

بهینه‌سازی استخراج مواد رنگزای روناس به روش سطح پاسخ و بررسی خواص رنگرزی

- حبیب‌اله بهمن^۱، کمال‌الدین قرنجیگ^{۲*}، شهره روحانی^۳، آرش تحویلی^۴، مژگان حسین‌نژاد^۵، هومن ایمانی^۶، علیرضا محمودی نیاوندی^۷
- ۱- دانشجو دکترا، گروه پژوهشی مواد رنگزای آلی، پژوهشگاه رنگ، تهران، ایران، صندوق پستی: ۱۶۷۶۵-۶۵۴
 - ۲- استاد، گروه پژوهشی مواد رنگزای آلی، پژوهشگاه رنگ، تهران، ایران، صندوق پستی: ۱۶۷۶۵-۶۵۴
 - ۳- دانشیار، گروه پژوهشی مواد رنگزای آلی، پژوهشگاه رنگ، تهران، ایران، صندوق پستی: ۱۶۷۶۵-۶۵۴
 - ۴- کارشناس ارشد، گروه آموزشی مهندسی نساجی، دانشکده شهید چمران، دانشگاه فنی حرفه‌ای استان گیلان، رشت، ایران
 - ۵- استادیار، گروه پژوهشی مواد رنگزای آلی، پژوهشگاه رنگ، تهران، ایران، صندوق پستی: ۱۶۷۶۵-۶۵۴
 - ۶- کارشناس ارشد، دانشکده فرش، دانشگاه هنر تهران، تهران، ایران
 - ۷- استادیار، گروه فیزیک رنگ و نمایش تصویر، پژوهشگاه رنگ، تهران، ایران، صندوق پستی: ۱۶۷۶۵-۶۵۴
- ۸- قطب علمی رنگ، پژوهشگاه رنگ، تهران، ایران، صندوق پستی: ۱۶۷۶۵-۶۵۴
- تاریخ دریافت: ۱۳۹۸/۷/۱۲ تاریخ پذیرش: ۱۳۹۸/۱۲/۱۰ در دسترس به صورت الکترونیکی از: ۱۳۹۹/۵/۱

چکیده

در این پژوهش از مدل طرح مرکب مرکزی سطح پاسخ برای بهینه‌سازی استخراج مواد رنگزای موجود در ریشه گیاه روناس به وسیله دستگاه شیکر انکوباتور استفاده شد. شرایط بهینه برای پارامترهای مورد بررسی شامل pH، زمان و دما به ترتیب ۶.۵۷، ۶۳.۸۸ دقیقه و ۴۷.۴۶ °C اندازه‌گیری شد. پاسخ هر آزمون توسط اندازه‌گیری شدت جذب نور در ۴۱۳ nm به دست آمد. آزمایش‌های تجربی برای شرایط بهینه به دست آمده از مدل انتخابی، اختلاف ناچیزی بین مقادیر شدت جذب مدل و روش تجربی نشان می‌دهد. به منظور تهیه پودر مواد رنگزای استخراج شده از گیاه روناس، استخراج در چهار مرحله متوالی انجام شد. محلول حاصل با استفاده از دستگاه روتاری در خلا تغلیظ شده و در تهیه فرمولاسیونی از مواد پرکننده و مواد فعال سطحی مورد استفاده قرار گرفت. نتایج نشان داد که پودر تهیه شده قابلیت رنگرزی نخ پشمی با خواص ثباتی مناسب شامل ثبات شستشویی ۴-۵، ثبات نوری ۴-۵ و ثبات سایشی ۳-۵ را دارد.

واژه‌های کلیدی: استخراج، مواد رنگزا، ریشه گیاه روناس، بهینه‌سازی، روش سطح پاسخ.

Optimization of Dye Extraction from Madder by Response Surface Methodology and Study of Dyeing Properties

H. Bahman¹, K. Gharanjig^{*1,5}, S. Rouhani^{1,5}, A. Tahvili², M. Hosseinnzhad^{1,5}, H. Imani³, A. Mahmoudi⁴

1- Department of Organic Colorants, Institute for Color Science and Technology, P. O. Box: 16765-654, Tehran, Iran

2- Department of Textile engineering, Faculty of Chamran, Rasht Branch, Technical and Vocational University, Rasht, Iran

3- Department of carpet, Tehran University of art, Tehran, Iran

4- Department of Organic Colorants, Institute for Color Science and Technology, P. O. Box: 16765-654, Tehran, Iran

5- Center of Excellence for Color science and Technology, Institute for Color Science and Technology, P. O. Box: 16765-654, Tehran, Iran

Received: 04-10-2019

Accepted: 29-02-2020

Available online: 22-07-2020

Abstract

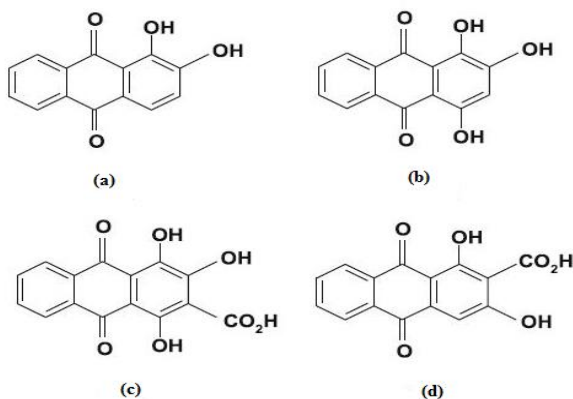
In this study, the response surface method (RSM) of the central composite design model was used to optimize the extraction of dyes in madder plant root by a shaker-incubator. The optimum conditions for the assessed parameters including pH, time and temperature was 6.57, 63.88 min and 47.46 °C, respectively. Each experiment's response was determined by assessing light absorption intensity at 413 nm. Experiments to obtain optimum condition out of the chosen model show that there is a very insignificant difference between the model's absorption and our experimental method. To prepare powder of the extracted dye material, we extracted the dye through four steps. The resulted solution was condensed by a rotary machine in vacuity. Then it was added to a formulation that encompasses filling materials and superficial active materials agents. The results imply that the prepared powder can dye wool thread which in turn showed stable properties involved wash fastness of 4-5, light fastness of 4-5 and rubbing fastness of 3-5. *J. Color Sci. Tech.* 14(2020), 83-96©. Institute for Color Science and Technology.

Keywords: Extraction, Dyes, Rubia tinctorum root, Optimization, Response surface method.

۱- مقدمه

گیاه روناس با نام علمی روبیا تینکتوروم^۱ از تیره روبیاسه^۲، گیاهی چند ساله علفی و پایا به ارتفاع ۰٫۵ تا ۱٫۵ متر است. این گیاه در نقاط مختلف کشورمان بخصوص استان یزد می‌روید [۱۱]. روناس گیاهی است که از دیر باز توسط بشر شناخته شده و از آن رنگ قرمز طبیعی استخراج می‌کرده است. رنگ قرمز حاصل از روناس در گذشته بسیار دور رنگ قرمز برتر بوده است و اکنون نیز مورد استفاده دارد [۱۲]. روناس مهمترین گیاه موجود برای به دست آوردن مواد رنگزای آنتراکینونی برای رنگرزی کلاف‌های پشمی به منظور تهیه فرش است. در این گیاه مواد رنگزای آنتراکینونی مختلفی وجود دارد. البته تعداد و مقدار مواد رنگزای موجود در گیاه به عمر گیاه نیز وابسته است. برای مثال در حدود ۱۹ ترکیب آنتراکینونی مختلف (حدود ۲٪ وزنی ریشه را تشکیل می‌دهد) از گیاه روناس جدا شده و مورد شناسایی قرار گرفته است [۱۳]. در حالی که در ریشه یک ساله این گیاه مقدار مواد رنگزا با ساختارهای شیمیایی آنتراکینونی ساده نظیر آلیزارین، پورپورین، شبه پورپورین و روبیادین کمتر از ۱٪ است (شکل ۱) [۱۴]. به طور کلی مهم‌ترین ماده رنگزای موجود در این گیاه آلیزارین می‌باشد. این ترکیب در ریشه آن قرار گرفته است و با کم و زیاد کردن درصد دندانه و نوع آن، از این ماده فام‌های قرمز و قهوه‌ای بر روی الیاف پشم به دست می‌آید [۱۵].

با آنکه روناس بدون شک مهم‌ترین ماده رنگزای گیاهی است، اما استفاده مستقیم از آن دارای مشکلاتی در رنگرزی الیاف است. عدم تکرارپذیری، رنگ همانندی سخت، مضر بودن تفاله‌های گیاهی بعد از رنگرزی و عدم قابلیت بکار بردن در ماشین‌های رنگرزی از مهمترین عیوب استفاده از روناس به صورت پودر گیاهی است.



شکل ۱: ترکیبات شیمیایی مهم موجود در ریشه گیاه روناس (a) آلیزارین، (b) پورپورین، (c) شبه پورپورین و (d) منگوستین.

