

مجلة جامعة البعث

للعلوم الهندسية البترولية والكيميائية



مجلة علمية محكمة دورية

المجلد 44 . العدد 5

1443 هـ . 2022 م

الأستاذ الدكتور عبد الباسط الخطيب

رئيس جامعة البعث

المدير المسؤول عن المجلة

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

مديرة مكتب مجلة جامعة البعث
بشرى مصطفى

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

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

الاتصال بالعنوان التالي:

رئيس تحرير مجلة جامعة البعث

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

. هاتف / فاكس : 963 31 2138071 ++

. موقع الإنترنت : www.albaath-univ.edu.sy

. البريد الإلكتروني : magazine@albaath-univ.edu.sy

ISSN: 1022-467X

قيمة العدد الواحد : 100 ل.س داخل القطر العربي السوري

25 دولاراً أمريكياً خارج القطر العربي السوري

قيمة الاشتراك السنوي : 1000 ل.س للعموم

500 ل.س لأعضاء الهيئة التدريسية والطلاب

250 دولاراً أمريكياً خارج القطر العربي السوري

توجه الطلبات الخاصة بالاشتراك في المجلة إلى العنوان المبين أعلاه.

يرسل المبلغ المطلوب من خارج القطر بالدولارات الأمريكية بموجب شيكات

باسم جامعة البعث.

تضاف نسبة 50% إذا كان الاشتراك أكثر من نسخة.

شروط النشر في مجلة جامعة البعث

الأوراق المطلوبة:

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

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

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

تكتب جميع المراجع باللغة الانكليزية (الأحرف الرومانية) وفق التالي:
آ . إذا كان المرجع أجنبياً:

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

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

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

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

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

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

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

نظم استخدامي لتكديج جلع بطابعع

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

المحتوى

الصفحة	اسم الباحث	اسم البحث
30-11	ديمة شبيب د.م حسين بكر	دراسة تقييمية لاختبارات أنواع أسئلة العوادم الفظنية لمرحلة التمشيط وغزلها كهربانياً
46- 31	نسرین الأطرش د.زياد سفور د. غزل طهماز	دراسة تأثير بعض مواصفات الأقمشة الفظنية في قيم الناقلية الكهربائية للأقمشة المطبوعة بالحبر الموصل
78-47	آيات فيتروني د.شريف صادق د. نسرین البيطار	دراسة التغيرات فيزيوكيميائية والميكروبيولوجية في عصير الليمون المركز تحت التفرغ عند درجات حرارة مختلفة

دراسة تقييمية لاختبارات أنواع أستلة العوادم القطنية لمرحلة التمشيط وغزلها كهربائياً

طالبة الدكتوراه: ديمة شبيب - كلية الهندسة الكيميائية والبتروولية - جامعة البعث

اشراف الدكتور : حسين بكر

ملخص البحث

أسيئات السيللوز هو بوليمير طبيعي من السيللوز يستخدم بشكل أساسي في صناعة الفلاتر، الأفلام والبلاستيك. تستخدم البوليميرات الطبيعية بشكل أساسي في الصناعة والمجالات الطبية بسبب سلامتها وتكاليف إنتاجها المنخفضة وقابليتها للتحلل البيولوجي.

يتركز البحث على تحضير أسيئات السيللوز من عوادم التمشيط باستخدام مزيج من الحموض في حمام مائي عند فترات حملة مختلفة لدراسة تأثير زمن الحلمة على أقطار الألياف المصنعة بطريقة الغزل الكهربائي من الأسيئات المحضر. تم اختبار المادة البوليميرية المتشكلة باستخدام جهاز تحليل مطيافية الأشعة تحت الحمراء FTIR كما تم توصيف الشبكات اللانسوجة الناتجة باستخدام المجهر الإلكتروني الماسح (SEM).

تبين نتائج اختبار التحليل الطيفي للأشعة تحت الحمراء أن عينات البوليمير المحضرة هي أسيئات السيللوز. وأنا حصلنا على شبكات لانسوجة منتظمة من الألياف بطريقة الغزل الكهربائي حيث تناقصت أقطار الألياف المتشكلة بزيادة زمن الحلمة.

كلمات مفتاحية: أسيئات السيللوز, الكلوروفورم, الحلمة, الألياف.

An evaluation study of the types of cotton exhaust acetylation tests for the stage of combing and electrospinning

Abstract

acetate Cellulose (CA) is a natural polymer from cellulose used mainly in the manufacture of filters, films, and plastics. Natural polymers have been mainly used in industrial and biological fields due to their safety and low production costs, and biodegradability.

The research focuses on preparing cellulose acetate from combing exhaust using a mixture of acids in a water bath at different hydrolysis times to study the effect of hydrolysis time on the diameters of the fibers manufactured by electrospinning from the prepared acetate. The formed polymeric material was tested using FTIR spectroscopy, and the resulting nonwoven networks were characterized using scanning electron microscopy (SEM).

The results of the infrared spectroscopy test show that the prepared polymer samples are cellulose acetate. And we obtained regular nonwoven networks of fibers by electrospinning method, where the diameters of the formed fibers decreased with increasing hydrolysis time.

Keyword: cellulose acetate , Chloroform , hydrolysis, fibers.

1- مقدمة:

1-1- مقدمة في علم البوليميرات:

البوليميرات موجودة بشكل طبيعي منذ بداية الحياة حيث تلعب كل من سلاسل RNA و DNA البروتينات وعديدات السكاريد دوراً أساسياً في الحياة النباتية والحيوانية.

عمل الإنسان منذ العصور الأولى على استخدام البوليميرات الطبيعية في تصنيع الملابس والديكورات وفي صناعة الأسلحة والأفلام وغيرها من الاستخدامات الأخرى المتنوعة. تتجه الأبحاث الحالية على دراسة البوليميرات الطبيعية وإجراء تعديلات مهمة عليها واكتشافات جديدة في هذا المجال. [8]

في القرن الثامن عشر اقترح Thomas Hancock فكرة تعديل المطاط الطبيعي من خلال المزج مع السيترين، كما قام Charles Goodyear بتحسين خصائص المطاط الطبيعي من خلال عملية الكبريتة مع الكبريت، الباكلت هو أول بوليمير صناعي تم انتاجه عام 1909 م وسرعان ما تبعته الألياف الصناعية مثل الرايون والذي تم تطويره عام 1911م [13]. عام 1919م قدم العالم Herman Staudinger تعريف جديد للبوليميرات نشر فيه أن البوليميرات هي مركبات ذات وزن جزيئي كبير مكونة من جزيئات طويلة مرتبطة مع بعضها بروابط تساهمية. [13]

1-2- تعريف البوليميرات:

هي المواد التي تتكون من ترابط عدد كبير من الوحدات البنائية بواسطة روابط من نفس النوع وتختلف خصائصها بناء على وظائفها فقد تكون ثنائية أي لها القدرة على الارتباط بجزيئين أحاديين أو تكون ثلاثية أو متعددة الارتباط. [14]

تعرف البوليميرات أيضاً بأنها مادة تتكون من عدد كبير من الجزيئات المرتبطة ببعضها البعض بشكل فريد يشبه السلاسل، وتتواجد البوليميرات في الطبيعة بشكلين طبيعي وصناعي

حيث تتكون البوليميرات الطبيعية مثل المطاط والخشب من هيدروكربونات بسيطة, بينما تتكون البوليميرات الصناعية من دمج وتفاعل عدة مونوميرات عبر تفاعلات كيميائية متنوعة مثل البلاستيك, كما توجد البوليميرات بشكل طبيعي في جسم الإنسان مثل البروتينات والتي تتكون من اتحاد الأحماض الأمينية والأحماض النووية.[6]

1-3 - البوليميرات الطبيعية المحورة:

هي البوليميرات الطبيعية التي تجري عليها بعض التحويلات إما بتغيير تركيبها الكيميائي كإدخال مجاميع جديدة في البوليمير, أو تغيير تركيب بعض المجاميع الفعالة الموجودة فيه أو بتطعيم بوليمير طبيعي على بوليمير صناعي والعكس مثال خلاص السيللوز, نترات السيللوز, تكمن أهمية هذه البوليميرات بأخذ خلاص السيللوز كمثل حيث أن السيللوز بوليمير طبيعي صعب الذوبان في معظم المذيبات العضوية ولا ينصهر لذلك فإن تصنيعه صعب جداً بشكله الطبيعي وذلك بسبب الروابط الهيدروجينية القوية الموجودة فيه والتي تقلل من ذوبانه وانصهاره ولكن عند تحويل عدد من مجموعات الهيدروكسيل في كل وحدة تركيبية من السيللوز إلى مجموعة استر خلاص فإن خلاص السيللوز الناتجة تذوب في معظم المذيبات العضوية وبالنتيجة يمكن تحويل محلول البوليمير إلى ألياف صناعية أو رقائق بلاستيكية ذات استخدامات متنوعة وكثيرة. [2]

1-4 - الخصائص العامة للبوليميرات :

من الواضح أن خصائص البوليميرات تتغير حسب تركيبها الكيميائي وبنيتها الداخلية. حيث أن الجزيئات الضخمة (البوليميرات) يمكن أن تكون ذات بنية خطية بدون أن تحوي سلاسل متفرعة, وعندئذ تكون هذه المركبات سهلة الانحلال والانصهار وقابلة للتشكيل بالحرارة. وقد تكون ذات سلاسل متفرعة أو بنية شبكية, وعندها تتميز بصعوبة ذوبانها أو استحالتها, وبصعوبة انصهارها, وتكون من نوع المتصلبة بالحرارة ولا تملك هذه البوليميرات درجة ليونة عند درجات الحرارة المرتفعة.[4]

يمكن تلخيص الخصائص العامة للبوليميرات بما يلي : [11]

- 1- تتميز بوزن نوعي منخفض وأقل بعدة مرات من الأوزان النوعية للمعادن.
- 2- سهولة تشكيل البوليميرات في الدرجات المنخفضة من الحرارة و بمختلف الطرائق كالضغط أو الحقن أو السحب.
- 3- سهولة تحضير وتشكيل منتجات بوليميرية تتمتع بخصائص أفضل من المواد الطبيعية (كالعزل الصوتي و الحراري و الكهربائي و مقاومة الشد.....).
- 4- يتغير شكلها ببطء مع مرور الزمن تحت تأثير جهد ثابت عليها.
- 5- سهولة تطويرها وتحسينها بإضافة مواد محسنة ومقاومة,
- 6- مرونتها وإمكانية إعادة تصنيعها بسهولة.
- 7- تمتاز بمقاومة جيدة للتآكل وبصورة خاصة للأحماض والأسس, فهي من هذه الناحية تنافس الفولاذ غير القابل للصدأ. [15]

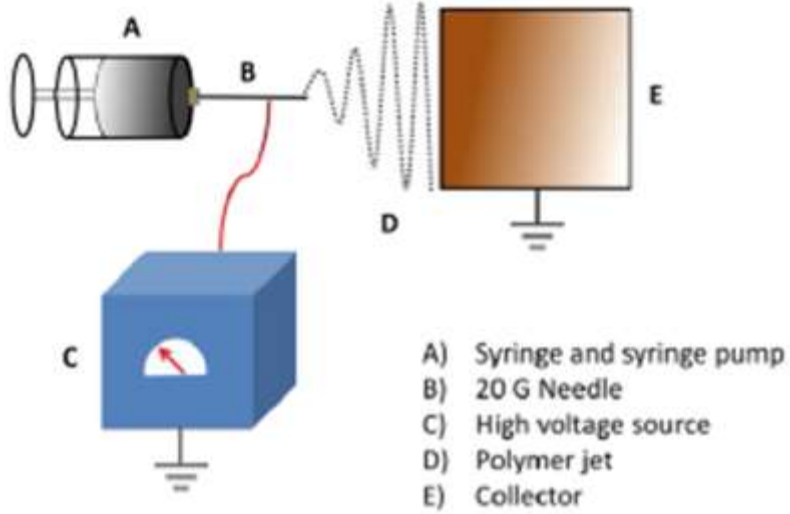
1-5- تعريف عملية الغزل الكهربائي :

عملية متطورة شبيهة نوعاً ما بعملية البثق تستخدم شحنات كهربائية للحصول على ألياف دقيقة جداً تقاس أقطارها ما بين 3 نانومتر و 1ميكرومتر, من سائل بوليميري (محلول أو مصهور). ويمكن القول أن معدات الغزل الكهربائي تتضمن ثلاث أجزاء رئيسية وهي : أداة البثق والمجمع وجهاز مزود الجهد العالي. [5]

1-6- مبدأ عملية الغزل الكهربائي :

يتم تطبيق جهد كهربائي عالي على قطرات السائل البوليميري فيصبح جسم السائل مشحون (بشحنة موجبة أو سالبة) بعدها يتم ضخ السائل المشحون من فوهة الغزل وفق تسارع معين باتجاه جسم مشحون بشحنة معاكسة لشحنة السائل يطلق عليه المجمع. حيث أن المنطقة التي

تفصل بين نقطة البثق والمجمع يتحول فيها السائل إلى ألياف صلبة تتوضع فيما بعد على المجمع. [12] [9]



الشكل (1) يوضح آلية إنتاج الألياف النانوية بطريقة الغزل الكهربائي.

1-7- أسيتات السيللوز:

خلات السيللوز أو إيتانوات السيللوز Cellulose Ethanoate أو أسيتات السيللوز هو إستر لخلات السيللوز وقد تم تحضيره لأول مرة في عام 1985 يستخدم خلالات السيللوز كقاعدة أفلام في التصوير الفوتوغرافي وأيضاً كمكون في بعض الطلاءات، وفي تصنيع إطارات النظارات وفي صناعة فلاتر السجائر وصناعة النسيج. [1] [10]

2-هدف البحث :

- يهدف البحث إلى تصنيع أسيتات السيللوز من عوادم تمشيط الغزل وهو بوليمير صناعي يتم تحضيره من مصادر طبيعية وبالتالي هو بوليمير صديق للبيئة بعيداً عن استخدام المواد النفطية الضارة بالبيئة وغير القابلة للتحلل وبالتالي التقليل قدر الإمكان من التلوث البيئي والمحافظة على صحة الإنسان.

- دراسة تأثير زمن الحلمة على نوع الأسيات المتشكل بعملية الأستلة ودراسة تأثيرها على أقطار الألياف المصنعة بطريقة الغزل الكهربائي.

- دراسة إمكانية الغزل الكهربائي لأسيات السيللوز المحضر مخبرياً والحصول على شبكات لامنسوجة من الألياف وذلك باستخدام الكلوروفورم كمذيب لأسيات السيللوز المحضر.

3- خطة البحث:

يتضمن البحث إجراء المراحل التالية:

- 1-توزن عينتان من عوادم التمشيط المبيضة كل عينة بوزن 5g.
- 2-إذابة العوادم بعملية الأستلة والحصول على نوعين من أسيات السيللوز مختلفة المواصفات .
- 3-اختبار تركيب المواد البوليميرية المتشكلة.
- 4_قياس اللزوجة والناقلية للمحاليل البوليميرية المتشكلة.
- 5-الحصول على شبكات لامنسوجة من أسيات السيللوز المحضر بطريقة الغزل الكهربائي.
- 6- قياس أقطار الألياف الناتجة عن طريق المجهر الإلكتروني.

