

Extraction of Bioactive Compounds From Jujube Fruit with Ultrasonic Waves and Optimization of Carpet Piles Dying Process by RSM

Somayeh Baseri

Department of Art, Semnan University, P.O. Box: 35131-19111, Semnan, Iran

ARTICLE INFO

Article history:

Received: 20-06-2022

Accepted: 21-11-2022

Available online: 13-05-2023

Print ISSN: 1735-8779

Online ISSN: 2383-2169

DOR: 20.1001.1.17358779.1402.17.1.2.1

Keywords:

Dying

Jujube

Extraction

Optimization

RSM

ABSTRACT

Plant dyes have been used in the dyeing process of persian carpets for many years. In this study, jujube fruit, a new source of plant dye, was introduced, and its dyeability on wool yarn was investigated. The results showed that jujube is a vast source of bioactive compounds and can be considered as a good candidate for wool dyeing without any mordants. Response surface methodology was applied to optimize the natural dyeing process and investigate the simple and simultaneous effects of the main parameters. Results also showed that the value of the correlation coefficient of the model was high (97.60 %), and there was a low difference between the experimental color strength value and the predicted value (0.64 %). So, the RSM method could predict and optimize the wool dyeing process with few experiments. Jujube was found to have agronomic potential as a natural dye in wool dyeing, producing good fastness properties without any mordants.



استخراج ترکیبات زیست فعال عنباب توسط امواج فراصوت و بهینه سازی فرآیند رنگرزی خامه فرش دستباف با آن توسط رویه پاسخ

سمیه باصری

استادیار، گروه طراحی و چاپ پارچه، دانشکده هنر، دانشگاه سمنان، سمنان، ایران، صندوق پستی: ۳۵۱۳۱-۱۹۱۱۱

چکیده

سال‌های طولانی است که از رنگزاهای گیاهی برای رنگرزی فرش ایرانی استفاده می‌شود. در این مطالعه، عنباب به عنوان یک رنگزای گیاهی جدید معرفی شد و شرایط رنگرزی پشم با آن مورد بررسی قرار گرفت. نتایج نشان داد که عنباب دارای ترکیبات زیست فعال متعددی بوده و می‌تواند یک رنگزای مناسب برای رنگرزی پشم بدون استفاده از دندان‌های معدنی باشد. از روش آماری رویه پاسخ برای بهینه‌سازی فرآیند رنگرزی و بررسی اثر هر یک از مشخصه‌های فرآیند به صورت مجزا و به صورت دو به دو استفاده شد. نتایج نشان داد که ضریب همبستگی مدل بالا بوده (۹۷٫۶۰ درصد) و اختلاف کمی میان مقدار قدرت رنگی به دست آمده از طریق تجربی و مقدار پیش‌بینی شده توسط مدل وجود دارد (۰٫۶۴ درصد). بنابراین روش رویه پاسخ می‌تواند فرآیند رنگرزی پشم با عنباب را با تعداد کمی آزمایش، پیش‌بینی و بهینه نماید. بررسی ثبات‌های رنگی نشان داد که استفاده از رنگزای عنباب به تنهایی و بدون استفاده از دندان‌ها، سبب ایجاد ثبات‌های رنگی مناسبی روی نمونه‌های پشمی می‌شود.

اطلاعات مقاله

تاریخچه مقاله:

تاریخ دریافت: ۱۴۰۱/۳/۳۰

تاریخ پذیرش: ۱۴۰۱/۸/۳۰

در دسترس به صورت الکترونیکی: ۱۴۰۲/۲/۲۳

شاپا چاپی: ۱۷۳۵-۸۷۷۹

شاپا الکترونیکی: ۲۳۸۳-۲۱۶۹

DOR: 20.1001.1.17358779.1402.17.1.2.1

واژه‌های کلیدی:

رنگرزی

عنباب

استخراج

بهینه‌سازی

رویه پاسخ



۱- مقدمه

بشر پس از اینکه نحوه بهره‌برداری از الیاف طبیعی برای استفاده در پوشاک و زیرانداز خود را فرا گرفت، به دنبال ارضای حس زیبادوستی و تنوع طلبی خود بود و در نتیجه تلاش کرد تا با استفاده از منابع طبیعی، به رنگرزی دست‌بافته‌های خود پرداخته و در آنها فام‌های رنگی ایجاد کند. بنابراین استفاده از رنگزاهای گیاهی در رنگرزی دست‌بافته‌ها، سابقه‌ای طولانی دارد [۱]. استفاده از رنگزاهای گیاهی در هر منطقه، بستگی به منابع طبیعی موجود در آن حیطه و همچنین فرهنگ مردمان آن دارد. امروزه با افزایش آگاهی مصرف‌کنندگان از مضرات رنگزاهای شیمیایی، تمایل به استفاده از مواد رنگزای طبیعی افزایش یافته است. در سال‌های اخیر توجه ویژه‌ای به توسعه فناوری و مواد اولیه در زمینه رنگرزی منسوجات با مواد زیست‌سازگار، دوست‌دار محیط زیست، پایدار و ایمن شده است. از جمله مهم‌ترین دلایل این توجه می‌توان به حفظ محیط زیست، به دست‌آمدن رنگزاهای طبیعی از مواد زیست‌تخریب‌پذیر و تجدیدپذیر، جاذبه ذاتی این رنگزاهای، افزایش کیفیت رنگزا، قابلیت تشکیل کمپلکس پایدار با یون‌های فلزی از طریق اتصال کنوردینانس، ایجاد اشتغال، صرفه‌جویی ارزی، افزایش صادرات، پرهیز نسل کنونی از کاربرد مواد شیمیایی برای کالاهایی که در ارتباط مستقیم با بدن انسان هستند، اشاره نمود [۲]. با وجود شناسایی مزایای متعدد مواد رنگزای طبیعی ولی به دلایل متعدد نظیر محدود بودن منابع طبیعی، نبود مواد تکمیلی طبیعی، فرآیند رنگرزی طولانی و هزینه نسبتاً زیاد رنگرزی با رنگزاهای طبیعی، همچنان از رنگزاهای شیمیایی استفاده می‌شود.

از جمله مهم‌ترین کاربردهای رنگزاهای طبیعی، استفاده از آنها در رنگرزی نخ خامه‌قالی و سایر دست‌بافته‌ها می‌باشد. بدون تردید استفاده از مواد رنگزای طبیعی و هماهنگی و هارمونی رنگ‌های مورد استفاده در فرش، یکی از مهم‌ترین عوامل شهرت، اصالت و ارزش هنری قالی ایران در زمان‌های گذشته می‌باشد. چرا که هرچه هنر و طبیعت بیشتر با یکدیگر آمیخته شوند، جذابیت کار حاصله در نظر انسان ملموس‌تر خواهد بود [۴]. امروزه یکی از مهم‌ترین مشکلات صنعت فرش دستباف ایران، استفاده از مواد رنگزای شیمیایی و مصنوعی در فرآیند رنگرزی آن می‌باشد. این امر منجر به کاهش کیفیت محصول و به تبع آن کاهش سهم صادرات ایران از فرش دستباف شده است [۵]. در سال‌های اخیر گسترش انواع بیماری‌ها و افزایش آلودگی‌های زیست‌محیطی ناشی از پساب‌های صنعتی از یک طرف و از طرف دیگر خواص منحصر به فرد رنگزاهای طبیعی از قبیل ایجاد فاضلاب قابل تجزیه و بازگشت به طبیعت، ضد قارچ و کپک، ضد میکروب، ضد بو، ضد حساسیت بودن، حفاظت در مقابل پرتو فرابنفش منجر به افزایش استفاده از آنها در فرآیندهای نساجی شده است. در حال حاضر شواهد بسیاری وجود دارد که نشان دهنده تمایل روزافزون بازارهای جهانی به استفاده از رنگزاهای طبیعی در

صنعت فرش دستباف می‌باشد. تقاضاهای جهانی برای استفاده از مواد رنگزای طبیعی به ویژه ایجاد فام‌های قرمز و زرد توسط آنها به سرعت در حال افزایش است. این تقاضا در سال ۲۰۰۰ بالغ بر ۲۵۰۰ تن تخمین زده شده است [۶].

بنابراین حفظ هویت و اصالت فرش دستباف ایرانی که همان کاربرد همراه با ذوق و سلیقه پشم ایرانی به همراه استفاده از رنگزاهای طبیعی موجود در کشور می‌باشد، بسیار حائز اهمیت است. لذا شناخت دقیق ویژگی‌های مواد اولیه فرش و تحقیق روی مواد اولیه طبیعی اصیل و قدیمی در رنگرزی فرش دستباف و همچنین فرآیند به کارگیری آنها ضروری می‌باشد. بدون شک چنین تحقیقاتی می‌تواند به بهبود وضعیت استفاده از آنها با توجه به ویژگی‌هایشان کمک نموده و منجر به تحول و توسعه فرش دستباف کشور، صرفه‌جویی ارزی و افزایش ارزش افزوده محصول گردد. با توجه به شرایط جغرافیایی و اقلیمی خاص ایران، انواع مختلف مواد رنگزای طبیعی در کشور وجود دارد که مطالعه و شناخت آنها و بهینه‌سازی فرآیند رنگرزی با آنها می‌تواند گام مهمی در راستای بهبود کیفیت فرش دستباف و توسعه پایدار کشور باشد. از جمله مهم‌ترین این گیاهان، عنباب می‌باشد که متعلق به خانواده Rhamnaceae بوده و از جمله گیاهان بومی فلات ایران است. عنباب گیاه بومی آسیای جنوب شرقی، آسیای میانه و قفقاز است که از چند هزار سال قبل در کشورهایمانند چین، هندوستان، افغانستان، پاکستان و ایران کشت می‌شد و بعد به کشورهای اطراف دریای مدیترانه از جمله سوریه، ایتالیا، فرانسه، اسپانیا و بعد به کشورهای شمال آفریقا منتقل شده است. کشور چین با سطح زیر کشت ۲ میلیون هکتار بزرگترین تولیدکننده و مصرف‌کننده عنباب در سطح جهان است. این گیاه در ایران با نام‌هایی چون طبرخون، اون نافدار، چیلان و سیلان شناخته شده و عمدتاً در استان‌های خراسان جنوبی، تهران، همدان، لرستان، کرمان، یزد، مرکزی، اصفهان، فارس، گیلان و مازندران کاشته می‌شود. عنباب حدود ۴۰ گونه دارد که همه آنها دیپلوئید می‌باشند. در ایران بیش از ۹۸ درصد سطح زیر کشت و تولید عنباب متعلق به استان خراسان جنوبی است. براساس آمار سال ۱۳۹۵ سطح باغات عنباب این استان بالغ بر ۲۹۸۶ هکتار با تولید سالانه ۴۸۶۸ تن بوده است. با توجه به محدودیت منابع آب شیرین و خشکسالی‌های مداوم، تولید عنباب در مقایسه با سایر محصولات باغی و زراعی استان از مزیت نسبی بالاتری برخوردار بوده است. به همین دلیل استقبال عمومی باغداران برای توسعه این محصول در حال افزایش است [۷، ۸].