امروزه استفاده از مواد رنگزای طبیعی در رنگ کردن الیاف نساجی به دلیل نداشتن اثرات مخرب زیست‌محیطی و همچنین بی‌ضرر بودن برای سلامتی انسان به شدت افزایش یافته است [۲، ۱]. این مواد رنگزا که از منابع طبیعی به دست می‌آیند به سه دسته گیاهی، حیوانی و معدنی تقسیم می‌شوند که پرکاربردترین آنها در صنعت نساجی و فرش مواد رنگزای گیاهی هستند. استخراج مواد رنگزا از گیاهان عموماً به منظور دستیابی به مواد رنگزایی با درجه خلوص بالاتر و کیفیت بهتر کالای رنگرزی شده، تکرارپذیری محصولات و کاهش مراحل رنگرزی صورت می‌پذیرد [۳]. عوامل متعددی مانند pH، دمای استخراج، نوع حلال، اندازه ذرات اجزای گیاهی و یا مدت زمان تماس با حلال در استخراج مواد رنگزا از منابع گیاهی اثر می‌گذارند [۴]. تاثیرگذاری این عوامل به ساختار شیمیایی مواد رنگزا و همچنین روش به کار رفته برای استخراج وابسته است. بنابراین دستیابی به یک فرآیند استخراج مناسب و بهینه‌سازی متغیرها برای یک منبع طبیعی خاص، از دیدگاه اقتصادی دارای اهمیت بوده و اثرگذار بر قیمت نهایی محصول است [۵].

چندین روش مختلف برای استخراج مواد رنگزای طبیعی وجود دارد. برخی از این روش‌ها عبارت است از روش ساده آبی، پیچیده حلالی (سوکسله)، استخراج با اسید یا قلیا، تخمیر، امواج فراصوت و سیال فوق بحرانی [۶]. هر کدام از این شیوه‌ها دارای مزایا و معایبی هستند. به طور مثال در روش ساده آبی، ماده رنگزای استخراج شده می‌تواند به سادگی برای رنگرزی کالاهای نساجی به کار گرفته شود، اما از معایب این روش، بازده استخراج کم، نیاز به زمان طولانی برای استخراج، نیاز به مصرف آب زیاد و استفاده از دمای بالا است. در روشی دیگر با عنوان استخراج سوکسله، زمان استخراج زیاد بوده و امکان تخریب حرارتی وجود دارد. همچنین امکان تولید مواد سمی و آلودگی محیط زیست به خاطر استفاده از حلال‌های آلی نیز وجود دارد [۷]. در استخراج به کمک تخمیر که شبیه روش استخراج آبی است نیاز به دمای بالا نیست و استخراج بوسیله آنزیم‌های تولید شده توسط میکرو ارگانیسم‌های موجود در اتمسفر یا منابع طبیعی انجام می‌شود. اما از معایب این روش این است که زمان استخراج طولانی است و یا فعالیت میکرو ارگانیسم‌ها سبب ایجاد بوی نامطبوع می‌شود. در روش استخراج با حلال اسید/قلیا نیز بسیاری از مواد رنگزا که در قالب گلوکوزید هستند را می‌توان تحت این شرایط استخراج نمود. اما عیب این روش این است که برخی از مواد رنگزا به pH حساس هستند. به طور کلی بازده استخراج تابع عوامل متعددی است که باید در حین استخراج این عوامل بهینه گردند [۸-۱۰].

1- Rubia tinctorum

2- Rubiaceae

۲-۲-۲- دستگاه‌ها

استخراج مواد رنگزا به روش جامد - مایع توسط دستگاه شیکر انکوباتور^۱ مدل (Heidolph Unimax 1010) انجام گرفت. این دستگاه دارای دماسنج و زمان‌سنج بسیار دقیق بوده و از سیستم تنظیم سرعت چرخش صفحه شیکر برخوردار است. از دستگاه اسپکتروفوتومتر دو پرتوی CECILL 9200 برای اندازه‌گیری میزان جذب نور محلول‌های رنگی استخراج شده در طول موج بیشینه جذب استفاده شد. طیف FTIR توسط دستگاه (Perkin Elmer Instruments) ساخت کشور آمریکا انجام شده است. مدل دستگاه استفاده شده در این پژوهش Spectrum One و نرم‌افزار استفاده شده Spectrum v5.3.1 است. برای تعیین pH پودر تهیه شده از pH متر Metrohm مدل 713 pH Meter استفاده شد. از اسپکتروفوتومتر انعکاسی مدل Spectrophotometr II Pro 2 برای تعیین ویژگی‌های رنگی الیاف رنگرزی شده و برای تعیین ثابت رنگ کالاهای رنگرزی شده به ترتیب از دستگاه ثابت شستشویی و ثابت نوری شرکت نساج صنعت یزد و دستگاه ثابت مالشی شرکت نیک تکس استفاده شد.

۲-۳-۲- روش انجام آزمایش

۲-۳-۲-۱- طراحی آزمایش به روش سطح پاسخ

سه عامل pH، زمان و دما به عنوان متغیرهای مورد بررسی با محدوده‌های مشخص برای استخراج مواد رنگزا از ریشه گیاه روناس، انتخاب شدند. طراحی آزمایش‌ها به کمک نرم‌افزار Design Expert (Version 7.0, Stat-Ease, Minneapolis, MN 55413) با رویکرد سطح پاسخ و انتخاب روش طراحی کامپوزیت مرکزی^۲ در سه سطح و سه متغیر انجام شد. جدول ۱ مقادیر سطوح انتخاب شده از متغیرها به صورت کدهای ۱-، ۰ و ۱ ارائه شده است که به ترتیب بیانگر بالاترین سطح، سطح میانی و پایین‌ترین سطح از متغیرها هستند. در تمامی آزمایش‌ها، سایر عوامل و نیز شرایط انجام آزمایش (دور هم‌زن ۲۵۰ rpm) ثابت نگه داشته شده‌اند. میزان جذب نور محلول‌های استخراج شده در طول موج بیشینه جذب یعنی ۴۱۳ nm به عنوان پاسخ، به کمک محاسبات و نمودارهای ارائه شده توسط نرم‌افزار Design Expert با رویکرد سطح پاسخ تحلیل و بررسی شده است.

1- Shaker incubator

2- Central Composite Design

جدول ۱: سطوح انتخاب شده از متغیرها با مقادیر کدگذاری شده برای بهینه‌سازی استخراج مواد رنگزا.

کد سطوح متغیرها			متغیرها
(۱)	(۰)	(-۱)	
۷	۴,۵	۲	$X_1 = \text{pH}$
۹۰	۶۰	۳۰	$X_2 = \text{زمان (دقیقه)}$
۷۸	۵۱	۲۴	$X_3 = \text{درجه سانتی‌گراد (دما)}$

بنابراین برای رفع این مشکلات لازم است تا پودر یا عصاره یکنواختی از ریشه گیاه روناس تهیه گردد. مطابق با آخرین بررسی‌های ما در زمینه استخراج مواد رنگزای موجود در گیاه روناس و با شناسایی مواد رنگزای موجود در روناس مقالات متعددی چاپ شده است [۱۹-۱۶].

در تمامی این مقالات مواد رنگزای استخراج شده بدون هیچ عملیات اصلاحی برای رنگرزی الیاف استفاده شده است. بنابراین در این مقاله سعی شده است علاوه بر بهینه‌سازی استخراج مواد رنگزای موجود در ریشه گیاه روناس به روش طراحی آزمایش سطح پاسخ، فرمولاسیونی ارائه شود تا پودری شامل مواد رنگزای با درجه خلوص بالاتر، قابلیت تکرارپذیری بیشتر و ماندگاری طولانی‌تر بدست آید. بررسی ویژگی‌های رنگرزی الیاف پشمی با این پودر به دست آمده از دیگر اهداف این تحقیق است.

۲- بخش تجربی

۲-۱- مواد

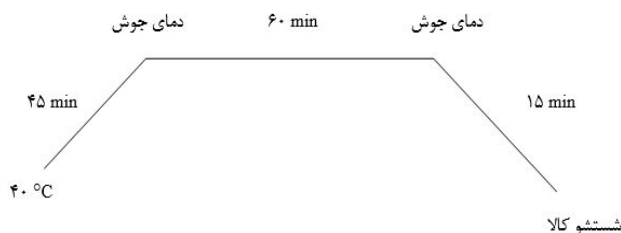
در این مقاله از اتانل، متانل، آب مقطر و مخلوطی از آن‌ها برای استخراج مواد رنگزا از ریشه گیاه روناس استفاده شد تا بهترین حلال برای استخراج مواد رنگزا مشخص شود. اتانل طبی ۹۹,۸٪ به عنوان حلال استخراج از شرکت کیمیا الکل زنجان و متانل ۹۹,۶٪ از شرکت مجلی تهیه شد. برای تهیه بافرهای مورد نیاز از سدیم دی‌هیدروژن فسفات (۹۹٪) و سدیم هیدروژن فسفات (۹۸,۵٪) استفاده شده است. پودر خشک ریشه گیاه روناس با درصد رطوبت ۱۲ و درصد جامد ۲۸ از استان یزد تامین شد. حدود ۱۰۰۰ گرم از پودر ریشه گیاه روناس توسط الک شماره ۲۰ مدل FRITSCH-analysette 3 PRO (۸۴۱ میکرون) صاف شد تا پودر نسبتاً یکنواخت و مشخصی به دست آید. پودر تهیه شده در ظرف‌های مخصوصی نگهداری شده و در تمامی آزمایش‌ها از آنها استفاده گردید. پشم مصرفی در این پژوهش از نوع مرینوس دولابا نمره نخ ۱۹۷ تکس بود. صابون مصرفی برای شستشوی الیاف پشم از نوع غیریونی شرکت کیمیاگران و برای اندازه‌گیری ثابت شستشویی از صابون استاندارد ایزو با تاییدیه SDC استفاده شد. مواد کمکی مورد استفاده شامل پلی‌کربوکسیلات CSP 100 از شرکت همگن شیمی تکین تهیه شد. همچنین سولفات مضاعف آلومینیم از شرکت مرک تهیه شد.

