International Journal of Innovation and Applied Studies
ISSN 2028-9324 Vol. 39 No. 2 Apr. 2023, pp. 564-578
© 2023 Innovative Space of Scientific Research Journals
http://www.ijias.issr-journals.org/

تحسين قابلية الأقمشة القطنية للصباغة بمستخلص لحاء شجرة الجوز باستخدام الكيتوزان والتثبيت بمواد صديقة للبيئة

[Improving the Dyeability of Cotton Fabrics with Walnut tree bark Extract using Chitosan and Fixation with Environmentally Friendly Materials]

هند أحمد الصبحي، أسماء عبد الله سالم

قسم تصميم الأزياء، كلية التصاميم والفنون، جامعة جدة، المملكة العربية السعودية

Hind Ahmed Alsubhi and Asmaa Abdullah Salem

Fashion design department, College of Art and Design, Jeddah University, Saudi Arabia

Copyright © 2023 ISSR Journals. This is an open access article distributed under the ***Creative Commons Attribution License***, which permits unrestricted use, distribution, and reproduction in any medium, provided the original work is properly cited.

ABSTRACT: Nowadays, it has become important to find different ways to reduce the problems resulting from the textile industry, and one of the most important ways is to replace synthetic dyes with natural dyes, and therefore the research aims to create an integrated and environmentally safe dyeing system by dyeing cotton fabrics with Walnut tree bark extract and improving the dye absorption capacity of cotton by chitosan treatment as well as improving the color fastness properties by simultaneous treatment with environmentally friendly mordants. To achieve these goals several parameters were studied, namely: the dye extraction process, conditions of the chitosan treatment, conditions of the dyeing process, as well as conditions of the fixation process using eco-friendly mordants (citric acid, tannic acid, and ammonium alum). The researcher concluded that the optimal conditions for the dye extraction process, which gives the maximum color value, was the process of soaking the plant powder for two hours at a pH of 5.6 at room temperature, the best concentration of chitosan is 4% (v.w), the curing temperature is 160 ° C for 3 minutes. And that the optimal conditions for the dyeing process are: 80% (v.w) dye extract, pH 6, a temperature of 90 °C, and a dyeing time is 60 minutes. One of the most important recommendations of the researcher was to conduct more research on the application of walnut tree bark extract on different fabrics and use various mordants to develop a wide range of shades as well as study its medicinal properties on natural fabrics.

KEYWORDS: Walnut tree Bark, Natural Dyes, Fastness Properties, Dyeing, Cotton, Chitosan, Eco-Friendly mordants.

ملخص: ينتج عن الصناعات النسيجية أضرار بيئية وصحية، ولذا أصبح من المُهم إيجاد طرق مختلفة تقلل من هذه الأضرار، ويعتبر أحد أهم الطرق هو استبدال الصبغات الصناعية وموادها بالصبغات الطبيعية، ولذلك يهدف البحث إلى خلق نظام صباغة متكامل وآمن بيئياً من خلال صباغة الأقمشة القطنية بمستخلص لحاء شجرة الجوز وتحسين قابلية القطن لامتصاص الصبغة عن طريق معالجة الكيتوزان وكذلك تحسين خواص الثبات اللوني عن طريق المعالجة المتزامنة بمثبتات صديقة للبيئة. ولتحقيق أهداف البحث قامت الباحثة بدراسة ظروف عملية استخلاص الصبغة وظروف عملية المعالجة بالكيتوزان وظروف عملية الصباغة وكذلك دراسة ظروف عملية التثبيت باستخدام مثبتات آمنة بيئياً. توصلت الباحثة إلى أن الظروف المثلى لعملية استخلاص الصبغة والتي تعطي أقصى قيمة لونية كانت بعملية نقع مسحوق النبات لمدة ساعتين في درجة أس هيدروجيني 5.6 وعند درجة حرارة الغرفة، وأن أفضل تركيز للكيتوزان هو 4% من حجم المحلول، درجة حرارة المعالجة 160°م لمدة 3 دقائق. وأن الظروف المثلى لعملية الصباغة هي: 80% مستخلص صبغة بالنسبة لحجم المحلول، درجة الأس الهيدروجيني 6، درجة الحرارة 90°م، وزمن الصباغة 60 دقيقة. وكانت من أهم توصيات الباحثة إجراء مزيد من البحوث حول تطبيق صبغة لحاء شجرة الجوز على خامات مختلفة متنوعة للحصول على درجات لونية عديدة ودراسة الخصائص الطبية لها، كذلك التوصية بالاستفادة من تطبيق الصبغات الطبيعية في المشاريع الصغيرة.

كلمات دلالية: لحاء شجرة الجوز، الصبغات الطبيعية، خواص الثبات، الصباغة، القطن، الكيتوزان، مثبتات صديقة للبيئة.

1. المقدمة

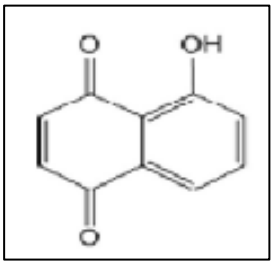
مع الوعي البيئي الحاصل في السنوات الأخيرة أصبح من المُهم إيجاد بدائل للصبغات الصناعية التي تسبب تلوث البيئة وتضر بصحة الإنسان فلذلك اهتم الباحثون بتطوير العديد من الدراسات لتجنب آثار المواد الكيميائية السامة في الصناعات النسيجية ولمواجهة هذا التحدي حلت الصبغات الطبيعية محل الصبغات الصناعية، وفي محاولة لإيجاد مصادر متنوعة للصبغات الطبيعية يتم استخدام أجزاء مختلفة من النباتات كالزهور والورق والجذور واللحاء [1].

وتعتبر الصبغة المستخلصة من لحاء شجرة الجوز واحدة من أهم الصبغات الطبيعية حيث تتمتع هذه الصبغة بإمكانية صباغتها لكل من الصوف والحرير والقطن وكذلك النايلون حيث تعطي هذه الصبغة اللون البني الطبيعي [2] [3]، ويعطي لحاء شجرة الجوز صبغة بنية اللون في حال كون الشجرة ناضجة و صبغة سوداء في حال كون الشجرة غير ناضجة [4] ، وتعرف شجرة الجوز باسمها اللاتيني Juglans regia Lحيث تمتلك قيمة اقتصادية كبرى ويرجع ذلك إلى أن جميع أجزاءها يتم الاستفادة منها [5] حيث يتم استخدام أجزاء كبيرة منها للصباغة والدباغة [6] ويعتبر المكون اللوني في شجرة الجوز هو صبغة الجغلون (Juglone) والتي تشتق من النفثوكينون [7]، والصيغة الجزيئية لمركب الجغلون هي ($C_{10}H_6O_3$) شكل (1) [2] وتمتلك المكونات النباتية المختلفة الموجودة في شجرة الجوز مجموعة من الخصائص الطبية والعلاجية حيث أنها مدرة للبول ، مضادة للأكسدة ، مضادة للإسهال ، ومضادة للالتهابات والبكتيريا والفطريات كما أنها تدخل في تركيب مستحضرات التجميل والمواد الحافظة الغذائية، كما أن هذه الشجرة لديها إمكانيات إنتاج مواد لونية متعددة وذلك عن طريق قشور الثمار والأوراق واللحاء وكذلك الجذع [8].

وعلى الرغم من المميزات العديدة للصبغات الطبيعية إلا أن لها بعض العيوب مثل انخفاض شدة اللون وخصائص الثبات اللوني على الألياف السليلوزية وهذا يحد من استخدامها في الصناعات النسيجية [9] [10]. وقد قامت بعض الدراسات بمحاولة تحسين قابلية الألياف السيليلوزية للصبغات الطبيعية والتي تعرف بأنها ذات طبيعة أنيونية وذلك عن طريق إدخال مواقع كاتيونية داخل السليلوز لزيادة امتصاص الصبغة، حيث يتم معالجة الأقمشة القطنية بالكيتوزان لإكسابها شحنات موجبة بواسطة مجموعات الأمين (NH_2) ومن ثم تكوين روابط عرضية (crosslinking) بين القطن والكيتوزان ينتج عن ذلك تأين سطح الخامة وحدوث تجاذب الكتروستاتيكي مما يزيد من امتصاص الصبغة [11]، ويعتبر الكيتوزان نوع من أنواع البوليمرات الحيوية التي يمكن الحصول عليها من مصادر حيوانية/ بحرية أو يتم الحصول عليها من النفايات الزراعية كالفطر وذلك بعد نزع الكيتين منها كما يمكن العثور عليه في الهياكل الخارجية للمفصليات والرخويات [12]، وقد شغل تطبيق الكيتوزان حيز واسع في الصناعات النسيجية وذلك لكلفته المنخفضة وعدم سميته وسهولة تحلله كما أنه بوليمر نشط كيميائياً ويساهم في تحسين الصباغة [13].

وإلى جانب استخدام الكيتوزان يتم استخدام المثبتات (Mordants) والتي بدروها تساهم في تحسين ثبات الصبغة على الألياف إذ قد يتلاشى اللون مع الغسيل وأثناء تعرضه للضوء، فترتبط هذ المثبتات مع الصبغات برابطة كيميائية فتساعد الألياف على امتصاص الصبغة وتثبيتها وتمنع نزول اللون واستنزافه في حمام الصباغة [14]. ويتم تطبيق المثبتات في الصباغة بثلاث طرق وهي: معالجة التثبيت السابقة (Pre-Mordanting process) حيث يتم فيها المعالجة بالمثبت ثم الصباغة, معالجة التثبيت المتزامنة (Meta Mordanting Process) حيث يتم فيها المعالجة بالمثبت والصباغة في حمام واحد, عملية التثبيت اللاحقة (Post-Mordanting process) وفيها يتم معالجة القماش بعد عملية الصباغة [15].

و قد تسبب هذه المثبتات تغيرات في العوامل اللونية وتنشأ تغير واضح في اللون مما يساهم في إنشاء مجموعات لونية كبيرة للصبغات الطبيعية، ويمكن استخدام أنواع مختلفة من المثبتات أو يتم التوليف بينها للحصول على درجات لونية مختلفة وذلك يزيد من امتصاص الصبغة ويحسن من الثبات [16]،ولكن على الرغم من مميزاتها إلا أنها تمتلك مخاطر بيئية وصحية لا حصر لها ويمكن معالجة مخاطرها باستخدامها بتركيزات منخفضة لا تضر بالبيئة مع مراعاة الصبغة ونوع النسيج [17] ولكن مازال هناك ضرورة مُلحة لإيجاد المثبتات الطبيعية والآمنة بيئياً، حيث اتجهت بعض الدراسات لاستخدام المثبتات الطبيعية كالسماق والعفص وغيرها [18]، إلى أن ما يعيبها هو أنها تؤثر على لون الصبغة الطبيعي وتؤدي إلى صباغة بظلال قاتمة. لذلك في هذا البحث تم دراسة امكانية استخدام حمض الستريك (citric acid) وحمض التانيك (tannic acid) كمثبتات للصبغات الطبيعية كذلك تم استخدام شب الأمونيوم (ammonium alum) وهو أحد المثبتات الشائعة الاستخدام ويعتبر أحد أملاح المعادن الآمنة بيئياً , كما تم تطبيق المثبتات بالمعالجة المتزامنة لعملية الصباغة (Meta- mordanting method)، حيث أنها توفر الطاقة والوقت والمياه، وتم دراسة تأثير تركيزات مختلفة من المثبتات في حمام الصباغة لمستخلص لحاء شجرة الجوز على شدة اللون والعوامل اللونية للعينات القطنية المعالجة بالكيتوزان والمصبوغة وبعد ذلك تم تحديد التركيز المثالي الذي أعطى أقصى قيمة لونية للعينات القطنية المصبوغة، ثم اختبار درجات الثبات اللوني لها ضد العوامل المختلفة كالغسيل،والعرق القلوي والحامضي، إلى جانب الاحتكاك الجاف والرطب والثبات للضوء.



