

ISSN:2226-0722

المجلد ٤ العدد ٢

٢٠١٧



المجلة العراقية للبحوث الصناعية



email: jiir@joir.gov.iq / jiir.joir@gmail.com
www.joir.gov.iq

تصدر عن هيئة البحث والتطوير الصناعي/ وزارة الصناعة والمعادن

رئيس هيئة التحرير

المهندس الاستشاري عبد الغني فخري آل جعفر

مدير عام هيئة البحث والتطوير الصناعي

نائب رئيس التحرير

الدكتور المهندس احمد يونس قاسم

سكرتير التحرير

بهاءالدين حميد رشيد

الهيئات الاستشارية

الجامعات العراقية

- ١- أ.د. عبد الجبار نعمة خليفة/جامعة النهرين
- ٢- أ.د. أياد عبد العزيز العاني/جامعة النهرين
- ٣- أ.د. منال جبار سرور/جامعة بغداد
- ٤- أ.د. عصام فاضل علوان/جامعة بغداد
- ٥- أ.د. حارث ابراهيم عبود/جامعة بغداد/كلية العلوم
- ٧- أ.د. فراس عزيز راهي/كلية الصيدلة اليرموك
- ٨- أ.د. يحيى كمال خليل/جامعة بغداد
- ٩- د.نادية عباس علي/جامعة بغداد/كلية العلوم

وزارة الصناعة والمعادن

- ١- د.مهدي جلو مرعي
- ٢- د. صفاء الدين فخري
- ٣- الاستاذ منذر عبد الرحمن ابراهيم
- ٤- الاستاذ عادل احمد سبع /مقوم لغة عربية

الاستشاريين الدوليين

- ١- أ.د.سابو توماس / جامعة المهاتما غاندي
- ٢- أ.د. يعرب قحطان الدوري/جامعة ملايا- ماليزيا
- ٣- أ.د. جمعة سليمان / الجامعة الوطنية الماليزية

كادر التحرير

- ١- ر. مترجمين اقدم سجي عباس عطا رئيس الكادر
- ٢- م.ر. ميرمجين صلاح حسن علي عضو
- ٣- م.مهندس احمد حاذق حامد عضو
- ٤- م. مهندس علي ماجد حميد عضو

هيئة التحرير

وزارة الصناعة والمعادن

هيئة البحث والتطوير الصناعي

- ١- د.فارس عبد الكريم حبيب
- ٢- د.ايناس محجن نعمان
- ٣- د.احمد انور علوان
- ٤- د.هاشم محمد زهراو
- ٥- د.عبد الله عدنان عبد الكريم
- ٦- د.وليد محمد عبود
- ٧- د.الهام عبد الهادي خلف
- ٨- د.فريال مجيد مهدي
- ٩- أ.د. يحيى اسماعيل خليل
- ١٠- د.عبد الوهاب عبد الرزاق محمد

الجامعات العراقية

- ١- أ.د. عماد عبد الحسين / جامعة النهرين
- ٢- د.علي هادي عبد المنعم /الجامعة التكنولوجية
- ٣- أ.د. تغريد هاشم النور/ جامعة بغداد
- ٤- أ.د. عبد الحسين مويث/جامعة بغداد
- ٥- أ.د. منال مدحت عبد الله / جامعة بغداد
- ٦- د.سعد عبد الرضا / الجامعة المستنصرية
- ٧- أ.د. حنان كساب /جامعة بغداد

المجلة العراقية للبحوث الصناعية

تصدر عن
هيئة البحث والتطوير الصناعي
وزارة الصناعة والمعادن

رقم الايداع في دار الكتب والوثائق - بغداد ٢١٠٠ لسنة ٢٠١٥

بسم الله الرحمن الرحيم

كلمة رئيس التحرير

يطيب لي أصالة عن نفسي ونيابة عن هيئة التحرير أن ارحب بجميع الاخوة والاخوات المطلعين على المجلة . وأدعوا كافة الباحثين والمهتمين بنشر بحوثهم حتى تتم الاستفادة منها في المجالات المختلفة. آمليين أن تلبى هذه المجلة طموحات الباحثين والمهتمين.



نسعى بعون الله تعالى الى النهوض بها نحو الافضل إقليمياً وعالمياً مصداقاً لقول الرسول محمد (صلى الله عليه واله وسلم) إذا مات ابن آدم انقطع عمله الا من ثلاث أحداها (وعلمٌ ينتفع به) وبعد ان اتجه هذا البلد بفضل الله تعالى نحو الاستقرار الامني ، يعتبر نشاط البحوث المغذي الرئيسي للأبداع وان الدقة في اختيار البحوث يعتبر عنصر اساس لنجاح برامج البحث والتطوير وهو مايميز المشاريع القصيرة المدى والطويلة مدى. وينطبق ذلك على نوع المنتج ومدى قبوله لدى المستهلك تماشياً مع التطور.

ونسأل الله التوفيق والنجاح للجميع ولهياة البحث والتطوير الصناعي التقدم والازدهار

رئيس التحرير

تعليمات نشر البحث العلمي

يرجى تقديم طلب رسمي برغبتك بنشر بحثك العلمي في المجلة العراقية للصناعة في ورقة مفردة معنونة الى رئيس هيئة التحرير.