اضافه شد. بالن‌ها با محلول اصلی استخراج شده (محلول ۶ لیتری) به حجم رسانده شد و اثر پلی کربوکسیلات بر روی جذب ماده رنگزا مورد بررسی قرار گرفت. بقیه محلول ۶ لیتری برای تهیه پودر خشک مواد رنگزای استخراج شده در شرایط بهینه مورد استفاده قرار گرفت. محلول‌ها بطور جداگانه تحت خلا با دستگاه تبخیر چرخشی تغلیظ شده و در دمای ۶۰ درجه سانتی‌گراد در داخل آون قرار داده شدند تا مواد رنگزای خشک شده به دست آیند. مشخصات پودر تهیه شده بر اساس طیف‌سنجی جذبی مدل CECIL 9200 به دست آمد.

۵-۲-۵- خواص رنگرزی پودر مواد رنگزا بر روی نخ پشمی

۵-۲-۱-۵-۲ دندانه دادن کلاف‌های پشمی

رنگرزی با مواد رنگزای دندانه‌ای به سه روش ابتدا دندانه دادن و بعد رنگرزی، رنگرزی و دندانه دادن به طور هم‌زمان و ابتدا رنگرزی و بعد دندانه دادن انجام می‌شود. در این پژوهش از روش اول یعنی ابتدا دندانه و بعد رنگرزی^۱ استفاده شده است. برای این کار ابتدا کلاف‌های پشمی در حمامی بشرح شکل ۲ دندانه داده شدند. مقدار دندانه مصرفی سولفات آلومینیم ۵٪ روی وزن کالا بود. در نهایت پس از اتمام دندانه دادن کالاها از حمام خارج و پس از آبکشی، آبیگری شدند.



شکل ۲: گراف دندانه‌دادن کلاف پشمی.

۵-۲-۲- رنگرزی کلاف‌های پشمی دندانه‌دار با استفاده از

پودر استخراج شده از ماده رنگزا

برای رنگرزی از ابتدا کلاف‌های ۲ گرمی استفاده شد. ۲ گرم کالای پشمی خشک وزن شده و ابتدا شستشو و سپس دندانه دار و رنگرزی شدند. کلاف‌های پشمی دندانه داده شده با سولفات آلومینیم بوسیله پودر تهیه شده خالص از استخراج ریشه گیاه روناس، همراه با مخلوطی از نمک و ماده فعال سطحی پلی کربوکسیلات رنگرزی شدند. رنگرزی‌ها مطابق گراف شکل ۳ انجام شدند. در این رنگرزی‌ها از اسید استیک برای تنظیم pH در محدوده ۴٫۵-۵ استفاده شد. مقدار عصاره مصرفی ۵، ۱۰، ۲۰، ۴۰ و ۵۰ درصد نسبت به وزن کالا یعنی ۲ گرم با L:R ۴۰:۱ بود.

۲-۳-۲- استخراج مواد رنگزا با دستگاه شیکر انکوباتور

برای دستیابی به حلال مناسب، ۰٫۶ گرم از نمونه پودرهای تهیه شده به ۵۰ میلی‌لیتر حلال اضافه شده و به مدت یک ساعت در دمای ۴۵ درجه سانتی‌گراد توسط دستگاه شیکر انکوباتور با دور ثابت (۲۵۰ rpm) تکان داده شد. مخلوط حاصل با کاغذ صافی، صاف شده و شدت جذب نور محلول حاصل توسط دستگاه اسپکتروفوتومتر اندازه‌گیری شد. برای یافتن میزان تاثیرگذاری دما بر روی بازده استخراج مواد رنگزا از ریشه گیاه روناس (۰٫۶ گرم)، مخلوطی از آب/اتانل به نسبت ۱:۱ (۵۰ میلی‌لیتر) مورد استفاده قرار گرفت و استخراج‌ها در دماهای ۲۵، ۴۵، ۶۵ و ۷۸ درجه سانتی‌گراد در مدت زمان یک ساعت انجام گرفت. آزمون‌های مربوط به بهینه‌سازی شرایط استخراج به روش سطح پاسخ در مخلوطی از آب و اتانل (۵۰ میلی‌لیتر) به نسبت ۱:۱ با تغییر عوامل pH، دما و زمان مطابق شرایط ذکر شده در جدول ۱ برای ۰٫۶ گرم پودر خشک ریشه گیاه روناس انجام گرفت.

۲-۳-۲- تهیه بافر برای آماده‌سازی محلول مواد رنگزا

ابتدا غلظت ۰٫۲ مولار سدیم هیدروژن فسفات و سدیم دی هیدروژن فسفات بطور جداگانه تهیه شد. ۳۹ میلی‌لیتر از سدیم هیدروژن فسفات و ۶۱ میلی‌لیتر از سدیم دی هیدروژن فسفات و ۱۰۰ میلی‌لیتر آب مقطر مخلوط شد و بدین ترتیب بافر با حجم ۲۰۰ میلی‌لیتر و pH=۷ به دست آمد. این محلول برای استخراج مواد رنگزا از ۳ گرم ریشه گیاه روناس در طی ۴ مرحله است.

۲-۴-۲- تهیه پودر مواد رنگزا

برای تهیه پودر مواد رنگزا، ابتدا ۹۰ گرم ریشه پودر شده گیاه روناس در ۱۵۰۰ میلی‌لیتر مخلوطی از آب و اتانل در شرایط بهینه قرار داده شد تا مواد رنگزا استخراج شوند. مخلوط حاصل فیلتر شده و استخراج تا چهار مرحله تکرار شد تا مواد رنگزای موجود در روناس بطور کامل استخراج شوند. سپس محلول‌های استخراج شده از چهار مرحله با یکدیگر مخلوط شدند. بدین ترتیب محلولی حاوی مواد رنگزای استخراج شده به حجم ۶ لیتر بدست آمد. از این محلول ۳۰۰ میلی‌لیتر برداشته و به ۷ بالن ژوژه ۵۰ میلی‌لیتر انتقال یافت. یکی از بالن‌ها به عنوان نمونه مرجع نگهداری شد و به شش بالن دیگر به ترتیب ۰٫۲۵، ۰٫۰۵، ۰٫۰۷۵، ۰٫۱، ۰٫۱۵، ۰٫۲ و ۰٫۲ گرم سولفات سدیم اضافه شد و اثر سولفات سدیم بر روی خشک شدن محصول بررسی شد.

در یک آزمایش دیگر ۴ بالن ژوژه ۵۰ میلی‌لیتری برداشته و به هریک از آنها به ترتیب ۰٫۰۴، ۰٫۱، ۰٫۲، ۰٫۴ و ۰٫۴ گرم پلی کربوکسیلات

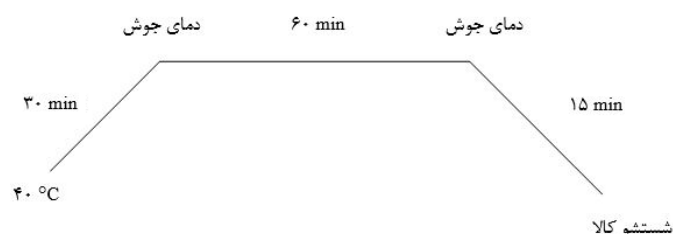
۳- نتایج و بحث

۳-۱- انتخاب محدوده مناسب برای پارامترهای استخراج مواد

رنگزا

پژوهش‌های بسیاری در زمینه استخراج مواد رنگزای موجود در ریشه گیاه روناس انجام شده است [۱۶-۱۹]. هدف از استخراج در بسیاری از این موارد، بررسی و شناسایی مواد رنگزا و یا دیگر مواد موجود در روناس بوده است [۱۷-۱۹]. در این بررسی‌ها از حلال‌های مختلفی استفاده شده است که بیشتر بر پایه آب یا الکل و یا مخلوطی از این دو استوار بوده است. بنابراین در این پژوهش از حلال‌های اتانل، متانل، آب، مخلوطی از اتانل/ آب (۱:۱)، متانل/ آب (۱:۱)، اتانل/ آب (۱:۳)، متانل/ آب (۱:۳)، (۷۵:۲۵) اتانل/ آب (۳:۱) و متانل/ آب (۳:۱) برای استخراج مواد رنگزای موجود در ریشه گیاه روناس استفاده گردید. برای تعیین میزان مواد رنگزای استخراج شده از روش طیف‌سنجی ناحیه مری طیف استفاده شد. تمامی اندازه‌گیری‌های شدت جذب محلول‌های استخراج شده در طول موج بیشینه جذب یعنی ۴۱۳ نانومتر انجام شد (شکل ۴). نتایج نشان داد که بهترین حلال، مخلوطی از اتانل/ آب به نسبت ۱:۱ است (جدول ۲). مواد رنگزای موجود در ریشه گیاه روناس حاوی مواد رنگزای آنتراکینونی است. حدود بیست ماده رنگزای آنتراکینونی در ریشه گیاه روناس وجود دارد که می‌توان آنها را به دو گروه ترکیبات حاوی گروه‌های محلول در آب (اسید کربوکسیلیک) و بدون گروه‌های محلول در آب تقسیم کرد [۱۷]. میزان انحلال مواد رنگزای آنتراکینونی حاوی گروه اسید کربوکسیلیک در آب نسبتاً زیاد است و در عملیات استخراج با آب براحتی از گیاه جدا می‌شود، ولی مواد رنگزای غیرمحلول نیاز به یک محیط غیر آبی دارند تا عمل استخراج با بازده بالایی صورت گیرد [۱۹]. نتایج حاصل از اندازه‌گیری شدت جذب محلول‌های استخراج شده از ریشه گیاه روناس نشان می‌دهد که بهترین روش برای استخراج مواد رنگزای موجود در ریشه گیاه روناس مخلوطی از الکل و آب است. این یافته می‌تواند به حضور گروه‌های هیدروکسیل و کربوکسیل بر روی ساختار شیمیایی مواد رنگزای آنتراکینونی موجود در روناس نسبت داد [۱].