شكل1. يوضح التركيب الكيميائي لصبغة الجغلون [2]

2. مشكلة البحث

- ماهي الظروف المثلى لعملية استخلاص الصبغة من نبات لحاء شجرة الجوز؟
- ماهي الظروف المثلى لعملية معالجة القطن بالكيتوزان؟
- ما هو تأثير المعالجة بالكيتوزان على قابلية القطن لامتصاص مستخلص لحاء شجرة الجوز؟
- ماهى الظروف المثلى لعملية الصباغة بمستخلص لحاء شجرة الجوز؟
- ما هو تأثير المعالجة بالمثبتات على درجات الثبات اللوني لأقمشة القطن المصبوغة بمستخلص لحاء شجرة الجوز؟

3. الأهداف

- دراسة ظروف استخلاص الصبغة من نبات لحاء شجرة الجوز والتوصل للظروف المثلى لعملية الاستخلاص.
- دراسة ظروف المعالجة بالكيتوزان بهدف تحسين قابلية الأقمشة القطنية للصباغة بمستخلص لحاء شجرة الجوز.
- دراسة ظروف عملية الصباغة بهدف التوصل إلى الظروف المثلى لعملية الصباغة بمستخلص لحاء شجرة الجوز.
- تحسين الثبات اللوني للأقمشة القطنية المصبوغة بمستخلص لحاء شجرة الجوز بمواد آمنة بيئيا.

4. الفروض

- الفرضية الأولى: تغيير الأس الهيدروجيني والزمن في عملية الاستخلاص يؤثران في كمية الصبغة المستخلصة من نبات لحاء شجرة الجوز.
- الفرضية الثانية: اجراء معالجة الكيتوزان قبل عملية الصباغة يزيد من قابلية الأقمشة القطنية لامتصاص الصبغة المستخلصة من لحاء شجرة الجوز.
- الفرضية الثالثة: تغير الأس الهيدروجيني ودرجة الحرارة والزمن يؤثران في العمق اللوني للأقمشة القطنية المصبوغة بمستخلص لحاء شجرة الجوز.
- الفرضية الرابعة: المعالجة المتزامنة بالمثبتات الصديقة للبيئة قد تحسن بعض خواص الثبات اللوني للأقمشة القطنية المصبوغة بمستخلص لحاء شجرة الجوز.

5. منهج البحث

اتبعت الدراسة المنهج التجريبي للوصول إلى أهداف البحث.

6. الدراسات السابقة

6.1. محور الصبغات الطبيعية

- دراسة كل من Ticha, Slama, Dhouibi, Boudokhane, & Dhaouadi, بعنوان Bark residues recovery of Juglans regia.L dyeing of wool fabrics: development of microwave-assisted extraction and dyeing processes.(2022)[1] تهتم هذه الدراسة باتباع نهج صديق للبيئة حيث تتخذ من لحاء شجرة الجوز مستخلص لصباغة الأقمشة الصوفية، فهو يعتبر منن النفايات التي يصعب التخلص منها، فتم استخلاص الصبغة عن طريق الميكروويف، وتم دراسة درجة الحموضة الملائمة لهذه الصبغة، كما تم تقييم جودة الصباغة عن طريق حساب العوامل اللونية المختلفة بالإضافة إلى شدة اللون، إلى جانب ذلك تم تقدير خواص ثبات الصبغة لكل من الغسيل والاحتكاك والضوء، وتوصلت هذه الدراسة إلى عدد من النتائج ومنها أن الصباغة بواسطة الميكروويف تعطي قيم لونية عالية ودرجة ثبات جيد ة بالنسبة لخواص الثبات اللوني، إلى جانب ذلك توصلت هذه الدراسة إلى أن هذه الصبغة يمكن استخدامها لصباغة العديد من الألياف.

- دراسة كل من Arifeen, Rehman, Adeel, Zuber, Ahmad, & Ahmad, بعنوان Environmental friendly extraction of walnut bark-based juglone natural colorant for dyeing studies of wool fabric (2021)[8] تتبع هذه الدراسة المنهج التجريبي، وتهدف إلى صباغة الصوف بلحاء شجرة الجوز والذي يحتوي بدوره على صبغة الجغلون (Juglone) باستخدام الأشعة فوق الصوتية كأداة صديقة للبيئة، كما تم استخدام عدد من المثبتات الصديقة للبيئة أيضاً كالألمونيوم والحديد والتانيك إلى جانب مثبتات طبيعية كالكركم والحناء والرمان ولحاء شجرة الأكاسيا وذلك في ظروف مثالية، وأظهرت هذه الدراسة عدد من النتائج ومنها بأن استخدام مثبت الكركم قبل الصباغة واستخدام مستخلص مثبت لحاء الأكاسيا بعد الصباغة ينتج ألوان متنوعة ومتميزة مقارنة بالمثبتات الصناعية، كما تم التوصل إلى أن استخدام الأشعة فوق الصوتية في عملية الاستخلاص ساهم في تحسين الصباغة بشكل كبير بواسطة لحاء شجرة الجوز.

- دراسة Al-Saaedi بعنوان Application Of Juglans regia L. Bark Extracts as An Alternative Dye For Histological Studies (2018)[19] تتبع هذه الدراسة المنهج التجريبي حيث تهدف إلى إيجاد صبغة طبيعية بديلة لصبغة اليوزين الصناعية (Eosin) والتي بدروها تستخدم في تلوين نواة الخلايا النسيجية، تم الحصول على مستخلص لحاء هذه الشجرة عن طريق الاستخلاص بواسطة الايثانول ولمدة أربع ساعات، أثبت هذا المستخلص بأنه بديل جيد لهذه الصبغة الصناعية، كما يمتلك المستخلص طبيعة حامضية إذ يحتوي على مركبات الفلافونيد وهي بدورها تحتوي على مركبات البوليفينول والتي تساهم في إطلاق الهيدروجين من مجموعة الهيدروكسيل المتواجدة في هذا النبات.

- دراسة كل من Ali Khan, Shahid-Ul-Islam, & Mohammad, بعنوان Extraction of natural dye from walnut bark and its dyeing properties on wool yarn (2016)[20] تهدف هذه الدراسة إلى استخراج الصبغة الطبيعية الموجودة في لحاء شجرة الجوز والتعرف على مدى قدرتها على صباغة ألياف الصوف ومدى تأثير تركيز كبريتات ألومنيوم البوتاسيوم (Al_2K_2 (SO) $_4.24H_2O$) على عملية الصباغة وخواص الثبات والعوامل اللونية باستخدام طريق المعالجة بالتثبيت المسبق لهذه الألياف، أظهرت هذه الدراسة عدد من النتائج تتلخص في أن مستخلص الصبغة يصلح لصباغة ألياف الصوف كما انه ينتج ألوان لها ثبات جيد للضوء والغسيل، كما أن الصوف قد يصبغ مع أو بدون الأملاح المعدنية وهذه الأملاح تنتج تدرجات لونية عديدة كما تساعد على زيادة القوة اللونية ويحسن من خصائص الثبات للصوف المصبوغ.

6.2. محور الكيتوزان (Chitosan)

- دراسة كل من Poornima, Anitha, & Kulloli, بعنوان Effect of chitosan on comfort and functional properties of synthetic dyed cotton fabric. (2021) [21] المنهج المستخدم في هذه الدراسة هو المنهج التجريبي، وتركز هذه الدراسة على معرفة مدى تأثير الكيتوزان على الخواص الوظيفية والخواص الفيزيائية على الأقمشة القطنية وقد توصلت هذه الدراسة إلى تحسن ثبات الصبغة للغسيل والاحتكاك الرطب والجاف والتعرق مقارنة بالعينات غير المعالجة وأظهرت العينات خصائص مضاد لكل من بكتيريا (E.coli) و(S. aureus) و(A.niger).

- دراسة Heba Abd El Mohsen Ghazal بعنوان Enhancement of dye-ability and antibacterial properties of cotton fabrics via modification with chitosan (2020) [22] استخدمت هذه الدراسة المنهج التجريبي وهدفت إلى تحسين وتطوير الخصائص الوظيفية والبيولوجية للأقمشة القطنية المصبوغة عن طريق استخدام الكيتوزان وأظهرت هذه الدراسة أن التركيز الأمثل للكيتوزان 4% وأن الكيتوزان ساهم في تحسين قيم (K/S) من حيث الثبات للضوء والغسيل مقارنة بالعينات غير المعالجة، كما أن العينات المعالجة بالكيتوزان لها خصائص مضادة للبكتيريا السالبة (E.coli) والموجبة (S. aureus)

- دراسة كل من Bhuiyan, Shaid, & Khan, بعنوان Cationization of cotton fiber by chitosan and its dyeing with reactive dye without salt. (2014) [11] هذه الدراسة من الدراسات الصديقة للبيئة التي اتبعت المنهج التجريبي إذ تم استخدام الصبغات التفاعلية عن طريق تطبيق صباغة خالية من الأملاح وتم فيها المعالجة المسبقة بالكيتوزان حتى يزيد من استنفاد الصبغة في حمام الصباغة، توصلت هذه الدراسة إلى وجود علاقة طردية بين تركيز الكيتوزان وقيم (K/S) فكلما ازداد تركيز الكيتوازن

كلما ارتفعت قيم (K/S)، وكانت قيم امتصاص الصبغة أعلى من النسيج المصبوغ بالأملاح، ولم يحصل الباحثون على أي تحسن في قيم الثبات اللوني للنسيج المعالج بالكيتوزان والمصبوغ.

7. المواد

7.1. الخامة النسجية

تم اختيار قماش قطن 100% مغسول ومبيض يمتلك تركيب نسجي سادة 1/1، تم غسيل القماش بواسطة صابون غير أيوني (Non Ionic detergent) عند درجة 90°م ولمدة 15 دقيقة ثم تم شطفه جيدا بالماء الدافئ والبارد.

7.2. المواد الطبيعية

7.2.1. الصبغة الطبيعية

تم استخلاص الصبغة من لحاء شجرة الجوز تم شراؤه من عطارة بيت الحكمة في منطقة جدة, تم طحنه جيداً حتى أصبح مسحوق ناعم.

7.2.2. الكيتوزان

هو عبارة عن(deacetylated chitin and poly(D-glucosamine انتاج شركة(Sigma-Aldrich,Germany) في ألمانيا

7.3. المواد الكيميائية

كربونات الصوديوم (Sodium carbonate), حمض الخليك (Acetic acid), حمض الستريك (Citric acid)، حمض التانيك (Tannic acid), شب الأمونيوم (Ammonium alum) انتاج شركة سيجما الدريتش بألمانيا (Sigma-Aldrich,Germany).

7.4. المواد المساعدة

7.4.1. صابون غير أيوني (Non Ionic detergent)

اسمه التجاري Triton X-100, انتاج شركة ميرك الألمانية (Merck Company).

