

الاستخلاص المحفز بأشعة الميكرويف للمركبات

الفعالة من اوراق إكليل الجبل

طالبة الدكتوراه: م. إيمان المنصور

كلية الهندسة الكيميائية والبترولية - جامعة البعث

إشراف: د.م. حسين الجوهري

الملخص:

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

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

Microwave- Stimulated extraction of active compounds from Rosemary leaves

Abstract:

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

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

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

Keywords: Rosemary, Microwave, Maceration, Extraction

المقدمة: Introduction

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

الميكرويف: Microwave

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

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

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

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

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

إكليل الجبل (Rosemare)

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

الخصائص الطبية: Medicinal properties

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

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

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

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

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

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

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

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

هدف البحث: Research objective

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

مواد البحث: Research materials

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

مخطط البحث: Research plan

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

الجزء العملي: Practical part

❖ تحضير المادة الأولية:

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

❖ تحضير العينات:

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

❖ حساب نسبة الاستخلاص:

تم حساب نسبة الاستخلاص من العلاقة:

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

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

❖ كفاءة الاستخلاص:

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

a. طريقة الاختبار:

تم تحضير محلول معياري من حمض الغاليك بتركيز 0.1mg/L ثم حضرت منه سلسلة عيارية بتركيز تتراوح ما بين (0.01- 0.1 g/L). أخذ 2ml من محلول الحمض وأضيف إليه 2ml من كاشف فولين الممدد عشر مرات بالماء المقطر، ترك المزيج عدة دقائق ثم أضيف إليه 2ml من محلول كربونات الصوديوم Na₂CO₃ بتركيز 20%، حفظت المحاليل في الظلام لمدة 90min وتم بعد ذلك قراءة الامتصاصية بجهاز التحليل الطيفي عند طول الموجة 760nm، تم رسم المنحني القياسي لحمض الغاليك فحصلنا على النتائج الموضحة في الشكل (1)

b. تحضير العينات لتحديد كفاءة الاستخلاص:

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

$$C(mg_{Gacid} / g_{dl}) = \frac{A}{K} \times F \times \frac{V}{P}$$

حيث أنّ:

C كمية المركبات الفينولية الكلية (mg_{GAL}/g_{DI})

V حجم الخلاصة

P كتلة الورق الجاف وتساوي 5g

A الامتصاصية عند 760nm

K ميل المنحني القياسي لحمض الغاليك ويساوي 24

F معامل التمديد بالنسبة للمستخلصات ويساوي 120. [13]

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

العوامل التي تمت دراستها هي:

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

دراسة العوامل المؤثرة على نسبة وكفاءة الاستخلاص:

1. تأثير زمن الاستخلاص: Effect of extraction time

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

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

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

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

3. تأثير طاقة الميكرويف: Effect of Microwave energy

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

4. تأثير عدد الأدوار: Effect of number cycles

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

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

5. تحديد كفاءة الاستخلاص: Determination of extraction efficiency

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

6. الكشف الكيميائي: Chemical detection

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

ثانياً: الاستخلاص بالتعطين Maceraction:

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

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

النتائج والمناقشة:

• تأثير زمن الاستخلاص: Effect of extraction time

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

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

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

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

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

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

حيث: D معامل الانتشار cm^2/sec ، D_0 معامل الانتشار عند الشروط الحدية cm^2/sec ، E طاقة التنشيط J/mol ، T درجة الحرارة K، R ثابت الغاز العام

J/mol.K وهذا يؤدي إلى ارتفاع نسبة الاستخلاص. [16]

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

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

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

• **الكشف الكيميائي: Chemical detection**

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

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

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

• **نمذجة العملية:**

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

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

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

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

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

• الاستنتاجات:

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

التوصيات والمقترحات:

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

الجدول (1) علاقة نوع وتركيز المذيب بنسبة الاستخلاص

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

الجدول (2) تأثير طاقة الجهاز على نسبة الاستخلاص

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

جدول (3) تأثير عدد الأدوار على نسبة الاستخلاص

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

جدول (4) كفاءة الاستخلاص

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

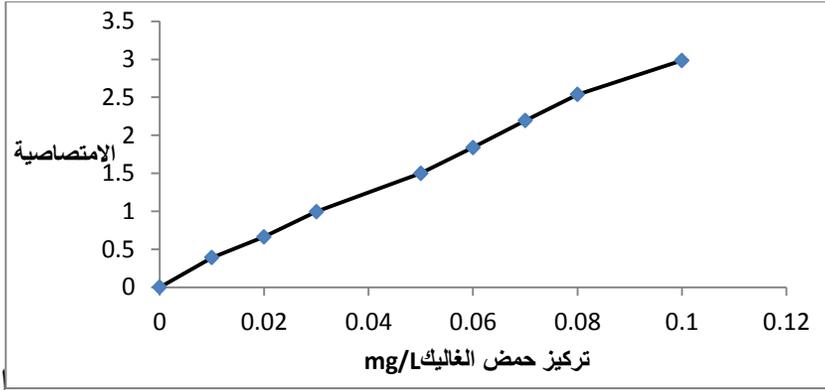
الاستخلاص المحفز بأشعة الميكرويف للمركبات الفعالة من أوراق إكليل الجب

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

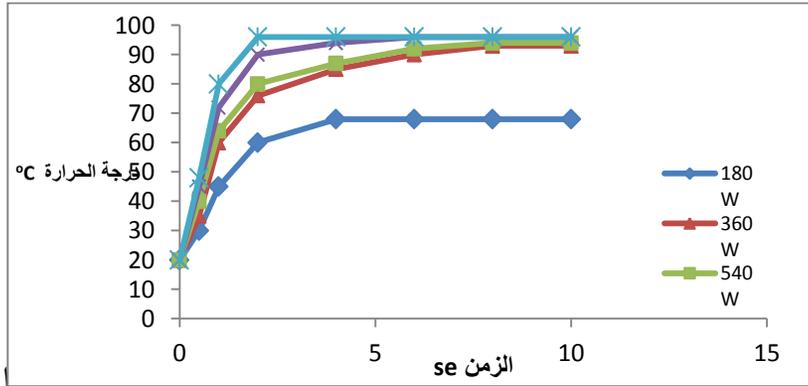
النتيجة	الخلاصة	الدليل	نوع الكاشف	المركب الفعالة
+	المائية	يضاف حجم من خلات الرصاص إلى حجم مساوي من الخلاصة، تشكل راسب بني دليل وجود التانينات	خلات الرصاص	التانينات (العفصات)
+	الايثانولية			
+	المائية	ظهور رغوة دائمة لاتزول بإضافة قطرات من HCl	رج المستخلص بعد إضافة الماء المقطر	(الصابونينات)
+	الايثانولية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