دما عامل دیگری است که ممکن است در بازده استخراج مواد رنگزای موجود در ریشه گیاه روناس تاثیرگذار باشد. لذا محدوده دمایی محیط تا دمای جوش بصورت تک پارامتری در استخراج مواد رنگزا از ریشه گیاه روناس مورد بررسی قرار گرفت. نتایج نشان داد که دما در میزان استخراج مواد رنگزای موجود در ریشه گیاه روناس موثر است. همان‌طوری که در جدول ۳ دیده می‌شود با افزایش دما شدت جذب محلول‌های استخراج شده افزایش یافته است. به هر حال مطابق معادله آرنیوس افزایش دما منجر به افزایش انرژی فعال‌سازی شده و مواد رنگزای بیشتری از گیاه خارج شده است [۱].



شکل ۳: گراف رنگرزی کالای پشمی با پودر استخراج شده از گیاه روناس.

۳-۵-۲- اندازه‌گیری ثبات شستشویی

اندازه‌گیری ثبات الیاف پشمی رنگرزی شده با پودر تهیه شده مطابق با استاندارد ملی ایران ISIRI 10076 انجام شد. دستگاه مورد استفاده از نوع تحت فشار ساخت شرکت نساج صنعت یزد موجود در پژوهشگاه رنگ استفاده شد. شستشوی هر یک از نمونه‌های الیاف پشمی رنگرزی شده در دمای ۴۰ درجه سانتی‌گراد و به مدت ۳۰ دقیقه در حمامی حاوی ۲ گرم در لیتر شوینده استاندارد با L:R برابر ۵۰:۱ انجام شد. پس از پایان شستشو، کالاها آبکشی شده و پس از خشک شدن با استفاده از معیار خاکستری (تغییر رنگ و اثر لکه‌گذاری) مورد ارزیابی قرار گرفتند.

۴-۵-۲- اندازه‌گیری ثبات نوری

ثبات نوری نمونه‌های رنگرزی شده مطابق استاندارد ملی ایران ISIRI 205 با به کار بردن لامپ زنون اندازه‌گیری شد. نمونه‌های رنگرزی شده به مدت ۶۰ ساعت در داخل دستگاه اندازه‌گیری ثبات نوری طوری قرار داده شدند که قسمتی از کالا در معرض نور قرار گیرند و قسمت دیگر از نور محافظت شود. اختلاف رنگ بین قسمت‌های قرار گرفته در معرض نور با محافظت شده با معیار آبی مورد ارزیابی قرار گرفتند.

۵-۵-۲- روش اندازه‌گیری ثبات مالشی

برای اندازه‌گیری ثبات نمونه‌های رنگرزی شده در برابر مالش از روش استاندارد ملی ایران ISIRI 204 استفاده شد. در این روش نمونه‌های رنگرزی شده در دستگاه اندازه‌گیری ثبات مالشی قرار گرفته و عمل مالش با یک پارچه پنبه‌ای که به یک وزنه ۹ نیوتنی متصل است، انجام شد. تعداد مالش ده بار (رفت و برگشت) و به فاصله ۱۰ سانتی‌متر بود. ثبات در برابر مالش در دو حالت خشک و تر انجام شد و در نهایت با استفاده از معیار خاکستری (تغییر رنگ و اثر لکه‌گذاری) مورد ارزیابی قرار گرفتند.

جدول ۲: بررسی اثر حلال‌های مختلف در استخراج مواد رنگزای موجود در ریشه گیاه روناس.

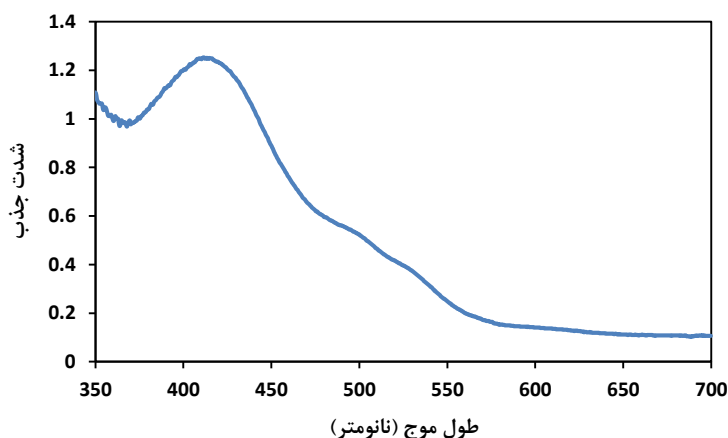
شدت جذب	حلال	شدت جذب	حلال
۰,۶۶۷	متانل	۰,۶۲۲	اتانل
۰,۹۵۷	متانل - آب	۰,۹۲۰	اتانل - آب
	۱:۳		۱:۳
۱,۲۰۹	متانل - آب	۱,۲۸	اتانل - آب
	۱:۱		۱:۱
۱,۱۲۵	متانل - آب	۱,۱۸	اتانل - آب
	۳:۱		۳:۱
۰,۷۶	آب	۰,۷۶	آب

طول موج بیشینه جذب ۴۱۳ nm است.

جدول ۳: بررسی اثر دما در استخراج مواد رنگزای روناس.

دما (°C)	۷۸	۶۵	۴۵	۲۵
شدت جذب	۰,۹۹۳	۰,۹۸۶	۰,۹۵۲	۰,۹۰۲

زمان استخراج یک ساعت بوده است.



شکل ۴: نوار جذبی محلول استخراج شده از ریشه گیاه روناس در مخلوطی از اتانل/آب (۱:۱) در pH=۷.

هستند. اثر متغیرهای مستقل شامل: pH، زمان و دما در سه سطح و سه فاکتور مورد ارزیابی قرار گرفتند. نتایج حاصل از اندازه‌گیری میزان شدت جذب نور محلول‌های استخراج شده از ریشه گیاه روناس در جدول ۴ نشان داده شده است. نرم‌افزار استفاده شده به منظور بررسی قابلیت تکرار نتایج، شش آزمایش تکراری (آزمایشات ۱۵ تا ۲۰) را در برنامه عملیاتی خود گنجانده است. نتایج نشان می‌دهند که میانگین شدت جذب برای آزمون‌های تکراری ۰,۷۶۳ با انحراف معیار ۰,۰۱۹۰ است. بنابراین می‌توان گفت که نتایج بدست آمده با حدود اطمینان ۹۹٪ دارای قابلیت تکرار مناسبی است.

۲-۳- بهینه‌سازی شرایط استخراج مواد رنگزا از ریشه روناس به روش طراحی آزمایش سطح پاسخ

۲-۳-۱- برازش مدل

در این پژوهش، برای بهینه‌سازی شرایط استخراج مواد رنگزای موجود در ریشه گیاه روناس توسط دستگاه شیکر انکوباتور از روش سطح پاسخ استفاده شد. میزان شدت جذب نور در طول موج ماکزیمم جذب محلول‌های استخراج شده (۴۱۳ نانومتر) به عنوان پاسخ انتخاب شد. با کمک این طرح آماری، تعداد آزمایش‌ها کاهش یافته و کلیه ضرایب مدل رگرسیون و اثر متقابل متغیرها قابل برآورد

جدول ۴: نتایج آزمون‌های طراحی آزمایشات استخراج مواد رنگزای موجود در ریشه گیاه روناس (آلفا=۱).