4- الأجهزة والأدوات المستخدمة:

- 1- تم استخدام الأدوات الزجاجية (حجرات,بياسر,سلندرات وميزان إلكتروني...).
- 2-المجفف الكهربائي وسخان مزود بخلاط كهربائي من أجل تحقيق الترابط اللازم خلال تزايد درجة الحرارة أثناء التسخين.
- 3- ميزان حرارة زئبقي لقياس درجة حرارة العينة خلال عملية تحضيرها وأثناء غزلها كهربائياً.
- 4- جهاز الغزل الكهربائي مخبري (Electrospinning Device).
- 5- جهاز قياس الناقلية الكهربائية.

6- جهاز قياس اللزوجة الحركية.

7- المجهر الإلكتروني لقياس الأقطار الناتجة (Scanning Electron Microscope)

8- جهاز مطيافية الأشعة تحت الحمراء باستخدام تحويل فورييه (FTIR)

5- المواد الكيميائية المستخدمة في البحث:

5-2-المواد الكيميائية المستخدمة في عملية الأستلة:

1-حمض الخل الثلجي(Acetic acid): صيغته CH_3COOH وسمي كذلك لأنه يتجمد إذا

انخفضت درجة حرارة الجو عن $16.8C^\circ$ إلى بلورات صلبة عديمة اللون.

2-بلا ماء حمض الخل (Acetic anhydride): هو مركب كيميائي يكون على شكل سائل

عديم اللون صيغته $(CH_3CO)_2O$ له رائحة واخزة قوية تشبه رائحة الخل.

3-حمض الكبريت المركز(Sulfuric acid): صيغته الكيميائية (H_2SO_4) حمض

معدني قوي يذوب في الماء بجميع التراكيز ويستخدم كمحفز لتفاعل الأستلة.

4- الماء المقطر: يستخدم في غسيل المركب الناتج.

6- طرق البحث:

6-3-تحضير أسيتات السيللوز بعملية الأستلة:

يؤخذ عينتين من عوادم التمشيط المبيضة بوزن 5g وتعالج بمجموعة من الحموض في حمام

مائي عند الدرجة $60C^\circ$ وفق الخطوات التالية:

6-3-1- مرحلة إذابة العوادم:

أولاً: يتم غمر كل عينة من عوادم التمشيط المبيضة في بيشر ويضاف لها 50ml من حمض

الخل و0.5ml من حمض الكبريت وتترك لمدة ساعة مع التحريك والتقليب عند درجة حرارة

الغرفة.

ثانياً: يتم وضع كل بيشر في حمام مائي عند الدرجة 50°C ويضاف له 50ml من بلا ماء حمض الخل المركز و 10ml من حمض الخل المركز ويترك لمدة 30 دقيقة (أي يتم تحضير حمامين مائين لعينتين).

6-3-2-مرحلة الحلمة:

تتم عملية الحلمة باستخدام حمض الخل تركيزه 80% وعند زمن معالجة مختلف لكل عينة, يتم ذلك برفع درجة حرارة الحمام المائي السابق للدرجة 60°C ثم يضاف لكل عينة مع التحريك المستمر ضمن الحمام المائي 50ml من حمض الخل تركيزه 80% و 0.25ml من حمض الكبريت المركز وتترك العينة الأولى ضمن الحمام المائي الساخن مع التحريك لمدة 15 دقيقة والثانية لمدة 30 دقيقة.

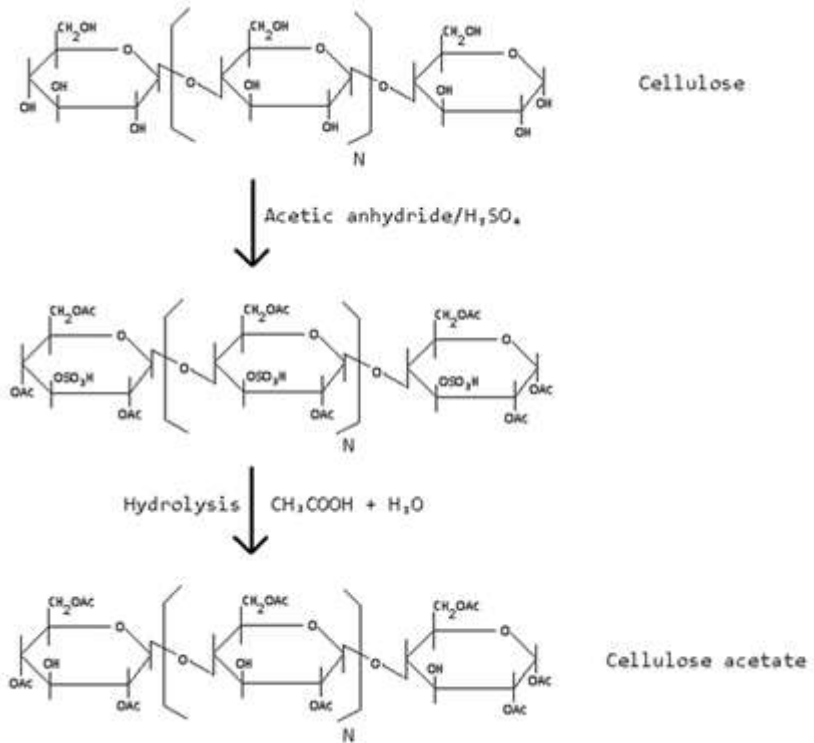
6-3-3-مرحلة الغسيل: يغسل المحلول الناتج وذلك بإضافة 200ml من الماء المقطر مع التحريك وتتشكل بذلك مادة بوليميرية بيضاء اللون هي أسيتات السيللوز ترشح وتغسل بعدها بالماء المقطر الدافئ عند الدرجة 40°C عدة مرات. تجفف بعدها المادة البوليميرية في الفرن عند الدرجة 70°C لمدة خمس ساعات نحصل بعدها على مادة لها شكل بودرة بيضاء اللون هي أسيتات السيللوز.

الجدول (1): عينات أسيتات السيللوز المحضرة

العينة	تركيز حمض الخل	زمن الحلمة (min)
CA1	80%	15
CA2	80%	30



الشكل(2): أسيتات السيللوز



الشكل(3): يوضح تفاعل أستلة السيللوز للحصول على أسيتات السيللوز

4-6- اختبار مطيافية الأشعة تحت الحمراء (FTIR):

يتم اختبار المواد البوليميرية المحضرة بواسطة اختبار مطيافية الأشعة تحت الحمراء وذلك عن طريق تحديد المجموعات الوظيفية الجديدة التي ظهرت و المجموعات الوظيفية التي اختفت أثناء عملية الأستلة, يتم الاختبار بمزج عينة الأسيئات مع KBr حيث تظهر الروابط في عينة الأسيئات على مجال $500-4000\text{cm}^{-1}$ وذلك بدراسة القمم المتشكلة عند كل طول موجة حيث تعبر كل قمة عن مجموعة نشطة.

5-6- تحضير المحاليل البوليميرية من أسيئات السيللوز المصنع:

تم تحضير المحاليل البوليميرية لعملية الغزل الكهربائي من العينات المحضرة من أسيئات السيللوز وذلك باستخدام مذيب من الكلوروفورم بحيث يكون تركيز الأسيئات 10% بالنسبة للمذيب المستخدم. يتم إذابة الأسيئات في الكلوروفورم عند درجة حرارة 40C° مع التحريك المستمر بواسطة خلاط مغناطيسي عند 1500 rpm لمدة ساعة من الزمن.

حيث تم بعدها قياس الناقلية الكهربائية واللزوجة لكل من المحاليل الناتجة قبل عملية الغزل عند نفس الشروط.

6-6- عملية الغزل الكهربائي:

يتم غزل المحاليل البوليميرية المحضرة بواسطة جهاز الغزل الكهربائي المخبري حيث تم اختيار بارامترات الغزل للعينات المغزولة بعد عدة تجارب للحصول على عملية غزل جيدة حيث كان الجهد المطبق 20Kv والمسافة بين المجمع والإبرة 10cm ومعدل التدفق 4ml/hr .

6-7- تحليل العينات الناتجة باستخدام المجهر الإلكتروني الماسح (SEM):

يتم توصف الشبكات اللامنسوجة الناتجة التي حصلنا عليها باستخدام المجهر الإلكتروني الماسح (SEM) Scanning Electron Microscopic والذي يشار له اختصاراً (SEM), حيث يعتمد عمل الجهاز على توجيه حزمة من الإلكترونات عالية الطاقة ذات طول موجي قصير بشكل عمودي على سطح العينة ومن ثم يتم جمع الإشعاعات المنعكسة والصادرة عن العينة بواسطة الكاشف Detector حيث يتم معالجة هذه الإشارات لإظهارها كصورة.

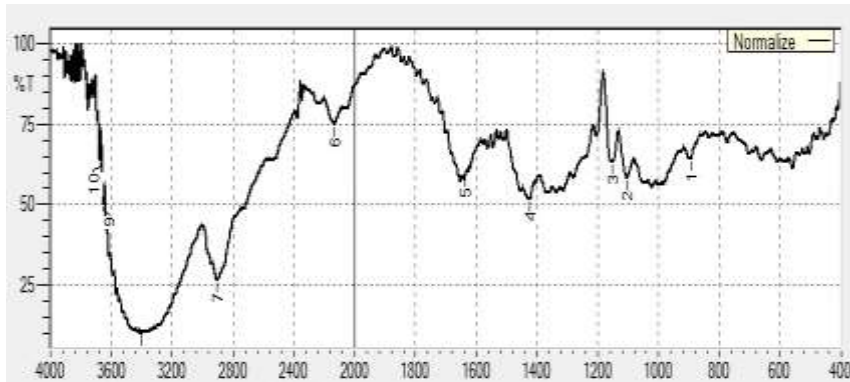


الشكل (4): المجهر الإلكتروني الماسح.

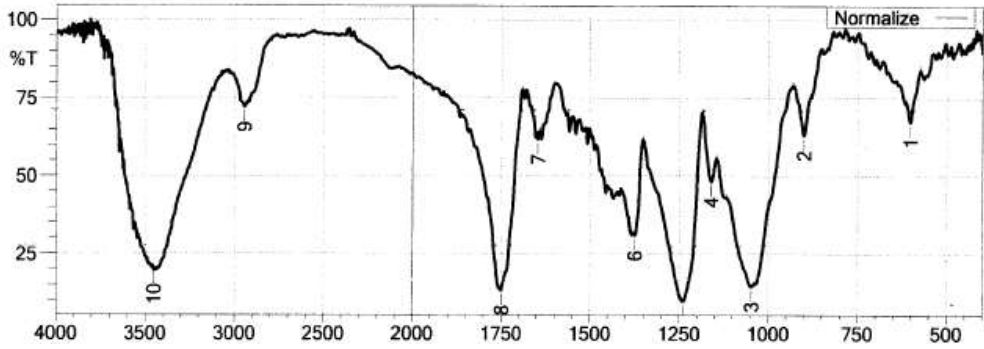
7- النتائج:

7-1- اختبار تحليل فورييه الطيفي بالأشعة تحت الحمراء (FTIR):

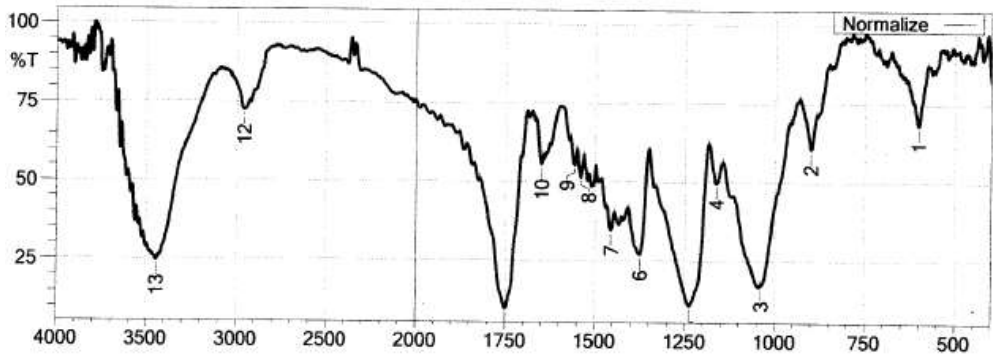
تم إجراء الاختبار لعينة العوادم المبيضة ولعينات الأسيئات المحضرة بالمعالجة الكيميائية للعوادم بمزيج من الحموض المذكورة سابقاً.



الشكل (5): اختبار التحليل الطيفي لعينة العوادم المبيضة



الشكل (6): اختبار التحليل الطيفي للعينة CA1



الشكل (7): اختبار التحليل الطيفي للعينة CA2

نلاحظ من مخطط التحليل الطيفي للأشعة تحت الحمراء أنه مع زيادة زمن الحلمة يتناقص امتداد القمة الخاصة بمجموعة الهيدروكسيل عند 3444.87 cm^{-1} للعينة CA2 بالمقارنة مع القمة 3452.58 cm^{-1} للعينة CA1 والسبب في ذلك زيادة عدد مجموعات الهيدروكسيل المستبدلة بمجموعة الأسيتيل مع زيادة زمن الحلمة.

7-2- قياس الناقلية الكهربائية واللزوجة للمحاليل البوليميرية المحضرة:

تم قياس الناقلية الكهربائية واللزوجة الحركية لكل من المحاليل البوليميرية المحضرة عند الدرجة 25°C , نحصل على قيم الناقلية من جهاز قياس الناقلية الكهربائية مباشرة.

الجدول(2): قيم الناقلية الكهربائية للمحاليل البوليميرية المحضرة

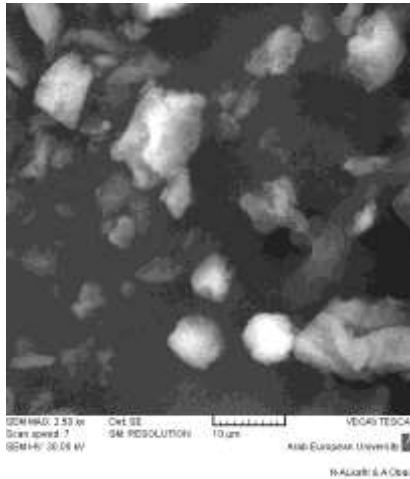
الناقلية ($\mu\text{S.Cm}^{-1}$)	العينة
6.3	CA1
7.2	CA2

الجدول (3): قيم اللزوجة الحركية للمحاليل البوليميرية المحضرة عند درجة حرارة 25°C وعدد دورات 155 دورة/دقيقة.

