

ISSN:2226-0722

المجلد ٣ العدد ٢

٢٠١٦



المجلة العراقية للبحوث الصناعية



email: jiir@crid.industry.gov.iq
www.crid.industry.gov.iq

تصدر عن هيئة البحث والتطوير الصناعي / وزارة الصناعة والمعادن

Vol.3 No.2

2016

ISSN:2226 - 0722



JOURNAL OF IRAQI INDUSTRIAL RESEARCH

Issue by: Corporation of Research and Industrial Development
Ministry of Industry and Minerals
email: jiir@crid.industry.gov.iq
www.crid.industry.gov.iq

Vol.3 No.2 2016

Journal of Iraqi Industrial Research

رئيس هيئة التحرير

الدكتور المهندس مظهر صادق سبع التميمي

مدير عام هيئة البحث والتطوير الصناعي

معاون رئيس التحرير

الخبير ماجد حسن علي

هيئة البحث والتطوير الصناعي

سكرتير التحرير

السيدة ربي عبد الرسول احمد

هيئة البحث والتطوير الصناعي

الهيئات الاستشارية

الجامعات العراقية

- ١- د. علي مطشر موسى / الجامعة التكنولوجية
- ٢- د. عبد الحسين موبت / جامعة بغداد
- ٣- د. مازن عمانويل الياس / جامعة بغداد.
- ٤- د. غسان حميد عبد المجيد / وزارة التعليم العالي والبحث العلمي .
- ٥- د. هادي طارش زبون / الجامعة التكنولوجية.
- ٦- د. محمد عبد عطية السراج / جامعة بغداد.

وزارة الصناعة والمعادن

- ١- د. سالم خليل اسماعيل
- ٢- د. جاسم محمد سلمان

الاستشاريين الدوليين

- ١- د. سابو توماس / جامعة المهاتا غاندي
- ٢- د. جمعة سليمان / الجامعة الوطنية الماليزية

هيئة التحرير

وزارة الصناعة والمعادن

- ١- د. فارس عبد الكريم حبيب
- ٢- الخبير رزاق عبيس
- ٣- د. ايناس محجن نعمان
- ٤- د. احمد انور علوان
- ٥- السيد رياض محمد نعمان
- ٦- الاستشاري الدكتور علوان نصيف
- ٧- الاستشاري الدكتور مالك ناهي
- ٨- الاستشاري الخبير اسامة عبد المجيد

الجامعات العراقية

- ١- د. عماد عبد الحسين / جامعة النهريين
- ٢- د. علي هادي عبد المنعم / الجامعة التكنولوجية
- ٣- د. ستار بدر سدخان / جامعة بابل
- ٤- د. احمد عبد الرسول احمد / جامعة بغداد
- ٥- د. سعد عبد الرضا / الجامعة المستنصرية
- ٦- د. عبد الكريم عبد الرحمن / جامعة النهريين
- ٧- د. تغريد هاشم النور / كلية ابن الهيثم / جامعة بغداد
- ٨- د. ابتهاج عبد الرحيم / كلية الطب البيطري / جامعة بغداد

تعليمات النشر

يرجى أتباع التعليمات التالية قبل تقديم ورقتك العلمية للنشر. إن ترتيب أبواب بحثك العلمي ينبغي أن يكون كما موضح في أدناه. ينبغي كتابة البحث العلمي بصورة دقيقة وبلغة علمية خالية من الأخطاء. يقدم البحث مكتوباً ومطبوعاً على ورقة من حجم (A4) معدة باستخدام برنامج التحرير (Microsoft Word) وباستخدام الخط العربي من اعدادات (Simplified Arabic) حجم ١٠ نقطة في عموم المتن (الا في حالة العنوان وغيره) اذا كان البحث مكتوباً باللغة العربية. أما للبحث المكتوب باللغة الانكليزية فتكون اعدادات اللغة هي (Time New Roman, 10 regular) ما عدا العناوين وغيرها. ستكون بحاجة الى تقديم أربع نسخ ورقية من بحثك خلال فترة التقييم. أما بخصوص البحث الذي خضع للتقييم وتم اجراء التعديلات النهائية عليه فعليك تقديم نسخة الكترونية على قرص ليزري اضافة الى نسخة ورقية. يتم تقديم البحوث إما عن طريق البريد الالكتروني jiir@crd.industry.gov.iq أو البريد الاعتيادي كما معنون أدناه.

المجلة العراقية للبحوث الصناعية
وزارة الصناعة والمعادن/هيئة البحث والتطوير الصناعي
الجادرية/ مجمع وزارة العلوم والتكنولوجيا
بغداد - العراق

يرجى تقديم طلب رغبتك بنشر بحثك العلمي في المجلة العراقية للصناعة في ورقة مفردة معنونة الى مدير هيئة التحرير أو أحد أعضاء هيئة التحرير.

تعليمات أعداد الورقة العلمية (البحث):

– **العنوان:** يتألف من عدد محدود من الكلمات ولا يزيد عن عشرين كلمة ويعبر بشكل دقيق وموجز عن مضمون البحث المقدم. العنوان الانكليزي يكتب في حالة الاحرف الابتدائية الكبيرة باستثناء حروف الجر والعطف والربط مثل (as, because, for, or, and, in). للكلمات المفصولة بفاصلة (-) يكون حرفي البداية كبيرة اما الكلمة الثانية فتكون صغيرة الاحرف اذا كانت الكلمة فعل. يجب أن لا يحوي العنوان على كلمات مثل "أصيل" غير مسبوق "متميز" ولا مختصرات غير معرفة.

حجم الخط: ١٤ نقطة. نوع الخط: غامق.

– **أسم الباحث:** يذكر أسم الباحث كاملاً دون مختصرات الا في حالة النشر باللغة الانكليزية. لا يذكر عنوان الباحث أو درجته العلمية ويشار بعلامة فارقة الى الباحث المسؤول عن المراسلات بينه وبين المجلة العراقية للصناعة ويكون نائباً عن بقية المساهمين في البحث أمام هيئة تحرير المجلة. كما يقع على عاتقه مسؤولية ابلاغ بقية الباحثين المساهمين بنتائج التقييم العلمي والتعديلات المطلوبة.

حجم الخط: ١٠ نقطة. نوع الخط: عادي.

– **عنوان مقر عمل الباحث الوظيفي:** يذكر عنوان مقر عمل الباحث الوظيفي مباشرة تحت أسمه. يبدأ العنوان بالقسم العلمي – الكلية – الجامعة – المدينة – البلد.

– **مائل:**

– **مثال:**

على احمد سعيد^{١*}, رائد نوري محمد^٢

١ قسم الكيمياء, جامعة بغداد, الجادرية, بغداد, العراق.

٢ مركز بحوث ابن البيطار, هيئة البحث والتطوير الصناعي, وزارة الصناعة والمعادن, بغداد, العراق.

– **العنوان الالكتروني:** ينبغي ادراج البريد الالكتروني للباحث المسؤول عن المراسلة في أسفل الصفحة الاولى بعد أسماء الباحثين وعناوينهم.

حجم الخط: ١٠ نقطة. نوع الخط: مائل.

– **الخلاصة:**

يجب ان تحتوي الخلاصة على الأقل ٢٠٠ كلمة وعلى الباحث ان يوضح النقاط المهمة من أهداف للبحث المطلوب ونتائجه العملية واستخداماته ولا تحتوي الخلاصة على مصادر.

نوع الخط: Simplified Arabic. حجم الخط: ١٠ نقطة. مسافة الخط: single.

– **الكلمات المفتاحية:** يكون الباحث بحاجة الى أربع كلمات مفتاحية على الاقل ذات وينبغي أن تكون الكلمات ذات دلالة مباشرة لمضمون البحث وموضوعه العلمي.

حجم الخط: ١٠ نقطة. نوع الخط: عادي.

الترتيب للبحث

مقدمة

التجارب العلمية

النتائج والمناقشة

الاستنتاجات

شكر وتقدير

المصادر

في حالة البحث باللغة الانكليزية تكتب الخلاصة بالعربي وتوضع في نهاية البحث والعكس يعمل به أيضاً.

– **المتن:** ويتألف من الفصول التالية الذكر. تكون عناوين الفصول غير مرقمة ومرتبطة وفق حجم خط ١٠ نقطة غامق. أما العناوين الفرعية فيمكن ترقيمها بالحروف الابجدية. تسلسل الفصول: المقدمة، الطرق العلمية أو المختبرية، النتائج والمناقشة: الاستنتاجات، الشكر (أن وجد)، المراجع.

– **متن البحث يكتب بخط حجم ١٠ عادي من اعدادات (Simplified Arabic).**

– **الاشكال والجداول:** يتم ترتيبها بشكل متناسق مع المتن ويذكر الشكل أو الجدول بعد أقرب نهاية جملة. يشار في أقرب هامش اذا كان الشكل أو الجدول مأخوذاً من مصدر آخر. وينبغي الإشارة في المتن الى جميع الأشكال المدرجة في البحث.

– **الأشكال:** يكون الشكل واضح المعالم حتى عند تكبيره ولا يوضع بداخل مربع ويكون المربع هو تنمة ضلعي محاور الرسم الرأسية والأفقي المتقابلتين (لذا لا يتم وضع اطار خارجي للشكل الا في الحالات القصوى). يتم اعداد الأشكال في ملفات مفصولة من نوع (tif) عالية الدقة. أما الجدول فيدرج ضمن المتن. **عنوان الشكل يدرج في أسفل الشكل بحجم خط ١٠ نقطة غامق.** يجب أن تكون عناوين المحاور الرأسية والأفقية مقروئة بشكل واضح وذات اعدادت ثابتة في جميع الأشكال.

– **الجداول:** ترتب الجداول بشكل واضح لتخدم عرض المعلومات بشكل غير مربك. أما **عنوان الجدول فيكون في أعلى الجدول. يكتب العنوان بخط حجم ١٠ غامق.** يتم استخدام الشبكة البسيطة (grid) الخالية من الظل أو الخطوط المزدوجة بحيث تتيح قراءة المعلومات الموجودة داخل الجدول. **يوضع عنوان كل حقل في المنتصف وبحجم ١٠ نقطة غامق** ويحتوي على وحدات القياس.

– **المراجع:** تدرج المراجع في نهاية البحث العلمي ويرقم كل مرجع برقم منفرد موضوع بين قوسين مربعين []. يشار الى كل مرجع داخل المتن بنفس رقمه في نهاية البحث (فصل "المراجع"). تذكر المراجع بالشكل التالي:

١. المجلة العلمية

[١] أسم المؤلف، "عنوان البحث"، المجلة العلمية، المجلد، رقم الصفحة الاولى – رقم الصفحة الأخيرة، رقم المجلد و السنة. [١] عدنان احمد خضر، "دراسة بعض الخواص الفيزيائية لمتراكبات بوليميرية"، المجلة العراقية للبحوث الصناعية ، ٥ (٢٠١٤) ٧-١٤.

٢. الكتاب

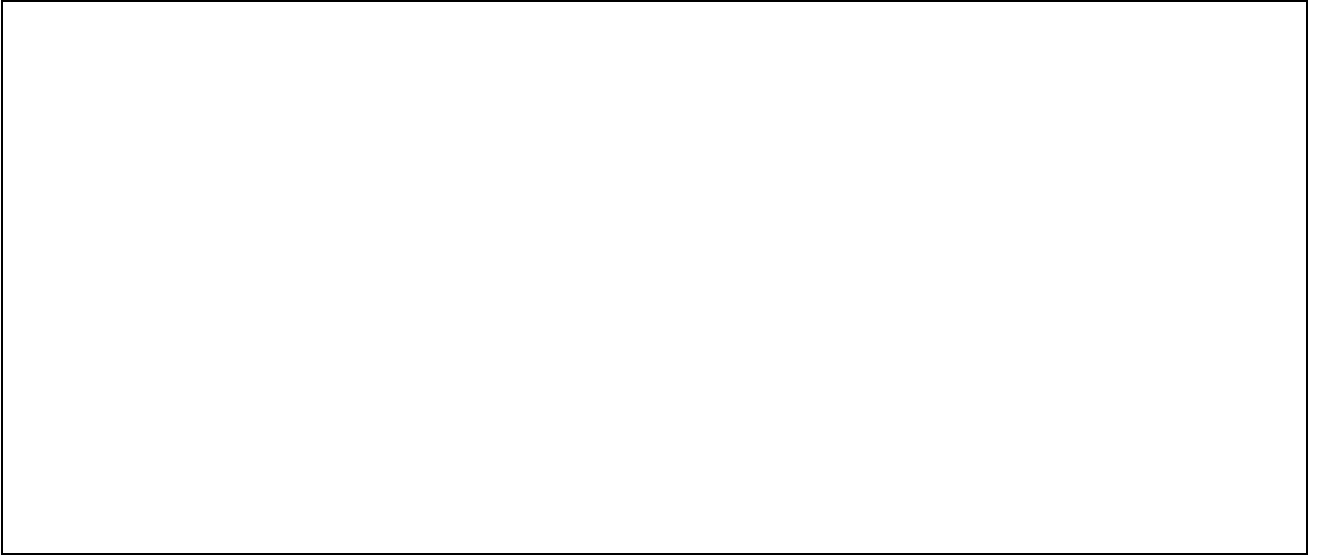
[١] أسم المؤلف، "عنوان الكتاب"، الناشر، المجلد، رقم الصفحة ذات الصلة بالمرجع أو بداية ونهاية الفصل المعني، السنة. [١] نعمان احمد وجمال رياض، "البلاستيك واستعمالاته"، دار النصر للطباعة والنشر والتوزيع، ص ٤٨، (٢٠١٤).

المراجع المأخوذة من مجلدات المؤتمرات تكتب كما هو في أعدادات مراجع الكتب أعلاه باضافة رقم المجلد بعد جهة النشر.

• تكتب الخلاصة للبحث وعنوانه وأسماء الباحثين وعناوين مقر عملهم الوظيفي باللغة الانكليزية في حالة البحث باللغة العربية وتوضع في النهاية بعد المصادر.

المحتويات

الصفحة	عنوان
١	١- تصميم وتصنيع منظومة فحص كفاءة أجهزة الحماية في المكائن الكهربائية كاظم محمد عبد , حسن علي موسى , رياض عبد الله حسين , عبد الله سعيد خليل نور رشيد عباس
٧	٢- أستنباط تركيبية دوائية من معلق الثوم والميترونيدازول ١٠% رحيم جبار موسى , زينب فاروق عبد الحميد , عبد الامير حمود سعد , احمد جبير عيسى
١٣	٣- تحسين مقاومة الصناديق الكرتونية المنتجة في الشركة العراقية لصناعة الكرتون لامتصاص الماء رياض مجيد علوان, د.حارث ابراهيم الشمري , علي جاسم رزوقي, رواء عبد الله, حسين علي حسين
٢٤	٤- تعزيز فعالية المضاد الحيوي نيومايسين بمستخلصات اوراق نبات الشب الليل ضد بكتريا العنقوديات الذهب لمى ذنون صالح الزبيدي
٣٤	٥- دراسة تأثير التشعيع بالفا على الخصائص التركيبية لاغشية ثنائي اوكسيد القصدير الملدنة النقية والمشوبة بالانديوم والمحضرة بطريقة الطلاء الدوراني عدوان نايف حميد علياء حامد علي صباح جلال فتحي





دراسة التشعيع بجسيمات الفا على الخصائص التركيبية لأغشية ثنائي أكسيد القصدير المدلنة النقية والمشوبة بالأنديوم والمحضرة بطريقة الطلاء الدوراني

عدوان نايف حميد¹, علياء حامد علي¹, صباح جلال فتحي²

¹ قسم الفيزياء, كلية العلوم, جامعة تكريت, تكريت, العراق

² قسم الفيزياء, كلية العلوم, جامعة كركوك, كركوك, العراق

Email: adwanayef@yahoo.co.uk

الخلاصة:

استخدمت طريقة الطلاء الدوراني لتحضير أغشية ثنائي أكسيد القصدير النقية المشوبة بالأنديوم بنسبتي (2.5% و 5.0%). ان جميع الأغشية المحضرة لدنت عند درجة حرارة (500°C) وبزمن مقداره (60 min). استخدمت تقنية حيود الأشعة السينية لدراسة الخصائص التركيبية للأغشية المدلنة النقية والمشوبة بالأنديوم والمشعة بجسيمات الفا، وأثبتت النتائج أن هذه الاغشية متعددة التبلور ومن النوع المعيني وبالاجته السائد (020). لقد أدت زيادة نسبة التشويب بالانديوم الى (5.0%) الى نقصان في شدة الاتجاه (020) مقارنة مع الاغشية النقية والمشوبة بنسبة (2.5%)، فضلاً عن ذلك فان معدل الحجم الحبيبي تناقص مع زيادة نسبة التشويب. أما بالنسبة لنتائج فحوصات مجهر القوة الذرية فقد بينت أن الحجم الحبيبي (وبشكل عام) أكبر مما في حالة نتائج حيود الاشعة السينية، وهذا الحجم يقل أيضاً بزيادة نسبة التشويب بالأنديوم. لقد وجد أن درجة خشونة سطح الافلام تزداد بعد تعريضها لجسيمات الفا.

الكلمات المفتاحية: أغشية ثنائي أكسيد القصدير | الطلاء الدوراني | التشويب بالأنديوم | حيود الأشعة السينية | الخصائص التركيبية | مجهر القوة الذرية | الحجم الحبيبي.

©2016 Commission of Research and Industrial Development. All rights reserved.

1. المقدمة:

استخدمت أكاسيد التوصيل الكهربائي الشفافة بشكل واسع في التطبيقات العلمية نظراً لما تتمتع به من خصائص مناسبة لتطبيقات متعددة. يعتبر ثنائي أكسيد القصدير (SnO_2) واحد من أهم هذه الاكاسيد سواء كان على شكل أكسيد القصدير أو ضمن مركبات، وقد استخدم في الطلاء المضاد للانعكاس وفي المتحسسات الكيميائية والخلايا الشمسية والمتحسسات الغازية كأقطاب توصيل شفافة وكنواخذ حرارية في المركبات الفضائية. تعد الأغشية الرقيقة واحدة من الفروع المهمة في فيزياء الحالة الصلبة التي تتعامل مع أغشية ذات سمك قليل جداً يتراوح بين عشرات النانومترات و يضع المايكرومترات [1, 2]، حيث ترسب على مواد صلبة تعرف بقواعد الأساس (Substrate) ويعتمد نوع قاعدة الأساس على نوع المادة المرسبة وعلى طبيعة الدراسة أو التطبيق، ومن مواد هذه القواعد الزجاج والسليكون وبعض الأملاح والمعادن والبوليمرات [3]. لقد أسهمت تقنية الأغشية الرقيقة إسهاماً كبيراً في دراسة أشباه الموصلات التي بدأ الاهتمام بها منذ أوائل القرن التاسع عشر [4] إذ استخدمت الأغشية الرقيقة للإستعاضة عن كثير من اجزاء الدوائر الالكترونية التي تعطي صفات مماثلة بكفاءة أعلى مثل: المقومات (Rectifiers) والمتسعات (Capacitors) والترانزستورات (Transistors) والحاسبات الرقمية (Digital computers) واجهزة الاستساخ (Photocopiers) والتصوير الفوتوغرافي (Photographic imaging)، كذلك استخدمت في طلاء العدسات والمرايا والمرشحات لبعض الاطوال الموجية ذات المواصفات الخاصة للاستفادة منها في: الخلايا الضوئية (Photocells) والخلايا الشمسية (Solar cells) والكواشف (Detectors) بشكل عام [5]. وقد استطاع الباحث (McMasters) عام (1942) أن يحضر أغشية رقيقة من ثنائي أكسيد القصدير للمرة الأولى. درس ثنائي أكسيد القصدير بشكل واسع، وتوسعت تطبيقاته حتى شمل استخدامه نواخذ موصلة في تكنولوجيا الخلايا الضوئية. لثنائي أكسيد القصدير تطبيقات عديدة إذ استخدم في النبايط الكهرو بصرية وفي نبايط تحويل الطاقة المباشرة في (موصل - عازل - موصل) في المجمعات الشمسية [6, 7]. ويعد ثنائي أكسيد القصدير مادة حساسة لمختلف الغازات مما أدى الى اجراء بحوث كثيرة عليه لاستخدامه في مجال متحسسات الغازات (Gas sensors) [8]. وقد استخدم مؤخراً في تصميم الأجهزة الباعثة للأشعة فوق البنفسجية (UV) وثنائيات الليزر (Laser diodes) [9].

2. الجزء العملي

حضرت أغشية ثنائي أوكسيد القصدير الرقيقة بطريقة الطلاء الدوراني الكيميائي (Spin coating)، واستخدمت في تحضيره مادة كلوريدات القصدير المائية النقية $(\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$ بنقاوة (99.5%). إن مادة كلوريدات القصدير عبارة عن مسحوق أبيض سريع الذوبان في الماء، وزنها الجزيئي (225.6456 g/mol). حضر المحلول بتركيز مولاري مقداره (0.5 mol/L) بإضافة (4.58 g) منها الى (40 ml) من الميثانول، وقد استخدمت المعادلة رقم (1) للحصول على الوزن المطلوب المراد إذابته ضمن المعيارية المذكورة آنفاً [10]:

$$M = (W_t / M_{wt}) \cdot (1000/V) \dots\dots\dots (1)$$

حيث أن:

M: التركيز المولاري (mol/L).

W_t : الوزن المطلوب إذابته (g).

M_{wt} : الوزن الجزيئي للمادة (g/mol).

V: حجم الماء المقطر الذي أذيبت فيه كلوريدات القصدير (ml).

خط المحلول باستخدام خلاط مغناطيسي (Magnetic stirrer) لمدة (60 min)، وبعد إكمال عملية الإذابة حصل على محلول رائق عديم اللون. حضر محلول مشوب بمادة كلوريد الانديوم (InCl_3) ذي الوزن الجزيئي (221.179 g/mol) ونسبتي تشويب (2.5% و 5.0%)، وحضر بإذابة (0.11g) و (0.22g) من كلوريد الانديوم في (40 ml) من الميثانول أضيف الى محلول كلوريد القصدير للحصول على نسبتي التشويب المذكورتين آنفاً، وكان سمك الاغشية المحضرة بحدود (1.5 μm). لقد كانت سرعة الدوران اثناء رش المحلول (3000 rpm) وزمن دوران مقداره (30 sec). بعد انتهاء عملية تحضير الاغشية، جففت ولدنت على النحو التالي: بعد الرش الاولي للأغشية، وضعت في فرن كهربائي عند درجة حرارة (100°C) لمدة (10 min) ثم عند درجة حرارة (150°C) لمدة (20 min). أعيدت عملية التجفيف نفسها بعد الرش الثانية. أما مايتعلق بالتلدين، فقد لدنت جميع الاغشية عند درجة حرارة (500°C) لمدة (60 min). بعد عمليتي التجفيف والتلدين شععت جميع الأغشية بجسيمات ألفا، أثناء التشعيع وضع المصدر المشع على بعد (0.29 cm) من العينة وبذلك تكون الطاقة الساقطة على العينة (5.37 MeV) ومقدار الفعالية الإشعاعية (330 kBq) والجرعة الإشعاعية (5 Gy) وزمن التعريض (27 Sec).

3. النتائج والمناقشة:

تمت دراسة الخصائص التركيبية لأغشية ثنائي أوكسيد القصدير النقية والمشوبة بالانديوم والملدنة عند درجة حرارة (500°C)، قبل وبعد التشعيع بجسيمات الفا. من خلال استعمال تقنية حيود الأشعة السينية (X-ray diffraction) حسب المسافة بين المستويات البلورية ومعدل الحجم الحبيبي. واستخدم مجهر القوة الذرية (Atomic Force Microscope – AFM) لحساب الحجم الحبيبي (Grain Size – GS) ومعدل خشونة السطح (Average surface roughness) ومعدل الجذر التربيعي (Root mean square).

نتائج حيود الأشعة السينية

لدراسة نمط حيود الأشعة السينية لأغشية ثنائي أوكسيد القصدير، استخدم جهاز توليد الأشعة السينية، نوع (PHILIPS PW 1840). حيث أظهرت نتائج الفحوصات التركيبية باستخدام هذه التقنية إن اغشية ثنائي أوكسيد القصدير الملدنة بدرجة حرارة (500°C) لمدة زمنية مقدارها (60 min) النقية والمشوبة بالانديوم هي ذات طبيعة متعددة التبلور (Polycrystalline) وبتركيب معيني. ويمثل الشكل (1) أطراف حيود الأشعة السينية لأغشية ثنائي أوكسيد القصدير النقية والمشوبة بالانديوم بنسبتي تشويب (2.5% و 5.0%). لوحظ من الشكل وجود قمم حيود تناظر المستويات (020) و (041) وبالاتجاه التفضيلي (020)، وعند المقارنة مع البيانات المتوفرة في بطاقة

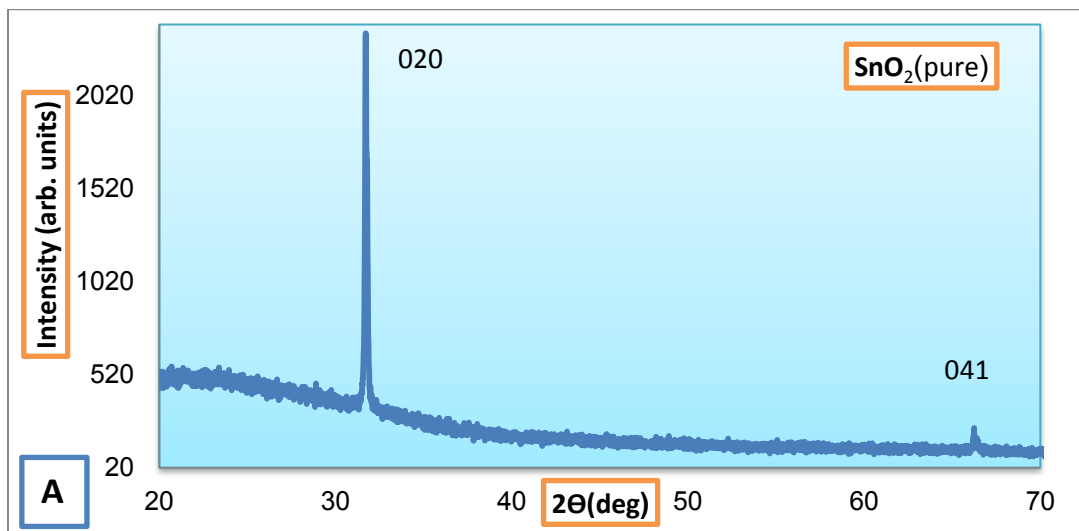
(International Centre for Diffraction Data – ICDD) المبينة في الجدول رقم (1) وجد ان نتائج هذا البحث متوافقة الى حد كبير مع بيانات هذه البطاقة

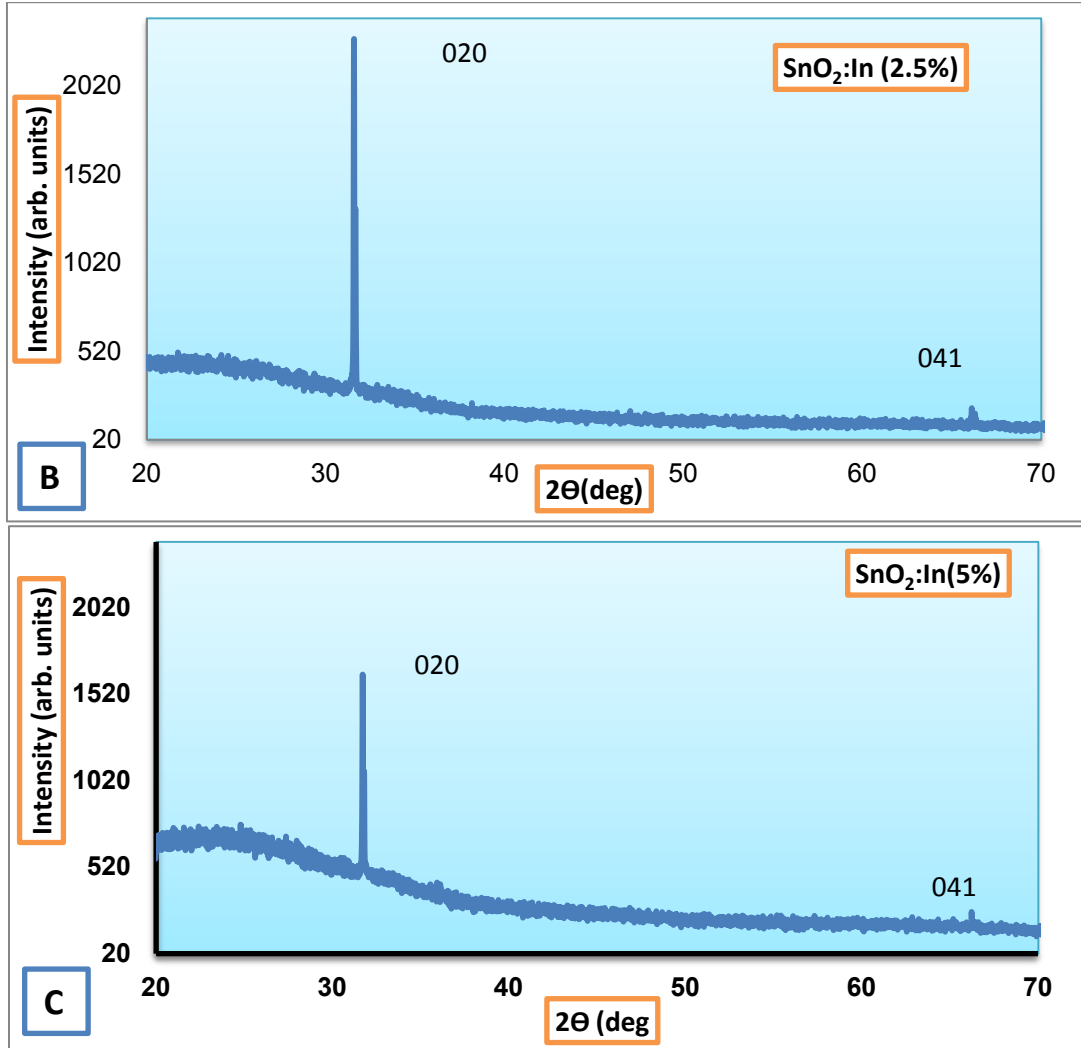
جدول رقم (1) بيانات بطاقة ICDD لثنائي أوكسيد القصدير المرقمة (29.1484).

29-1484		Wavelength=1.54056				i
SnO ₂		2θ	I _{int}	h	k	L
Tin Oxide		24.434	30	1	1	0
		29.919	100	1	1	1
		31.237	5	0	2	0
Rad :	λ:	Filter :	d-sp			
:			34.344	25	0	0
			35.773	20	0	2
Cut off		I _{int} Estimation	38.016	10	0	1
I _{hkl} cor:			42.611	15	1	1
Ref Suito, K. et al., Mater. Res. Bull., 10, 677 (1975)			47.123	5	0	2
			50.107	5	2	0
System: Orthorhombic	S.G.:		51.657	20	1	3
a: 4.714	b: 5.727	c: 5.214	52.260	25	2	0
0.9104		A: 0.8231	53.277	20	2	1
		C:	58.846	15	1	1
α:	β:	γ:	62.165	5	2	2
		Z= 4	62.444	10	0	2
Ref Ibid.		mp:	63.540	15	1	3
			63.930	15	3	1
Dx : 7.110	Dm : SS/FOM: F ₂ = 12(0.024, 78)		67.803	5	0	4
			75.583	5	2	2
Pattern synthesized at 800°C and 158 kbar. Form II. C.D.			78.843	5	3	3
Cell: a=5.214, b=5.727, c=4.714, a/b= 0.9104, c/b= 0.8231,			80.594	5	2	4
S.G.= . Mwt: 150.69. Volume [CD]: 140.76.			84.923	5	2	0

ICDD ©1997 JCPDS - International Centre for Diffraction Data. All rights reserved
PCPDFWIN v. 1.30

Fig. IV. 5. Fiche JCPDS du SnO₂ (orthorhombique).





الشكل رقم (1) يبين حيود الأشعة السينية لأغشية ثنائي أكسيد القصدير المملنة: (A) النقي و (B) المشوب بالإنديوم بنسبة تشويب 2.5% و (C) المشوب بالإنديوم بنسبة تشويب 5.0%.

حسب معدل الحجم الحبيبي (GS) باستخدام علاقة شرر التالية:

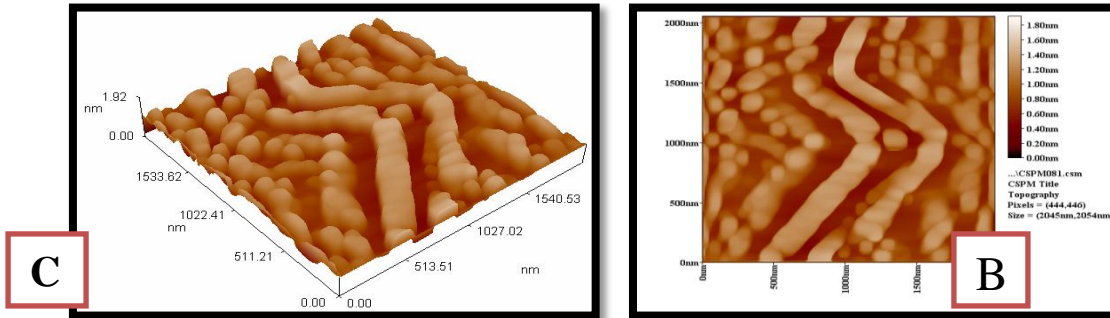
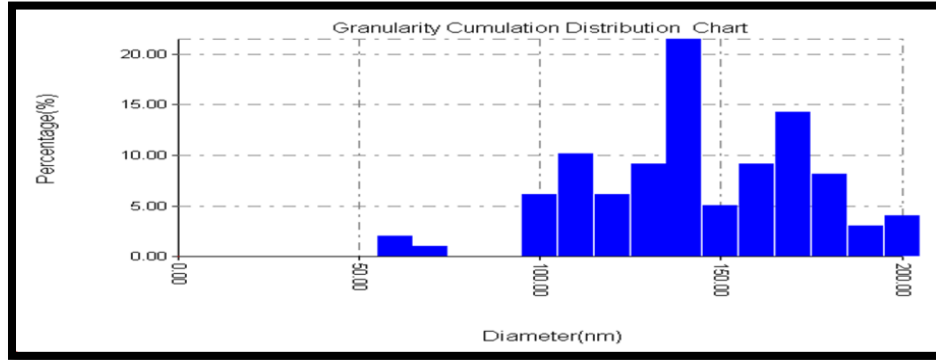
$$GS = \frac{0.9\lambda}{\beta \cos \theta_B} \dots \dots \dots (2)$$

ووجد أن الحجم الحبيبي يقل بزيادة نسبة التشويب بالإنديوم وتزداد كل من الزاوية (2θ) وعرض القمة لمنتصف المنحني (FWHM)، وكما مبين في الجدول رقم (2)، حيث يتناسب الحجم الحبيبي عكسياً مع عرض القمة لمنتصف المنحني، وهذا يتفق مع ما توصلت إليه الدراسات السابقة [11, 12].
الجدول رقم (2) يبين النتائج التي حصل عليها من حيود الأشعة السينية لعينات نقية ومشوبة ومملنة بدرجة حرارة (500°C).