شماره آزمایش	X ₁ ^a	X ₂ ^b	X ₃ ^c	شدت جذب گیاه روناس
۱	۲	۳۰	۲۴	۰,۶۸۵
۲	۷	۳۰	۲۴	۰,۸۳۸
۳	۲	۹۰	۲۴	۰,۶۹۵
۴	۷	۹۰	۲۴	۰,۸۸
۵	۲	۳۰	۷۸	۰,۷۰۵
۶	۷	۳۰	۷۸	۰,۹۹۲
۷	۲	۹۰	۷۸	۰,۷۴۵
۸	۷	۹۰	۷۸	۰,۹۹۶
۹	۲	۶۰	۵۱	۰,۷۴
۱۰	۷	۶۰	۵۱	۰,۹۱۲
۱۱	۴,۵	۳۰	۵۱	۰,۷۹
۱۲	۴,۵	۹۰	۵۱	۰,۸۰۵
۱۳	۴,۵	۶۰	۲۴	۰,۷۵
۱۴	۴,۵	۶۰	۷۸	۰,۷۹۵
۱۵	۴,۵	۶۰	۵۱	۰,۷۸۵
۱۶	۴,۵	۶۰	۵۱	۰,۷۹
۱۷	۴,۵	۶۰	۵۱	۰,۷۴۵
۱۸	۴,۵	۶۰	۵۱	۰,۷۶
۱۹	۴,۵	۶۰	۵۱	۰,۷۶۲
۲۰	۴,۵	۶۰	۵۱	۰,۷۳۸

دما (درجه سانتی‌گراد). X₃^c = زمان (دقیقه)، X₂^b = pH، X₁^a =

جذب نور محلول استخراج شده (Y₁) از رابطه ۲ به دست می‌آید که در آن X₁، X₂ و X₃ به ترتیب pH، زمان و دما هستند.

$$Y_1 = + 0.73354 - 0.039405X_1 - 1.55522E-003X_2 + 1.21343E-003X_3 - 6.6666E-006X_1X_2 + 3.70370E-004X_1X_3 - 1.23457E-006X_2X_3 + 6.98182E-003X_1^2 + 1.68182E-005X_2^2 - 1.35304E-005X_3^2 \quad (2)$$

برای دستیابی به عوامل تاثیرگذار بر روی بازده استخراج لازم است مقدار p مورد بررسی قرار گیرد (جدول ۵). هر چقدر مقدار ضریب رگرسیون بزرگ‌تر و مقدار متغیر پاسخ کوچک‌تر باشد (P < ۰,۰۰۱) آن پارامتر اثر قابل توجهی را در میزان استخراج مواد رنگزای موجود در ریشه گیاه روناس دارد. به هر حال اگر متغیر پاسخ بزرگ‌تر باشد (P > ۰,۰۵) آن پارامتر اثر چندانی در بازده استخراج ندارد [۲۲، ۲۱].

در روش سطح پاسخ برای هر متغیر وابسته مدلی تعریف می‌شود که اثر اصلی و تقابل فاکتورها را بر روی هر متغیر جداگانه بیان می‌نماید. از آنجایی که عموماً مدل مورد استفاده در روش سطح پاسخ رابطه درجه دوم است لذا برای دستیابی به شرایط بهینه استخراج مواد رنگزای موجود در ریشه گیاه روناس از مدل درجه دوم استفاده شد. رابطه ۱ مدل چند متغیره را نشان می‌دهد که در آن Y پاسخ آزمایش‌ها، β₀ ضریب ثابت، β₁, β₂, β₃, β₄ ضرایب خطی، β₄₄ و β₁₁, β₂₂, β₃₃ اثرات مربعی و β₁₂, β₁₃, β₁₄, β₂₃, β₂₄, β₃ اثرات متقابل هستند.

$$Y = \beta_0 + \beta_1X_1 + \beta_2X_2 + \beta_3X_3 + \beta_4X_4 + \beta_{12}X_1X_2 + \beta_{13}X_1X_3 + \beta_{14}X_1X_4 + \beta_{23}X_2X_3 + \beta_{24}X_2X_4 + \beta_{34}X_3X_4 + \varepsilon \quad (1)$$

این مدل بر روی نتایج حاصل از آزمایش‌ها و پاسخ آنها توسط نرم‌افزار دیزاین اکسپرت اعمال گردید. تجزیه و تحلیل بر روی پاسخ‌های به دست آمده برای ۲۰ آزمایش نشان داد که میزان شدت

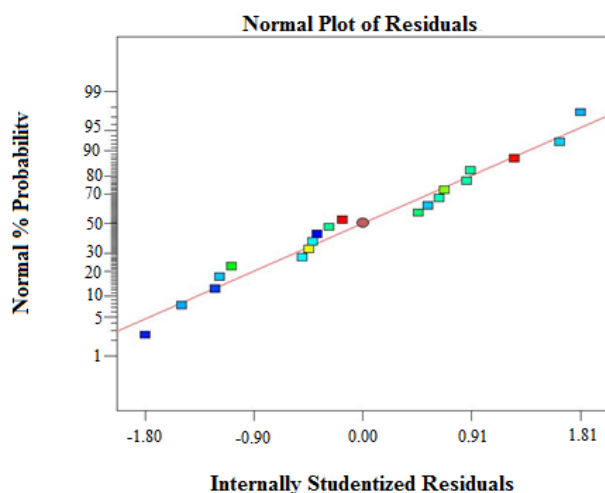
جدول ۵: آنالیز واریانس حاصل از نتایج طراحی آزمایش‌های مواد رنگزای استخراج شده از ریشه گیاه روناس توسط دستگاه شیکر انکوباتور.

متغیر	درجه آزادی	شدت جذب ریشه گیاه روناس				تأثیر متغیر
		مجموع مربعات	متوسط مربعات	عدد-f	عدد-P	
Y ₁ Model ^a	۹	۰,۱۴	۰,۰۱۶	۲۸,۷۹	<۰,۰۰۰۱	*
X ₁	۱	۰,۱۱	۰,۰۱۱	۱۹۹,۶۸	<۰,۰۰۰۱	*
X ₂	۱	۱,۲۳۲E-۰۰۳	۱,۲۳۲E-۰۰۳	۲,۲۴	۰,۱۶۵۴	
X ₃	۱	۰,۰۱۵	۰,۰۱۵	۲۶,۹۵	۰,۰۰۰۴	*
X ₁ X ₂	۱	۲,۰۰۰E-۰۰۶	۲,۰۰۰E-۰۰۶	۳,۳۶۳E-۰۰۳	۰,۹۵۳۱	
X ₁ X ₃	۱	۵,۰۰۰E-۰۰۳	۵,۰۰۰E-۰۰۳	۹,۰۹	۰,۰۱۳۰	*
X ₂ X ₃	۱	۸,۰۰۰E-۰۰۶	۸,۰۰۰E-۰۰۶	۰,۰۱۵	۰,۹۰۶۴	
X ₁ ²	۱	۵,۲۳۶E-۰۰۳	۵,۲۳۶E-۰۰۳	۹,۵۲	۰,۰۱۱۵	*
X ₂ ²	۱	۶,۳۰۱E-۰۰۴	۶,۳۰۱E-۰۰۴	۱,۱۵	۰,۳۰۹۷	
X ₃ ²	۱	۲,۶۷۶E-۰۰۴	۲,۶۷۶E-۰۰۴	۰,۴۹	۰,۵۰۱۴	
Residual	۱۰	۵,۵۰۰E-۰۰۳	۵,۵۰۰E-۰۰۳			
Lack of fit	۵	۳,۳۲۹E-۰۰۳	۴,۳۴۳E-۰۰۴	۱,۵۳	۰,۳۲۵۳	
Pure error	۵	۲,۱۷۱E-۰۰۳	۴,۳۴۳E-۰۰۴			
Cor Total	۱۹	۰,۱۵				

$$R^2=۰.۹۶۲۳; \text{Adj } R^2=۰.۹۲۹۴$$

دما (درجه سانتی‌گراد)، X₃^c = زمان (دقیقه)، X₂^b = pH، X₁^a =
تأثیر متغیر = تأثیر خیلی زیاد (P < ۰,۰۰۰۱)، تأثیر معنی‌دار (P < ۰,۰۵).

گیاه روناس در شکل ۵ نشان داده شده است که بیانگر مناسب بودن الگوی پیشنهادی است. هر چه نقاط به خط رسم شده توسط نرم‌افزار نزدیک‌تر باشند، یعنی خطای الگو کمتر است. ضریب همبستگی در نمودار تحلیل پراکندگی در حدود ۹۶٪ است.



شکل ۵: نمودار تحلیل پراکندگی برای استخراج مواد رنگزا از ریشه گیاه روناس.

کیفیت برازش مدل معمولاً توسط ضرایب همبستگی، همبستگی تنظیم شده و همبستگی پیش‌بینی شده مورد ارزیابی قرار می‌گیرد. این مقادیر برای مواد رنگزای استخراج شده از ریشه گیاه روناس به ترتیب عبارت بودند از: ۰,۹۶۲۳، ۰,۹۲۹۴. عدد-P (کمیت آماری) محاسبه شده در مدل کمتر از ۰,۰۵ بود که نشان از صلاحیت مدل برای به تصویر کشیدن وابستگی میزان شدت جذب نور مواد رنگزای استخراج شده از روناس به عنوان پاسخ به سه متغیر pH، زمان و دما در محدوده مورد مطالعه است. نتایج مشاهده شده برای مدل پاسخ مبین این موضوع است که تغییرات کل با استفاده از مدل تجربی به دست آمده قابل توضیح می‌باشد. نتایج میزان شدت جذب محلول استخراج شده از روناس را با توجه به اثرات خطی هر فاکتور و اثرات متقابل آن‌ها می‌توان با درجه اهمیت نسبی به دیگر اثرات نشان داد. رابطه نهایی ۳ مدل بهینه ارایه شده از نظر تاثیرگذاری متغیرها در میزان مواد رنگزای استخراج شده از ریشه گیاه روناس (Y₁) را نشان می‌دهد.

$$Y_1 = + 0.73354 - 0.039405X_1 + 1.21343E-003X_3 + 3.70370E-004X_1X_3 + 6.98182E-003X_1^2 \quad (۳)$$

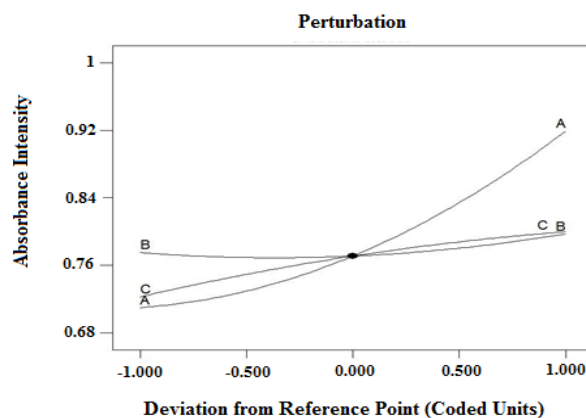
۳-۲-۲- نتایج آنالیز پاسخ‌ها

نمودار تحلیل پراکندگی برای استخراج مواد رنگزای موجود در ریشه

در نمودارهای سه بعدی سطح پاسخ اثر دو متغیر در حالتی که متغیر سوم در نقطه مرکزی قرار دارد بر روی میزان شدت جذب محلول‌های استخراج شده از روناس بررسی گردیده است (شکل ۷). در این مدل به ترتیب اثر pH - زمان، pH - دما و دما - زمان بطور جداگانه بر روی میزان مواد رنگزای استخراج شده نشان داده شده است. نتایج مدل سطح پاسخ نشان می‌دهد که اثر pH - زمان و pH - دما تأثیر معنادارتری نسبت به زمان - دما دارد.