عنباب دارای انواع کربوهیدرات‌ها، آمینواسیدها، فسفر، ترکیبات آنتی‌اکسیدانی، پلی فنلی (از قبیل ترکیبات کاتشنین، اسید گالیک، اسید پروتوکاتکویک، کاتکول، اسید کلروژنیک، پی- اسید کوماریک،

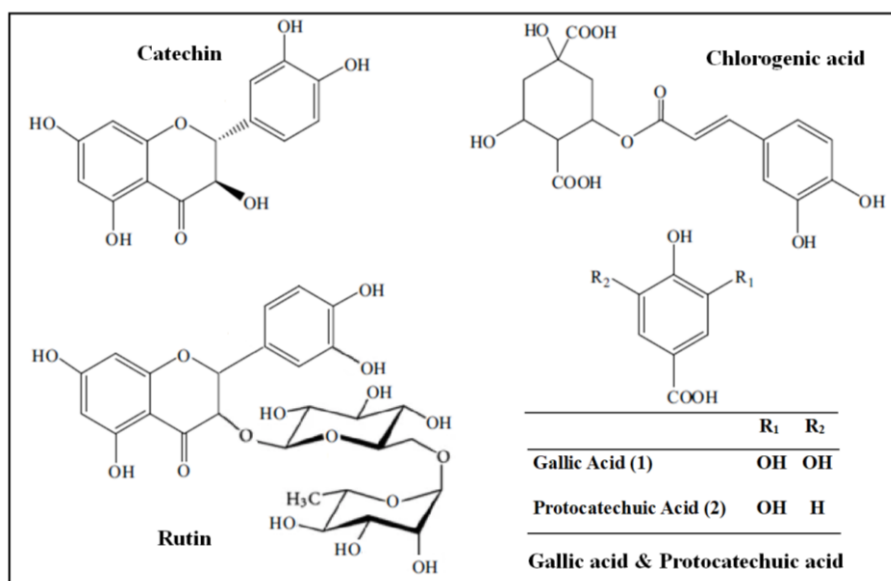
می‌توان به موارد زیر اشاره نمود. کالایی که می‌خواهد رنگریزی شود، همانند صافی عمل کرده و منجر به دام انداختن و چسبیدن ذرات مواد گیاهی در خود شده و در نهایت نایکنواختی رنگریزی ایجاد می‌نماید. افزون بر این، استفاده مستقیم از پودر گیاه در فرآیند رنگریزی منجر به کاهش حجم حمام رنگریزی و کاهش مقدار تولید می‌گردد. مشکل مهم دیگری که در استفاده مستقیم از پودر گیاه در حین رنگریزی ایجاد می‌شود، عدم تولید مجدد رنگ و در واقع عدم تکرارپذیری رنگریزی می‌باشد که این موضوع خود محدودیت‌های متعددی در کاربرد مواد رنگزای گیاهی ایجاد می‌نماید. لذا استخراج و خالص‌سازی ماده رنگزا به منظور دستیابی به رنگزا با درجه خلوص بیشتر، کاهش مراحل رنگریزی و تکرارپذیری محصولات بسیار حائز اهمیت است [۱۶]. در این راستا می‌توان به روش‌های متعددی نظیر استخراج با حلال، استخراج با آب، روش آنزیمی، روش تخمیر، استفاده از امواج ماکروویو، استفاده از سیالات فوق بحرانی، آب فوق گرم تحت فشار و استفاده از امواج فراصوت اشاره نمود.

از جمله روش‌های استخراج که مورد توجه بسیاری قرار گرفته است، استخراج توسط امواج فراصوت است. امواج با فرکانس مابین ۲۰ کیلوهرتز تا ۵۰۰ مگاهرتز فراصوت نامیده شده و عبور آنها از یک محیط باعث تغییر متوسط فاصله بین مولکولی در آن ماده شده و لذا مولکول‌ها در اطراف موقعیت اصلی خود، به نوسان در می‌آیند. حال اگر فشار منفی امواج فراصوتی که از یک محیط عبور می‌کنند، به اندازه کافی زیاد باشد و فاصله دو مولکول مایع از حداقل فاصله مولکولی مورد نیاز برای نگه داشتن مایع بیشتر شود، این حالت باعث ناپایداری، فروپاشی و ایجاد حفره شده و موجب شکل‌گیری حباب‌های حفره‌زا (کاویتاسیون) می‌گردد [۱۷].

اسید فرولیک، اسید الاجیک و اسید سینامیک، ساپونین‌ها، تانن‌ها، استرول‌ها، پلی‌ساکاریدها، سیکلوپتیدهای آلکالوئیدی و فلاونوئیدها می‌باشد [۹]. بخش عمده‌ای از ترکیبات فنلی موجود در عنباب، به صورت گلیکوزیدی بوده و نامحلول در آب می‌باشند [۱۰]. فلاونوئیدها نیز ترکیبات پلی‌فنلی هستند که دارای دو بخش فنلی می‌باشند. از جمله مهم‌ترین ترکیبات فلاونوئیدی عنباب می‌توان به پروسیانیدین‌های الیگومریک، ویتکسین رامنوز، هیپروزید و روتین اشاره نمود [۱۱]. ساختار تعدادی از ترکیبات پلی‌فنلی عنباب در شکل ۱ نشان داده شده است.

در مورد گیاه عنباب مطالعات متعددی در ایران انجام شده است که عمدتاً در مورد ویژگی‌های مورفولوژیکی و فیتوشیمیایی و کاربرد آن در صنایع دارویی و غذایی بوده است [۱۵-۱۲]. اما کاربرد آن در رنگریزی منسوجات مورد مطالعه قرار نگرفته است. این در حالی است که وجود مقادیر نسبتاً زیاد انواع متابولیت‌های ثانویه در عنباب، آن را گزینه مناسبی برای استفاده در رنگریزی قرار می‌دهد. با توجه به اینکه ایران یکی از تولیدکنندگان اصلی عنباب در جهان می‌باشد، لذا مطالعات منسجم و گسترده در این زمینه نه تنها می‌تواند باعث توسعه پایدار کشور شود بلکه می‌تواند زمینه‌ساز کاربردهای جدید آنها در رنگریزی و معرفی رنگزایی نوین با حداقل هزینه اقتصادی باشد.

ترکیبات رنگزای موجود در مواد رنگزای گیاهی در میان سایر اجزای گیاهی از قبیل کلروفیل، پروتئین، کربوهیدرات‌ها و الیاف نامحلول در آب قرار گرفته‌اند. برای استفاده از مواد رنگزای گیاهی، ضروری است تا ابتدا ماده رنگزا از سایر بخش‌های گیاهی استخراج شود. زیرا در غیر این صورت بخش‌های زاید گیاهی، مشکلات متعددی را ایجاد می‌نمایند. از جمله مهم‌ترین مشکلات ایجاد شده



شکل ۱: ساختارهای شیمیایی تعدادی از ترکیبات فنلی مهم موجود در عنباب.

Figure 1: Chemical structures of main phenolic compounds present in jujube.

به منظور از بین بردن آلودگی‌ها و ناخالصی‌های موجود در آنها، کلاف‌ها در محلول ۳ گرم بر لیتر صابون غیر یونی و ۱ گرم بر لیتر سدیم کربنات با نسبت حجم حمام به وزن کالای برابر با ۱:۳۰ در دمای ۵۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۳۰ دقیقه شستشو داده شدند. در نهایت کلاف‌ها ابتدا با آب گرم و سپس با آب سرد به خوبی آبکشی شدند تا از رسوب مجدد آلودگی‌ها روی آنها جلوگیری شود [۲۰].

۲-۳-۲- استخراج مواد رنگزا از عنباب

ابتدا عنباب با آب مقطر به خوبی شسته شده و در سایه خشک گردید. سپس توسط دستگاه آسیاب برقی کاملاً پودر شد. با توجه به اینکه بخشی از ترکیبات فنلی موجود در عنباب، به صورت گلیکوزیدی بوده و نامحلول در آب می‌باشند [۱۰]، لذا برای استخراج مواد رنگزا از محلول اتانل: آب ۲۰:۸۰ استفاده شد تا حلالیت مواد رنگزای غیر محلول در آب موجود در عنباب بهبود یافته و بازده استخراج افزایش یابد. به طور کلی استفاده از آب به همراه حلال‌های آلی (ترکیب حلال‌ها) نتایج بهتری در استخراج ترکیبات فنلی دارد [۲۴-۲۱]. عملیات استخراج به دو روش عصاره‌گیری سنتی و حمام فراصوت انجام شد.