8. الطرق

8.1. الاستخلاص بواسطة النقع

تم تحضير مستخلص الصبغة عن طريق تجفيف لحاء شجرة الجوز -وهو الجزء الذي يحتوي المادة الملونة- في درجة حرارة الغرفة للحفاظ على جميع صفاته وتم طحنه وتصفيته للحصول على مسحوق ناعم ومتجانس، تم تطبيق تجربة مسبقة عن طريق الاستخلاص بواسطة الغليان، وكانت نتائج النقع هي الأمثل ومن ثم تم نقع المسحوق الذي يحتوي على المادة الملونة في الماء عند درجة حرارة الغرفة وفق فترة زمنية محددة وأخيرا تم ترشيحه، وقد تم دراسة العوامل المؤثرة في عملية استخلاص الصبغة من النبات كالآتي:

8.1.1. تأثير درجة الأس الهيدروجيني لحمام النقع على استخلاص الصبغة

في هذه التجربة تم دراسة تأثير تغير الأس الهيدروجيني لحمام النقع مع ثبات المدة الزمنية على كمية الصبغة المستخلصة من لحاء شجرة الجوز، حيث تم نقع 10 جرام من مسحوق النبات في 100 مل من الماء المقطر عند درجة حرارة الغرفة لمدة 4 ساعات وتم ضبط الأس الهيدروجيني للحمام بدرجات مختلفة كالآتي: 4.6- 5.6-7.6- 8.6- 9.6، بعد ذلك تم ترشيح محلول الصبغة المستخلصة واستخدامها فيما بعد في صباغة العينات القطنية طبقاً لما يأتي: تم بدأ عملية الصباغة في حمام حجمه 50:1 (L:R)- وهي تعني أن كل 1 جم من القماش يستخدم معه 50 مل من محلول الصبغة - وباستخدام مستخلص الصبغة بتركيز100% تم بدأ عملية الصباغة عند 50م ثم تم رفع درجة الحرارة بشكل تدريجي خلال 10 دقائق حتى وصلت إلى 90م ، وتم تثبيت درجة الحرارة عند 90 لمدة 60 دقيقة تخللها تقليب العينة على فترات متقاربة للحصول على صباغة متجانسة، وبعد انتهاء عملية الصباغة تم شطف العينات بشكل جيد بالماء الجاري، ثم تم غسيلها بواسطة منظف أيوني طبقاً لحمام التصبين الآتي: حجم المحلول 50:1 (1 جم قماش :50 مل محلول صابون)، 2 جم / لتر منظف غير أيوني (Non Ionic detergent) ، عند درجة الحرارة تساوي عند 70م، ولمدة 15 دقيقة، ثم الشطف النهائي بالماء.

8.1.2. تأثير زمن عملية النقع على استخلاص الصبغة

تم دراسة التأثير الذي يلعبه تغير زمن النقع مع توحيد درجة الأس الهيدروجيني لحمام النقع على كمية الصبغة المستخلصة من لحاء شحرة الجوز. والتي تم قياس العمق اللوني الناتج عنها على قماش القطن بعد صباغته، حيث تم تحضير محلول الصبغة بتركيز 10% أي أنه تم نقع كل 10 جرام من مسحوق النبات في 100مل من الماء المقطر، ثم تم ضبط الأس الهيدروجيني عند 5.6 للصبغة ثم تُركت لفترات زمنية مختلفة وهي (2، 4، 5، 8، 12) ساعة، وبعد ذلك تم ترشيح الصبغة وصباغة الأقمشة القطنية وغسيلها بالطريقة السابق ذكرها.

8.2. دراسة العوامل التي تؤثر على عملية معالجة الكيتوزان

- **تحضير الكيتوزان**: تم تحضيره بإضافة 1جم كيتوزان إلى محلول حمض الخليك بتركيز (1%) وتحريكه بواسطة القلاب الكهربائي إلى أن تم الوصول إلى القوام المطلوب وتُرك المحلول في درجة حرارة الغرفة لمدة 24 لضمان تجانسه.
- **طريقة المعالجة بالكيتوزان:** بواسطة طريقة الغمر والمعالجة الحرارية (Pad-dry-cure) حيث تم غمر الأقمشة في محلول الكيتوزان عند تركيزات مختلفة لمدة 3 دقائق بنسبة تشرب 100% (Pick up)ثم تم تعريض الأقمشة للتجفيف عند درجة حرارة 70°م لمدة 2 دقيقة وتمت المعالجة الحرارية بدرجات حرارة مختلفة وأزمنة مختلفة.

8.2.1. تأثير تركيز الكيتوزان

في هذه التجربة تم دراسة تأثير استخدام تركيزات مختلفة من الكيتوزان (2%، 4%، 6%، 8%،10%) بالنسبة للمحلول (v.w) نسبة المحلول 50:1 (L:R)ثم التجفيف عند درجة حرارة 70 °م لمدة 2 دقيقة ثم المعالجة الحرارية عند 160°م لمدة 3 دقائق.

8.2.2. تأثير درجة حرارة المعالجة الحرارية

في هذه التجربة تم دراسة تأثير تغير درجة حرارة المعالجة الحرارية مع ثبات المدة الزمنية لها وقد تمت عملية المعالجة باستخدام الكيتوزان بتركيز 4% بالنسبة للمحلول (v.w)نسبة المحلول 50:1 (L:R) ثم التجفيف عند درجة حرارة 70 °م لمدة 2 دقيقة ثم المعالجة الحرارية عند درجات حرارة 120° ،140°،160°، 180°، 200°م ولمدة 3 دقائق.

8.2.3. تأثير زمن المعالجة الحرارية على ظروف المعالجة بالكيتوزان

في هذه التجربة تم دراسة تأثير تغير زمن المعالجة الحرارية مع ثبات تركيز الكيتوزان ودرجة حرارة المعالجة الحرارية (curing) وقد تمت عملية المعالجة باستخدام الكيتوزان بتركيز4% بالنسبة للمحلول (v.w) نسبة المحلول L:R 50:1 ثم تم التجفيف عند درجة حرارة 70 °م لمدة 2 دقيقة ثم المعالجة الحرارية باستخدام فترات زمنية مختلفة وهي (1، 2، 3، 4، 5) دقائق وذلك عند درجة الحرارة المثلى المستخلصة من التجربة السابقة وهي 160°م.

8.3. دراسة العوامل التي تؤثر على ظروف عملية الصباغة

بعد استنتاج الظروف المثالية لعملية المعالجة بالكيتوزان تم معالجة الأقمشة القطنية بالكيتوزان بتركيز 4% من حجم المحلول مع نسبة تشرب100% (Pick up) ، وكان حجم المحلول (L:R) 50:1، ثم معالجتها حرارياً عند درجة 160° م لمدة 3 دقائق ، ثم تم صباغة الأقمشة القطنية بصبغة لحاء شجرة الجوز وذلك بعد تحديد الظروف المثالية للاستخلاص.

8.3.1. تأثير درجة الأس الهيدروجيني لحمام الصباغة على العمق اللوني للأقمشة المصبوغة

في هذه التجربة تم دراسة مدى تأثير تغيير درجة الأس الهيدروجيني لحمام الصباغة على شدة اللون للأقمشة القطنية المصبوغة حيث تم ضبط درجة الأس الهيدروجيني عند درجات (4، 5، 6، 7، 8، 9) مع ضبط درجة الحرارة عند90°م واستمرت الصباغة لمدة 60 دقيقة، حيث تم استخدام مستخلص الصبغة بتركيز100% وحجم المحلول 100:1 بعد انتهاء عملية الصباغة تم غسيل الأقمشة كما ذُكر سابقاً.

8.3.2. تأثير تركيز مستخلص الصبغة على العمق اللوني للأقمشة المصبوغة

تم دراسة عامل تركيز الصبغة لمعرفة التركيز الأمثل لمستخلص الصبغات النباتية والذي يعطي أقصى شدة لون على الأقمشة القطنية لذلك تم دراسة تركيزات مختلفة من مستخلص الصبغة وهي كالآتي : (20%، 40%، 60%، 80%، 100%) بالنسبة لحجم المحلول

مع ضبط درجة الأس الهيدروجيني عند 5 وضبط درجة الحرارة عند90° م لمدة 60 دقيقة، وكان حجم المحلول 100:1 وتمت عملية الصباغة والغسيل كما سبق ذكره.

8.3.3. تأثير درجة حمام الصباغة على العمق اللوني للأقمشة المصبوغة

تم دراسة مدى تأثير درجة حرارة حمام الصباغة على العمق اللوني للأقمشة المصبوغة حيث تم دراسة تأثير درجات حرارة مختلفة كالآتي: 30°، 50°، 70°، 90°، 100°م، إلى جانب ذلك ضُبط الأس الهيدروجيني عند 5 ، وتم إجراء عملية الصباغة بمستخلص تركيزه 80% من حجم المحلول وتمت الصباغة في درجة حرارة 90° ولمدة 60 دقيقة وبعد ذلك تم شطف الأقمشة وغسيلها بالماء والصابون.

8.3.4. تأثير زمن عملية الصباغة على العمق اللوني للأقمشة المصبوغة

في هذه التجربة تم دراسة تأثير زمن الصباغة في تحديد المدة الزمنية التي تساهم في الحصول على أقصى شدة لون للأقمشة المصبوغة، حيث تم إجراء عملية الصباغة لفترات زمنية مختلفة وهي كالآتي : 30، 45، 60، 75، 90 دقيقة، وتم ضبط درجة الأس الهيدروجيني لكلا الصبغتين عند 5، كما تم استخدام 80% من مستخلص الصبغة للصباغة العينات القطنية وكانت درجة الحرارة التي تمت فيها عملية الصباغة 90° ولمدة 60 دقيقة.

8.4. دراسة ظروف المعالجة بالمثبتات (Mordants)

عولجت جميع عينات هذه التجربة بالكيتوزان بتركيز 4% من حجم المحلول مع نسبة تشرب 100% (pick up) ، عند درجة حرارة 160° م وكانت مدة المعالجة الحرارية 3 دقائق، ثم تم دراسة تثبيت الصبغات الطبيعية المستخلصة من لحاء شجرة الجوز باستخدام المعالجة المتزامنة لعملية الصباغة (Meta- mordanting method)، وتم تطبيق المعالجة بواسطة عدد من المثبتات الآمنة بيئياً وهي: حمض الستريك، حمض التانيك، شب الأمونيوم.

حيث تم معالجة الأقمشة بالتركيزات التالية: (2%، 4%، 6%، 8%، 10%) من وزن الخامة وكان ذلك عند درجة 60م ولمدة 30 دقيقة وتمت الصباغة باستخدام تركيز80% من مستخلص لحاء شجرة الجوز، مع ضبط درجة الأس الهيدروجيني لحمام الصباغة للصبغة عند 5 والصباغة لمدة 60 دقيقة عند درجة حرارة 90م، وتمت عملية الغسيل كما تم ذكره سابقاً.