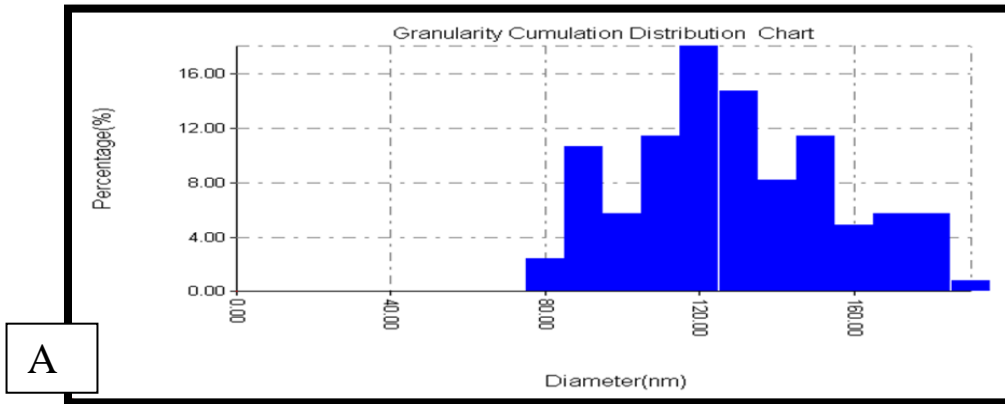
Sample Number	Sample Name	2θ (deg)	d (020) (Å)	FWHM (020) (deg)	(GS) Nm
1	SnO ₂ (pure)	31.697	2.820	0.0624	132.3
2	SnO ₂ :In(2.5%)	31.709	2.819	0.078	105.92
3	SnO ₂ :In(5%)	31.698	2.820	0.078	105.91

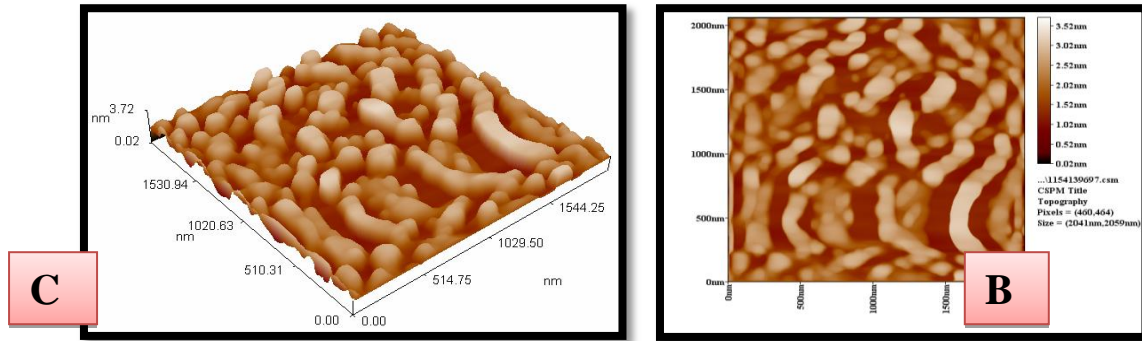
مجهر القوة الذرية

استخدم مجهر القوة الذرية (AFM Scanning probe Microscope AA 3000 SPM) المجهر من قبل شركة (Angstrom Advanced Inc) الألمانية، لدراسة التركيب البلوري السطحي لأغشية ثنائي أكسيد القصدير المدنة عند درجة حرارة (500°C) لفترة زمنية قدرها (60 min)، النقية والمشوبة بالأنديموم قبل وبعد التشيع بجسيمات الفا. حسب الحجم الحبيبي ومعدل خشونة السطح ومعدل الجذر التربيعي. يبين الشكلين (2) و (3) مخطط لنسبة توزيع الحبيبات بعد واحد وصورتين إحداهما ببعدين (2D) والآخرى بثلاثة أبعاد (3D) لأغشية نقية غير مشعة ومشعة بجسيمات الفا. أما الشكلين (4) و (5) فانهما لأغشية مشوبة بنسبة تشويب (2.5%) قبل وبعد التشيع بجسيمات الفا. والشكلين (6) و (7) لأغشية مشوبة بنسبة تشويب (5.0%) قبل وبعد التشيع بجسيمات الفا.

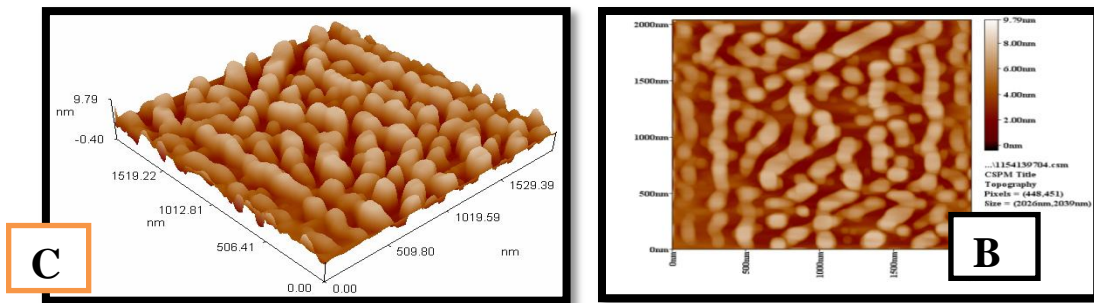
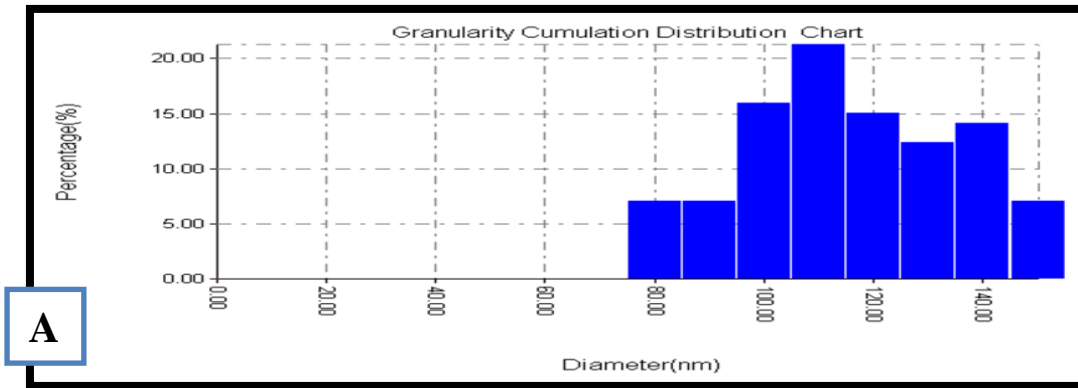


الشكل رقم (2) يبين نتائج مجهر القوة الذرية لسطح غشاء ثنائي أكسيد القصدير النقي قبل التشيع بجسيمات الفا. حيث يمثل كل من: (A) مخطط نسبة توزيع الحبيبات بعد واحد و (B) صورة ببعدين و (C) صورته بثلاثة ابعاد.

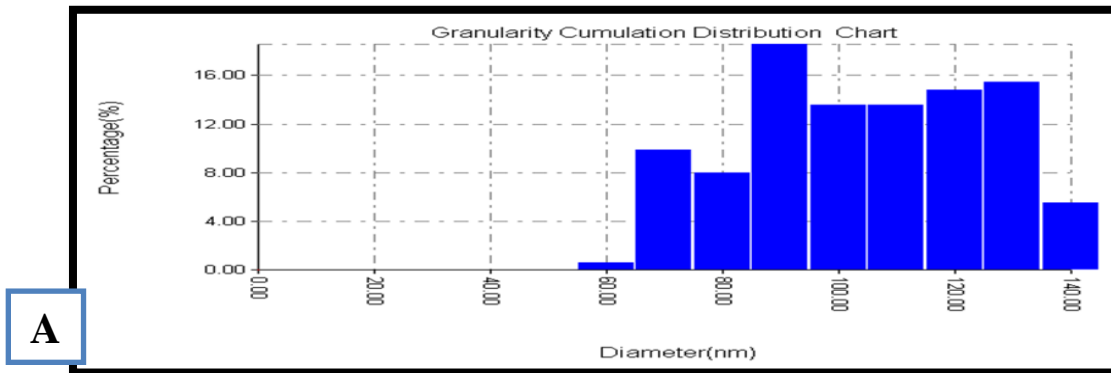


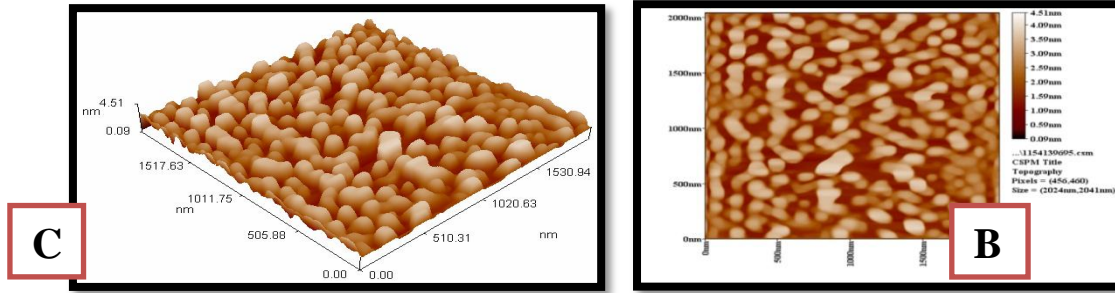


الشكل رقم (3) يبين نتائج مجهر القوة الذرية لسطح غشاء ثنائي أكسيد القصدير النقي بعد التشعيع بجسيمات الفا. حيث يمثل كل من: (A) مخطط نسبة توزيع الحبيبات بعد واحد و (B) صورة ببعدين و (C) صورته بثلاثة ابعاد.

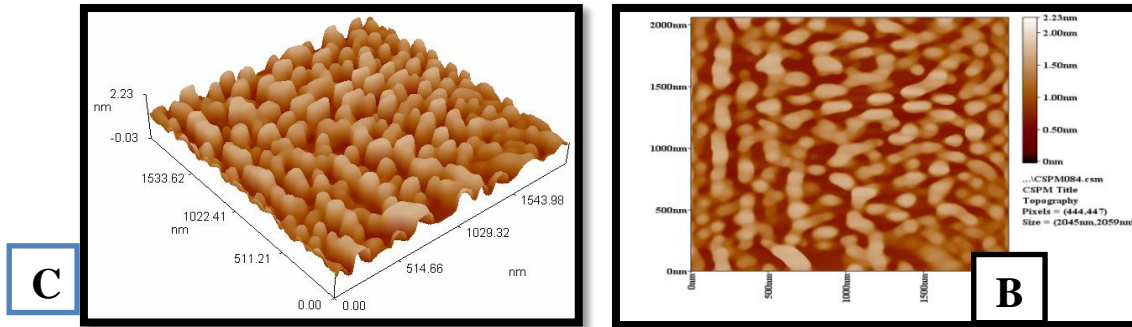
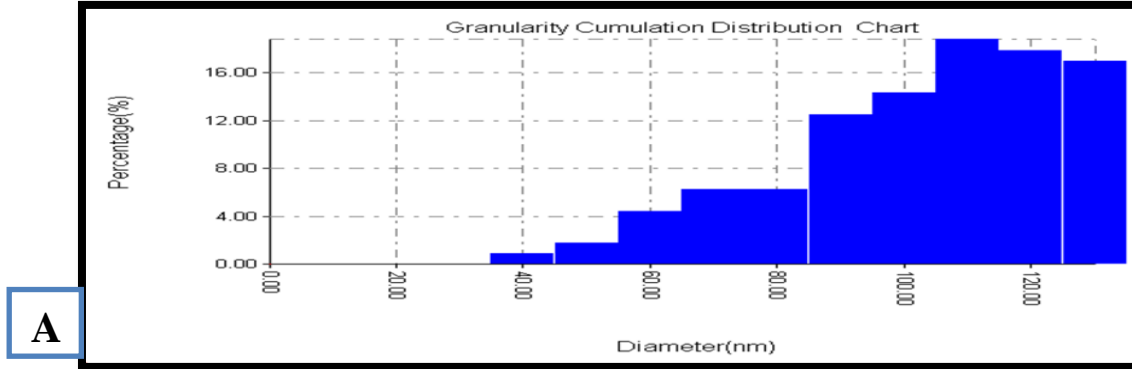


الشكل رقم (4) يبين نتائج مجهر القوة الذرية لسطح غشاء ثنائي أكسيد القصدير المشوب بالأندسيوم بنسبة (2.5%) قبل التشعيع بجسيمات الفا. حيث يمثل صورته بثلاثة ابعاد. (C) صورة ببعدين و (B) مخطط نسبة توزيع الحبيبات بعد واحد و (A) كل من:

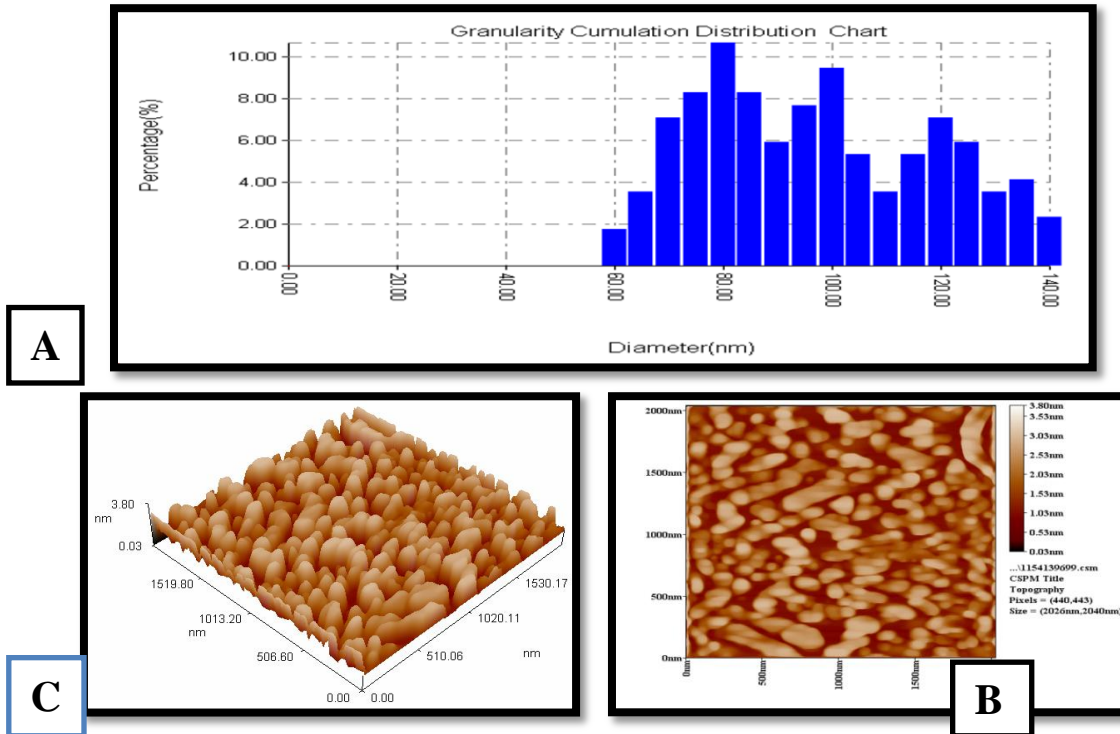




الشكل رقم (5) يبين نتائج مجهر القوة الذرية لسطح غشاء ثنائي أكسيد القصدير المشوب بالأنديوم بنسبة (2.5%) بعد التشيع بجسيمات الفا. حيث يمثل كل من: (A) مخطط نسبة توزيع الحبيبات ببعد واحد و (B) صورة ببعدين و (C) صورته بثلاثة ابعاد.



الشكل رقم (6) يبين نتائج مجهر القوة الذرية لسطح غشاء ثنائي أكسيد القصدير المشوب بالأنديوم بنسبة (5.0%) قبل التشيع بجسيمات الفا. حيث يمثل كل من: (A) مخطط نسبة توزيع الحبيبات ببعد واحد و (B) صورة ببعدين و (C) صورته بثلاثة ابعاد.



الشكل رقم (7) يبين نتائج مجهر القوة الذرية لسطح غشاء ثنائي أكسيد القصدير المشوب بالانديوم بنسبة (5%) بعد التشعيع بجسيمات الفا. حيث يمثل كل من: (A) مخطط نسبة توزيع الحبيبات ببعد واحد و (B) صورة ببعدين و (C) صورته بثلاثة ابعاد.

يتبين من الجدولين رقم (3) و (4) أن معدل خشونة السطح ومتوسط الجذر التربيعي تزداد قيمتها عند التشويب وكذلك بعد التشعيع بجسيمات الفا. ان تفسير ذلك هو حدوث النمو البلوري للحبيبات بشكل عمودي على السطح، وهذا يتفق مع [13]. اما من ناحية التشويب فعند مقارنة النتائج التركيبية التي حصلنا عليها باستخدام كلا من حيود الأشعة السينية ومجهر القوة الذرية نلاحظ ان هناك توافق فيما بينهما، حيث ان الحجم الحبيبي يقل بزيادة التشويب، وذلك لان نصف قطر أيون المادة الشائبة (الانديوم) اكبر من نصف قطر أيون المادة المضيفة (ثنائي أكسيد القصدير)، حيث ان المادة الشائبة تدخل في تركيب بلورة المادة المضيفة مما يؤدي الى نقص الحجم الحبيبي [14]. وسبب كون معدل الحجم الحبيبي المقاس بمجهر القوة الذرية اكبر من معدل الحجم الحبيبي المقاس باستخدام حيود الأشعة السينية، لأن مجهر القوة الذرية يقيس حجم الحبيبات عند سطح الغشاء بينما يقوم حيود الأشعة السينية بقياس حجم الحبيبات في داخل الغشاء، وتكون عادة الحبيبات عند سطح الغشاء اكبر من حبيبات المناطق الداخلية، وذلك لان المعاملة الحرارية عند تجفيف الأغشية وتلدينها ادت الى التقليل من العيوب البلورية وهذا بدوره ادى الى زيادة حجم الحبيبات، اضافة الى ان حبيبات السطح تمتلك حرية نمو اكثر من الحبيبات التي بداخل الغشاء [15].

جدول رقم (3) نتائج مجهر القوة الذرية لأغشية ثنائي اوكسيد القصدير النقية والمشوبة بالانديوم قبل التشعيع بجسيمات الفا.

Sample Number	Sample Name	Average Surface Roughness (nm)	Root Mean Square (nm)	Average Grain Size (nm)
1	SnO ₂ (Pure)	0.53	0.60	132.92
2	SnO ₂ :In(2.5%)	0.64	0.74	99.45
3	SnO ₂ :In(5.0%)	0.54	0.62	94.83

جدول (4) نتائج مجهر القوة الذرية لأغشية ثنائي اوكسيد القصدير النقية والمشوبة بالانديوم بعد التشعيع بجسيمات الفا.

Sample Number	Sample Name	Average Surface Roughness (nm)	Root Mean Square (nm)	Average Grain Size (nm)
1	SnO ₂ (Pure)	0.22	0.25	138.37
2	SnO ₂ :In(2.5%)	1.45	1.67	101.83
3	SnO ₂ :In(5.0%)	0.28	0.32	97.80

4. الاستنتاجات

1. اظهرت نتائج حيود الأشعة السينية أن أغشية ثنائي أكسيد القصدير النقية والمشوبة بالأندسيوم المرسبة على قواعد زجاجية والمحضرة بطريقة الطلاء الدوراني ذات تركيب متعدد التبلور، وبيّنت النتائج وجود قمم حيود تناظر المستويين (020) و (041) وبالاتجاه التفضيلي (020).
2. ادى التشويب بالأندسيوم الى زيادة عرض المنحني لمنتصف القمة في منحني حيود الأشعة السينية مما يدل على نقصان الحجم الحبيبي وكذلك ادى التشويب الى زيادة قيمة الزاوية 2θ .
3. ان الشدة للغشائين المشوبين بالأندسيوم هي اقل مما هي عليه في الغشاء النقي.
4. بينت نتائج قياسات مجهر القوة الذرية ان الحجم الحبيبي بشكل عام اكبر مما في حالة حيود الأشعة السينية وهذا الحجم يقل ايضا بزيادة نسبة التشويب بالأندسيوم، اما بالنسبة لتعرض الأغشية لأشعة الفا فقد وجدنا بان السطح يصبح اكثر خشونة بعد التشيع مما كان عليه قبل التشيع.

5. المصادر

- [1] O. Heavens, "Thin Film physics", John Wiley and Sons Inc., New York, (1973).
- [2] R. Ueda and J. B. Millin, "Crystal Growth and Characterization", McGraw-Hill, (1975).
- [3] S. Salaman, "Preparation and study of some semiconducting properties of CuI (Se_xT_{1-x}) Thin Films", M.Sc. Thesis, College of Science, Al-Mustaniriya University, (1998).
- [4] M. Ali, "Theoretical study for the Heterojunction (n-amorphous/p crystalline Silicon)", M.Sc. Thesis, College of Science, Al-Mustansiriya University, (1996).
- [5] L. Eckortova, "Physics of Thin Films", (plenum press, (1977).
- [6] S. Shanthi, C. Subramanian and P. Ramasmy, "Investigation on the optical properties un-doped fluorine doped and antimony doped tin oxide films", Cryst. Res. Technol., Vol. 34 (1999) pp. 1037-1046.
- [7] K. Von Rottkay and M. Rubin, "Optical indices of pyrolytic Tin-Oxide glass", Mater. Res. Soc. Proc., Vol. 426 (1996) p. 449.
- [8] E. Elangovan, M. P. Singh, M. S. Dharaprakah and K. Ramamurthi, "Some physical properties of spray deposited SnO_2 Thin Films", J. of Optoelectronics and Advanced Material, Vol. 6, No. 1 (2004) p. 197-203.
- [9] M. Gaidi, A. Hajjaji, My Ali El Khakani. B. Chenevier, M. Labeau, and B. Bessai, "Optical Properties Tuning of SnO_2 Films by Metal Incorporation (Pt,Pd): Correlation with Microstructure Change", Japanese Journal of Applied Physics, Vol.48 (2009) pp. 1-5.
- [10] د. مهدي ناجي و د. عصام جرجيس و د. كاظم العبيدي و د. حبيب عبد الاحد، "الكيمياء اللاعضوية"، وزارة التعليم العالي والبحث العلمي – الجمهورية العراقية (1982).
- [11] H. Rezvani "The effect of deposition parameters on the sensing behaviors of the SnO_2 :Cu nano-structure thin films including CO_2 -gas sensor" Indian Journal of Science, Vol. 3 No. 6 (2010) ISSN: 0974- 6846.
- [12] Jae Cheon Sohn, Sung Eun Kim, Zee Won Kim and Yun Sik Yu, "H₂S Gas Sensing Properties of SnO_2 :CuO Thin Film Sensors Prepared by E-beam Evaporation", Transactions on Electrical and Electronic Materials, Vol. 10, No. 4, August 25, (2009).
- [13] Arijit Chowdhuri, Divya Haridas , K. Sreenivas and Vinay Gupta, "Mechanism of Trace Level H₂S Gas Sensing using RF Sputtered SnO_2 Thin Films with CuO Catalytic Overlayer", International Journal on Smart Sensing and Intelligent Systems, Vol. 2, No. 4, December (2009).
- [14] Lijun Li, Ke Yu, A-Zhang Tang, Ziqiang Zhu and Qing Wan, "Room-temperature ferromagnetism properties of Cu-doped SnO_2 Nanowires", Department of Electronic Engineering, Hunan University, Ministry of Education of China, Journal of Applied Physics, 107 (1010) p. 14303.
- [15] M. Batal, G. Nashed and Fares Haj Jneed, "Electrical Properties of Nanostructure Tin Oxide Thin Film Doped with Copper Prepared by Sol-Gel Method" Department of Physics, College of Science, University of Aleppo, Syria Lat. Am. J. Phys. Educ. Vol. 6, No. 2, June (2012).

Study the Effect of Alpha Particles Irradiation on the Structural Properties of Annealed Pure and Doped Tin Dioxide Thin Films Prepared by Spin Coating Method

Adwan N. Hameed¹ Aliaa H. Ali¹, Sabah J. Fathi²

¹ *Department of Physics, College of Science, Tikrit University, Tikrit, Iraq*

² *Department of Physics, College of Science, Kirkuk University, Kirkuk, Iraq*

Abstract

Spin coating method was used to prepare pure and indium doped thin films of tin dioxide. All pure and doped thin films have been annealed at (500°C) for a period of (60 min). X-ray diffraction technique used to study the structural properties of all annealed, pure, doped and alpha particle irradiative tin dioxide thin films. The results show that the structure of all thin films is polycrystalline, with orthorhombic structure and the preferred orientation is along (020) plane. An increase of indium doping concentration to (5.0%) caused a decrease in the intensity of (020) peak comparing with the pure and (2.5%) indium doped films. In addition, the average grain size also decreases with the increasing indium doping concentration. In general, the results of atomic force microscope show that the grain sizes are larger than the grain size was calculated by X-ray diffraction, and also the grain size decreases with increasing indium concentration. We found that the average surface roughness increased due to alpha particle irradiation.

Keywords: |Tin dioxide films | spin coating | doping by indium | X-ray diffraction | structural properties | atomic force microscope | alpha irradiation |



ISSN 2226-0722

Journal of Iraqi Industrial Research



استنباط تركيبة دوائية من معلق الثوم و الميترونيدازول 10%

رحيم جبار موسى*, زينب فاروق عبدالحميد, عبدالامير حمود سعد, احمد جبير عيسى

قسم العقاقير, مركز الادوية البيطرية, هيئة البحث والتطوير الصناعي, الجادرية, بغداد, العراق

*Email: rahimjabbar@yahoo.com

الخلاصة:

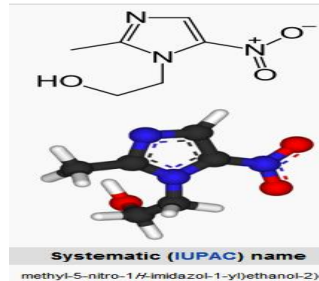
حضرت تركيبة دوائية بشكل معلق بيطري مكون من Metronidazole بتركيز (5%) والثوم بتركيز (5%). لعلاج الاصابات الفطرية والبكتريا اللاهوائية والاصابات التي ينتج عنها الاسهال في والخيول والحيوانات الحقلية والحيوانات الصغيرة كالكلاب والقطط وطيور الزينة. الثوم يعمل كمضاد حيوي لوجود مادة (Allicin) و (ZAS) التي تعمل فعل المضاد الحيوي ضد البكتريا والفطريات والاولالي والفايروسات. لدى Metronidazole قابلية جيدة للتعاون مع باقي المضادات الحيوية في زيادة القدرة العلاجية ضد البكتريا وخصوصا اللاهوائية. والمادتان سريعتا الامتصاص في الامعاء ولهما القدرة على معالجة الالتهابات الناتجة عن الاصابات الطفيلية. بالنظر لتوفر مادة الثوم وسهولة الحصول عليها واستخلاصها ولفعاليتها التآزري مع مادة الميترونيدازول في زيادة الفعالية العلاجية ضد مسببات المرضية، ولوجود العديد من الامراض التي تسبب الاسهال للحيوانات وهذا يحتاج الى معالجة سريعة للحفاظ على الحيوان وقدرته الانتاجية. ولأن الثوم يحتوي على مجموعة فيتامينات تفيد الحيوان بعد تعرضه للاصابات المرضية وحالات الاسهال مما يعوضه عن فقدانها لهذا وجدت اهمية المستحضر. أجريت العديد من الفحوصات على التركيبة الدوائية المعتمدة اولاً في قسم السيطرة في المركز وكانت النتائج جيدة ومن ثم ارسلت الى شركة ابن سينا العامة لغرض فحصها بجهاز HPLC وتبين احتواء الثوم على مجموعتين فعالة يتطابق فعلها ويعزز عمل الميترونيدازول بلغت الفعالية المختبرية (100%) والحدود الدستورية هي بين (90-110)%. ارسلت عينات عدد ثمانية لغرض الفحص السريري الى المستشفيات البيطرية لدراسة فعالية المستحضر على الحيوانات مباشرة عولجت حالات فردية من عجول تعاني اعراض الاسهال ناتج عن التهاب الامعاء وكانت استجابتها العلاجية جيدة واعطت نتائج ايجابية بعد استخدامه بإشراف بيطري في المستشفيات البيطرية التابعة لوزارة الزراعة/دائرة البيطرة وفقاً للنشرة الدوائية المرفقة مع الدواء.

الكلمات المفتاحية: | الثوم | الاسهال | الميترونيدازول |

©2016 Commission of Research and Industrial Development. All rights reserved.

1. المقدمة:

الميترونيدازول: مضاد حيوي الاسم التجاري له Flagyl والاسم العلمي (2-methyl-5-nitro-1H-imidazol-1-yl)ethanol (IUPAC) -2 وفيه مجاميع فعالة مثل النترو والهيدروكسي وحلقة اميدازول كما مبين في الشكل (1)



شكل رقم (1) التركيب الفضائي والبلوري لمضاد Metronidazole

عادة يستخدم لعلاج الالتهابات والعدوى البكتيرية اللاهوائية والاولي , وله تأثيرات مضادة للالتهاب في الامعاء , يقتل المكروبات البكتيرية عن طريق تعطيل الحمض النووي , يمتص بسرعة من الجهاز الهضمي ويستقلب في الكبد ويفرز في البول والبراز . لكون المترونيديازول من المضادات الحيوية القليلة التي لديها القدرة على معالجة البكتريا اللاهوائية لذا يستخدم مع المضادات الحيوية الاخرى ليعطي تأثير واسع على البكتريا الهوائية واللاهوائية [1]

الثوم (Allium sativum) Garlic نبات عشبي من النباتات الحولية المعمرة من فصيلة الزنبقيات وتنتشر زراعته في جميع أنحاء العالم. [2] من مركباته الأساسية اللين Alliin و اللينيز Alliinase و أليسين Alicin و سكوردينين Scordinins سيلينيم Seliennium. [2] ومجموعة من الفيتامينات أ ، ب ، ج ، هـ [3] يعمل الثوم على تطهير الجهاز الهضمي، ولذلك فإنه يستخدم للقضاء على المكروبات المعوية الضارة مثل: الدوسنتاريا، والكوليرا، والتيفود، والبارا تيفود. ولذلك فإنه يوصى بأكله للوقاية من هذه الأوبئة.. كما يعمل على تطهير الأمعاء من البكتريا والفطريات المسببة للعفونة. ويوصف لعلاج الاسهال [4] يعتبر معظم الباحثين الثوم من المضادات الحيوية مثل باقي المضادات الحيوية الاخرى .اذ يعمل مضاد بكتيري , مضاد للفايروسات ومضاد للفطريات (Antibacterial), (Antiviral), و[3] (Antifungal) ثبت أن رائحة الثوم كافية لقتل بعض المكروبات، وأن هذه الرائحة بمجرد استنشاقها تمتزج بالدم وتطهره من المكروبات.[5]

الاستطبابات:

- مضاد التهابات
- الاصابات الناتجة عن البكتريا اللاهوائية في الامعاء وخاصة الاجزاء العلوية
- اصابات الاوالي المختلفة
- فعالية علاجية عالية لمرض الجيارديا
- نقص الفيتامينات

2. الجزء العملي

- حضر مستخلص الثوم المائي بطريقة العصر الجاف باستخدام آلة العصر اليدوي .
- اضيف المترونيديازول الى الماء بكمية قليلة ومن ثم اضيفت مواد المعلق مع الخلط المستمر بجهاز خلط السوائل
- اضيفت المواد الحافظة مع استمرار الخلط
- عبأت بقناني زجاجية معتمة
- لتحضير (100) ملليتر يحتاج الى:

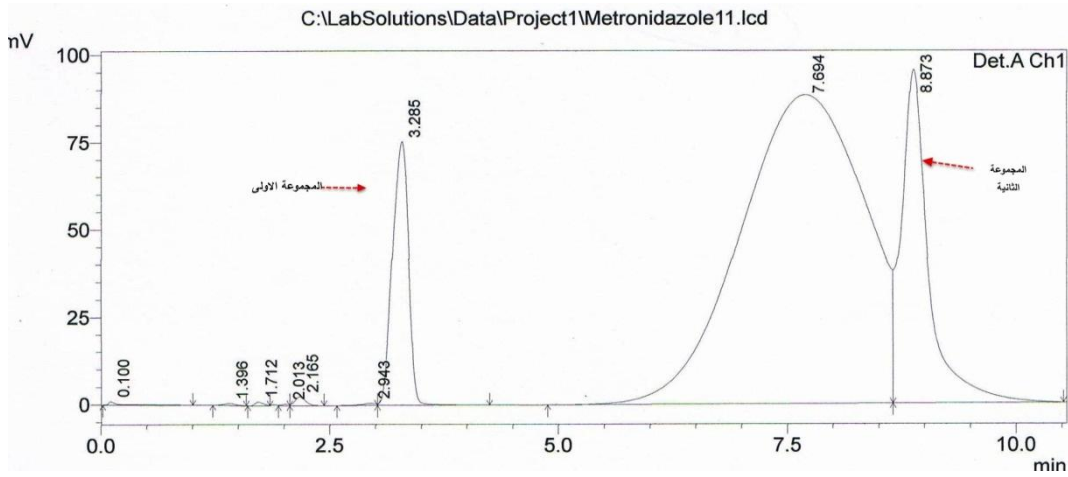
المادة	الكمية
مترونيديازول	5 غم
الثوم	5 مللتر
المواد العالق والمواد الحافظة	
الماء المقطر	يكمّل الى 100 مللتر

- ارسلت عينات الى قسم السيطرة النوعية في المركز لدراسة المستحضر كيميائيا وبيان الفعالية
 - ارسلت عينات اخرى الى شركة ابحاث ابن سينا العامة للفحص بجهاز (HPLC) لبيان المجاميع الفعالة والتاثر بينهما
 - عينات اخرى ارسلت الى دائرة البيطرة في وزارة الزراعة لدراسة وتجربة المعلق على الحيوانات المصابة بصورة مباشرة وبيان مدى قدرتها العلاجية
- طريقة الاستعمال والجرع:

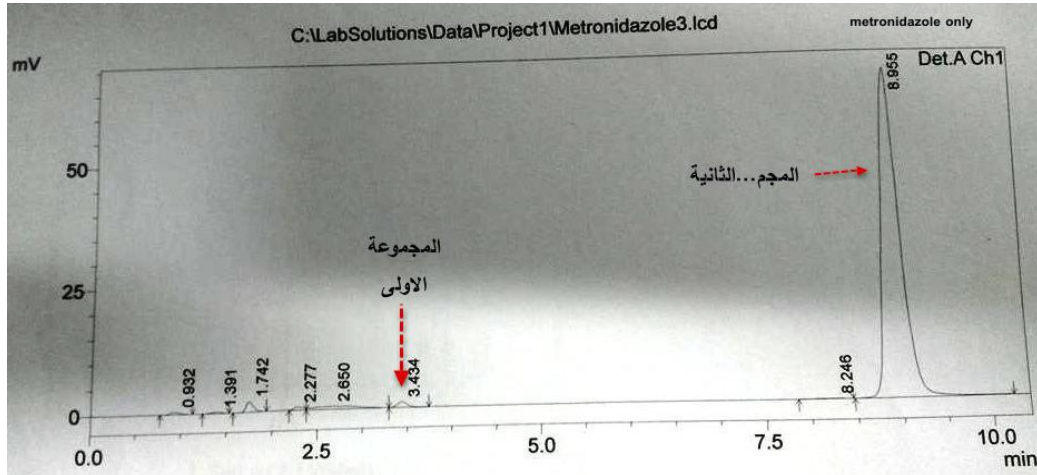
الكلاب: 0.2 مللتر / كغم من الجسم الحي (2-4) مرات يوميا
القطط: 0.2 مللتر / كغم من الجسم الحي (1 - 2) مرة يوميا
الخيول : 0.2 مللتر / كغم من الجسم الحي مرتين لعشرة ايام
الدواجن: 50 مللتر / 200 لتر ماء لمدة (3-5) أيام
أبقار: 2 مللتر / 100 كغم لمدة (3-5) أيام

3. النتائج والمناقشة:

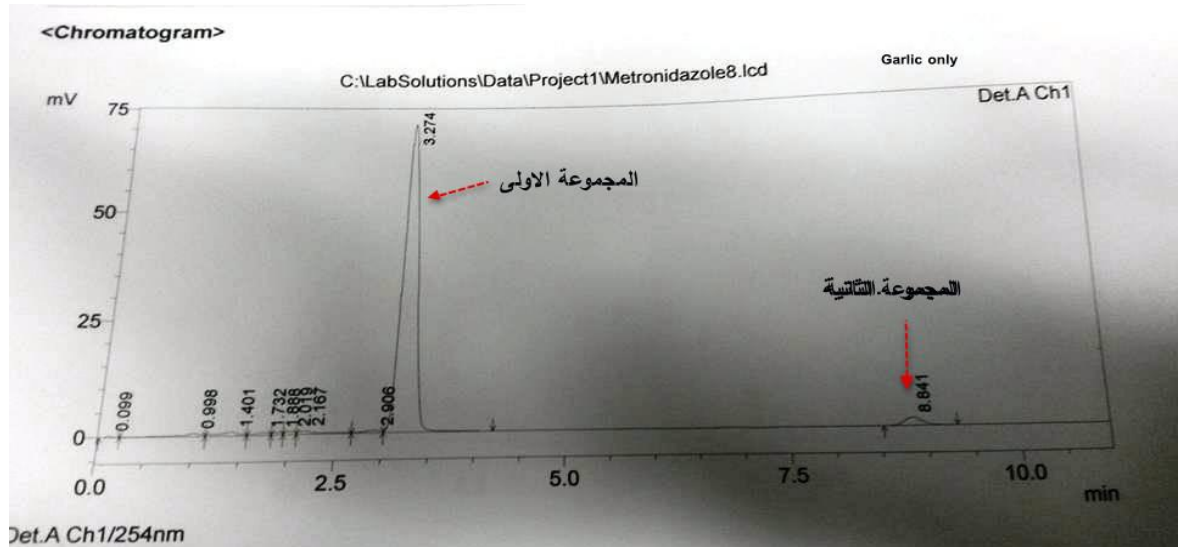
الفحص المختبري بالاعتماد على الطريقة الدستورية المذكورة في الدستور الدوائي البريطاني لعام (2007) جرى في مختبرات المركز وكانت نتائجه جيدة. من خلال النتائج المختبرية كانت الفعالية في أعلى مستوى اذ بلغت النسبة (100%) ومدى الفعالية الدستوري بين (90 – 110%). كما ارسلت نماذج فحص الى شركة ابن سينا العامة لفحصها بجهاز (HPLC) نوع Shimadzu (عمود Ce18 حجم النموذج 20 مايكر وسرعة الجريان 1 مل/مايكرو) ومن الرسوم البيانية التي ظهرت تبين ان هناك مجموعتين فعالة في الثوم تتطابق مع المجموعة الفعالة للميترونيدازول (شكل رقم 2) ففي الميترونيدازول كانت هناك منطقتين احدهما ضعيفة والآخرى قوية (شكل رقم 3) وفي الثوم هناك نفس المنطقتين ظهرت معاكسة للميترونيدازول (شكل رقم 4) وتطابقت المجموعتان واعطت ارتفاع واضح للمنحنى البياني للمجموعتين لتعطي للمستحضر قوة اضافية تضيف له قدرة علاجية جيدة جدا تسمح لنا بتقليل تركيز الميترونيدازول.