در روش عصاره‌گیری سنتی، ابتدا ۳۰ گرم پودر عنباب با ۱۲۰ میلی‌لیتر محلول اتانل: آب ۲۰:۸۰ مخلوط شد و به مدت یک شب در دمای اتاق و در ظرفی تیره نگهداری شد. سپس عملیات استخراج در دمای ۹۰ درجه سانتی‌گراد به مدت زمان دو ساعت بر روی گرم‌کننده حرارتی (هیتر) مجهز به هم‌زن مغناطیسی انجام شد. در انتهای فرآیند استخراج و پس از سرد شدن محلول، محلول ماده رنگزا توسط سانتریفیوژ (۵۰۰۰ دور بر دقیقه به مدت ۱۵ دقیقه) از مواد جامد جدا و در آون با دمای ۵۰ درجه سانتی‌گراد تغلیظ گردید. در روش فراصوت، نیز ۳۰ گرم پودر عنباب با ۱۲۰ میلی‌لیتر محلول اتانل: آب ۲۰:۸۰ مخلوط شد و به مدت یک شب در دمای اتاق و در ظرفی تیره نگهداری شد. سپس مخلوط به دست آمده در دماهای ۴۰ و ۶۰ درجه سانتی‌گراد به مدت زمان ۶۰ دقیقه، در معرض امواج مافوق صوت قرار گرفت. در اینجا نیز محلول توسط سانتریفیوژ (۵۰۰۰ دور بر دقیقه به مدت ۱۵ دقیقه) از مواد جامد جدا و در آون با دمای ۵۰ درجه سانتی‌گراد تغلیظ گردید.

۲-۳-۳- رنگرزی با رنگزاهای استخراج شده از عنباب و

طراحی آزمایش به روش سطح پاسخ

بهینه‌سازی فرآیندها به روش سنتی معایب متعددی از قبیل هزینه بالای تهیه مواد اولیه، صرف مدت زمان طولانی و نیاز به تعداد زیاد نمونه دارد. از طرف دیگر در روش‌های سنتی اغلب اثرات متقابل متغیرها در نظر گرفته نشده و لذا نمی‌توان خیلی به نتایج به دست آمده اعتماد نمود. بر خلاف روش سنتی، روش رویه پاسخ دارای

اندازه حباب‌های حفره‌زا ایجاد شده در حین چرخه‌های انقباض کاهش یافته و در طی مراحل انبساط افزایش می‌یابد. رسیدن اندازه حباب‌های حفره‌زا به اندازه بحرانی سبب متلاشی شدن آنها در طی چرخه انقباض شده و در نتیجه مقادیر زیادی انرژی تولید می‌شود. این انرژی زیاد قادر است سرعت واکنش‌های شیمیایی را به میزان قابل ملاحظه‌ای افزایش دهد. ایجاد امواج حفره‌زا در نمونه سبب ایجاد اختلال در سلول گیاه و نفوذ بیشتر حلال به درون آن می‌شود [۱۸]. همچنین امواج فراصوت می‌توانند باعث شکسته شدن تجمعات و میسل‌های مولکول‌های رنگ شده و در نهایت بازده فرآیند استخراج افزایش و مدت زمان و مصرف انرژی کاهش یافته و بسیاری از مشکلات روش استخراج سنتی کاهش می‌یابد [۱۹].

در این راستا هدف از این تحقیق تعیین روش مناسب استخراج ترکیبات فنلی و تاننی از عنباب و بهینه‌سازی شرایط رنگرزی نخ پشمی با آن می‌باشد. در این راستا اثر دو روش عصاره‌گیری سنتی و فراصوت بر راندمان استخراج ترکیبات زیست‌فعال موجود در عنباب مورد مطالعه قرار گرفته و توسط روش فولینسیوکالتو، مقدار کل ترکیبات تاننی و فنلی قابل استخراج در عصاره عنباب اندازه‌گیری و مورد مقایسه قرار گرفت. در نهایت به بهینه‌سازی شرایط رنگرزی نخ پشمی با رنگزای عنباب به روش طراحی آزمایش سطح پرداخته شد.

۲- بخش تجربی

۲-۱- مواد مصرفی

مواد مصرفی در این پژوهش شامل ماده رنگزای طبیعی عنباب، اتانل، اسید استیک، اسید گالیک، کربنات سدیم، معرف فولین سیوکالتو تهیه شده از شرکت مرک، نخ پشمی سفید مرینوس دولا با نمره نخ ۱۶۰ تکسو شوینده غیریونی Nikogen SDN ساخت شرکت نیک‌فام شیمی برای شستشوی نمونه‌ها می‌باشند. برای ساخت تمام محلول‌ها از آب مقطر استفاده شد. میوه عنباب از منطقه خراسان جنوبی (بیرجند) و از منابع تجاری تهیه شد.

۲-۲- دستگاه‌ها

دستگاه‌های مورد استفاده شامل آسیاب برقی ناسیونال برای پودر کردن رنگزای عنباب، دستگاه Ahiba 1000 polymath برای رنگرزی، ترازوی Tanita مدل 1210N با دقت ۰,۰۰۱ گرم برای توزین مواد، گرم‌کننده حرارتی، آون، سانتریفیوژ دور بالا، حمام فراصوت، دستگاه طیف‌سنج انعکاسی مدل X-Rite Sp64 و دستگاه اندازه‌گیری ثبات شستشویی و نوری می‌باشند.

۲-۳- روش آزمایش

۲-۳-۱- شستشوی اولیه پشم

ابتدا نخ‌های پشمی به صورت کلاف‌های ۵ گرمی پیچیده شدند. سپس

$$Y = b_0 + \sum_{i=1}^n b_i X_i + \sum_{i=1}^n b_{ii} X_i^2 + \sum_{i=1}^{n-1} \sum_{j=1}^n b_{ij} X_i X_j \quad (1)$$

در رابطه ۱، Y پاسخ آزمون‌ها (قدرت رنگی نمونه‌ها)، X_i و X_j متغیرهای مستقل و b₀ مقدار ثابت، b_i ضرایب خطی متغیرها، b_{ij} اثرات متقابل و b_{ii} ضرایب اثرات مربعی متغیرها می‌باشند [۲۵].

۲-۳-۵- شستشوی کلای رنگری شده

به منظور جداسازی مواد رنگزای سطحی، کلاف‌های رنگری شده با محلول ۲ گرم بر لیتر صابون غیریونی به مدت زمان ۱۰ دقیقه در دمای ۶۰ درجه سانتی‌گراد شسته شده و در نهایت به خوبی در دو مرحله آبکشی و در دمای اتاق خشک شدند.

۲-۴-۱- اندازه‌گیری‌ها

۲-۴-۱- طیف‌سنجی انعکاسی

به منظور اندازه‌گیری و بررسی نحوه تغییرات رنگی نمونه‌های رنگری شده، از طیف‌سنجی انعکاسی با استفاده از دستگاه مدل X-RiteSp64 ساخت آمریکا استفاده شد. مؤلفه‌های رنگی نخ‌های رنگری شده تحت زاویه مشاهده کننده استاندارد ۱۰ درجه و زیر منبع نوری استاندارد D65 در فضای رنگی CIEL*a*b* اندازه‌گیری شد و برای محاسبه قدرت رنگی، از رابطه کیوبلکا-مانک در طول موج بیشینه جذب (۴۰۰ نانومتر) استفاده شد (رابطه ۲).

$$\frac{K}{S} = \frac{(1-R)^2}{2R} \quad (2)$$

۲-۴-۲- اندازه‌گیری میزان متابولیت‌های ثانویه قابل استخراج

کل ترکیبات فنلی و تاننی قابل استخراج با استفاده از روش ماکار اندازه‌گیری شد [۲۶]. به این منظور سه محلول زیر تهیه شد و جذب هر سه آنها توسط طیف‌سنج UV-Vis در طول موج ۷۶۵ نانومتر اندازه‌گیری شد.

۱- برای استخراج ترکیبات فنلی ابتدا ۲۰ میکرولیتر از عصاره عنباب را در یک لوله آزمایش ریخته و به آن ۱۰۰ میکرولیتر معرف فولین سیوکالتو یک مولار و ۲ میلی‌لیتر آب مقطر اضافه شد. محلول حاصل را تکان داده و پس از ۸ دقیقه، ۳۰۰ میکرولیتر محلول کربنات سدیم ۷٫۵ درصد وزنی-حجمی به آنها اضافه گردید. پس از تکان دادن لوله آزمایش، محلول به مدت زمان ۲ ساعت در دمای اتاق و در محیطی تاریک نگهداری شد تا فاز آبی گسترش پیدا کند (محیط کلایایی باعث احیا شدن معرف فولین در مجاورت ترکیبات فنلی شده و به این ترتیب رنگ محلول نهایی آبی می‌شود).

۲- برای اندازه‌گیری مقدار تانن قابل استخراج، ۱ گرم پلی وینیل

مزایای متعددی چون افزایش بهره‌وری، کاهش زمان، کاهش تعداد آزمایش‌ها و بهینه‌سازی فرآیند و تفسیر دقیق‌تر نتایج می‌باشد.

به منظور بررسی مشخصه‌های مهم در فرآیند رنگری، سه متغیر دما، زمان و غلظت رنگزا به عنوان متغیرهای مستقل و یا ورودی طراحی آزمایش در نظر گرفته شدند. در هر مورد قدرت رنگی نمونه‌ها توسط دستگاه طیف‌سنج انعکاسی در طول موج جذب بیشینه یعنی ۴۰۰ نانومتر اندازه‌گیری شد و به عنوان متغیر وابسته یا همان پاسخ آزمایشات در نظر گرفته شد. برای بهینه‌سازی شرایط رنگری از روش طراحی کامپوزیت مرکزی در چهار سطح با فواصل برابر و سه متغیر انجام شد. بر اساس آزمایش‌های اولیه انجام شده، محدوده مؤثر متغیرها شناسایی و انتخاب شدند (جدول ۱).

جدول ۱: متغیرهای فرآیند و سطوح آنها در رنگری پشم با رنگزای عنباب.

Table 1: Process factors and levels at the dyeing procedure of wool yarns with Jujube dye.

Process factors	Values of levels			
Dyeing Concentration (g)	2	3	4	5
Dyeing Temperature (°C)	70	80	90	100
Dyeing Time (min)	40	50	60	70

در تمامی آزمایش‌ها، pH حمام رنگری با استفاده از اسید استیک در حدود ۵ ثابت نگه داشته شد. همچنین نسبت حجم مایع به وزن کالا در تمامی حمام‌های رنگری، ۳۰:۱ در نظر گرفته شد. برای هر نمونه پس از آماده‌سازی حمام رنگ، دمای حمام به ۴۰ درجه سانتی‌گراد رسانده شد و سپس نخ پشمی آبخور شده، وارد حمام شد. دمای حمام رنگری با سرعت ثابت ۲ درجه سانتی‌گراد در دقیقه به دمای مورد نظر افزایش یافت و فرآیند رنگری در این دما تا مدت زمان مورد نظر ادامه یافت. در نهایت دمای حمام رنگری با سرعت ثابت ۲ درجه سانتی‌گراد در دقیقه تا دمای محیط کاهش یافت و نمونه‌ها پس از خروج از حمام، آبکشی و در دمای محیط خشک شدند.

