القطنية المبيضة بأبعاد ( $30 \times 7 \text{ cm}^2$ ) لاستخدامها في التجارب الصبغية.

4-3. التجارب الصبغية:

تم إجراء استخلاص صباغ الشاي من أوراق الشاي الأحمر في وسط قلوي من كربونات الصوديوم ضمن الشروط المبينة في الجدول (1).

الجدول (1): كميات المواد المستخدمة في الاستخلاص

درجة الحرارة (C)	زمن الاستخلاص (min)	تركيز كربونات الصوديوم المستخدمة (g/L)	كمية أوراق الشاي المستخدمة (g/L)	طريقة الاستخلاص
90	40	8	80	في وسط قلوي

بعد انتهاء زمن الاستخلاص تمت تصفية المحاليل الناتجة من طريقة الاستخلاص السابقة، والتخلص من البقايا النباتية، واستخدام المحاليل الناتجة في التجارب الصبغية اللاحقة.

#### 4-3-1. الصباغة بالطريقة التقليدية:

تم صباغة عينة قماش قطني بالمحلول الناتج عن الاستخلاص القلوي، حيث تم اعتبار العينة القطنية المبيضة وغير المصبوغة هي العينة المرجعية (1) أما العينة المصبوغة فتم الإشارة لها بالرمز (2)، تمت عملية الصباغة وفق الشروط الموضحة بالجدول (2).

الجدول (2): الشروط الصباغية للعينتين في الاستخلاص المائي والقلوي.

رقم العينة	توصيف العينة	درجة حرارة الصباغة (C)	زمن الصباغة (min)	نسبة الحوض
2	مصبوغة بمحلول الاستخلاص القلوي	90	60	1:50

بعد الانتهاء من الصباغة تم شطف العينة بشكل جيد بالماء الجاري وتجفيفها.

#### 4-3-2. الصباغة باستخدام المرسخات:

#### 4-3-2-1. الصباغة بعد الترسخ المسبق:

تم إجراء الترسخ المسبق باستخدام 4 أنواع من المرسخات وهي: الشبة وكبريتات النحاس وكبريتات الحديد وكلور القصديري، وفق الشروط المبينة بالجدول (3):

الجدول (3): المعطيات اللازمة لعملية الترسخ المسبق

المرسخ	تركيز المرسخ (%) من وزن العينة	درجة حرارة الترسخ (C)	زمن الترسخ (min)	نسبة الحوض
كبريتات الحديد	10	80	30	1:50
كبريتات النحاس				
الشبة				
كلور القصديري				

بعد الانتهاء من الترسخ تم إخراج العينات من البياشر ووضعها في بياشر تحوي مُستخلص الشاي بالوسط القلوي وصباغتها حسب الشروط الواردة في الطريقة التقليدية كما هو مبين بالجدول (4):

الجدول (4): الشروط الصبغية للعينات بعد الترسخ المُسبق

رقم العينة	درجة حرارة الصبغة (°C)	زمن الصبغة (min)	نسبة الحوض
6,5,4,3	90	60	1:50

بعد الانتهاء من الصبغة تم شطف العينات بشكل جيد بالماء الجاري وتجفيفها.

4-3-2-2. الترسخ اللاحق بعد الصبغة:

تم صبغة 4 عينات بنفس الأسلوب الوارد في الجدول (4) السابق وتم الحصول على العينات 7، 8، 9، 10. تم إخراج العينات السابقة من البياسر ووضعها في بياسر مقابلة (كلاً على حدا) تحوي محاليل مرسخت وذلك لإجراء الترسخ اللاحق على العينات المصبوغة الأربعة السابقة بنفس الأسلوب الوارد في الجدول (3).

في نهاية التجارب الصبغية تم الحصول على 10 عينات موضحة في الجدول (5):

الجدول (5): العينات التي تم الحصول عليها من التجارب الصبغية

رقم العينة	طريقة الصبغة	طريقة الترسخ	المرسخ المستخدم
1	قماش قطني مبيض غير مصبوغ	-	--
2	باستخدام مُستخلص أوراق الشاي الأحمر في الوسط القلوي (كربونات الصوديوم)	بدون ترسوخ	--
3	باستخدام مُستخلص أوراق الشاي الأحمر في الوسط القلوي	ترسوخ مُسبق	كبريتات الحديدي
4			كلور القصديري
5			الشبة
6			كبريتات النحاس
7	باستخدام مُستخلص أوراق الشاي الأحمر في الوسط القلوي	ترسوخ لاحق	كبريتات الحديدي
8			كلور القصديري
9			الشبة
10			كبريتات النحاس



#### 4-4. الاختبارات التي تم إجراؤها على العينات المصبوغة:

##### 4-4-1. اختبار الثباتية للاحتكاك (الجاف والرطب):

تم إجراء اختبار الثباتية للاحتكاك الجاف والرطب للعينات المصبوغة بطريقتي الترسخ السابق واللاحق ومقارنتها بالعينات المصبوغة بالطريقة التقليدية حسب المواصفة (ISO 105 X-12) باستخدام جهاز احتكاك (Electronic crockmeter M238B) من إنتاج شركة (SDL) البريطانية، وتم تقييم العينات باستخدام المقياس الرمادي الخاص بالتلطix.

يوضح الشكل (3) جهاز اختبار الثباتية للاحتكاك المستخدم ورأس الحكّ ولوحة التحكم الخاصة به.



الشكل (3): جهاز اختبار الثباتية للاحتكاك المستخدم ورأس الحكّ ولوحة التحكم الخاصة به.

##### 4-4-2. اختبار الثباتية للغسيل:

تم إجراء اختبار الغسيل حسب المعيار (ISO C01) ذي الشروط الآتية [1]:

- نسبة الحوض (1:50).

- محلول غسيل يحوي: (5 g/l) صابون وتمت المعالجة في الدرجة ( $40 \pm 2^\circ\text{C}$ ) لمدة (30 min).

بعد انتهاء الاختبارات تشطف العينات بالماء البارد المقطر مرتين ثم لمدة (10 min) بماء صنوبر جارٍ وتعصر وتجفف بالهواء الساخن لا تزيد درجة حرارته عن ( $60^\circ\text{C}$ ).

تم تقييم العينات باستخدام المقياسين الرماديين الخاصين بتغير اللون والتلطix.

#### 4-4-3. اختبار النفاذية للأشعة فوق البنفسجية:

تم فحص النفاذية للأشعة فوق البنفسجية (UV) للعينات المصبوغة بالطريقتين التقليدية وباستخدام المرسحات، ومقارنتها مع عينة بيضاء غير مصبوغة (ذات الرقم (1)) باستخدام جهاز سبكتروفوتومتر (JASCO 530 spectrophotometer) يعمل في المجال المرئي ومجال الـ (UV) (الشكل (4))، وقد تم القياس بالمجال ( 200- 400 nm) وفق المواصفة القياسية (AATCC 76-2005)، لتحديد العينة التي تبدي أقل نفاذية لأشعة (UV) من بين العينات المصبوغة.



الشكل (4) جهاز (jasco 530)

#### 5- النتائج والمناقشة:

##### 5-1 مناقشة نتائج ثباتية الأقمشة المصبوغة للاحتكاك الجاف والرطب:

يوضح الجدول (6) نتائج اختبار الثباتية للاحتكاك الجاف والرطب لعينات النسيج القطني المصبوغة بالطريقة التقليدية و باستخدام المرسحات (ترسيخ مسبق ولاحق) كما يلي:

الجدول (6): نتائج اختبار الثباتية للاحتكاك الجاف والرطب لعينات القطن المصبوغة.