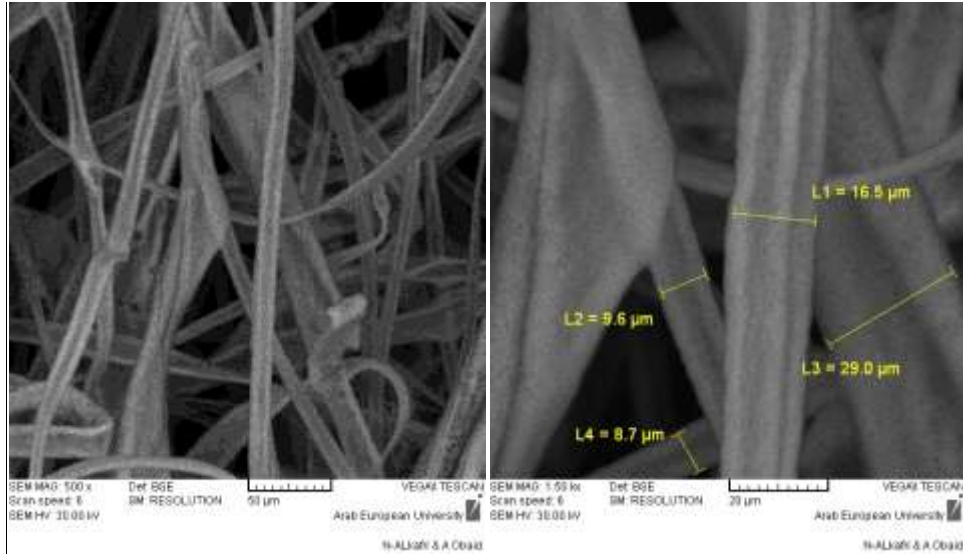
اللزوجة (mp.s)	العينة
3.35	CA1
2.95	CA2

7-3- نتائج تحليل العينات بالمجهر الإلكتروني الماسح (SEM):

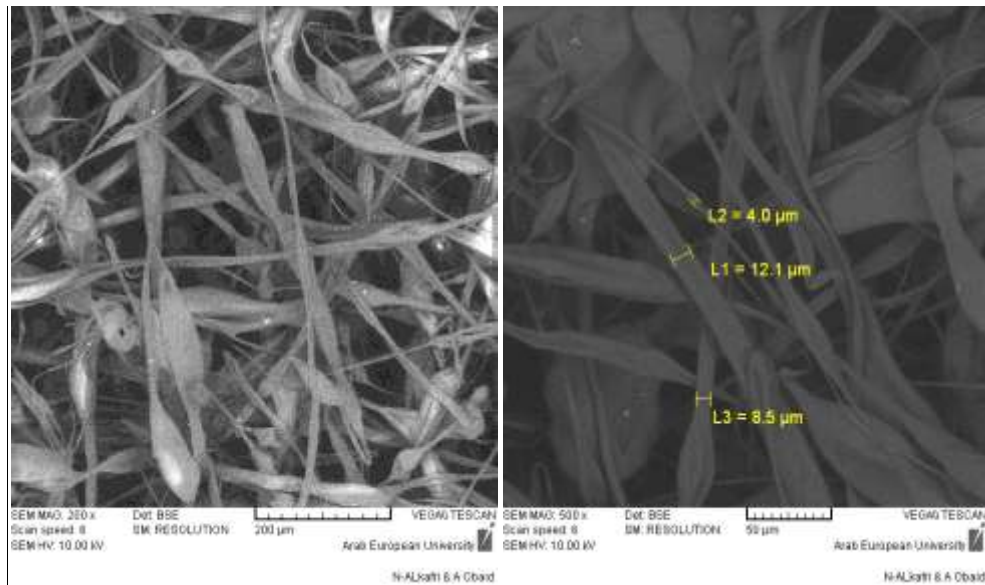
تم قياس أقطار حبيبات أسيتات السيللوز المحضرة وكذلك قياس أقطار ألياف الشبكات اللانسوجة المصنعة بطريقة الغزل الكهربائي وذلك بأخذ عشر قراءات لكل صورة وحساب المتوسط .



الشكل(8): صور المجهر الإلكتروني لحبيبات أسيتات السيللوز.



الشكل(9): صور المجهر الإلكتروني للألياف الناتجة بطريقة الغزل الكهربائي للعينة CA1



الشكل(10): صور المجهر الإلكتروني للألياف الناتجة بطريقة الغزل الكهربائي للعينة CA2

تم قياس الأقطار النانوية الناتجة عن عملية الغزل الكهربائي لكل عينة بواسطة برنامج ImageJ ثم تم حساب متوسط الأقطار لكل عينة.

الجدول(4): متوسط الأقطار للعينات اللانسوجة بعملية الغزل الكهربائي

العينة	CA1	CA2	حبيبات الأسيتات
متوسط الأقطار (μm)	3.286	2.692	4.168

كما تم حساب كل من معامل الاختلاف والانحراف المعياري لأقطار العينات اللانسوجة المقاسة بواسطة برنامج ImageJ .

الجدول(5): قيم الانحراف المعياري ومعامل الاختلاف لأقطار الألياف الناتجة بالغزل الكهربائي

العينة	الانحراف المعياري	معامل الاختلاف %
CA1	2.454	74.6
CA2	0.342	12.696
حبيبات الأسيتات	1.909	45.8

8- مناقشة النتائج:

1- تم تحضير عينتين من عوادم التمشيط المبيضة ومعالجتها بمزيج من الحموض كما ذكر سابقاً عند فترات حلمة مختلفة لدراسة تأثير زمن الحلمة على أقطار شبكات الألياف اللانسوجة المصنعة على جهاز الغزل الكهربائي المخبري ونتيجة المعالجة حصلنا على بودرة بيضاء اللون من أسيتات السيللوز وزن كل منها 12g تم استخدامها لاحقاً في تحضير المحاليل البوليميرية باستخدام الكلوروفورم كمذيب.

2- عند إجراء اختبار التحليل الطيفي للأشعة تحت الحمراء لعينة عوادم التمشيط المبيضة ظهرت قمة واسعة الامتطاط عند طول الموجة 3404.36cm^{-1} والتي تشير إلى مجموعات

الهيدروكسيل الثلاثة الموجودة في وحدة الغلوكوز وهي الوحدة الأساسية في تشكيل سلسلة سيللوز القطن. [1] [3]

3- يظهر اختبار التحليل الطيفي لعينة الأسيئات CA1 والعينة CA2 ظهور قمة امتصاص جديدة عند 1749.44cm^{-1} وهي القمة رقم 8 والقمة 11 على التوالي وهو طول الموجة الخاص بمجموعة الأستر (C=O) الأمر الذي يؤكد حدوث تفاعل الأسترة، وظهور الرابطة (C-O) الخاصة بمجموعة الأستيل عند 1240.23cm^{-1} .

4- جانب آخر مهم تمت ملاحظته في طيف أسيئات السيللوز هو ظهور قمة امتصاص عند 3452.58cm^{-1} للعينة CA1 وعند 3444.87cm^{-1} للعينة CA2 وهي القمة الخاصة بمجموعة الهيدروكسيل (O-H) وبالمقارنة مع الطيف الخاص بعينة العودام نجد تناقص في كثافة الامتصاص لهاتين القمتين ويعزى ذلك لحدوث استبدال لمجموعي الهيدروكسيل في حلقة الغلوكوز في سلسلة السيللوز بمجموعات أستر الأمر الذي يؤكد حدوث تفاعل الأستلة أثناء المعالجة.

5- وجود قمتي الامتصاص في عينات الأسيئات عند 3452cm^{-1} يؤكد أن الأسيئات المتشكل هو من النوع الثنائي (ثنائي أسيئات السيللوز) بدرجات استبدال مختلفة حيث لا يحتوي ثلاثي الأسيئات على مجموعات هيدروكسيل ولأن المادة البوليميرية المتشكلة ذوابة في الأستون بينما لا يذوب ثلاثي الأسيئات في الأستون وهي واحدة من الطرق المخبرية المتبعة للكشف عن نوع الأسيئات الناتج من تفاعل الأسترة بالإضافة لاختبار التحليل الطيفي.

5- بمقارنة قمم الامتصاص لعينات الأسيئات المحضرة نلاحظ تناقص في قمة الامتصاص الخاصة بمجموعة الهيدروكسيل في العينة CA2 بالمقارنة مع القمة الخاصة بمجموعة الهيدروكسيل في العينة CA1 هذا يؤكد حدوث استبدال أكبر لمجموعات الهيدروكسيل بمجموعة الأستر وبالتالي تزداد درجة الاستبدال بزيادة زمن الحلمة.

6- نلاحظ اختفاء القمم في المجال ($1760 - 1840 \text{ cm}^{-1}$) وعند 1700 cm^{-1} في طيف أسيتات السيللوز المحضر مما يشير إلى أن المنتج خال من بلا ماء حمض الخل غير المتفاعل وحمض الخل المستخدمان في تفاعل أستلة السيللوز وبالتالي كانت عملية الغسيل بالماء المقطر الدافئ عند الدرجة 40°C كافية لإزالة الحموض المستخدمة في المعالجة. [7]

7- نلاحظ من قياس اللزوجة للمحاليل البوليميرية المحضرة عند نفس التركيز من البوليمير أن اللزوجة كانت أعلى في العينة CA1 أي عند زمن حملة أقل بالمقارنة مع العينة CA2 عند زمن حملة نصف ساعة.

8- يبين الشكل (9) شبكة لامنسوجة من أسيتات السيللوز للعينة CA1 والتي تظهر ألياف منتظمة متوازية نوعاً ما خالية من وجود تكتلات صغيرة أو خرز، بينما يظهر الشكل (10) شبكة لامنسوجة من ألياف الأسيتات للعينة CA2 والذي يظهر توزع غير متجانس للألياف بالإضافة لظهور كتل صغيرة على شكل خرز متوضعة على الألياف ويعزى ذلك لحدوث انفصال جزئي لبعض قطرات السائل بسبب زيادة الضغط على القطرة المشحونة مما يؤدي إلى انفصالها الجزئي وبنتيجة التوتر السطحي تنتقل القطرات وتتوضع على سطح المجمع مشكلة الخرز على بعض الألياف.

9- يبين الجدول (4) متوسط أقطار الألياف الناتجة بعملية الغزل الكهربائي وذلك بأخذ عشر قراءات بواسطة برنامج ImageJ حيث كانت للعينة CA1 هي $3.286 \mu\text{m}$ بينما للعينة CA2 هي $2.692 \mu\text{m}$ وبالتالي فإن أقطار الألياف المتشكلة بعملية الغزل الكهربائي يتناقص بازدياد زمن الحلمة عند نفس شروط التحضير، وبقياس متوسط الأقطار لحبيبات الأسيتات المحضرة نجد أنها $4.168 \mu\text{m}$.

12- نلاحظ زيادة الناقلية الكهربائية للمحاليل البوليميرية المحضرة من أسيتات السيللوز عند نفس التركيز مع زيادة زمن الحلمة حيث كانت الناقلية للمحلول البوليميري للعينة CA1 هي $6.3 \mu\text{S.Cm}^{-1}$ بينما كانت للعينة CA2 أعلى $7.2 \mu\text{S.Cm}^{-1}$ أي أن الناقلية تزداد بزيادة زمن الحلمة أي مع زيادة عدد مجموعات الأستر في حلقة الجلوكوز والتي تزيد التباعد بين السلاسل البوليميرية.

9-المقترحات:

- 1- هذا البحث يعتبر من الأبحاث الجديدة على المستوى المحلي في إعادة تدوير عوادم التمشيط للحصول على مادة بوليميرية من مصدر طبيعي قابل للتحلل صديق للبيئة.
- 2- نقترح دراسة الشبكات اللامنسوجة الناتجة بعملية الغزل الكهربائي باستخدام مذيبات أخرى ومقارنتها مع الشبكات المدروسة بالإضافة إلى دراسة فترات حلمهة أطول.
- 3- نقترح دراسة أمكانية تصنيع أفلام بلاستيكية من المادة البوليميرية المحضرة واختبار خصائصها الكيميائية والميكانيكية.

المراجع:

- 1-Archana M. Das, Abdul A. Ali, Manash P. Hazarika .(2014). "Synthesis and characterization of cellulose acetate from rice husk:Eco-friendly condition" Science and Technology, Jorhat 785 006, Assam, India
- 2- Allcock, Harry R.; Lampe, Frederick W.; Mark, James E. (2003). Contemporary Polymer Chemistry (3 ed.). Pearson Education. p. 21
- 3- Bao,c 2015. Cellulose acetate / plasticizer systems : structure, morphology and dynamics. Polymers Université Claude Bernar
- 4- Campbell, D.; Pethrick, R. A.; White, J. R. Polymer Characterization Physical Techniques. Chapman and Hall, 1989 p. 11-13.

- 5- Doshi J, Reneker DH (1995). "Electrospinning process and applications of electrospun fibers". Journal of Electrostatics. 35 (2-3): 151-160.
- 6- David A. Katz 1998-IDENTIFICATION OF POLYMERS Chemist, Educator, Science Communicator, and Consultant
- 7- Hernane S. Barud, Adalberto M. de Araújo Júnior, Rosana M. N. de Assunção, Carla S. Meireles, Daniel A. Cerqueira, Guimes Rodrigues Filho, Younes Messaddeq Sidney J. L. Ribeiro. "THERMAL CHARACTERIZATION OF CELLULOSE ACETATE PRODUCED FROM HOMOGENEOUS ACETYLATION OF BACTERIAL CELLULOSE". Federal University of Uberlândia, P.O. Box 593 Brazil Zip Code 38400-902, Uberlândia
- 8- Hurley, Paul E. (May 1981). "History of Natural Rubber". Journal of Macromolecular Science: Part A - Chemistry. 15 (7): 1279-1287
- 9- Li, D.; Xia, Y. (2004). "Electrospinning of Nanofibers. Reinventing the Wheel?". Advanced Materials. 16 (14): 1151
- 10 - Ludwig Bottenbruch (Hrsg)- Kunststoff-Handbuch 3/1 - Technische Thermoplaste: Polycarbonate, Polyacetate, Polyester, Celluloseester. Carl Hanser Verlag, München/Wien 1992. ISBN 3-446-16368-9, S. 404-408
- 11- McCrum, N. G.; Buckley, C. P.; Bucknall, C. B. (1997). Principles of polymer engineering. Oxford; New York: Oxford University Press. p. 1

12- Merritt SR, Exner AA, Lee Z, von Recum HA (May 2012).
"Electrospinning and Imaging". Advanced Engineering Materials. 14 (5): B266–B278.

13- MenachemLewin (Hrsg)- Handbook of Fiber Chemistry. Third Edition. Taylor & Francis Group, Boca Raton 2007, ISBN 0-8247-2565-4, S. 778-784

14- McGraw-Hill Encyclopedia of Science & Technology, 10th Edition, Volume 14

15- Painter, Paul C.; Coleman, Michael M. (1997). Fundamentals of polymer science: an introductory text. Lancaster, Pa.: Technomic Pub. Co. p. 1.

دراسة تأثير بعض مواصفات الأقمشة القطنية في قيم الناقلية الكهربائية للأقمشة المطبوعة بالحبر الموصل

م. نسرين الأطرش¹ د. م. زياد سفور² د. م. غزل طهماز³

ملخص البحث

خلال تاريخ البشرية يوجد هناك تطور كبير في الصناعات وأهمها الصناعات النسيجية وأدى هذا التطور في ظهور مجال جديد في الصناعات النسيجية وهو النسيج التقني. يمكن الحصول على المنسوجات التقنية انطلاقاً من عدة طرق تطبق على النسيج كالطباعة مثلاً لإضافة أداء وظيفي معين للنسيج من خلالها. يركز هذا البحث إلى دراسة تأثير مواصفات القماش القطني من ناحية التركيب النسيجي وكثافة خيوط السداء واللحمة على قيم الناقلية الكهربائية للأقمشة المطبوعة بالحبر الموصل وذلك باستخدام نوعين من المواد الناقلة (الجرافيت، الفضة) تم تحضير مجموعتين من العينات، المجموعة الأولى من العينات القماشية بتراكيب مختلفة وكثافات مختلفة (سادة 1/1 كثافة منخفضة، سادة 1/1 كثافة مرتفعة مبرد 3/1 كثافة منخفضة، مبرد 3/1 كثافة مرتفعة) باستخدام الحبر الحاوي على الجرافيت والمجموعة الثانية باستخدام الحبر الموصل الحاوي على الفضة. تبين في الدراسة أن قيم الناقلية اختلفت بتغير التركيب النسيجي والكثافات لخيوط السداء واللحمة حيث كانت أعلى قيمة للناقلية للتركيب النسيجي سادة 1/1 ذو الكثافة المرتفعة المطبوع بالجرافيت حيث وصلنا إلى قيمة ناقلية كهربائية S/cm 1.7×10^{-7} وقيمة المقاومة الكهربائية ($6 \times 10^{-6} \Omega \cdot \text{cm}$) ومع الحبر الحاوي على الفضة كان أيضاً القماش ذو التركيب السادة و الكثافة المرتفعة ذو ناقلية أعلى فتصل قيمة الناقلية (S/cm 1.6×10^{-7}) وقيمة المقاومة ($7 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}$) وبالتالي نستنتج أن التركيب النسيجي السادة وذات الكثافات المرتفعة أعطت قيم ناقلية أعلى مع الحبر الحاوي على الجرافيت والفضة.