۲-۳-۴- توسعه مدل رگرسیون

اغلب در روش رویه پاسخ به منظور بررسی ارتباط میان متغیرهای مستقل و متغیر هدف، از یک تابع درجه دوم و یا بیشتر استفاده می‌شود. با توجه به اینکه در اکثر موارد از تابع درجه دوم استفاده می‌شود، لذا در اینجا نیز از چند جمله‌ای درجه دوم به منظور پیش‌بینی مقادیر قدرت رنگی نمونه‌ها در سطوح مختلف متغیرهای مستقل و نیز بهینه‌کردن فرآیند رنگری پشم با رنگزای عنباب استفاده شده است (رابطه ۱).

ISIRI 205 و دستگاه اندازه‌گیری ثابت نوری شرکت نساج صنعت یزد استفاده شد. به این منظور نمونه‌ها به مدت زمان ۶۰ ساعت در معرض لامپ زنون قرار گرفتند به نحوی که بخشی از نمونه در معرض نور و بخش دیگر آن پنهان از نور زنون باشد. بعد از گذشت مدت زمان اشاره شده، اختلاف رنگ میان بخش‌های در معرض نور قرار گرفته و بخش پنهان شده توسط معیار آبی، اندازه‌گیری شد.

۲-۴-۵- اندازه‌گیری ثابت شستشویی

ثبات شستشویی نخ‌های پشمی رنگ‌رزی شده با رنگ‌زای عنباب در شرایط بهینه، براساس استاندارد ISIRI 10076 مورد ارزیابی قرار گرفت. به این منظور از دستگاه تحت فشار ساخت شرکت نساج صنعت یزد استفاده شد. به این منظور حمام شستشویی حاوی دو گرم در لیتر صابون استاندارد با نسبت حجم مایع به وزن کالای ۵۰:۱ تهیه شد و نمونه‌ها به مدت ۳۰ دقیقه در دمای ۴۰ درجه سانتی‌گراد در این حمام شسته شدند. سپس نمونه‌ها به خوبی آبکشی و خشک شدند. در نهایت ثابت شستشویی آنها با معیار خاکستری، اندازه‌گیری شد.

۳- نتایج و بحث

۳-۱- بررسی اثر روش استخراج بر بازده و میزان ترکیبات

زیست‌فعال قابل استخراج از عنباب

مقادیر کل ترکیبات فنلی و تاننی قابل استخراج و همچنین بازده استخراج در روش‌های استخراج سنتی و فراصوت در جدول ۲ نشان داده شده است.

همانطور که در جدول ۲ ملاحظه می‌گردد، تحت شرایط در نظر گرفته شده در این پژوهش روش استخراج رنگزا بر بازده استخراج و میزان متابولیت‌های ثانویه استخراج شده اثر قابل ملاحظه‌ای دارد. استخراج فراصوت در مقایسه با روش عصاره‌گیری سنتی از بازده بالاتری برخوردار بوده و مقدار کل ترکیبات فنلی و تاننی قابل

جدول ۲: مقادیر کل ترکیبات فنلی و تاننی و بازده استخراج در روش‌های استخراج سنتی و فراصوت.

Table 2: Total phenolic and tannin contents detected in traditional and ultrasonic extraction methods as well as the extraction efficiency.

Extraction Method	Total phenolic content (mg GAE/g DW.)	Total tannin content (mg GAE/g DW.)	Extraction Efficiency (%)
Traditional extraction	3.6	2.6	61.3
Ultrasonic extraction at 40 °C	4.4	5.4	74.2
Ultrasonic extraction at 60 °C	4.8	6.7	78.5

پلی‌پیرولیدون به داخل یک لوله آزمایش ریخته شد و به آن دو میلی‌لیتر عصاره عنباب اضافه شد. سپس مخلوط فوق را پس از تکان دادن، به مدت زمان ۱۵ دقیقه در میان قطعات یخ قرار داده و بعد از آن به مدت ۵ دقیقه با سرعت ۳۰۰۰ دور بر دقیقه سانتریفیوژ نموده تا محلولی شفاف حاصل گردد. ۲۰ میکرولیتر از این محلول شفاف را در لوله آزمایشی ریخته و به آن ۲ میلی‌لیتر آب مقطر و ۱۰۰ میکرولیتر معرف فولین افزوده شد و پس از گذشت ۸ دقیقه، ۳۰۰ میکرولیتر محلول سدیم کربنات ۷٫۵ درصد وزنی-حجمی به آنها اضافه گردید. محتویات لوله آزمایش تکان داده شد و به مدت زمان ۲ ساعت در تاریکی در دمای آزمایشگاه نگهداری شد.

۳- جهت تهیه محلول استاندارد و رسم منحنی استاندارد، از اسید گالیک استفاده شد. به این صورت که ابتدا ۰٫۵ گرم اسید گالیک خشک در ۱۰۰ میلی‌لیتر اتانل ۸۰ درصد حل شد. محلول حاصله توسط آب مقطر رقیق گشت به نحوی که محلول ۰٫۵ میلی‌گرم گالیک اسید در هر میلی‌لیتر حلال به دست آید. مقادیر ۰، ۱۰، ۲۰، ۴۰، ۶۰، ۸۰ و ۱۰۰ میکرولیتر از محلول فوق را در بالن‌های مختلفی ریخته و حجم همه آنها توسط آب مقطر به یک میلی‌لیتر رسانده شد. سپس به هر یک از بالن‌ها، معرف فولین سیوکالتو و محلول سدیم کربنات افزوده شد و پس از گذشت ۲ ساعت جذب هر یک از آنها در طول موج ۷۶۵ نانومتر اندازه‌گیری و در نهایت منحنی استاندارد رسم و رابطه رگرسیون به دست آمد.

مقدار جذب محلول شماره ۱ خوانده شد و در رابطه رگرسیون به دست آمده قرار داده شد تا غلظت معادل اسید گالیک در عصاره عنباب حاصل شود و به این ترتیب مقدار کل ترکیبات فنلی قابل استخراج از عصاره عنباب بر حسب میلی‌گرم اسید گالیک در هر گرم پودر خشک اولیه، بیان شد. همچنین میزان تانن کل قابل استخراج از عصاره عنباب (میلی‌گرم در هر گرم پودر خشک)، نیز از طریق تفاوت عدد حاصل از محلول شامل پلی‌وینیل‌پلی‌پیرولیدون از عدد حاصل از محلولی که فاقد این ماده بود، محاسبه شد.

۲-۴-۳- اندازه‌گیری بازده استخراج

بازده استخراج بر اساس وزن خشک اولیه و وزن عصاره استخراج شده توسط رابطه ۳ اندازه‌گیری شده است [۲۷].

$$\text{بازده استخراج} = \frac{\text{جرم عصاره استخراج شده}}{\text{جرم اولیه نمونه}} \times 100 \quad (3)$$

۲-۴-۴- اندازه‌گیری ثابت نوری

به منظور اندازه‌گیری ثابت نوری نخ‌های پشمی رنگ‌رزی شده در شرایط بهینه، از استاندارد مؤسسه ملی استاندارد ایران به شماره

گیاهی بیشتر شده و حلال سریع‌تر در بافت گیاهی انتشار می‌یابد. در نتیجه انتقال جرم بهبود یافته و ترکیبات بیشتری از بخش جامد گیاهی وارد حلال می‌شوند. از طرف دیگر می‌توان گفت که بر اساس رابطه آرنیوس با افزایش دما، انرژی فعال‌سازی مولکول‌ها افزایش یافته و این منجر به خروج بیشتر مواد رنگزا از عنباب می‌شود [۲۸]. مطالعات متعددی حاکی از افزایش بازده استخراج عصاره‌های گیاهی در حمام فراصوت با افزایش دمای امواج می‌باشند [۳۰، ۲۹].

نکته‌ای که باید در اینجا در نظر گرفته شود این است که میزان ترکیبات فنلی و تاننی موجود در عنباب به عواملی چون محل کشت گیاه، وارته، محل و زمان برداشت و خشک یا تازه بودن آن بستگی دارد. به طور کلی نوع و مقدار متابولیت‌های ثانویه در گیاهان تحت تأثیر شرایط اقلیمی و ژنتیکی می‌باشد [۳۱، ۳۰]. بخش عمده تانن‌های موجود در عنباب از نوع تانن‌های متراکم می‌باشند [۳۲، ۳۰]. در هر صورت وجود مقادیر نسبتاً بالای ترکیبات زیست‌فعال فنلی و تاننی در عنباب می‌تواند آن را گزینه مناسبی برای رنگرزی منسوجات قرار دهد.

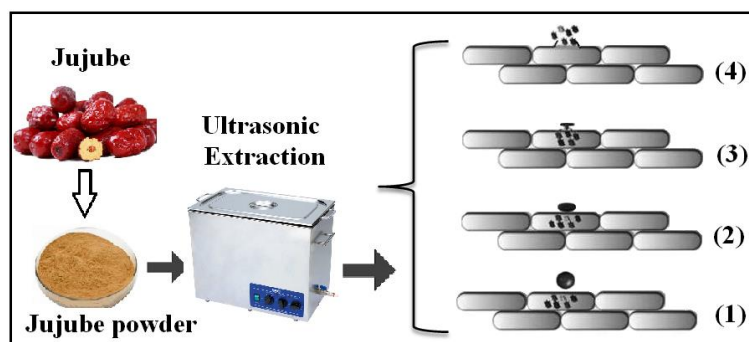
۳-۲- رنگرزی پشم با عصاره عنباب به روش طراحی آزمایش سطح پاسخ

به منظور بررسی عوامل مؤثر در فرآیند رنگرزی پشم با رنگزای عنباب و بهینه‌سازی آنها از روش سطح پاسخ استفاده شد تا به این ترتیب اثر متقابل متغیرها و کلیه ضرایب مدل رگرسیون قابل برآورد بوده و همچنین تعداد آزمایش‌ها کاهش یابد. قدرت رنگی نمونه‌ها توسط دستگاه طیف‌سنج انعکاسی در طول موج جذب بیشینه (۴۰۰ نانومتر) به عنوان پاسخ انتخاب شد. تأثیر سه متغیر مستقل دما، مدت زمان و غلظت رنگزا در چهار سطح با فواصل برابر مورد بررسی قرار گرفت و ۲۰ آزمایش توسط نرم‌افزار طراحی شد. مقادیر متغیرها و مقادیر تجربی قدرت رنگی نمونه‌های رنگرزی شده در طول موج بیشینه در جدول ۳ نشان داده شده است.