رقم العينة	نوع العينة	اختبار الثباتية للاحتكاك	
		الجاف	الرطب
1	قماش قطني مبيض غير مصبوغ	-	-
2	عينة مصبوغة بالمستخلص القلوي بدون مرسحات	4/5	4/5
3	عينة مرسخة مسبقاً بكبريتات الحديد ثم مصبوغة	4	3
4	عينة مرسخة مسبقاً بكلور القصديري ثم مصبوغة	4/5	4/5
5	عينة مرسخة مسبقاً بالشبة ثم مصبوغة	5	4/5
6	عينة مرسخة مسبقاً بكبريتات النحاس ثم مصبوغة	4/5	4
7	عينة مصبوغة ثم مرسخة لاحقاً بكبريتات الحديد	4/5	4/5
8	عينة مصبوغة ثم مرسخة لاحقاً بكلور القصديري	4/5	4
9	عينة مصبوغة ثم مرسخة لاحقاً بالشبة	5	5
10	عينة مصبوغة ثم مرسخة لاحقاً بكبريتات النحاس	4/5	4

1- تتمتع العينة (2) المصبوغة بدون مرسحات باستخدام المستخلص القلوي لأوراق الشاي بثباتية جيدة جداً للاحتكاك الجاف والرطب حيث أعطت التقييم (4/5) على مقياس التلطيح.

2- أعطت عملية الترسخ المسبق نتائج جيدة إلى ممتازة للاحتكاك الجاف والرطب، وخصوصاً الشبة التي أبدت أفضل نتيجة للثباتية، باستثناء كبريتات الحديد التي أعطت نتائج جيدة إلى متوسطة على مقياس التلطيح.

3- أعطت عملية الترسخ اللاحق نتائج جيدة إلى ممتازة للاحتكاك الجاف والرطب، وخصوصاً الشبة التي أبدت أفضل نتيجة للثباتية على مقياس التلطيح.

4- بشكل عام كان تأثير تغيير طريقة الترسخ (المسبق/اللاحق) على ثباتية الاحتكاك الجاف والرطب طفيف، مع أفضلية طريقة الترسخ اللاحق.

## 5-2- مناقشة نتائج ثباتية الأقمشة المحضرة للغسيل:

يوضح الجدول (7) نتائج اختبار الثباتية للغسيل لعينات النسيج القطني المصبوغة بالطرق التقليدية وكذلك باستخدام المرسحات (ترسيخ مسبق ولاحق) كما يلي:  
الجدول (7): نتائج اختبار الثباتية للغسيل لعينات القطن المصبوغة.

رقم العينة	نوع العينة	اختبار الثباتية للغسيل	
		تغير اللون	التلطيح على القطن
1	قماش قطني مبيض غير مصبوغ	-	-
2	عينة مصبوغة بالمستخلص القلوي بدون مرسحات	4/5	5
3	عينة مرسخة مسبقاً بكبريتات الحديد ثم مصبوغة	4/5	4/5
4	عينة مرسخة مسبقاً بكلور القصديري ثم مصبوغة	4/5	5
5	عينة مرسخة مسبقاً بالشبة ثم مصبوغة	4/5	5
6	عينة مرسخة مسبقاً بكبريتات النحاس ثم مصبوغة	4/5	5
7	عينة مصبوغة ثم مرسخة لاحقاً بكبريتات الحديد	4/5	4/5
8	عينة مصبوغة ثم مرسخة لاحقاً بكلور القصديري	5	5
9	عينة مصبوغة ثم مرسخة لاحقاً بالشبة	5	5
10	عينة مصبوغة ثم مرسخة لاحقاً بكبريتات النحاس	5	5

1- أبدت العينة (2) المصبوغة بدون مرسحات باستخدام المستخلص القلوي لأوراق الشاي الأحمر نتيجة جيدة جداً على مقياس تغير اللون (4/5) وممتازة على مقياس التلطيح (4).

2- ساعد استخدام المرسحات المعدنية بطريقتي الترسيخ المسبق واللاحق في تحسين الثباتية للغسيل على مقياسي تغير اللون والتلطيح، وكانت النتائج جيدة جداً (4/5) إلى ممتازة (5) لكل العينات المرسخة، وهذا أمر طبيعي نتيجة لدور المرسخ في ربط جزيئات الصباغ كيميائياً وتساندياً مع جزيئات الألياف.

3- بشكل عام كان تأثير تغيير طريقة الترسخ (المسبق/اللاحق) على ثباتية الغسيل طفيف، مع أفضلية طريقة الترسخ اللاحق الذي أعطى نتيجة ممتازة لأغلب العينات على مقياسي تغير اللون والتلطخ.

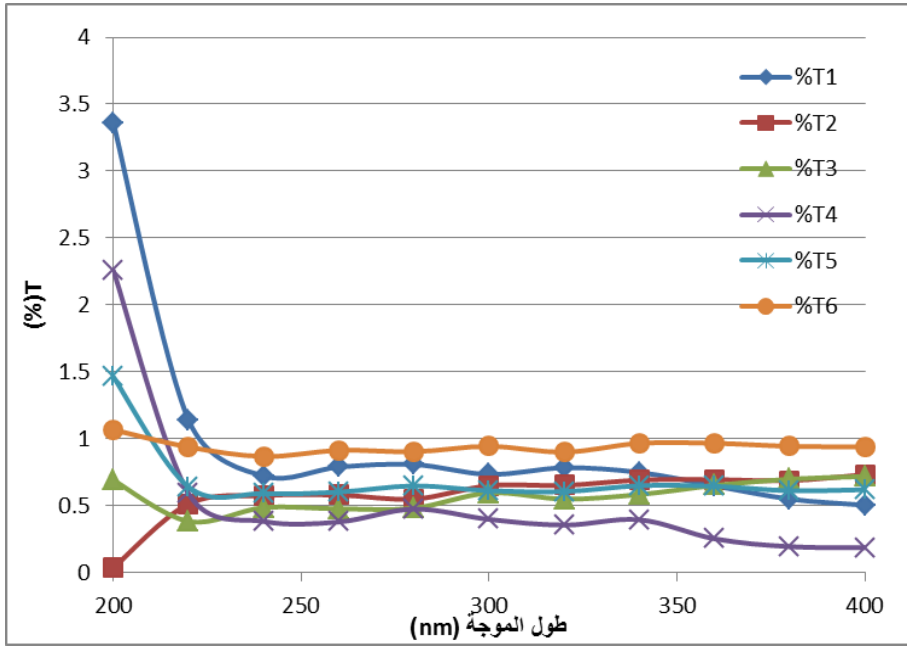
### 5-3 مناقشة نفاذية الأقمشة المحضرة لأشعة الـ(UV):

يبين الجدول (8) نتائج النفاذية لأشعة الـ (UV) للعينات المصبوغة مقارنة بالعينه البيضاء ضمن مجال أشعة الـ (UV) (200- 400 nm) كما يلي:

الجدول (8): نتائج النفاذية (T) لأشعة الـ (UV) للعينات المصبوغة مقارنة بالعينه البيضاء.

طول الموجة (nm)	%T1	%T2	%T3	%T4	%T5	%T6	%T7	%T8	%T9	%T10
400	0.503	0.732	0.718	0.185	0.619	0.939	0.675	0.891	0.791	1.375
380	0.549	0.687	0.698	0.193	0.611	0.943	0.653	0.901	0.776	1.39
360	0.648	0.694	0.651	0.252	0.645	0.966	0.65	0.795	0.771	1.309
340	0.748	0.691	0.583	0.394	0.649	0.966	0.593	0.769	0.713	1.301
320	0.783	0.651	0.549	0.354	0.605	0.9	0.52	0.699	0.661	1.26
300	0.733	0.649	0.595	0.397	0.611	0.943	0.644	0.6	0.626	1.267
280	0.807	0.549	0.481	0.474	0.648	0.903	0.515	0.716	0.691	1.375
260	0.788	0.579	0.476	0.378	0.601	0.913	0.529	0.745	0.704	1.303
240	0.721	0.575	0.485	0.382	0.59	0.867	0.521	0.798	0.702	1.272
220	1.138	0.513	0.382	0.59	0.639	0.938	0.346	0.766	0.722	1.24
200	3.357	0.035	0.69	2.255	1.461	1.066	0.515	0.435	0.437	0.517

يوضح الشكل (5) علاقة النفاذية للأشعة فوق البنفسجية بدلالة طول الموجة ضمن مجال أشعة الـ (UV) (200- 400 nm) للعينه المصبوغة بالطريقة التقليدية (2) والعينات المصبوغة باستخدام الترسخ المسبق (العينات 3,4,5,6) مقارنة بالعينه البيضاء (1) كما يلي:



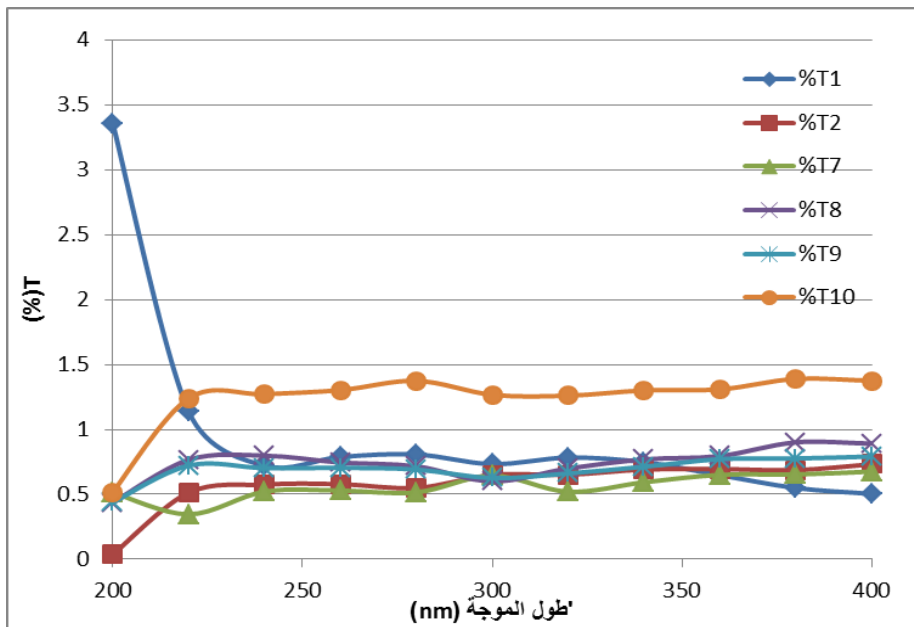
الشكل (5) قيم النفاذية للأقمشة المحضرة ذات الترسخ المسبق

نلاحظ من الشكل السابق ما يلي:

- 1- إن العينة البيضاء غير المصبوغة (العينة 1) ذات نفاذية أعلى للأشعة فوق البنفسجية بالمقارنة مع أغلب العينات المصبوغة الأخرى.
- 2- أظهرت العينة (2) المصبوغة باستخدام المستخلص القلوي بدون مرسخات نفاذية أقل للأشعة فوق البنفسجية بالمقارنة مع العينة البيضاء (1).
- 3- أظهرت العينات المصبوغة بالمستخلص القلوي للشاي الأحمر والمرسخة بطريقة الترسخ المسبق (العينات 3، 4، 5) تحسناً في تقليل النفاذية للأشعة فوق البنفسجية بالمقارنة مع العينة البيضاء (1)، ومقاربة للعينة المصبوغة بالطريقة التقليدية (بدون ترسيخ) (العينة 2)، وكانت أفضل نتيجة للعينة (4) التي استخدم فيها كلور القصديري كمرسخ وكانت ذات نفاذية أقل للأشعة فوق البنفسجية بالمقارنة مع العينات في هذه المجموعة.

4- أظهرت العينة (6) المصبوغة باستخدام كبريتات النحاس كمرسخ نتيجة نفاذية أعلى للأشعة فوق البنفسجية بالمقارنة مع العينات في هذه المجموعة، أي أن استخدام هذا المرسخ أساء لنفاذية الأشعة فوق البنفسجية .

يوضح الشكل (6) علاقة النفاذية للأشعة فوق البنفسجية بدلالة طول الموجة ضمن مجال أشعة الـ (UV) (200- 400 nm) للعينات المصبوغة بالطريقة التقليدية (العينة (2) والعينات المصبوغة باستخدام الترسيخ اللاحق (العينات 7,8,9,10) مقارنة بالعينة البيضاء (1) كما يلي:



الشكل (6) قيم النفاذية للأقمشة المحضرة ذات الترسيخ اللاحق

نلاحظ من الشكل السابق ما يلي:

لم يكن لعملية الترسيخ اللاحق في الصباغة تأثير ملحوظ في تخفيض النفاذية للأشعة فوق البنفسجية بالمقارنة مع العينة البيضاء (1) والعينة المصبوغة بدون استخدام مرسخت (2). يمكن أن يُعزى ذلك إلى أن عملية الترسيخ اللاحق يمكن أن تسبب

انخفاضاً في تركيز الصباغ على النسيج نتيجة انتقال بعض جزيئات الصباغ من سطح النسيج إلى محلول الترسيخ بسبب الألفة بينها وبين أملاح الترسيخ.

#### 5-4- دراسة تأثير الصبغة بالشاي في صد الأشعة فوق البنفسجية:

من أجل مقارنة أداء العينات في مجال صد الأشعة فوق البنفسجية تم حساب معامل الحماية من الأشعة فوق البنفسجية (UPF) بالاعتماد على قيم النفاذية التي تم الحصول عليها من الجدول (8)، بتطبيق العلاقة التالية: [10]

$$UPF = \frac{\sum_{290}^{400} E(\lambda) \cdot S(\lambda)}{\sum_{290}^{400} E(\lambda) \cdot S(\lambda) \cdot T(\lambda)} \cdot 100 \quad \dots (1)$$

حيث أن:  $E(\lambda)$  هي ثابت يتعلق بمدى تأثير الطيف على الجلد، (تم اعتماد القيم الموجودة في ملحق المواصفة (AS/NZS 4399;1996)). [9]

$S(\lambda)$ : هي قيمة انعراج الأشعة مقاسة بـ  $(W \cdot m^{-2} \cdot nm^{-1})$  (تم اعتماد القيم الموجودة في ملحق المواصفة (AS/NZS 4399;1996)). [9]

$T(\lambda)$ : قيم النفاذية (%) التي تم الحصول عليها من جهاز (Spectrophotometer). [12]

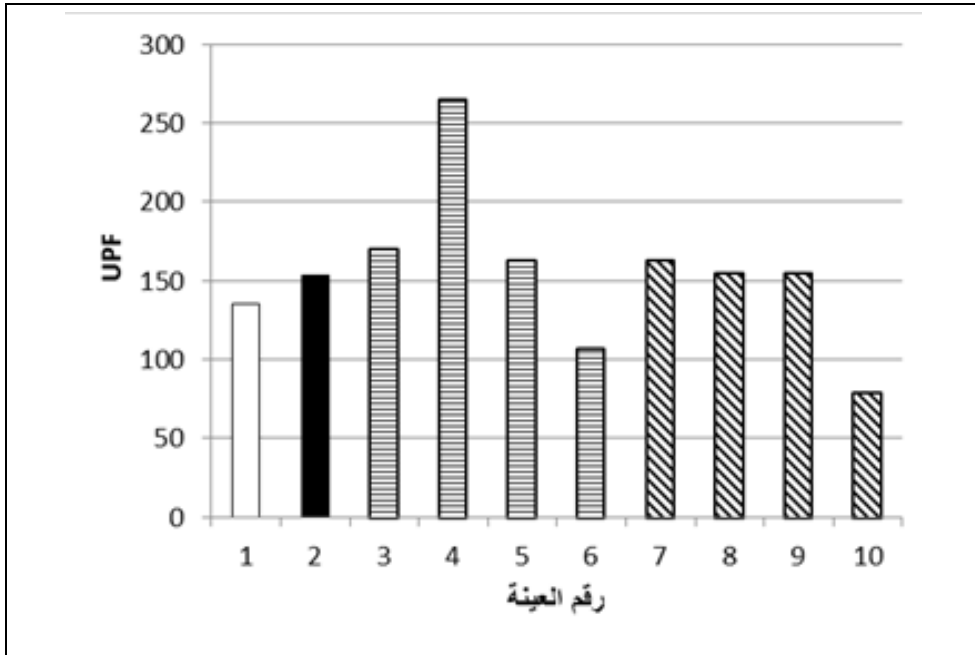
يبين الجدول (9) قيم (UPF) التي تم حسابها وفق العلاقة (1).