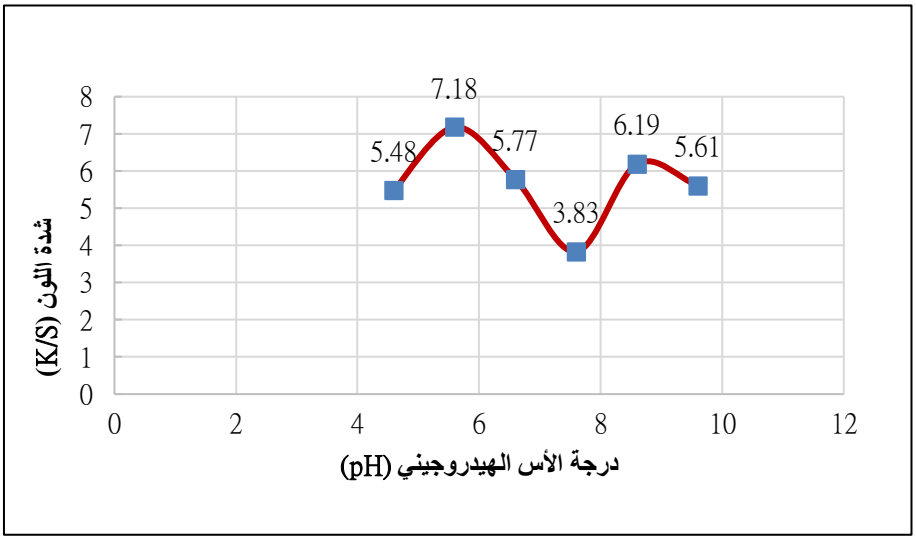
9. النتائج والمناقشة

نتائج الفرض الأول: تغيير الأس الهيدروجيني والزمن في عملية الاستخلاص يؤثران في كمية الصبغة المستخلصة من نبات لحاء شجرة الجوز.

9.1. الاستخلاص عن طريق النقع

9.1.1. تأثير درجة الأس الهيدروجيني لحمام النقع على استخلاص الصبغة

يتضح من الشكل (2) تأثير درجة الأس الهيدروجيني لحمام الاستخلاص عن طريق النقع على شدة اللون (K/S) لعينات القطن المصبوغة، وتشير النتائج إلى أن ارتفاع قيمة الأس الهيدروجيني من 4.6 إلى 5.6 يصاحبها ارتفاع في شدة اللون إلى أن تصل أقصاها عند درجة الأس الهيدروجيني 5.6 يليها حدوث انخفاض في شدة اللون يظهر بزيادة القلوية في حمام الاستخلاص.



شكل 2. تأثير الأس الهيدروجيني لحمام الاستخلاص بطريقة النقع على شدة اللون (K/S) لعينات القطن المصبوغة بمستخلص لحاء شجرة الجوز.

ظروف الاستخلاص: 10% تركيز الصبغة ، النقع: 4 ساعات في درجة حرارة الغرفة، ظروف الصباغة : 100% مستخلص، حجم المحلول: 1:100 L:R، لمدة 60 دقيقة، ، عند 90م.

تشير نتائج جدول (1) بأنه يمكن الحصول على تدرجات لونية مختلفة من خلال تغيير درجة الأس الهيدروجيني لحمام الاستخلاص بواسطة النقع، كما تشير نتائج قيم (a*) أنه بزيادة قلوية حمام الاستخلاص تزداد درجة الاحمرار للعينات المصبوغة، كما تقل درجة الاصفرار والتي يتم التعبير عنها من خلال قيم (b*) ويتضح أيضاً من النتائج انخفاض الزهاء اللوني (H) للعينات المصبوغة بزيادة قلوية حمام الاستخلاص لتصل إلى أقل درجاتها عند أس هيدروجيني 9.6، وربما قد يرجع سبب التغيير في اللون مع زيادة درجة الأس الهيدروجيني إلى التغيرات التي تحدث لكروموفور اللون وإعادة ترتيبه وتنظيمه (Chromophoric rearrangement) وذلك تحت الظروف القلوية [23].

جدول 1. يوضح العوامل اللونية المختلفة لمستخلص لحاء شجرة الجوز ومدى تأثرها باختلاف الأس الهيدروجيني لحمام الاستخلاص بواسطة النقع.

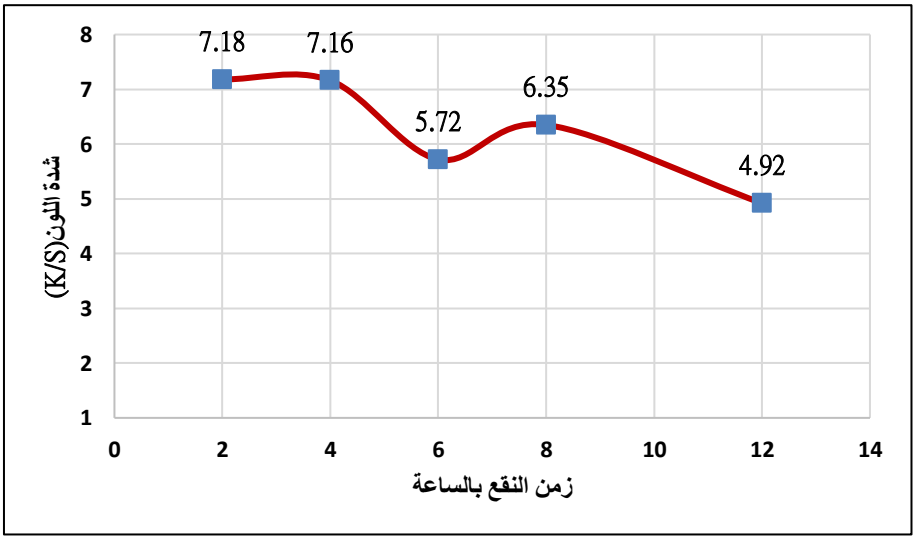
درجة الأس الهيدروجيني (pH)	صبغة مستخلص لحاء شجرة الجوز Walnut tree Bark					
	العوامل اللونية					K/S
	H	C	b*	a*	L*	
4.6	73.71	16.38	16.16	4.72	50.22	5.48
5.6	75.34	16.12	15.59	4.08	43.31	7.18
6.6	72.63	16.14	15.40	4.82	48.42	5.77
7.6	67.45	14.35	13.27	5.48	49.69	3.83
8.6	61.44	14.44	12.68	6.90	44.36	6.19
9,6	57.19	13.45	11.31	7,27	42.89	5.61

ظروف الاستخلاص: 10% تركيز الصبغة، ظروف الصباغة : 100% مستخلص، حجم المحلول: 1:100 L:R، لمدة 60 دقيقة، ، عند 90م.

9.1.2. تأثير زمن عملية النقع على استخلاص الصبغة

تشير النتائج في الشكل (3) إلى أن زيادة زمن النقع يصاحبها انخفاض في شدة اللون (K/S) للعينات المصبوغة وهذا مؤشر على أن زيادة زمن النقع تؤثر بالسلب على كمية الصبغة المستخلصة وينعكس ذلك على العمق اللوني للعينات المصبوغة، فتظهر النتائج إلى أنه يمكن الحصول على أعلى قيمة لشدة اللون للعينات المصبوغة والتي تبلغ 7.18 عند نقع مسحوق لحاء الشجرة لمدة ساعتين فقط، في حين أن زيادة زمن النقع تؤدي إلى انخفاض ملحوظ في قيم شدة اللون لعينات القطن المصبوغة، فيقدر الانخفاض في شدة اللون بنسبة 31.47% مع زيادة زمن النقع من 2 إلى 12ساعة، وربما يرجع تفسير ذلك إلى أن صبغة لحاء شجرة الجوز يتم تصنيفها على أنها صبغات هيدروفوبية (hydrophobic dyes) إذ أنها تتشابه في خواصها مع خواص الصبغات المشتتة وبالتالي فإنها تتواجد في صورة تجمعات (Aggregates) في محاليلها [24]، وبالتالي عند زيادة زمن النقع يكون هناك فرصة أكبر لتكوين التجمعات في المحاليل فتقل كمية اللون المستخلصة ويؤدي ذلك إلى شدة لون أقل للعينات المصبوغة وعلى ذلك يمكن اعتبار أن الزمن الأمثل لعملية الاستخلاص بالنقع هو ساعتين.

وهذه النتائج تساهم في تحقيق الفرض الأول حيث تبين أن تغيير الأس الهيدروجيني والزمن في عملية الاستخلاص يؤثران في كمية الصبغة المستخلصة من نبات لحاء شجرة الجوز.



شكل 3. تأثير زمن النقع لحمام الاستخلاص على شدة اللون (K/S) لعينات القطن المصبوغة بمستخلص لحاء شجرة الجوز.

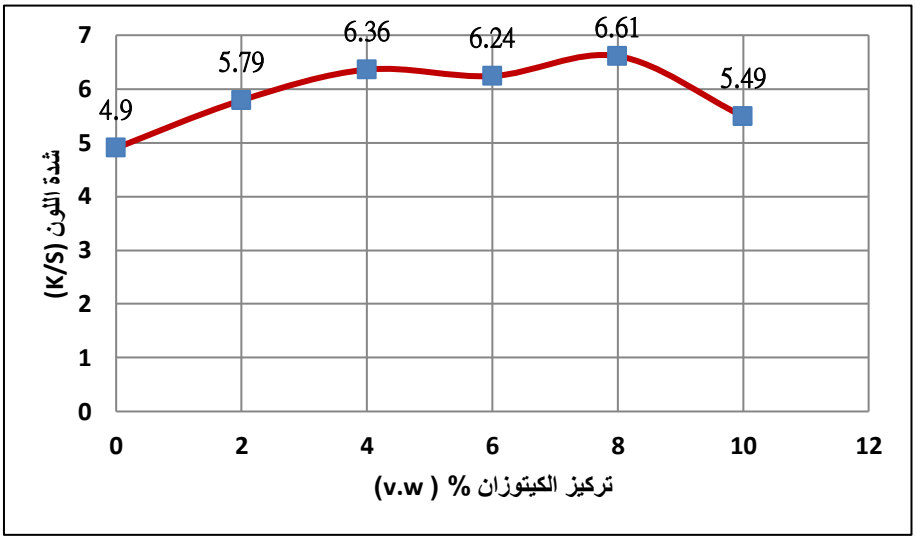
ظروف الاستخلاص: 10% تركيز الصبغة، درجة الأس الهيدروجيني 5.6، في درجة حرارة الغرفة, ظروف الصباغة: 100% مستخلص، حجم المحلول: 1:100 L:R، لمدة 60 دقيقة، درجة الأس الهيدروجيني 5، عند 90م.

نتائج الفرض الثاني: إجراء معالجة الكيتوزان قبل عملية الصباغة يزيد من قابلية الأقمشة القطنية لامتصاص الصبغة المستخلصة من لحاء شجرة الجوز.

9.2. الكيتوزان

9.2.1. تأثير تركيز الكيتوزان

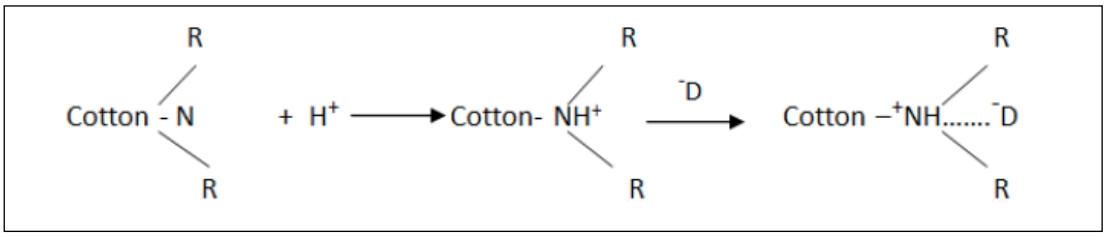
يوضح الشكل (4) أن العينات القطنية المعالجة بالكيتوزان لجميع التركيزات تُعطي عمق لوني أو شدة لون أعلى من العينات غير المعالجة، كما يُلاحظ أنه بازدياد تركيز الكيتوزان تزداد قيم (K/S) تدريجياً إلى أن تصل إلى أعلى قيمة لها عند استخدام تركيز 4% من الكيتوزان، حيث بلغت نسبة الزيادة إلى 29.79% مقارنة بالعينات غير المعالجة بالكيتوزان.