الكلمات المفتاحية: النسيج التقني، المنسوجات الذكية، الطباعة، الموصلية الكهربائية، الحبر الموصل، التركيب النسيجي

1. معيدة موفدة داخليا-قسم هندسة الغزل والنسيج-كلية الهندسة الكيميائية والبتروولية-جامعة البعث
2. أستاذ مساعد-قسم هندسة الغزل والنسيج-كلية الهندسة الكيميائية والبتروولية-جامعة البعث
3. أستاذ مساعد-قسم هندسة الغزل والنسيج-كلية الهندسة الكيميائية والبتروولية-جامعة البعث

Studying the effect of some specification of cotton fabrics in the electrical conductivity values of fabrics printed with conductive ink

Abstract

During the history of mankind, there has been a great development in industries, the most important of which is the textile industries. This development led to the emergence of a new field in the textile industries, which is the technical textile. Technical textiles can be obtained from several methods applied to the fabric, such as printing for example, to add a certain functional performance to the fabric through it. This research is based on studying the effect of cotton cloth specifications in terms of structure and density of warp and weft threads on the electrical conductivity values of fabrics printed with conductive ink. By using two types of carrier materials, graphite and silver. This research is divided into two parts, which are a group of samples with the different compositions and different densities (plain 1/1 low density, plain 1/1 high density, twill 1/3 low density, twill 1/3 high density) printed using ink containing graphite and the second groups using conductive ink containing silver. In the study it was found that the conductivity values differ with the change in the textile structure and densities of the warp and weft threads, where the highest conductivity value for the textile structure was plain 1/1 with high density which printed with graphite, so the value of the electrical conductivity reached to (1.7×10^{-7} S/cm) and the electrical resistance value reached to (6×10^6 ohm.cm) and with the silver containing ink was also the fabric with a plain 1/1 structure and a high density has the highest, so the resistance value reached to (7×10^6 ohm.cm). thus, we conclude that the dense and plain textile structure gave higher values of conductivity with ink containing graphite and silver.

Keywords: Technical textile, smart textile, printing, electrical conductivity, conductive ink, textile structure.

1-المقدمة:

النسيج التقني هو نوع من المنسوجات التي صممت وشكلت هندسياً بأسلوب خاص للاستخدام في منتجات وعمليات صناعية أو تطبيقية، فهي تعتمد في المقام الأول على الخصائص الوظيفية بدلاً من الخواص الزخرفية والجمالية، يمكن الحصول على المنسوجات التقنية انطلاقاً من عدة طرق إذ يمكن الانطلاق من الخيوط التقنية للحصول على نسيج تقني أو من خلال المعالجات النهائية التي تطبق على النسيج العادي أو من خلال عمليات الإنهاء كالطباعة والصبغة لإضافة أداء وظيفي معين للنسيج من خلالها، بالنسبة لعملية الطباعة فإنها نالت اهتماماً جيداً في مجال النسيج التقني فهذه العملية تؤدي إلى إنتاج تصميم على ركيزة عن طريق تطبيق مادة التلوين والتي عادة ما تسمى معجونة الطباعة أو حبر الطباعة ويتم التطبيق بأماكن محددة، ومن خلال هذه المعجونة الحاوية على الحبر المثخن يمكن الحصول على نسيج تقني وذلك بإضافة مواد معينة ذات خصائص محددة لهذه المعجونة للقيام بالأداء الوظيفي لهذا النسيج التقني، كالحصول على أقمشة موصلة للتيار الكهربائي، مقاومة للأشعة فوق البنفسجية ، مضادة للبكتريا.... وغيرها الكثير.

1-2- تعريف عملية الطباعة (Printing):

هي عملية تشكيل رسوم وتصاميم موضعية ضمن مساحات محددة وألوان محددة على الأقمشة، تعد الطباعة الطريقة الأبسط والأكثر انتشاراً لتصميم رسوم متعددة الألوان مباشرة على القماش ومن الممكن إجراء الطباعة على مختلف أنواع الأقمشة سواء كانت منسوجة أم محاكاة أم غير منسوجة. [1]

1-3- تقنية الطباعة بالشيلونات (القوالب) المسطحة (screen printing):

تندرج الطباعة بالقوالب أو الشيلونات تحت ما يسمى بالطباعة بالشاشة الحريرية، والتي تعمل بالأصل حسب مبدأ صفائح الطباعة المفرغة. توجد في الطباعة بالشيلونات

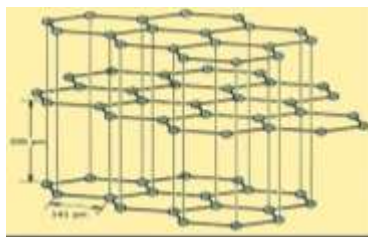
المسطحة أربعة مصطلحات أساسية: معجونة الطباعة، الشبلون الحاوي على الرسم، القماش المراد طباعته، المقشطة التي تجبر المعجونة على عبور الشبلون. [1]

1-4- مفهوم الموصلية الكهربائية: يتم تعريف الموصلية الكهربائية بأنها مقياس التوصيل الكهربائي وهي توضح قدرة المادة على تمرير تيار كهربائي مثل المعادن ويعود ذلك إلى تركيبها الذري حيث تحتوي على عدد هائل من الإلكترونات الحرة القابلة للحركة تحت تأثير قوة خارجية كمصدر جهد كهربائي أو بطارية. تتراوح درجات التوصيل بين الجيدة (الموصلة) والرديئة (العازلة) والمتوسطة (أنصاف أو أشباه الموصلات). المواد العازلة عبارة عن مواد ذات موصلية أقل من (10^{-8} S/cm) وأشباه الموصلات تمتلك موصلية تتراوح بين (10^{-8} _ 10^{-2} S/cm) بينما المواد الموصلة تمتلك موصلية أعلى من (10^2 S/cm). [2]

1-5- المواد الموصلة كهربائياً: إن المواد المستخدمة في التوصيل الكهربائي كثيرة وأهمها المعادن (كالفضة والنحاس والذهب والألمنيوم) ويتفاوت استخدامها وفقاً لتكلفتها العالية ووفرتها. ليست فقط المعادن الوحيدة التي تلعب دور التوصيل الكهربائي، إذ توجد أيضاً بعض مركبات الكربون النشط (الجرافيت، الجرافين، أنابيب الكربون النانوية) أيضاً المواد البوليميرية الموصلة (بولي بيرول، بولي أنيلين، ...) وفي هذا البحث تم استخدام الجرافيت والفضة. [2]

1-6- الجرافيت: هو تأصل من الكربون يحتوي على عدد كبير من صفائح الكربون ذو البنية السداسية، ما يميز الجرافيت بناقليتيه العالية هو وجود طبقة من الجرافين وهي عبارة عن تلك الصفحة من ذرات الكربون المرتبطة ببعضها البعض، ويعد من أجود أنواع النواقل الكهربائية والحرارية، ويعد الجرافيت من العناصر الهجينة بمعنى أن كل ذرة كربون تكون ثلاث روابط مع ثلاثة ذرات كربون على محورها الخارجي باستخدام روابط

سيجما ويعود السبب الرئيسي لناقلية الجرافيت هو وجود الكترونات حرة غير مستقرة عبر طبقاته و تصل قيمة المقاومة النوعية له ($3.5 \cdot 10^{-8} \Omega \cdot m$). [4,3]



1-7-الفضة: تعد الفضة أفضل موصل كهربائي لأنها تحتوي على عدد أكبر من الإلكترونات الحرة، فعند مرور الكهرباء من خلال المعدن فإنها تعمل على تحريك الإلكترونات في المعدن لتستطيع المرور من خلاله لذا كلما زادت عدد الالكترونات الحرة في المعدن زادت الموصلية تصل قيمة المقاومة النوعية له ($1.629 \cdot 10^{-8} m \cdot \Omega$). [5]

من السهل اصطناع جزيئات الفضة النانوية بأشكال عديدة وبشروط موثوقة وآمنة ورخيصة مثل الطريقة الكيميائية الرطبة والفيزيائية والبيولوجية والطريقة الكيميائية الضوئية أو بمساعدة أشعة الميكروويف أو الأمواج فوق الصوتية. [5,6]

يتم في هذا البحث استخدام طريقة الإشعاع بالحرارة أولاً يتم تشكيل محلول مائي من نترات الفضة، فعندما تتحل نترات الفضة فإنها تنتشر إلى أيونات الفضة الموجبة (Ag^+) وشوارد النترات السالبة (NO_3^-) ولكي نحول شوارد الفضة إلى الفضة الصلبة فيجب أن ترجع شوارد الفضة بمنحها الكترن ، إذ يتم الإرجاع بالحرارة حيث عند تعريضها للحرارة تقوم العوامل الفعالة سطحياً بتشكيل جسيمات الفضة بأحجام وأشكال مختلفة حيث لا تستخدم في هذه الطريقة عوامل إرجاع بل تم وضع محلول مائي من نترات الفضة في معجونة الطباعة ومن ثم تطبيق الطباعة على القماش ويتم ارجاع هذه الشوارد على

شكل جزيئات الفضة باستخدام الحرارة وهي على القماش لتتشكل جزيئات فضة متوضعة على سطح القماش.

1-8- تطبيقات الأقمشة الناقلة للتيار الكهربائي:

تستخدم الأقمشة الموصلة للتيار للكهربائي في مجالات عديدة منها في مجال المنسوجات النكية القابلة للارتداء وتطبيقات الخلايا الشمسية، والترانزستورات، والمكثفات لتخزين الطاقة، وفي تشكيل أجهزة الاستشعار المتعددة [7].

2- هدف البحث:

دراسة تأثير مواصفات القماش القطني عند استخدام تراكيب مختلفة وكثافات مختلفة لخيوط السداء واللحمة في قيم الناقلية الكهربائية للأقمشة المطبوعة بالحبر الموصل باستخدام نوعين من المواد الناقلة.

3- خطة البحث: يتضمن إجراء البحث المراحل الأساسية الآتية:

1. اختيار أصناف من الأقمشة القطنية لدراستها.
2. تجهيز العينات الأقمشة القطنية ومعالجتها.
3. تحضير معجونة الطباعة (الحبر الموصل).
4. تطبيق الطباعة على النسيج.
5. تجفيف.
6. قياس قيم الناقلية للعينات المطبوعة.

4- الأجهزة والأدوات المستخدمة:

1. ميزان حساس.
2. خلاط كهربائي.

3. فرن تجفيف.
4. جهاز قياس المقاومة الكهربائية.
5. أدوات زجاجية ومخبرية مختلفة.
6. شبلون للطباعة.
7. راكل (مقشطة) للطباعة.
8. طاولة الطباعة.
9. مثبت للقماش على طاولة الطباعة.

5- المواد المستخدمة في البحث:

1. قماش قطني 100% بتركيب وكثافات مختلفة موضحة في الجدول (1)
2. جرافيت.
3. نترات الفضة ($AgNO_3$).
4. ماء مقطر.
5. ألجينات الصوديوم $(NaC_6H_7O_6)_n$.
6. يوريا (CH_4N_2O).
7. ماءات الصوديوم.
8. ماء أوكسجيني.

الجدول (1) مواصفات الأقمشة المستخدمة

4	3	2	1	رقم القماش
مبرد 3/1	مبرد 3/1	سادة 1/1	سادة 1/1	التركيب النسيجي
قطن 100%	قطن 100%	قطن 100%	قطن 100%	طبيعة المادة الخام
245.16	242.43	240.5	155.16	وزن المتر المربع g/m2
28	27	20	13	كثافة خيوط السداء في سم
18	16	18	13	كثافة خيوط الحدف في سم
12	12	16	12	نمرة خيوط السداء Ne
12	12	16	10	نمرة خيوط الحدف Ne
581	581	677	581	عدد البرمات خيوط السداء
581	581	494	390	عدد البرمات خيوط الحدف
حلقي	حلقي	حلقي	حلقي	نوع الغزل للخيوط السداء
حلقي	حلقي	توربيني	توربيني	نوع الغزل للخيوط الحدف

7- التجارب:

7-1- تبيض العينات وتجهيز القماش القطني الخام:

تم اجراء عملية التبييض وإزالة النشاء في حمام واحد باستخدام ماءات الصوديوم والماء الأوكسجيني حيث كان دور ماءات الصوديوم نزع النشاء من القماش بهدف اكساب القماش قدرة على التبلل وتقبل معجونة الطباعة، أما الماء الأوكسجيني فيقوم بعملية التبييض مع إضافة بضع قطرات من مثبت الماء الأوكسجيني. جرت العملية كالتالي: تم تحضير حمام المعالجة وفق النسب الموضحة بالجدول (2) واستمرت العملية (45 min) بعد الغليان وتليها مرحلة تعديل الوسط القلوي بعملية غسيل بالماء وحمض الخل وبعدها غسل القماش مرة أخرى، من ثم يتم التجفيف بدرجة حرارة المخبر.

الجدول (2) مكونات حمام إزالة النشاء والتبييض

الزمن	نسبة الحوض	تركيزها	اسم المادة
45 min	1/20	8%	ماء أوكسجيني
		4gr/l	ماءات الصوديوم
		1 gr/l	مادة مبللة صابون

7-2- تحضير معجونة الطباعة: إن معاجين الطباعة يجب أن تحتوي على مواد أساسية وهي المادة المثخنة والمادة المرطبة والمادة الناقلة وماء مقطر. وفي هذه الدراسة تم استخدام مادة مثخنة وهي ألجينات الصوديوم بهدف إعطاء اللزوجة للمعجونة وتم استخدام اليوريا كمادة مرطبة، أما بالنسبة للمادة الناقلة تم استخدام مادتين الجرافيت وبنترات الفضة للحصول على الفضة والجدول (3) يوضح وصفة المعجونة المطبقة الذي تم تحضيرها بوزن 100gr.