شكل رقم (2) الرسم البياني للميترونيدازول مع الثوم يبين وجود منطقتين فعالة مشتركة



شكل رقم (3) الرسم البياني للميترونيدازول فقط



شكل رقم (4) الرسم البياني للثوم فقط

- أرسلت عينات بعدد (8) الى دائرة البيطرة لغرض تجربتها سريرياً على الحيوانات الحقلية والدواجن لمعرفة مدى فعاليتها العلاجية. وتبين بعد استعمال المستحضر على (عجول) بعدد (8) تعاني من اسهال وتم علاجها لمدة خمسة ايام باشراف كادر بيطري وفقاً للنشرة الدوائية المرفقة مع العينات استجابت بصورة جيدة للعلاج وتوقف الاسهال لديها واختفت الاعراض السريرية وتمثلت للشفاء.
- يوصى بإدخال الثوم في العديد من المستحضرات الدوائية للقدرة العلاجية الموجودة فيه ولتوفره وسهولة الحصول عليه من الاسواق المحلية.

4. المصادر

- 1- Corey,E.J., Drug discovery procectices, processes, and perspectives, Hoboken,N.J. :John Wiley and Sons.P.27,(2013).
- 2- Susan G.wynn and Barbara J.Fougere, Veterinary herbal medicine, Mosby Elsevier, P:36,110,286,329,(2007).
- 3- Kruti P. , Bhavana S.,Kunal M.,Nilesh G.and Surenda B., Natural Herbal Supplements- A Study on Their Nutritional Value and Their Phytochemical Constituents, IJPSR, Vol. 2(6): 1480-1494,(2011)
- 4- Balbaa,S.I.et al, Medical plant constituents, General organization for univ. and school books, cairo, Egypt p71,107,134. (1981)
- 5- Gruenwllid, J., Brendler, T., and Jaenicke, C., PDR for Herbal Medicines, Thomson, USA, fourth Edition,P: 327-329, (2000)
- 6- British Pharmacopiea , 5th Edition, United Kingdom,(2007)

Formulate Pharmaceutical Composition of Garlic and Metronidazole suspension 10%

Rahim J. Musa, Zainab F., Abdalameer H. Saad, Ahmed J. Essa

VDRPC, Baghdad, Iraq

Abstract

We prepare a pharmaceutical composition of suspension veterinarian metronidazole concentration (5%), Garlic concentration (5%). For the treatment of fungal infections, anaerobic bacteria, protozoa and infections that result in diarrheas, in horses, farm animals, small animals like dogs, cats, and pet birds. Garlic works as an antibiotic for the existence of material (Allicin) and (Zas) that works antibiotic reaction against bacteria, fungi, protozoa and viruses. Metronidazole has a good ability to cooperate with other antibiotics to increase the therapeutic ability against bacteria, especially anaerobic. The two articles are fast absorption in the intestine and have the ability to treat infections caused by parasitic infections. According to the availability of garlic and ease of obtained the material and extracted synergistic and did it with material metronidazole increase in therapeutic effectiveness against pathogens, and the presence of many diseases that cause diarrhea for animals and this needs urgent treatment to keep the animal and its production capacity. Because Garlic contains Vitamins group benefits animal infection after being sick and diarrhea, which compensated the loss and that's why we found the importance of preparation. Many of the tests have been conducted on the approved formula; first in the Laboratory quality control of the center and the results were good and then sent to Ibn Sina State Company for the purpose of inspection (HPLC machine) and found that Garlic contains two effective groups matching in their work and enhances the work of metronidazole with effective laboratory rate of (100%) and constitutional boundaries are between (90 -110 %). Sending eight samples for the purpose of clinical examination to Veterinary Hospitals to study the effectiveness of the product directly on the animals treated with individual cases of calves suffer symptoms of diarrhea caused by inflammation of the intestines and the response was good and has given positive results after using it under the supervision of veterinarian at the veterinary hospital of the Ministry of Agriculture /Veterinary Department in accordance with the Leaflet Attached with pharmaceutical medicine.

Keywords: | metronidazole | Garlic | Diarrhea |



تحسين مقاومة الصناديق الكرتونية المنتجة في الشركة العراقية لصناعة الكرتون لامتناس الماء

رياض مجيد علوان¹ , حارث ابراهيم الشمري² , علي جاسم رزوقي³ , رواء عبدالله¹ , حسين علي حسين¹

¹المركز الوطني للتعبئة والتغليف، هيئة البحث والتطوير الصناعي، وزارة الصناعة والمعادن، بغداد، العراق

²جامعة بغداد، كلية العلوم، بغداد، العراق

³شركة ابن سينا العامة – وزارة الصناعة والمعادن، بغداد، العراق

Email: ncp@crid.industry.gov.iq

الخلاصة:

تستخدم الصناديق الكرتونية المصنعة من الكرتون المعرج بشكل واسع في تعبئة المنتجات وتتمتع بمواصفات ومميزات جيدة كخفة الوزن وتحمل الصدمات ومقاومة التمزق. إلا أن مواصفاتها ومثانتها تتضائل وبشكل ملموس عند تعرضها للبلل وخصوصاً عند استخدامها بتعبئة بعض المنتجات ذات المحتوى الرطوبي العالي مثل اللحوم المجمدة أو انسكاب وتكسر بعض المنتجات المعبئة داخلها كقناني المياه أو العصائر. تناول البحث إيجاد طريقة لتحسين مقاومة الصناديق الكرتونية التي تنتجها الشركة العراقية لصناعة الكرتون (التابعة لوزارة الصناعة والمعادن) لامتناس الماء. وقد وجد من خلال هذا البحث بأن أفضل الطرق وأقلها كلفة هي بإنتاج نوع من الأصماغ مقاوم لامتناس الماء يستخدم في لصق طبقات الكرتون المعرج وفي نفس الوقت يعمل كطبقة عازلة تمنع نفاذ الماء منها وبالتالي تحافظ على تماسك ومتانة الكرتون. أنتجت عدة أنواع من الأصماغ مختبرياً وأجريت عليها العديد من الفحوصات والاختبارات كفحص مقاومة الامتناس وقوة اللصق وتأثير الظروف الجوية حيث تبين بأن أفضل تلك الأنواع هو الذي تم تحضيره من مزج صمغ النشأ مع مادتي الريزورسينول والفورمالين كونه ابدى مقاومة واضحة لامتناس الماء وقوة لصق جيدة ومقاومة للظروف الجوية.

الكلمات المفتاحية: صناديق كرتونية | امتناس الماء | اللواصق | الأصماغ | الريزورسينول | الفورمالين

©2016 Commission of Research and Industrial Development. All rights reserved.

1. المقدمة:

تلعب الصناديق الكرتونية المصنوعة من الكرتون المعرج دوراً مهماً في عملية نقل وتخزين البضائع والمحافظة عليها من التلف، وتتمتع هذه الصناديق بمميزات عديدة منها خفة الوزن، تحمل الصدمات، مقاومة التمزق، وسهولة التشكل. يصنع الكرتون المعرج من عدة طبقات من الورق الخاص ملصوقة مع بعضها بنوع من الأصماغ غالباً ما يكون مصنوع من مادة النشأ. وقد لوحظ بأن مقاومتها تضعف ومثانتها تقل عند تعرضها للبلل وخصوصاً عند تحميلها ببعض المواد ذات المحتوى الرطوبي العالي كالسمك والدجاج المجمد أو انسكاب أو تكسر بعض المنتجات المعبأة داخلها كقناني المياه أو العصائر. عليه فقد أصبحت الحاجة ملحة والطلبات متزايدة لإنتاج صناديق من الكرتون المعرج ذات مواصفات مقاومة لامتناس الماء تصلح لتعبئة مثل هذه المنتجات وتشير البحوث والدراسات [2,1] في هذا المجال إلى استخدام طرق عديدة لتحقيق ذلك منها طلاء سطح الكرتون بمواد مانعة للامتناس (مواد شمعية، بولمريه، زيتيه) أو إضافة مواد مانعة للامتناس إلى العجينة الورقية أثناء عملية تصنيع الورق أو باستخدام أصماغ مانعة للامتناس، حيث تعمل هذه الأصماغ على لصق طبقات الكرتون المعرج وفي نفس الوقت تشكل طبقة عازلة مقاومة لامتناس الماء تمنع الماء من النفاذ منها وبالتالي تحافظ على تماسكها وتماسك طبقات الكرتون الأخرى مما يساهم وبشكل فعال في الحفاظ على متانة الكرتون أثناء تعرضه للبلل وتعتبر هذه الطريقة من أفضل الطرق وأقلها كلفة ولاتحتاج إلى تقنيات إضافية على خطوط الإنتاج، عليه فقد تم اعتمادها في هذا البحث لتحسين مقاومة الصناديق الكرتونية لامتناس الماء.

الكرتون المعرج

تعتبر صناعة الكرتون المعرج من كبرى الصناعات الهامة والتي تعتمد عليها معظم الشركات الإنتاجية في تعبئة وتغليف منتجاتها وذلك لما يتميز به هذا الكرتون من قوة لتحمل الصدمات ومقاومة التمزق. ونظراً لأهميته الصناعية وتوافر المواد الخام اللازمة لإنتاجها عليه فقد ازدادت توسعاً وانتشاراً على الرغم من احلال البلاستيك محل الورق أحياناً في عمليات التعبئة والتغليف إلا أن الكرتون لا يزال يستخدم وبكثرة لهذا الغرض [1] أن من أهم المشاكل التي يواجهها هذا النوع من العبوات هو تلفها وانهارها عند تعرضها للبلل نتيجة استخدامها في تعبئة بعض المنتجات ذات المحتوى المائي كقناني المياه والعصائر والأغذية المجمدة، عليه أصبحت الحاجة والطلبات متزايدة لإنتاج صناديق كرتونية مقاومة للماء والتي تسمى (Hydrophobic) كارهه للماء وهذه الصفة تحسن من متانة الصناديق الكرتونية بسبب منعها أو تقليلها لامتناس الماء [2] أن هذا النوع من الكرتون أصبح مطلوباً في العديد من الصناعات [3] مثل: الأغذية والمشروبات، الأغذية المجمدة، التبغ، الفواكه والخضروات. تعبئة الزهور والمنتجات ذات التقنية العالية كالأجهزة الإلكترونية.

الطرق المستخدمة لإنتاج الكرتون المقاوم لامتناس الماء

إن الطريقة التقليدية المتبعة في جعل الكرتون مقاوم للماء والرطوبة هي الطلاء بالشمع المستحصل عليه من النفط، إلا أن هذه الطريقة غير مقبولة في كثير من الحالات كون الصناديق الشمعية تكون غير قابلة لإعادة التدوير بسهولة وتحتاج لكلف عالية للتخلص منها [4]. هناك العديد من الطرق تستخدم عالمياً لجعل الصناديق الكرتونية أكثر مقاومة للماء ومنها [5,4]:

- إضافة مواد خاصة مانعة للامتناس إلى العجينة أثناء عملية تصنيع الكرتون، إلا أن الكرتون المنتج يكون باهض الثمن.
- طلاء سطح الكرتون بمواد مانعة للامتناس تعمل على تكوين طبقة مانعة لنفاذ الماء إلا أن هذه الطريقة تحتاج إلى إضافة تقنيات أخرى على خطوط إنتاج الكرتون مما يساهم برفع الكلف.

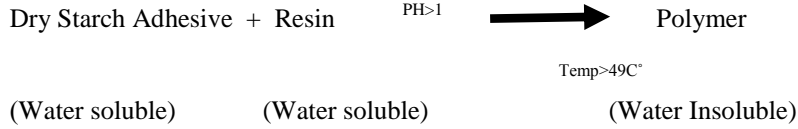
- إضافة مواد مقاومة للماء والرطوبة إلى لواقص الكرتون المعرج.

يعتبر النشأ مصدر مهم وواسع لأصناف معروفة من اللواصق، وتستخدم لواقص النشأ مبدئياً في ربط معظم طبقات الورق المعرج المستخدم في الصناديق الكرتونية [6] إلا أن الصمغ المحضر من النشأ حتى لو كان محضراً بصورة صحيحة إلا أنه يكون قابلاً للانحلال في الماء ويكون في أضعف حالاته في المحيط

الرطب ، ويلاحظ ان وضع لوح كارتوني في وسط مائي يفقد اللوح قوته بالتدرج الى ان يحدث الانفصال التام لمكوناته ، الا ان اضافة بعض المواد المانعة للامتصاص الى الصمغ تجعل منه طبقة متماسكة تحول دون نفاذ الماء منها وبالتالي تحافظ على تماسك ومثانة الواح الكارتون . وتعتبر هذه الطريقة من افضل الطرق واقلها كلفة ولا تحتاج الى اية تقنيات اضافية على خطوط انتاج الكارتون .

البية عمل الاصماغ المقاومة للماء [3]

ان البية عمل الاصماغ المقاومة للماء تكون من خلال دمج العامل المقاوم للماء في الصمغ المحضر من النشأ من خلال اضافة مادة صمغية حرارية راتنجية (Resin) تحتوي على مجموعة كيتون الديهايد الى الصمغ .



ان المقاومة للماء تتم من خلال تفاعل بين جزيئات النشأ والراتنج حيث تتكون شبكة متصلة من الاواصر التساهمية ، وهذه الاواصر تتكون بعد عملية الجلتنة للصمغ وتكوين اواصر تساهمية ثابتة في الماء وبهذا يكتسب الصمغ المقاومة للماء . ويعتمد التفاعل على عاملين هما درجة الحرارة والاس الهيدروجيني.

2. الجزء العملي

1-2 المواد المستخدمة

- نشأ (Starch)
- هيدروكسيد الصوديوم
- راتنج يوريا فورمالدهايد
- داي ايثانول امين
- بوراكس
- ريزورسينول (Resorcinol)
- فورمالدهايد

1-1-2 مواصفات نشأ (Starch) [7] : مسحوق ناعم عديم الرائحة لا تذوب عمليا في الماء او الكحول ، ويتكون من خليط عديد سكري متعدد (لكاربوهيدرات معقدة) هما الاميلوز والاميلو بكتين ، وكما موضح في الجدول رقم (2).

جدول رقم (1) مواصفات النشأ

الخصائص	النتيجة
المظهر الخارجي	مسحوق ابيض
الكتلة المولية	قابلة للتغيير
الذوبان في الماء	لا يذوب في الماء
الكثافة	1.5g/cm ³
نقطة الانصهار	متحلل (decoposes)

2-1-2 مواصفات ريزورسينول [8] : هو مركب كيميائي من عائلة الفينولات ثنائية الهيدروكسيل ويسمى ايضا (ميثا -ثنائي - هيدروكسي بنزين) (meta- dihydroxy benzene) وكما موضح في الجدول رقم (2)

جدول رقم (2) مواصفات ريزورسينول

الخصائص	النتيجة
الاسم النظامي	ريزور سينول
المظهر الخارجي	ابيض صلب
الصيغة الجزيئية	C ₆ H ₄ (OH) ₂
الكتلة المولية	110.1 g/mol
الكثافة	1.28 g/cm ³
نقطة الانصهار	110 C°
نقطة الغليان	280 C°
الحامضية	9.51

3-1-2 مواصفات الفورمالدهايد [9] : هو مركب عضوي من فصيلة الالديهيدات ذو الصيغة الكيميائية (CH₂O) وهو غاز عديم اللون في درجة الحرارة الاعتيادية ، سريع الذوبان جدا في الماء وقابل للاشتعال اسمه النظامي ميثانال (Methanal) . الخواص الفيزيائية : الميثانال غاز لا لون له ، يذوب في الماء بكميات كبيرة ، ومحلل الماء الناتج يحتوي على 40% من الفورمالديهيد يعرف بالفورمالين ، ويستعمل هذا الاخير في التحنيط وكما حافظة للانسجة وكما موضح في الجدول رقم (3)

جدول رقم (3) مواصفات الفورمالدهايد

الخاصية	النتيجة
المظهر	غاز عديم اللون
الذوبانية	ينحل في الايثانول والايثر
الاسم النظامي	ميثانال (Methanal)

اسماء اخرى	الفورمالين ، فورمال ، الدهيد النمل
الصيغة الجزيئية	CH ₂ O
الكتلة المولية	30.03g.mol ⁻¹
الكثافة	0.81530 g.cm ⁻³
نقطة الانصهار	-92 C°
نقطة الغليان	-19 C°
الذوبانية في الماء	400 g.dm ⁻³

2-2 الاجهزة المستخدمة

- جهاز تعجيل الظروف الجوية نوع (QUV) امريكي الصنع
- جهاز قياس قوة اللصق نوع (Posit-At-m) امريكي الصنع
- جهاز فحص الامتصاص نوع (IDm_C0005) استرالي الصنع
- ساعة توقيت
- خلاط كهربائي ذو سرع متغيرة نوع (EURQ -STD) الماني الصنع
- مسخن كهربائي نوع (RHB₂) الماني الصنع
- زجاجيات مختبرية.
- ميزان حساس نوع (Sartorius:GE2012) الماني الصنع
- اسطوانة مدرجة حجم (100) مل

3-2 تحضير الصمغ المانع لامتناس الماء: حضرت عدة نماذج من الصمغ المانع لامتناس الماء بأستخدام مواد و طرق مختلفة (جدول رقم 3) وتم استعمالها في لصق طبقات من الورق والكارتون مع بعضها البعض وكما يلي:

1-3-2 تحضير صمغ النشأ الاعتيادي (Blank) [10] : يعتبر الصمغ المحضر من مادة النشأ من الاصماغ الاكثر شيوعا في لصق طبقات الكرتون المعرج لرخص ثمنه وسهولة تحضيره وجوده لصوقيته حيث تم تحضيره بالطريقة التالية :

1-1-3-2 مزج (100) غم من النشأ مع (600) مل من الماء و (26) غم من NaOH تركيزه (25%).

2-1-3-2 سخن المزيج لدرجة حرارة (63-71) م° مع الخلط المستمر لمدة (15) دقيقة.

2-3-2 تحضير الصمغ المانع لامتناس الماء

نموذج رقم (1) [11]

1-2-3-2 مزج (82) غم من النشأ مع (760) مل من الماء المقطر في بيكر مع الخلط المستمر واذيف (31) غم من (NaOH) تركيز (50%) . وسخن المزيج لدرجة حرارة (71) م° ولمدة (15) دقيقة مع استمرار الخلط.

2-2-3-2 بعد الانتهاء من الخطوة اعلاه ، اضيف (1500) مل من الماء المقطر مع الاستمرار بالخلط ، واذيف الى المزيج (545) غم من النشأ و (13) غم من البوراكس و(9) غم من المونو ايثانول امين مع (81) غم من راتنج اليوريا فورمالدهايد ، والاستمرار بالخلط لحين الحصول على مزيج متجانس.

نموذج رقم (2): تم تحضير الصمغ بذات الطريقة للنموذج رقم (1) مع الاستمرار في عملية تسخين المزيج لغايه (71) م° ولمده (15) دقيقه في المرحلة الثانية.

نموذج رقم (3): مزج (100) غم من النشأ مع (45) غم من الريبوزسينول و (600) مل من الماء المقطر مع (26) مل من NaOH تركيز (25%) ، وسخن المزيج الى درجة حرارة (63-71) م° لمدة (10) دقائق مع الخلط المستمر .

نموذج رقم (4) ^[12] : مزج (100) غم من النشأ مع (525) مل من ماء و (42) غم ريبوزسينول و(10) غم من (NaOH) بتركيز (25%) ، وسخن المزيج لغاية (60) م° لمدة (10) دقائق مع الخلط المستمر بعدها اضيف (250) مل من الماء البارد مع الخلط المستمر حتى نزلت درجة حراره الى (48) م° .

* مزج (1040) مل من الماء مع (75) مل فورمالدهايد بتركيز (37%) و(500) غم نشأ مع الخلط المستمر واذيف هذا المزيج الى المزيج الاول مع الخلط الهادئ بدرجة حراره (48) م° ولمده (60-120) دقيقة.

4-2 عملية تحضير العينات: تم استخدام اللواصق المحضرة في لصق طبقات من الكرتون . اذ لصقت هذه الطبقات يدوياً باستخدام فرشاة وقد وجد بأن افضل انواع العينات تلك المحضرة من طبقات ورقية زنة (55) غم / م² حيث تظهر فيه عملية امتصاص الماء بوضوح مما سهل عليه اجراء المقارنة بين اللواصق المحضرة على ان تتم عملية اللصق خلال فترة لا تتجاوز (24ساعة) من بدء عملية التحضير لان معظم اللواصق تصبح على شكل جلاتين بعد هذه الفترة.

رقم النموذج	المواد المستخدمة (غم)							الملاحظات
	نشأ	بوراكس	فورمالدهايد يوريا رزن	مونو ايثانول	ريبوزسينول	فورمالدهايد	NaOH	
نموذج Blank	100	-	-	-	-	-	*26	
نموذج رقم (1)	82 +	13	81	9	-	-	**31	
نموذج رقم (2)	82 +	13	81	9	-	-	**31	الاستمرار بتسخين المزيج لغايه 71 م° لمدة 15 دقيقه في المرحلة الثانية

	*26	-	45		-	-	100	نموذج رقم (3)
	*10	75	42		-	-	100 + 500	نموذج رقم (4)

جدول رقم (3) يبين التجارب العملية والمواد المستخدمة

*تركيز NaoH=25%

**تركيز NaoH=50%

5-2 الفحص والاختبار**1-5-2 فحص مقاومة امتصاص الماء**

- اعتمدت الطريقة القياسية العالمية الصادرة عن منظمه (fefco) برقم (N-7) واستخدم جهاز قياس امتصاص الماء نوع (IDM-C0005) استرالي الصنع .
- يتألف الجهاز من حلقة معدنية بمساحة مقطعية (100) سم² وعمق (5) سم مرتبطة بقاعدة مطاطية مزودة بنظام ميكانيكي يسمح للأسطوانة بالضغط على القاعدة لمنع تسرب الماء من اسفل الأسطوانة .
- يحوي الجهاز على أسطوانة حديدية (شكل4) زنه(10) كغم تستخدم لتنشيف العينات.

1-1-5-2 طريقه الفحص :

- وزنت عينة الفحص وهي جافه وثبت وزنها ثم وضعت في جهاز الفحص اسفل الأسطوانة وسكبت كميته من الماء المقطر فوقها على ان لا يقل ارتفاع الماء عن (3) ملم داخل الأسطوانة وتركت لمدة (2/1 ساعة) بعد ذلك سكب الماء خارج الأسطوانة واخرجت العينة ووضع فوقها اسفل منها ورق التنشيف ومررت فوقها الأسطوانة الحديدية ذهابا وايابا ولمرة واحدة فقط لغرض تنشيف الماء الزائد .
- وزنت العينة وهي مبللة وثبت وزنها واحتسب وزن الماء الذي امتصته العينة بطرح وزن العينة المبللة من وزن العينة الجاف .
- لزيادة تأكيد حالة مقاومة العينات لامتصاص الماء فقد تم إعادة بعض العينات السابقة (والتي ابدت مقاومة جيدة لامتصاص الماء) باتخاذ الاجراءات السابقة في الفحص مع اطالة فترة تعرضها للماء الى (24ساعة)بدلاً من (2/1 ساعة) واعداد احتساب وزن الماء الممتص .
- 2-2-2 فحص مقاومة الظروف الجوية:** استخدم في هذا الفحص جهاز تعجيل الظروف الجوية نوع (QUV) امريكي الصنع والمصمم لمحاكات الظروف الجوية الخارجية من (اشعه الشمس وحراره ورطوبة) . واعتمدت المواصفة القياسية (ASTM-G 154 – A). وضعت خمسة عينات من الصمغ لمدة (140) ساعه (تعادل 2شهر خارج الغرفة) لمعرفة تأثير الظروف الجوية على خواص الصمغ .
- 3-2-3 فحص قوة اللصق:** استخدم جهاز فحص قوة اللصق نوع (Posit- At-M) امريكي الصنع لمعرفة قوة لصق الاصماغ المحضرة ومقارنتها بالصمغ العادي (Blank).

3.النتائج والمناقشة:

- 3-1-1 نتائج فحص مقاومة الامتصاص :** جدول رقم (4) يبين نتائج الفحص والاختبار الخاص بامتصاص الماء للعينات التي تم تعريضها للماء لمدة (2/1 ساعه) حيث تبين بأن العينات التي لصقت بالصمغ نموذج رقم(4) ابدت مقاومه واضحه لامتصاص الماء وان كمية الماء البسيطة التي ظهرت في الجدول نتجت عن وجودها على الطبقة السطحية في العينات ، حيث عملت طبقة الصمغ على تشكيل طبقة عازلة حالت دون نفاذ الماء وبالتالي حافظت على تماسكها وتماسك طبقات الورق الاخرى مما ساهم في الحفاظ على سلامة ومثانة هذه العينات .

جدول رقم (4) يبين نتائج فحص العينات التي تم تعريضها للماء لمدة (2/1 ساعه)

نوع الصمغ المستخدم في اللصق	كمية الماء الممتصة خلال (2/1 ساعة) غم			
	عينه رقم (1)	عينه رقم (2)	عينه رقم (3)	عينه رقم (4)
صمغ نشأ عادي (Blank)	2.55	2.6	2.43	2.39
نموذج رقم (1)	2.3	2.26	2.34	2.34
نموذج رقم(2)	-	-	-	-
نموذج رقم (3)	2.0	2.31	2.15	1.98
نموذج رقم(4)	0.59	0.52	0.49	0.53

- 3-1-2-2 جدول رقم (5) يبين نتائج الفحص والاختبار للعينات التي تم تعريضها للماء لمدة (24) ساعه حيث ابدت هذه العينات مقاومة واضحة لامتصاص الماء رغم اطالة فترة التعرض وقد جاءت النتائج مماثله لما مثبت في جدول رقم (3)**

جدول رقم (5) يبين نتائج فحص العينات التي تم تعريضها للماء لمدة (24 ساعة)

الملاحظات	كمية الماء الممتصه خلال (24) ساعه (غم)				نوع الصمغ المستخدم في اللصق
	عينه رقم (4)	عينه رقم (3)	عينه رقم (2)	عينه رقم (1)	
عدم ظهور الماء من الجهة الثانية للعينة	0.52	0.50	0.53	0.57	صمغ مقاوم* للامتصاص نموذج رقم (4)

*اختير نموذج رقم (4) فقط لهذا الفحص لكونه النموذج الوحيد الذي اجتاز بنجاح الفحص السابق (2/1 ساعة) 3-2 نتائج فحص قوة اللصق: جدول رقم (6) يبين نتائج فحص قوة اللصق والذي يبين عدم وجود فروقات تذكر بين قوة لصق الصمغ المقاوم للامتصاص وصمغ النشا الاعتيادي (Blank)

جدول رقم (6) يبين نتائج فحص قوة اللصق

قوة اللصق (psi)					نوع الصمغ
عينه رقم (4)	عينه رقم (4)	عينه رقم (3)	عينه رقم (2)	عينه رقم (1)	
122	120	121	124	120	صمغ النشا الاعتيادي (Blank)
120	122	120	123	121	صمغ مقاوم للامتصاص نموذج رقم (4)

3-3 نتائج فحص مقاومة الظروف الجوية : لم يظهر على العينات التي تم تعريضها للظروف الجوية اي تأثيرات تذكر وخصوصا عند اعادة فحصها بجهاز فحص قوة اللصق حيث كانت النتائج كما مبينة في جدول رقم (7) .

جدول رقم (7) يبين عدم تأثير الظروف الجوية على قوة اللصق

قوة اللصق (psi)					التعرض للظروف الجوية	نوع الصمغ
عينه رقم (5)	عينه رقم (4)	عينه رقم (3)	عينه رقم (2)	عينه رقم (1)		
120	122	120	123	121	قبل التعرض	صمغ مقاوم للامتصاص نموذج رقم (4)
119	120	121	124	120	بعد التعرض	

4 . الاستنتاجات

من خلال مراجعة النتائج السابقة نستنتج بأنه يمكن انتاج صناديق كارتونية مقاومة لامتصاص الماء من خلال لصق طبقاتها بأستخدام الصمغ المحضر من النشا وبأضافة مادتي الـريزورسينول والفورمالدهايد وكما جاء في نموذج رقم (4) حيث تعمل طبقة الصمغ هذه على تشكيل طبقة عازلة تحول دون نفاذ الماء منها وبالتالي تحافظ على تماسك ومثانة الصناديق الكارتونية عند تعرضها للبلل. على ان يتم استخدام الصمغ خلال فتره لا تتجاوز (24 ساعة) من عملية تحضيره .

5. التوصيات

نوصي بقيام شركات صنع الكارتون بأستخدام هذا النوع من الصمغ لانتاج الصناديق الكارتونية المقاومة لامتصاص الماء وخصوصا عند استخدامها بتعبئة المواد السائلة (كالعصائر ، الماء ، المشروبات ، الدجاج والاسماك المجمدة ،).

6. المصادر

- [1] Corrugating starch adhesives manual . on line document . available at www.sciencedirect.com \ science \ article \ pii (2014) .
- [2] Features waterproof corrugated board production and processing methods corrugated cardboard – printing industry on line document. available at : www.Articlesbase.com (2014)
- [3] Carmel Resins ; “ starch adhesives additives “ . on line document. available at : www.ScienceDirect.com \ science \ article \ pii.(2014) .
- [4] Roman E .popil ; “Application of clay coating for water resistant corrugated packaging “ ; 2007

- [5] improve cartons moisture resistant solution ; 2011 on line document. available at : [www. Gdaokei . com \ en \ new \ 220 . html](http://www.Gdaokei.com/en/new/220.html) .
- [6] Starch and dextrin based adhesives Guide to the classification for overseas trade statistics ; 2004 .
- [7] Starch on line document. available at : [www . en . Wikipedia . org](http://www.en.Wikipedia.org) . 2014
- [8] Resorcinol . on line document. available at : [www. en. Wikipedia . org](http://www.en.Wikipedia.org) . 2014
- [9] Formaldehyde . . on line document. available at : [www. en. Wikipedia . org](http://www.en.Wikipedia.org) . 2014
- [10] Water Resistant starch Adhesive ; united states patent 3802897 . [http : \ \ www. free patents online . com](http://www.freepatentsonline.com)(2014)
- [11] Water resistant corrugating adhesive ; US4033914A [http : \ \ google .de \ patents \ US4033914A](http://google.de/patents/US4033914A)
- [12] Adhesive and method of preparation ; us 3155527 A . [http : \ \ google .com \ patents \ us 3155527 A](http://google.com/patents/us3155527A) (2014)

Improvement of carton boxes resistance produced by the "Iraq company for carton product" for water absorption

Reyadh M. Alwan¹, Harith I. Al-Shamri², Ali J. Razzoqi³, Roaa Abdulla¹, Hussain A. Hussain¹

¹*The National Center for Packing and Packaging, Corporation of Research and Industrial Development, Ministry of Industry and Minerals, Baghdad, Iraq*

²*Collage of Science, Baghdad University, Bahdad, Iraq*

³*Ibn Sinaa Company, Ministry of Industry and Minerals, Bagdad, Iraq*

Abstract

Carton boxes made of corrugated cardboard are widely used in the packing of products which have good specifications and features like a light weight, shock withstanding and tear resistance. But the specifications and durability will decrease more when expose to water with a high water products or spill some package products such as bottled water and juices. The ultimate objective of the research is to improve the resistance of carton boxes that produced by Iraqi company for water absorption. It has found through this research that the best and least expensive way is the production of a type of adhesive resistant to water absorption that is used to past layers of corrugated cardboard. At the same time it works as a blocking buffer to the water also maintain the cohesion and durability of carton boxes. It was produced several types of such adhesive which conducted by many examinations and tests as absorption resistance, adhesives strength and the effect of weather conditions. It was found that the best of these species is that one who has been prepared by blending starch adhesive with Resorcinol and formalin which expressed a clear resistance to water absorption , good adhesion and good resistance to external conditions.