شكل 4. تأثير تركيز الكيتوزان على شدة اللون (K/S) لعينات القطن المصبوغة بلحاء شجرة الجوز.

ظروف معالجة الكيتوزان: لمدة 2 دقيقة، عند درجة حرارة 160م ظروف الاستخلاص: 10% تركيز الصبغة، عند درجة حرارة الغرفة, درجة الأس الهيدروجيني 5.6، ظروف الصباغة: 100% مستخلص، حجم المحلول: 100:1 L:R، لمدة 60 دقيقة، عند 90م.

وترجع الزيادة في شدة اللون للعينات المصبوغة إلى تكون مواقع نشطة على القطن تحمل شحنات موجبة (Positive Sits) نتيجة المعالجة بالكيتوزان، فكلما زاد تركيز الكيتوزان ازداد عدد المواقع النشطة والتي تحمل شحنات موجبة على القطن مما يزيد من قدرة القطن على امتصاص الصبغات الطبيعية الأنيونية والتي تحمل شحنات سالبة متمثلة في مجموعات الهيدروكسيل (OH) في مستخلص لحاء شجرة الجوز. حيث أن معدل امتصاص الخامة للصبغة ودرجة التجاذب الأيوني بين الصبغة والألياف يعتمد إلى حد كبير على عدد مجموعات الهيدروكسيل المتأينة والتي تحمل شحنة سالبة، والوزن الجزيئي للصبغة، وكذلك تعتمد على عدد مجموعات الأمين التي تحمل شحنة موجبة والمتكونة على سطح الألياف نتيجة للمعالجة الكاتيونية بالكيتوزان. ويوضح الشكل (5) ارتباط الصبغة الطبيعية الأنيونية بالقطن المعالج بالكيتوزان.

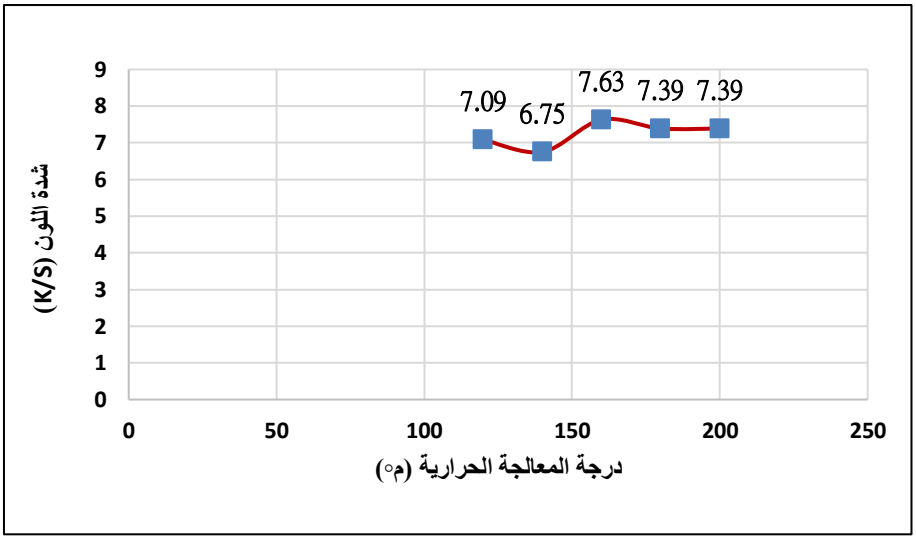


شكل 5. يوضح التجاذب الأيوني بين الصبغة الطبيعية والقطن المعالج بالكيتوزان [25]

وعند زيادة تركيز الكيتوزان إلى 10% نلاحظ انخفاض واضح في شدة اللون (K/S) على الرغم من أن شدة اللون (K/S) للعينات المصبوغة مازالت أعلى من قيمة شدة اللون (K/S) للعينة غير المعالجة بالكيتوزان، وربما يرجع سبب انخفاض شدة اللون إلى تكون طبقة سميكة من الكيتوزان على سطح خامة القطن مما قد يقلل من مرور جزيئات الصبغة وارتباطها بها [25]، وقد تم اختيار تركيز 4% كيتوزان كتركيز مثالي للصبغة حيث أظهرت العينات عند هذا التركيز عمق لوني عالي ودرجة انسدالية مرضية للعينات القطنية المعالجة حيث أشارت الدراسات السابقة إلى زيادة ارتفاع درجة صلابة الأقمشة المعالجة عند استخدام تركيزات مرتفعة من الكيتوزان [25].

9.2.2. تأثير درجة حرارة المعالجة الحرارية

تم توضيح نتائج شدة اللون(K/S) في شكل (6) حيث يشير إلى أن أقصى قيمة لونية تم الحصول عليها عند درجة حرارة 160° بعدها تظهر النتائج انخفاض طفيف في شدة اللون حتى يصل إلى أقل قيمة له عند درجة حرارة 200°، وتشير الباحثتان هنا إلى أن انخفاض قيم شدة اللون (K/S) بارتفاع درجة الحرارة ربما قد يرجع إلى زيادة في صلابة طبقة الكيتوزان بشكل أكبر عند زيادة درجة الحرارة وهذا بدوره قد يساهم في عدم انتقال الصبغة إلى الخامة بشكل جيد.

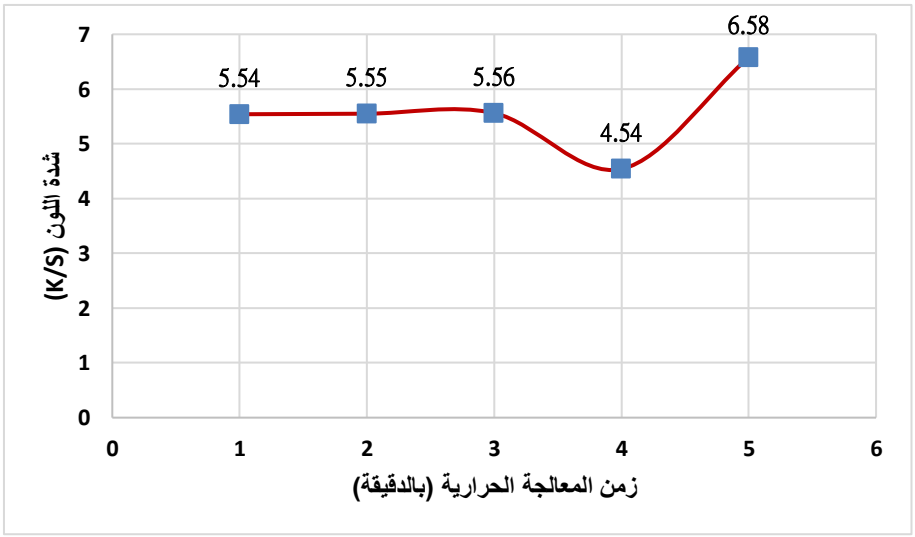


شكل 6. تأثير درجة المعالجة الحرارية على شدة اللون (K/S) لعينات القطن المصبوغة بلحاء شجرة الجوز.

ظروف معالجة الكيتوزان: تركيز 4% (w.v) ولمدة 2 دقيقة، ، ظروف الاستخلاص: 10% تركيز الصبغة، عند درجة حرارة الغرفة, درجة الأس الهيدروجيني 5.6، ظروف الصباغة: 100% مستخلص، حجم المحلول: 100:1 L:R، لمدة 60 دقيقة عند 90م.

9.2.3. تأثير زمن المعالجة الحرارية على ظروف المعالجة بالكيتوزان

يتضح من **الشكل (7)** أن زيادة زمن التحميص ليس له تأثير يذكر على شدة اللون إلا أن قيم (K/S) تسجل أعلى قيمة لها عند 5 دقائق. ونظراً لعدم وجود فروق كبيرة في شدة اللون للعينات المعالجة لمدة 5 دقائق وتلك المعالجة في 3 دقائق ولاعتبارات اقتصادية تم تحديد زمن المعالجة الحرارية المثالي للكيتوزان بأنه 3 دقائق.



شكل 7. تأثير زمن المعالجة الحرارية على شدة اللون (K/S) لعينات القطن المصبوغة بلحاء شجرة الجوز.

ظروف معالجة الكيتوزان: تركيز 4% (w.v) عند 160م، ظروف الاستخلاص: 10% تركيز الصبغة،عند درجة حرارة الغرفة, درجة الأس الهيدروجيني 5.6، ظروف الصباغة: 100% مستخلص، حجم المحلول: 100:1 L:R، لمدة 60 دقيقة، عند 90م.

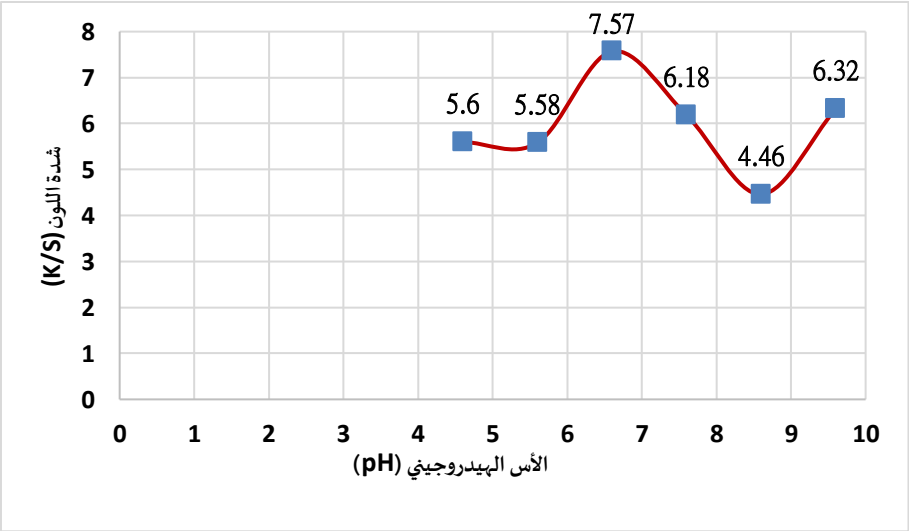
ما سبق مناقشته يساهم في تحقيق الفرض الثاني والذي ينص على أن اجراء معالجة الكيتوزان قبل عملية الصباغة يزيد من قابلية الأقمشة القطنية لامتصاص الصبغة المستخلصة من لحاء شجرة الجوز.

الفرض الثالث: تغير الأس الهيدروجيني ودرجة الحرارة والزمن يؤثران في العمق اللوني للأقمشة القطنية المصبوغة بمستخلص لحاء شجرة الجوز.