استخراج نیز افزایش می‌یابد. به عبارت دیگر در مدت زمان استخراج کوتاه‌تر و در دماهای عملیاتی پایین‌تر، بازده و مقدار ترکیبات زیست‌فعال استخراج شده توسط امواج فراصوت بیشتر می‌باشد. با توجه به اینکه در فرآیند استخراج فراصوت از دمای پایین‌تری نسبت به روش عصاره‌گیری سنتی استفاده شده است، لذا ترکیباتی که به حرارت حساس می‌باشند، تخریب نشده و بنابراین میزان ترکیبات زیست‌فعال قابل استخراج افزایش یافته است. از طرف دیگر حفره‌سازی انجام شده توسط امواج فراصوت سبب ازدیاد نرخ نفوذپذیری حلال به درون بافت گیاهی شده و لذا مقدار متابولیت‌های ثانویه بیشتری از طریق منافذ دیواره‌های سلولی از بافت گیاهی آزاد و وارد حلال می‌شوند. به عبارت دیگر می‌توان گفت که انرژی موجود در امواج فراصوت منجر به شکسته شدن غشای سلولی و تخریب بیشتر دیواره‌های سلولی گیاه و در نتیجه آن خروج بیشتر ترکیبات فنلی و تاننی می‌شود. سازوکار استخراج ترکیبات زیست‌فعال موجود در عنباب توسط امواج فراصوت در شکل ۲ نشان داده شده است.

همان‌طور که در شکل ۲ ملاحظه می‌گردد، در مرحله اول بر اثر برخورد امواج فراصوت به ذرات عنباب، حباب‌های حفره‌زایی در سطح ذرات گیاهی تشکیل می‌شوند. در مرحله دوم حباب‌های حفره‌زایی در طی سیکل انقباض، روی سطح بافت گیاهی متلاشی می‌شوند. در نتیجه انرژی زیادی رها شده و دما و فشار بالای ایجاد شده سبب تولید امواج شوک و میکروجت‌ها در سطح بافت گیاهی عنباب می‌شوند (مرحله سوم). در مرحله چهارم برخورد این میکروجت‌ها با انرژی زیاد به دیواره‌های سلولی بستر گیاهی منجر به تخریب، شکستگی و سایش آنها و رهاسازی ترکیبات گیاهی از بافت جامد به درون حلال می‌گردد.

مقایسه نتایج حاصل از فرآیند استخراج فراصوت در دو دمای ۴۰ و ۶۰ درجه سانتی‌گراد نشان می‌دهد که افزایش دمای امواج فراصوت سبب افزایش بازده و میزان متابولیت‌های ثانویه استخراج شده می‌گردد. علت این موضوع را می‌توان چنین بیان کرد که با افزایش دمای فرآیند در استخراج فراصوت، نفوذ امواج فراصوت در عصاره



شکل ۲: سازوکار استخراج ترکیبات زیست‌فعال از عنباب توسط امواج فراصوت.

Figure 2: Schematic mechanism for the bioactive compound extraction from jujube by ultrasonic method.

جدول ۳: نتایج طراحی آزمایش برای بررسی اثر متغیرهای رنگرزی بر پاسخ نهایی نمونه‌ها.

Table 3: The proposed experimental design of dyeing parameters and responses of dyed samples (color strength).

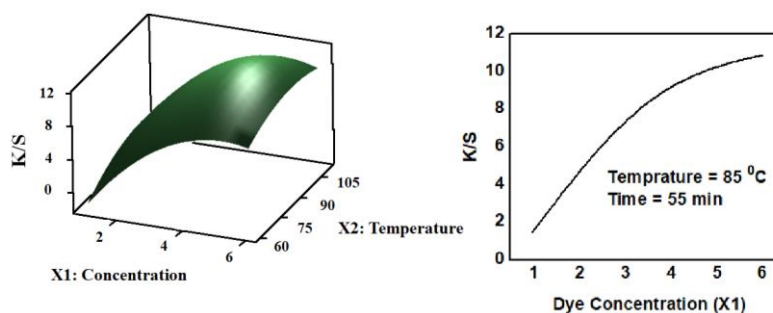
Run	Independent Variables			Color Strength at λ_{max}
	Dye Concentration (X1) (g)	Dyeing Temperature (X2) (°C)	Dyeing Time (X3) (min)	
1	2.00	70.00	40.00	3.741
2	5.00	70.00	40.00	9.360
3	2.00	100.00	40.00	4.520
4	5.00	100.00	40.00	9.442
5	2.00	70.00	70.00	4.160
6	5.00	70.00	70.00	9.572
7	2.00	100.00	70.00	5.533
8	5.00	100.00	70.00	10.285
9	0.98	85.00	55.00	1.440
10	6.02	85.00	55.00	10.856
11	3.50	59.77	55.00	6.530
12	3.50	110.23	55.00	10.272
13	3.50	85.00	29.77	8.130
14	3.50	85.00	80.23	9.504
15	3.50	85.00	55.00	9.441
16	3.50	85.00	55.00	9.299
17	3.50	85.00	55.00	9.507
18	3.50	85.00	55.00	9.364
19	3.50	85.00	55.00	9.512
20	3.50	85.00	55.00	9.392

گرم سبب افزایش قابل ملاحظه قدرت رنگی نمونه‌ها می‌شود. با افزایش غلظت رنگزا به بیشتر از ۳,۵ گرم، قدرت رنگی نمونه‌ها به آهستگی افزایش می‌یابد. بنابراین می‌توان چنین نتیجه گرفت که در غلظت‌های رنگزای بالای ۳,۵ گرم، بخش عمده مکان‌های رنگ‌پذیر پشم توسط مولکول‌های رنگ جذب شده و لذا نرخ افزایش قدرت رنگی نمونه‌ها کاهش می‌یابد. بر این اساس غلظت حدود ۳,۵ گرم (معادل با ۷۰ درصد بر حسب وزن کالا)، غلظت بهینه برای رنگزای عناب در نظر گرفته شد.

۳-۲-۱- بررسی اثر غلظت رنگزا

غلظت رنگزا یک عامل مهم در فرآیند رنگرزی بوده که نه تنها بازده فرآیند را تحت تأثیر قرار می‌دهد بلکه به میزان زباله تولیدی و قیمت نهایی محصول نیز اثرگذار است. به منظور بررسی اثر غلظت رنگزا و به دست آوردن غلظت بهینه، آزمایش‌ها در غلظت‌های مختلف رنگزا انجام شد (شکل ۳).

همان‌طور که در شکل ۳ ملاحظه می‌گردد، با افزایش غلظت ماده رنگزا و دمای فرآیند رنگرزی، قدرت رنگی نمونه‌ها افزایش می‌یابد. همچنین مشاهده می‌شود که افزایش غلظت ماده رنگزا تا حدود ۳,۵



شکل ۳: اثر هم‌زمان غلظت ماده رنگزا و دمای فرآیند رنگرزی بر روی قدرت رنگی نمونه‌ها.

Figure 3: Effect of dye concentration and dyeing temperature on color strength of dyed samples.

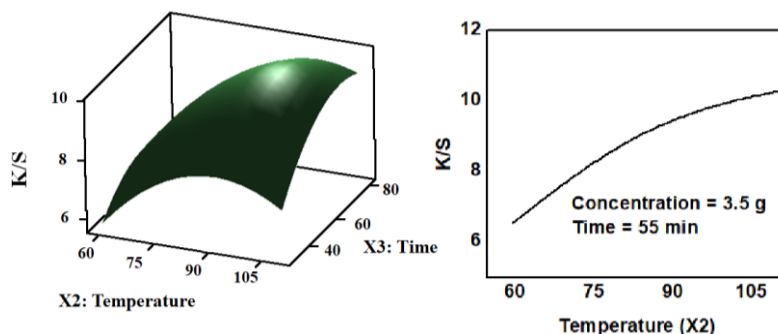
قدرت رنگی نمونه‌ها دارد. افزایش دما از یک طرف سبب بهبود حلالیت مولکول‌های رنگ شده و از طرف دیگر زنجیره‌های پپتیدی پشم را متورم می‌سازد. در نتیجه مولکول‌های رنگزا با سرعت بیشتری به سمت لیف حرکت کرده و جذب رنگزا توسط لیف افزایش می‌یابد. لذا در این پژوهش دمای ۸۵ درجه سانتی‌گراد به عنوان دمای بهینه فرآیند رنگرزی در نظر گرفته شد.

۳-۲-۳- بررسی اثر زمان رنگرزی

در راستای بررسی اثر مدت زمان رنگرزی بر میزان جذب رنگزای عناب و به دست آوردن زمان بهینه، رنگرزی در مدت زمان‌های ۸۰-۲۹ دقیقه انجام شد و نتایج در شکل ۵ نشان داده است.