Keywords: |Carton Boxes | water absorption | Adhesives | Formalin |Resorcinol |



تعزيز فعالية المضاد الحيوي نيومايسين بمستخلصات أوراق نبات شب الليل *Mirabilis jalapa* ضد بكتريا العنقوديات الذهبية *Staphylococcus aureus*

لمى ذنون صالح الزبيدي

الشركة العامة لصناعة الأدوية والمستلزمات الطبية في نينوى، وزارة الصناعة والمعادن، نينوى، العراق

Email: ndi_iraq@yahoo.com

الخلاصة :

نجحت الدراسة الحالية في تعزيز الفعالية الحيوية للمضاد نيومايسين Neomycin ضد بكتريا العنقوديات الذهبية *Staphylococcus aureus* بعد إضافة تراكيز محددة من مستخلصات أوراق نبات شب الليل *Mirabilis jalapa*. واستخدمت طريقة التخفيف المعتمدة للتقدير الكمي في اختبار الحساسية للمضادات الحيوية ومنها أمكن تحديد التركيز المثبط الأدنى MIC والتركيز القاتل الأدنى MBC للمضاد الحيوي نيومايسين ولكل مستخلص من مستخلصات أوراق النبات (المستخلص الميثانولي، المستخلص الايثانولي، مستخلص الكلوروفورم، مستخلص الاسيتون والمستخلص المائي). واستخدمت طريقة الانتشار في الأوساط الصلبة لاختبار أفضل تركيبة مكونة من المضاد الحيوي والمستخلص النباتي تعطي أفضل النتائج الفعالة ضد البكتريا. أظهرت النتائج أن أقل تركيز مثبط أظهره المستخلص الميثانولي ضد البكتريا ($100\mu\text{g/ml}$) وأن أقل تركيز قاتل أظهره المستخلص الميثانولي أيضا ($200\mu\text{g/ml}$), وأظهرت التركيبة المكونة من $2.5\mu\text{g/ml}$ نيومايسين مضافا لها $200\mu\text{g/ml}$ من المستخلص الميثانولي أوسع منطقة تثبيط ضد البكتريا.

الكلمات المفتاحية : نيومايسين | نبات شب الليل | بكتريا العنقوديات الذهبية | التركيز المثبط الأدنى | التركيز القاتل الأدنى

©2016 Commission of Research and Industrial Development. All rights reserved.

1. المقدمة:

نبات شب الليل *Mirabilis jalapa* هو نبات عشبي معمر ينتمي إلى العائلة Nyctaginaceae جذوره درنية، موطنه الأصلي أمريكا الجنوبية و يزرع في أماكن كثيرة من العالم، عرف بأسماء مختلفة مثل نبات الساعة الرابعة ومعجزة بيرو (1) ولاله عباس (2) يزرع كنبات زينة لجمال أزهاره التي قد تكون بيضاء وحمراء وأرجوانية أو متعددة الألوان، تتفتح أزهاره في الساعة الرابعة مساءً حتى صباح اليوم التالي. استخدم في الطب الشعبي وذلك لاحتوائه على بعض المركبات المهمة صيدلانيا (1, 3, 4). جرت دراسات واسعة خلال النصف الأخير من القرن العشرين لشرح نبات شب الليل ليكون من النباتات الفعالة طبيا ودواءً لأمراض عديدة، فقد أثبتت دراسة أن نبات شب الليل غني بالعديد من المركبات الفعالة بشكل ملفت للانتباه منها مجموعة من بروتينات وأحماض أمينية تدعى بروتينات ميرابلس المضادة للفيروسات *Mirabilis antiviral proteins* (5). للمستخلص الايثانولي لجذور النبات قدره على خفض سكر الدم عند إعطائه عن طريق الفم لجرذان و فئران مصابة بداء السكري المستحدث بمادة Streptozotocin (3)، وأشارت دراسة أخرى أن المستخلص الميثانولي للنبات قابلية على خفض في الكلوكون واليوربا والكلوسترول في دم الفئران الطبيعية والمصابة بداء السكري (6). هناك الكثير من الدراسات التي أثبتت الفعالية المضادة للإحياء المجهرية لمستخلصات مختلفة من نبات شب الليل. فالمستخلص الميثانولي لسيفان شب الليل أظهر فعالية مضادة للبكتريا الموجبة لصبغة كرام وان مستخلص dichloromethane لسيفان شب الليل كان له فعالية مضادة للبكتريا السالبة لصبغة كرام (7). والمستخلص الميثانولي لأوراق النبات أظهر في دراسة أخرى تأثيرا فعالا مضادا للبكتريا ومضادا للفطريات وبيئت أن أكبر مساحة تثبيط كانت للمستخلص الميثانولي لأوراق شب الليل ضد بكتريا *S. aureus* (1) بينت دراسة التأثير التثبيطي لأربعة من مستخلصات أوراق شب الليل ضد أنواع بكتيرية مرضية وكان أفضل تثبيط للمستخلص الايثانولي ضد بكتريا *P. aeruginosa* (8) في دراسة أخرى تمكن الباحثين من إثبات أن المستخلص الايثانولي كان له فعالية مضادة لأنواع بكتيرية مرضية وكانت أكبر مساحة تثبيط ضد بكتريا *S. aureus* (9). نيومايسين Neomycin مضاد حيوي من مجموعة Aminoglycosides يستخلص من مزارع *Streptomyces fradiae* وهو قليل الامتصاص في القناة الهضمية ويسبب سمية الجهاز الكلوي، لذا يستخدم بحالات خاصة عن طريق الفم. ويستخدم موضعيا ضد انتانات الجلد بالمكورات العنقودية *Staphylococcus aureus* والعديد من العصيات السلبية الكرام وله فعالية عالية أيضا ضد الزوائف الزنجارية *Pseudomonas aeruginosa* يعمل على تثبيط بناء البروتين (10). بكتريا العنقوديات الذهبية *Staphylococcus aureus* هي مكورات موجبة لصبغة كرام غير متحركة وعديمة الأبواغ.

وتتنظم على شكل عنقود العنب، توجد بشكل طبيعي في جسم الإنسان وتدخل الأنسجة عن طريق الخدوش أو الجروح أو عطب في الأغشية المخاطية وللكثير من سلالات هذا النوع القدرة على إنتاج عوامل الضراوة كإلتريمات والسموم التي تساعد على امراضيتها وتحميها من مهاجمة الجهاز المناعي للإنسان وتسبب أمراض التهابية مختلفة منها الالتهابات السطحية كالبثرة والقرحة الجلدية والجمرة والقوباء والتهاب ملتحمة العين والتهابات الجروح والحروق (11).

2. الجزء العملي

1-2 اعداد العينة النباتية

جمعت أوراق نبات شب الليل في الفترة ما بين تموز وأيلول 2012 من حدائق منزلية في مدينة الموصل و صنف النبات (12). غسلت الأوراق بشكل جيد بالماء لإزالة الأتربة ثم غسلت بالماء المقطر المعقم. جففت أوراق النبات في الظل وبدرجة حرارة الغرفة ، طحنت الأوراق الجافة وحفظ المسحوق في عبوة مغلقة جيدا بعيدا عن الهواء لحين الاستخدام.

2-2 تحضير المعلق البكتيري

حُصِّلت مزرعة نقية من بكتريا العنقوديات الذهبية *Staphylococcus aureus* من باحثين في قسم علوم الحياة - كلية العلوم / جامعة الموصل بشكل مزرعة على وسط Nutriant الصلب وحفظت في الثلاجة بدرجة 4 °م لحين الاستخدام. حضر المعلق البكتيري بنقل 3 - 5 مستعمرات بكتيرية من الوسط الصلب إلى 3 مللتر من وسط Mueller Hinton السائل ومنه نقل 0.1 مللتر إلى 10 مللتر من وسط Mueller Hinton السائل (13) واستخدم هذا المعلق البكتيري في التجارب اللاحقة.

3-2 تحضير المستخلص المائي لأوراق شب الليل

وزن 20 غم من مسحوق الأوراق ونقع في 100 مللتر من الماء المقطر المعقم في دورق سعة 250 مللتر مع تغطية الفوهة بغطاء مطاطي وترك لمدة 24 ساعة . رشح النقيع من خلال فلتر ورقي Whattman No 1 معقم وجمع الراشح في دورق معقم ثم وضع في حمام مائي عند درجة 100 °م. خزن المستخلص الجاف في الثلاجة عند درجة 4 °م لحين الاستخدام (8).

4-2 تحضير المستخلصات العضوية لأوراق شب الليل

وزن 20 غم من مسحوق الأوراق لكل من المذيبات المستخدمة، ونقع في 100 مللتر من كل من الميثانول Methanol, الإيثانول Ethanol, الأسيتون Acetone والكلوروفورم Chloroform لمدة 72 ساعة حرك كل نقيع لمدة 24 ساعة متفرقة خلال فترة النقع. رشح كل نقيع خلال فلتر وطررد مركزيا بجهاز الطرد المركزي بسرعة 5000 دورة / دقيقة لمدة 20 دقيقة. ركزت الرواشح باستخدام المبخر الدوار وتحت الضغط المنخفض عند درجة 50 °م. جمعت المستخلصات الجافة كل على حدى في عبوات صغيرة محكمة الغلق وخزنت في الثلاجة 4 °م لحين الاستخدام (1).

5-2 تحديد التركيز المثبط الأدنى MIC والتركيز القاتل الأدنى MBC

استخدمت طريقة التخفيف المعتمدة في التقدير الكمي لحساسية المضادات الحيوية (14) لتحديد التركيز المثبط الأدنى (Minimal inhibitory concentration (MIC) والتركيز القاتل الأدنى (Minimal bactericidal concentration (MBC).

أ. استخدم وسط Mueller Hinton السائل والصلب. حضر الوسط السائل وقسم إلى أنابيب اختبار ذات غطاء محكم بحجم 5 مل لكل أنبوبة. عقت الأنابيب مع الوسط في المعقار عند درجة حرارة 121 °م وضغط 1 جو لمدة 15 دقيقة. حضر الوسط الصلب وعقم في المعقار ثم صب في أطباق بتري.

ب. حُضرت المحاليل الخزنينة من المضاد الحيوي نيوميسين Neomycin بوزن 250 ملغم من المضاد مذاباً في 50 مللتر من الماء المقطر المعقم ليكون التركيز 5000 مايكروغرام/ مللتر من هذا التخفيف اخذ 1 مللتر وأكمل الحجم إلى 100 مللتر ليكون التخفيف 50 مايكروغرام/ مللتر ومنه حُضر بقية التراكيز المطلوبة بإضافة أحجام مختلفة إلى الوسط في أنابيب الاختبار كما موضح في (الجدول 1) ويكون الحجم النهائي لكل انبوب 10 مللتر.

الجدول 1: الحجم المضافة إلى أنابيب الاختبار لتحديد نيوميسين

رقم الانبوبة	التركيز النهائي للمضاد (مايكروغرام/مللتر)	الوسط (مللتر)	كمية المضاد من المحلول الخزني الثاني (مللتر)	ماء مقطر معقم (مللتر)	حجم اللقاح (مللتر)
1	0	5	0	4.9	0.1
2	1.25	5	0.25	4.65	0.1
3	2.5	5	0.5	4.4	0.1
4	5	5	1	3.9	0.1
5	10	5	2	2.9	0.1

0.1	0.9	4	5	20	6
-----	-----	---	---	----	---

حضنت الأنابيب عند درجة حرارة 37°م لمدة 24 ساعة . بعدها سجلت النتائج على أساس ملاحظة العكرة فيها. نقل 0.1 مل من كل أنبوبة لم يظهر فيها عكرة ونشر على سطح وسط Mueller Hinton الصلب, حضنت الأطباق عند درجة 37°م لمدة 24 ساعة. سجلت النتائج على أساس وجود النمو أو عدم وجود نمو. ج. حُضرت المحاليل الخزنية من المستخلصات العضوية لأوراق شب الليل, إذ حضر المحلول الخزني الأول بتركيز 10000 مايكروغرام/ ملتر من كل مستخلص, ومنه اخذ 10 ملتر وأكمل الحجم إلى 100 مل ليكون تركيز المحلول الخزني الثاني 1000 مايكروغرام/ ملتر. ومنه تم تحضير بقية التراكيز المطلوبة بإضافة حجوم مختلفة إلى الوسط في أنابيب الاختبار كما موضح في (الجدول 2) ويكون الحجم النهائي لكل أنبوب 10 مل.

الجدول 2: الحجوم المضافة إلى أنابيب الاختبار لتحديد مستخلصات أوراق شب الليل

رقم الانبوبة	التركيز النهائي للمستخلص (مايكروغرام/ملتر)	الوسط (ملتر)	كمية المستخلص من المحلول الخزني الثاني (ملتر)	ماء مقطر معقم (ملتر)	حجم اللقاح (ملتر)
1	0	5	0	4.9	0.1
2	100	5	1	3.9	0.1
3	200	5	2	2.9	0.1
4	300	5	3	1.9	0.1
5	400	5	4	0.9	0.1
6	500	5	5	0	0.1

حضنت الأنابيب عند درجة حرارة 37°م لمدة 24 ساعة . بعدها سجلت النتائج على أساس ملاحظة العكرة فيها. نقل 0.1 مل من كل أنبوبة لم يظهر فيها عكرة الصلب, حضنت الأطباق عند درجة 37°م لمدة 24 ساعة. سجلت النتائج على أساس وجود النمو أو عدم وجود نمو. Mueller Hinton ونشر على سطح وسط 2-6 تأثير مستخلصات الأوراق مع مضاد نيوميسين على نمو البكتريا

استخدمت طريقة الانتشار (15) لملاحظة تأثير مضاد نيوميسين مضافا له مستخلص أوراق شب الليل على بكتريا العنقوديات الذهبية *Staphylococcus aureus*. حضر وسط Mueller Hinton الصلب وعقم ثم برد إلى 48°م. لقع الوسط ببكتريا العنقوديات الذهبية وصب في أطباق بتري قطر 9 سم وبعد تصلب الوسط تم عمل 3 حفر في كل طبق باستخدام أنبوب معدني معقم . فُطر في إحدى الحفرة تركيز من MBC للنيوميسين. في الحفرة الثانية فُطر تركيز من MBC للمستخلص (الحفرتان للمقارنة) في الحفرة الثالثة فُطر خليط من MIC نيوميسين و MBC المستخلص, على سطح أفقي تماما وتركت الأطباق لمدة ساعتين لحين انتشار المحاليل في الوسط الأزرق, وتم إجراء ثلاث مكررات لكل تجربة. حضنت الأطباق عند 37°م لمدة 24 ساعة بعدها تم قياس قطر الهالة الدائرية الراقفة المتكونة حول الحفر والتي تمثل مناطق تثبيط النمو.

3. النتائج والمناقشة:

1-3 نتائج التركيز المثبط الأدنى MIC والتركيز القاتل الأدنى MBC

أظهرت النتائج للتركيز المثبط الأدنى MIC وهو أقل تركيز يؤدي إلى تثبيط نمو البكتريا وللتركيز القاتل الأدنى MBC وهو أقل تركيز يؤدي إلى قتل البكتريا إن قيمة MIC و MBC تزداد بازدياد تركيز المستخلص وتتفاوت اعتمادا على نوع المستخلص كما موضح في (الجدول 3) فقد سجلت اقل قيمة مثبطة للمستخلص الميثانولي بتركيز (100 مايكروغرم/ ملتر), وان اقل تركيز قاتل أيضا لوحظ من تأثير المستخلص الميثانولي بتركيز (200 مايكروغرام / ملتر) . وتماثلت نتائج MIC و MBC لكل من المستخلص الايثانولي ومستخلص الكلوروفورم بتركيز (300 مايكروغرام/ملتر) و(500 مايكروغرام/ ملتر) على التوالي. وظهر المستخلص الاسيتوني تأثير مثبط فقط بتركيز (500 مايكروغرام/ملتر) وهذا يشير لقابلية المذيبات العضوية على استخلاص المركبات التي لها فعالية مضادة للإحياء المجهرية من الأجزاء النباتية (1). بينما لم يظهر المستخلص المائي أي تأثير تثبيطي وقد يرجع ذلك إلى أن تركيز المركبات العضوية في المستخلص المائي غير كافية لإحداث تأثير تثبيطي على البكتريا (8). إن ملاحظة تأثيراً تثبيطياً لمستخلصات أوراق نبات شب الليل يشير لوجود مركبات عضوية في النبات لها فعالية مؤثرة على البكتريا تأثيراً تثبيطياً أو تأثيراً قاتلاً. أجريت الكشوفات الكيميائية للمكونات الأساسية لمستخلصات شب الليل وبينت وجود التانينات Tannins, السابونينات Saponins, الستيرويدات Steroids, الفلافونويدات Flavonoids, القلويدات Alkaloids, الفينولات Phenols, الكلايكوسيدات Glycosides, لكنينات Lignins (1, 16, 17, 8, 18) ولأن النباتات مصدر غني بالمركبات التي لها فعالية مضادة للأحياء المجهرية مثل الفلافونويدات Flavonoids (19), التانينات Tannins (20), السابونينات Saponins, الفينولات Phenols (21) و القلويدات Alkaloids (22), وهذا يفسر الفعل التثبيطي لنبات شب الليل.

جدول رقم (3) يبين التركيز المثبط الأدنى MIC والتركيز القاتل الأدنى MBC

MBC (مايكروغرام/ملتر)	MIC (مايكروغرام/ملتر)	مستخلصات أوراق شب الليل
-	-	المستخلص المائي
-	500	المستخلص الاسيتوني
500	300	مستخلص الكلوروفورم
200	100	المستخلص الميثانولي
500	300	المستخلص الايثانولي
5	2.5	النيومايسين

- لم تلاحظ عكرة في الأنابيب

3-2 نتائج تأثير مستخلصات الأوراق مع مضاد نيومايسين على نمو البكتريا

أظهرت نتائج طريقة الانتشار في الوسط الصلب أن لمستخلص الكلوروفورم (500مايكروغرام/مل)، وللمستخلص الميثانولي (200 مايكروغرام / مل) وللمستخلص الايثانولي (500 مايكروغرام / مل) لأوراق شب الليل فعالية مضادة لبكتريا *S. aureus* (جدول 4). وكانت أكبر منطقة تثبيط سجلت لمستخلص الكلوروفورم (18.5 ملم) تبعها المستخلص الايثانولي (17 ملم) والمستخلص الميثانولي (14.5ملم) إن اختلاف تأثير المستخلصات العضوية للنباتات على الأحياء المجهرية يعود إلى الصفات الجينية لهذه الأحياء (23) وهذا قد يكون سبب الاختلاف بين النتائج . وان زيادة تراكيز المستخلصات يزيد من فعلها التثبيطي (8) كما ظهر في نتائج هذه الدراسة. لقد استخدم تركيز (5 مايكروغرام/مل) من النيومايسين وهو التركيز MBC من هذا المضاد للمقارنة، بينما استخدم التركيز MIC (2.5 مايكروغرام/ مل) بخليط المستخلصات مع النيومايسين وذلك لبيان تأثير خلط المستخلصات العضوية مع المضاد الحيوي نيومايسين في تثبيط بكتريا *S. aureus* ومدى تعزيز مستخلصات أوراق شب الليل لفعالية نيومايسين التثبيطي. وهذا ما أظهرته النتائج، فان الخليط من المستخلص الميثانولي و نيومايسين (200 + 2.5 مايكروغرام/ مل) اظهر أكبر منطقة تثبيط (26.5 ملم) مقارنة مع المستخلص الميثانولي لوحده ومضاد النيومايسين لوحده وأيضاً مقارنة مع المستخلص الايثانولي و الكلوروفورم وهذا قد يعود لوجود أعلى تواجد من التانينات Tannins في المستخلص الميثانولي لأوراق شب الليل كما بينته إحدى الدراسات(8) . وتلاه التثبيط الذي أظهره خليط المستخلص الايثانولي ونيومايسين (500 + 2.5 مايكروغرام / مل)، ثم خليط مستخلص الكلوروفورم ونيومايسين (500 + 2.5 مايكروغرام / مل) بمنطقتي تثبيط 25 ملم، 24 ملم على التوالي ويلاحظ ان التراكيب الثلاثة من المستخلص ومضاد نيومايسين كان لها مناطق تثبيط أكبر من منطقة تثبيط نيومايسين (23.5 ملم). على الرغم من استخدام تركيزاً مضاعفاً من المضاد نيومايسين مقارنة مع تركيز نيومايسين المستخدم في الخليط وهذا يؤكد تعزيز فعالية المضاد الحيوي.

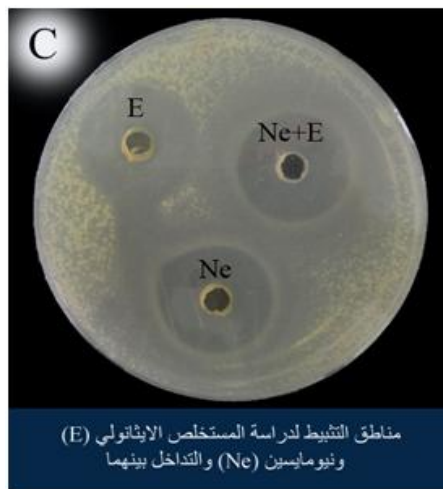
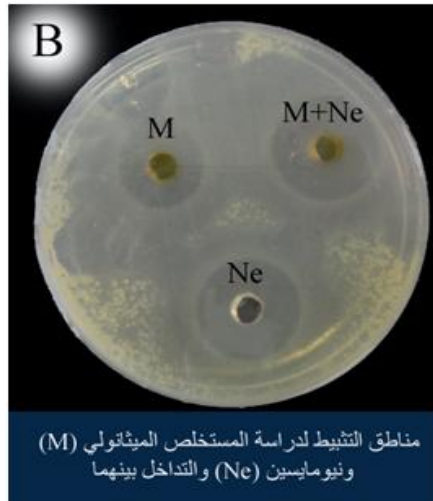
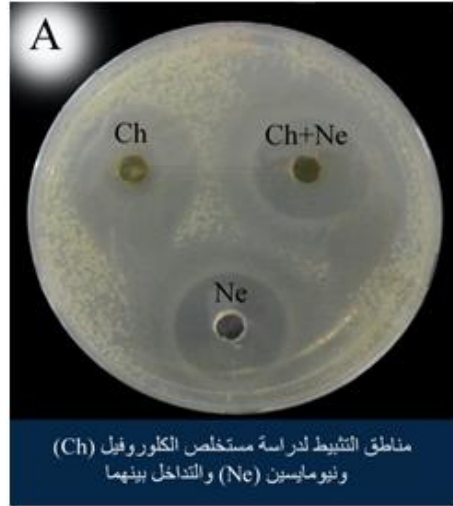
جدول 4 : الفعالية التثبيطية لمستخلصات أوراق شب الليل وخليط المستخلصات مع المضاد نيومايسين ضد بكتريا *S. aureus*

الاشكال	معدل قطر منطقة التثبيط (ملم)*	التركيز المُختبر (مايكروغرام/ملتر)	مستخلصات أوراق شب الليل
الشكل (A)	18.5	500	مستخلص الكلوروفورم
	24	2.5 + 500 نيومايسين	
الشكل (B)	14.5	200	المستخلص الميثانولي
	26.5	2.5 + 200 نيومايسين	
الشكل (C)	17	500	المستخلص الايثانولي
	25	2.5 + 500 نيومايسين	
الشكل (A,B,C)	23.8	5	المضاد الحيوي نيومايسين

*كل قيمة هي معدل لثلاث مكررات

نستنتج من الدراسة أن نبات شب الليل يمكن اعتباره نبات طبي بالإضافة كونه من نباتات الزينة وذلك لفعالية مستخلصاته العضوية في تثبيط البكتريا وهذا يشجع على زيادة الدراسات التي يمكن بها عزل المركبات العضوية الفعالة من شب الليل ودراسة أثارها الصيدلانية والعلاجية. ويمكن أن نستنتج من الدراسة أيضاً إمكانية زيادة الفعالية التثبيطية للمضادات الكيميائية بإضافة مستخلصات عضوية نباتية وهذا يفتح المجال للدراسة واكتشاف تراكيب دوائية جديدة تكون أكثر فعالية

وربما تكون أكثر أمانا واقل أثارا جانبية, مثلا تركيب يدعم الفعل العلاجي للكريمات أو المراهم الجلدية الحاوية على المضاد الحيوي نيومايسين والمستخدمة لمعالجة الالتهابات الجلدية.



4- المصادر

1. Kiran kumar V, Ravi sankar N, Ramya S, Sahaja R.V , Saritha K, Govinda Reddy K and Naidu N.V. Phytochemical screening and Antimicrobial activity of the leaf extract of *Mirabilis jalapa* against pathogenic microorganisms. International journal of phytomedicine. 2: 402-407 (2010).
2. مجيد سامي هاشم ومحمود مهند جميل. النباتات والاعشاب العراقية بين الطب الشعبي والبحث العلمي. مطبعة دار الثورة، بغداد، العراق (1988).
3. Piyali sankar, Abdul kabieo Mahmud and Jyochhna Priya Mohanty. Antidiabetic activity of ethanolic extract of *Mirabilis jalapa* roots. International journal of armacy&Technology. 3: 1470-1479 (2011).
4. Nowshin N, Rumzhum, Mostafizur Rahma M, Shahidul islam M Sadia A. and Chowdhury. Cytotoxicity and Antioxidant activity of extractives from *Mirabilis jalapa* L. Journal of Pharmaceutical sciences. 1(1&2): 85-88 (2008).
5. Jiro K, Noriyuki H, Masahiro F, Masashi M, Yoichi T and Akira K. DNA Sequence of Mirabilis Antiviral Protein (MAP), a Ribosome-inactivating Protein with an Antiviral Property, from *Mirabilis jalapa* L. and Its Expression in Escherichia coli. The Journal of Biological Chemistry. 266(13): 8426-8430 (1991).
6. Ji-yin zhou, Shi-wen zhou, Sheng-ya zeng, Jian-yun zhou, Ming-jin jiang and Yan he. Hypoglycemic and hypolipidemic effect of ethanolic extract of *Mirabilis jalapa*.L. root on normal and diabetic mice. Internet journal.1-10 (2007).
7. Lakshmi devi S, Dhanamani M, and Kannan S. In-vitro antibacterial activity of various extract of *Mirabilis jalapa* stem. Scholar research Library. 2(6): 329-332(2010).
8. Akintobi, O.A., Agunbiade, S.O., Okonko, I.O., and Ojo, O.V. Antimicrobial evaluation and phytochemical analysis of leaf extracts of *Mirabilis jalapa* against some human pathogenic bacteria. Nature and Science. 9(10): 45-53(2011).
9. Mustafa Oskay , Dilek Oskay and Fatih Kalyoncu. Activity of some plant extracts against multi-drug resistant human pathogens. Iranian Journal of Pharmaceutical Research. 8(4): 293-300(2009).
10. Alfonso R. and Ennaró, G. Remington: The science and practice of pharmacy. Mack publishing company. USA Vol. II (1995).
11. الجبوري محييد مد الله. علم البكتريا الطبية. دار الكتب للطباعة والنشر. جامعة الموصل (1990).
12. المهداوي، مثنى محمد . اتصال شخصي. قسم علوم الحياة، كلية التربية للعلوم الصرفة. جامعة ديالى (2014).
13. Lin Jiang. Comparison of disk diffusion, agar dilution, and broth microdilution for antimicrobial susceptibility testing of five chitosans. Fujian Agricultural and Forestry University. A Thesis of Master. China, (2009).
14. Ronald M. Atlas, Lawrence C. Parks and Alfred E. Brown. Laboratory manual of experimental microbiology. James M. Smith. USA (1995).
15. British Pharmacopoeia, 2010.
16. Eneji, S.M., Inuwa, H.M., Ibrahim, S., Ibrahim, A.B. and Abdulfattah, A. In vitro assessment of bioactive components of *Mirabilis jalapa* ethanolic extract on clinical isolates of *Salmonella typhi* and *Bacillus cereus* . African Journal of Biotechnology. 10(71): 6006-16011(2011).
17. Subin Mary Zachariah, N. A. Aleykutty, B. Jaykar, Vidya Viswanad, Halima O. A. Evaluation of antioxidant and total flavanoid content of *Mirabilis jalapa* L. using in vitro models. International Research Journal of Pharmacy. 3(3): 187-192 (2012).
18. Mahalingam R, Bhirathidasan R, Ambikapathy V and Panneerselvam A. GC-MS Determination of Bioactive compounds of *Mirabilis jalapa*. Asian Journal of Plant Science and Research. 2 (3):224-227(2012).
19. Tsuchiya H, Sato M, Miyazaki T, Fujiwara S, Tanigaki S, Ohyama M, Tanaka T, Inuma M. Comparative study on the antibacterial activity of phytochemical flavanones against methicillin resistant *Staphylococcus aureus*. Journal of Ethnopharmacol. 50: 27-34(1996).
20. Ya C, Gaffney SH, Lilley TH and Haslam E. Carbohydrate-polyphenol complexation. P.553. In: Hemingway RW, Karchesy JJ (ed), Chemistry and Significance of condensed tannins. Plenum Press, New York (1988).
21. Nabila B, Mirici S and Duran A. Antioxidant and antimicrobial activities of the *Pistacia lentiscus* and *Pistacia atlantica* extracts. African Journal Pharmacology. 2(2): 22-28 (2008).
22. Cowan, M. M. Plant products as antimicrobial agents. Clinical Microbiology reviews. 12(4): 564-582 (1999).
23. Odoemena CS and Essien JP. Antibacterial activity of the root extract of *Telfaira occidentalis* (fluted pumpkin). West African Journal Biological and Applied Chemistry. 40(1-4):29-32(1995).

Enhancing the Effectiveness of the Antibiotic Neomycin by Extracts of *Mirabilis Jabala* against the bacterium *Staphylococcus aureus*

Luma Thenon Salih

The General Company for Medical Instrument & Medicine Industry, Baghdad, Iraq

Abstract

The current study has succeeded to enhance the antibiotic activity of Neomycin against *Staphylococcus aureus* by adding certain concentration from *Mirabilis jalapa* leaf extracts. The diffusion method of the quantity has used in antibiotic sensitivity test, and then determined minimum inhibitory concentration MIC and minimum bacteriocidal concentration MBC of the antibiotic Neomycin and every leaf extracts (Methanol extract, ethanol extract, chloroform extract, acetone extract and aqueous extract). The diffusion method has used in solid media to test the best synthesis consist of the antibiotic activity and the plant extract which gives the best active results against bacteria. The result has showed that MIC by methanol extract (100µg/ml) and MBC as well (200µg/ml). The synthesis that consist of 2.5µg/ml of Neomycine added to it 200µg/ml of methanol extract has showed the widest inhibition zone against bacteria.

Keywords: | Neomycine | *Mirabilis Jabala* | *Staphylococcus aureus* bacteria | MIC | MBC |



ISSN 2226-0722

Journal of Iraqi Industrial Research



تصميم و تصنيع منظومة فحص كفاءة أجهزة الحماية في المكائن الكهربائية

كاظم محمد عبد، حسن علي موسى، رياض عبدالله حسين، عبدالله سعيد خليل، نور رشيد عباس

شركة ديالى العامة للصناعات الكهربائية، وزارة الصناعة والمعادن، ديالى، العراق

Email: info@msc.industry.gov.iq

الخلاصة :

تتعرض أجهزة الحماية الكهربائية المخصصة لحماية المكائن والمعدات الكهربائية أسوة بأي منظومة كهربائية أو إلكترونية إلى حالات العطل، وغالباً ما يكون هذا العطل غير منظور مما قد يتسبب بحدوث مضاعفات خطيرة على شبكات الكهرباء في حالة حدوث عارض في ماكينة ما وقد يؤدي إلى حرائق أو تلف المحطات أو المكائن في بعض الأحيان وذلك لعدم توفر أجهزة الكشف عن كفاءة عمل أجهزة الحماية الكهربائية في شركة ديالى العامة للصناعات الكهربائية مما يتطلب تأمينها استيرادياً أو تصنيعها ضمن الإمكانيات المتوفرة في الشركة. يهدف البحث الحالي إلى تصميم و تصنيع جهاز فحص كفاءة أداء أجهزة الحماية الكهربائية في المكائن الكهربائية، كما تم إجراء الحسابات التصميمية للجهاز على ضوء المعطيات المطلوبة لأجهزة الحماية باستخدام المعادلات الرياضية ذات العلاقة بهذا المجال بحيث يؤمن فحص كافة أجهزة الحماية، وعلى هذا الأساس أعتمد مأخذ التيارات الواطئة الذي يجهز تيارات تتراوح من (0.5) إلى (20) أمبير. أما مأخذ التيارات العالية فيجهز تيارات من (7.5) إلى (300) أمبير. تم الحصول على تيارات تبدأ من (7.5) إلى (300) أمبير بالنسبة لملف التيارات العالية والحصول على تيارات تبدأ من (0.5) أمبير ولغاية (20) أمبير بالنسبة لملف التيارات الواطئة. وكانت النتائج إيجابية وناجحة، إذ حققت جميع متطلبات الفحص المطلوبة وبذلك يمكن إجراء فحص لأجهزة حماية المكائن الكهربائية وقواطع الدورة وأجهزة الحماية. بناءً على النتائج أعلاه استنتج الباحثون إمكانية استخدام الجهاز ضمن المواصفات الفنية المحددة لأجهزة الحماية وتحقيق الهدف من تصنيعه.

الكلمات المفتاحية: | أجهزة الحماية الكهربائية | أجهزة قياس التيار والفولتية | المحولات الكهربائية

©2016 Commission of Research and Industrial Development. All rights reserved.