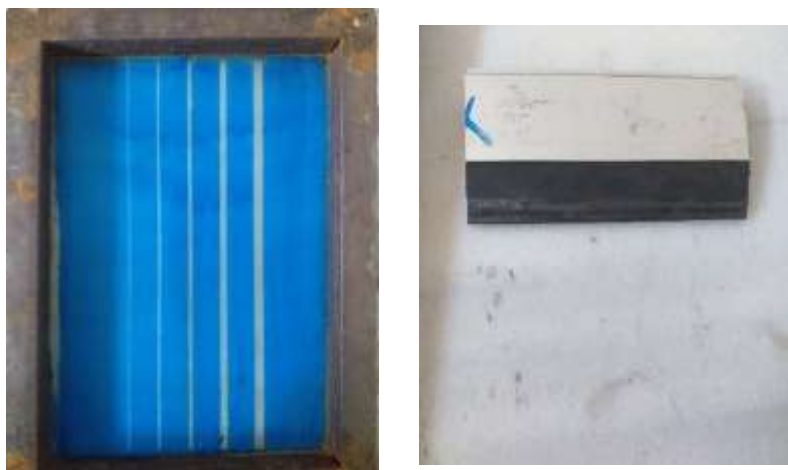
الجدول (3) مكونات معجونة الطباعة

كمية المادة	نوع المادة
3.3 gr	مادة مثخنة (ألجينات الصوديوم) تركيز 3.3%
10gr	مادة مرطبة (يوريا) تركيز 10%

1gr	مادة ناقلة تركيز 1%
10gr	مشنت للمادة الناقلة(ماء مقطر)
75.7 gr	ماء مقطر
100gr	المجموع الكلي

7-3- تطبيق الطباعة على النسيج:

بعد عملية تجهيز القماش وتحضير معجونة الطباعة تم تطبيق معجونة الطباعة على النسيج وذلك بتقنية الطباعة بالشبلونات المسطحة والتي تستخدم فيها شبلون وراكل لتمرير المعجونة كما موضح في الشكل (2) ويجب المحافظة أثناء تطبيق الطباعة على شد القماش على طاولة الطباعة وأيضا المحافظة على ضغط ثابت مطبق من الراكل على المعجونة لتمريرها على الشبلون ونفوذها إلى القماش وتم تمرير هذه المعجونة 8 أشواط وبعدها تترك العينات لتجف باستخدام فرن التجفيف مدة 5 min وبعدها يتم قياس قيم الناقلية للعينات المطبوعة.



الشكل (2) الراكل والشبلون المسطح

الجدول التالي يوضح رقم العينات المطبوعة:

الجدول (4) ترقيم العينات

مجموعة أولى تحوي مادة ناقلة من الجرافيت 1%	
التركيب والكثافة	رقم العينة
$\frac{12Ne*13}{10Ne*13}$ سادة 1/1	1
$\frac{16Ne*20}{16Ne*18}$ سادة 1/1	2
$\frac{12Ne*27}{12Ne*16}$ مبرد 3/1	3
$\frac{12Ne*28}{12Ne*18}$ مبرد 3/1	4

الجدول (4) ترقيم العينات

مجموعة ثانية تحوي مادة ناقلة من نترات الفضة 1%	
التركيب والكثافة	رقم العينة
$\frac{12Ne*13}{10Ne*13}$ سادة 1/1	5
$\frac{16Ne*20}{16Ne*18}$ سادة 1/1	6
$\frac{12Ne*27}{12Ne*16}$ مبرد 3/1	7
$\frac{12Ne*28}{12Ne*18}$ مبرد 3/1	8

8- الاختبارات:

8-1- قياس قيم المقاومة الكهربائية:

تم قياس قيم المقاومة الكهربائية باستخدام جهاز المسابر الأربعة تصنيع شركة signature يتألف هذا الجهاز من أربع مسابر تعمل كمجسات لقياس قيمة المقاومة الكهربائية، حيث يقوم مجسين بتقديم تيار للعينة ومجسين آخرين يقومان بقياس قيم الفولط في العينة وعلى أساسها يتم حساب قيمة المقاومة.



الشكل (3) جهاز المسابر الأربعة

9-النتائج والمناقشة:

تم أخذ 5 قراءات للعينة بتيارات مختلفة ومن ثم أخذ قيمة متوسطة للمقاومة الناتجة عن القراءات الفولط المقاسة مع الأخذ بعين الاعتبار سماكة الطبقة والمسافة بين المسابر ، وكانت النتائج كما موضح في الجدول(5) وتبين في النتائج أن التركيب النسيجي السادة ذو الكثافة المرتفعة (18*20) أعطت أعلى قيمة موصلية أي أدنى قيمة مقاومة، مع المواد الناقلة الجرافيت والفضة وكانت القيم من أجل الجرافيت ($6 \times 10^6 \Omega.cm$) والفضة ($7 \times 10^6 \Omega.cm$) و بالتالي هذا يوضح أن القماش الأفضل لطباعة الأقمشة الناقلة بهذه المعجونة هو التركيب النسيجي سادة وكثافة عالية لخيوط السداء والحدف في وحدة القياس نظراً لكون البنية الخاصة للسادة تجعل جزيئات المادة الناقلة تبقى متوضعة على السطح و متماسكة فهذا ساعد على حفاظ طبقة الطلاء الموصل سطحية وعدم نفوذها إلى الوجه الآخر للقماش وبالتالي عدم تسرب المعجونة على طاولة الطباعة وهذا ما يطابق مفهوم تقنية الطباعة بأنها سطحية أما المبارد بسبب بنيتها والخطوط المائلة التي تشكلها تسبب انزلاقات للجزيئات الناقلة إلى داخل البنية وعدم بقاءها على السطح،

ويمكن أيضاً أن يعزى ذلك أن نوع الغزل للخيوط للقماش السادة منها توربيني أما للخيوط التركيب المبرد هي حلقي.

الجدول (5) نتائج قيم المقاومة الكهربائية والناقلية

رقم العينة	المقاومة $\Omega.cm$ $R*10^6$	قيمة الناقلية S/cm $\sigma*10^{-7}$	رقم العينة	المقاومة $\Omega.cm$ $R*10^6$	قيمة الناقلية S/cm $\sigma*10^{-7}$
1	7.2	1.40	5	8.7	1.3
2	6	1.75	6	7	1.6
3	40	0.233	7	40	0.233
4	45	0.288	8	50	0.186

10-المقترحات:

1. استخدم في هذا البحث نوعين من المواد الناقلة الجرافيت والفضة ومن المفيد استخدام مواد ناقلة أخرى كالبوليمرات الناقلة مثل البولي أنيلين والبولي بيرول وغيرها الكثير ودراستها
2. استخدم قماش منسوج في هذا البحث من الممكن استخدام أقمشة غير منسوجة أو أقمشة تريكو ودراسة الناقلية الكهربائية لها من خلال تطبيق الطباعة بالحبر الموصل.
3. استخدام تقنيات أحدث كتقنية الطباعة الرقمية بالنفث الحبر كونها أدق وصديقة للبيئة مقارنة بتقنية الطباعة بالشبونات المسطحة.

11- قائمة المراجع:

[1] سفور; زياد، تقانة الطباعة، الجزء النظري، الطبعة الأولى، منشورات جامعة البعث، حمص، 2017.

[2] Maity, S, &Chatterjes, A. (2018). **Conductive polymer-based electro-conductive textile composites for electromagnetic interference shielding: review.** Journal of industrial textiles 47(8) -2228-2252.

[3] Chandrase Karan, S, T, & Sinivasan, R.(2013).**Microwave heating characteristics of graphite based powder mixtures.** International Communication in Heat and Mass transfe,48,22-27 .

[4] Zhang,B.Tain, Y, Jin, X.(2018). **Thermal and Mechanical properties of expanded graphite/paraffin –based composite material reinforced by carbon fiber.** Materials ;11-(11)-2205.

[5] Landaye,S,M, &Wasif, A.(2012) **Nanosilver an effective antimicrobial agent for finishing of textile.** International journal of engineering science emerging technoloe,4(1),66-78.

[6] Thirumurugan,G,&Dhanarjau,M.D(2012) **Silver nanoparticles: real Antibacterial bullets.** In Antimicrobil Agent,Chapter 20.page 407 .

[7] Sahito, A,Khatri,A,Ahmed,Afzel,A.(2017). **Smart and electronic textiles** dvanced Techniques (PP295-314).

دراسة التغيرات فيزيوكيميائية والميكروبيولوجية في عصير الليمون المركز تحت التفريغ عند درجات حرارة مختلفة

طالبة الماجستير: آيات فيتروني كلية الهندسة الكيميائية والبترولية - جامعة البعث
اشراف الدكتور: شريف صادق + د. نسرين البيطار

الملخص

هدف هذا البحث إلى دراسة التغيرات الفيزيوكيميائية والميكروبيولوجية في عصير الليمون المركز تحت التفريغ عند درجات حرارة مختلفة باستخدام جهاز المبخر الدوراني، ومقارنته مع عصير الليمون المركز بالغلجان عند الضغط الجوي النظامي، حيث تم دراسة تحلل حمض الأسكوربيك في عينات عصير الليمون خلال الزمن وعند درجات حرارة مختلفة تحت التفريغ وبالغلجان وأظهرت النتائج وجود فروق معنوية بين مختلف درجات الحرارة، فقد انخفض تحلل حمض الأسكوربيك بانخفاض درجة الحرارة وسجلت أقل قيمة عند درجة حرارة 65°C درجة مئوية، وكانت نسبة الاحتفاظ بحمض الأسكوربيك 83.69%، بينما انخفضت نسبة الاحتفاظ في عصير الليمون المركز بالغلجان بشكل ملحوظ وكانت نسبة الاحتفاظ 11.5%، كما ارتفعت القدرة المضادة للأكسدة بانخفاض درجة الحرارة، وتبين أن اللون في عينات العصير المركزة تحت التفريغ أقرب إلى العصير الطبيعي على عكس عينات العصير المركز بالغلجان، كما ارتفعت الحموضة بارتفاع درجة الحرارة في العصير المركز تحت التفريغ. تم تقدير التعداد الكلي للبكتيريا في عصير الليمون الطازج ولعينات العصير المركز عند درجات حرارة مختلفة، وأظهرت النتائج أنه لم يكن هناك نمو للمستعمرات في عينات العصير المركز المحضر بالغلجان عند الضغط الجوي النظامي أو المحضر تحت التفريغ ويعزى ذلك إلى انخفاض قيمة الـ PH .

الكلمات المفتاحية: الليمون، فيتامين C، تركيز تحت التفريغ، اللون، النشاط المضاد للأكسدة

Study of physicochemical and microbiological changes in lemon juice concentrate under vacuum at different temperatures

Abstract

This research aims to study the physicochemical and microbial changes in concentrated lemon juice under vacuum at different temperatures using the rotary evaporator and compare it with concentrated lemon juice by evaporation at atmospheric pressure. the degradation of ascorbic acid was studied in lemon juice samples during time and at different temperatures under vacuum and at evaporation at atmospheric pressure , and the results showed that there were significant differences ($P<0.05$) among the different temperatures, where the degradation of ascorbic acid decreased with decreasing temperature, and the lowest value was recorded at 65°C . Ascorbic acid retention percentage was 83.69%. While the percentage of ascorbic acid in concentrated lemon juice significantly deteriorated by boiling, the retention percentage was 11.5%. The antioxidant activity also increased with a decrease in temperature, and it was found that the colour in the concentrated juice samples under vacuum is closer to the natural juice in contrast to the concentrated juice samples by boiling, and the acidity increased with the increase in temperature. Different temperatures and the results showed that there was no growth of colonies in samples of juice and concentrated product prepared by boiling method at regular atmospheric pressure or prepared under vacuum due to the low value of PH

Keywords: lemon, ascorbic acid, concentrate under vacuum, colour, antioxidant activity, VitaminC

أولاً: المقدمة والدراسة المرجعية *Introduction and Literature Rev*

يرتفع إنتاج العصائر المركزة في جميع البلدان عاماً بعد عام، نظراً لأن تركيز عصائر الفواكه يمنحها ميزات اقتصادية منافسة من وجهة النظر التجارية انطلاقاً من الاعتبارات التالية إمكانية تخزينية أفضل، الحصول على قيمة غذائية ومواصفات حسية مقبولة، تقليل الحجم مما يوفر اقتصادياً في عمليات النقل والتخزين والتوزيع. إلا أنه وبالنظر إلى حالة الأسواق والمعامل في سوريا نرى أن بلدنا مازال يستورد مركزات العصائر بالرغم من الكم الهائل من الفواكه التي تنتج في سوريا.

وتشكل ثمار الحمضيات الجزء الرئيس من السوق العصائر في العالم ويعد الليمون ثالث أهم الفاكهة التي تعزز الصحة والغنية بالمركبات الضرورية لجسم الإنسان. والواقع أن الليمون له قيمة تجارية قوية لسوق المنتجات وصناعة الأغذية (Gonzalez-Molina *et al.*, 2010).

أدى التوسع الكبير في زراعة الحمضيات في سوريا إلى ازدياد كميات الإنتاج، بحيث فاق كثيراً حاجة السوق المحلية مما أوجد مشكلة في تسويق الفائض، وعلى الرغم من الكميات المتواضعة المتجهة نحو الأسواق الخارجية (وزارة الزراعة والإصلاح الزراعي، 2009). والأمر الآخر الذي زاد المشكلة سوءاً هو عدم إدراج موضوع تخزين ثمار الحمضيات ضمن أولويات الشركات الحكومية أو الخاصة، لذلك يعتبر الحل الأمثل هو إيجاد طرق لحفظ هذه المنتجات القيمة، ومنها الحصول على العصير وتركيزه بطرق تضمن الجودة العالية وضمن الامكانيات المتوفرة ثم الحفظ بالطرق المختلفة مثل طرق التبريد والتجميد والبسترة والتعليب أو غيرها

ينتمي جنس الحمضيات إلى عائلة الجذريات من فصيلة *Aurantoideae* (Hui., 2006) تتكون ثمار الحمضيات بشكل عام من قشرة خارجية أو قشرة تتكون

من بشرة (طبقة جلدية وشمعية) ، فلافيدو (طبقة تحت القشرة الجلد تحتوي على لون وأكياس زيت تنتج زيوت عطرية) ، البيدو (طبقة إسفنجية أسفل الفلافيدو ، مصدر من الفلافونيدات) ، وحزم وعائية (شبكة من الخيوط الرفيعة على طول جسم الثمرة). عادة ما يحتوي الحيز الداخلي شرائح محاذاة وتقع حول اللب المركزي الناعم للفاكهة وملفوفة بغشاء رقيق يسمى الحاجز. أكياس صغيرة معبأة بكثافة والتي تحتوي على العصير والبذور في معظم الأصناف تملأ الشرائح (Albrigo,1972)

التركيب الكيميائي للليمون معروف. ولم يتم تحديده للفاكهة الكاملة فقط ولكن أيضا تم بشكل منفصل للقشور والعصير والتفل والزيت العطري،.حيث يحتوي عصير الليمون على مجموعة من المركبات النشطة بيولوجياً الفلافونيدات (flavonoids)مثل إريوديكتيول (eriodictyol)– هيسبيريدين (hesperidin) –هسبريتين (hesperetin)– نارينجين (naringin)–أبيجين (apigenin) – كيرسيتين (quercetin) ومشتقاتها. في الفاكهة الكاملة تم الكشف بالإضافة إلى مركبات الفلافونويد أخرى، ليموسيتين (limocitrin) (spinacetin) ويحتوي الليمون على أعلى محتوى من الإريوسيتين (eriocitrin) (Robards *et al.*,1997)