الجدول (9): قيم (UPF) للأقمشة المصبوغة بالمقارنة مع العينة البيضاء

رقم العينة	UPF
1	135.458
2	152.873
3	170.156
4	264.986
5	163.313
6	107.034
7	163.326
8	155.071
9	154.699
10	78.668

يمكن مقارنة نتائج (UPF) كما هو موضح بالشكل (7):



الشكل (7): قيم (UPF) للأقمشة المصبوغة بالمقارنة مع العينة البيضاء

نلاحظ من الشكل (7) ما يلي:

- 1- إنَّ الصبغة بالشاي زادت قيمة (UPF) مقارنةً مع القماش القطني غير المصبوغ.
  - 2- قيم (UPF) للأقمشة المصبوغة ذات الترسخ المسبق أفضل من قيم (UPF) للأقمشة ذات الترسخ اللاحق.
  - 3- سبب استخدام كبريتات النحاس المائية كمرسخ للصبغ انخفاض قيم (UPF) مقارنةً مع القماش المصبوغ بدون مرسحات.
  - 4- أفضل قيم (UPF) كانت للأقمشة المصبوغة بالشاي ذات الترسخ المسبق بكلور القصديري يليها كبريتات الحديد ثم الشبة.
- يتم تصنيف الملابس وفق قيم (UPF) كما هو موضح بالجدول (10).

الجدول (10): تصنيف الأقمشة وفق (UPF) [9]

تصنيف الحماية من الأشعة فوق البنفسجية	UPF
حماية جيدة	15-24
حماية جيدة جداً	25-39
حماية ممتازة	40-50,50+

بالمقارنة بين نتائج (UPF) للأقمشة المصبوغة والجدول (10)، فإنَّ جميع الأقمشة المحضرة تمتلك حماية ممتازة من الأشعة فوق البنفسجية.

## 6. الخلاصة:

- 1- يمكن صباغة الأقمشة القطنية باستخدام مستخلصات الشاي الأحمر والحصول على نتائج لونية جيدة.
- 2- ساعد استخدام كربونات الصوديوم عند الاستخلاص، وكذلك ساعد استخدام المرسخت وخصوصاً الشبة في تحسين الثباتية للاحتكاك وكذلك الغسيل.
- 3- ساعد استخدام المستخلص القلوي للشاي عند صباغة النسيج القطني في الحصول على قماش ذي نفاذية أقل للأشعة فوق البنفسجية وبالتالي حماية أعلى من تأثير هذه الأشعة بالنسبة لأغلب العينات، وكان عامل الحماية (UPF) أعلى في حالة استخدام كلور القصديري كمرسخ، وكانت عملية الترسخ المسبق أفضل من الترسخ اللاحق في الحصول على عامل حماية أعلى من تأثير الأشعة فوق البنفسجية.
- 4- في حال تطبيقات تحتاج لثباتية في الغسيل والاحتكاك ، يُفضل استخدام طريقة الترسخ اللاحق عند تطبيق شروط الاستخلاص والصباغة المبينة بالبحث.
- 5- في حال تطبيقات تتطلب عامل حماية من أشعة ال (UV)، يُنصح باستخدام طريقة الترسخ المسبق عند تطبيق شروط الاستخلاص والصباغة والترسوخ المبينة بالبحث.
- 6- باعتبار أن الاختلاف بين الترسخ المسبق والترسوخ اللاحق لم يكن له تأثير على الثباتيات للاحتكاك والغسيل، يمكن اعتبار القماش القطني المصبوغ بالشاي الأحمر المستخلص بالوسط القلوي والمرسخ بواسطة كلور القصديري ذات الترسوخ المسبق أفضل عينة من بين الأقمشة المحضرة وفق قيمة (UPF). حيث يمتلك ثباتية جيدة جداً للاحتكاك الجاف والرطب وتغير اللون عند الغسيل، وثباتية ممتازة بالنسبة للتطبخ على القطن ومعامل حماية بقيمة (264.986).

## 7. المقترحات:

- 1- التوسع في دراسة الخصائص اللونية لصبغ الشاي المستخلص والقماش المصبوغ من حيث عمق اللون والظل ضمن شروط العمل المبينة بالبحث.
- 2- التوسع في دراسة خصائص القماش المصبوغ بالشروط المدروسة بالبحث مثل القدرة على تثبيط الالتهاب ومقاومة البكتريا والثباتية للضوء.
- 3- دراسة تأثير تغيير تركيز المادة القلوية وأوراق الشاي والمرسحات المدروسة في البحث على الخصائص المدروسة والمقترحة.
- 4- دراسة تأثير الشاي الأحمر المستخلص على العمل كمرسخ لأصبغة طبيعية أخرى ضعيفة الارتباط بالقماش القطني.

## 8- المراجع:

### \* المراجع العربية:

1- نصر؛ سلمان، سفور؛ زياد ، عثمان؛ ضفاف، 2010 ، تقانة الصباغة الجزء العملي. الطبعة الأولى، منشورات جامعة البعث حمص، 127 .

### \* المراجع الأجنبية:

[2] Ma Ángeles Bonet-Aracil, Pablo Díaz-García. UV Protection From Cotton Fabrics Dyed With Different Tea Extracts. Dyes and Pigments (2016).

[3] Eman A. Bydoon. Extraction of Natural Dye from Tea Leaves and its Application on Giza 86 Egyptian Cotton Fabric. International Journal of Advanced Science and Engineering, Vol.3 , 455-462,(2016).

[4] Adeel S, Anjum M.N. Eco-friendly dyeing of cotton fabric with waste tea leaves-based tannin natural dye. Global NEST Journal, Vol 23, No 3, pp 365-369, (2021).

[5] Adhir Chandra Paul. Utilization of Natural Dye Extracted from Spent Tea Leaves (Camellia sinensis) for the Dyeing of Leather. International Conference on Mechanical, Industrial and Materials Engineering (2019).

[6] Siti Roshayu Binti Hassan. Extraction Of Natural Dye From Black Tea Waste For Cotton Dyeing Application. Journal of Engineering Science and Technology Vol. 16, No. 3, 2562 – 2570 (2021).

[7] Yunguo Zhao and Jie Liu, Qingdao University, Extraction of Tea Natural Dye and its Dyeing Properties on Cotton Fabrics, AATCC Journal of Research, Vol. 8, No. Special Issue Two, (2022).

[8] Tong-Huai Cheng, Zhi-Jun Liu. Extraction of Functional Dyes from Tea Stem Waste in Alkaline Medium and Their Application for Simultaneous

Coloration and Flame Retardant and Bioactive Functionalization of Silk, ACS Sustainable Chem. Eng. 18405–18413, (2019).

[9] AS /NZS 4399: 1996, Australian/New Zealand Standard, Sun protective clothing Evaluation and classification, Published Jointly By: Standards Australia1 The Crescent, Homebush NSW 21 40 Australia, STANDARDS NEW ZEALAND Level 1 0, Radio New Zealand House1 55 The Terrace, Wellington 6001 New Zealand, ISBN 0 7337 0573 1

[10] UV-0036, JASCO, UPF Evaluation of Sun Protection Fabrics, JASCO INC. Copyright © JASCO Corporation, 2017

## تصنيع قماش قطني فائق الكره للماء باستخدام أوكسيد الزنك النانوي المحضر بتقنية السول-جل

م. مي ابراهيم<sup>1</sup> د. م. زياد سفور<sup>2</sup>

### ملخص البحث

تقنية السول-جل هي طريقة كيميائية شائعة لإنتاج مواد عالية النقاء على شكل مسحوق أو فلم رقيق . تتميز تقنية السول-جل بالعديد من المزايا مثل استخدام أقل للمواد الكيميائية ، والمعالجة بدرجات الحرارة المنخفضة ، وسهولة التطبيق ، وعدم الحاجة إلى معدات خاصة.

تم في هذا البحث تصنيع قماش قطني فائق الكره للماء من خلال طلاء القماش بأوكسيد الزنك النانوي المحضر بتقنية السول-جل لتكوين خشونة على السطح ومن ثم تعديله بمادة كارهة للماء.

تمت دراسة تأثير عدد مرات غمر القماش القطني بأوكسيد الزنك وتأثير تركيز حمض الشمع كمادة كارهة للماء في أداء القماش القطني فائق الكره للماء باستخدام اختبار زاوية التماس (WCA) .

أظهرت النتائج أن زاوية التماس تزداد بزيادة عدد مرات الغمر بينما تتناقص بزيادة تركيز حمض الشمع.