1. المقدمة:

تتمثل مشكلة البحث الحالي بوجود أعطال غير منظورة في بعض أجهزة الحماية التي تم وضعها على المكائن الكهربائية لتأمين حمايتها من حالات حدوث طارئ ناتج عن سحب تيار فوق المعتاد والتي قد تؤدي إلى مضاعفات خطيرة على شبكات الكهرباء وهذه بدورها تؤدي إلى حرائق أو تلف المعدات في بعض الأحيان وذلك لعدم توفر أجهزة الكشف عن كفاءة عمل أجهزة الحماية الكهربائية في شركة ديالى العامة للصناعات الكهربائية مما يتطلب تأمينها استيرادياً أو تصنيعها ضمن الإمكانيات المتوفرة في الشركة، علماً بأن أجهزة الحماية الكهربائية تشكل دوراً فاعلاً في حماية المكائن والمعدات العاملة بالطاقة الكهربائية من ظروف تغير الطاقة المستهلكة للجهاز أو المعدة والتي قد تؤدي إلى حدوث عوارض أو أعطال متباعدة في تلك المكائن والأجهزة والتي قد تكلف المصانع والشركات مبالغ طائلة لغرض تصليحها أو تعويضها بأجهزة جديدة مما يتطلب توفير آلية تقييم أداء أجهزة الحماية وبيان الاستجابة للحالات الطارئة موقعياً وإضافة إمكانية جديدة للملاكات العاملة في مجال الصيانة في تحديد المشاكل بدقة أكثر وفترة أقصر وكلفة أقل.

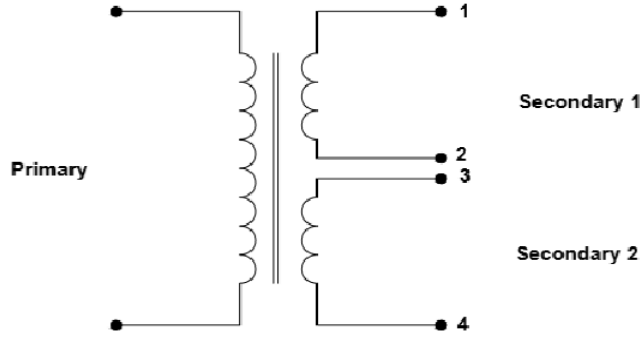
هدف البحث والجدوى الاقتصادية:

يهدف البحث الحالي إلى تصميم و تصنيع جهاز فحص كفاءة أداء أجهزة الحماية الكهربائية للمكائن في المحطات الكهربائية، وبيان كفاءتها ومدى فعاليتها عند حدوث طارئ، إذ يتم محاكاة أجهزة الحماية بنفس ظروف العمل والحالات الطارئة. بما أن المكائن الكهربائية والمعدات المستوردة تكلف مبالغ طائلة وكذلك أجور الصيانة تتطلب أموالاً ووقتاً مما يتسبب في توقف الإنتاج وبذلك تكون الخسارة مضاعفة لذا أصبح من الضروري أن توفر لها الحماية الكافية للحفاظ على المعدات وتقليل نفقات الصيانة مما يتطلب استيراد وحدات فحص تقدر كلفتها بحدود (3000000) ثلاثة ملايين دينار لاستخدامها في فحص أجهزة الحماية لضمان عملها بصورة صحيحة في حين إن كلفة تصنيع الجهاز هي (500000) خمسمائة الف دينار.

الجزء النظري:

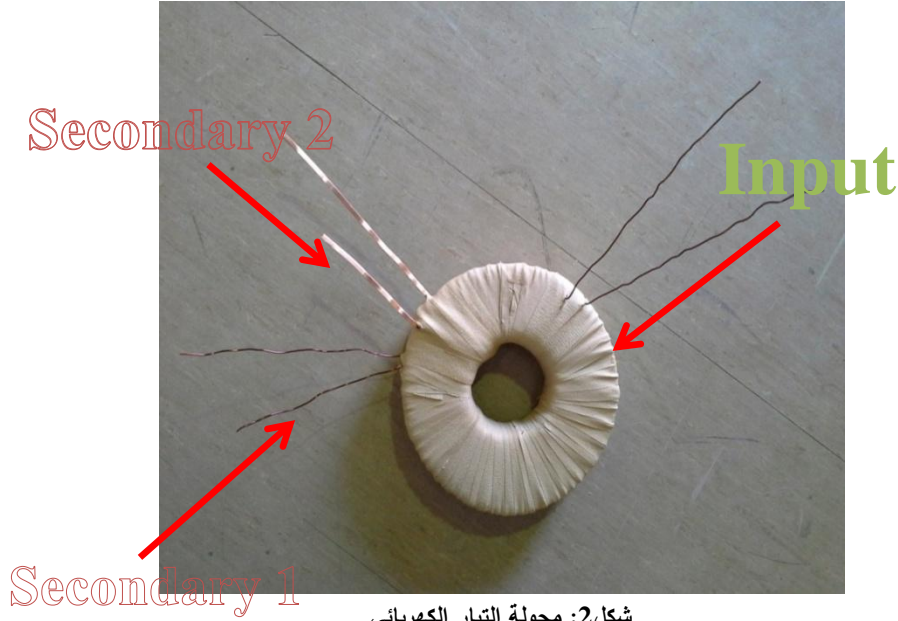
تم تصميم الجهاز لتجهيز التيارات العالية والتيارات الواطئة بما يتلاءم ونوع الحماية. فمثلاً أجهزة الحماية ممكن أن تغذى مباشرة من الجهاز عن طريق مأخذ التيارات الواطئة وكذلك يمكن تجهيز محولة التيار (C.T) المغذية لجهاز الحماية عن طريق مغذي التيارات العالية كما في شكل رقم (1) و(2)، حيث تم استخدام أنظمة وحسابات المحولات في تصنيع الجهاز عن طريق التحويل بين الفولتية والتيار والريح بالتيار على حساب الفولتية مع ثبوتية القدرة للجهاز للوحدة إذ يتم تغذية المحولة عن طريق جهاز مغير الفولتية (Varic) (الذي يعتمد على نظرية تقسيم الفولتية على أساس نسبة عدد اللفات بين الدخول والخروج وكما مبين في شكل رقم (3)). لضمان صعود تدريجي بالتيار لحين الوصول إلى التيار المطلوب.

فمأخذ التيارات الواطئة بجهاز تيارات تتراوح من (0.5) إلى (20) أمبير، أما مأخذ التيارات العالية فيجهاز تيارات من (7.5) إلى (300) أمبير كما مبين في الدائرة الكهربائية الموضحة في شكل رقم (1).

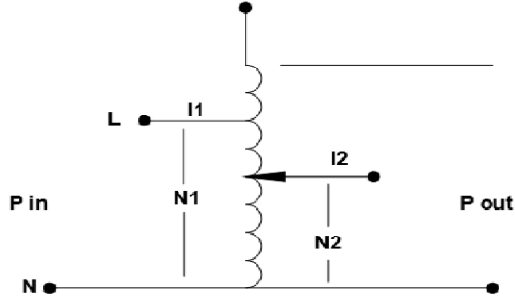


Secondary 1
: ملف مأخذ التيارات الواطئة.
Secondary 2
: ملف مأخذ التيارات العالية.
Primary
: الملف ابتدائي.

شكل رقم 3: الدائرة الكهربائية لمغير الفولتية



شكل 2: محولة التيار الكهربائي



V/T Volt / turn

$$P = \frac{V}{T} * I \dots\dots\dots(1)$$

$$I = \frac{V}{R} \dots\dots\dots(2)$$

$$P = \frac{V}{T} * \frac{V}{R} \dots\dots\dots(3)$$

$$P = \frac{V^2}{T^2 R}$$

$$P \propto \frac{V^2}{T^2}$$

$$V/T \propto \sqrt{P}$$

$$P = 2KVA, R \text{ is constant}$$

$$V/T = \sqrt{2} = 1.414$$

شكل رقم 3: الدائرة الكهربائية لمغير الفولتية

$$\frac{V_2}{V_1} = \frac{N_2}{N_1}$$

$$V_{out} = V_{in} \times \frac{N_2}{N_1}$$

$$\frac{N_2}{N_1} = K$$

$$P = V \times I$$

$$V_1 \times I_1 = V_2 \times I_2$$

$$I_2 = \frac{V_1 \times I_1}{V_2}$$

حيث أن:

- : N_1 يمثل عدد اللفات التي يتم حقن الفولتية فيها.
- : N_2 تمثل عدد اللفات في جهة الخروج والتي تكون متغيرة حسب الموقع.
- : V_1 V input
- : V_2 V output
- : P_{in} VA. يمثل القدرة من جهة الدخول وتقاس بـ
- : P_{out} VA. يمثل القدرة من جهة الخروج وتقاس بـ
- : I_1 يمثل تيار الدخول.
- : I_2 يمثل تيار الخروج وهو يعادل تيار الدخول مضروباً بمقلوب نسبة التحويل في الحالة المثالية اي عندما تهمل المقاومة الداخلية للأسلاك وممانعة الملف. $P_{in} = P_{out}$ وكما مبين
- : K نسبة التحويل

$$I_2 = \frac{I_1}{K}$$

$$\frac{1}{K} = \frac{V_1}{V_2}$$

1. الجزء العملي:

أعد فريق البحث تصاميم جهاز فحص كفاءة أداء أجهزة الحماية الكهربائية للمكائن في المحطات الكهربائية وتنفيذه معتمداً المواد المتوفرة في مخازن شركة ديالى العامة للصناعات الكهربائية فضلاً عن المواد المتيسرة في الأسواق المحلية وهذا الجهاز يتألف من الأجزاء الآتية:

- 1- مغير الفولتية (250 - 0) V - 2KW.
- 2- محولة تيار (400/5) Amp.
- 3- مقياس تيار رقمي.
- 4- هيكل حديدي.
- 5- محولة (220/5) V - 2KW.

1- مغير الفولتية (Variac):

تم تصنيعه اعتماداً على نظرية تقسيم الفولتية وكما ورد في الجزء النظري.

2- محولة التيار (Current Transformer):

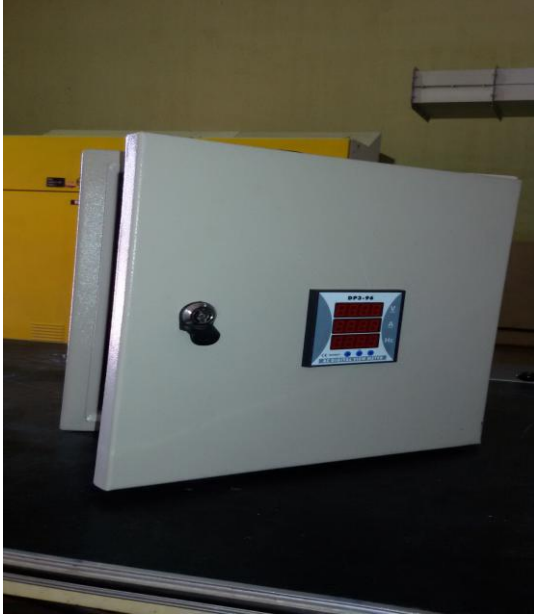
عبارة عن قلب حديدي يحيط بالموصل ملفوف عليه ملف يقوم بتحويل الفيض المغناطيسي الناتج عن الموصل أثناء مرور التيار إلى فولتية ثم بعد ربط طرفي الملف على مقياس التيار والذي تكون مقاومته صغيرة جداً لدرجة أنها تهمل في الحسابات وبذلك يمر التيار خلال المقياس وكما موضح في شكل (2).

3- مقياس التيار الرقمي (Digital Ammeter):

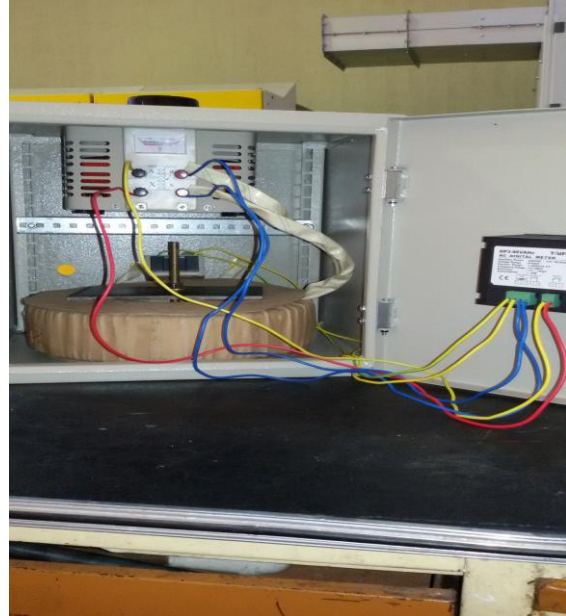
وهو جهاز يقوم بقراءة التيار عن طريق تحويل الفولتية التماثلية الناتجة عن مرور التيار إلى فولتية رقمية تتناسب مع حجم التيار.

4- الهيكل الحديدي:

أبعاد الهيكل الحديدي المكعب هي (40 x 40 x 40) سم ويتضمن بداخله المحولة ومغير الفولتية ومحولة التيار ومقياس تيار رقمي. وبعد تجميع الجهاز الموضح في الأشكال (4-5-6) تم إجراء فحص الأداء الأولي لغرض التحقق من التوصيلات ونقاط الربط و الأداء لكل جزء والتي تم تجاوزها بنجاح تم استخدام الجهاز لفحص أجهزة الحماية للتأكد من أداءه بالشكل النهائي.



شكل 5: منظر أمامي للجهاز

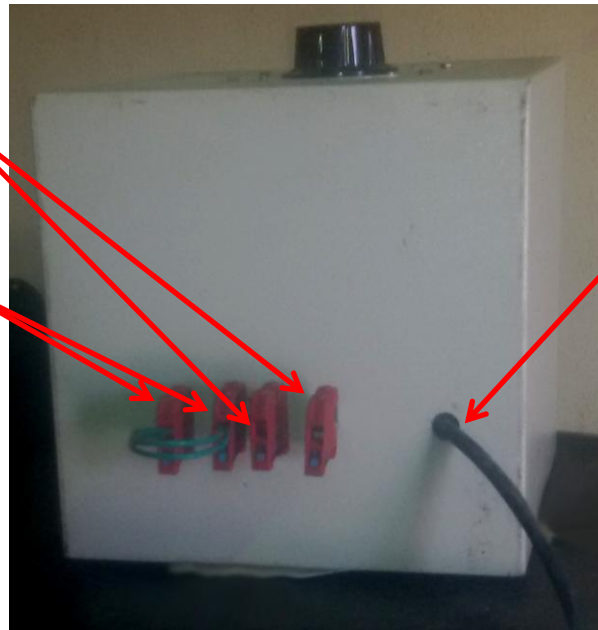


شكل 4: يوضح أجزاء الجهاز الداخلية

مأخذ التيارات الواطنة

مأخذ التيارات العالية

دخول مصدر القدرة



2. النتائج:

- 1- تم الحصول على تيارات تبدأ من (7.5) أمبير وحتى (300) أمبير بالنسبة لملف التيارات العالية والحصول على تيارات تبدأ من (0.5) أمبير ولغااية (20) أمبير بالنسبة لملف التيارات الواطئة. وكانت النتائج إيجابية، إذ حققت جميع متطلبات الفحص المطلوبة (الحصول على تيارات مختلفة تتلاءم مع الأجهزة المراد فحصها) وبذلك يمكن إجراء فحص لأجهزة حماية المكائن الكهربائية وقواطع الدورة.
 - 2- بالنسبة للمدى من (0.5 - 20) أمبير خطوات التغير تكون (0.2) أمبير لذلك نحصل على مدى مسيطر عليه بنسبة تغيير قليلة، أما بالنسبة للمدى من (7.5 - 300) أمبير خطوات التغير هي بحدود (5) أمبير لذلك لا توفر مرونة كافية للعمل ضمن المدى (7.5 - 20) أمبير.
 - 3- الجهاز يعمل لكل أنواع الحماية الكهربائية من تغيرات التيار سواء حماية المكائن أو المحطات الكهربائية.
 - 4- بناءً على النتائج أعلاه استنتج الباحثون إمكانية استخدام الجهاز ضمن المواصفات الفنية المحددة لأجهزة الحماية وتحقيق الهدف من تصنيعه.
3. شكر وتقدير: نقدم شكرنا وتقديرنا إلى شركة ديبالى العامة للصناعات الكهربائية وذلك لتسهيل إجراء البحث. و السيد (إسماعيل صدام عيد/ ر. مهندسين أقدم) لإشرافه على إعداد البحث.

4. المصادر:

- 1- الكبيسي، وهيب مجيد: طرائق البحث العلمي بين التظير والتطبيق، فينوس للحاسبات والطباعة والترجمة، 2 (2011) 5-10 بغداد، العراق.
- 2- محمد علي جمعه، مازن: أجهزة القياسات الكهربائية والإلكترونية، مطبعة التعليم العالي، ص 50 (1987)، بغداد، العراق.
- 3- Theraja, B. L. (2000): Electrical technology, S. Chand & Company Ltd, Ram Najar, New Delhi.
- 4- Aktiengesellschaft, Siemens(2010): Electrical Engineering Handbook, Heyden & Son Ltd. Spectrum house, Hillview Gardens, London.

Design & Manufacturing Efficiency Testing System for the Protection Devices in Electrical Machines

Kadhim Mohammed Abed, Hasan Ali Mousa, Riyadh Abdulla Husain, Abdulla Sa'eed Khaleel, Nour Rasheed Abbas

Diala State Company for Electrical Industries, Ministry of Industry & Minerals, Diala , Iraq.

Abstract:

The electrical protection devices that have been made to protect machines and electrical equipment subjected to damage like all electrical and electronic systems. Most of these faults are invisible which causing a huge damages to electrical networks in case of unexpected events in power station or machines leading to damages and fire and sometimes terminate station and line protection machines due to absence of such devices which are able to test the performance of the protection device that are required in this case. The current research aims to design and fabricate an electrical testing device which is able to check the performance of these protection devices in the electrical machines. Design calculations of the device were made according to the required protection devices, via using mathematical equations to cover all available kinds of electrical protection devices in diala state company. So the low current was taken (0.5 - 20) Amp and high currents (7.5 -300) Amp. All the results were positive and succeeded through obtaining all test requirements. Therefore, testing upon protection devices of electrical machines is possible, as well as the circuit – breakers station and the overloads. According to above results, the researchers have concluded this device could be used within the required technical specification to achieve its manufacturing aim.

Keywords: | Electrical protection devices | Current & Voltage testing devices | Electrical transformers |



ISSN 2226-0722

Journal of Iraqi Industrial Research



Acid Activation of Montmorillonite Claystone from Wadi Bashira Deposit in Iraq for Vegetable Oil Bleaching

Abdul Wahab Al-Ajeel¹, Sahar N. Abdullah¹, Nagham M. Abood¹, Hayder Y. Mahdi¹, Manal Matti²

¹*Iraqi Geological Survey, Ministry of Industry & Minerals, Baghdad, Iraq*

²*State Company for Vegetable Oil Industry, Baghdad, Iraq*

Email: comgeosurv@geosurviraq.com

ABSTRACT

Calcium montmorillonite claystone from Wadi Bashira – Western Desert, was activated on a laboratory scale with H₂SO₄. Activation was carried out at 96 -98 °C and 1:3 solid:liquid ratio with different acid concentrations (30, 40, 50, 60wt%) and reaction times (1,2,3,4hr). Chemical composition as well as the qualitative mineralogical identification of raw montmorillonite claystone and the activated samples were determined by XRF and XRD respectively. The efficiency of the activated clay samples for the bleaching mixed oil (cotton seeds and sun flower) was tested. The activated samples showed a very good decolorizing ability of the aforementioned oil through the significant removal of red and yellow coloration of the oil. The test results of the red and yellow colors of the treated oil obtained from using Lovibond Tintometer Colorimeter are in the range of 2.1-3 red and 8.4-11.8 yellow. This indicates that the oil obtained is of excellent quality. Accordingly, an acid concentration of 30% and 1 hour activation time would be the best conditions for the activation of montmorillonite claystone achieve these results.

KEYWORDS: | Acid activation | Ca-montmorillonite | bleaching of vegetable oil | montmorillonite claystone |

© 2016 Corporation of Research and Industrial Development. All rights reserved.

1. INTRODUCTION

Acid activated clay has found widespread use in edible oil and fats in refinery industry. Both edible vegetable oils and animals fats are decolorized and refined using montmorillonite clay that has been activated with mineral acid [1-6]. Montmorillonite is a clay mineral of smectite group (2:1), made up of one octahedral alumina (Al₂O₃) sheet sandwiched between two tetrahedral silica (SiO₂) sheets [7]. The cation exchange capacity (CEC) and the type of exchangeable cations have important effect on the properties of the montmorillonite clay and great influence on their technological applications. Generally, it is classified into sodium montmorillonite, with Na⁺ ions as the main exchangeable cation and calcium montmorillonite, with Ca⁺⁺ ions as the main exchangeable cations [7-8]. Acid activated clay is usually made of calcium montmorillonite. Upon acid activation (or acid treatment) of montmorillonite, usually with hot strong mineral acid, hydrogen ions attack the alumina silicate layers via the inter layer region, cations are leached from the octahedral and tetrahedral sheets, impurities such as calcite are dissolved and exchangeable cations are replaced by hydrogen ions. This process alters the structure, chemical composition, and physical properties of the clay. The result is an increase in the specific surface area and pore volume of the clay which enhance its bleaching capacity [9-12]. It had been widely reported that acid activated montmorillonite clay, has proved superior to other clay minerals for removal by adsorption of undesirable colors of chlorophyll, carotene and others coloring pigments, to reduce trace metals, phospholipids and soaps. This enables the production of stable pale yellow colored oil /fat which is resistant to oxidation and acceptable to consumers [13,14]. Apart from oil industry, acid activated montmorillonite are widely used in various fields, for example sulfur production, catalysts supports in chemical industry, environmental protection, cleaning and detergents, as well as a component of carbonless copying paper [10, 15]. But the important application, in term of market consumption remains for decolorizing, purification and stabilization of vegetable oil [14]. The Iraqi vegetable oil industry, covers its need for acid activated clays entirely by imports, and yet the Iraqi industries does not concern with the production of acid activated clay, where, its deposit had been found in different parts of the country. The prime deposit montmorillonite claystone however, is located in Wadi Bashira Western Desert; its reserve was accounted of about 300 million ton. The deposit is of low grade calcium montmorillonite associated with high amount of various impurities, CaCO₃ represent the major impurity (averaging 68% montmorillonite) [16]. However, in view of the need for utilizing the locally available raw material, this work aims to establish the best conditions for preparing acid activated clay from Wadi Bashira calcium montmorillonite claystone deposit and evaluate its capacity in decolorizing vegetable oil.

2. EXPERIMENTAL

Material and Method

- Ca-montmorillonite claystone sample from Wadi Bashira deposit in the Western Desert of Iraq was used as starting material for this work. The claystone sample (50Kg) was received in powdered form of (-75 μ m) from the State Company of Mining and Aquatic Isolation /Production Department .The chemical and mineralogical composition of the received claystone sample are given in table-1
- Sulfuric acid of (98 wt % H₂SO₄) concentration was used for the activation of the montmorillonite claystone.
- Crude neutralized (pH= 7) mixed vegetable oil of (cotton seed and sun flower seeds) was used for the bleaching experiments. The oil was supplied by the State Company for Vegetable Oil Industry. The red and yellow color values of the oil under test are 10 and 100 respectively as tested by the aforementioned company using Lovibond Tintometer, Gallenkamp Colorimeters.

Table 1: Chemical and mineralogical composition of the raw bentonite sample received

SiO ₂ %	Fe ₂ O ₃ %	Al ₂ O ₃ 3%	TiO ₂ %	CaO %	MgO %	SO ₃ %	Na ₂ O %	K ₂ O %	L.O.I %	Pb p.p.m	Cu p.p.m	Cd p.p.m	Cr p.p.m
54.76	5.0	15.09	0.99	6.16	3.6	1.04	1.36	0.5	10.78	25	11	2.2	136
Mineralogical composition Montmorillonite, Attapulgite, Quartz, Calcite, Gypsum and Halite													

Preparation of Acid Activated Montmorillonite Claystone

Powdered (-75 μ m) raw montmorillonite claystone was treated with sulfuric acid solution of (30, 40, 50 and 60 wt %) concentrations. The reaction was carried out with stirring in a two neck flask under reflux for different times (1, 2, 3 and 4 hr). The ratio of solid: liquid (claystone: H₂SO₄ solution) used was 1:3 (w/v) and, the reaction temperature was maintained for all tests at 96 - 98°C. The resulted clay slurry from each test was filtered, washed repeatedly with distilled water to arrive at a pH of 6.5, then, oven dried at 105 °C for 24 hrs. The dried acid activated clay samples were then kept in desiccators for use in the oil bleaching tests.

Bleaching Test

The bleaching process was carried out under atmospheric pressure by adding 2 gm of the prepared acid activated clay to 100 ml of the mixed oil (sun flower + cotton seed) at 80°C, with stirring for 30 min. As the time elapsed the slurry was filtered under vacuum suction to separate the bleached oil from the clay. The bleached oil was then analyzed by Lovibond Tintometer to determine its red and yellow color level. The analysis was carried out by the quality control department / the State Company for Vegetable Oil Industry. However, according to the information gained from this company [17], the marketable accepted oil should have at maximum level of 7 and 70 for red and yellow color respectively.

3. RESULTS & DISCUSSION

Characterization of the acid activated montmorillonite claystone

The chemical composition of the raw claystone sample and the samples treated with sulfuric acid at different concentrations are listed in Table (2).

Table 2: Chemical composition of raw claystone and acid activated montmorillonite samples at various H₂SO₄ concentrations

Material Composition	Raw	A30	A40	A50	A60
SiO ₂ %	54.76	64.12	64.90	66.99	70.22
Fe ₂ O ₃ %	5.0	2.45	1.95	1.52	1.21
Al ₂ O ₃ %	15.09	11.53	10.89	9.30	8.07
TiO ₂ %	0.99	1.05	1.02	0.98	0.99
CaO%	6.16	4.7	3.58	3.78	3.38
MgO%	3.6	2.43	2.02	1.83	1.67
SO ₃ %	1.04	2.6	3.12	4.12	3.42
L.O.I%	10.78	10.7	11.96	11.11	10.63
Na ₂ O%	1.36	0.09	0.05	0.01	0.015
K ₂ O%	0.35	0.39	0.37	0.27	0.25
Pbp.p.m	25	<60	-	-	-

Cup.p.m	11	<12	-	-	-
Cdp.p.m	2.2	<5	-	-	-
Znp.p.m	351	234	-	-	-
Crp.p.m	136	<50	-	-	-

A_x=Activated montmorillonite claystone at the acid concentration used

It can be seen evident from table (2) that the acid activation caused significant changes in the chemical composition of the montmorillonite claystone. It causes a marked increase in silica (SiO₂) rise and significant lowering in the oxides of (Al₂O₃, Fe₂O₃ and MgO). It has been generally agreed that acid activation get the edges of the platelets of the montmorillonite mineral open, and as a consequence the (Al, Fe and Mg) cations of the octahedral sheet (from the 2:1 layers) were leached due to its exposure to the acid and the amounts removed would depends on acid concentration^[3,5,12,13]. However, the results of the chemical analysis shown in table(2) indicates, that the increase in acid concentration resulted in a progress decrease in the amount of Al₂O₃, Fe₂O₃ and MgO, which constitutes the cations (Al, Fe and Mg). The effects of acid concentration on these oxides (R_xO_y) are shown in Fig. (1). It is obvious from this figure that an effective attack on the montmorillonite structure which cause a successive leaching out of the (R_xO_y) occurred with the increase in acid strength. This could cause a partial decomposition of the clay mineral, and reduce the degree of crystallinity of the clay mineral. The XRD pattern of the raw montmorillonite claystone used in the activation work is shown in Fig. (2). It can be seen clearly that the claystone is composed predominantly of the clay mineral montmorillonite associated with the clay mineral palygorskite and other non-clay minerals (quartz, calcite, gypsum and trace feldspar). The d(001) value of the montmorillonite was found of about 15Å indicating that this clay mineral is of a calcium type. Subsequently the influence of sulfuric acid treatment (acid activation) on the diffraction pattern of the montmorillonite using different (30, 40, 50 and 60wt %) H₂SO₄ concentrations are given in Fig. (3). Comparing this figure with that of figure (2), it is obvious the acid activation caused a significant structural changes besides the chemical composition shown in Table (2).

The XRD patterns given in Fig (3), however, display, that the acid activation was mainly affected the d(001) planes reflection that corresponds to 15.6Å (the intensity of line 2θ= 5.63°) of montmorillonite. The intensity of d (001) peaks is significantly decrease, broadening, and become smaller and smaller with increasing acid concentration. In this study the (001) intensity disappeared when the H₂SO₄ concentration reached 60 %. Other workers [13] demonstrated, that the (001) peaks of Ca- montmorillonite remains perceptible even at 70 % H₂SO₄. On the other hand, the peaks at (2θ=20°) corresponding to the (011) reflection of montmorillonite seems to be slightly affected by acid activation, while as the peaks corresponding to palygorskite was unaffected. Also, calcite and gypsum were removed during acid activation and anhydrite was formed instead due to the effect of sulfuric acid and activation temperature as shown in Fig (3).

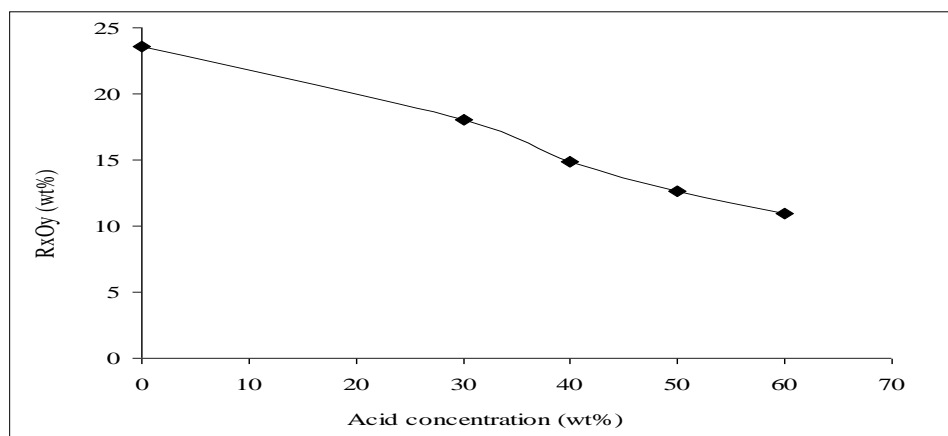


Figure 1: the variation of the wt% of R_xO_y (Al₂O₃+Fe₂O₃+MgO) of the activated bentonite at different acid concentrations

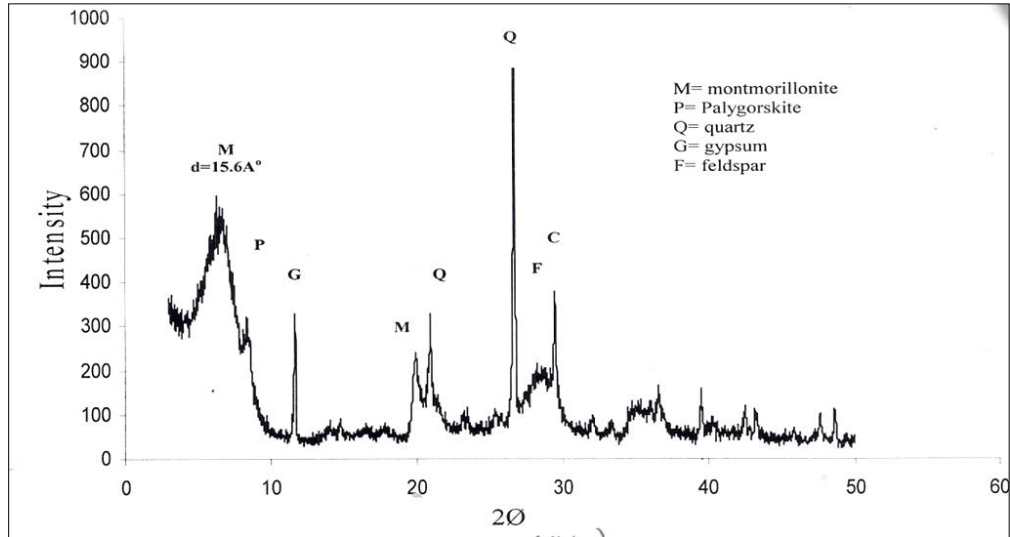


Figure 2: X-Ray pattern of raw Ca-montmorillonite claystone

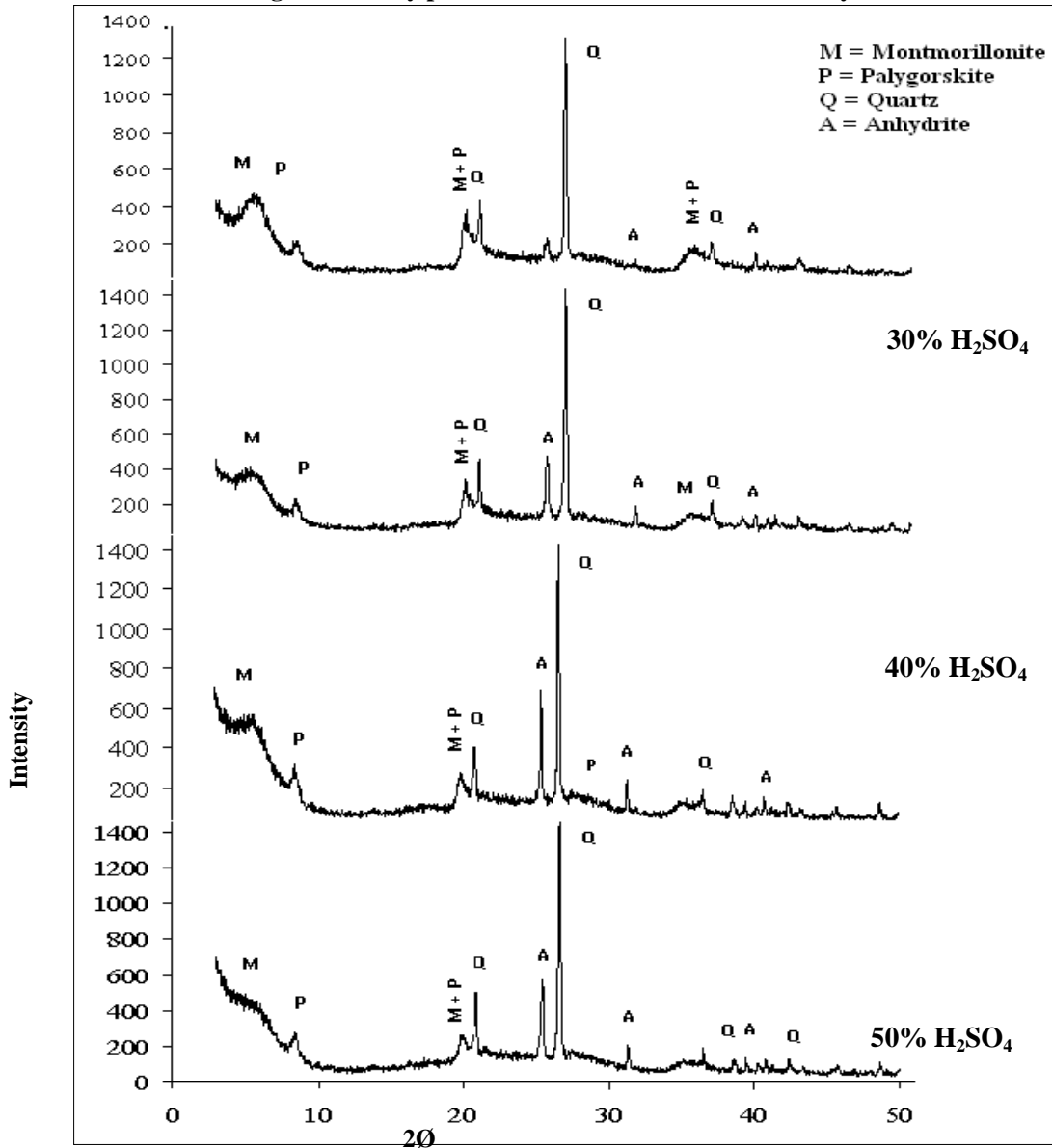


Figure 3: X-ray patterns of the activated montmorillonite clay at different acid concentration for 1 hr reaction time

Bleaching Performance

Bleaching clays are able to remove undesirable colors by decreasing the levels of chlorophyll, carotene and other color bodies from vegetable oils. Consequently reduce, principally the red and yellow coloration of the oil to a more acceptable level to consumers. Thus, the main goal of the bleaching experiments was to determine the effect of the acid activation process in developing a potential decolorizing ability of the tested montmorillonite claystone sample. This was ensured through the detection of the red and yellow coloration of the bleached oil (mixed cotton seed and sun flower oils) of the different variables (acid concentrations and reaction times) tested in the activation process. However, the initial level of the red and yellow coloration in the natural crude mixed oil was 10 for red (R) and 100 for yellow (Y). The bleaching efficiency in this study, however is defined by:

$$L_{\text{unbleached}} - L_{\text{bleached}} \div L_{\text{unbleached}} \times 100$$

L = the value of the red or yellow colours detected on the tantometer scale

The results of the performance of the activated montmorillonite claystone prepared at different acid concentration and activation time on the bleaching of the vegetable oil test (mixed cotton seed and sun flower oil) are given in table(3).