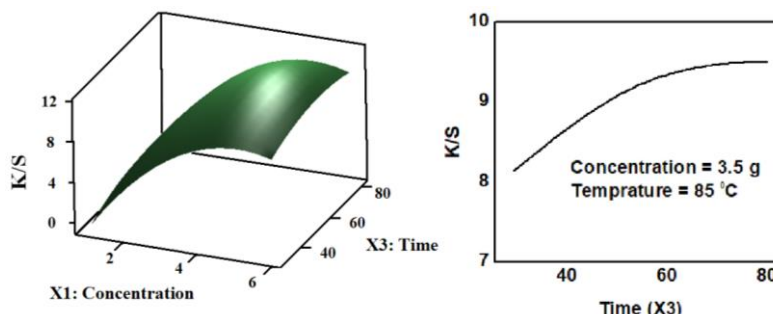
۳-۲-۲- بررسی اثر دمای رنگرزی

یکی از عوامل مهم در سرعت رنگرزی، دما می‌باشد. با تغییر دمای فرآیند رنگرزی، مقدار تورم الیاف تغییر کرده و در نتیجه آن میزان برهم‌کنش میان زنجیره‌های پلیمری لیف و مولکول‌های رنگزا نیز تغییر می‌کند [۳۳]. به منظور بررسی اثر دمای فرآیند روی میزان قدرت رنگی نمونه‌ها و به دست آوردن دمای بهینه، آزمایش‌ها براساس جدول ۳ و در دماهای ۵۹-۱۱۰ درجه سانتی‌گراد انجام شد (شکل ۴). نتایج شکل ۴ به خوبی نشان می‌دهد که دما نقش قابل‌ملاحظه‌ای در بهبود قدرت رنگی نمونه‌ها دارد. همان‌طور که ملاحظه می‌گردد، قدرت رنگی نمونه‌ها با شیب تند با افزایش دما تا حدود ۸۵ درجه سانتی‌گراد افزایش می‌یابد و پس از این دما، افزایش دما اثر کمتری بر



شکل ۴: اثر هم‌زمان دما و مدت زمان فرآیند رنگرزی بر روی قدرت رنگی نمونه‌ها.

Figure 4: Effect of dyeing temperature and dyeing time on color strength of dyed samples.



شکل ۵: اثر هم‌زمان مدت زمان فرآیند رنگرزی و غلظت رنگزا بر روی قدرت رنگی نمونه‌ها.

Figure 5: Effect of dyeing time and dye concentration on color strength of dyed samples.

ضرایب ثابت در رابطه ۱ به دست آمد و بر اساس آن رابطه ۳ برای برآزش داده‌ها و پیش‌بینی مقدار قدرت رنگی نمونه‌ها در مقادیر مختلف متغیرهای تأثیرگذار حاصل گشت.

$$Y = -28.71 + 6.54X_1 + 0.404X_2 + 0.140X_3 - 0.00754X_1X_2 - 0.00209X_1X_3 + 0.000681X_2X_3 - 0.5715X_1^2 - 0.002175X_2^2 - 0.001521X_3^2 \quad (3)$$

به منظور بررسی دقت و صحت مدل به کار رفته، نتایج حاصل از جدول آنالیز واریانس‌ها در جدول ۴ ارائه شده است.

شکل ۵ نشان می‌دهد که با افزایش مدت زمان رنگرزی و افزایش غلظت رنگزا، میزان قدرت رنگی نمونه‌ها افزایش می‌یابد. این افزایش تا مدت زمان حدود ۵۵ دقیقه با شیب تندی همراه است و بعد از آن، میزان قدرت رنگی نمونه‌ها با شیب آهسته‌تری افزایش می‌یابد. بنابراین در شرایط مورد مطالعه در این تحقیق، مدت زمان بهینه رنگرزی ۵۵ دقیقه در نظر گرفته شد.

۳-۲-۴- بررسی اثر غلظت رنگزا، دما و مدت زمان رنگرزی بر قدرت رنگی توسط مدل رگرسیون
پس از انجام آزمون‌های جدول ۳ و دریافت پاسخ‌های آنها، مقادیر

جدول ۴: آنالیز واریانس مدل انتخاب شده.

Table 4: The analysis of the variance (ANOVA) for the selected model.

Source	DF	Seq SS	Contribution (%)	Adj MS	F-Value	P-Value	Impact of variables
model	9	132.363	97.60	14.7070	45.25	0.000	✓
Linear	3	105.707	77.95	35.2358	108.41	0.000	✓
X1	1	97.770	72.09	97.7698	300.81	0.000	✓
X2	1	6.252	4.61	6.2520	19.24	0.001	✓
X3	1	1.686	1.24	1.6855	5.19	0.046	✓
Square	3	26.220	19.33	8.7400	26.89	0.000	✓
X1×X1	1	21.513	15.86	23.8303	73.32	0.000	✓
X2×X2	1	3.018	2.23	3.4512	10.62	0.009	✓
X3×X3	1	1.688	1.25	1.6884	5.19	0.046	✓
2-Way Interaction	3	0.436	0.32	0.1452	0.45	0.725	×
X1×X2	1	0.230	0.17	0.2302	0.71	0.420	×
X1×X3	1	0.018	0.01	0.0178	0.05	0.820	×
X2×X3	1	0.188	0.14	0.1876	0.58	0.465	×
Error	10	3.250	2.40	0.3250			
Lack of Fit	5	3.215	2.37	0.6430	91.78	0.000	
Pure Error	5	0.035	0.03	0.0070			
Total	19	135.613	100.00				
R-square = 97.60 %							
R-square (adj) = 95.45 %							

واریانس و نمودارهای باقی‌مانده استفاده می‌شود. همان‌طور که در جدول ۴ ملاحظه می‌گردد مقدار احتمال برای رابطه رگرسیون کمتر از ۰,۰۰۰۱ بوده و مقادیر ضریب همبستگی و ضریب همبستگی تنظیم شده به ترتیب ۰,۹۷۶۰ و ۰,۹۵۴۵ می‌باشند. به این ترتیب می‌توان گفت که تحت شرایط مورد بررسی در این پژوهش، کیفیت برازش مدل طراحی شده برای پیش‌بینی وابستگی متغیر پاسخ (قدرت رنگی نمونه‌ها) به متغیرهای مستقل (غلظت رنگزا، دما و زمان) مناسب می‌باشد و مدل چندجمله‌ای درجه دوم پیش‌بینی شده به خوبی با نتایج تجربی سازگار است. شکل‌های احتمال نرمال و نمودارهای باقی‌مانده در شکل ۶ نشان داده شده است.

نقاط به دست آمده در نمودار احتمال نرمال اطراف خط مستقیم رسم شده توسط نرم‌افزار قرار دارند که نشان دهنده کم بودن خطای الگو و نرمال بودن مدل طراحی شده می‌باشد. ضریب همبستگی در نمودار احتمال نرمال حدود ۹۷ درصد است. همچنین نمودار باقی‌مانده‌ها هم نشان می‌دهد که تغییرات باقی‌مانده‌ها از روند خاصی پیروی نکرده و در نتیجه فرضیه ثابت بودن واریانس‌ها نسبتاً صادق است.

در راستای ارزیابی نتایج تجربی و نتایج بهینه حاصل از مدل رگرسیون (رابطه ۳)، نخ‌های پشمی تحت شرایط بهینه رنگریزی شده و میزان قدرت رنگی آنها توسط طیف‌سنج انعکاسی اندازه‌گیری شد. نتایج در جدول ۵ نشان داده شده است. همان‌طور که ملاحظه می‌گردد، اختلاف میان مقدار قدرت رنگی پیش‌بینی شده توسط مدل و مقدار به دست آمده از طریق تجربی حدود ۰,۶۴ درصد است. این موضوع به خوبی تأیید می‌کند که هماهنگی مناسبی میان روش آماری و تجربی وجود دارد.

با بررسی مقادیر ضریب رگرسیون و متغیر پاسخ در جدول ۴ می‌توان عوامل مؤثر در میزان قدرت رنگی نمونه‌های رنگریزی شده در شرایط مختلف را بررسی نمود. به طور کلی اگر مقدار متغیر پاسخ بزرگ‌تر از ۰,۰۵ باشد، آن متغیر اثر قابل توجهی بر قدرت رنگی نمونه‌ها ندارد و هر چه مقدار متغیر پاسخ کوچک‌تر و مقدار ضریب رگرسیون بزرگ‌تر باشد، آن متغیر تأثیر بیشتری در قدرت رنگی نمونه‌ها دارد. در جدول ۴ ملاحظه می‌گردد که در مورد هر سه متغیر مستقل مورد بررسی، مقدار متغیر پاسخ کوچک‌تر از ۰,۰۵ بوده و این موضوع تأیید کننده تأثیر قابل ملاحظه هر سه متغیر غلظت رنگزا، دما و مدت زمان بر روی فرآیند رنگریزی پشم با رنگزای عناب می‌باشد. همچنین بر اساس مقایسه بزرگی مقدار F و همچنین میزان کوچکی P محاسبه شده در جدول ۴ می‌توان گفت که غلظت رنگزا بیشترین تأثیر و مدت زمان رنگریزی کمترین اثر را بر نتیجه نهایی و جذب رنگ دارند. نتایج مشابهی را می‌توان از مقایسه موارد به دست آمده از مجذور اثر متغیرها به دست آورد. بر این اساس می‌توان چنین نتیجه گرفت که اثر متغیرهای مستقل مورد بررسی بر میزان قدرت رنگی نمونه‌ها به ترتیب به صورت غلظت رنگزا، دمای رنگریزی و مدت زمان رنگریزی می‌باشد. در مورد تأثیر هم‌زمان متغیرها بر متغیر پاسخ ملاحظه می‌شود که در هر سه مورد، مقدار متغیر پاسخ بزرگ‌تر از ۰,۰۵ بوده لذا اثرات متقابل متغیرها بر میزان قدرت رنگی نمونه‌ها معنی‌دار نمی‌باشد.

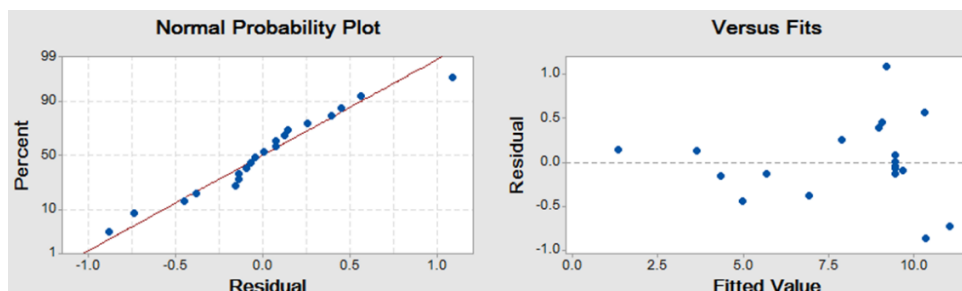
۳-۳- بررسی اعتبار مدل

به منظور بررسی کیفیت برازش و صحت و اعتبار مدل رگرسیونی از مقادیر ضریب همبستگی، ضریب همبستگی تنظیم شده، آنالیز

جدول ۵: مقایسه مقادیر قدرت رنگی حاصل از آزمایش تجربی و مدل پیش‌بینی شده در شرایط بهینه.