به منظور بررسی نتایج حاصل از شرایط بهینه به دست آمده از رابطه ۳ با شرایط تجربی، مواد رنگزای موجود در ریشه گیاه روناس تحت شرایط بهینه استخراج شد و میزان استخراج آن به روش اسپکتروفتومتری بدست آمد (جدول ۶). داده‌ها نشان می‌دهد که مقادیر شدت جذب به دست آمده برای محلول‌های استخراج شده از طریق آزمایش‌های تجربی با نتایج پیش‌بینی شده توسط مدل هماهنگی خوبی دارند. اختلاف مقادیر جذب به دست آمده برای آزمون‌های تجربی و پیش‌بینی مدل در حدود ۱،۹۲٪ است.

برای نشان دادن تأثیر اثرات خطی بر روی مدل از نمودار خطی شکل ۶ و در مورد اثرات متقابل از نمودار سه بعدی سطح پاسخ رسم شده توسط مدل استفاده شد (شکل ۷). نتایج ارائه شده در شکل ۶ نشان می‌دهد که متغیرهای pH و دما بر روی میزان مواد رنگزای استخراج شده از ریشه گیاه روناس اثر خطی مثبت دارند.

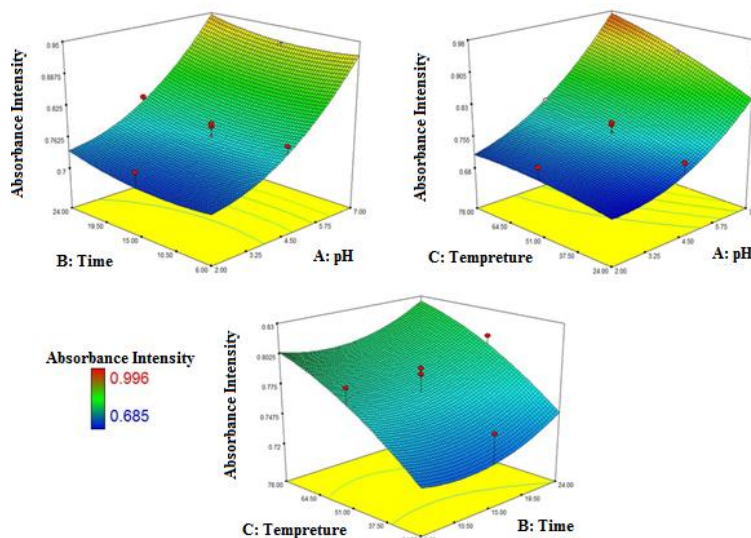


شکل ۶: تاثیر اثرات خطی بر روی مدل با سه متغیر (A ، pH ، B) زمان و (C) دما.

جدول ۶: مقایسه داده‌های بدست آمده از مدل و شرایط تجربی.

شرایط بهینه استخراج			شدت جذب		اختلاف (%)
X ₁	X ₂	X ₃	تجربی	پیش‌بینی نرم‌افزار	
۶،۵۷	۶۳،۸۸	۴۷،۴۶	۱،۱۲۱	۱،۱۴۳	۱،۹۲۴

X₁ = pH ، X₂ = زمان (دقیقه) ، X₃ = دما (درجه سانتی‌گراد).



شکل ۷: اثرات متقابل متغیرهای انتخابی در استخراج مواد رنگزای موجود در ریشه گیاه روناس.

خشک شوندگی عصاره استفاده شد. کمترین مقداری از سولفات سدیم که باعث خشک شدن عصاره می‌شد ۱ گرم بود. افزایش بیش از حد سولفات سدیم و پلی‌کربوکسیلات منجر به کاهش شدت جذب بیشتر محلول‌های مواد رنگزا شده و از قدرت رنگی پودر تهیه شده می‌کاهد. شدت جذب محلول‌ها در حالت عصاره و پس از تهیه پودر خشک تقریباً یکسان بود. این یافته نشان می‌دهد که فرآیند خشک کردن بر روی شدت جذب محلول‌ها بی‌اثر است.

به منظور افزایش و سهولت انحلال پودر مواد رنگزای استخراج شده از روناس از ماده فعال سطحی پلی‌کربوکسیلات استفاده شد. درصد‌های مختلفی از این ترکیب به عصاره اضافه شد (جدول ۹). نتایج نشان داد زمانی که مقدار پلی‌کربوکسیلات مصرفی حدود ۰٫۰۴ گرم (۲٪ نسبت به وزن کالا) است، بیشترین قدرت رنگی بر روی کالای پشمی مشاهده می‌شود.

۳-۳- تهیه عصاره از محلول ماده رنگزا و تبدیل آن به پودر
برای تهیه پودر مواد رنگزای استخراج شده لازم بود تا فرآیند استخراج تکرار شود تا تمامی مواد رنگزا از گیاه خارج شوند. نتایج نشان می‌دهد که تقریباً تمامی مواد رنگزا در استخراج سوم از روناس جدا شده و به فاز مایع انتقال پیدا می‌کنند (جدول ۷). میزان شدت جذب در طول موج بیشینه در استخراج اول در حدود ۰/۹۲ و در استخراج چهارم ۰٫۰۶ است. برای به دست آوردن پودر مواد رنگزا، محلول‌های استخراج شده در هر چهار مرحله به یکدیگر اضافه شدند. محلول حاصل به وسیله دستگاه تبخیر چرخشی تحت خلا تغلیظ شده و به آن به طور جداگانه مقادیر مختلفی از سولفات سدیم و ماده فعال سطحی پلی‌کربوکسیلات اضافه شد. افزایش سولفات سدیم به دو منظور تهیه پودر خشک مواد رنگزای استخراج شده و استانداردسازی محصول انجام گرفت (جدول ۸). برای تعیین مقدار مطلوب سولفات سدیم از حد

جدول ۷: شدت جذب محلول‌های استخراج شده مواد رنگزا از روناس در سه بار تکرار.

تعداد استخراج	شدت جذب		
	۱	۲	۳
اول	۰٫۹۲۴	۰٫۹۷۸	۰٫۹۵۲
دوم	۰٫۵۴۹	۰٫۵۴۱	۰٫۵۶۱
سوم	۰٫۲۶۲	۰٫۱۰۲	۰٫۱۵۲
چهارم	۰٫۰۶۰	۰٫۰۴۲	۰٫۰۳۸

زمان استخراج: ۱ ساعت و دما: ۵۰ °C

جدول ۸: بررسی اثر میزان سولفات سدیم بر روی شدت جذب.

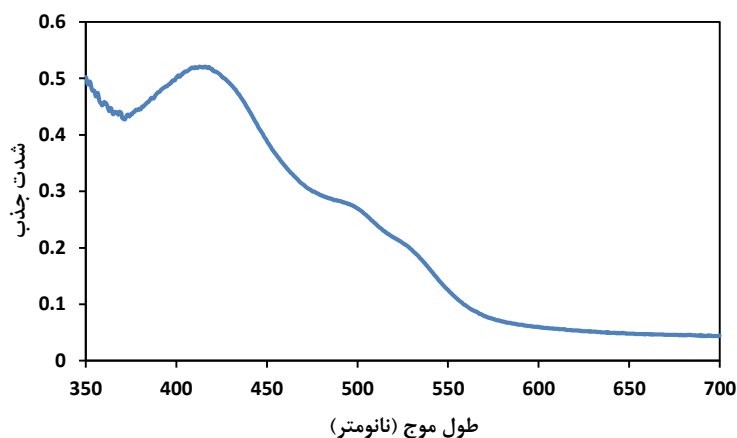
سولفات سدیم	شدت جذب	
	قبل از خشک شدن	بعد از خشک شدن
-	۰٫۵۲۵	۰٫۵۱۲
۰٫۰۲۵ گرم	۰٫۵۰۵	۰٫۴۷۵
۰٫۰۵ گرم	۰٫۴۹۰	۰٫۴۴۵
۰٫۰۷۵ گرم	۰٫۴۷۸	۰٫۴۳۰
۰٫۱ گرم	۰٫۴۶۳	۰٫۴۱۵
۰٫۱۵ گرم	۰٫۴۳۲	۰٫۳۹۰
۰٫۲ گرم	۰٫۴۲۰	۰٫۳۷۵

جدول ۹: بررسی اثر میزان پلی‌کربوکسیلات بر روی شدت جذب.