Table 3: The effect of activation time on colour value at various acid concentrations

Acid concentration %	30				40				50				60			
	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4
Activation time (hr)																
Color value (red and yellow) of the treated oil	3R-9.9Y	3R-9.9Y	3R-9.9Y	3R-9.9Y	2.1R-8.4Y	2.1R-8.4Y	2.1R-8.4Y	2.1R-8.4Y	2.1R-8.4Y	2.1R-8.4Y	2.1R-8.4Y	2.1R-8.4Y	3R-11.7Y	3R-11.7Y	3R-11.7Y	3R-11.76Y

In general, it can be seen from the data of table (3) that, the montmorillonite claystone samples treated with 30%, 40%, 50% and 60% H_2SO_4 concentration at different reaction times showed excellent adsorption of both red and yellow colors from the raw oil tested. The results obtained show that red color are in the range of 2.1– 3 red and 8.4 – 11.76 yellow, which indicate that the bleached oil is of a high quality. These values, however, are well below the values(6-7 red and 60-70 yellow) of the marketable oil produced by the Iraqi State Company of Vegetable Oil Industry (Matti, 2014). Therefore the bleached oil produced from this work can be considered of excellent quality.

It seems from the results shown in Table (3) that increasing the activation time beyond (1 hr) does not affect the activation process, contrary to the acid concentrations particularly at (30 and 60 wt %). Thus, it is suggested that, one hour activation time would be ample to impart good decolorizing ability to the activated clay. In this respect, the bleaching efficiency of the acid activated clay obtained at different (30, 40, 50 and 60 wt%) H_2SO_4 concentrations were of 68.5 % , 79 % , 79 % and 60 % for the red color and 90% , 91.6 % , 91.6 % and 88 % for yellow color respectively . It can be seen that the decolorizing ability of the activated clay tends to improve slightly as the acid concentration increases to 50 wt%. Thereafter the bleaching efficiency tends to decrease with further increase in acid concentration to 60wt % H_2SO_4 . However, it is worth to mention here, that the bleaching efficiency of the raw montmorillonite claystone (untreated) was found of about 30% for both red and yellow colors adsorption. Therefore, the increase in bleaching capacity due to the acid treatment could be attributed to the leaching of impurities covering the active sorption sites and the formation of active acid sites on the montmorillonite platelet due to the structural modification caused by the acid activation as shown in Fig.(3). Whereas, the decrease in the bleaching efficiency when 60wt% acid concentrations was used could be a consequence of the partial collapse of the montmorillonite lattice and decrease of its crystallinity, which is reflected by the disappearance of the 001 peak. Since acid strength higher than 30 wt% does not highly improve the bleaching efficiency of montmorillonite activated clay. It is recommended to use 30% H_2SO_4 strength in the activation process. Consequently, the bench scale (using 1kg raw montmorillonite claystone sample) acid activation was conducted at the recommended conditions (30% H_2SO_4 , 1:3 w/v solid: liquid ratio and 1 hr bleaching time), to confirm the bleaching efficiency of the activated clay prepared on the laboratory scale. The test results showed that the product obtained from the bench scale experiments has a bleaching efficiency of 79% (2.1R) and 90% (10Y) for red and yellow colors respectively of the oil under test (mixed cotton seed and sun flower oil.), which is highly in accordance with that obtained from the laboratory work. From the foregoing, it is apparent that the acid activation of Wadi Bashira montmorillonite claystone can successfully be used in the decolorization of edible oil.

Table 4: The effect of acid concentration on colour absorption at constant activation time

Acid concentration %	30	40	50	60
Colour Value (red& yellow)	3R-9.9Y	2.1R-8.4Y	2.1R-8.4Y	3R-11.76

4. CONCLUSION

According to the results gained from this work the following conclusion can be drawn

- Acid activation of Wadi Bashira calcium montmorillonite claystone cause chemical and structural changes of the montmorillonite clay mineral. A progress decrease in the oxides of (Al_2O_3 , Fe_2O_3 and MgO), as well as the peak intensities of the (001) reflection of the Ca- montmorillonite with increasing acid concentration. At 60 wt% H_2SO_4 strength, the crystallinity of the montmorillonite mineral was highly decreased with diffusion of the 001 peak.
- The acid activated of the calcium montmorillonite claystone has a high efficiency in decolorizing vegetable oil that resulted with excellent quality oil.
- The best bleaching efficiency was obtained by using H_2SO_4 acid concentration in the range of 30- 50 wt%.
- The optimum operating conditions for the activation process are: 30 wt% acid concentration, 1hr activation time, $98^{\circ}C$ activation temperature and 1:3 solid: liquid ratio.

5. ACKNOWLEDGEMENT

The authors wish to thank Geosurv-Iraq for financial support of the research . Special thanks go to staff who work at the Chemical Laboratories section / Central Laboratories / Geosurv.

6. REFERENCES

- [1] J.M. Hartwell. The diverse uses of montmorillonite. *Clay Minerals*, 6(1965) 111-118.
- [2] R.E. Grim. *Clay Mineralogy*. MC-Grow Hill Book Company, 2nd edit(1968) 569.
- [3] R.Francisco, F.R.V. Diaz, and P.D.S. Santos. Studies on the acid activation of Brazilian smectite clays. *Quim.Nova* , 24 (2001) 345-353.
- [4] Al-Zahrani, A.A., Al-Shahrani, B.S. and Al-Tawil, A.Y. Study on the activation of Saudi natural bentonite, part 1: Investigation of the conditions that give best results of sulfuric acid activation process. *J. King Saudi. Univ.* 13 (2001) 57-72.
- [5] E.L. Foletto, C.Volzone, and L.M. Porto. Performance of an Argentinean acid activated bentonite in the bleaching of soybean oil. *Braz. J. Chem. Eng.*, 20(2003) 1-10.
- [6] O.O. James, M.A. Mesubi, F.A. Adekole, E.O. Odeunmi, J.I.D. Adekeke, and R.B.Bale. Bleaching performance of Nigerian (Yola) bentonite. *Latin American Applied Research*, 38(2008) 45-49.
- [7] R.E. Grim. *Applied Clay Mineralogy* McGraw-Hill, Book Company INC, (1962) 422.
- [8] B.Bala, B.K. Samantaray, and S.K. Srivostava. Dehydration transformation of Ca-montmorillonite. *Bull. Meter. Sci*, 23(2000) 61-67.
- [9] D.R.Taylor and D.B. Jenkins. Acid Activated Clays. *Society of Mining Engineering of American Institute of Mechanical Engineers Transactions*, 282(1987) 1901-1910.
- [10] G.E. Christides, P.W. Scott, and A.C. Dunham. Acid activation and bleaching capacity of Greece bentonite from the Island of Milos and Chios, Aegean, *Applied Clay Science*, 12(1997) 329-347.
- [11] P. Falaras, I. Kovanis, F.Lezo, and G.Seiragakis. Cotton seed oil bleaching by acid – activated montmorillonite. *Clay Minerals*, 34(1999) 221-232.
- [12] Z .Vukovic, A. Milutonovic, L. Rozic , A. Rosic, Z.Nedic, and D. Jovanovic, The influence of acid treatment on the composition of bentonite. *Clays and Clay Minerals*, 54(2006) 697-702.
- [13] M. Onal, Y. Sarikaya, T. Alemdaroglu, and I. Bozdogan. The effect of acid activation on some physicochemical properties of a bentonite. *Turk. J. Chem.*, 26(2002) 409-416
- [14] W.Zhansheng, L.Chun, S.Xifang, X.Xiaolin, D. Bin, L.Jin, and Z. Hongsheng. Characterizations acid activation and bleaching performance of bentonite from xinjiang. *Chinese. J. Chem. Eng.*, 14(2006) 253-258.
- [15] G.M. Clarke. *Special Clay. Industrial Mineral*, 216(1985) 25-51.
- [16] K.S. Al-Bassam, and L. K. Saeed. Mineral investigation of the upper cretaceous Safra montmorillonite claystone deposit, Wadi Bashira western desert. *Geosurve. Int. Rep. No.*, 1922(1989).
- [17] Matti, M., Privet Communication, Quality Control Department, State company of Vegetable Oil Industry, Ministry of Industry (2014).

تنشيط البنتونايت من منطقة وادي بشيرة بالحامض لغرض قصر الزيوت النباتية

عبد الوهاب عبد الرزاق العجيل¹، سحر نجم عبد الله¹، نغم موفق عبود¹، حيدر يعقوب¹، منال مكي

2

¹هيئة المسح الجيولوجي العراقية -وزارة الصناعة و المعادن-بغداد-العراق

²الشركة العامة لصناعة الزيوت النباتية-بغداد-العراق

الخلاصة

في هذه الدراسة تم اجراء تجارب على المستوى المختبري لتنشيط اطيان المونتمورلونايت الكالسيومية من وادي بشيرة في الصحراء الغربية باستخدام حامض الكبريتيك. جرت عملية التنشيط عند درجة حرارة 96-98 م° و بنسبة 1:3 صلب: سائل وباستخدام تراكيز مختلفة من الحامض (30, 40, 50, 60)% وزنا ولأزمان تفاعل مختلفة (1, 2, 3, 4hr). تم تحديد التركيب الكيماوي لنموذج البنتونايت الخام والنماذج التي تم تنشيطها، بواسطة الاشعة السينية المقفورة (XRF) والتركيب المعدني النوعي والحائدة (XRD). كما تم فحص كفاءة النماذج المنشطة في قصر مزيج زيت بذور القطن و عباد الشمس. بينت النتائج ان عملية التنشيط قد ادت الى نقصان واضح في نسب مكونات المونتمورلونايت العائدة للاكاسيد (MgO, Fe₂O₃, Al₂O₃) بالاضافة الى القمم التي تعود للانعكاس البلوري d(001) لمعدن المونتمورلونايت مع زيادة تركيز الحامض. في حين لم يحصل اي تغير للقيم الاخرى التي تعود للمونتمورلونايت في مخططات حيود الاشعة السينية لجميع النماذج. كما ان نماذج اطيان البنتونايت المنشطة اظهرت قابلية قصر جيدة للزيت الوارد الذكر من خلال النقصان الواضح في قيم اللون الاحمر و الاصفر و قد كانت مديات قيم هذه الالوان وفق ما تم قياسها باستخدام جهاز الطيف اللوني وهي 2.1-3 احمر و 8.11-11.8 اصفر.

الكلمات المفتاحية: | البنتونايت | المونتمورلونايت الكالسيومية | قصر زيت النبات | نماذج اطيان |



Formulation and Characterization of Dextran-70 0.1% and Hypermellose 0.3% Artificial Tears Eye Drop

Qusay F. Abbas, Khulood A. Ahmed , Dheaa Alden Abdulraheem, Maryam T. Hussein, Majd S. Hammodi,
Alaa A. Hasan, Taha Y. Ibrahim, Hayder Abdulkareem, Hussein H. Mohammed

*Ibn Sina Research Center, Corporation of Research and Industrial Development, Ministry of Industry and Minerals,
Baghdad, Iraq*

Email: ibnsinadrug@crid.industry.gov.iq

ABSTRACT:

Eye drops formulation is a growing science due to large number of diseases that can affect the eye .Dry eye is considered one of the most regular conditions perceived by ophthalmologists. Symptoms include ocular irritation, dust , dry sensation, and blurred vision.Dextran70 with Hypermellose can make a sterile solution for topical eye use. This unique combination of ingredients work to retain moisture on the eye and make slow evaporation of the tear film. The present study involves preparation of many formulas and the best one selected according to pharmacopoeia specifications. A clear stable eye drop was obtained and the stability of the formulas was studied after exposure to different conditions temperature and humidity specifically, 32°C, 45°C and 56°C. We collected the further information to reach a suitable formula which matches the requirements of USP specifications. Artificial tear is used to relief dryness, eye sensitivity and burning with irritation due to dryness of the eye and it is used as a protection against further irritation.

KEYWORDS: | Dry Eye | Artificial Tears | Dextran | Hypermellose |

© 2016 Corporation of Research and Industrial Development. All rights reserved.

1. INTRODUCTION

Artificial tear topical eye solution also has other name "Tears natural". The formula is a mixture of two active ingredients;Dextran 70 with Hypromellose (Hydroxypropyl methylcellulose). Dextran 70 is derived by controlled hydrolysis and fractionation of polysaccharides elaborated by the fermentative action of certain appropriate strain of *Leuconostoc mesenteroids* (NRRL,B-512F;NCTC,10817) on a sucrose substrate . It is a glucose polymer in which the linkages between glucose units are almost entirely of the α -1:6 type. Average molecular weight is 63,000 to 77,000. [1,2]

Description :dextran 70 is a white powder ; odourless ; tasteless. very soluble in hot water ; insoluble in ethanol.[3,4]
Hyperomellose: is a propylene glycol ether of methylcellulose when dried at 105°C for 2 hours it contains:-
Methoxy (-OCH₃) and hydroxylpropoxy (-OCH₂ CHOH CH₃) groups conforming to the limits for the types of Hypromellose (Hydroxypropyle methylcellulose) [5,6] .

2. EXPERIMENTAL

The materials which are used in this study presented in table (1) and the procedures are followed:

Table (1): Ingredients to produce 1000 mls of Dextran 70 plus Hypermellose eye drop

Item No.	Ingredients	Amount
1	Dextran 70 micronized	1 gm
2	Hydroxypropyl methylcellulose (Hypermellose) grade 2910	3 gm
3	Sodium borate	1.9 gm
4	Boric acid	1.9 gm
5	Potassium chloride	3.7 gm

6	Sodium chloride	4.5 gm
7	Benzalkonim chloride	0.1 gm
8	Disodium edetate	1 gm
9	Purified water Q.S. to	1000 ml

- 1- Add the hypermellose (3gm) to about 60 ml purified water at 80°C-90°C, add a further 35ml of cold water with stirring until homogenous solution obtained.
- 2- Dissolve sodium chloride (4.5 gm), potassium chloride (3.7gm), sodium borate (1.9gm) and boric acid (1.9gm) in 400 ml. of Purified water then, add benzalkonium chloride (0.1gm) and Disodium edetate(1gm) , mix well until completely dissolved .
- 3- Mix the two portions of solutions above, then add Dextran 70 (1gm) stir and mix well , allow to stand overnight .
- 4- Check the pH between(6.8 – 7.4).
- 5- Complete the volume, to 1000ml with purified water, and then filter the supernatant liquid by filtration system.
- 6- Autoclave the solution at 100C° for 30 min.

The pharmacopoeia specification of this eye drop is presented in table (2)

Table (2): Specification of Dextran 70 (0.1%), Hydroxypropyl methylcellulose 2910 (0.3 %) eye drop

Composition : each 1 ml contains Dextran 70 (0.1%) Hydroxypropyl methylcellulose 2910 (0.3 %.)	
Appearance : clear colourless solution.	
PH range : 6.8 – 7.4.	
Assay limit : 90 – 110%.	
Viscosity : 15 - 20 centistoke (1.5×10^{-5} - 2.0×10^{-5} m 5).	
Irritation test: Not Irritant.	
Sterility : sterile	
Toxicity : non toxic	
Route of administration : Topical use , instill 1 or 2 drops in the affected eye as needed.	
Packaging : plastic drop – Tainer volume (12ml).	
Storage : store at room temperature (15-25 C°) ,close well after each use.	
Shelf life : 2 year	

3. RESULTS & DISCUSSION:

The results of evaluation of the prepared batches regarding different considerations have shown to be satisfactory , and the formulas of optimum characteristics are further subjected to stability studies and the results are presented in table (3).From the table of stability study the results show the potency percentage of the remaining polymers of the formula which was obtained within the time of the study.

Different formulations were studied physically and chemically at different temperatures room (R.T), { 32C°, 45C° and 56C°}, for a period of (6months). The results of accelerated stability study for shelf life determination for (6months), show that no significant changes were happened, therefore we could store the formula at room temperature since the ingredients in this pharmaceutical formula would remain stable at R.T. According to the results of stability study of artificial tears, the shelf life should not be more than two years from the date of manufacturing.

Table (3): Stability study of Dextran 70 with Hypermellose eye drop

Storage Time/month	Temp °C	Dextran 70 conc.%	Hypermellose Conc.%	pH	Apperance
Zero time	R.T	103.21	105.2	7.1	Clear colourless
	R.T	100.31	105.2	7.0	Clear colourless

1 month	32	100.22	105.0	7.0	Clear colourless
	45	100.22	105.0	7.0	Clear colourless
	56	100.0	104.8	7.0	Clear colourless
2 months	R.T	100.21	103.20	7.0	Clear colourless
	32	99.99	102.22	7.0	Clear colourless
	45	99.95	102.22	7.0	Clear colourless
	56	99.92	102.11	7.0	Clear colourless
3 months	R.T	100.2	100.20	7.1	Clear colourless
	32	99.9	100.20	7.1	Clear colourless
	45	99.52	100.10	7.0	Clear colourless
	56	99.42	99.98	7.0	Clear colourless
4 months	R.T	100.2	100.20	7.0	Clear colourless
	32	99.8	99.99	7.0	Clear colourless
	45	99.8	99.88	7.0	Clear colourless
	56	99.5	99.50	6.9	Clear colourless
5 months	R.T	100.0	100.0	7.0	Clear colourless
	32	100.0	99.98	7.0	Clear colourless
	45	99.8	99.97	6.9	Clear colourless
	56	99.8	99.97	6.9	Clear colourless
6 months	R.T	99.87	100.0	7.0	Clear colourless
	32	99.5	99.50	7.0	Clear colourless
	45	98.2	99.20	6.9	Clear colourless
	56	98.1	99.10	6.9	Clear colourless

4. REFERENCES:

- [1] USP 30, "the United states phamacopia ", NF25, the National formulary " 2007.
- [2] B.P, " the British phamacopia ", 2009.
- [3] PDR , "physicians Desk References ", 59 edition 2005.
- [4] The PDR ,physician Desk References ", " the Nation's 9th Edition .
- [5] BNF , "British National formulary", 56, septemper, 2008.
- [6] Martindale , "the extra pharmacopeia ", Thirty five edition , 2005.
- [7] Chemical stability of pharmaceuticals. A handbook for pharmacists, 2nd edition , 1986
- [8] The PDR, "physician Desk References", 54 edition, 2000.

صياغة وتوصيف قطرة دموع اصطناعية دكستران 70 0.1% و هايبيرميلوس 0.3%

قصي فاضل عباس , خلود احمد, ضياء الدين عبد الرحيم , مريم حسين, ماجد حمودي, علاء حسن , طه ياسين ابراهيم , حيدر عبد الكريم , حسين محمود

مركز أبحاث ابن سينا - دائرة البحث والتطوير الصناعي - وزارة الصناعة والمعادن - الجادرية - بغداد - العراق

الخلاصة

ان صياغة قطرات العين هو العلم المتزايد الذي يعالج عدد كبير من الأمراض التي يمكن أن تؤثر على جفاف العين . وكواحد من أهم الشروط التي ينظر إليها من قبل أطباء العيون. وتشمل الأعراض تهيج العين والغبار والحساسية والجفاف , تحتوي هذه التركيبة على مادة الدكستران 70 والهايبيرميلوس في محلول معقم للمعالجة الموضوعية للعين . ان هذه التركيبة هي مزيج فريد من المكونات التي تعمل على الاحتفاظ برطوبة العين وجعل التبخر بطيئا . في هذه الدراسة تم تحضير عدة تركيبات باستخدام كميات مختلفة من المواد الصيدلانية المضافة وتم دراسة ثباتيتها في ظروف مختلفة للوصول الى افضل التركيبات واختيارها واعتمادها. بعد تعرضها لظروف مختلفة درجة الحرارة على وجه التحديد 32°C ، 45°C و 56°C. ومطابقتها للمواصفات الصيدلانية الدستورية الموجودة في دستور الادوية الامريكي USP. يستخدم هذا المستحضر كدموع اصطناعية لحرقة وجفاف وحساسية العين مع تهيج بسبب جفاف العين وللاستخدام كحماية ضد مزيد من الاحمرار .

الكلمات المفتاحية: | قطرة عين | دموع صناعية | دكستران | هايبيرميلوس |



ISSN 2226-0722

Journal of Iraqi Industrial Research



Preparation of Clotrimazole Ointment 2.5% to Treat Fungal Skin Infections in Farm Animals for Veterinary Use Only

J. Ahmed, A. Awatif, J. Ahmmed, M. Mahmood, H. Hadeel, J. Muhammed

Veterinary Drug Center, Corporation of Research and Industrial Development, Ministry of Industrial & Minerals, Baghdad, Iraq

Email: vet@crid.industry.gov.iq

ABSTRACT

The aim of this study is to prepare formulation of clotrimazole ointment, in the Veterinary Drug Center. Clotrimazole ointment formulation is antifungal and used against specified type of fungi. Data was collected about the materials used in the preparation of the formula from the well-known pharmacopeia which available in the center, including the physical and chemical specification and properties of active ingredient used in drug formulary. The result of clotrimazole ointment formula at room temperature and zero time was proximately similar. On the other hand, when the formula was stored at a temperature of 40 degrees Celsius with humidity of 65%, it was noted that the result was the same as result of the first approach of analysis at zero time which was 100% in the first month, while continuous storage of product for three months with exposure to heat showed changes in the effectiveness of the product 95.7% to 95%. Over the time and for one year, the formula seemed to be stabilized its effectiveness at 97%. The comparison between formula and the commercial product Fugidin 1% using fungus *Candida albicans* was studied. Both have definitely the same zone of inhibition. Finally clinical and therapeutic effect was evaluated in veterinary hospital of Baghdad by using formula for treated of effected animals which found efficiency of formula through curing most cases of infected skin and return to the normal position and this is another proof of the efficiency of the formula

KEYWORDS: | clotrimazole | antifungal | *Candida albicans* | Veterinary | Fugidin |

© 2016 Corporation of Research and Industrial Development. All rights reserved.

1. INTRODUCTION

Clotrimazole, is a synthetic antifungal agent have the chemical name [1(2-Chloro- α,α -diphenylbenzyl)imidazole]. It has the following structural formula ($C_{22}H_{12}ClN_2$). It is a broad spectrum antifungal agent which is used for the treatment of different organism of pathogenic *Dermatophytes sp.*, yeast and *Malassezia sp.* relatively. It caused mild infection of the skin, *Sporotrix schenckii* which cause severe cutaneous infections and *Aspergillus fumigatus*, *Cryptococcus neoformans*, *Histoplasma capsulatum* and *Candida albicans* may cause life-threatening [1]. So the antifungal medication is a pharmaceutical fungicide used to treat and prevent mycoses such as ringworm, candidiasis (thrush), serious systemic infections such as cryptococcal meningitis, and others. That mean the action of Azoles groups is inhibit ergosterol synthesis by blocking Ianosine 14-demethylase, which converts lanosterol to ergosterol. This leads to increase membrane fluidity, permeability, inhibition of fungal cell growth and replication [2]. *Candida* is a genus of yeast, *Candida* fungus became an important cause of infection and most common organisms isolated from culture blood [3]. Those organisms are normally inhabitant of skin and mucous membranes [4, 5]. While the dermal and mucosal fungal infections have increased the last 30 years; it is mainly differed in an environmental condition and stress factor [6,7] that lead to control this invasion through carried out new design of formulation to treat disease topically, subcutaneous and systemic one. *Candida albicans* is a well-known cause of superficial dermatitis [8] in skin or skin in intertriginous regions which become more amenable to rapid growth of fungi and other organ like vagina caused vulvo vaginal candidiasis. So the main action of fungi invade into the mucosal barriers are disrupted the immune system, severe neutropenia was located for the *Candida* to pass through the defenses of the skin and causes disease in deeper tissues; in such cases, mechanical disruption of the infected skin sites were typically a factor in the fungal invasion of the deeper tissues. *Candida albicans* is a diploid fungus that grows both as yeast and filamentous cells [9,10]. mostly *Candida albicans* commonly were isolated species [11] which cause abscess associated with infection called (candidiasis or thrush) in animals. In the last years, it found that the main factor for increasing infection was prolonged antibiotic use. Clotrimazole used to stop the division and grow of organisms by increases cell membrane permeability that mainly lead to leakage of intracellular phosphorus compounds into the medium joining along with breakdown of cellular nucleic acids and accelerated potassium efflux. That mean Clotrimazole exhibited fungistatic and fungicidal activity against isolates of *Trichophyton rubrum*, *Trichophyton mentagrophytes*, *Epidermophyton floccosum*, *Microsporum canis*, and *Candida* species, including *Candida*

albicans [12]. Fugidin had proved to be promoters of resistance and restrictive use was advised [13-15] against dermatophyte and yeast infections, effective against *S. aureus*, *S. epidermidis* and *S. pyogenes*, whereas *E. coli* and *C. albicans* were used mainly as topically [16,17].

2. EXPERIMENTAL:

Material and Method

Clotrimazole, Lanolin, Methyl paraben, Propyl paraben, Wax, Yellow soft paraffin, Vaseline, Liquid paraffin, Ethanol.

Apparatus:

Magnetic stirrer hotplate, Mixer for liquid (one liter), Balance, Heater, Different glass ware (separator funnel, volumetric beaker, cylinder, volumetric flask and conical flask).

Procedure:

To make 100 gm of Clotrimazole ointment formula: weighting the active material (2.5gm Clotrimazole), (liquid paraffin), Vaseline and ethanol 99%. Clotrimazole placed in dry beaker then added Ethanol with shaking well for a minute with Vaseline and mixing well with glass rod then heating the beaker by hot plate at temperature 80 °C to dissolve Vaseline, continue mixing to have a softy mixture. Later, liquid paraffin had added to mixture, continue stirring the mixture for 15 minutes with heating until the homogeneity of all components was mixed well. Then leave the formula for a while to cool and packaged the final product in plastic 100gm capacity packaging, send sample to the quality control for identification [18-20]. The specification of active ingredients and other raw material are shown in table (1).

Composition:

Each 100gm of clotrimazole ointment contain: 2.5g of clotrimazole

Measurement of antifungal activity of Clotrimazole ointment and Fugidin:

The antifungal activity of clotrimazole formula has been measured by using well diffusion agar techniques. This technique was done by Culture media: Miller Hinton agar (M.H.A), this medium was used for growing fungi (*C. albicans* ATCC 10231) and prepared by dissolving 38.0 gm in one liter of (D.W.), then autoclaved at 15 pound / inch and temperature at 121 °C for 15 min, and the diameter of the zone inhibition of fungal was measured after incubation, while the pH for all culture media were adjusted to (7.2-7.4) by using pH meter [25].

Preparation of paper discs:

Candida spp. sensitivity to prepared 2.5% clotrimazole ointment and commercially product (Fugidin) were done by using filter paper disc diffusion method, the filter paper disc of 6 mm were prepared from whatman No. 3 filter paper by using ordinary office two-hole puncture, the discs placed in vials sterilized by oven and allowed to cool [26,27].

Anti- yeast sensitivity test:

The stock solution (200 mg/ml) of commercial Clotrimazole was prepared by dissolving 1gm in 5 ml of DMSO. The concentrations (5 mg/ ml) were prepared from the stock solution then 1ml added to 50 filter paper discs, then allowed to dry for 2 hrs.. Another filter paper discs were soaked with DMSO only used as control. Yeast suspension prepared from 24 h. colony by using phosphate buffer saline (PBS) in comparison with standard control with concentration (2ml /10⁶) of yeast suspension. 0.1 ml of yeast suspension was inoculated on M.H.A at 37 °C for 15 minutes, the prepared discs were placed on Petri dish medium incubated for 24-48 h. at 37 °C. Zones of inhibition were measured for each disc that represent Clotrimazole 2.5% ointment compared with commercial product (Fugidin) 1 % [28].

3. RESULTS & DISCUSSION

Result in table (3) and figure (1) showed stability and efficiency of clotrimazole ointment formula at room temperature and zero time practically similar which set at value 100%. The stability was remained to the last six month till it reached the final time one year probably due to the high activity of the active ingredient used in the preparation, as well as, the strength of the fusion between components that already gave this result through high specification of the new product that mainly seen in table (2). On the other hand, when the product stored at a temperature of 40 degrees Celsius with humidity of 65% for a period of almost complete and this is very clear through the table (3) by chemical analysis of the product in the first month, it was noted that the result was the same as the result of the first approach of analysis "zero time" where the result was 100%. While continuous storage of product with exposure to heat, the analysis showed changes in the effectiveness of the product from 95.7% to 95% over a period of three months. Over the time, the formula seem to recuperate its effectiveness and stabilized at 97% that show good interact between components which mainly extend over six month to one year, considered as excellent evidence of good material quality used in the preparation despite the simplicity of the devices used. In table (4) the formula was compared with commercial product by using chemical analysis with period extend to two month with room temperature and 40°C storage. The result showed similarity between both formulas, consider previous evidence to efficiency of ointment and its high ability to compete with commercial product in spite of the simple capabilities that have been used in its preparation. In figure (2) the comparison between formula and the commercial product Fugidin 1% using the same fungus *Candida albicans* was observed it wasequal in efficiency for both products against the fungi and both have defiantly the same zone of inhibition. Finally the clinical evaluation of the formula and therapeutic effect was done in Baghdad Vet. Hospital which used the fixed formula in treated effected animals. The field evaluation through the use of formula on the skin abscesses in infected animals have been

diagnosed as fungal infections which observed after a period of use efficiency of ointment through curing most cases of treated skin and return to the normal position and this is another proof of the efficiency of the product in practice.

Table (1): Specification of component of Clotrimazole ointment formula:

Substances name	Specification	Description	Solubility
Clotrimazole	(22, 23)	white or pale yellow crystalline powder	soluble in water/ alcohol
Liquid paraffin	(23, 24)	Colorless	practically soluble in water / slightly soluble in alcohol
Methyl paraben	(23,24)	White	very slightly soluble in water
Propyl paraben	(23,24)	White	very slightly soluble in water
Vaseline	(23,24)	White	Alcohol

Table (2): Evaluation of different parameters Clotrimazole ointment

Description	Colour-light brown
Uniformity	Comply with standard
Viscosity	209cps
Hardness of consistency	157mm
pH	5.7
Reactivity	Stable under normal conditions.
Chemical stability	Stable under normal conditions.
Storage	under 25C°
Content of clotrimazole	98.5 % -100.5%

Table(3): Microbiological analysis of Clotrimazole ointment formula

Type of analysis	Temperature 25C° & humidity 65% Active ingredient %	Temperature 40C° & humidity 65% Active ingredient %	PH	Date
Fix methods	100%	100%	5.7	
Zero time	100%	100%	5.6	15/9/2014
After one month	100%	100%	5.6	11/10/2014
After two month	100%	95.7%	5.4	20/1 1/2014
After three month	100%	95%	5.5	23/ 12/2014
After six month	100%	97%	5.5	16/3/2015
After one year	100%	97%	5.5	12/9/2015

Table (4): Biological activity of ingredient Clotrimazole and Fugidin

Type of ointment	Analysis time	Temperature 25C° & humidity 65% Active ingredient %	Temperature 40C°&humidity 65% Active ingredient%	Date
Clotrimazole ointment 2.5% Fugidin ointment 1%	Zero time	%100	100%	1/9/2014
Clotrimazole ointment 2.5% Fugidin ointment 1%	After one month	%100	100%	1/10/2014
Clotrimazole ointment 2.5% Fugidin ointment 1%	After two month	%100	%100	2/12/2014

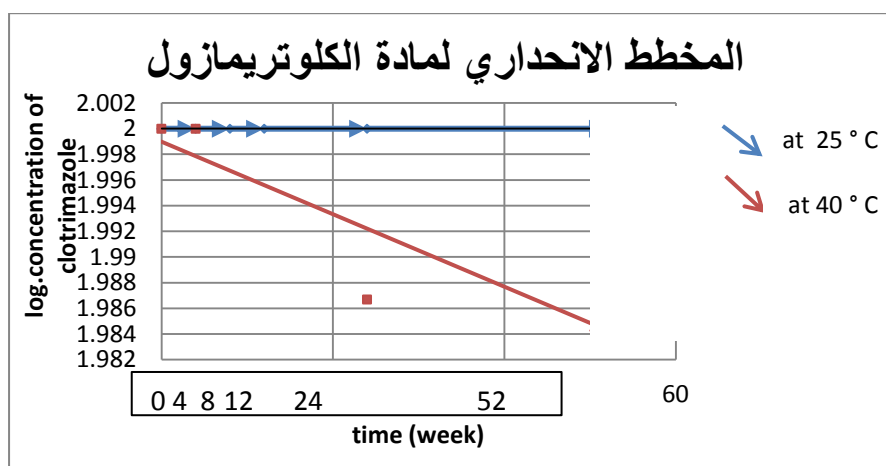


Figure (1): The effect of Clotrimazole ointment concentration in time.



St = stander clotrimazole
 F = Fugidin 1%
 T= test of clotrimazole 2.5% ointment
 1-No. of fungus used: ATCC 10231
 2- Concentration 5mg/ml
 3- Size of zone inhibition of stander and test 19mm.

Figure (2): Inhibition zone diameter of Clotrimazole and Fugidin on *Candida albicans*.

4. ACKNOWLEDGMENT:

Thanks to Allah, lord of creation.....

Special thanks also to groups of quality control in veterinary drug and Ibn sina research center for providing the facilities necessary for this study.