Table 5: Color strength values obtained from experimental data and predicted model at optimum dyeing conditions.

Optimum Dyeing Conditions			Color Strength		Difference (%)
Dye concentration (owf %)	Dyeing Temperature (°C)	Dyeing Time (min)	Experimental Data	Regression Model	
70	85	55	9.503	9.442	0.64



شکل ۶: نمودارهای احتمال نرمال و باقی‌مانده برای پاسخ‌های نهایی به دست آمده از تغییر متغیرهای رنگریزی.

Figure 6: Normal probability and residual plots for final responses obtained from dyeing variables.

در مقایسه با نمونه اولیه کاهش یافته و همچنین روشنایی نمونه شماره ۳ کمتر از روشنایی نمونه شماره ۲ می‌باشد. بنابراین نمونه شماره ۳ کمترین میزان انعکاس نور و بیشترین میزان جذب رنگ را دارد. این نتیجه به خوبی توسط مقدار قدرت رنگی اندازه‌گیری شده برای نمونه شماره ۳ در جدول ۵ تأیید می‌گردد.

نکته قابل ملاحظه دیگر در جدول ۱ این است که اختلاف رنگی نمونه رنگری شده با عصاره استخراج شده به روش امواج فراصوت نسبت به نمونه خام اولیه بیشتر از اختلاف رنگی نمونه رنگری شده با عصاره حاصل از روش عصاره‌گیری سنتی می‌باشد. این موضوع با نتایج بخش ۳-۱ سازگار بوده و تأیید می‌کند که استخراج فراصوت در مقایسه با عصاره‌گیری سنتی قادر است ترکیبات زیست‌فعال بیشتری را از رنگزای عنباب استخراج نموده و در نهایت سبب افزایش جذب رنگ نمونه‌ها می‌شود.

شکل ۷ ته رنگ و میزان خلوص رنگی نخ‌های رنگری شده با رنگزای عنباب در دو حالت استخراج فراصوت و عصاره‌گیری سنتی را نشان می‌دهد. شماره نمونه‌ها در محور افقی این شکل، بر اساس جدول ۶ مشخص شده است.

در بررسی ته‌رنگ‌های حاصل از تغییر شرایط استخراج رنگزا مشاهده می‌شود که زاویه فام در گستره ۷۲ تا ۷۹ درجه تغییر می‌کند. رنگری نمونه‌های پشمی با رنگزای عنباب که به روش فراصوت استخراج شده است، سبب افزایش خلوص رنگی و زاویه فام می‌گردد.

۳-۵- ثبات‌های رنگری

ثبات‌های شستشویی و نوری نمونه‌های پشمی رنگری شده با رنگزای عنباب در شرایط بهینه، در جدول ۷ نشان داده شده است.

۳-۴- بررسی خواص رنگری نخ پشمی با رنگزای عنباب در

شرایط بهینه رنگری

مواد زیست‌فعال موجود در عنباب به دو روش عصاره‌گیری سنتی در دمای جوش و فراصوت در دمای ۶۰ درجه سانتی‌گراد (بخش ۲-۲-۲) استخراج شد و نمونه‌های پشمی با هر دو عصاره در شرایط بهینه (جدول ۵)، رنگری شدند. جدول ۶ مقادیر مؤلفه‌های رنگی و همچنین اختلاف رنگی نخ‌های پشمی رنگری شده با رنگزای استخراج شده از عنباب به روش‌های عصاره‌گیری سنتی و فراصوت و رنگری شده در شرایط بهینه را نشان می‌دهد.




در این جدول، L^* نشان دهنده میزان روشنایی نمونه‌ها بوده که می‌تواند مستقل از ته‌رنگ بررسی گردد. مؤلفه b^* درجه زردی یا آبی‌بودن نمونه‌ها را نشان می‌دهد و a^* بیانگر درجه سبزی یا قرمزی نمونه‌ها است. اختلاف رنگ نمونه‌ها (ΔE) که در سیستم CIELAB با استفاده از رابطه ۴ تحت منبع نوری D65 محاسبه شده است، نشان‌دهنده تفاوت مختصات رنگی نمونه‌های رنگری شده مختلف نسبت به نمونه پشمی خام اولیه می‌باشد.

$$\Delta E = \sqrt{(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2} \quad (4)$$

نتایج جدول ۳-۵ نشان می‌دهد که رنگری با رنگزای عنباب، میزان زردی و قرمزی نمونه‌ها را افزایش داده است. میزان تمایل به زرد بودن، در نمونه شماره ۳ بیشتر از نمونه شماره ۲ می‌باشد. بنابراین رنگری نمونه‌های پشمی با رنگزای عنباب که به روش فراصوت استخراج شده است، زردی بیشتری را در نمونه‌ها در مقایسه با روش استخراج سنتی ایجاد می‌کند. بررسی میزان روشنایی نمونه‌ها نیز نشان می‌دهد که روشنایی نمونه‌های رنگ شده با رنگزای عنباب

جدول ۶: ویژگی‌های رنگی نمونه‌های پشمی رنگری شده با رنگزای عنباب.

Table 6: CIELAB system of dyeing wool samples with jujube.

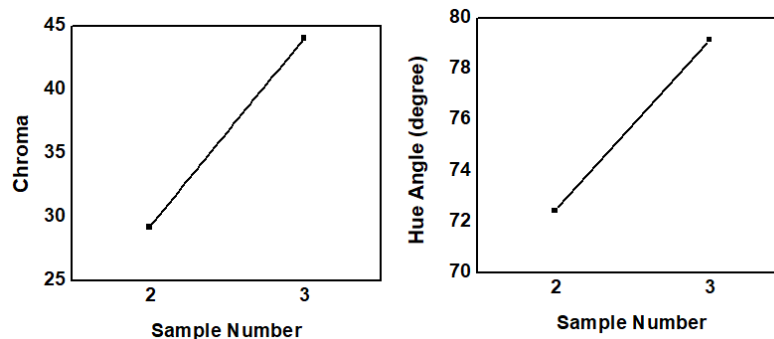
Samples	L^*	a^*	b^*	ΔE	Color obtained
1	85.74	-0.07	15.72	-	
2	62.59	8.81	27.83	27.59	
3	59.71	8.30	43.26	38.81	

1- Pristine yarn
2-Dyed yarns with the dye extracted by traditional method
3-Dyed yarns with the dye extracted by ultrasonic method

جدول ۷: ثبات نوری و شستشویی نمونه‌های رنگ‌رزی شده با عناب در شرایط بهینه.

Table 7: Wash and light fastness properties of the dyed samples with jujube at optimum dyeing condition.

Samples	Light Fastness	Wash Fastness
Dyed yarns with the dye extracted by traditional method	5	4-5
Dyed yarns with the dye extracted by ultrasonic method	6	4-5



شکل ۷: ته‌رنگ و میزان خلوص رنگی نخ‌های رنگ‌رزی شده با رنگ‌زای عناب در دو حالت استخراج فراصوت و عصاره‌گیری سنتی.

Figure 7: Hue angle and chroma of various samples dyed with the dye extracted by traditional and ultrasonic methods.

فراصوت می‌گردد.

۴- نتیجه‌گیری

در این تحقیق استخراج ترکیبات زیست‌فعال از عناب به دو روش عصاره‌گیری سنتی و استفاده از امواج فراصوت مورد بررسی قرار گرفت. نتایج نشان داد که در استخراج فراصوت، حفره‌زایی سبب تخریب دیواره‌های سلولی گیاه و تسریع انتقال ترکیبات زیست‌فعال به درون حلال شده و لذا دمای استخراج کاهش و بازده استخراج افزایش می‌یابد. بنابراین استخراج فراصوت نه تنها می‌تواند منجر به کاهش دمای عملیات گردد بلکه قادر است، ترکیبات حساس به حرارت را نیز استخراج کند. از عصاره استخراج شده عناب برای رنگ‌رزی پشم استفاده شد و توسط روش آماری رویه پاسخ، پارامترهای مؤثر بر رنگ‌رزی مورد ارزیابی قرار گرفت. نتایج نشان داد که هر سه عامل غلظت رنگزا، دما و مدت زمان رنگ‌رزی تأثیر قابل ملاحظه‌ای بر فرآیند رنگ‌رزی داشته و ضریب همبستگی و اعتبار مدل پیشنهاد شده، قابل قبول می‌باشد. همچنین نتایج حاصل از رنگ‌رزی نخ پشمی با عناب نیز به خوبی نشان داد زمانی که استخراج ترکیبات زیست‌فعال توسط امواج فراصوت انجام می‌گیرد، میزان رمق‌کشی پشم نسبت به استخراج به روش عصاره‌گیری سنتی افزایش می‌یابد. همچنین استفاده از رنگ‌زای عناب به تنهایی و بدون استفاده از دندانه، سبب ایجاد ثبات‌های رنگی مناسبی روی نمونه‌های پشمی می‌شود. بنابراین می‌توان گفت که عناب دارای ترکیبات زیست‌فعال