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

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

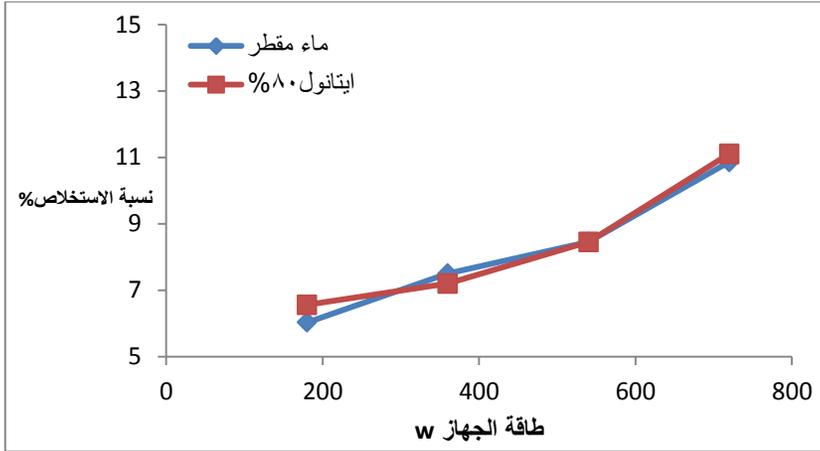


شكل (1) المنحني العياري لحمض الغاليك

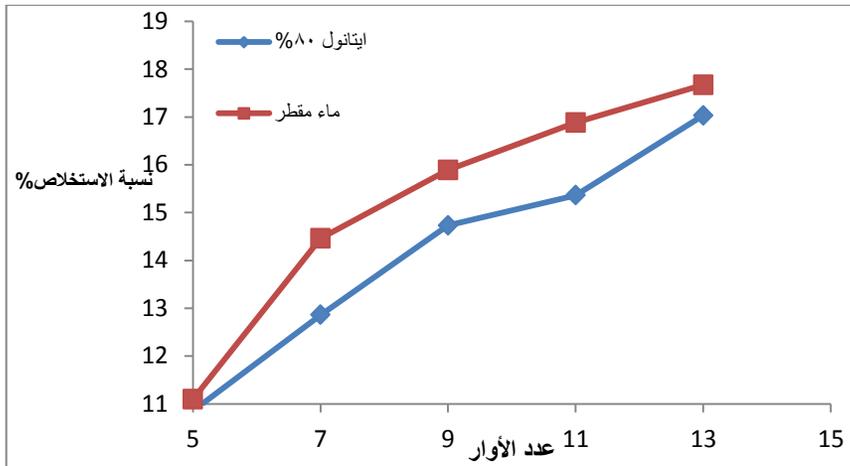


شكل (2) علاقة درجة الحرارة بكل من الزمن وطاقة الميكرويف

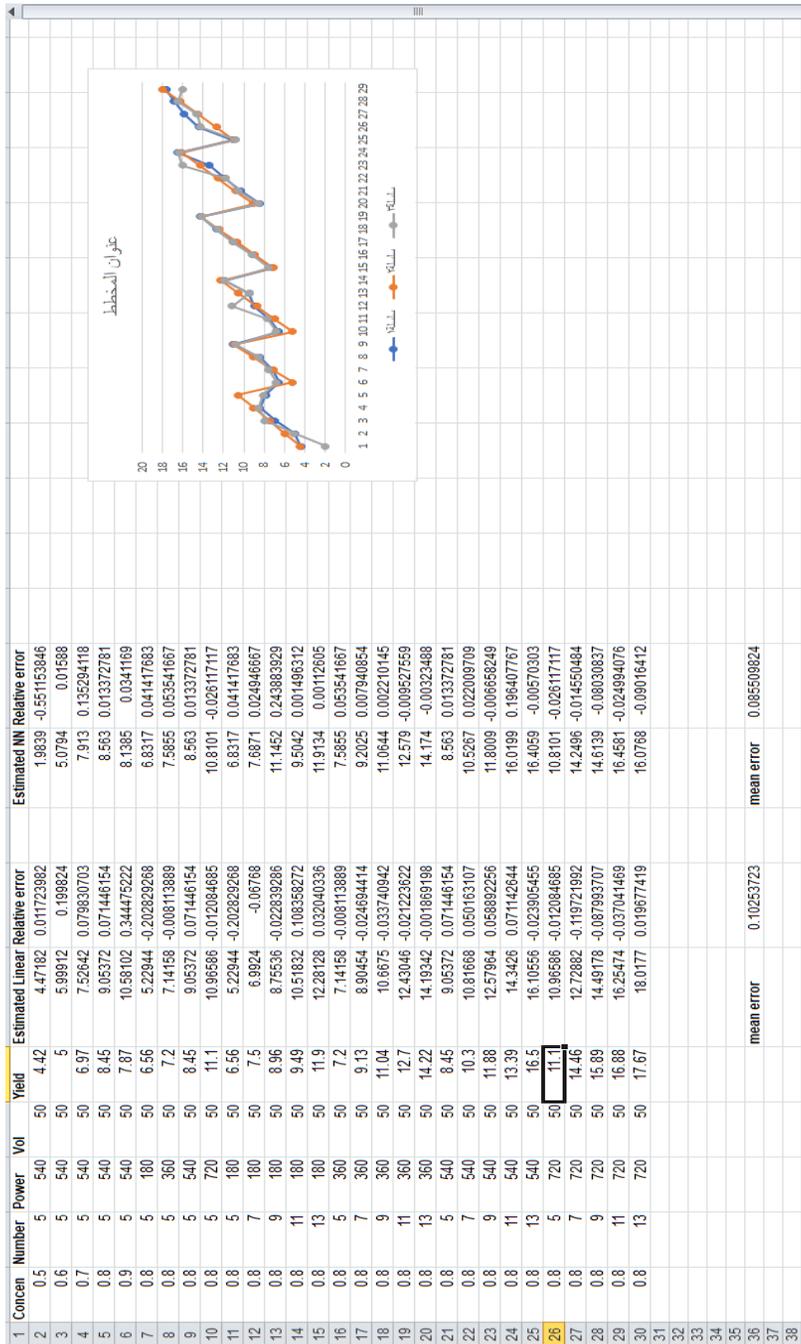
الاستخلاص المحفز بأشعة الميكرويف للمركبات الفعالة من أوراق إكليل الجب



الشكل (3) علاقة نسبة الاستخلاص بطاقة الميكرويف



الشكل (4) علاقة عدد الأدوار بنسبة الاستخلاص



الشكل (5) نتائج نمذجة عملية الاستخلاص المحفز بأشعة الميكرويف

References:

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

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

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

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

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

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

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

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