5. REFERENCES:

- [1] K. Fouzia, B. Rakhshanda. In vitro antifungal sensitivity of Fluconazole, Clotrimazole and Nystatin against vaginal candidiasis in females of childbearing age. J. Ayub. Med. Coll. Abbottabad, (2010) 22(4):1-4.
- [2] S. Tom. Antifungal handout. J. Medicine, (2012):1-6.
- [3] F. Lunel, L. Licciardello, S. Stefani, H. A. Verbrugh, W.J. G. Melchers, J.F. G. M. Meis, S. Scherer and A. Belkum. Lack of consistent short sequence repeat polymorphisms in genetically homologous colonizing & invasive *Candida albicans* strains. J. Bacteriol, aug., (1998), 180(15): 3771–3778.
- [4] T. Tesfaye, G. Beyene, Y. Gelaw, S. Bekele and M. Saravanan. Bacterial profile and antimicrobial susceptibility pattern of external ocular infections in jimma university specialized hospital, south west ethiopia. American J. of Infectious Diseases and Microbiology, (2013) 1(1):13-20.
- [5] J. Chung, K. Y. Seo, D. E. Yong, S. Francis, M. Kim, E. K. Kim, J. Kim. Antibiotic susceptibility of conjunctival bacterial isolated from refractive surgery patients. J. Ophthalmology 116(2009)1067-1074.
- [6] A. Portillo, R. Vila, B. Freixa, T. Adzet, S. Cañigüeral. Antifungal activity of Paraguayan plants used in traditional medicine, J. Ethnopharmacol 76(2001) 93-98.
- [7] G. Schmourlo, R. Mendonça-Filho, C. Alviano and S. Costa. Screening of antifungal agents using ethanol precipitation, bioautography of medicinal and food plants. J. Ethnopharmacol, (2005) 15(3): 563-568.
- [8] E. Feldman, E. Hedaya and M. O'Brien. Skin Abscess caused by *Candida albicans*: unusual presentation of *C. albicans* disease. J. Clinical Microbiology, (1980) 12(1):44-45.
- [9] J. Rauceo, J. Blankenship, S. Fanning and J. Hamaker *et al.* Regulation of the *Candida albicans* cell wall damage response by transcription factor Sko1 and pas kinase psk1. Mol. Biol. Cell J.; (2008); 19(7):51-2741.
- [10] C. Enfer and B. Hube. *Candida*: Comparative and Functional Genomics. Caister Academic Press (2007) 1-428.
- [11] F. Mayer, D. Wilson & B. Hube. *Candida albicans* pathogenicity mechanisms. J. virulence (2013) 4(2): 119-128.
- [12] Clotrimazole. DrugBank. M.J. Retrieved (2014): 1-5.

- [13] D. Elston. Topical antibiotics in dermatology: emerging patterns of resistance. J.Dermatol Clin. (2009) 27(1): 25–31.
- [14] Clotrimazole. Freedom of information summary supplemental abbreviated new animal drug; TRI-OTIC Ointment (gentamicin sulfate, USP, betamethasone valerate, USP, and clotrimazole, USP) for the treatment of canine acute and chronic otitis externa associated with yeast (*Malassezia pachydermatis*, formerly *Pityrosporum canis*) and/or bacteria susceptible to gentamicin. Med-PharmexJ.(2006)27:1-7.
- [15] A. Cadilla, M. David, R. Daum and S. Boyle-Vavra. Association of high-level mupirocin resistance and multidrug-resistant methicillin-resistant *Staphylococcus aureus* at an academic center in the M.United States. J. Clin. Microbiol.(2011)49: 95–100.
- [16] A. O'Neill, A. Larsen, A. Henriksen and I. Chopra. A Fusidic Acid-Resistant Epidemic Strain of *Staphylococcus aureus* Carries the *fusB* Determinant, whereas *fusA* Mutations Are Prevalent in Other Resistant Isolates. Antimicrob Agents Chemother.J.(2004)48(9): 3594–3597.
- [17] A. Osterlund, T. Eden, B. Olsson-Liljequist, S. Haeggman, G. Kahlmeter. Clonal spread among Swedish children of a *Staphylococcus aureus* strain resistant to fusidic acid. Scand J. Infect Dis.(2002)34: 729–734.
- [18] G. Rajalakshmi, N. Damodharan, C. Bhai and P. Janardhanreddy. Formulation and evaluation of Clotrimazole and Icthammol Ointment. International J.of Ph.and Bio.S. (2010) 1(4): 1-10.
- [19] Clotrimazole.British Pharmacopeia. Vol. III (2008):1-2730.
- [20] Clotrimazole. British Pharmacopoeia. Vol. I (2001):1-2.
- [21] S. Mahmood, Z. Ahmad, M. Aslam, F. Naeem, A. Hussain and N. Kumar. Method development and validation for the estimation and evaluation of clotrimazole (an antifungal drug) in tablet preparation by UV-VIS spectroscopy. Int. J. Pharm. Sci. Rev. Res.,(2015)32(2): 55-58.
- [22] E. Fougera. Clotrimazole and Betamethasone Dipropionate lotion. Fougera Pharmaceuticals j.(2013)1-12.
- [23] Clotrimazole.Martindale the complete drug reference (2005) 34:1-4.
- [24] British Pharmacopoeia (2001).
- [25] R. Gaud and G. Gupta. Practical pharmaceuticals, printed at India binding house, Noida,1st .J.(2002): 129-143.
- [26] A. Fatohy and R. Ganjo.In vitro study of formulated 1% clotrimazole eye ointment. Kufa Med.J. (2012)15(1155):1-9.
- [27] R. Atlas. Hand Book of Microbiological media, 3rd library of congress cataloging in publication Data, New York; U.S.A. (2004).
- [28] H. Ismail. Isolation&identification of dermatophytes from solawk village/Erbil.Ph.D.Thesis, College of Science Salahaddin University-Erbil (2009):1-5.

تحضير مرهم الكلوتريمازول 2.5% لمعالجة الإصابات الفطرية الجلدية في حيوانات المزرعة للاستعمال البيطري فقط

احمد جبير، عواطف ابراهيم، احمد جاسم، محمود محمد، هديل هاشم، محمد جاسم

مركز بحوث وإنتاج الأدوية البيطرية، هيئة البحث والتطوير الصناعي، وزارة الصناعة والمعادن، جادرية، بغداد، العراق .

الخلاصة :

الهدف من الدراسة تحضير تركيبة مرهم كلوتريمازول، في مركز الأدوية البيطرية. تركيبة مرهم الكلوتريمازول عبارة عن مضاد للفطريات استخدمت ضد نوع معين من الفطريات. جمعت بيانات المواد المستخدمة في إعداد التركيبة من دستور الأدوية المتوفر في المركز و المتضمن الخصائص والمواصفات الفيزيائية والكيميائية للمادة الفعالة المستخدمة في التركيبة . حيث كانت نتيجة تركيبة مرهم كلوتريمازول في درجة حرارة الغرفة وفي وقت الصفر متماثلة تقريبا . من ناحية أخرى حفظت التركيبة في درجة حرارة 40 درجة مئوية ورطوبة نسبية 65% ، في الشهر الأول لوحظ أن النتيجة كانت مشابهة لنتيجة وقت الصفر وهي 100%. وبالتخزين المستمر لمدة ثلاثة أشهر للتركيبة مع تعرضها للحرارة ، اظهر التحليل تغير في فعالية التركيبة بلغ 95.7% إلى 95% . مع مرور الوقت وخلال فترة سنة كاملة ، لوحظ أن فعالية التركيبة استقرت عند 97% . ثم درست مقارنة بين التركيبة مع منتج تجاري Fugidin 1% باستخدام فطر *Candida albican* حيث لوحظ ان لكلا المادتين نفس قطر التثبيط . وأخيرا قيم التأثير السريري والعلاجي في المستشفى البيطري/ بغداد باستخدام التركيبة لعلاج الحيوانات المصابة بالتهابات الجلد الفطرية حيث اظهرت التركيبة كفاءة من خلال تحسن معظم الاصابات الجلدية ورجوعها إلى الوضع الطبيعي وهذا دليل آخر على كفاءة مكونات التركيبة .

الكلمات المفتاحية: | كلوتريمازول | مضاد فطري *Candida albicans*، | بيطري | *Fugidin*.



ISSN 2226-0722

Journal of Iraqi Industrial Research



Spectroscopic Study of Mixed Rhodamine (6G,B,3GO,C) Dyes in Different Concentrations Doped in Poly methyl Methacrylate

Ali H. Al-Hamdani, Slafa I. Ibrahim, Raid Salih Jawad

Energy and Renewable Energies Technology Center, University of Technology, Baghdad, Iraq
 Email: ali_alhamdani2003@yahoo.com

ABSTRACT:

In this research we study the absorption and fluorescence spectra from (400-800)nm for (Rhodamine 6G, Rhodamine 3GO, Rhodamine B, Rhodamine C) mixture doped in poly methyl methacrylate (PMMA) with different concentration (5×10^{-6} , 1×10^{-5} , 3×10^{-5} , 5×10^{-5} , 7×10^{-5} , and 1×10^{-4}) mole/L in the volume ratio (1:1:1:1) at room temperature. It was noticed that the absorption intensity, bandwidth of absorption spectrum, stock shift and quantum efficiency are increased with increasing concentration, and this agree with Beer-Lambert law ;and we notice that radiative emission probability decreased while non-radiative life time and fluorescent life time increased with increasing concentration.

KEYWORDS: | Rhodamine 6G | Rhodamine 3GO | Rhodamine B | Rhodamine C | Laser dye | poly methyl methacrylate |

© 2016 Corporation of Research and Industrial Development. All rights reserved.

1. INTRODUCTION

The dye doped polymers are unique photoconverters. Depending on their structure, they may absorb and luminesce in the whole visible and near-infrared region of the spectrum. The band shape can change from being strongly structured to being completely diffuse, from the narrow to the wide. The dye doped polymers enable the transformation of light radiations over a wide spectral range with higher efficiency than polymers and dyes separately [1]. PMMA is one of the most widely used polymers for optical applications. PMMA transparent not only to visible light, but also highly transparent to UV rays[2,3]. There are large amount of data about laser dyes from many authors. Linear optical properties and structures for dyes and their mixtures doped polymers were studied as a laser media and solar energy applications [4-12]. While the non-linear properties of dyes and their mixtures doped in different polymers and their applications in photonics devices (switch and optical limiter) were studied [13-17]. In the present work we study spectral properties of (Rhodamine 6G, Rhodamine 3GO, Rhodamine B, Rhodamine C) mixture doped in poly methyl methacrylate with different concentration (5×10^{-6} , 1×10^{-5} , 3×10^{-5} , 5×10^{-5} , 7×10^{-5} , and 1×10^{-4}) mole/L in the volume ratio (1:1:1:1) at room temperature and covers the wavelength region from 500 to 800 nm.

2. EXPERIMENTAL:

-Laser dyes

Four dyes were used in the present work from Xanthene's class dyes, they are Rhodamine 6G, Rhodamine B, Rhodamine 3GO, and Rhodamine C each of them supplied from HIMEDIA company (India) (their structures and mean properties were shown in^[10,11,13,14]).

Synthesis of dyes solution

Solutions of different concentrations (5×10^{-6} , 1×10^{-5} , 3×10^{-5} , 5×10^{-5} , 7×10^{-5} , and 1×10^{-4}) mole/L of four dyes (R6G, R3GO, RB, RC) in chloroform solvent were prepared from given weight of dye powder.

- Polymer

The material used in this work for polymer matrix was poly methyl methacrylate (PMMA) in the form of pellets smaller than 8mm^3 (from LTD, England).The main characteristics of (PMMA) are shown in Table (1).

Synthesis of PMMA

The PMMA solution was created by dissolve (4g) from PMMA in 100 ml chloroform to get homogenous solution. The magnetic stirrer was used to mix the solution.

Synthesis of dyes doped in PMMA

10ml of each dye at different concentration in the ratio of (1R6G: 1R3GO:1RB :1RC) mixture were mixed with 10ml of PMMA solution by using magnetic stirrer to get homogenous solution .

Films Preparation:

The mixture of Rhodamine dyes doped in PMMA solutions are pouring in a Petri dish with diameter (6.5cm). To remove

the possible residual solvent, film samples were further dried at room temperature over night. The dried film was then removed by using tweezers clamp. After that several testing were employed to the film samples.

Quantum efficiency

Quantum efficiency can be measured according to the following equation:-

$$q_{fm} = \frac{\text{NumberOfQuantaEmitted}}{\text{NumberOfQuantaAbsorbed}} \quad \text{--- (1)}$$

Radiative emission probability (K_{fm})

The Radiative emission probability (K_{fm}) can be determined from Bowen-wokes equation:-

$$K_{fm} = 2.88 \times 10^{-9} \times n^2 \times (\bar{\nu}^2) \int \epsilon(\bar{\nu}) d\bar{\nu} \quad \text{--- (2)}$$

Where: n is refractive index of solvent, ($\bar{\nu}$) is wave number at maximum wavelength, ($\int \epsilon(\bar{\nu}) d\bar{\nu}$) is area under curve for molar absorption coefficient.

Non-radiative life time (τ_{fm})

Non-radiative life time can be determined according to the following equation:-

$$K_{fm} = \frac{1}{\tau_{fm}} \quad \text{--- (3)}, \text{ where } \tau_{fm} \text{ is non-radiative life time.}$$

Fluorescence life time (τ_f)

Fluorescence life time τ_f is determined according to the following equation:-

$$q_{fm} = \frac{t_f}{t_{fm}} \quad \text{--- (4)}$$

The measurements of the absorption spectra of the samples are taken by using a spectrophotometer (Metertech, SP8001, UV/VIS spectrophotometer), and the emission spectra taken by using (Spectrofluorometer-model SL174, Elico). Refractive index is taken by using Refractometer (Bellingham and Stanley Ltd, Tunbridgewells, ABBE60, England).

3. RESULTS & DISCUSSION:

The absorption and fluorescence spectral of dye mixtures doped in PMMA at different concentration in the ratio of (1R6G:1R3GO:1RB :1RC) are shown in table (2) and figure(1a),(1b), (1c), (1d), (1e), and(1f) respectively. From these figures one can deduced that Rhodamine dye mixture in PMMA absorption spectrum has a wide spectral range at wavelength range (400 – 600nm), red shift of the peak of absorption with increasing concentration due to the dipole moment of excited state, which is higher than the ground state. We can also observe that absorption intensity at maximum wavelength is increased with increasing concentration of dye mixture and this agreement with Beer – Lambert law. Also we notice from figure (1) that the bandwidth of the absorption spectrum are increased with increasing concentration of dye mixture and these behaviors are due to the increase in concentration which produces an increase in number of molecules in volumetric unit which effect in the energy state. Figure (2) showed the relationship between dyes concentration and absorption intensity, figure (3) showed the stock shift between absorption and fluorescence spectrum of samples, figure(4) showed the maximum wavelength of absorption and fluorescence spectrum of samples, and figure (5) showed the relationship between dyes concentration and quantum efficiency of samples. From table (3) we can observed that the radiative emission probability decreased while non-radiative life time and fluorescent life time increased with increasing concentration because of non radiative processes.

Table (1): Structures and the main characteristics of PMMA and Rhodamine 6G [14,18] .

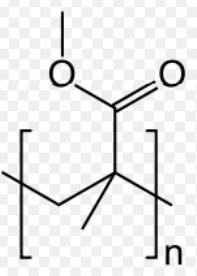
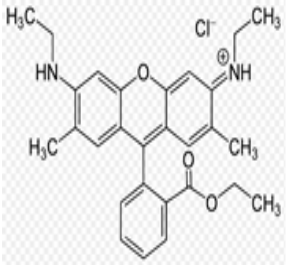
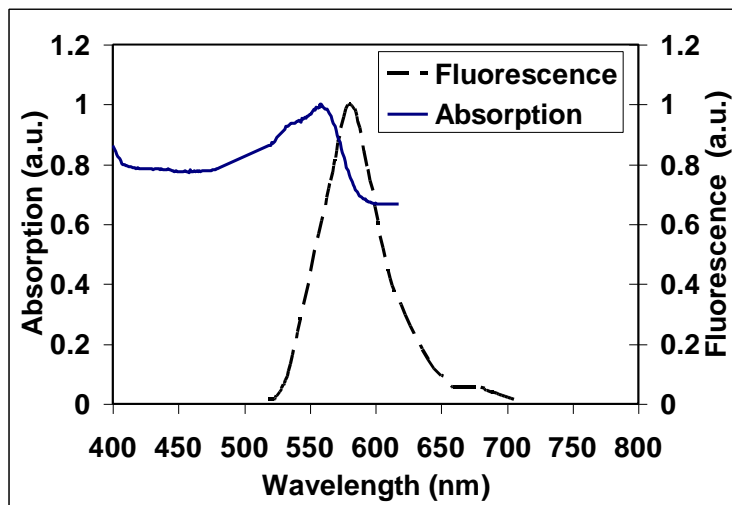
Name	Structure	The main characteristics
Poly(methylmethacrylate) IUPAC name Poly(methyl 2-methylpropenoate) (C ₅ O ₂ H ₈) _n		M.W.=120.000
		Density=1.18 g/cm ³
		Refractive index $n_D^{20} = 1.491$
Rhodamine 6G Other names Rhodamine 590, R6G, Rh6G, C.I. Pigment Red 81, C.I. Pigment Red 169, Basic Rhodamine Yellow , C ₂₈ H ₃₁ N ₂ O ₃ Cl		Molar mass= 479.02 g/mol Density=1.26 g/cm ³ Solubility in water=20 g/l (25 °C)

Table (2): Wavelength at relative maximum intensity for absorption and Fluorescence of dye mixtures doped in PMMA at different concentration in the ratio of (1R6G: 1R3GO:1RB :1RC) .

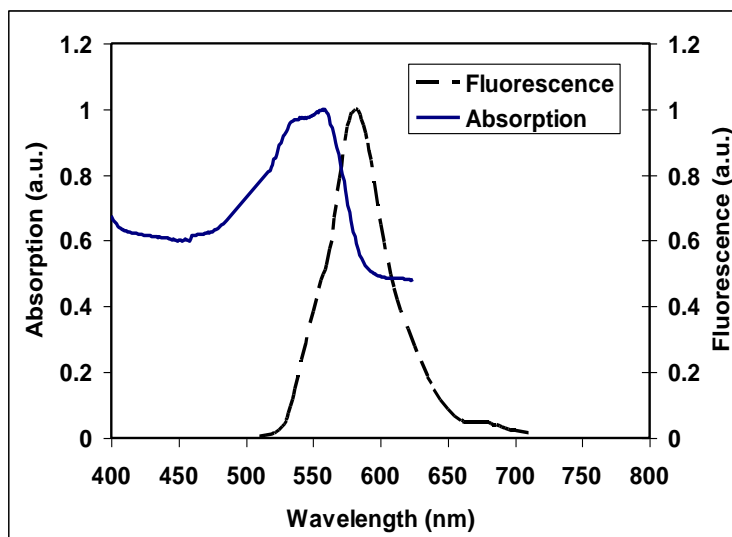
Concentration	Wavelength (ABSmax.) (nm)	Absorbance Intensity	Wavelength (Fmax.) (nm)	Fluorescence Intensity	Stock shift (nm)
5*10 ⁻⁶	557.53	0.1239	581	671	23.47
1*10 ⁻⁵	557.53	0.2046	581.5	1587	23.97
3*10 ⁻⁵	553	0.3164	582.5	1295	29.5
5*10 ⁻⁵	542	0.373	589	2192	47
7*10 ⁻⁵	541.55	0.7227	585.5	2552	43.95
1*10 ⁻⁴	553	0.9135	596.5	2716	43.5

Table (3): stock shift , quantum efficiency yield, radiative emission probability, radiative life time, and fluorescence life time of dye mixtures doped in PMMA at different concentration in the ratio of (1R6G: 1R3GO:1RB :1RC) .

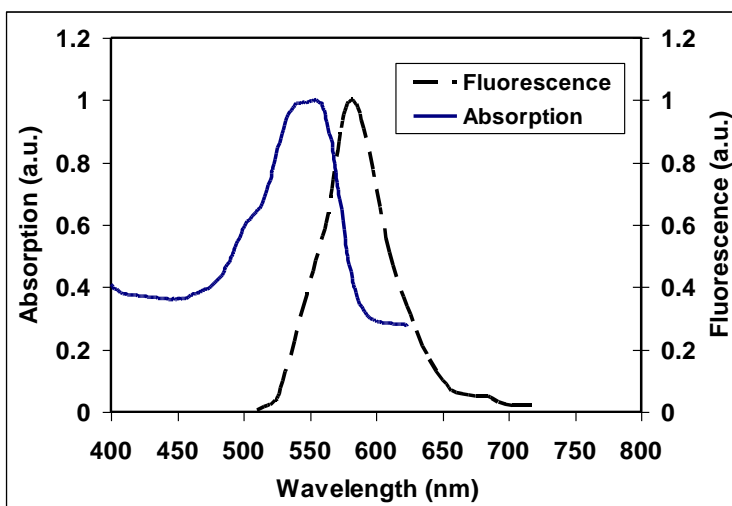
Concentration	Quantum efficiency %	K _{fm}	t _{fm}	t _f
5*10 ⁻⁶	49.6711	17.0774	0.05855	0.02908
1*10 ⁻⁵	56.2694	7.5675	0.13214	0.07435
3*10 ⁻⁵	69.7927	2.1602	0.4629	0.32307
5*10 ⁻⁵	76.1823	1.2725	0.7858	0.5986
7*10 ⁻⁵	79.4614	0.8185	1.2217	0.9707
1*10 ⁻⁴	88.1311	0.5264	1.8996	1.6741



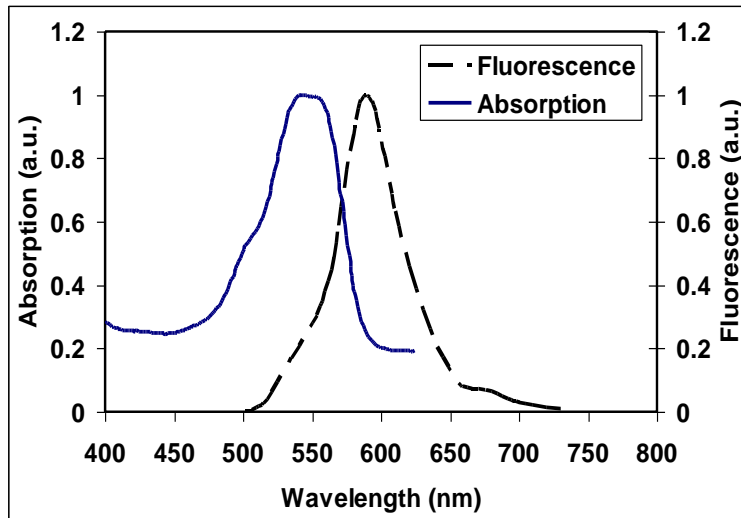
(1a) - at (5×10^{-6}) Mol/ L.



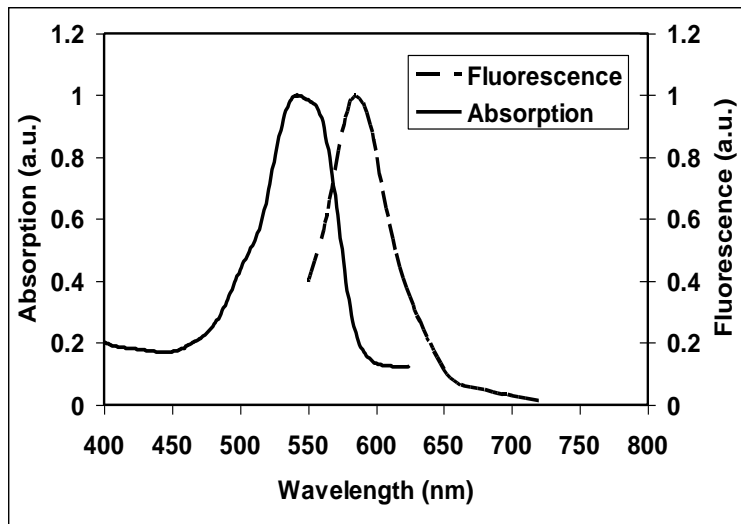
(1b) - at (1×10^{-5}) Mol/ L



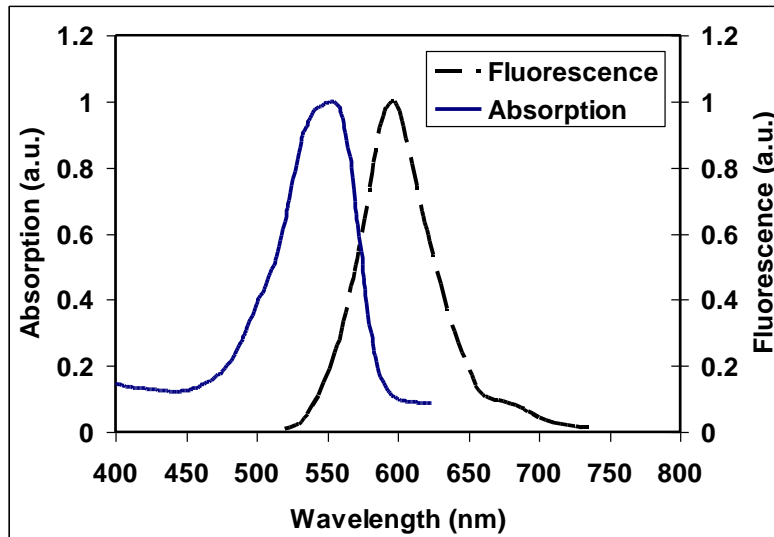
(1c) - at (3×10^{-5}) Mol/ L



(1d) - at $(5 \cdot 10^{-5})$ Mol/ L



(1e) - at $(7 \cdot 10^{-5})$ Mol/ L



(1f) - at $(1 \cdot 10^{-4})$ Mol/ L

Figure (1): Absorption and fluorescence spectrum of dye mixtures doped in PMMA at different concentration in the ratio of (1R6G: 1R3GO:1RB :1RC) .

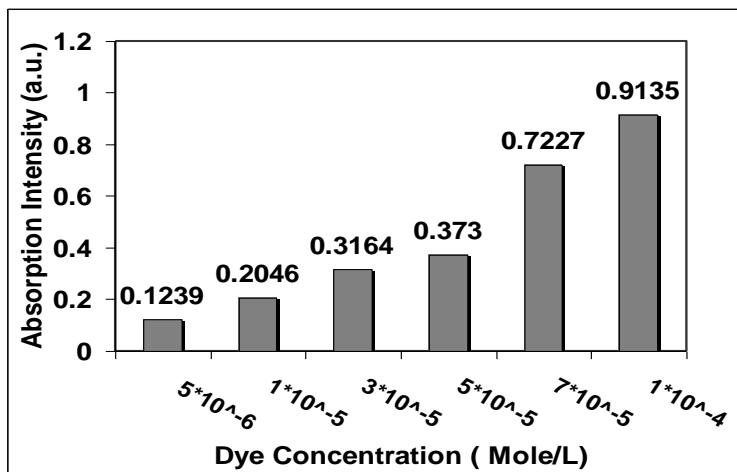


Figure (2): The relationship between dyes concentration and absorption intensity

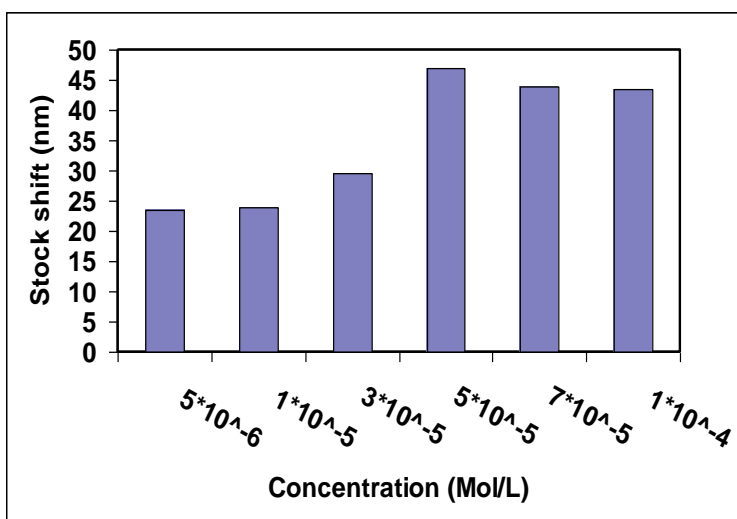


Figure (3): The stock shift between absorption and fluorescence spectrum of samples.

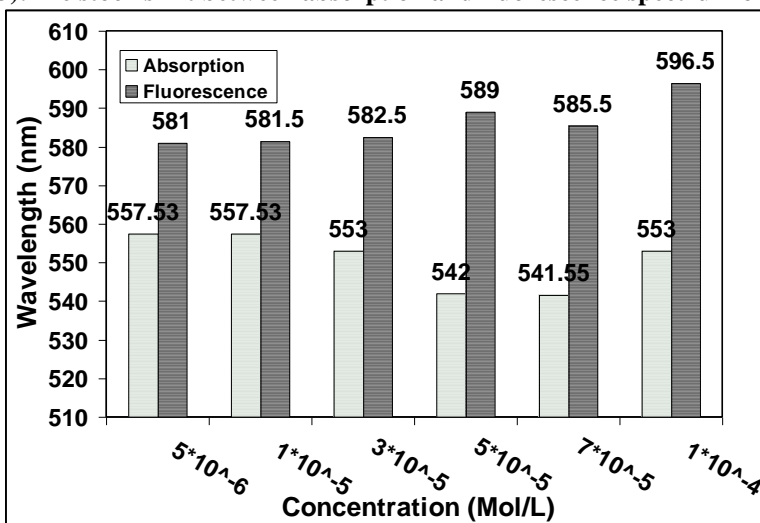


Figure (4): The maximum wavelength of absorption and fluorescence spectrum of samples.

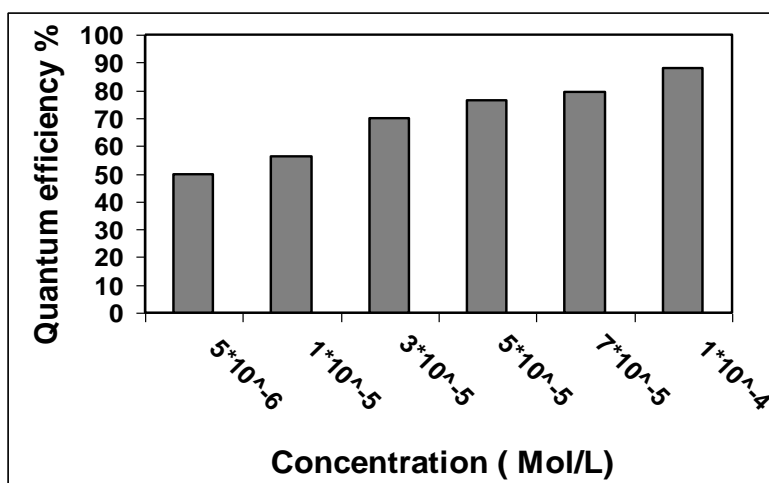


Figure (5): The relationship between dyes concentration and quantum efficiency of samples.

REFERENCES:

- [1] Ishchenko A., Photonics and molecular design of dye-doped polymers for modern light-sensitive materials, 2008, Pure Appl.Chem., 80(7):1525-1538.
- [2] Schafer P.(Ed.), 1990, Dye Lasers,3rd Ed. Berlin,Spriger-Verlag.
- [3] Panapoy M., Wannasut P., and Ksapabutr B. , 2008, Improvement of UV protection properties in poly(methyl methacrylate) sheet coated by titanium dioxide/ poly(methyl methacrylate) hybrid film, Advanced Materials Research, Vols. 55-57 : 501-504.
- [4] Ahmed M. and Saif M., 2013, Optical Properties of Rhodamine B Dye Doped in Transparent Polymers for Sensor Application, , Chinese J. Of Physics, 51(3):511- 521.
- [5] Obreja P., Cristea D., Teodorescu V.S., Dinescu A., 2010, Obreja A.C., Comanescu F.,and Rebigan R., Preparation and patterning of nanoscale hybrid materials for micro-optics, J. of Optoelectronics and Advanced 12(10):(2007-2013).
- [6] Hussian T., Omar H., Khlaif K., 2011, Spectroscopic Properties Study of Coumarine -47 Dye doped Poly Methyl Methacrylate", Baghdad Science J., 8(2): 485-494.
- [7] Al-Hamdani A., Al-Ethawi A., Al-Hamdani R., 2010, Fluorescence Efficiency of Rhodamine 6G Doped PMMA, J. of materials sciences and engineering, 4(4).
- [8] Farhan A., Hamdani A., Rhaif R., 2014, Effect of chlorophyll ii LSC film thickness on the solar cell performance, International j. of application or innovation in engineering & management (ijaiem), 3(4):139-146.
- [9] Al-Hamdani A., Abdul-Hadi R., Nader R., 2014, Studying the spectral properties of thin film of Rodamine 6G dyes doped polymer (PMMA) dissolved in chloroform, Iraqi J. of Physics, 12(23):59-64.
- [10] Al-Hamdani A., Ibrahim S., Khyoon S., 2015, Effect of Luminous solar concentrator parameters(dye mixture, Host type and LSC thickness) on the solar cell performance efficiency, international J. of current Engineering and Technology, 5(4):2439-2443.
- [11] Al-Hamdani A., Dawood Y., Hamdan W., 2015, The spectroscopic properties of mixed liquid of Rodamine (6G&3Go) Dyes Dissolved in chloroform, international J. of current Engineering and Technology, 5(4):2435-2438.
- [12] Mahdi F., 2010, mprovement of Nonlinear Optical Properties for Mixture Laser Dyes Doped PMMA, Iraqi J. Of Laser, Part A, 9(2): 9-14.
- [13] Al_Hamdani A., 2013, Z-Scan measurements of optical nonlinearities for (3GO) dye, International j. of nanoelectronics and materials science, 6:139-148.
- [14] Al-Hamdani A., Mohamed M., A. Ali, EZ-scan measurement for mixture of dyes(R6G,RB and RC) in liquid and solid media ARPN journal of Engineering and Appl. Sci., 10(16):6705-6709.
- [15] Nader R., Al-Hamdani A., Ibrahim S., Abd Ullah R., 2015, Non-linear properties for Membranes of Rhodamine tincture By Z-Scan Technique", International J. of Application or Innovation in Engineering & Management (IJAIEM), 4(9):52-57,2015.
- [16] AL-Hamdani A., Ali A., Mohamed M., 2015, Spectral and Third Non-Linear Properties for Mixture Solutions of (R6G, RB, and RC) Dyes, Eng. &Tech. J., 33(1).
- [17] AL-Hamdani A., Ali A., Mohamed M., 2015, Eclipsing Z-scan measurement for mixture of dyes (R6G, RB and RC) in liquid and solid medis ARPN, J. of Engineering and appl. Sci., 10(16):1-5,2015
- [18] Duarte J. and L. Hillman(Eds.), Dye Laser Principles, New York, Academic, 1990.