**كلمات مفتاحية:** أوكسيد الزنك النانوي ، قماش قطني فائق الكره للماء، حمض الشمع ، زاوية التماس ، تقنية (سول-جل) .

1- طالبة دكتوراه- قسم هندسة الغزل والنسيج- كلية الهندسة الكيميائية والبتروولية-جامعة البعث

2- استاذ مساعد -قسم هندسة الغزل والنسيج- كلية الهندسة الكيميائية والبتروولية- جامعة البعث

# Fabrication Superhydrophobic Cotton Fabric by Using Nano Zinc Oxide Prepared by Sol-gel Technique

## Abstract

Sol-gel technique is a common chemical approach to produce high purity materials shaped as powders and thin film coatings.

Sol-gel technique has various advantages such as less chemical material usage, low-temperature treatment, easy application, and no requirement for special equipment

In this paper, super hydrophobic cotton fabric was fabricated by coating the fabric with nano zinc oxide synthesis by the sol-gel technique to form a roughness on the surface and then modified with a hydrophobic material.

the number of coating times by nano zinc oxide and the effect of the concentration of stearic acid as a hydrophobic material on the performance of the superhydrophobic cotton fabric were studied using the water droplet contact angle (WCA) test.

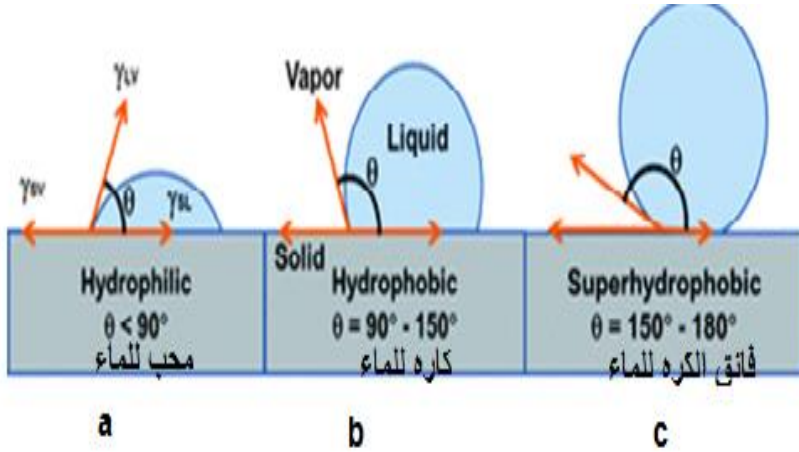
The results showed that the contact angle increases with increasing number of coating times, while it decreases with increasing concentration of stearic acid

**Keyword:** nano- zinc oxide , super hydrophobic cotton fabric ,stearic acid ,water contact angle , sol –gel technique .



## 1- مقدمة :

يتم تصنيف الأسطح تبعاً لقابليتها للبلل عموماً على أنها محبة للماء وكارهة للماء. تعد الأسطح القابلة للبلل بطبيعتها محبة للماء ، فعند سقوط قطرة ماء تنتشر ويمتصها السطح بسرعة كبيرة . خاصية قابلية البلل أو مقاومة البلل تعتمد بشكل أساسي على قياس زاوية تلامس قطرة الماء مع السطح ( $\theta$ ) contact angle. إذا كانت الزاوية أقل من 90 درجة ، الشكل (a-1)، فإن قطرات الماء ستنتشر على السطح . ولكن في حال كانت الزاوية أكبر من 90 درجة الشكل (b-1)، لن تنتشر قطرات الماء وتبقى على السطح لإظهار خاصية الكره للماء للمادة. ومع ذلك ، إذا كانت الزاوية 150 درجة أو أكثر ، الشكل (c-1) فإن يبتل السطح بالماء مما يدل على أن طبيعة المادة فائقة الكره للماء ويمكن لقطرة الماء أن تتدحرج تماماً على السطح .



الشكل (1) زاوية تماس القطرة مع السطح الصلب [1]

يمكن جعل الأسطح كارهة للماء بمجرد خفض الطاقة السطحية للمادة. لكن الأسطح شديدة المقاومة للماء تحتاج إلى إنشاء خشونة من رتبة النانو أو الميكرو على السطح إلى جانب خفض الطاقة السطحية .

في السنوات الأخيرة ، كان لتطوير تقنيات المعالجة المختلفة دوراً مهماً في تصنيع خشونة السطح الميكروية والنانوية لإنتاج مواد صناعية فائقة المقاومة للماء. يمكن إنشاء

خشونة على السطح بطرق مختلفة مثل الطباعة الحجرية ومعالجة السطح بالبلازما والغزل الكهربائي والنقش الكيميائي (chemical etching) والترسيب البخار الكيميائي (CVD) وطريقة الطلاء بالغمر (dip coating) و تقنية الطلاء الدوار ( spin coating) وتقنية سول-جل (sol-gel) [2].

تعد تقنية الطلاء بالغمر (dip coating) وتقنية السول-جل (sol-gel) طرقاً سهلة وذات كلفة منخفضة لإنشاء خشونة على السطح مقارنة مع التقنيات التي ذكرت سابقاً .

### تقنية سول - جل

تعد تقنية سول-جل (Sol-gel) من الطرق الكيميائية الرطبة . وتندرج هذه الطريقة ضمن الطرق (Bottom-Up) لتحضير الأغشية النانوية الرقيقة ،حيث يتم تشكيل الأغشية انطلاقاً من الذرات والجزيئات وصولاً للبنى النانوية.

لقد حظي استخدام تقنية السول-جل (sol-gel) في عمليات إنهاء المنسوجات باهتمام كبير في العقود الماضية لمزاياها المتعددة مثل استخدام أقل للمواد الكيميائية ، وإمكانية المعالجة بدرجات حرارة منخفضة ، وسهولة التطبيق والمعالجة في مصانع النسيج ، وعدم الحاجة إلى معدات خاصة [3],[4].

كما تتيح تقنية السول-جل (sol-gel) إكساب النسيج خصائص متعددة الوظائف في خطوة واحدة وهو أمر غير ممكن بواسطة طرق الإنهاء التقليدية للمنسوجات بسبب عدم توافق المواد الكيميائية.

يمكن إجراء هذه العملية باستخدام طرق الغمر التقليدية مثل طريقة (غمر- تجفيف) أو طريقة (غمر - تجفيف - تعتيق) أو طريقة الرش أو الطلاء الدوراني [5].

تتكون معالجة النسيج باستخدام تقنية السول-جل (sol-gel) من خطوتين أساسيتين :

أولاً : تحضير محلول الجسيمات النانوية عن طريق الحلمهة المائية للبادئ (ألكوكسيدات المعادن أو السيلكون أو أملاح المعادن ) بوجود المحفز (حمض أو أساس ) في وسط مائي أو مذيبات عضوية. تُستخدم المذيبات العضوية ، مثل الكحوليات ، في الغالب لأنها توفر ثباتاً عالياً في التخزين ، والالتصاق الممتاز بالأقمشة النسيجية وسهولة تبخر المذيب في درجات حرارة منخفضة.

ثانياً: يتم تطبيق هذه الحلاية النانوية (nano sol) على ركائز النسيج باستخدام (طريقة غمر - تجفيف - تعتيق)، حيث يتم في هذه الخطوة تكثيف الجسيمات النانوية على سطح النسيج ، ثم يبخر المذيب مما ينتج عنه طبقة صلبة ذات بنية خشنة [6] .

### 1-2- أوكسيد الزنك ZnO :

تم استخدام الجسيمات النانوية غير العضوية مثل ZnO و  $TiO_2$  و  $SiO_2$  لتوليد الخشونة النانوية على المنسوجات ومن ثم معالجتها بعامل طارد مما يجعلها شديدة المقاومة للماء [7] . الميزة الرئيسية لاستخدام الهياكل النانوية ZnO هي طرق تحضيره البسيطة ذات الكلفة المنخفضة ، بالإضافة لخصائصه المتعلقة بالسلامة الحيوية فهو مادة آمنة للإنسان وقابل للتحلل البيولوجي ، والاستقرار الجيد ، كل ذلك جعله مادة فعالة ليتم تطبيقها على الأقمشة القطنية ، لتصنيع أسطح فائقة الكره للماء من خلال زيادة خشونة السطح [8] .