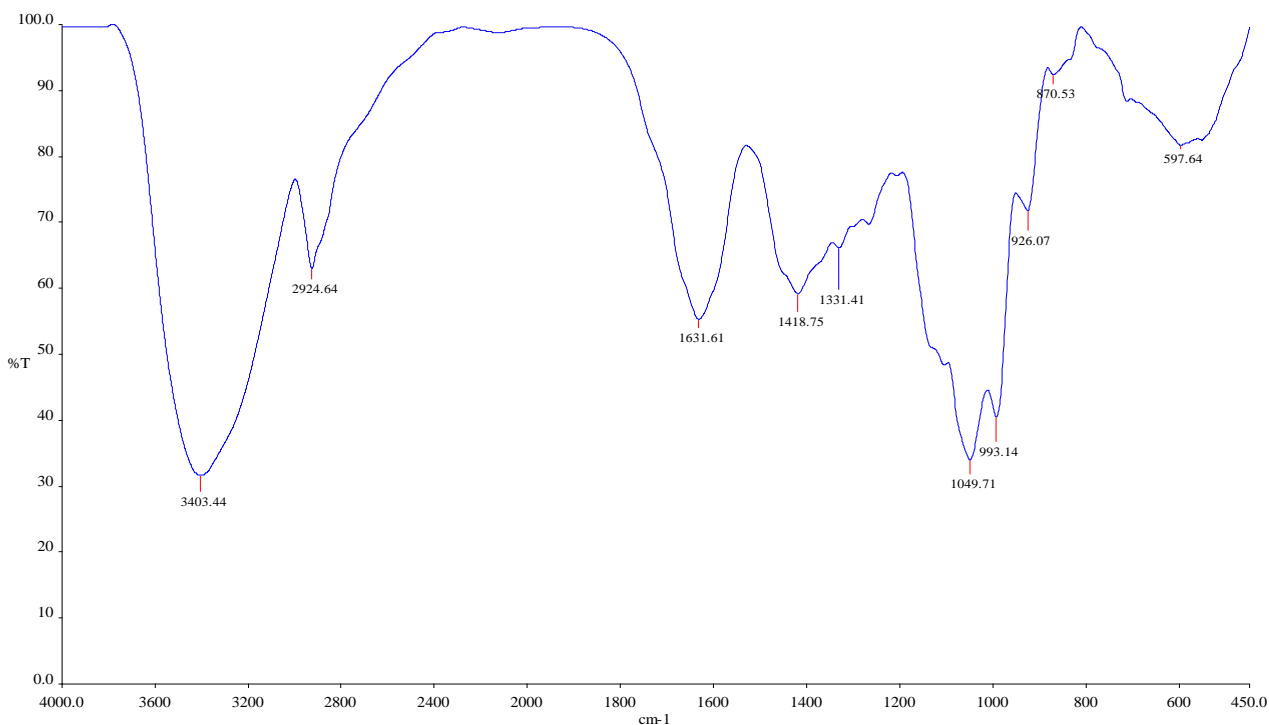
سولفات سدیم	شدت جذب	
	قبل از خشک شدن	بعد از خشک شدن
-	۰٫۵۲۵	۰٫۵۱۲
۰٫۰۴ گرم	۰٫۴۹۲	۰٫۴۶۴
۰٫۱ گرم	۰٫۴۷۵	۰٫۴۰۸
۰٫۲ گرم	۰٫۴۱۶	۰٫۳۴۲
۰٫۴ گرم	۰٫۴۰۲	۰٫۳۳۸

روناس، مقادیر ۰،۰۱، ۰،۰۰۵، ۰،۰۰۲۵، ۰،۰۰۱۲۵، ۰،۰۰۰۵ و ۰،۰۰۱ گرم از پودر در ۵۰ میلی لیتر آب - اتانل حل شد و شدت جذب با دستگاه اسپکتروفوتومتری به دست آمد. در شکل ۱۰ نمودار به دست آمده از مقادیر شدت جذب نمونه استخراج شده از گیاه روناس بر حسب غلظت محلول مواد رنگزا نشان داده شده است. نتایج نشان داد که نمودار خطی با ضریب همبستگی بالای ۰،۹۹ به دست آمده و شیب خط نشان دهنده ضریب جذب نمونه یعنی $35,14 \text{ Ig}^{-1}\text{Cm}^{-1}$ است.

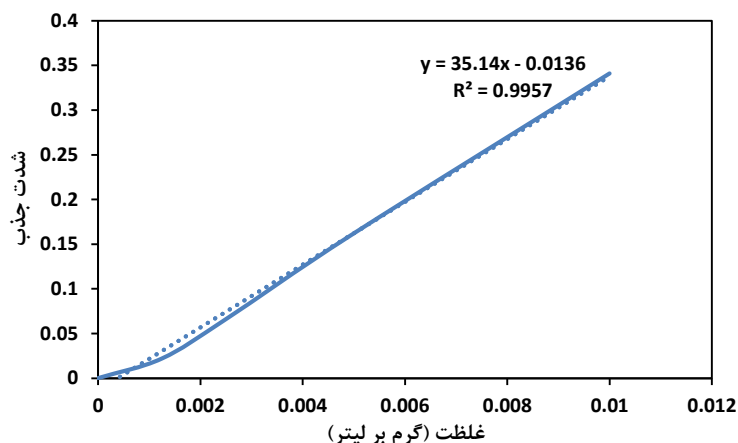
۳-۴- مشخصات پودر مواد رنگزای استخراج شده از روناس
شکل‌های ۸ و ۹ به ترتیب طیف جذبی و طیف زیر قرمز پودر تهیه شده از استخراج مواد رنگزا را نشان می‌دهد. طول موج بیشینه جذب برای پودر استخراج شده ۴۱۳ نانومتر بود. طیف FT-IR مربوط به این پودر حضور گروه OH را در ناحیه 3403 cm^{-1} و C-H آلیفاتیک را در ناحیه 2924 cm^{-1} نشان می‌دهد. همچنین نوار ناحیه 1631 cm^{-1} مربوط به گروه کربونیل حلقه‌های آنتراکینونی است. به منظور بررسی ضریب جذب پودر استخراج شده از گیاه



شکل ۸: نوار جذبی محلول استخراج شده از ریشه گیاه روناس در مخلوطی از اتانل/ آب (۱:۱).



شکل ۹: نتایج FT-IR حاصل از پودر تهیه شده از استخراج مواد رنگزا از روناس.



شکل ۱۰: اثر غلظت محلول مواد رنگزای استخراج شده از پودر روناس.

۱۱ کلاف‌های پشمی رنگ‌گری شده نشان داده شده است. در این رنگ‌ری‌ها، با افزایش درصد ماده رنگزا L^* کاهش و a^* ، b^* و K/S افزایش می‌یابد.

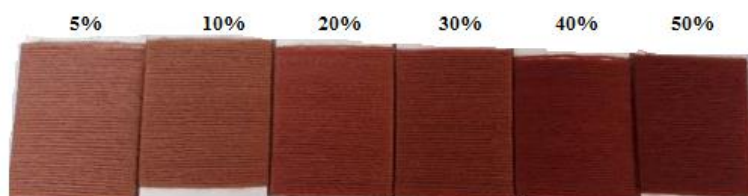
۳-۶- بررسی ثبات کلاف‌های پشمی رنگ‌گری شده با پودر تهیه شده از استخراج از روناس

یکی از ویژگی‌های مهم مواد رنگزایی که بر روی کالاهای نساجی و فرش به کار می‌روند، خواص ثباتی آنها می‌باشد. مهمترین خواص ثباتی بررسی شده عبارت بودند از: ثبات رنگ در برابر نور، شستشو و سایش. ثبات هر یک از کالاهای رنگ‌گری شده با درصدهای مختلفی از پودر مواد رنگزای روناس در جدول ۱۱ نشان داده شده است و نتایج نشان داد ثبات شستشویی آن ۴-۵، ثبات نوری ۴-۵ و ثبات سایشی ۳-۵ است.

همچنین به منظور بررسی خواص فیزیکی شیمیایی پودر مواد رنگزای تهیه شده از ریشه گیاه روناس pH و درصد خاکستر تعیین شد. برای این کار پودر تهیه شده در کوره قرار داده شد. دمای کوره با نرخ ۱۰ درجه بر سانتی‌گراد تا دمای ۶۰۰ °C افزایش یافت و به مدت ۱۲۰ دقیقه در این دما ثابت نگه داشته شد. مواد باقی‌مانده پس از سرد شدن در دسیکاتور وزن شد. درصد خاکستر پودر تهیه شده ۹,۱٪ بود. ضمناً pH محلول ۲٪ پودر ۶,۴ بود.

۳-۵- بررسی خواص رنگ‌گری کلاف‌های پشمی با پودر تهیه شده از استخراج از روناس

در نهایت کلاف‌های پشمی با درصدهای مختلفی از پودر تهیه شده از مواد رنگزای روناس که شامل مواد رنگزا، سولفات سدیم و پلی‌کربوکسیلات بود رنگ‌گری شدند. در جدول ۱۰ ویژگی‌های رنگی کلاف‌های پشمی رنگ‌گری شده را نشان می‌دهد و همچنین در شکل



شکل ۱۱: کلاف‌های پشمی رنگ‌گری شده در این پژوهش.

جدول ۱۰: ویژگی‌های رنگی کلاف‌های پشمی رنگرزی شده با درصدهای مختلفی از پودر مواد رنگزای روناس.