نتایج جدول ۷ نشان می‌دهد که استفاده از رنگ‌زای عناب به تنهایی و بدون استفاده از دندانه، سبب ایجاد ثبات‌های رنگی خوبی روی نمونه‌های پشمی می‌شود. علت این موضوع را می‌توان به وجود تانن‌ها در رنگ‌زای عناب مربوط دانست (جدول شماره ۲) که حتی بدون استفاده از دندانه هم ثبات مناسبی را ایجاد می‌کنند. تانن، دندانه طبیعی است که می‌تواند ثبات‌های قابل قبولی را در رنگ‌رزی ایجاد نماید. به این ترتیب می‌توان عناب را یک رنگ‌زای طبیعی دندانه‌دار در نظر گرفت که استفاده از دندانه فلزی در رنگ‌رزی با آن تنها از جهت ایجاد تنوع در فام و رنگ نهایی می‌تواند مدنظر باشد. جدول ۷ به خوبی نشان می‌دهد که استفاده از روش استخراج فراصوت در رنگ‌رزی پشم با عناب سبب بهبود ثبات نوری نمونه‌ها در مقایسه با روش استخراج عصاره‌گیری سنتی می‌شود. دلیل این موضوع را می‌توان استخراج بیشتر ترکیبات زیست‌فعال به روش فراصوت و در نتیجه آن جذب بیشتر رنگزا توسط الیاف دانست. افزایش غلظت مولکول‌های رنگزا درون الیاف سبب تغییر شکل و اندازه توده‌های رنگی تشکیل شده درون لیف شده و لذا نوع و میزان تماس رنگ با هوا تغییر کرده و ثبات نوری کالا بهبود می‌یابد [۳۴]. همان‌طور که در جدول شماره ۶ ملاحظه می‌گردد، نخ‌های رنگ‌رزی شده با رنگ‌زای استخراج شده به روش فراصوت در مقایسه با نمونه رنگ‌رزی شده با رنگ‌زای استخراج شده به روش عصاره‌گیری سنتی، از جذب رنگ بیشتری برخوردار بوده و لذا افزایش غلظت رنگزا درون لیف باعث افزایش ثبات نوری نمونه‌ها در روش استخراج

تشکر و قدردانی

از دانشگاه سمنان جهت حمایت مالی‌اش تقدیر و تشکر به عمل می‌آید.

فنی و تاننی متعددی بوده و لذا می‌توان آن را به عنوان یک ماده رنگزای طبیعی دنداندار در نظر گرفت و با استفاده منفرد از آن، ثبات‌های قابل قبولی را روی پشم ایجاد نمود.

هیچ گونه تعارض منافع توسط نویسندگان بیان نشده است.

۵- مراجع

1. M. Montazer, M. Veysian, M. Heydari, Naturalism in dyeing of protein fibers (wool and silk). *Iranian National Carpet Center, Tehran*. (2009), 1-10.
2. S. Afshar, Dyeing with natural dyes, PNUP Publishers of Tehran. 2006, 3-8.
3. S. Baseri, Ecological dyeing of cotton fabric with *Matricaria recutita* L. in the presence of human hair keratins as an alternative copartner to metallic mordants. *Sustainable Mater. Technol.* 32(2022), e00405.
4. F. Mardasi, Technology as a Challenge for Hand-woven Carpet, *Goljaam*. 8(21) (2012), 9-16.
5. M. Montazer, M. Parvinzadeh. Effect of ammonia on madder-dyed natural protein fiber. *J. Appl. Polym. Sci.* 93(2004) 2704-2710.
6. A. Cerrato, D. Santis, D. M. Moresi. Production of Luteolin extracts from *Reseda Luteola* and assessment of their dyeing properties. *J. Sci. Food Agric.* 82(2002), 1189-1199.
7. H. Tawizi. Jujube: planted, had and harvested, Agricultural Education affiliated to the Office of Educational Technology Services of the Ministry of Agricultural Jihad, 2017.
8. H. Khakdaman, A. Pourmeidani, S. M. Adnani. Study of genetic variation in Iranian Jujube (*Zizyphus jujuba* Mill.) ecotypes. *Iran. J. Rangelands and Forests Plant Breeding and Genetic Res.* 14(4) (2007), 202-214.
9. T. Bao, M. Zhang, Y. Zhou, W. Chen, Phenolic profile of jujube fruit subjected to gut microbiota fermentation and its antioxidant potential against ethyl carbamate-induced oxidative damage. *J. Zhejiang Univ. Sci. B.* 22(5) (2021), 397-409.
10. B. N. Wang, H. F. Liu, J. B. Zheng, M. T. Fan, W. Cao, Distribution of Phenolic Acids in Different Tissues of Jujube and Their Antioxidant Activity. *J. Agric. Food Chem.* 59(4) (2011), 1288-1292.
11. A. Zargari. Medicinal plants (volume 1). University of Tehran Printing and Publishing Institute. Tehran. 1992.
12. M. Morovatisharifabad, E. Salehi, A. Falahatidevin, Study of the effect of juvenile fruit juice extract on serum cholesterol and serum triglyceride concentration in Wistar rats. *Iran. J. Vet. Clin. Sci.* 14(2) (2021), 1-38.
13. G. Davarynejad, S. F. Taghizadeh, J. Asili, Effect of different solvents on total phenolic contents and antioxidant activity of zizyphus jujube miller fruits. *J. Hort. Sci.* 31(1) (2017), 158-166.
14. K. Ashrafi, E. Esmaili, N. Shahinfard, R. Ansari, N. Parvin, A. Namjou, S. Borjian, H. Shirzad, Sh. Mansouri, M. Rafieian, The effect of hydroalcoholic extract of zizyphus vulgaris l. on burn healing. *J. Shahrekord Univ. Med. Sci. Winter*, 12(4) (2011), 78-82.
15. F. Moghaddam, J. Sargolzaei, Sh. Bolourian, Optimization of phenolic compounds extraction of zizyphus jujuba using supercritical fluid of carbon dioxide and measurement of its antioxidant activity. *Iran. Food. Sci. Tech. Res. J.* 15(5) (2020), 529-542.
16. T. Bechtold, R. Mussak, Natural colourants-quinoid, naphthoquinoid and anthraquinoid dyes, In Handbook of natural colorants. (2009), 151-182.
17. F. Aynehchee, M. Bagherzadeh Kasiri, K. Gharanjig, Study and optimization of extraction of dye from weld with ultrasonic waves assisted extraction (Uae). *J. Color. Sci. Tech.* 12(2) (2018), 115-124. [In Persian]
18. A. Shotipruk, P. B. Kaufman, Feasibility study of repeated harvesting of menthol from biologically viable *Mentha piperata* using ultrasonic extraction. *Biotechnol. Prog.* 17(5) (2001), 924-928.
19. S. Hemwimon, P. Pavasant, A. Shotipruk. Microwave-assisted extraction of antioxidative anthraquinones from roots of *Morinda citrifolia*. *Sep. Purif. Technol.* 54 (2007), 44-50.
20. S. Baseri, S. Ahmadzadeh, Ecofriendly antibacterial dyeing of wool using sichka gall. *J. Color. Sci. Tech.* 16(1401), 109-122. [In Persian]
21. J. Wang, B. Sun, Y. Cao, Y. Tian, X. Li, Optimisation of ultrasound-assisted extraction of phenolic compounds from wheat bran. *Food Chem.* 106(2) (2008), 804-810.
22. J. Rosangela, F. Lisiane, P. Valeria, D., Claudio, O. Ana Paula, O., Jose, The use of ultrasound in the extraction of *Ilex paraguariensis* leaves: a comparison with maceration. *Ultrason. Sonochem.* 14(2007), 6-12.
23. K. Rajbhar, H. Dawda, U. Mukundan, Polyphenols: Methods of extraction. *Sci. Revs. Chem. Commun.* 5(1) (2015), 1-6.
24. A. A. Vilas-Boas, D. A. Campos, C. Nunes, S. Ribeiro, J. Nunes, A. Oliveira, M. Pintado, Polyphenol extraction by different techniques for valorisation of non-compliant portuguese sweet cherries towards a novel antioxidant extract. *Sustainability*, 12(2020), 12.
25. A. R. Khataee, G. Dehghan, E. Ebadi, Pourhassan, Central composite design optimization of biological dye removal in presence of macroalgae chara sp. *Clean-Soil, Air, Water.* 38(2010), 750-757.
26. H. P. Makkar, Effects and fate of tannins in ruminant animal adaptation to tannins and strategies to overcome detrimental effect of feeding tannin-rich feed. *Small Ruminant Res.* 49(2003), 241-256.
27. H. Rostami, SM. Gharibzahedi, Microwave-assisted extraction of jujube polysaccharide: optimization, purification and functional characterization. *Carbohydr. Polym.* 143(2016), 100-107.
28. M. R. Shahparvari, S. Safapour, K. Gharanjig, Study on kinetic behavior and dyeability of woolen yarn with madder and cochineal natural dyes. *J. Color. Sci. Tech.* 10(3) (2016), 195-206. [In Persian]
29. M. Ghorbani, M. Aboonajmi, M. Ghorbani Javid, A.

- Arabhosseini, Effect of ultrasound extraction conditions on yield and antioxidant properties of the fennel seed (*foeniculum vulgare*) extract. *Iran. J. Food. Sci. Tech.* 14(67) (2017), 63-73.
30. M. Westwood, Working fruit in temperate regions (Translation Y. Rasool zadegan). (1992), Isfahan University Press.
31. A. Khirakhosyan, P. Kaufman, S. Warber, S. Zick, K. Aaronson, S. Bolling, S. C. Change. Applied environmental stresses to enhance the levels of polyphenolics in leaves of hawthorn plants. *Physiol. Plant.* 121(2004), 182-186.
32. Q. Chang, Z. Zuo, F. Harrison, M. S. Chow, Howthorn. *J. Clin. Pharmacol.* 42(2002), 605-612.
33. M. Yusuf, F. Mohammad, M. Shabbir, Eco-friendly and effective dyeing of wool with anthraquinone colorants extracted from *rubia cordifolia* roots: optimization, colorimetric and fastness assay. *J. King Saud Univ. - Sci.* 29(2017), 137-144.
34. F. Eser, A. S. Yaglioglu, M. Dolarslan, E. Aktas, A. Onal, Dyeing, fastness, and cytotoxic properties, and phenolic constituents of *Anthemistinctoria* var. *tinctoria* (Asteraceae). *J. Text. Inst.* 108 (2017), 1489-1495.

How to cite this article:

S. Baseri, Extraction of Bioactive Compounds From Jujube Fruit with Ultrasonic Waves and Optimization of Carpet Piles Dyeing Process by RSM. *J. Color Sci. Tech.* 17, 1(2023), 17-32

DOR: 20.1001.1.17358779.1402.17.1.2.1