### 2- هدف البحث :

يهدف هذا البحث إلى تصنيع أقمشة قطنية فائقة الكره للماء بطريقة آمنة و بسيطة ومنخفضة التكلفة باستخدام أوكسيد الزنك المحضر بتقنية السول -جل لخلق خشونة على السطح، ومن ثم معالجة السطح بمادة كارهة للماء (حمض الشمع) .

### 3- خطة البحث:

يتضمن إجراء البحث المراحل الأساسية الآتية:

1. تجهيز القماش القطني الخام.
2. تحضير أوكسيد الزنك النانوي باستخدام تقنية السول جل، وتطبيقه على القماش القطني باستخدام تقنية (غمر - تجفيف - تعتيق) .
3. تعديل القماش القطني بمادة منخفضة الطاقة السطحية كارهة للماء بطريقة (غمر - تجفيف) .

4. توصيف العينات المعالجة بأوكسيد الزنك النانوي باستخدام المجهر الالكتروني.
5. اختبار قياس زاوية التماس (water contact angle) (WCA) للعينات المحضرة
6. اختبار الغرق والتبقيع.

#### 4-الأجهزة والأدوات المستخدمة في البحث:

1. ميزان حساس.
2. سخان مخبري مع خلاط مغناطيسي.
3. فرن التجفيف
4. آلة الغمر والعصر(الفولار).
5. كاميرا لتصوير العينات .
6. المجهر الإلكتروني الماسح (SEM) .

#### 5-المواد المستخدمة في البحث:

- 1- قماش قطني خام ميرد 2/1 ، رقم الصنف 1441 من صنع شركة نسيج اللاذقية مواصفات القماش مبينة في الجدول (1) .
- 2- كلوريد الزنك ( $ZnCl_2$ ) .
- 3- هيدروكسيد الصوديوم (NaOH).
- 4- إيثانول ( $C_2H_5OH$ ).
- 5- حمض الشمع ( $C_{18}H_{36}O_2$ ) .

الجدول (1) يبين مواصفات القماش المستخدم

مبرد 2/1	التركيب النسيجي
قطن 100%	نوع المادة الخام
170	عرض القماش (cm)
245	وزن المتر المربع ( $g/m^2$ )
36	كثافة خيوط السداء (خيوط / cm)
18	كثافة خيوط الحدف (خيوط / cm)
16	نمرة خيوط السداء Ne
12	نمرة خيوط الحدف Ne
مسرّح	نوع الغزل لخيوط السداء
توربيني	نوع الغزل لخيوط الحدف

## 6- التجارب:

## 6-1- تجهيز القماش القطني الخام:

أجريت عملية تبييض القماش القطني الخام باستخدام هيدروكسيد الصوديوم 4% والماء الأوكسجيني 8% وبضع قطرات من مثبت الماء الأوكسجيني و نسبة الحوض (1:40). تم رفع درجة الحمام المائي حتى ( $100^{\circ}C$ ) واستمرت عملية التبييض بعد الغليان لمدة ساعة . تشطف العينات بعدها وتعديل بحمض الخل يعاد شطف العينات بالماء العادي وتترك لتجف بدرجة حرارة المخبر.

## 6-2- تحضير أوكسيد الزنك النانوي باستخدام تقنية السول جل :

تم استخدام كلوريد الزنك كمادة بادئة، حيث تمت اذابة (6.8g) من كلوريد الزنك في (100 ml) من الايتانول، وتم تسخين المحلول مع التحريك حتى الدرجة ( $50^{\circ}C$ ) ومن

ثم تم اضافة هيدروكسيد الصوديوم حتى تصل قيمة (pH =8) بعد ذلك استمر تحريك المحلول لمدة ساعتين .

تم تطبيق أوكسيد الزنك النانوي المحضر على القماش باستخدام طريقة (غمر - تجفيف - تعتيق) بغمر عينة قماش قطني أبعادها (2×2 cm) في حلاية أوكسيد الزنك المحضر لمدة 10 دقائق ثم تمريرها على آلة العصر للتخلص من الكمية الفائضة ثم تجفيف العينة بدرجة حرارة (80°C) لمدة 10 دقائق ثم تم تعتيق العينات في المجفف عند درجة الحرارة (110°C) لمدة 5 دقائق . تم تكرار (غمر - تجفيف - تعتيق) لدراسة تأثير عدد مرات الغمر في خاصية فائق الكره للماء .

### 6-3- تعديل القماش القطني المعالج بأوكسيد الزنك بمادة منخفضة الطاقة السطحية كارهة للماء بطريقة الغمر:

تمت إذابة كمية معينة من حمض الشمع في الايثانول، وتم تسخين المحلول في حمام مائي إلى الدرجة (40°C) حتى ينحل حمض الشمع، ثم غمر العينات القطنية المعالجة بأوكسيد الزنك في محلول حمض الشمع لمدة 10 دقائق، ثم تمرير العينات على آلة العصر، وأخيراً تجفيف العينات بدرجة حرارة الغرفة . تمت معالجة عينات القماش القطني بتركيز مختلفة من حمض الشمع (% 0.5-1-3-5-7).

### 6-4 توصيف لأوكسيد الزنك المحضر والعينات المعالجة بأوكسيد الزنك النانوي باستخدام المجهر الالكتروني الماسح (SEM):

تم توصيف أوكسيد الزنك الذي تم تحضيره وعينات القماش القطني المعالج بأوكسيد الزنك باستخدام المجهر الالكتروني الماسح ( Scanning Electron Microscope ) في هيئة الطاقة الذرية بدمشق . ((SEM)

وتقوم فكرة عمل المجهر الالكتروني على استخدام حزمة من الالكترونات عالية الطاقة وذات طول موجي قصير جداً تصطدم عمودياً بسطح العينة ومن ثم يتم جمع الإشارات المنعكسة والصادرة عن العينة باستخدام الكاشف Detector وبعد ذلك يتم معالجة هذه الإشارات ليتم إظهارها كصور.

#### 6-5- اختبار قياس زاوية التماس (WCA):

قياس زاوية التماس هي إحدى الطرق الشائعة لقياس قابلية سطح أو مادة للبلل. يتم من خلال هذا الاختبار توصيف فيما إذا كان القماش المعالج فائق الكره للماء بحيث يجب أن يكون قياس زاوية تماس القطرة مع السطح الصلب أكبر من  $(150^\circ)$ .

تم الاختبار حسب المواصفة الصينية (GB/T30693-2014):

- إسقاط قطرة من الماء على سطح القماش الجاف.
- تصوير القطرة على سطح القماش باستخدام كاميرا.
- معالجة الصور باستخدام برنامج ImageJ باستخدام الدالة (Drop analysis-LB-ADSA). تم إجراء ثلاثة قياسات لكل عينة وأخذ المتوسط الحسابي وحساب الانحراف المعياري .

#### 6-6- اختبار الغرق والتبقيع :

لإثبات قدرة العينات المعالجة على المقاومة الفائقة للماء تم تطبيق اختبار الغرق حسب المواصفة القياسية السورية (1994/958) بحيث تم وضع عينة قطنية (غير معالجة/ عينة معالجة ) بأبعاد  $(3 \times 3 \text{cm})$  على سطح ماء مقطر درجة حرارته  $(20^\circ \text{C})$  وقياس الزمن اللازم لغرق العينة في الماء وصولاً إلى القاع .

وتم اختبار التبقيع بوضع قطرات من سوائل مختلفة (قهوة -شاي - عصير - دبس رمان ) على عينة معالجة وعينة غير معالجة لاختبار قدرة القماش المعالج على مقاومة سوائل أخرى غير الماء بهدف استخدامه كقماش ذاتي التنظيف.