تركيز عصير الليمون

تسمى عملية إزالة جزء معين من المحتوى المائي الطبيعي لعصائر الفاكهة (تركيز العصير) ، ويتم تحقيق تركيز العصير بشكل أساسي عن طريق تقليل النشاط المائي aw لمنتج العصير الأمر الذي يطيل مدة صلاحيته بالإضافة إلى تقليل تكاليف التعبئة والتخزين والنقل ، و زيادة ثباتية منتج العصير النهائي. إن اختيار طريقة تركيز عصير الفاكهة ذو أهمية كبيرة لأن الطريقة المستخدمة في عملية التركيز تحدد جودة المنتج النهائي مثل النكهة واللون الرائحة والمظهر. (Yousefi *et al.*, 2012)

يتم استخدام مجموعة واسعة من التقنيات لتركيز العصائر مثل: التبخير الحراري، التركيز التناضحي، التركيز بالتناضح العكسي والتركيز بالتجميد (Surin *et al.*, 2014)

التركيز بالتبخير Concentration by Evaporation:

تسمى عملية إزالة جزء معين من المحتوى المائي الطبيعي لعصائر الفاكهة عن طريق التبخير بعملية التركيز بالتبخير. تتم العملية في أجهزة متقطعة أو مستمرة حيث تستخدم الأجهزة المتقطعة في المجالات التي تكون فيها الطاقة الإنتاجية منخفضة أما في المجالات ذات الطاقة الإنتاجية العالية فتستخدم المبخرات ذات العمل المستمر ويعتبر العامل الأساسي الذي يحدد اقتصادية المبخر هو استهلاك بخار التسخين. يتم تبخير المحاليل المائية في الصناعات الغذائية في أجهزة التبخير والتي هي عبارة عن أجهزة يتم فيها غليان المحاليل وتبخير الماء عن طريق إضافة حرارة إلى المحلول والتي تؤمن بدورها الحرارة الكافية للتبخير، حيث يستخدم من أجل التسخين بخار ذو ضغط منخفض أو غازات الاحتراق (Adnan *et al.*, 2018). يعد التبخير الطريقة الأكثر استخداماً للعصائر حيث يتم تبخير الماء بالغليان مما يؤدي إلى رفع تركيز المادة الصلبة المنحلة للعصير، كما يؤدي إلى خفض فعالية الماء والذي بدوره يؤدي إلى انخفاض معدل نمو الأحياء الدقيقة ويقلل من احتمال فساد المنتج ويزيد من زمن صلاحيته. وكما أنه من المعروف أن تركيز عصائر الفاكهة بطرق التبخير التقليدية يؤدي إلى تدهور اللون والأنتوسيانين وفقدان معظم المركبات المتطايرة مع انخفاض نوعي ملحوظ للمركبات ذات القيمة العالية مثل فيتامين C والفينولات الكلية وذلك نتيجة لتأثير الحرارة العالية في المركبات الغذائية لذلك تم ابتكار تقنيات بديلة لتركيز العصائر بحيث تكون الناتج أكثر كفاءة أثناء التركيز (Jiao *et al.*, 2004).

من هذه التقنيات البديلة تم استخدام التركيز تحت التفريغ، حيث أنه باستخدام هذه التقنية يتم تجنب ارتفاع درجة الحرارة ، وتغير نكهة العصير وتغير جودة اللون الذي ينتج بسبب التأثير الحراري والوقت الطويل أثناء التركيز (Jiao *et al.*,2004).

لأقى استخدام التركيز تحت التفريغ في تركيز العصائر استحسانا واسعا حيث أثبتت الدراسات المزايا العديدة لاستخدام هذه الطريقة في المحافظة على جودة المنتج النهائي من الناحية الحسية والتغذية:

- في دراسة على الشوندر السكري أثبت الباحثون تأثير طريقة التركيز تحت التفريغ على جودة المركز النهائي من حيث ارتفاع الفينولات الكلية والنشاط المضاد للأكسدة والحفاظ على اللون والصبغات وذلك من خلال دراسة تأثير استخدام عدة درجات حرارة في عملية التركيز (Bazaria and Kumar,2016).

- في دراسة أخرى تم التوصل إلى أن استخدام المبخر الدوار لتركيز عصير التمر تحت التركيز أدى إلى الحصول على مركز بخصائص جذابة من ناحية اللون والنكهة والقبول العام والخصائص الفيزيائية والكيميائية (AlMutairi and Aljasser,2012).

- كما ذكر Elhadad وزملاؤه (2013) في دراسة على عصائر المشمش والخوخ أن استخدام طريقة التركيز تحت التفريغ أدى إلى زيادة ملحوظة في المواد الصلبة الذائبة الكلية ومؤشر اللون، والسكريات الكلية والسكريات المرجعة ومحتوى الرماد مما حافظ على خصائص فيزيائية وكيميائية جيدة للمركز الناتج

- في دراسة على عصير التوت البري وجد أن استخدام التركيز تحت التفريغ أعطى كثافة لونية أقل بالمقارنة مع استخدام الطريقة التقليدية مما حافظ على لون المركز الناتج بلاضافة إلى أن محتوى الفينولات الكلية كان أعلى بالمقارنة

مع الطريقة التقليدية وذلك بسبب انخفاض درجة الحرارة المستخدمة في المبخر الدوار (Elik *et al.*, 2016).

- ذكر Mahmoud وزملاؤه (2017) في دراسة على عصير الرمان لتحضير مركز بدرجة 50% بريكس أن طريقة التركيز تحت التفريغ حافظت على نسبة أعلى من الأنثوسيانين والفينولات الكلية والقدرة المضادة للأكسدة مقارنة بالغليان المباشر مما أدى للحصول على عصير رمان ذو قيمة تغذوية أعلى.
- ذكر Jaju وزملاؤه (2017) أن التركيز بالمبخر الدوار تحت التفريغ تقنية أفضل من التقنيات الأخرى مثل طريقة الغليان تحت الضغط الجوي النظامي، ونظرا للرطوبة العالية لفاكهة البطيخ قد لا تكون تقنيات المعالجة الجديدة غير الحرارية مثمرة، لذلك فإن فقدان الليكوبين كان أقل وهو مكون مهم جدا لعصير البطيخ كمضاد أكسدة، أما اللون وهو معيار الجودة المطلوب في الغالب لقبول المستهلك فقد كان أفضل في العصير المركز تحت التفريغ على عكس العصير المركز بالغليان في الدراسة التي أجراها على تأثير التركيز بالتبخير تحت التفريغ على محتوى اللايكوبين والخصائص الريولوجية لعصير البطيخ .

ثانياً: هدف البحث Aim of the research:

هدف هذا البحث إلى دراسة تأثير تطبيق التركيز تحت التفريغ على عصير الليمون من حيث الصفات الفيزيوكيميائية والميكروبية وذلك بهدف:

1. تأمين منتج متوفر على مدار السنة وبمواصفات جيدة
2. مقارنة بين عصير الليمون المركز تحت التفريغ والعصير المركز بالغليان عند الضغط الجوي النظامي
3. دراسة تدهور حمض الأسكوربيك خلال عملية التركيز

ثالثاً: المواد وطرائق البحث Materials and methods:

مواد البحث: Materials

تم تأمين الليمون البلدي نوع (Anterdonato) في شهر كانون الثاني من مدينة حمص، وتم استخدام المواد الكيميائية من النوع التحليلي المخبري لإجراء الاختبارات، وأجري البحث في مخابر كلية الهندسة الكيميائية والبترولية قسم الهندسة الغذائية وفي مخابر مركز بحوث التقنيات الحيوية في جامعة البعث

تركيز العصير:

تم تركيز العصير وفق التالي: غسيل الثمار ← التقطيع ← العصر
باستخدام عصارة كهربائية نوع (Kenwood) ← الترشيح باستخدام ورق
ترشيح واتمان ← التركيز

تركيز عينات عصير الليمون بالغليان تحت الضغط الجوي النظامي:

تم تحضير العينات المركزة بالغليان عند الضغط الجوي النظامي وذلك بغلي 300مل من عصير الليمون باستخدام سخان كهربائي من النوع (VELP Scientifica, Italy) مع التحريك المستمر (باستخدام محرك مغناطيسي) وتم قياس البريكس ونسبة حمض الأسكوربيك كل 15 دقيقة حتى الوصول إلى درجة البريكس المطلوبة 50% كما تم قياس درجة حرارة العصير باستخدام مقياس حرارة إلكتروني معدني من نوع (Outest).

تركيز عينات عصير الليمون تحت التفريغ:

تم تحضير عينات عصير الليمون المركزة تحت التفريغ باستخدام جهاز المبخر الدوار (REV) من النوع ROTAVAPOR-RE₁₂₀ حيث تم تأمين التفريغ باستخدام مضخة تفريغ من النوع (Millipore Sigma, USA)، كما تم تأمين الحرارة اللازمة لعملية التبخير باستخدام حمام مائي من النوع (JSR, Korea) تم التركيز عند ضغط ثابت 650mmHg وذلك عند درجات حرارة °C (65,67,70,72,77,75,80) درجة مئوية، وتم قياس البريكس وحمض الأسكوربيك كل 15 دقيقة حتى الوصول إلى بريكس 50%، كما تم قياس درجة حرارة العصير داخل الحوجلة باستخدام مقياس حرارة معدني من نوع (Outest)، ولوجز أن الفروق بين درجة حرارة الماء ودرجة حرارة العصير لا تتعدى 0.2 درجة مع أخطاء القياس.

رابعا طرائق التحليل Methods of Analysis

1. **تقدير المادة الصلبة المنحلة الكلية (Brix):** قُدرت المادة الصلبة المنحلة باستخدام جهاز قرينة الانكسار (Kruss DR301-95, Germany) بدرجة حرارة 20 °C، حيث أخذت ثلاث قراءات لكل عينة من العينات. وفق (AOAC932.14, 2006)
2. **تقدير اللون:** تم قياس اللون باستخدام جهاز Spectrophotometer في مركز بحوث التقنيات الحيوية بكلية الطب نموذج (T80 UV-Vis Spectrometer) UK، الذي يقوم بقياس شدة الضوء أي قياس كثافة الضوء بدلالة اللون (الطول الموجي) وذلك عن طريق قياس الامتصاصية للعينة حيث يعتمد امتصاص العينة للضوء على كثافة لون العينة الذي يعتمد على كثافة المادة المذابة. تم تقدير اللون وفق (Mónica and Wrolstad, 2005) مع بعض التعديلات حيث تم اجراء التمديد لكل من عينات عصير الليمون بالميانول للحصول على الامتصاصية عند طول الموجة المطلوب وتم بعد ذلك ترشيح العينات باستخدام ورق ترشيح واتمان

(Whatman, Grade 40) ومن ثم وضع عينة عصير الرمان في خلية الامتصاص Cuvette بعد أن تم تصفير الجهاز عن طريق خلية الميتانول Blank Cuvette وذلك بجعل قيمة الامتصاص تساوي الصفر. تم اجراء المسح الطيفي لتحديد طول الموجة الموافق للامتصاصية العظمى للعينة λ_{max} في المجال 400-600 nm وفق (Cemeroglu and Artik, 1990). حيث كانت عند طول 420nm ثم قياس الامتصاصية عند طول هذه الموجة .

3. تقدير الحموضة الكلية: تم تقدير الحموضة الكلية للعينات وفق (AOAC942.15, 2000) حُسبت الحموضة الكلية مقدرة (gr/100ml) كحمض ستريك من العلاقة الآتية:

الحموضة (gr/100ml) = $0.064 \times$ الحجم المستهلك من ماءات الصوديوم $\times 0.1 N$ نسبة التمديد

0.064 يدل على نظامية حمض الستريك

4. تقدير فيتامين C: تم تقدير فيتامين C وفق (AOAC96721, 2005) حيث حُضِرَ محلول صبغة 6,2 ثنائي كلور فينول اندو فينول بتركيز 0.08 gr/100 ml ماء مقطر، وحُضِرَ محلول الاستخلاص بـ 15gr من حمض ميتا فوسفوريك HPO₃ في 40 ml حمض الخل الثلجي مع 200ml ماء مقطر ثم مدد المزيج إلى 500ml ورُشِحَ، أما بالنسبة إلى محلول حمض الأسكوربيك القياسي فقد حُضِرَ بإذابة 0.01 gr حمض الاسكوربيك في 50 ml محلول استخلاص. قُدرت قوة الصبغة بأخذ 5ml حمض اسكوربيك ومعايرته بمحلول الصبغة وذلك حتى الحصول على لون وردي ثابت لمدة 15 ثانية ثم حُسبت عدد ميلي غرامات من حمض الأسكوربيك المكافئة لـ 1ml من الصباغ أو ما يعبر عنها بقوة الصبغة.

قوة الصبغة = كمية فيتامين C المعاييرة mg / حجم الصبغة المستهلكة ml
أخذ 1ml عصير الليمون المركز وأجريت عملية التمديد المناسبة لكل من العينات
بمحلول الاستخلاص وتمت بعدها معايرتها بمحلول الصبغة، وحسب تركيز فيتامين C
في العينات وفق المعادلة التالية:

$$\text{كمية فيتامين C} \left(\frac{mg}{100g} \right) = \frac{\text{قوة الصبغة} \times \text{حجم الصبغة المستهلك} \times \text{معامل التمديد} \times 100}{\text{وزن العينة gr}}$$

نسبة الاحتفاظ بفيتامين C: $\frac{100 \times \text{المركز العصير في C فيتامين نسبة}}{\text{الطبيعي العصير في C فيتامين نسبة}}$

5- تحديد القدرة المضادة للأكسدة بطريقة DPPH :

تم تحديد القدرة المضادة للأكسدة وفق (Ozkan *et al.*, 2004) حيث وضع 1.5 ml من محلول DPPH (2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl) في أنبوب اختبار ثم أضيف 37.5µL ميكرو لتر من مستخلص العينة ، في أنبوب اختبار، حرك الأنبوب وحفظ المزيج بغياب الضوء مدة 30 دقيقة ثم قيست الامتصاصية عند طول موجة $\lambda = 420\text{nm}$ حسب النتائج عن طريق نسبة التثبيط والتي تعطى بالقانون التالي:

$$\text{DPPH radical scavenging(\%)} : \frac{(A_0 - A)}{A_0} \times 100$$

حيث : A0 : امتصاص محلول DPPH المحضر (شاهد سلبي).

A : امتصاصية العينة عند معايرة الجهاز باستخدام الميتانول % 80 :

4. الاختبارات الميكروبيولوجية:

تحضير وسط التمديد:

حضر وسط التمديد وفق المواصفة القياسية الدولية (ISO 6887) بمزج البيبتون مع ملح الطعام بنسبة 1gr بيبتون و 8.5gr ملح طعام وتم اكمال الحجم بالماء المقطر حتى 1000ml حيث ضُبطت درجة الحموضة pH:7 وعُقم الوسط بدرجة حرارة 121°C لمدة 20 min

تمديد العينات المدروسة:

حُضرت سلسلة التمديدات ايتية للعينات، وذلك في وسط التمديد المحضر سابقاً حيث اعتمد التمديد 10^{-1} لعينة عصير الليمون والتمديد 10^{-3} لعينات العصير المركز.