دراسة طيفية لمزيج صبغات الرودامين (6G, B, 3GO, C) بتركيز مختلفة مطعمه في بوليمر بولي مثيل ميثاكريلات

علي هادي الحمداني , سلافه اسماعيل ابراهيم , رائد صالح جواد

مركز تكنولوجيا الطاقة والطاقات المتجددة - الجامعة التكنولوجية-بغداد - العراق

الخلاصة :

تم في هذا البحث دراسة طيف الامتصاص والفلورة من (400- 800) نانومتر لمزيج من (رودامين 6G , رودامين B , رودامين C) المطعم في بولي مثيل ميثاكريلات بتركيز مختلفة (5×10^{-6} , 1×10^{-5} , 3×10^{-5} , 5×10^{-5} , 7×10^{-5} و 1×10^{-4}) مولا لتر بنسب حجميه (1:1:1) بدرجة حرارة الغرفة. لوحظ من معطيات شدة الامتصاص وعرض حزمة طيف الامتصاص أن حيود الحزمة والكفاءة الكمية تزداد بزيادة التركيز وهذا يتوافق مع قانون بيير-لامبرت. كما لوحظ من احتمالية الانبعاث الإشعاعي أنها نقل بينما زمن العمر الإشعاعي وزمن عمر الفلورة يزداد بزيادة التركيز.

الكلمات المفتاحية: | رودامين 60 ج | رودامين 3 ج | رودامين بي | رودامين سي | صبغ ليزري |



Iraqi pharmaceutical Formula for Tramadol HCl 100 mg Tablets with its Stability Study

Sami H. Mohammed , Hadeel H. Khalid , Malaak A. Hussein , Maryam T. Hussein , Meaad A. Mohammed Hassan , Asmaa Shareef , Khuder A. Neama , Raad J. Qasim, Majid J. Salmaan, Neiran F. Reda, Jawad A. Zaair

Ibn Sina Research Center, Corporation of Research and Industrial Development, Ministry of Industry and Minerals, Baghdad, Iraq.

Email: ibnsinadrug@crid.industry.gov.iq

ABSTRACT

This study was carried out to prepare a new Iraqi pharmaceutical formulation for a generic pharmaceutical dosage form (Tramadol 100 mg tablets) which has great therapeutic importance especially for the strong pain after surgery. We prepared two formulas by using different ratios of additives, then we checked and ensure getting the required physical and chemical specifications especially the assay of the active ingredient. We study the selected batches at different temperatures (40° C, 50° C and 60° C) for 4 months , also at room temperature (25°C) for 6 months, then by monitoring and assessing the changes we took the formula F2 which showed good stability under the selected temperatures and we calculated the tentative expiry date (three years from the date of manufacture.

KEYWORDS: | Tramadol | tablet | Pain Killer |

© 2016 Corporation of Research and Industrial Development. All rights reserved.

1. INTRODUCTION

Any new or generic active pharmaceutical ingredient must be formulated in a suitable dosage form to enable the targeted consumer to get benefit of the drug therapeutically with good features. So Tramadol HCl tablet is a generic drug present in the Iraqi market from different origins but there is a necessity to have formula for this dosage form with its stability study may be used by the drug manufacturers for the production and registration purposes. Tramadol HCl is an opioid analgesic. It also has noradrenergic and serotonergic properties that may contribute to its analgesic activity⁽¹⁾. Tramadol is used for moderate to severe pain. The drug is given by mouth, intramuscular , intravenously, or rectally as a suppository. The intramuscular route has also been used. It may also be given by infusion or as part of a patient-controlled analgesia system. Usual doses by mouth are 50 to 100 mg every 4 to 6 hours. Tramadol HCl may also be given orally as a modified-release preparation once or twice daily. The total daily dosage by mouth should not exceed 400 mg⁽²⁾ Tramadol is readily absorbed following oral administration but is subject to first-pass metabolism. Tramadol is metabolized by *N*- and *O*-demethylation via the cytochrome P450 isoenzymes CYP3A4 and CYP2D6 and glucuronidation or sulfation in the liver. The metabolite *O*-desmethyltramadol is pharmacologically active. Tramadol is excreted mainly in the urine predominantly as metabolites. It is widely distributed, crosses the placenta, and appears in small amounts in breast milk. The elimination half-life following oral administration is about 6 hours. As for Opioid Analgesics. Tramadol may have lower potential for producing dependence than morphine.⁽³⁾

Tramadol HCl (BP2010)

$C_{16}H_{26}ClNO_2$,

weight 299.8

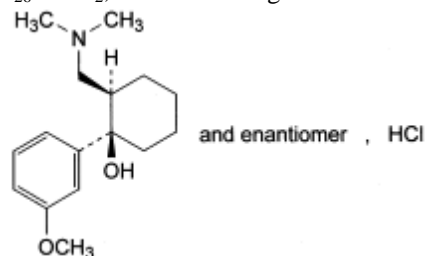


Figure (1): Structure of Tramadol HCl

2. EXPERIMENTAL

The study involve using the followings

Tramadol HCl which is the active ingredient, , crystalline powder. soluble in water and methanol, very slightly soluble in acetone,. Lactose Monohydrate: (BP2010), $C_{12}H_{22}O_{11}$, H_2O , molecular weight 360.3,crystalline powder, slowly soluble in water, practically insoluble in ethanol (96 per cent). Lactose monohydrate is predominantly used as a filler/diluent in solid dosage forms (compressed and powder). ⁽⁴⁾ Microcrystalline cellulose: (BP 2010), $C_{6n}H_{10n+2}O_{5n+1}$ Its Purified, partly depolymerized cellulose. Its, fine or granular powder. Practically insoluble in water, in acetone, in ethanol, in toluene. Sodium Starch Glycolate. Its, fine, free-flowing powder, very hygroscopic. gives a translucent suspension in water

Hypromellose: (BP2010) that is Hydroxypropylmethyl cellulose greyish- awhite powder or grnules, hygroscopic after drying. Practically insoluble in hot water, in acetone, in anhydrous ethanol and in toluene. It dissolves in cold water giving a colloidal solution. ⁽⁵⁾Also propyl paraben and methyl paraben are added as preservatives, poly vinyl pyrrolidone, magnesium stearate are also present in the formula.Several formulas were prepared and after studying the physicochemical characteristics of the prepared formulas, two formulas are nominated for further revisions in order to select the best formula. The compositions of the selected formulas F1 and F2at presented in table (1)

Table (1): list of compositions for two formulations made to the Tramadol HCl 100 mg tablets

Materials	Formulas	
	F1(mg / tab)	F2 (mg / tab)
Tramadol HCl	100 (very fine powder)	100 (very fine powder)
Microcrystalline cellulose PH 301	30	60
Microcrystalline cellulose PH 302	59.76	120
Polyvinyl pyrrolidone	5	8.4
Ethanol 96 %	0.038	0.056
Methyl paraben	0.056	0.092
Propyl paraben	0.028	0.046
Sodium starch glycolate	30.456	62.062
Magnesium stearate	1.5	3
Lactose monohydrate	23.2	46.4

Materials and Methods:

The materials used in this study are presented in tablet (1) and the instruments presented in tablet (2).

Preparation of tramadol 100 mg tablet

First we do sieving of Tramadol HCl, Lactose monohydrate, Microcrystalline cellulose PH 301 through 250 μ .Dry mixing and kneading with Polyvinyl pyrrolidone solution was performed .Then drying in tray oven was achieved .At that time standardization of granules through sieve mesh 16 was accomplished. Next we performed dry mixing with microcrystalline cellulose PH 302, Sodium starch glycolate and Magnesium stearate. Lastly we did compression of tablets.

Table (2): Technological process and the apparatus used

Item	Process	Apparatus
1-	Weighing of the materials	Different balances
2-	Sieving of the materials	Sieve with aperture 250 μ
3-	Dry mixing of the materials	Mixer and kneader
4-	Kneading	Mixer and kneader
5-	Drying	Oven with St. St. trays
6-	Sieving & dry granulation	Sieve with aperture 1000 μ , rotargranulator with sieve mesh 16
7-	Final dry mixing	Double cone mixer
8-	Tablet compression	Compression machine with 7 mm shallow biconcave punches and dies
9-	Film coating	Film coating machine
10-	Filling & Packaging	Filling & packaging machine

Film coating formula

A-preparation of film coating suspension: First, 5 grams of HPMC was dispersed in 100 ml of deionized water with continuous stirring until homogenized. Then, secondly, 5 grams of talc powder and 5 grams of titanium dioxide dispersed in 100 ml deionized water with continuous stirring until complete dispersion is formed and add it to the suspension in the first step. Now, thirdly, 10 grams of polyethylene glycol 6000 was dissolved in 100 ml of warm deionized water and add the solution to the suspension prepared in the second step. Then, fourthly, we mixed 1 grams of color green alum lake with 10 gm of propylene glycol, and the mixture added to the suspension prepared from the third step with continuous stirring. Finally, we added the remainder of the deionized water to the suspension in the fourth step and homogenize in homogenizer.

Start spraying the film coating suspension with the following specifications:-

-whole cores weight:	500 gm
-Average core's weight:	400 mg
-Hardness:	9-12 sc
-Weight of whole suspension:-	518.590 gm
-film coated tablet's weight:-	401- 411 mg

Physical tests were performed and they includes

Hardness test: This test is intended to determine, under defined conditions, the resistance to crushing of tablets, measured by the force needed to disrupt them by crushing. We carried out the measurement on 10 tablets.

Disintegration:

This test is provided to determine whether tablets or capsules disintegrate within the prescribed time when placed in a liquid medium under the experimental conditions presented.

For the purposes of this test, disintegration does not imply complete dissolution of the unit or even of its active constituent. Complete disintegration is defined as that state in which any residue of the unit, except fragments of insoluble coating or capsule shell, remaining on the screen of the test apparatus or adhering to the lower surface of the discs, if used, is a soft mass having no palpably firm core.

Procedure: (by using the Pharmacopoeial apparatus) Place 1 dosage unit in each of the 6 tubes of the basket and, if prescribed, add a disc. Operate the apparatus using the specified medium, maintained at 37 ± 2 °C, as the immersion fluid. At the end of the specified time, lift the basket from the fluid and observe the dosage units: all of the dosage units have disintegrated completely. If 1 or 2 dosage units fail to disintegrate, repeat the test on 12 additional dosage units. The requirements of the test are met if not less than 16 of the 18 dosage units tested have disintegrated. The time of disintegration of the produced tablets must be within the limit stated among the specifications on page 17.

Friability test:

We took the weight of a sample of 10 tablets. And place the tablets in the drum. Rotate the drum 100 times, and remove the tablets. Remove any loose dust from the tablets as before, and accurately weigh.

A maximum loss of mass (obtained from a single test or from the mean of 3 tests) not greater than 1 % is considered acceptable for most products.

Chemical tests**Composition:**

Each tablet contains Tramadol HCl: 100 mg the assay was done using high performance liquid chromatography (HPLC) according to BP 2007 and the limit is 95.0 to 105.0% of the stated amount.

Chromatographic system:

Column: C18, 15 cm length.

Wave length: - 271 nm

Flow rate :- 1.5 ml / min.

Solvent :- mobile phase

Mobile phase: Trifluoroacetic acid / Acetonitrile / Distilled water

1 30 69

Retention time ; 2.7 minutes

Standard: - dissolve an accurately weighed 100 mg of Tramadol HCl in 100 ml of mobile phase, dilute 1 ml of this solution to 10 ml with mobile phase.

Test:-weigh and finely powder 20 tablets, dissolve a quantity of powder equivalent to 100 mg of Tramadol HCl in 100 ml of the mobile phase, sonicate for 15 minutes, filter, take 1 ml of this solution and dilute to 10 ml with mobile phase.

Procedure: separately inject equal volume about 20 µl of the standard and test solutions into the chromatograph, record the chromatograms and measure the response for the major peaks.

CALCULATION: -

$$\% \text{ of Tramadol HCl} = \frac{\text{Peak area of test}}{\text{Peak area of standard}} \times 100$$

Dissolution test was done as the followings

Medium: water 900 ml Apparatus: 2 RPM: 100

Time: 45 min. Wave length: 271 nm

Tolerance: Not less than 75% of the labeled amount of tramadol HCl is dissolved in 45 minutes.

Standard Preparation: - weigh accurately 0.1111gm of Tramadol HCl, dissolve and complete the volume to 100 ml with dist. water.

Test Preparation: - withdraw a sample of the test solution and filter. Measure each test and standard preparation at 271 nm using the medium as blank.

3. RESULTS & DISCUSSION

Pharmaceutically, very acceptable tablets were prepared and the specifications of the two formulas are presented in table (4), the selection of the best formula is based on the physicochemical characteristics and release properties

We had collected the required information to create a suitable formula for Tramadol HCL 100 mg tablets from the available references, and we had done many formulae by using different additives with different ratios, then after we checked and certify the required primary physical specifications and the assay of the active ingredient. The results of the dissolution study are presented in tables (8) and (9), and the formulas showed a very well accepted release profiles. We started the accelerated stability study to the primary batches (expose the blistered tablets to different temperatures 40, 50, 60 ° C for 4 months and to room temp 25 ° C, for 6 months), then observing and assessing the happened changes. The results of stability test of both formulas are presented in tables (5) and (6). we approved the F2 formula because it was the best retaining its specifications at the end of stability study period, so we noticed the followings:

- 1- We made film coated Tramadol HCL tablets so we didn't do the hardness test because there is no limit for this specification for the coated tablets in the references.
- 2- About the friability specification the limit is not more than 1% we noticed that the tablets friability was stable within 0.2% under exposure to all temperatures during the stability study period.
- 3- About the disintegration time specification the limit is not more than 15 minutes, we noticed that the disintegration time for the produced tablets was stable between 9-10 minutes under exposure to all temperatures during the stability study period.
- 4- About the color specification of the tablets the limit is light green, we noticed that some changes was happened to the tablets color (yellow at 60 ° C only and this is normal) and stable under exposure to other temperatures during the stability study period.
- 5- About the dissolution specification the limit is not less than 75% of the labeled amount of Tramadol HCL 100 mg is dissolved in 45 minutes, the test result for the produced tablets was 90.4 – 108.66 %.

About the assay specification for the active ingredient we noticed its stability in room temperature within 95.78% while it was 96.01% with differences in this percentage in the tablets exposed to higher temperature, so by using Arrhenius equation we can predict the expiry date of the product as the following: Shelf life = $D - D_0 / A \exp(-E_a / RT)$, Where D: is the limit of the degradation percentage, D₀: is the initial degradation percent, A: A-factor % / month =intercept, E_a: activation energy cal / mole = slope x R, R: gas constant cal / mole / K, T: temperature in Kelvin

$$\text{Shelf life} = 5 - 0 / 29065.3 \exp(-7343.3 / 1.987 \times 298) = 42 \text{ months}$$

From these calculation we can give the product an expiry date of three years from the date of manufacture

Feasibility:

We developed a new Iraqi pharmaceutical formulation for a generic pharmaceutical dosage form (Tramadol 100 mg tablets) which has great therapeutic importance especially as strong painkiller after surgery and of great economic importance because it contributes to find good jobs for Iraqis in the Iraqi pharmaceutical plants. In addition to its role in enhancing the availability of the medicines for the Iraqi people who need to be reassured that their need for drugs has been locally manufactured with highest specifications and suitable prices.

Table (3): specifications for formula F2 and F1 Tramadol 100 mg tablets

Specification	FT4	FT3
Diameter and shape	9 mm. Shallow biconvex.	9 mm. Shallow biconvex.
Tablets weight	400 mg \pm 5 % (420 – 380)	250 mg \pm 5 % (262.5 – 237.5)
Hardness	N.L.T. 8 Sc = 5.7 kg = 56 N	N.L.T. 7 Sc = 5.0 kg = 47.5 N
Disintegration time	N.M.T.15 min.	N.M.T.15 min.
Color of the core tablet	White	White
Color of the F.C. tablet	Light green	Light green
Weight of the F.C. tablet	405 - 408 mg	255 - 258 mg
Content	Each tablet contains Tramadol HCL: 100 mg	Each tablet contains Tramadol HCL: 100 mg
Friability	N.M.T. 1%	N.M.T. 1%
Dissolution tolerance	Not less than 75 % of the labeled amount of $C_{16}H_{26}ClNO_2$ is dissolved in 45 minutes.	Not less than 75 % of the labeled amount of $C_{16}H_{26}ClNO_2$ is dissolved in 45 minutes.
Assay method	BP 2007 modified	BP 2007 modified
Expiry date	3 years from the date of manufacturing	3 years from the date of manufacturing

Table (4): Stability study of formula F2 Tramadol HCL 100 mg tablets

Temp. °C	Time months	Assay % Limit:95-105	Color Limit: Light green	Friability% Limit:NMT 1%	Disintegration/seconds Limit :NMT 15 min.
25 °C	zero	96.01	Light green	0	540
40 °C	1	95.78	Light green	0.2	600
	2	95.57	Light green	0.2	600
	3	95.38	Light green	0.05	660
	4	95.16	Light green	0.3	640
50 °C	1	95.65	Light green	0.3	540
	2	95.25	Light green	0.04	660
	3	94.98	Light green	0.2	600
	4	94.69	Light green	0.2	660
60 °C	1	95.52	Light green	0.2	600
	2	95.14	Light green	0.1	600
	3	94.81	Yellow	0.3	540
	4	94.23	Yellow	0.07	600
RT	1	96.01	Light green	0.01	540
	2	95.89	Light green	0.02	600
	3	95.83	Light green	0.05	600
	4	95.81	Light green	0.02	630
	5	95.79	Light green	0.04	630
	6	95.78	Light green	0.06	630

Table (5): stability study of formula F1 Tramadol HCL 100 mg tablets

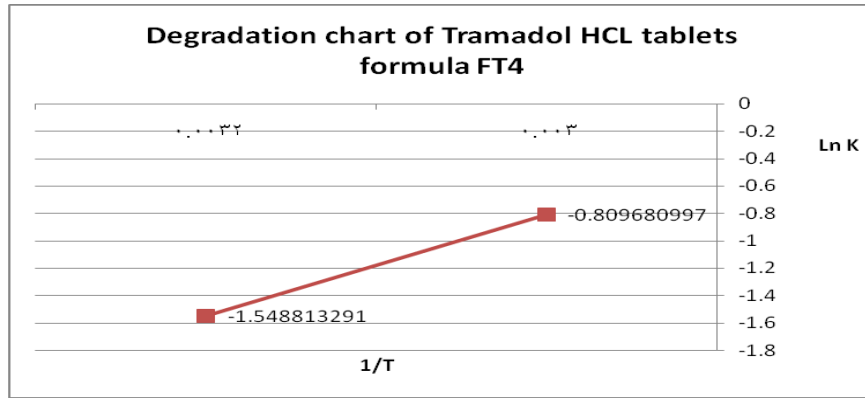
Temp. °C	Time months	Assay % Limit:95-105	Color Limit: Light green	Friability% Limit:NMT 1%	Disintegration/seconds Limit: NMT 900 seconds.
25 °C	zero	100.22	Light green	0	514
40 °C	1	100	Light green	0.36	369
	2	99.5	Light green	0.2	369
	3	99.23	Light green	0.3	450
	4	99	Light green	0.4	435
50 °C	1	98.38	Light green	0.201	378
	2	98	Light green	0.2	618
	3	97.71	Light green	0.9	462
	4	97.2	Light green	0.6	465
60 °C	1	97.95	Light green	0.32	372
	2	97.35	Light green	0.5	609
	3	97.05	Yellow	0.4	492
	4	96.83	Yellow	0.4	420
RT	1	100.31	Light green	0.52	390
	2	100.3	Light green	0.2	372
	3	100.2	Light green	0.4	480
	4	100	Light green	0.4	420

Table (6): Dissolution profile for formula FT4 Tramadol HCL 100 mg tablets

Description	After 45 min	After 30 min	After 15 min	No
Not less than 75% of the labeled amount Tramadol is dissolved in 45 minutes.	108.66%	103.33%	102.72%	1
	102.56%	101.76%	98.71%	2
	97.75%	96.14%	93.25%	3
	95.18%	94.7%	94.06%	4
	98.71%	95.98%	92.93%	5
	90.04%	83.94%	81.86%	6

Table (7): Dissolution profile for formula F1 Tramadol HCl 100 mg tablets

Description	After 45 min %	After 30 min %	After 15 min %	No
Not less than 75% of the labeled amount of Tramadol is dissolved in 45 minutes.	94.79	93.75	71.13	1
	99.85	98.21	81.48	2
	95.68	90.92	86.16	3
	95.08	94.94	88.09	4
	89.73	87.79	83.48	5
	85.71	84.82	83.48	6



Graph 1: Arrhenius plot showing the stability study of produced tablets exposed to different temperatures (40 °C, 60 °C)

4. REFERENCES

- [1] Pharmaceutical press, Martindale (extra pharmacopoeia) 35. P 114.1 & 114.2.2011.
- [2] British Pharmacopoeia commission, British Pharmacopoeia 2010. P 2126.
- [3] British Pharmacopoeia commission, British Pharmacopoeia 2010. P3147.
- [4] British Pharmacopoeia commission, British Pharmacopoeia 2010. P 2829.
- [5] British Pharmacopoeia commission, British Pharmacopoeia 2010. P 432.
- [6] British Pharmacopoeia commission, British Pharmacopoeia 2010. P 1880.

تركيبة صيدلانية عراقية لحبوب ترامادول هايدروكلورايد 100 ملغ مع دراسة ثباتيتها

سامي حميد محمد محسن , هديل حارث خالد , ملاك عبد الحميد حسين , مريم طالب حسين, ميغاد علي محمد حسن, أسماء شريف , خضر عباس نعمة ,
رعد جبار قاسم , ماجد جبار سلمان , نيران فاضل رضا , جواد عبد علي زاير

مركز أبحاث ابن سينا - دائرة البحث والتطوير الصناعي - وزارة الصناعة والمعادن- الجادرية - بغداد -العراق

الخلاصة

ان تطوير التركيبة الصيدلانية العراقية الجديدة لحبوب (الترامادول 100 ملغ) له أهمية علاجية كبيرة كمسكن قوي للألم بعد الجراحة وهو ذو أهمية اقتصادية كبيرة . حضرت تركيبتين باستخدام نسب مختلفة من المواد المضافة ، و بعد فحصها والتأكد من الوصول الى المواصفات الفيزيائية والكيميائية اللازمة وخاصة فحص الثباتية للتركيبات المختارة من خلال عرضها لمختلف درجات الحرارة (40,50,60 م°) لمدة 4 اشهر كذلك عند درجة حرارة الغرفة لمدة 6 اشهر ومن خلال رصد وتقييم التغيرات التي حدثت اخترنا التركيبة الثانية التي اظهرت استقرار ملحوظ في جميع درجات الحرارة وحسبنا موعد لانتهاء الصلاحية (ثلاث سنوات من تاريخ الصنع).

الكلمات المفتاحية: | ترامادول | حبوب | مسكن الم |

NOTES TO CONTRIBUTORS

Before submitting your manuscript, please ensure the following guidelines are met. The sequence of the sections in your manuscript should be as mentioned below. The manuscript of authors work should be written in clear and grammatically correct language. Submit your manuscript in single column format, typed on A4 sized word documented file. Four hard copies are required during the reviewing process. Revised manuscript (in response to reviewer's notes) should be submitted in hard and soft copies (single copy for each). Authors are encouraged to submit their manuscript via the editor's email address (jiir@crid.industry.gov.iq). Otherwise send your contribution to the following address:

Journal of Iraqi Industrial Research (JIIR)

**Ministry of Industry and Minerals, Corporation of research and industrial development
Complex of Ministry of Sciences and Technology, Jadiriya, Baghdad, Iraq**

A statement of intention towards publication of authors work in JII should be addressed in separate letter directed to the Managing Editor or the Deputy Managing Editor mentioned in the end of this guideline.

Title

Title of manuscript should not exceed 20 words.

Title should be formatted in title format. Title format is the title case. It requires capitalization of all initial letters, including subordinate conjunctions (as, because, although). Prepositions such as "for", "or", "and" in lower case. For hyphenated phrases, capitalize both words unless the second word is a verb.

Font type: Times New Roman, Bold; Font size: 14 points;

No abbreviations are allowed in the title. Title may not contain words like "First" or "Novel" nor any part or series number.

Authors' names

Authors names should be given in as complete a form as possible. first names, initials, and surnames. *Example*:- Emad H. Ali No title is required for any of the authors (like Dr. Sr. Mr. Ms. Mrs.) One Author should be indicated for correspondence and copyright transfer. The correspondence is referred to by an ASTERISK (*).

Example: Noor H. Noor, Reem A. Nasir

Font type: Times New Roman; Font size: 10 points; Font Face: Regular

Authors affiliation

Author's affiliation should be mentioned below author's names. Authors of the same affiliation are indicated by a number next to their names in superscript format.

Example :- Amar H. Noor¹, Mena A. Adim²

¹ Department of Materials, University of Baghdad, Baghdad, Iraq.

² Ebn Albeetar center, Corporation of research and industrial development ,Ministry of industry and minerals, Baghdad, Iraq.

E-mail address

The E.mail address for corresponding author(s) should be inserted on title page below name/address.

Abstract

Abstract is required. Number of words should be limited to 200 words. Within this limit of words, the authors should be able to highlight the most important assumptions and results of their work.

Abbreviations should be defined upon first usage.

No references citations are allowed in the abstract.

Font type: Times New Roman; Font size: 10 points; Lines spacing: single

The Abstract section needs to be translated in Arabic language clearly and correspondingly.

Keywords

Authors should provide, at least, four keywords related to the subject of their manuscript.

Font type: Times New Roman; Font size: 10 points

Main Text

Section titles are encouraged, but the "Introduction" section title is not used. Sections are not numbered.

Sections order:

Introduction

Method/Experimental Work

Results and Discussion

Conclusions

Acknowledgments

References

Translation of Abstract in Arabic

Sections title format

Font type: Times New Roman; Font case: Title case; Font size: 10 points; Face type: Bold

Throughout text, all Latin words, phrases and abbreviations must be italicized. Examples: i.e., et al., e.g., in situ, via, etc. or etcetera, in vivo. Put all citations (references) throughout the text in square brackets. Put citation immediately before the punctuation. Dedications may be included in the acknowledgments section.

Text format

Font type: Times New Roman; Font size: 10 points; Line Spacing: Single

Figures and Tables

All figures and tables should be cited in order in the text. Use the words (figure, table) not the abbreviations. Every figure should have a caption (below the figure) and every table should have a title (above the table). Schemes must have titles and may contain footnotes. Figure and tables not from authors work should be referenced in the caption with a reference number associated to the reference list in the end of the manuscript. Captions and titles should be in the following format:-

Font type: Times New Roman; Font size: 10 point; Font face: Bold; Line Spacing: Single

Tables should be of simple grid format with clear columns headings.

Use Arial font type for the lettering inside the figures. Lettering should be of uniform size and density, no smaller than 6 points and lines should be no thinner than 0.5 point at final published size.

Figures containing photographic images must be at least 300 dpi.

Photographs should be in tif format.

Use Arial font type for headings of the table columns. Tables should be self-explanatory.

References

Individually numbered with only one citation per reference. References must stick on to correct journal style:

Include article titles in title case, journal abbreviations according to CASSI, proper punctuation and arrangement. References with more than 10 authors must list the first 10 authors, followed by "et al."

Do not include any issue numbers in references.

Example

Journal referencing

[1] first author; second author; "title of reference"; abbreviated title of journal volume number, year, range of pages.

[1] N. Kanayama, S. Fukushima, N. Nishlyama, A PEG-based biocompatible block catiometer with high buffering capacity, 1 (2006) 439-444.

Book referencing

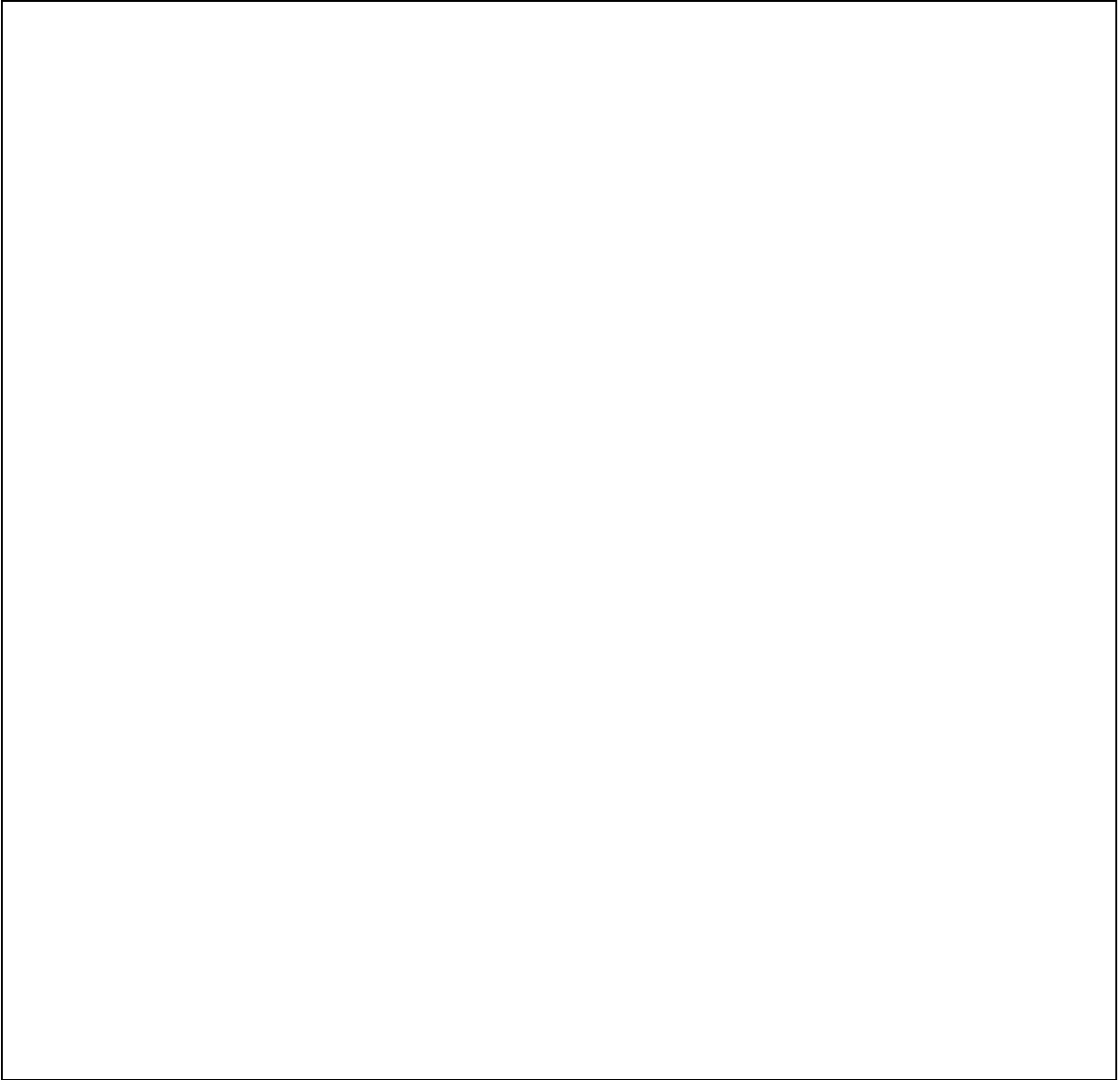
[2] Author name; "book title"; publisher, Vol. volume number (if any); pp range of pages; year.

[2] A. Oostrom, "Validity of the Fowler_Nordheim Model for Field Electron Emission"; N. V. Philip: Eindhoven, The Netherlands; 49(1965) 4-10.

Proceedings: referenced with format similar to that of the books.

Contents

Adress	Page
1-Preparation of Clotrimazole Ointment 2.5% to Treat Fungai Skin Infections in Animals for Veterinary Use only .	1
Ahmed Jubair, Awatif Ibrahim, Ahmed Jasim, Muhmmmod Muhamed, Hadeel Hashim, Muhammed Jasim .	
2- Formulation and Characterization of Dextran 70 0.1% and Hypermellose 0.3% Artificial Tears Eye Drop.	6
Qusay F. Abbas*, Khlood A.Ahmed *, Dhia Al-Deen Abdulraheem, Mariam T. Hussain , Mejed S. Hammodi, Taha Y. Ibraheem , Haider Abdulkareem, Hussian Harbi, Ala Abul -Rassol .	
3- Acid Activation of Montmorillonite Claystone from Wadi Bashira Deposit in Iraq for vegetable oil bleaching.	14
Dr.Abdul Abdul Razzaq, Sahar N. Abdul-Alla, Naghem M. Abood, Haider Jacob, Manal Meti.	
4- Spectroscopic Study of Mixed Rhodamine (6G,B,3Go,C) Dyes in Different Concentration Doped in Poly Methyl Methacrylate .	23
Ali H. Al-Hamedani, Sulafa I.Ibrahim, Ra'ad S. Jwad.	
5- Iraqi Pharmaceutical Formula for Tramadol HCL 100 mg Tablets with its Stability Study.	34
Sami H.Muhammed , Hadeel H.Khalid, Malak A. Hussain, Mariam T. Hussian, Mi'ad A. Muhammed, Asma' Shareef, Khdir A. Nama, Ra'ad J. Salman, Neeran F. Redha, Jwad A. Ali.	



Chief Editor

**Dr. Mudhher S. Sabea Al-Temeemi
Director General of The Corporation of
Research and Industrial Development**

**Assistant of Chief Editor
Majid H.Ali**

**Secretary Editor
Ruba A. Ahmed**

Consultant Board

Iraq Universities

- 1- Dr. Ali M. Mousa \University of Technology
- 2- Dr. Abdul H. Moyet Al-Faisal \Baghdad University.
- 3- Dr. Mazin M. Elias \ Baghdad University.
- 4- Dr. Ghassan H. Majeed \Ministry of High Education and Scientific Research.
- 5- Dr. Hadi T. Ziboon \ University of Technology.
- 6- Dr. Mohammed A. Atiya Al-Saraj \Baghdad University.

Ministry of Industry and minerals

- 1- Dr. Salem I. Khleel
- 2- Dr . Jasim M . Salman

International Board

- 1- Prof. Dr. Sabu Thomas\Mahatma Gandhi University\India
- 2- Prof. Dr. Jum'a Salimon\ University Kebangsaan Malaysia

Editorial Board

**Ministry of Industry and
Minerals**

- 1- Dr. Faris A. Habeeb
- 2- Dr.Inas Mehjin Noaman
- 3- Dr. Ahmed A. Alwan
- 4- Mr. Razzaq A. Marzouk
- 5- Mr. Riyadh M. Noaman
- 6- Dr. Alwan N. Jassim
- 7- Dr. Malik Nahi Hussein
- 8- Usama Abdul-Majeed

Iraq Universities

- 1- Dr. Emad A. Yousif \AL-Nahrain University
- 2- Dr. Ali H. Abdul Munaim Al – Hamdani\University of echnology
- 3- Dr. Sattar B. Sadkhan\ Babylon University
- 4- Dr. Ahmed A. Ahmed \ Baghdad University
- 5- Dr. Saad A. Makki\ Al-Mustansiryah University
- 6- Mr. Abdul k.Abdul R. khadum\Al-Nahrain University.
- 7- Dr. Ibtihal A. Abbood \Veterinary Collage
- 8- Dr.Taghreed Hashim Al-Noor/Ibn Al-Haithem Collage