## 7 - نتائج الاختبارات و مناقشتها

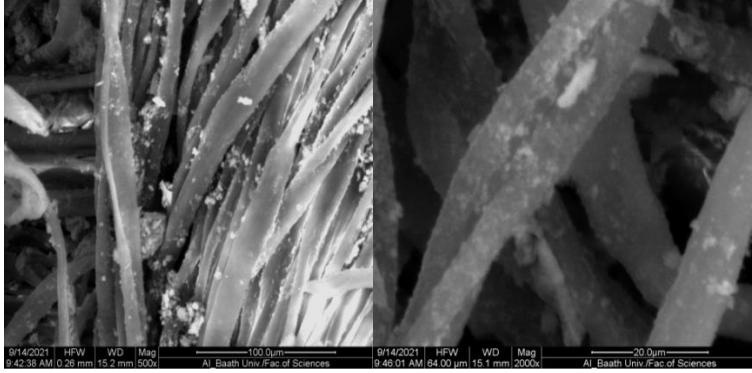
### 7-1- المجهر الالكتروني الماسح (SEM):

تبين صور المجهر الالكتروني الشكل (a-2) بأن ألياف النسيج القطني غير المعالج ذات سطح أملس . عند غمر العينات لمرة واحدة لوحظ أن ترسب جسيمات أوكسيد الزنك لم يكن متجانس مع وجود أماكن لم تكن مغطاة بأوكسيد الزنك الشكل (b-2) . يلاحظ أنه بزيادة عدد مرات الغمر (مرتين - ثلاث مرات ) تزداد كمية جسيمات أوكسيد الزنك المترسبة على سطح الألياف وكانت التغطية متجانسة تقريباً مع وجود بعض التجمعات ولا يوجد أي أماكن لم تكن مغطاة بجسيمات أوكسيد الزنك الشكل (c-2) ، وأصبح سطح الألياف خشن بشكل واضح .

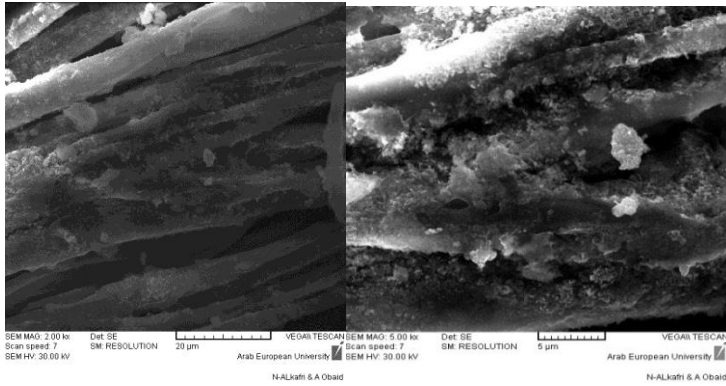


(a)





(b)



(c)

الشكل (2) صور المجهر الالكتروني الماسح لعينات النسيج  
(a) غير المعالج (b) غمر مرة واحدة بأوكسيد الزنك (c) غمر مرتين بأوكسيد الزنك

## 7-2- نتائج اختبار زاوية التماس (WCA) وقابلية البلل :

يبين الجدول (2) نتائج قياس زاوية تماس القطرة (WCA) لعينات القماش القطني

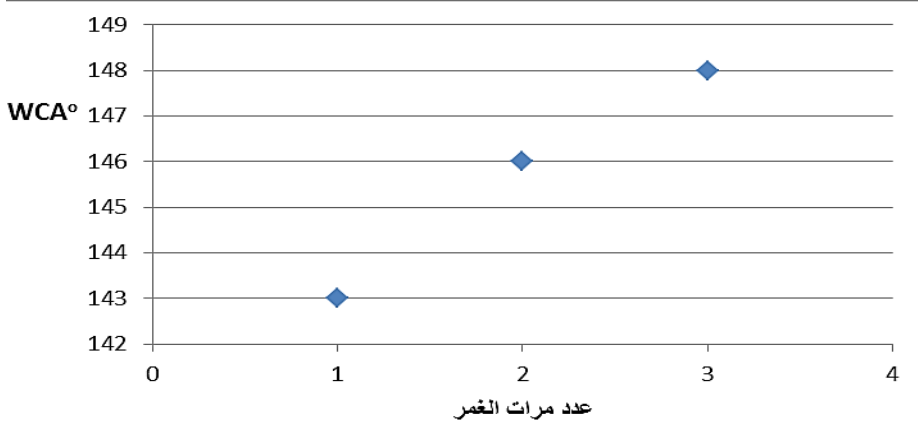
المعالج بأوكسيد الزنك والمعدلة بتركيز مختلفة من حمض الشمع :

الجدول (2) نتائج قياس زاوية تماس قطرة الماء للعينات المحضرة

غمر مرة واحدة					
7	5	3	1	0.5	تركيز حمض الشمع (%)
140.52	146.208	140.89	150.71	145.233	WCA1
141.569	142.78	143.146	146.139	149.861	WCA2
140.98	146.341	143.567	150.341	148.693	WCA3
<b>141.023</b>	<b>145.1097</b>	<b>142.5343</b>	<b>149.0633</b>	<b>147.929</b>	متوسط القراءات
0.52582	2.018646	1.439508	2.539259	2.406734	الانحراف المعياري
غمر مرتين					
7	5	3	1	0.5	تركيز حمض الشمع (%)
144.01	147.92	143.017	152.057	148.475	WCA1
145.861	147.942	144.096	152.497	151.737	WCA2
144.932	147.056	143.548	152.546	151.547	WCA3
<b>144.9343</b>	<b>147.6393</b>	<b>143.5537</b>	<b>152.3667</b>	<b>150.5863</b>	متوسط القراءات
0.925502	0.505301	0.539522	0.269296	1.830935	الانحراف المعياري
غمر ثلاث مرات					
7	5	3	1	0.5	تركيز حمض الشمع (%)
143.862	144.626	143.359	156.327	152.723	WCA1
143.052	144.103	142.313	156.742	152.057	WCA2
143.208	144.365	142.604	156.103	152.5	WCA3
<b>143.374</b>	<b>144.3647</b>	<b>142.7587</b>	<b>156.3907</b>	<b>152.4267</b>	متوسط القراءات
0.429758	0.2615	0.53988	0.324223	0.339002	الانحراف المعياري

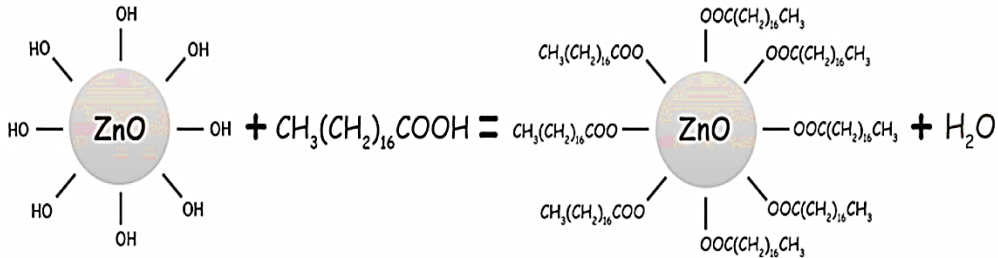
يبين الشكل (3) بأن قيمة زاوية التماس (WCA) تزداد بزيادة عدد مرات الغمر للقماش القطني بأوكسيد الزنك . يعزى ذلك إلى زيادة ترسب جزيئات أوكسيد الزنك على سطح الألياف وبالتالي زيادة الخشونة على سطح الألياف وهذا يؤكد أن البنية المورفولوجية للسطح تشكل عاملاً مهماً لقياس قابلية السطح للبلل ولكنه غير كافٍ للحصول على خاصية الكره الفائقة للماء بسبب القطبية العالية للسطح (لوجود شوارد  $(OH^-)$  على سطح جسيمات أوكسيد الزنك ) وبالتالي فإن الماء سوف يملأ الأخاديد الموجودة على السطح بسرعة بسبب الخاصية الشعرية وتتناقص قيمة زاوية التماس، لذلك فإن تخفيض

الطاقة السطحية عامل مهم أيضاً للحصول على خاصية الكره الفائق للماء ويؤثر في قيم زاوية التماس.