تحضير أوساط الزرع الجرثومي:

استخدم في هذا الاختبار وسطي زرع جرثومي هما وسط اغار المغذي Nutrient agar من انتاج (Hardy Diagnostics) لحساب التعداد العام للبكتيريا ووسط تشابك Czapek's medium من انتاج (Titan Bio-tech Ltd) لتنمية الفطور والخمائر. الزرع الجرثومي: اتبعت طريقة الزرع السطحي على بيئة غذائية صلبة بالنسبة للتعداد العام للبكتيريا وفق المواصفة القياسية الدولية (ISO 4833) وكذلك بالنسبة للخمائر والفطور وفق المواصفة القياسية الدولية (ISO 7954)

التحضير:

حُضنت الأطباق (طبقين لكل تخفيف) المزروعة عند درجة الحرارة المناسبة وفق الجدول (1):

الجدول (1): شروط الزرع الجرثومي للبكتيريا والفطور والخمائر

نوع الأحياء الدقيقة	درجة حرارة التحضين (°C)	مدة التحضين (يوم)
البكتريا	37	1
الفطور والخمائر	30	3

بعد انتهاء فترة التحضين عُدت المستعمرات في الأطباق المحضنة وحُسب تعداد الأحياء الدقيقة المدروسة في العينات وفق المعادلة التالية:

تعداد الأحياء الدقيقة خلية/1ml=متوسط عدد المستعمرات ×مقلوب التمديد ×معامل التحويل(10)

التحليل الاحصائي:

عُبر عن النتائج التي تم التوصل إليها عند اجراء الاختبارات للعينات المدروسة باستخدام المتوسط الحسابي ± الانحراف المعياري .وأجري التحليل الاحصائي باستخدام برنامج Minitab 19، حيث استُخدم تحليل التباين باتجاه واحد (one way ANOVA) عند قيمة ($p < 0.05$) للمقارنة بين المتوسطات ، كما أُجري اختبار Fisher لتحديد أماكن وجود الاختلاف

خامسا النتائج والمناقشة Results and Discussion:

التركيب الكيميائي لعصير الليمون الطبيعي
تم تحديد التركيب الكيميائي لعصير الليمون وفق الطرائق المسبق عرضها وكانت النتائج كما هو مبين في الجدول (2)

الجدول (2) مواصفات عصير الليمون الطبيعي المحضر

6.7	المادة الصلبة المنحلة Birx%
5.71 g /100ml	الحموضة الكلية g/100ml
2.47	رقم الحموضة PH
44.2 mg/100g	فيتامين C mg/100g
53.10%	القدرة المضادة للأكسدة%
2.26%	السكريات الكلية%
1.78%	السكريات المرجعة %
0.22	اللون (الامتصاصية)

تغير تركيز حمض الأسكوربيك خلال عملية التركيز عند درجات حرارة مختلفة

نلاحظ من الجدول (3) أن نسبة فيتامين C في العصير الطبيعي قبل التركيز (44.2 mg/100g) وهي قيمة قريبة من القيمة التي توصل إليها (Roberston and Esguerra,1990)، حيث بلغت قيمة فيتامين C (45.1mg/100g) في دراسة أجروها على تركيز عصير الليمون تحت التفريغ عند تراكيز مختلفة وحفظه عند عدة درجات حرارة، كما أن هذه القيمة توافقت مع دراسة أجراها (Ucan *et al.*,2014) لتحديد المركبات النشطة بيولوجيا (الفينولية والكاروتينات) وبعض معايير الجودة في عصير الليمون المحلي، حيث تراوحت قيمة فيتامين C ما بين (36,14-41,91mg/100ml)، انخفضت نسبة فيتامين C خلال الزمن عند كل درجة حرارة بشكل تدريجي انخفاضاً معنوياً ($P<0.05$) وذلك بسبب تحلل فيتامين C بارتفاع درجة الحرارة والزمن، وقد كانت أقل انخفاض كما يبين الجدول (3) عند درجة حرارة 65°C حيث وصلت قيمة فيتامين C الى (36.967) وكانت نسبة الاحتفاظ بفيتامين C عند هذه الدرجة 83.69%. وسجلت أقل نسبة لفيتامين C عند تركيز عصير الليمون بالغليان الجدول (4) عند الضغط الجوي

النظامي (5.10%)، وكذلك انخفضت نسبة الاحتفاظ بفيتامين C الى (11.5%). وهذه النتائج تتوافق مع دراسة حركية فقدان حمض الأسكوربيك في عصير الليمون عند درجات حرارة مختلفة وأشارت النتائج أن زيادة ادرجة الحرارة تزيد من معدل تحلل فيتامين C والتي أجريت من قبل (AL zubaidy and Khalil, 2005). مما سبق نلاحظ أن التركيز تحت التفريغ بانخفاض درجة الحرارة التي يتعرض لها العصير يحافظ على نسبة أعلى من فيتامين C في عصير الليمون المركز مقارنة مع التركيز بالغليان عند الضغط الجوي النظامي، حيث فقد فيتامين C في نهاية عملية التركيز ويعود ذلك الى أن ارتفاع الحرارة المستخدمة تعمل على فقدان حمض الأسكوربيك.

الجدول (3) تغير نسبة حمض الأسكوربيك في ونسبة الاحتفاظ عينات عصير الليمون المركز تحت التفريغ عند درجات حرارة مختلفة خلال الزمن

	درجة الحرارة °C													
	T-65		T-67		T-70		T-72		T-75		T-77		T-80	
الزمن (Minute)	فيتامين C mg/100g	نسبة احتفاظ %	فيتامين C mg/100g	نسبة احتفاظ %	فيتامين C mg/100g	نسبة احتفاظ %	فيتامين C mg/100g	نسبة احتفاظ %	فيتامين C mg/100g	نسبة احتفاظ %	فيتامين C mg/100g	نسبة احتفاظ %	فيتامين C mg/100g	نسبة احتفاظ %
0	44.2 ^A ±0.3	100	44.2 ^A ±0.3	100	100	44.2 ^A ±0.3	44.2 ^A ±0.2	100	44.2 ^A ±0.3	100	44.2 ^A ±0.3	100	44.2 ^A ±0.3	100
15	42.4 ^B ± 0.2	95.999	42.0 ^B ±0.2	95.2	93.8	41.4 ^B ±0.2	38.8 ^B ± 0.1	87.9	37.1 ^B ±0.1	83.999	35.7 ^B ± 0.2	80.8	32.5 ^B ± 0.1	73.6
30	40.7 ^C ± 0.2	92.2	40.0 ^C ±0.3	91	86.7	38.2 ^C ±0.3	34.5 ^C ± 0.1	78.1	33.3 ^C ±0.7	75.47	31.4 ^C ± 0.2	71	27.7 ^C ±0.2	62.7
45	39.2 ^D ±0.3	88.9	38.8 ^D ±0.4	87.8	81.1	35.8 ^D ±0.2	28.7 ±0.2	64.9	26.9 ^D ±0.1	60.905	24.4 ^D ±0.10	55.2	20.0 ^D ±0.3	45.4
60	38.3 ^E ± 0.2	86.8	36.9 ^E ±0.2	83.6	73.9	32.5 ^E ±0.1	24.1 ^E ± 0.1	54.7	21.8 ^E ±0.1	49.358	19.2 ^E ± 0.1	43.5	15.7 ^E ±0.2	35.6
75	36.9 ^F ± 0.3	83.7	35.9 ^F ±0.06	81.2	67	29.6 ^F ±0.2	19.6 ^F ± 0.1	44.4	17.8 ^F ±0.2	40.301	15.5 ^F ± 0.1	35.1	11.5 ^F ±0.06	26.1

كل قيمة من الجدول تمثل المتوسط الحسابي \pm الانحراف المعياري (n=3)

A,B,C.D.E.F.... القيم التي لا تتشارك بحرف من الأحرف الكبيرة في العمود الواحد تدل

على وجود فروق معنوية (P<0.05)

T-0 تدل على العصير الطبيعي، T-56 تدل على العصير المركز عند درجة حرارة 65⁰C،

.....

الجدول (4) تغير نسبة حمض الأسكوربيك في ونسبة الاحتفاظ عينات عصير الليمون المركز بالغلغان

T-110		
نسبة الاحتفاظ	فيتامين C mg/100g	الزمن (Minute)
100	44.2 ^A ± 0.3	0
64.0	28.3 ^B ± 0.2	15
38.7	17.1 ^C ± 0.1	30
11.6	5.1 ^D ± 0.1	45
-	-	60
-	-	75

T-110 تدل على العصير المركز بالغلغان عند الضغط الجوي النظامي.

تأثير طريقتي التركيز على لون عصير الليمون المركز

يبين الجدول (5) تأثير طريقتي التركيز على لون عصير الليمون المركز حيث بلغت الامتصاصية عند طول موجة 420nm للعصير الطبيعي (0.23) وهي قيمة قريبة من القيمة التي توصل اليها في دراسته حول المركبات النشطة بيولوجيا ومعايير الجودة لعصير الليمون (Ucan *et al.*, 2014)، ارتفعت قيمة الامتصاصية ارتفاعا معنويا حيث بلغت أعلى قيمة الامتصاصية عند تركيز عصير الليمون بالغلغان كما يتضح من الجدول (6) (2.65)، وكانت القيمة الأقرب للعصير الطبيعي عند التركيز بدرجة الحرارة 65°C حيث بلغت (0.23) ويلاحظ عدم وجود فروق معنوية عند درجات الحرارة

$^{\circ}\text{C}$ (65-67) والعصير الطبيعي وبالتالي فإن التركيز تحت التفريغ يحافظ على اللون أكثر من التركيز بالغليان عند الضغط الجوي النظامي يعزى التغيير في اللون إلى أن ارتفاع درجة الحرارة يؤدي إلى حدوث تفاعل ميلارد وتشكل الميلانويدينات Melanoidins والتي يتراوح لونها بين الأحمر والبنّي الغامق (Maskan,2006)، وإلى حدوث تحطم لحمض الأسكوربيك لأن هذه العملية تؤدي إلى ظهور الاسمرار اللاإنزيمي حيث تشكل المركبات الوسطية الناتجة عن تحطم حمض الاسكوربيك طلائع نشطة لعملية الاسمرار اللاإنزيمي (الباقوني ، 2005) .

الجدول (5) تأثير تركيز عينات عصير الليمون عند درجات حرارة مختلفة على لون العصير المركز

الامتصاصية	طول الموجة	درجة الحرارة $^{\circ}\text{C}$
$0.23^{\text{H}} \pm 0.02$	420	T-0
$0.27^{\text{GH}} \pm 0.03$	420	T-65
$0.37^{\text{G}} \pm 0.02$	420	T-67
$0.57^{\text{F}} \pm 0.02$	420	T-70
$0.83^{\text{E}} \pm 0.01$	420	T-72
$1.15^{\text{D}} \pm 0.15$	420	T-75
$1.82^{\text{C}} \pm 0,08$	420	T-77
$2.37^{\text{B}} \pm 0.02$	420	T-80

الجدول (6) تأثير تركيز عينات عصير الليمون بالغليان على لون العصير المركز.

الامتصاصية	طول الموجة	درجة الحرارة °C
$2.65^A \pm 0.05$	420	T-110

تأثير طريقتي تركيز عصير الليمون على الحموضة الكلية لعينات عصير الليمون المركز

يبين الجدول (7) تأثير طريقتي التركيز على الحموضة الكلية لعينات العصير المركز حيث تم قياس الحموضة الكلية للعينات مقدرة على أساس الحمض السائد في الليمون وهو حمض الليمون (الستريك)، بلغت قيمة الحموضة الكلية لعصير الليمون الطبيعي على أساس حمض الستريك (5.71 g/100ml) وهي أعلى من القيمة التي توصل إليها (Penniston *et al.*, 2008) في دراستهم حول محتوى المشروبات من حمض الستريك وفائدته في التغذية وتقييم تركيز حامض الستريك في عصائر الفاكهة المختلفة حيث بلغت (4.8 g/100ml)، ويعتمد محتوى العصير من الحموضة الكلية على عدة عوامل منها المناخ، الصنف و مرحلة النضج ، حيث أنه مع ازدياد عمر الثمرة يتناقص محتوى العصير من الحموضة الكلية (سمينة وعتمة، 2015). يوضح الجدول (8) ارتفاع قيمة الحموضة المعيارية ارتفاعاً معنوياً نتيجة التركيز بالغليان عند الضغط الجوي النظامي إلى القيمة (10.30)mg/100ml فعملية تبخر الماء أدت إلى تركيز الحموض العضوية في المركز الناتج، كما ارتفعت القيمة نتيجة التركيز تحت التفريغ ارتفاع معنوي احصائياً إلى القيمة (10.49) mg/100ml عند درجة 80°C ولم تكن هنالك فروق معنوية عند درجات حرارة (75-77) °C حيث كانت القيم على التوالي mg/100ml (10.54, 10.55) ولم تكن هنالك فروق معنوية عند درجات حرارية (65-67) °C،

حيث كانت القيم mg/100ml (10.77 ، 10.82) على التوالي كما هو مبين في الجدول (7)، كما لوحظ وجود فروق معنوية بين قيمة الحموضة الكلية في العصير المحضر بالطريقة الغليان والعصير المحضر تحت التفريغ، حيث كانت قيمة الحموض العضوية أقل في العصير الناتج بالطريقة بالغليان من قيمتها في العصير المحضر تحت التفريغ وذلك لجميع درجات الحرارة المدروسة، أي أن تخفيض درجة الحرارة المستخدمة في عملية التركيز يحافظ على نسبة أعلى من الحموض العضوية في العصير الناتج وهذا يحسن من جودة المنتج حيث تساهم هذه الحموض في التأثير على الصفات الحسية للفواكه ومنتجاتها (Poyrazoğlu *et al.*, 2002).