9.3. ظروف الصباغة

9.3.1. تأثير درجة الأس الهيدروجيني لحمام الصباغة على العمق اللوني للأقمشة المصبوغة

يشير **الشكل (8)** إلى أن ارتفاع درجة الأس الهيدروجيني يصاحبها ارتفاع في قيم شدة اللون إلى أن تصل أقصاها عند pH 6وبارتفاع قلوية محلول الصباغة تنخفض قيم شدة اللون بشكل واضح، حيث أنه نتيجة لمعالجة القطن بالكيتوزان تصبح هناك نوعان من المجموعات الوظيفية الموجودة بألياف القطن وهي مجموعات الهيدروكسيل (OH) ومجموعات الأمين (NH_2) وبالتالي فإن عملية الصباغة تعتمد على حدوث تجاذب أيوني بين جزيئات الصبغة الأنيونية وبين المجموعات الوظيفية المضافة إلى الخامة (NH_2) والتي تحمل شحنات موجبة عند تأينها. وفي الوسط الحامضي تزداد كمية البروتونات الموجبة +H مما يخلق مواقع موجبة على سطح الألياف القطنية وبالتالي يزداد التجاذب الإلكتروستاتيكي بين الصبغات الأنيونية والألياف مما يعطي أقصى قيمة لشدة اللون، بينما في الوسط القلوي تزداد أيونات الهيدروكسيل (OH^-) السالبة مما يقلل من عدد البروتونات الموجبة على سطح الألياف وبالتالي يقل التجاذب الإلكتروستاتيكي بين الصبغة وبين الألياف. [26]



شكل 8. تأثير الأس الهيدروجيني لمحلول الصباغة على شدة اللون (K/S) لعينات القطن المعالجة والمصبوغة بلحاء شجرة الجوز.

ظروف الاستخلاص: 10% تركيز الصبغة عند درجة حرارة الغرفة, درجة الأس الهيدروجيني 5.6، ظروف معالجة الكيتوزان: تركيز 4% (v.w) عند 160م عند 3 دقائق ,ظروف الصباغة: 100% مستخلص، حجم المحلول: 100:1 L:R، لمدة 60 دقيقة، ، عند 90م.

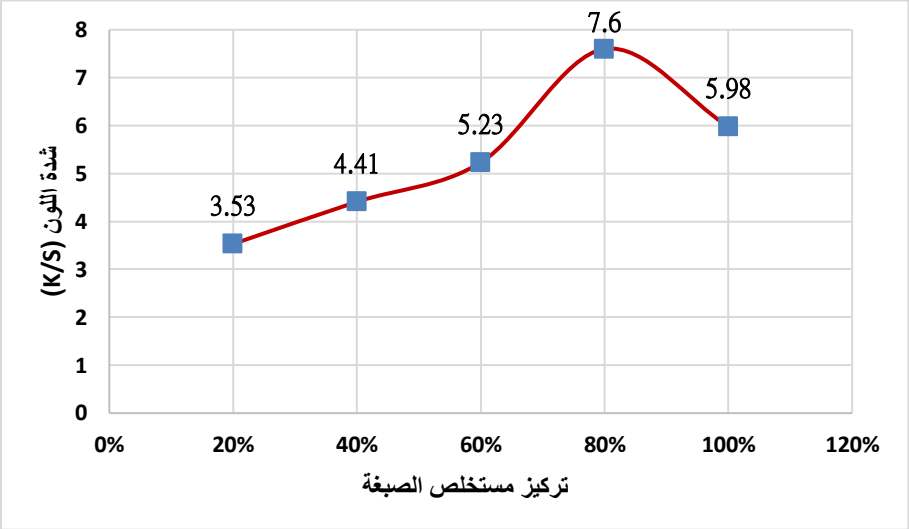
وبما أن خواص اللون تختلف بشكل كبير بتغير الأس الهيدروجيني لمحلول الصباغة فقد تم رصد نتائج العوامل اللونية في الجدول رقم (2) حيث يتضح من النتائج انخفاض قيم الزهاء اللوني (H) وانخفاض قيم الاصفرار (b*) بزيادة قلوية محلول الصباغة, ويلاحظ أيضاً أنه في أس هيدروجيني من 4 إلى 6 يحدث انخفاض طفيف في درجة الاحمرار (a*) يرتفع تدريجياً بزيادة قلوية محلول الصباغة.

جدول 2. يوضح العوامل اللونية المختلفة لمستخلص لحاء شجرة الجوز ومدى تأثرها بإختلاف الأس الهيدروجيني لمحلول الصباغة

درجة الأس الهيدروجيني (pH)	صبغة مستخلص لحاء شجرة الجوز Walnut tree Bark					
	العوامل اللونية					K/S
	H	C	b*	a*	L*	
4	73.79	16.71	16.05	4.66	48.69	5.60
5	74.76	16.83	16.24	4.42	47.60	5.58
6	74.30	16.15	15.55	4.37	45.90	7.57
7	70.47	15.14	14.53	5.15	47.26	6.18
8	67.68	14.72	13.62	5.59	48.02	4.46
9	64.06	15.38	13.83	6,73	44.04	6.32

9.3.2. تأثير تركيز مستخلص الصبغة على العمق اللوني للأقمشة المصبوغة

يوضح **الشكل (9)** العلاقة بين تركيز مستخلص الصبغة وبين شدة اللون (K/S) لعينات الأقمشة القطنية المعالجة والمصبوغة بمستخلص لحاء شجرة الجوز. ويتضح من خلال الشكل(9) أنه وبشكل عام تزداد شدة اللون للعينات المصبوغة بازدياد تركيز مستخلص الصبغة. حيث أن زيادة تركيز الصبغة يعني وجود عدد أكبر من جزيئات الصبغة متاح للارتباط بمجموعات الأمين الموجبة الموجودة على سطح القطن نتيجة لمعالجة الكيتوزان وبالتالي تزداد درجة التجاذب الأيوني بين الصبغة والقطن المعالج بالكيتوزان مما يؤدى إلى زيادة في شدة اللون للعينات المصبوغة [26]، ويظهر هنا أن معدل الصباغة وكمية ارتباط الصبغة بالألياف يزداد في حالة المحاليل المخففة عنها في حالة المحاليل المركزة. ويرجع ذلك إلى أن معظم الصبغات الطبيعية تميل إلى تكوين تجمعات جزيئية في محاليلها وخصوصاً الصبغات التي تسلك سلوك الصبغات المشتتة كلحاء شجرة الجوز كما سبق ذكره، مما يقلل من سرعة انتشارها في محلول الصباغة ومن ثم ارتباطها بالألياف مما ينعكس على شدة اللون للعينات المصبوغة، ويظهر هذا السلوك بشكل واضح في مع هذه الصبغة حيث أن زيادة تركيز مستخلص الصبغة من 20% إلى 80% يقابله زيادة في شدة اللون بنسبة 53.55% وبزيادة تركيز مستخلص الصبغة عن 80% يلاحظ حدوث انخفاض في شدة اللون بنسبة 26.57%، وبناء على النتائج السابقة فان التركيز المثالي من مستخلص لحاء شجرة الجوز هو 80% حيث أنه عند هذا التركيز نحصل على أعلى قيمة لونية للعينات القطنية المعالجة والمصبوغة.



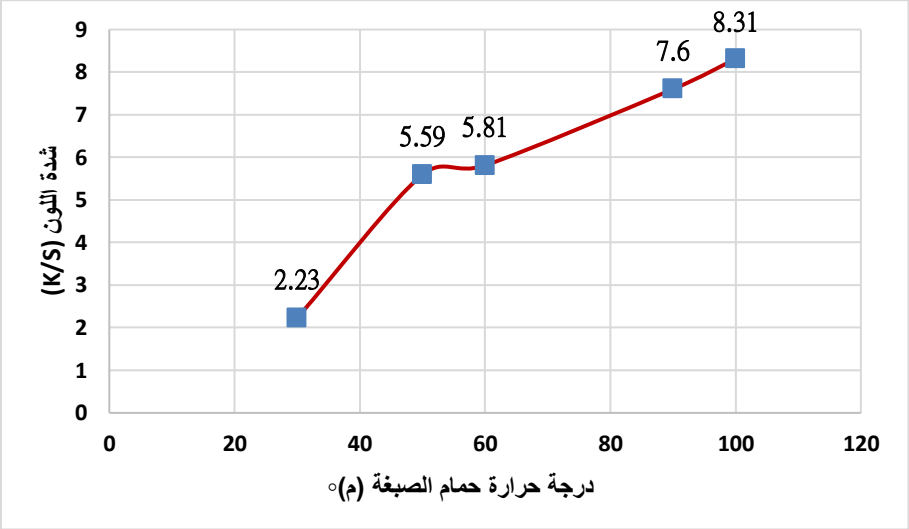
شكل 9. تأثير تركيز مستخلص لحاء شجرة الجوز على شدة اللون (K/S) لعينات القطن المعالجة بالكيتوزان والمصبوغة.

ظروف الاستخلاص: 10% تركيز الصبغة، درجة الأس الهيدروجيني 5.6، ظروف معالجة الكيتوزان: تركيز 4% (w.v) عند 160°م عند 3 دقائق، ظروف الصباغة: حجم المحلول: 1:100 L:R، لمدة 60 دقيقة، درجة الأس الهيدروجيني 5 , عند 90م.

9.3.3. تأثير درجة حرارة حمام محلول الصباغة على العمق اللوني للأقمشة المصبوغة

يوضح **الشكل رقم (10)** وجود علاقة طردية بين درجة حرارة محلول الصباغة وقيم شدة اللون (K/S) فبارتفاع درجة الحرارة تزداد شدة اللون للصبغة، ويتضح ذلك بزيادة شدة اللون للعينات المصبوغة بنسبة 73.16% وذلك مع ارتفاع درجة الحرارة من 20 °م إلى 100°م .

كما يظهر من خلال الشكل (10) أنه يوجد اختلاف في معدل الصباغة وشدة اللون الناتجة (rate of dyeing) لعينات القطن المصبوغة بمستخلص لحاء شجرة الجوز والمعالجة بالكيتوزان حيث أن معدل الصباغة يتوقف على حجم جزيئات الصبغة، والتركيب الكيميائي للصبغة وسرعة انتشار جزيئات الصبغة في محلول الصباغة، وعند الرجوع إلى التركيب الكيميائي لصبغة لحاء شجرة الجوز يلاحظ أن هذه الصبغة تسلك سلوك الصبغات المشتتة وتميل إلى تكوين تجمعات جزيئية في محلول الصباغة [24]خاصة في درجات الحرارة المنخفضة حيث يترسب جزء من الصبغة[27]وهذا يساهم في تقليل معدل انتشار الصبغة في محلول الصباغة لكن مع ارتفاع درجة حرارة محلول الصباغة تتكسر تلك التجمعات الجزيئية ويزيد معدل امتصاص الألياف للصبغة[28] وهذا يفسر ارتفاع قيم شدة اللون بارتفاع درجة حرارة محلول الصباغة إلى أن تصل أقصى قيمة لها عند درجة 100° م ولكن توصي الباحثة باعتبار درجة حرارة 90°م هي الدرجة المثلى لإتمام عملية الصباغة توفيرا للطاقة والتكلفة حيث أن النسبة المئوية للزيادة في شدة اللون عند رفع درجة الحرارة من 90°م الى 100° م كانت 8.54% وهي ليست زيادة الكبيرة.



شكل 10. تأثير درجة حرارة محلول الصباغة لمستخلص لحاء شجرة الجوز على شدة اللون (K/S) لعينات القطن المعالجة بالكيتوزان والمصبوغة.