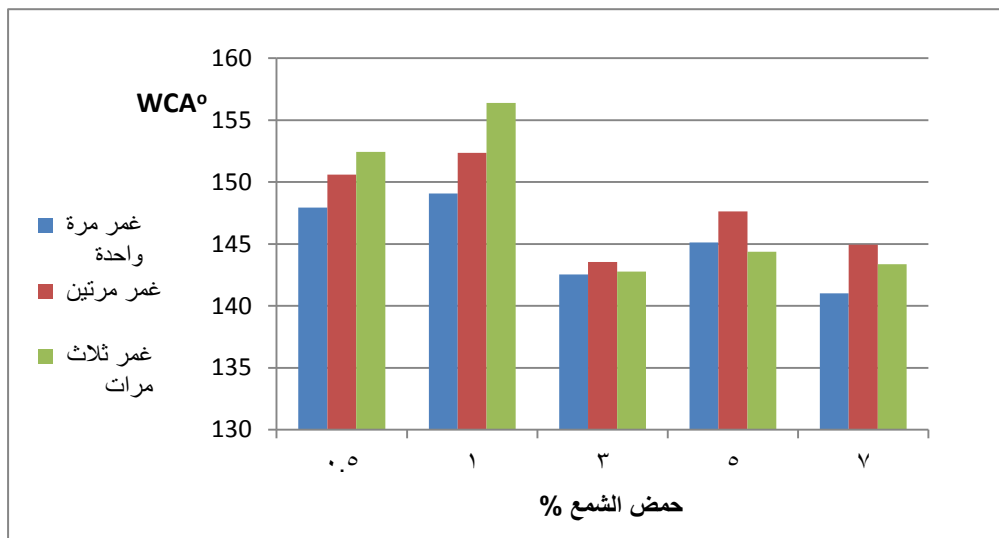
الشكل (3) تأثير عدد مرات الغمر في زاوية التماس

تم استخدام حمض الشمع لخفض الطاقة السطحية لانخفاض كلفته وعدم سميته وهو يحوي على سلسلة ألكيلية طويلة كارهة للماء ورأس قطبي يحوي مجموعة كربوكسيل (COOH). عند غمر عينات القطن المعالجة بأوكسيد الزنك النانوي في محلول حمض الشمع فإن مجموعات الكربوكسيل تتفاعل مع مجموعات الهيدروكسيل الموجودة على سطح أوكسيد الزنك النانوي ليتم استبدال مجموعات (OH<sup>-</sup>) المحبة للماء بسلسلة الألكيل الكارهة للماء، الشكل (4)، ليتم الحصول على الكره الفائق للماء ولكن تبعاً لتركيز حمض الشمع فهو عامل مهم جداً.



الشكل (4) يوضح آلية التفاعل بين حمض الشمع وأوكسيد الزنك النانوي [9]

يوضح الشكل (5) تأثير تغير تركيز حمض الشمع في قياس زاوية تماس قطرة الماء (WCA) للعينات المعالجة بأوكسيد الزنك .



الشكل (5) تأثير تركيز حمض الشمع في قياس زاوية التماس .

يلاحظ من المخطط مايلي :

- ازدادت زاوية التماس مع زيادة تركيز حمض الشمع حتى (1%) بالنسبة لجميع العينات القطنية المعالجة بأوكسيد الزنك (مع اختلاف عدد مرات الغمر).
- تم الحصول على قماش قطني فائق الكره للماء عند المعالجة بحمض الشمع بتركيز (0.5%-1%) بالنسبة للعينات القطنية المعالجة بأوكسيد الزنك (غمرة مرتين - ثلاث مرات) وكانت أعلى قيمة لزاوية التماس ( $WCA=156^{\circ}$ ) هي لعينة القماش القطني المعالج بأوكسيد الزنك (غمرة ثلاث مرات) ومعدلة بحمض الشمع بتركيز (1%) .
- بزيادة تركيز حمض الشمع على (1%) تتناقص زاوية تماس القطرة أي أن زيادة تركيز حمض الشمع لم تكن فعالة في الحصول على قماش فائق الكره للماء ويعود السبب إلى أن زيادة تركيز حمض الشمع يزيد من سماكة الطبقة المغلفة لسطح أوكسيد الزنك وبالتالي تقلل من خشونة السطح بالإضافة إلى توضع مجموعات الكربوكسيل الفائضة على السطح مما يجعل السطح أقل نفوراً للماء .

## 3-7 اختبار الغرق والتبقيع

يلاحظ من الشكل (a-6) أن العينة القطنية غير المعالجة قد تبللت بالماء وغرقت واستقرت في أسفل البيشر مباشرة بزمن قدره (4s) بينما ظلت العينة القطنية المعالجة تطفو على السطح حتى عند تطبيق قوة لغمر هذه العينة تحت الماء تعود للطفو على السطح بعد زوال القوة .

كما أظهر القماش المعالج مقاومة لقطرات القهوة والشاي وعصير البرتقال ودبس الرمان بالإضافة إلى الماء حيث احتفظت هذه القطرات بشكلها الكروي ولم تخترق سطح القماش، الشكل (b-6) بينما انتشرت قطرات هذه السوائل بسرعة على سطح العينة القطنية غير المعالجة .



(a)



(b)

الشكل (6) (a) اختبار الغرق لعينة قطنية غير معالجة وعينة قطنية معالجة.

(b) قطرات من سوائل مختلفة على عينة قطنية معالجة وعينة قطنية غير معالجة .

## 8- الخلاصة

تم في هذه الدراسة استخدام طريقة السول -جل ( sol-gel ) لتحضير أكسيد الزنك بطريقة بسيطة وآمنة، ومن ثم تم غمر القماش في حلاله أكسيد الزنك المحضرة لإكساب سطح القماش خشونة ومن ثم تعديل هذا القماش بمحلول حمض الشمع لتخفيض الطاقة السطحية ، تمت أيضاً دراسة تأثير عدد مرات غمر القماش القطني بأوكسيد الزنك في خاصية الكره الفائقة للماء بالإضافة إلى تأثير تركيز حمض الشمع . تبين من خلال الدراسة أن قيمة زاوية التماس تزداد بزيادة عدد مرات الغمر بينما تتناقص بزيادة تركيز حمض الشمع بعد التركيز (1%)، وتبين الدراسة أن القماش المعالج أثبت مقاومة لأنواع مختلفة من السوائل بالإضافة للماء .

## 9- المقترحات:

- 1- دراسة تأثير العوامل المؤثرة في تحضير أكسيد الزنك باستخدام تقنية السول -جل مثل تركيز المادة البادئة ونوعها ،درجة الحموضة (pH) ، ودرجة الحرارة .
- 2- دراسة تأثير زمن غمر القماش القطني المعالج بحمض الشمع (لتخفيض الطاقة السطحية ) في زاوية تماس قطرة الماء(WCA) .
- 3- استخدام أقمشة قطنية بتراكيب نسيجية مختلفة ودراسة تأثير اختلاف التركيب النسيجي في خاصية الكره الفائقة للماء .

## المراجع

- 1- Manoharan, K., & Bhattacharya, S. (2019), Super hydrophobic surfaces review Functional application, fabrication techniques and limitations, *Journal of Micromanufacturing*, 2(1), 59-78.
- 2- Kumar, A., & Nanda, D. (2019). Methods and fabrication techniques of superhydrophobic surfaces. In Superhydrophobic polymer coatings (pp. 43-75). Elsevier.
- 3- Periyasamy, A. P., Venkataraman, M., Kremenakova, D., Militky, J., & Zhou, Y. (2020). Progress in sol-gel technology for the coatings of fabrics. *Materials*, 13(8), 1838.
- 4-Camlibel, N. O., & Arik, B. (2017). Sol-gel applications in textile finishing processes. Recent applications in sol-gel synthesis. Intech Open Limited, UK, 253-281.
- 5-Kim, J., & Choi, S. O. (2018). Superhydrophobicity. In Waterproof and Water Repellent Textiles and Clothing (pp. 267-297). Wood head Publishing
- 6-Mahltig, B., Haufe, H., & Böttcher, H. (2005). Functionalisation of textiles by inorganic sol-gel coatings. *Journal of materials chemistry*, 15(41), 4385-4398.
- 7- Zhu, T., Li, S., Huang, J., Mihailiasa, M., & Lai, Y. (2017). Rational design of multi-layered superhydrophobic coating on cotton fabrics for UV shielding, self-cleaning and oil-water separation. *Materials & Design*, 134, 342-351.

- 8- Becheri, A., Dürr, M., Lo Nostro, P., & Baglioni, P. (2008). Synthesis and characterization of zinc oxide nanoparticles: application to textiles as UV-absorbers. Journal of Nanoparticle Research, 10(4), 679-689.
- 9- Zhu, J., & Liao, K. (2020). A Facile Method for Preparing a Superhydrophobic Block with Rapid Reparability. Coatings, 10(12), 1202.