الجدول (7) تأثير تركيز عينات عصير الليمون تحت التفريغ عند درجات حرارة مختلفة على الحموضة الكلية

الحموضة الكلية (g /100ml)	درجة الحرارة °C
5.71 ^G ± 0.03	0
10.82 ^A ± 0.01	65
10.77 ^{AB} ± 0.01	67
10.72 ^B ± 0.02	70
10.66 ^C ± 0.02	72
10.55 ^D ± 0.02	75
10.54 ^{DE} ± 0.01	77
10.49 ^E ± 0.09	80

الجدول (8) تأثير تركيز عينات عصير الليمون تحت التفريغ عند درجات حرارة مختلفة على الحموضة الكلية

الحموضة الكلية (g /100ml)	درجة الحرارة °C
10.30 ^F ± 0.02	110

تأثير طريقتي التركيز على القدرة المضادة للأكسدة في عينات عصير الليمون المركزة يبين الجدول (9) تأثير طريقتي التركيز لعصير الليمون عند درجات حرارة مختلفة على القدرة المضادة للأكسدة. بلغت قيمة القدرة المضادة للأكسدة لعصير الليمون الطبيعي 53.1% هي قريبة من القيمة التي توصل إليها (Marin *et al.*,2002) حيث بلغت (52.0%)، ارتفعت قيمة القدرة المضادة للأكسدة نتيجة التركيز عند درجات حرارة مختلفة بشكل معنوي، وكانت أفضل قيمة له عند العينات المركزة بالتفريغ كما هو مبين في الجدول (9) عند درجة حرارة 65°C حيث بلغت 65.5% وعند درجات الحرارة °C (67, 70, 75, 80) إلى (63.7, 59.3, 56.3, 53.6%) على التوالي، أما في العينات المركزة بالغلجان يوضح الجدول (10) أن قيمة القدرة المضادة للأكسدة بلغت 50.1% وهذا يتفق مع (الشب،2013) في دراسته على مركز تحت التفريغ عصير التوت البري، ويمكن أن يكون السبب أن عملية التركيز تحت التفريغ تتم بدرجات حرارة منخفضة مقارنة من التركيز بليغان وبالتالي تحافظ على نسبة أعلى من المركبات الفعالة بيولوجيا كالفينولات وحمض الأسكوربيك والتي تعد مركبات المسؤولة عن النشاط المضاد للأكسدة في الأغذية (Miller and Rice ,1997)، وقد تبين أيضا أنه

بانخفاض درجة الحرارة المستخدمة أثناء التركيز تحت التفريغ ترتفع نسبة تثبيط الجدر الحر أما بالتركيز بالغليان فقد بلغت كما يوضح الجدول (10) (50.13%)

الجدول (9) تأثير تركيز عينات عصير الليمون تحت التفريغ عند درجات حرارة مختلفة على القدرة المضادة للأكسدة

DPPH%	درجة الحرارة °C
53.1 ^A ±0.1	T-0
65.5 ^B ±0.15	T-65
63.7 ^C ±0.1	T-67
59.3 ^D ±0.3	T-70
58.2 ^E ±0.2	T-72
56.3 ^F ±0.2	T-75
55.0 ^G ±0.1	T-77
53.6 ^H ±0.1	T-80

الجدول (10) تأثير تركيز عينات عصير الليمون بالغليان على القدرة المضادة للأكسدة

DPPH%	درجة الحرارة °C
50.1 ^I ±0.05	T-110

الاختبارات الميكروبيولوجية:

يبين الجدول (11) نتائج الاختبارات الميكروبيولوجية لعينات عصير الليمون المركز عند درجات حرارة مختلفة حيث تم تقدير التعداد الكلي للبكتيريا لعصير الليمون الطازج ولعينات العصير المركز عند درجات حرارة مختلفة، أظهرت النتائج أنه لم يكن هناك نمو

الأحياء الدقيقة في عينات العصير المركز بطريقة الغليان بالضغط الجوي النظامي أو المحضر تحت التفريغ ويعزى ذلك إلى انخفاض قيمة الـ pH للعينات حيث تؤثر شوارد الهيدروجين في شحنات المواد الغروية للغشاء الخلوي ، يؤدي إلى تغير في نفوذية الجدار الخلوي كما أن التأثير المشترك للحرارة والـ pH يثبط الأحياء الدقيقة حيث تحدث درجات الحرارة العالية تغيرات غير عكوسة كتخثر البروتين (صادق وكشعاري، 2005)

الجدول (11) نتائج الاختبارات الميكروبيولوجية لعينات عصير الليمون المركز تحت التفريغ عند درجات حرارة مختلفة

التعداد العام للفطور	التعداد العام للبكتريا	درجة الحرارة °C
1.2×10^{3A}	A_0	T-0
A_0	A_0	T-65
A_0	A_0	T-67
A_0	A_0	T-70
A_0	A_0	T-72
A_0	A_0	T-75
A_0	A_0	T-77
A_0	A_0	T80

الجدول (12) نتائج الاختبارات الميكروبيولوجية لعينات عصير الليمون المركز بالغليان

التعداد العام للفطور	التعداد العام للبكتريا	درجة الحرارة °C
A_0	A_0	T-110

خامساً: الاستنتاجات والتوصيات

خلُصت هذه الدراسة التجريبية في تركيز عصير الليمون بطريقتين مختلفتين، طريقة التركيز بالغليان عند الضغط الجوي النظامي وطريقة التركيز تحت التفريغ باستخدام درجات حرارة مختلفة إلى النتائج والمقترحات الآتية:

- تركيز عصير الليمون يحافظ على العصير من الناحية الميكروبيولوجية ويمنع نمو المستعمرات الجرثومية بسبب ارتفاع المادة الصلبة المنحلة وقيمة الـ pH
- تحضير عصير الليمون المركز بطريقة التركيز تحت التفريغ يحافظ على القدرة المضادة للأكسدة بشكل ملحوظ مقارنة بالتركيز بالغليان وكانت أفضل قيمة له عند درجة حرارة 65°C
- يحافظ التركيز تحت التفريغ على نسبة عالية من فيتامين C حيث كانت أعلى نسبة احتفاظ به عند درجة حرارة 65°C حيث بلغت 83.69 %
- يحافظ التركيز تحت التفريغ على لون جيد مقارنة بطريقة التركيز بالغليان في الضغط الجوي النظامي
- يمكن الحصول بطريقة التركيز تحت التفريغ على منتج ذو مواصفات جيدة وقيمة غذائية مقبولة مقارنة بطريقة التركيز بالغليان في الضغط الجوي النظامي

التوصيات

- متابعة دراسة عصير الليمون المركز تحت التفريغ خلال التخزين والتغيرات التي تطرأ عليه
- العمل على دراسة جدوى اقتصادية لإنتاج عصير الليمون المركز
- دراسة إمكانية تركيز عصير الليمون عند ضغوط وشروط أخرى

المراجع

1. الباقوني محمد رياض، 2005 كيمياء الأغذية الجزء النظري، منشورات جامعة- البعث، كلية الهندسة الكيميائية والبترولية، 468 صفحة.
2. الشب ، نور ، 2013 التركيب الكيميائي والخصائص الفيزيائية لثمار توت العليق- الطازجة والمخزنة والمصنعة. أطروحة ماجستير، جامعة البعث، سورية.
3. سمينة غياث ، عتمة راما ، 2015 تأثير معاملات تصنيع عصير الرمان في-النشاط المضاد للأكسدة وعلاقته بالفينولات، مجلة جامعة دمشق للعلوم الزراعية ، المجلد 31 ، العدد 3 ، الصفحات. 167-176
4. صادق شريف، كشتعاري محمود، 2005 علم الأحياء الدقيقة القسم النظري،-منشورات جامعة البعث، كلية الهندسة الكيميائية والبترولية، 242 صفحة.
5. وزارة الزراعة والإصلاح الزراعي، مديرية زارعة طرطوس، البيانات الصادرة عن مكتب -الحمضيات في طرطوس لعام 2009

المراجع الأجنبية

1. .Abbasi,.A, Niakousari,.M, Electron. J. Environ..**Effects of L-Ascorbic Acid, Bentonite and Gelatin on Clarification of Apple Concentrate and Optimization with Desirability Function.** Agric. Food Chem. 61741–1735(2007)
2. Adnan, A., Mushtaq, M., and Islam, T. (2018). Chapter 12. Fruit Juice Concentrates. Fruit Juices, Government College University, 217-240.
3. Albrigo LG.(1972). **Distribution of stomata and epicuticular wax on oranges as related to stem end rind breakdown and water loss.** J Am Soc Hortic Sci 97:220–3
4. Al-Zubaidy, M. M., & Khalil, R. A. (2007). **Kinetic and prediction studies of ascorbic acid degradation in normal and concentrate local lemon juice during storage.** Food Chemistry, [101](#)(1), [254-259](#)
5. Al-Mutairi, S. K., and Al-Jasser, M. S. (2012). **Effect of using rotary evaporator on date dibs quality.** Journal of American Science, 8(11), 587-594.
6. AOAC 17th edn, 2000,- Official method 942.15 Acidity (Titrable) of fruit products read with A.O.A.C. official method 920. 149 Preparation of test sample.
7. AOAC. 2005. Official methods of analysis. 18th Edition. Association of Official Analytical Chemists, Washington, DC, Method 935.14 and 992.24
8. .Artes-Hernandez, F, Rivera-Cabrera,F ,. Kader A.A, Postharvest Biol. **Quality retention and potential shelf-life of fresh-cut lemons as affected by cut type and temperature.** Technol. 43 (2007) 245–254.
9. Aturki Z., Brandi V., Sinibaldi M., Agric J..**Separation of Flavanone-7-O-glycoside Diastereomers and Analysis in Citrus Juices by Multidimensional Liquid Chromatography**

- Coupled with Mass Spectrometry** Food Chem. 52 (2004) 5303–5308
10. Bazaria, B., and Kumar, P. (2016). **Compositional Changes in Functional Attributes of Vacuum Concentrated Beetroot Juice.** Journal of Food Processing and Preservation, 40(6), 1215–1222.
11. Behrens W.A., Madere R., Anal. Biochem. **A highly sensitive high-performance liquid chromatography method for the estimation of ascorbic and dehydroascorbic acid in tissues, biological fluids, and foods** 165 (1987) 102–107.
12. Burdurlu H.S., Koca N., Karadeniz F., J. **Degradation of vitamin C in citrus juice concentrates during storage** Food Eng. 74 (2006) 211–216.
13. Cemerog˘lu, B., and Artik, N. (1990). **The Effects of Heating and Storage Conditions on Pomegranate (Punica granatum) Anthocyanins .** Gida ,15(1), 13–19.
14. Elhadad, A. S., Alwakdi, O. M., Abusheta, A., and Abdulsalam, F. (2013). **Effect of Vacuum Concentration on the Properties of Apricot and Peach Juices.** In 3rd International Conference on Ecological, Environmental and Biological Sciences, Hong Kong (China). 26-27.
15. Elik, A., Yanık, D. K., Maskan, M., and G˘g˘ş, F. (2016). **Influence of three different concentration techniques on evaporation rate, color and phenolics content of blueberry juice.** Journal of food science and technology, 53(5), 2389-2395.
16. Gil, M. I., Tomas-Barberan, F. A., Hess-Pierce, B., Holcroft, D. M., and Kader, A. A. (2000). **Antioxidant activity of pomegranate juice and its relationship with phenolic composition and processing.** Journal of Agricultural and Food chemistry, 48(10), 4581-4589.

17. Gonzalez-Molina, E., Dominguez-Perles, R., Moreno, D. A., & Garca-Viguera, C.(2010). **Natural bioactive compounds of Citrus limon for food and health**. Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis, 51(2), 327–345.
18. Huang, S.; Liu, X.; Xiong, B.; Qiu, X.; Sun, G.; Wang, X.; Zhang, X.; Dong, Z.; Wang, Z. **Variation in limonin and nomilin content in citrus fruits of eight varieties determined by modified HPLC**. Food Sci. Biotechnol. 2019, 28, 641–647
19. Hui , Y. H . 2006.**Horticultural and Quality Aspects of Citrus Fruits** , In:Handbook of Fruits and Fruit Processing , Barta JF , Cano PR , (eds.), Marcel Dekker, Inc., New York, pp.295.
20. ISO 4833:2003-Microbiology of food and animal feeding stuffs - Horizontal method for the enumeration of microorganisms - Colony-count technique at 30 °C
21. ISO 7954:1987-Microbiology - General guidance for enumeration of yeasts and moulds - Colony count technique at 25 °C
22. ISO 6887-1:1999 -Microbiology of food and animal feeding stuffs - Preparation of test samples, initial suspension and decimal dilutions for microbiological examination - Part 1.
23. Jiao, B., Cassano, A., and Drioli, E. (2004). **Recent advances on membrane processes for the concentration of fruit juices: a review**. Journal of food engineering, 63(3), 303-324.
24. Jaju, N. S., Patel, S. S., Birwal, P., Deshmukh, G., Sukhdev, B. S., & Nema, P. K. (2017). **Effect of Vacuum Evaporation Concentration on Lycopene Content and Rheological Properties of Watermelon Juice**. Int. J. Pure App. Biosci, 5(3), [1018-1024](#)
25. MarIn F.R, M. Martinez, T. Uribesalgo, S. Castillo, M.J. Frutos. **Changes in nutraceutical composition of lemon juices**

- according to different industrial extraction systems.** Food Chem. 78 (2002) 319–324.
26. Mahmoud, M. H., Seleet, F. L., and Foda, M. I. (2017). **Effect of different concentration techniques on some properties of fresh and stored pomegranate juice.** Asian Journal of Scientific Research, 10(4), 290–298.
27. Maskan, M., (2006). **Production of pomegranate (Punica granatum L.) juice concentrate by various heating methods: Colour degradation and kinetics.** Journal of Food Engineering, 72(3), 218-224.
28. Marin, F. R., Martinez, M., Uribealago, T., Castillo, S., & Frutos, M. J. (2002). **Changes in nutraceutical composition of lemon juices according to different industrial extraction systems.** Food chemistry, 78(3), [319-324](#).
29. Miller, N. J., and Rice-Evans, C. A. (1997). **The relative contributions of ascorbic acid and phenolic antioxidants to the total antioxidant activity of orange and apple fruit juices and blackcurrant drink.** Food Chemistry, 60(3), 331-337.
30. Mónica Giusti, M., and Wrolstad, R. E. (2005). **Characterization and Measurement of Anthocyanins by UV-visible Spectroscopy.** Handbook of Food Analytical Chemistry, 2(2), 19–31.
31. Özkan, G., Sagdic, O., Baydar, N. G., and Baydar, H. (2004). **Note: Antioxidant and antibacterial activities of Rosa damascena flower extracts.** Food Science and Technology International, 10(4), 277-281.
32. Ozaki Y., Miyake M., Inaba N., Ayano S., Ifuku Y., Hasegawa S., **Limonoid glucosides of Satsuma mandarin (Citrus unshiu Marcov.) and its processing products,** ACS Symp. Ser. (2000) 107–119

33. Poyrazoğlu, E., Gökmen, V., and Artık, N. (2002). **Organic Acids and Phenolic Compounds in Pomegranates (*Punica granatum* L.) Grown in Turkey.** Journal of Food Composition and Analysis, 15(5), 567–575.
34. Penniston, K. L., Nakada, S. Y., Holmes, R. P., & Assimos, D. G. (2008). **Quantitative assessment of citric acid in lemon juice, lime juice, and commercially-available fruit juice products.** Journal of Endourology, 22(3), 567-570.
35. Ranganna S, Govindarajan VS, Ramana KVR. 1983. **Citrus fruits—varieties, chemistry, technology, and quality evaluation. Part II. Chemistry, technology, and quality evaluation. A. Chemistry.** Crit Rev Food Sci Nutr 18:313–86.
36. Robards, K.; Antolovich, M. **Analytical chemistry of fruit bioflavonoids. A review.** Analyst 1997, 122, 11–34.
37. Robertson, G. L., & Samaniego-Esguerra, C. M. (1990). **Effect of soluble solids and temperature on ascorbic acid degradation in lemon juice stored in glass bottles.** Journal of Food Quality, 13(5), 361-374.
38. Surin S, Thakeow P, Seesuriyachan P, Angeli S, Phimolsiripol Y (2014) **Effect of extraction and concentration processes on properties of longan syrup.** J Food Sci Technol 51: 2062-2069
39. Uçan, F., Ağçam, E., & Akyildiz, A. (2016). **Bioactive compounds and quality parameters of natural cloudy lemon juices.** Journal of food science and technology, 53(3), 1465-1474.
40. Vanamala J, L. Reddivari, K.S. Yoo, L.M. Pike, B.S. Patil, J. Food Compos. Anal. 19 (2006) 157–166..
41. Vanamala J, L. Reddivari, K.S. Yoo, L.M. Pike, B.S. Patil, J. Food Compos. Anal. 19 (2006) 157–166..
42. Yousefi, S., Emam-Djomeh, Z., Mousavi, S. M. A., and Askari, G. R. (2012). **Comparing the effects of microwave and conventional heating methods on the evaporation rate and**

**quality attributes of pomegranate (Punica granatum L.)
juice concentrate.** Food and bioprocess technology, 5(4),
1328-1339.