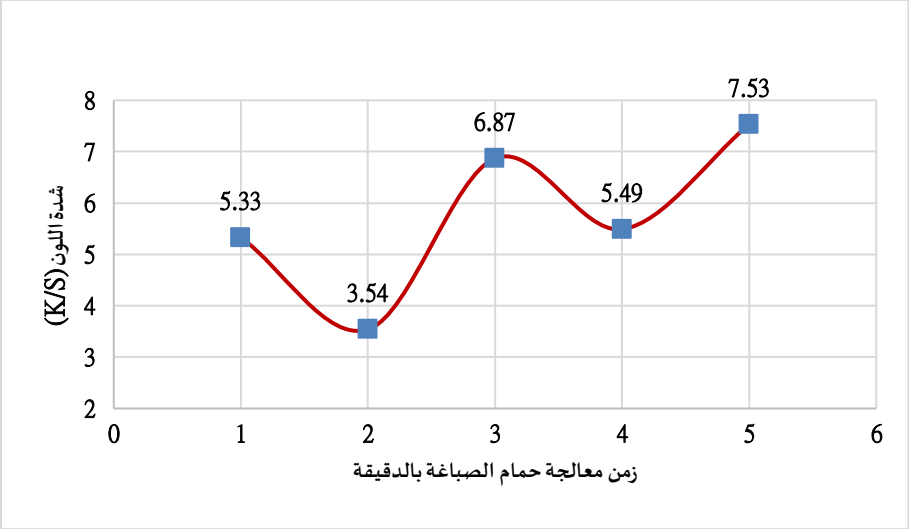
ظروف الاستخلاص: 10% تركيز الصبغة، درجة الأس الهيدروجيني 5.6، ظروف معالجة الكيتوزان: تركيز 4% (v.w) عند 160م عند 3 دقائق ,ظروف الصباغة: حجم المحلول: 100:1 L:R، تركيز المستخلص 80% ,لمدة 60 دقيقة، درجة الأس الهيدروجيني 5.

9.3.4. تأثير زمن عملية الصباغة على العمق اللوني للأقمشة المصبوغة

يتضح من النتائج الموضحة في شكل (11) أن زيادة زمن الصباغة يؤدي إلى زيادة في شدة اللون للعينات القطنية المصبوغة فتزداد قيم شدة اللون بزيادة زمن الصباغة إلى أن تصل إلى أعلى قيمة لها عند 60 دقيقة حيث تبلغ نسبة الزيادة في شدة اللون مقارنة بالعينات المصبوغة لمدة 30 دقيقة إلى 29.86%. ومن الجدير بالذكر أن زيادة زمن الصباغة من 60 إلى 90 دقيقة يصحبه زيادة في شدة اللون للعينات المصبوغة بمستخلص لحاء شجرة الجوز لا يتعدى 0.92% فقط وبالتالي فإن الزمن الأنسب للصباغة هو 60 دقيقة.

ويمكن تفسير الزيادة الحاصلة في قيم (K/S) إلى أن الوقت الإضافي في الصباغة يساهم في إعطاء وقت لجزيئات الصبغة لاختراق سطح الخامة [29] وبالتالي كلما زاد زمن الصباغة تزداد عدد جزيئات الصبغة التي تخترق سطح الخامة وترتبط بالألياف مما يزيد من قيم شدة اللون (K/S).

وبناء على ماسبق دراسته من عوامل مؤثرة في عملية الصباغة يمكن استنتاج الظروف المثالية للصباغة بمستخلص لحاء شجرة الجوز كالآتي: استخدام 80% مستخلص، عند درجة أس هيدروجيني 6 , درجة الحرارة 90 °م , وزمن الصباغة 60 دقيقة.



شكل 11. تأثير زمن عملية الصباغة لمستخلص لحاء شجرة الجوز على شدة اللون (K/S) لعينات القطن المعالجة بالكيتوزان والمصبوغة.

ظروف الاستخلاص: 10% تركيز الصبغة، درجة الأس الهيدروجيني 5.6، ظروف معالجة الكيتوزان: تركيز 4% (v.w) عند 160م عند 3 دقائق ,ظروف الصباغة: حجم المحلول: 100:1 L:R، تركيز المستخلص 80% ,درجة الأس الهيدروجيني 5 ,عند 90م.

ومما تم مناقشته وتحليله يتحقق الفرض الثالث والذي ينص على أن تغير الأس الهيدروجيني ودرجة الحرارة والزمن يؤثران في العمق اللوني للأقمشة القطنية المصبوغة بمستخلص لحاء شجرة الجوز.

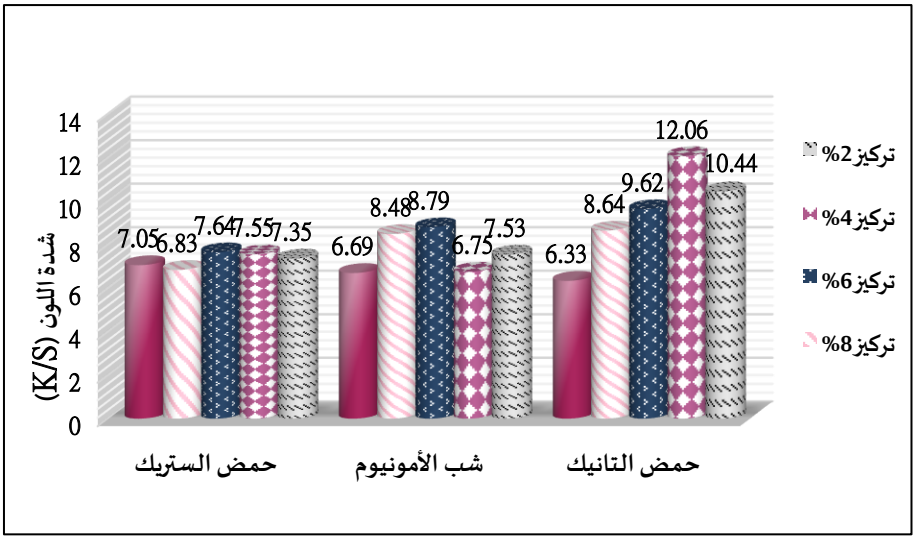
الفرض الرابع: المعالجة المتزامنة بالمثبتات الصديقة للبيئة تحسن من خواص الثبات اللوني للأقمشة القطنية المصبوغة بمستخلص لحاء شجرة الجوز.

9.4. عملية تثبيت صبغة لحاء شجرة الجوز على القطن

تشير نتائج شدة اللون (K/S) لمستخلص لحاء شجرة الجوز والموضحة في الشكل رقم (12) أن أفضل مثبت تم معه الحصول على أعلى قيمة لونية للعينات المعالجة بالكيتوزان والمصبوغة هو حمض التانيك ويليه شب الأمونيوم ثم يليه حمض الستريك، كما تشير النتائج إلى أنه في حالة زيادة تركيز حمض التانيك في حمام الصباغة تزداد قيم شدة اللون (K/S) إلى أن تصل إلى أعلى قيمة لها عند تركيز 4% يليها وبزيادة التركيز تنخفض قيمة شدة اللون للعينات المصبوغة، ويلاحظ وجود سلوك مشابه في حالة استخدام كل من شب الأمونيوم وحمض الستريك حيث يلاحظ أعلى قيمة لشدة اللون عند تركيز 6% لكل من شب الأمونيوم وحمض الستريك.

وترجع الزيادة في شدة اللون للعينات المصبوغة مع وجود حمض التانيك لصبغة لحاء شجرة الجوز إلى أن حمض التانيك يعمل كالجسر بين الصبغة والخامة فيكون روابط أيونية بين مجموعات الهيدروكسيل الأنيونية في الحمض وبين مجموعات الأمين الموجبة المتكونة على سطح خامة القطن نتيجة معالجته بالكيتوزان أو أنه قد يكون روابط هيدروجينية مع مجموعة الهيدروكسيل في القطن من جهة ومن الجهة الأخرى يكون روابط هيدروجينية بين مجموعة الهيدروكسيل الفينولية في تركيبه ومجموعات الهيدروكسيل المتأينة الموجودة في الصبغة[30]، وبالتالي كلما زاد تركيز الحمض كلما زاد عدد جزيئات الصبغة المرتبطة مع الحمض والألياف معاً ولكن مع زيادة تركيز الحمض عن حد معين وهو 8% فإن ارتباط الصبغة بألياف القطن يقل مما ينعكس على قيم K/S ويرجع ذلك إلى ارتباط الحمض بعدد أكبر من مجموعات الأمين المتكونة على سطح القطن فيشغلها ويعوق ارتباطها بجزيئات الصبغة.

أما بالنسبة لحمض الستريك فهو من الأحماض عديدة الكربوكسيل والذي يكون روابط عرضية مع السليلوز. (وهي رابطة استيرية (-CO-O-) [31] كذلك يكون روابط عرضية مع الصبغات التي تحمل مجموعات الكربوكسيل ,كما يمكن أن يتفاعل مع مجموعة الأمين المتكونة على سطح القطن نتيجة معالجة الكيتوزان ومن الجهة الأخرى يرتبط بمجموعات الهيدروكسيل الموجودة في الصبغة. مما يؤدي إلى زيادة شدة اللون بزيادة تركيزحمض الستريك ولكن بزيادة تركيز الحمض عن 6% يلاحظ انخفاض في شدة اللون للعينات المصبوغة وربما يعود ذلك إلى تفاعل عدد أكبر من مجموعات الكربوكسيل في الحمض مع عدد أكبر من مجموعات الأمين المتكونة على سطح القطن فيعمل لها اشغال أو blocking مما يعيق حركة جزيئات الصبغة وارتباطها بالألياف.



شكل 12. يوضح تأثير تركيز المثبتات على شدة اللون للعينات القطنية المعالجة والمصبوغة بمستخلص لحاء شجرة الجوز.

ظروف الاستخلاص: 10% تركيز الصبغة، درجة الأس الهيدروجيني 5.6، ظروف معالجة الكيتوزان: تركيز 4% (w.v) عند 160م عند 3 دقائق، ظروف الصباغة: حجم المحلول: 1:100 L:R، تركيز المستخلص 80%، درجة الأس الهيدروجيني 5، عند 90م.

تم دراسة خواص الثبات اللوني للعينات القطنية المصبوغة باستخدام التركيز المثالي للمثبت وتم استعراض النتائج في الجدول رقم (3) وتشير نتائج الثبات للغسيل إلى عدم وجود أي تغير في درجات ثبات العينات المعالجة بالمثبتات مقارنة بالعينات المصبوغة أو المعالجة بالكيتوزان فقط. كما تشير نتائج الثبات للعرق الحامضي أن هناك تحسن طفيف في قيم التغير اللوني بعد المعالجة بالكيتوزان أو المعالجة بشب الأمونيوم ويزداد التحسن بشكل واضح في حالة المعالجة بحمض الستريك وحمض التانيك. وتظهر النتائج تحسن قيم التبقيع على القطن بعد المعالجة بالمثبتات مقارنة بالعينات المعالجة بالكيتوزان فقط في حين لم تظهر نتائج التبقيع على الصوف أي تغير. أما بالنسبة لنتائج الثبات للعرق القلوي فيلاحظ وجود تحسن طفيف بعد المعالجة بشب الأمونيوم وحمض التانيك، كذلك تظهر النتائج تحسن في درجة التبقيع على القطن للعينات المعالجة بالكيتوزان وشب الأمونيوم.