نمونه	L*	a*	b*	K/S
کلاف خام	۸۲,۶۰	-۰,۷۱	۹,۰۹	۰,۶۴
5%-R1-P1-Al	۶۴,۰۶	۳۲,۲۱	۱۵,۰۴	۱,۶۲
10%-R1-P1-Al	۵۷,۶۲	۳۶,۴۱	۱۷,۰۶	۲,۷۷
20%-R1-P1-Al	۵۱,۲۱	۳۶,۸۴	۲۱,۴۲	۴,۶۵
30%-R1-P1-Al	۴۷,۳۲	۳۷,۸۸	۲۴,۸۲	۶,۶۰
40%-R1-P1-Al	۴۲,۲۱	۳۷,۲۸	۲۵,۲۶	۹,۱۲
50%-R1-P1-Al	۴۱,۷۹	۳۷,۴۹	۲۷,۰۰	۱۱,۸۶

R0: روناس خالص، R1: روناس با نمک R-P0: روناس بدون پلی کربوکسلات، R-P1: روناس با کربوکسیلات، دندانه آلومینیوم: Al

جدول ۱۱: خواص ثباتی کلاف‌های پشمی رنگرزی شده با درصدهای مختلفی از پودر مواد رنگزای روناس.

نمونه	ثبات نوری	تغییر رنگ	ثبات شستشویی		ثبات سایشی	
			لکه‌گذاری همجنس	لکه‌گذاری غیر همجنس	خشک	تر
			تغییر رنگ	لکه‌گذاری	تغییر رنگ	لکه‌گذاری
۵%-R1-P1-Al	۴	۴-۵	۵	۵	۵	۴
۱۰%-R1-P1-Al	۴	۵	۵	۵	۴-۵	۳-۴
۲۰%-R1-P1-Al	۵	۴-۵	۴-۵	۵	۴-۵	۳
۳۰%-R1-P1-Al	۵	۴-۵	۴-۵	۵	۴-۵	۴
۴۰%-R1-P1-Al	۵	۴	۵	۵	۴-۵	۳-۴
۵۰%-R1-P1-Al	۵	۵	۴	۵	۵	۳

R0: روناس خالص، R1: روناس با نمک R-P0: روناس بدون پلی کربوکسلات، R-P1: روناس با کربوکسیلات، دندانه آلومینیوم: Al

۴- نتیجه‌گیری

در این پژوهش از مدل طرح مرکب مرکزی نرم‌افزار دیزاین اکسپرت برای بهینه‌سازی استخراج مواد رنگزای موجود در ریشه گیاه روناس استفاده شد. برای اینکار ابتدا مواد رنگزا با حلال‌های مختلف به وسیله دستگاه شیکر انکوباتور استخراج شد و به این صورت بهترین حلال انتخاب گردید. اثر دما بر روی میزان استخراج مواد رنگزا نیز به صورت تک پارامتری مورد بررسی قرار گرفت تا محدوده‌های انتخابی برای متغیرهای مستقل بدست‌آید. پارامترهای مورد بررسی در طراحی آزمایشات روش رویه پاسخ عبارت بودند از pH، زمان و دمای استخراج که در سه سطح مورد ارزیابی قرار گرفتند. پاسخ هر آزمون طراحی شده توسط اندازه‌گیری شدت جذب نور در طول موج بیشینه ۴۱۳ nm به دست آمد. شرایط بهینه استخراج مواد

رنگزا برای سه فاکتور pH، زمان و دما به ترتیب ۶,۵۷، ۶۳,۸۸ دقیقه و ۴۷,۴۶ درجه سانتی‌گراد به دست آمد. آزمایشات تجربی برای شرایط بهینه به دست آمده از مدل انتخابی انجام شد. نتایج نشان داد که اختلاف ناچیزی بین مقادیر شدت جذب به دست آمده از مدل و روش تجربی وجود دارد. به منظور تهیه پودر مواد رنگزای استخراج شده از گیاه روناس، استخراج جامد - مایع در چهار مرحله متوالی انجام شد. محلول حاصل از استخراج با استفاده از دستگاه روتاری در خلا تغلیظ شده و در تهیه فرمولاسیونی از مواد پرکننده و مواد فعال سطحی به منظور استانداردسازی مورد استفاده قرار گرفت. پودر حاصل برای رنگرزی نخ پشمی بکار رفت و خواص ثباتی آن مورد ارزیابی قرار گرفت. نتایج نشان داد که پودر تهیه شده قابلیت رنگرزی نخ پشمی را با خواص ثباتی معقول دارد.

۵- مراجع

۱. م. شاهپروری، س. صفاپور، ک. ا. قرنچیگ، مطالعه رفتار سینتیک و قابلیت رنگرزی نخ پشمی با مواد رنگزای طبیعی روناس و قرمزخانه. نشریه علمی علوم و فناوری رنگ. ۱۰ (۱۳۹۵)، ۱۹۵-۲۰۶.
۲. ا. ا. حاجی، رنگرزی پارچه پشمی با ماده رنگزای طبیعی اسپندانه: بررسی عوامل موثر بر قدرت رنگی به کمک روش روبه پاسخ. نشریه علمی علوم و فناوری رنگ. ۱۳ (۱۳۹۸)، ۱۳۱-۱۴۰.
3. T. Bechtold, R. Mussak, Natural colourants-quinoid, naphthoquinoid and anthraquinoid dyes, *In Handbook of natural colorants*. (2009), 151-182.
4. D. Gupta, S. Kumari, M. Gulrajani, Dyeing studies with hydroxyanthraquinones extracted from Indian madder, Part 2: Dyeing of nylon and polyester with nordamncanthal. *Color. Technol.* 117 (2001), 333-336.
5. J. Schwarzbauer, D. Robert, Green materials for energy, products and depollution. *Springer Netherlands*. (2013).
6. M. Shahid, F. Mohammad, Perspectives for natural product based agents derived from industrial plants in textile applications-a review, *J. Cleaner Prod.* 57 (2013), 2-18.
7. S. Saxena, A. S. M. Raja, Natural dyes: sources, chemistry, application and sustainability issues, *Roadmap Sustainable Text. Clothing*. (2014), 37-80.
8. H. Uslu, H. S. Bamufleh, Effect of solvent and pH on the extraction of carbolic acid from aqueous solution by TOMAC, *J. Chem. Eng.* 61(2016), 1676-1680.
9. X. Xinsheng, W. Lua, J. Shunhua, Z. Qicheng, Z. Xinlong, H. Xiaofeng, Extraction of coloring matter from *Sargentodoxa cuneata* by ultrasonic technique and its application on wool fabric, *Indian J. Fibre Text. Res.* (2008).
10. M. Yolmeh, M. Bagher, H. Najafi, Reza. Farhoosh, F. Hosseini, Optimization of ultrasound-assisted extraction of natural pigment from annatto seeds by response surface methodology (RSM). *Food Chem.* 155 (2014), 319-324.
۱۱. ع. زرگری، گیاهان دارویی، انتشارات دانشگاه تهران، جلد اول (۱۳۷۵)، ۴۶۶-۴۵۹.
۱۲. ش. صوراسرافیل، رنگهای ایرانی، انتشارات موسسه تحقیقات فرش دستباف ایران، (۱۳۷۸)، ص ۱۲۴.
13. E. S. Ferreira, A. N. Hulme, H. McNab, A. Quye, The natural constituents of historical textile dyes. *Chem. Soc. Rev.* 33(2004), 329-336.
14. A. R. Burnett, R. H. Thomson, Naturally occurring quinones. Part XV. Biogenesis of the anthraquinones in *Rubia tinctorum* L. (Madder), *J. Chem. Soc. C: Org.* (1968), 2437-2441.
15. H. Uslu, H.S. Bamu, Effect of solvent and pH on the extraction of carbolic acid from aqueous solution by TOMAC, *J. Chem. Eng.* 61(2016), 1676-1680.
16. A. M. Tessier, P. Delaveau, B. Champion, New anthraquinones in *Rubia cordifolia* roots, *Planta medica* 41(1981), 337-343.
17. C. Dosseh, A. M. Tessier, P. Delaveau, New quinones in *Rubia cordifolia* L. Roots, III." *Planta medica* 43(1981), 360-366.
18. H. Itokawa, K. Mihara, K. Takeya, Studies on a novel anthraquinone and its glycosides isolated from *Rubia cordifolia* and *R. akane*. *Chem. Pharma. Bull.* 31(1983), 2353-2358.
19. A. C. Hermans-Lokkerbol, R. Van Der Heijden, R. Verpoorte, Solvent system selection for separation of anthraquinones by means of centrifugal partition chromatography; application to an extract of a *Rubia Tinctorum* Hairy Root Culture, *J. Liq. Chromatogr. Related Technol.* 16(1993) 1433-1451.
20. V. Camel, Microwave-assisted solvent extraction of environmental samples, *Trends Anal. Chem.* 19(2000), 229-248.
21. J. Yuan, J. Huang, G. Wu, J. Tong, G. Xie, J. A. Duan, M. Qin, Multiple responses optimization of ultrasonic-assisted extraction by response surface methodology (RSM) for rapid analysis of bioactive compounds in the flower head of *Chrysanthemum morifolium* Ramat, *Ind. Crops Prod.* 74(2015), 192-199.
22. H. Bahman, K. Gharanjig, S. Rouhani, Environmentally friendly dye for dye-sensitized solar cells from roots and stems of *Berberis vulgaris*, *Int. J. Environ. Sci. Technol.* 16(2019), 4019-4034.