وتشير نتائج الثبات للضوء إلى تحسن ملموس في حالة المعالجة بالكيتوزان والمعالجة بالمثبتات المختلفة ويظهر التحسن بوضوح في حالة استخدام شب الأمونيوم. كذلك تشير نتائج الاحتكاك الجاف والرطب إلى تحسن واضح في حالة المعالجة بالمثبتات المختلفة حيث تم الحصول على أعلى درجات الثبات الرطب باستخدام شب الأمونيوم

وحمض التانيك حيث أعطى درجة جيد (3) مقارنة بضعيف (2) للعينات المصبوغة فقط كذلك أعطى كل من شب الأمونيوم وحمض التانيك أعلى درجات الثبات في حالة الثبات للاحتكاك الجاف حيث أعطت درجة (4) و(4/3) على التوالي مقارنة بالعينات المصبوغة فقط التي أعطت درجة ثبات (3/2).

جدول 3. يوضح خواص الثبات اللوني لعينات القطن المصبوغة بمستخلص لحاء شجرة الجوز والمعالجة بالمثبتات المختلفة عند التركيز المثالي والذي أعطي أعلى قيمة لونية.

العينات	الثبات للغسيل			الثبات للعرق						الثبات للضوء	الثبات للاحتكاك	
				العرق الحامضي			العرق القلوي					
	تغير لوني	تبقيع قطن	تبقيع صوف	تغير لوني	تبقيع قطن	تبقيع صوف	تغير لوني	تبقيع قطن	تبقيع صوف		رطب	جاف
غير معالجة بالكيتوزان	2	4	4	3	4	4	3	3	3	4/3	2	3/2
معالجة بالكيتوزان	2	4	4	4/3	4	4	3	4/3	3	4	2	3/2
معالجة متزامنة بمثبت شب الأمونيوم	2	4	4	4/3	4	4	4/3	4/3	3	5/4	3	4
معالجة متزامنة بحمض الستريك	2	4	4	4	4	4	3	3	3	4	3/2	3
معالجة متزامنة بحمض التانيك	2	4	4	4	4	4	4/3	3	3	4	3	4/3

ومما سبق يتحقق الفرض الرابع والذي ينص على أن المعالجة المتزامنة بالمثبتات الصديقة للبيئة قد تحسن بعض خواص الثبات اللوني للأقمشة القطنية المصبوغة بمستخلص لحاء شجرة الجوز.

10. الخلاصة

يهدف البحث إلي خلق نظام صباغة متكامل آمن بيئياً وذلك من خلال صباغة القطن بمستخلص لحاء شجرة الجوز, حيث تم دراسة ظروف عملية استخلاص الصبغة بالنقع من درجة الأس الهيدروجيني والزمن, كذلك تم معالجة القطن بالكيتوزان لتحسين قابلية القطن لامتصاص الصبغة وتم دراسة العديد من العوامل التى تؤثر فى عملية المعالجة مثل تركيز الكيتوزان ودرجة حرارة المعالجة والزمن , إلى جانب دراسة ظروف عملية الصباغة من تركيز المستخلص, درجة الأس الهيدروجيني, درجة الحرارة وزمن الصباغة, كذلك دراسة عملية التثبيت المتزامن لعملية الصباغة باستخدام مثبتات صديقة للبيئة مثل حمض الستريك وحمض التانيك وشب الأمونيوم. حيث أظهرت النتائج تحسين قابلية القطن لامتصاص صبغة لحاء شجرة الجوز بمعالجة الكيتوزان واستنتاج الظروف المثلي لعملية المعالجة. كذلك أظهرت النتائج تحسن واضح في بعض خواص الثبات اللوني للأقمشة القطنية المصبوغة بمستخلص لحاء شجرة الجوز. وخلصت الدراسة أيضاً إلى استنتاج الظروف المثلي لكل من عملية استخلاص الصبغة وعملية الصباغة.

11. التوصيات

- تطبيق صبغة لحاء شجرة الجوز على خامات مختلفة ومع مثبتات عديدة للحصول على درجات لونية متعددة.
- دراسة الخصائص الطبية لمستخلص لحاء شجرة الجوز والاستفادة منها في انتاج منسوجات يُستفاد منه في المجال الطبي.
- التركيز على النباتات الغير مستغلة والتى تنمو عشوائياً كمصدر لاستخلاص الصبغات الطبيعية وتطبيقها على المنسوجات.
- تطبيق المثبتات الصديقة للبيئة مع العديد من الصبغات الطبيعية واختبار ثباتها لإصدار بحوث تساهم في نشر المعرفة المتعلقة بهذا الجانب.
- الاستفادة من مميزات الصبغات الطبيعية كقيمة مضافة في مجال المشاريع الصغيرة.

المراجع REFERENCES

[1] M. B., Ticha, N. Slama, N. Dhouibi, C., Boudokhane, &H. Dhaouadi," Bark residues recovery of Juglans regia. l for the dyeing of wool fabrics: development of microwave-assisted extraction and dyeing processes". *Journal of Natural Fibers*, 19(13), 5282-5296 (2022).

[2] M., Ali Khan, M., Shahid-Ul-Islam, & F., Mohammad, "Extraction of natural dye from walnut bark and its dyeing properties on wool yarn", *Journal of Natural Fibers*, 13(4), 458-469(2014).

[3] GC., D.B., Bhandari, J., Gautam, D., Jan, H. A., Abbasi, A. M., Bussmann, R. M., & Paniagua- Zambrana, N. Y. (2021). *Juglans regia* L. JUGLANDACEAE. In: R.M., Kunwar, H., Sher, R.W. Bussmann, (eds) Ethnobotany of the Himalayas. Ethnobotany of Mountain Regions. Springer, Cham.

[4] B. Khalid, A. Yaqub, M. F. Arif, L. Liaquat, & B. Iqbal. "Study of Colour Measurements of Leather Dyed with Walnut Bark Natural Dye: Walnut Bark Dyed Leather". *Biological Sciences-PJSIR*, 53(5), 252-257 (2010).

[5] V., Murani, R. K., Joshi, K. Sharma, & A., Dave, "A brief review on: Extraction of natural dyes from barks of Mangrove and Walnut tree and their applications. *Int. J. Sci. Res*, 9(11), 669-67, (2020).

[6] W. Peschel, "The use of community herbal monographs to facilitate registrations and authorisations of herbal medicinal products in the European Union 2004–2012", Journal of ethnopharmacology, 158, 471-486 (2014).

[7] B., Khalid, A., Yaqub, L., Liaquat, & M., Sohaib, "Relative study of the colour fastness of cotton, woolen and silk fabrics dyed with walnut bark dye", Biological Sciences-PJSIR, 51(3), 131-135(2008).

[8] W. U. Arifeen, F. U. Rehman, S. Adeel, M. Zuber, M. N. Ahmad & T., Ahmad, "Environmental friendly extraction of walnut bark-based juglone natural colorant for dyeing studies of wool fabric". Environmental Science and Pollution Research, 28(36), 49958-49966, 2021.

[9] M., Singh, M., Vajpayee, & L., Ledwani, "Eco-friendly surface modification of natural fibres to improve dye uptake using natural dyes and application of natural dyes in fabric finishing: A review". *Materials Today: Proceedings*, *43*, 2868-2871(2021)

[10] A., Ojstršek, & D., Fakin, "Natural Dyeing of Wool Using Junglans regia (Common Walnut) Leaf Extrac T". Tekstilec, *62*(4), 288-298 (2019).

[11] M., R., Bhuiyan, A., Shaid, & M., A., Khan, "Cationization of cotton fiber by chitosan and its dyeing with reactive dye without salt", *Chemical and materials engineering*, *2*(4), 96-100(2014).

[12] T., Huq, A., Khan, D., Brown, N., Dhayagude, Z., He, & Y., Ni," Sources, production and commercial applications of fungal chitosan: A review", *Journal of Bioresources and Bioproducts*. 7(2), 85-98 (2020)

[13] Morin-Crini, N., Lichtfouse, E., Torri, G., & Crini, G. (2019). Applications of chitosan in food, pharmaceuticals, medicine, cosmetics, agriculture, textiles, pulp and paper, biotechnology, and environmental chemistry. Environmental Chemistry Letters, 17(4), 1667-1692

[14] A.K.R, Choudhury," Eco-friendly dyes and dyeing", *Advanced Materials and Technologies for Environmental*, 2, 145-176 (2018).

[15] K. H., Prabhu, & A. S., Bhute, "Plant based natural dyes and mordants: AReview". *Journal of Natural Product and Plant Resources,* 2(6), 649-664(2012).

[16] A. K., Samanta, & P., Agarwal," Application of natural dyes on textiles. *Indian Journal of Fibre and Textile Research*, 34, 384-399(2009).

[17] I., Čorak, I., Brlek, A., Sutlović, & A., Tarbuk," Natural dyeing of modified cotton fabric with cochineal dye", *Molecules*, 27(3), 1100 (2022)

[18] A., A., Salem & H., A., Al Amoudi, "Application of myrrh extract as an eco-friendly dye and antimicrobial agent on wool and silk fabrics part 2: antimicrobial activity and fastness property", Journal of Natural Fibers, 17(4), 491-504(2020)

[19] Histological Studies." *Journal of Education for Pure Science*, 8(3), 83-88(2018).

[20] M., Ali Khan, Shahid-Ul-Islam, & F., Mohammad, "Extraction of natural dye from walnut bark and its dyeing properties on wool yarn", *Journal of Natural Fibers*, *13*(4), 458-469(2016).

[21] A., Poornima, D., Anitha, & S. D., Kulloli, "Effect on chitosan in comfort and functional properties of synthetic dye cotton fabric". *Nveo-natural volatiles & essential oils journal, neveo,* 9596-9603(2021)

[22] H., Ghazal, "Enhancement of dye-ability and antibacterial properties of cotton fabrics via modification with chitosan". Journal of Architecture Arts and Humanistic Science, 5(10), 574-583 (2020)

[23] V., Tiwari, & P. S.,Vankar, "Unconventional natural dyeing using microwave and sonicator with alkanet root bark". Colourage, 48(5), 25-28.

[24] D., Gupta," Mechanism of dyeing synthetic fibres with natural dyes", *Colourage*, *47*(3), 23-26 (2000)

[25] T. M., Al Sarhan, & A. A., Salem, "Turmeric dyeing and chitosan/titanium dioxide nanoparticle colloid finishing of cotton fabric". Indian Journal of Fibre & Textile Research, 43(4), 464-473 (2018).

[26] Marie, M. M., Shokry, G. M., El-Khatib, H. S., & Shahin, M. F. (2015). One bath cationization and dyeing of cotton fabric with Brazilwood natural dye. *International Journal of Innovation and Applied Studies*, *11*(4), 928-942

[27] J., Cannon, M., Cannon, "Dye plants and dyeing", the Herbert press, :Ltd,London, P.12-14,17,76,(1997)

[28] K. A., Omer, Z., Tao, & A. I., Seedahmed, " New approach for dyeing and UV protection properties of cotton fabricusing natural dye extracted from henna leaves". Fibres & Textiles in Eastern Europe. 60-65(2015).

[29] A., Haji, "Dyeing of cotton fabric with natural dyes improved by mordants and plasma treatment. *Progress in Color, Colorants and Coatings*, 12(3), 191-201(2019).

[30] M., Rekaby, A. A., Salem, & S. H., Nassar, "Eco-friendly printing of natural fabrics using natural dyes from alkanet and rhubarb". The Journal of The Textile Institute, 100(6), 486-495(2009)

[31] D., Shank, "Non-formaldehyde wrinkle-free finishing: A commercial update", AATCC Review,2, March, 29-32, (2002).