يرجى اتباع التعليمات التالية قبل تقديم ورقتك العلمية للنشر. إن ترتيب أبواب بحثك العلمي ينبغي أن يكون كما موضح في التالي. 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 ١٢ 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, 12 regular) ما عدا العناوين وغيرها. ستكون بحاجة الى تقديم أربع نسخ ورقية من بحثك خلال مدة التقييم. أما بخصوص البحث الذي خضع للتقييم وأجريت التعديلات النهائية عليه فعليك تقديم نسخة الكترونية على قرص مدمج إضافة الى نسخة ورقية. يتم تقديم البحوث إما عن طريق البريد الالكتروني jiir.joir@gmail.com أو البريد الاعتيادي على العنوان التالي .

المجلة العراقية للبحوث الصناعية

وزارة الصناعة والمعادن/هيئة البحث والتطوير الصناعي

مجمع وزارة العلوم والتكنولوجيا

الجادرية / بغداد - العراق

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 مسبق "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 للبحوث الصناعية ويكون نائباً عن بقية المساهمين في البحث أمام هيئة تحرير المجلة. كما تقع على عاتقه مسؤولية ابلاغ بقية الباحثين المساهمين بنتائج التقييم العلمي والتعديلات المطلوبة.

حجم الخط: ١٢ 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.

حجم الخط: ١٢ نقطة نوع الخط: مائل.

– مثال:

على احمد سعيد^١، راند 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: ١٢ نقطة نوع الخط: مائل.

– الخلاصة:

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

نوع الخط: Simplified Arabic حجم الخط: ١٢ نقطة مسافة الخط: single.

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

حجم الخط: ١٢ نقطة نوع الخط: عادي.

ترتيب البحث

الخلاصة

مقدمة

التجارب العلمية

النتائج والمناقشة

الاستنتاجات

التوصيات

شكر وتقدير

المصادر

- في حالة البحث باللغة الانكليزية تكتب الخلاصة بالعربي وتوضع في نهاية البحث والعكس يعمل به أيضا.
- **المتن:** يتألف من الفصول التالية الذكر. تكون عناوين الفصول غير مرقمة ومرتببة 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 ١٢ عادي من اعدادات (Simplified Arabic).**
- **الاشكال والجداول:** ترتب 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 الرأسي والأفقي المتقابلتين (لذا لا يوضع 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 مقرونة بشكل واضح وذات اعدادات 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 ١٢ 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 ١٢ 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 أنفاً باضافة رقم المجلد بعد جهة النشر.

المحتويات

عنوان البحث

الصفحة

- ١- استخدام الياف السيليلوز الطبيعية المحلية في ازالة التلوث النفطي1-9
منى باقر طاهر ، حميد كاظم عباس ، منتهى نعمه ثويني، عثمان مجيب
علي مقداد .
- ٢- استنباط تركيبة دوائية لمعلق البندازول.فيتامين E والسلينيوم ٥% لعلاج حالات لإصابة
الطفيلية ولزيادة مناعة الجسم في الحيوانات.....10-16
د. محمد جاسم محمد ، أحمد جبير عيسى ، د. رواء سعدي.
- ٣- إنتاج حبيبات بولي اثيلين لتغليف أسلاك الميدان والأسلاك الساقطة.....17-22
يوسف نقد علي ، علي حسن علي ، حيدر لعبيبي حنون ، علي محمد عبد الزهرة محمد ثامر عودة
د فتحي علاوي ، مطر مسير حبيب ، نديمة دويج ماضي ، جبار محسن محمد.
- ٤- تقليل نسبة الزيوت والشحوم والمحتوى العضوي في المياه الصناعية باستخدام المخثرات23-29
اسيل طامي عبد الجبار ، د.وليد محمد عبود ،ياسين جمعة، عامر جهاد ابراهيم
- ٥- معالجة رقائق السليكون مختلفة الانواع ببلازما التفريغ المتوهج بظرف تشغيلي محدد.....30-34
سعد عبد الواحد طعمة ، كريمة علي كاظم ، محمد شريف عبد المنعم نور علي ناصر
صبا فرحان ناصر، منذر عبد الرحمن
- 6- Achieving Better Performance of Pressure Vessel Using Composite Material.....35-48
Allawi H. Alwan
- 7- Preparation of Hydrazine Hydrate from Urea and Sodium Hypochlorite.....49- 57
Najat Hamed Sabit ,Safaa Nayyef Abdul Jabbar, Basil Nasih Basheer, Nagam
Mahdi Radhi ,Rusul Abdul Elah Abbas ,Shafaa Talib Hawa, Ethar Ali Abdullah.
- 8- Study Some Heterocyclic Derivatives as Corrosion Inhibitors for Mild Steel in
Acidic Media.....58-66
Aqeel Fadhil Mutlag and Mehdi Salih Shihab
- 9- Studying the Effect of Changing the Geometry and The Material on Energy
Absorption Capability.....67-77
Allawi H. Alwan
- 10- Synthesis and Characterization of Starch Grafted Maleic Anhydride and
Substituted it with Drug Copolymer.....78 - 90
Firyal Mohammed , Ali Alsalami , Mohammed A.Farhan



إستخدام الياف السيليلوز الطبيعية المحلية في إزالة التلوث النفطي

منى باقر طاهر , حميد كاظم عباس , منتهى نعمه ثويني, عثمان مجيت عوده , علي مقداد محمد

مركز بحوث النفط، دائرة بحوث المواد ، وزارة العلوم والتكنولوجيا، بغداد، العراق

Mohamed21latif@yahoo.com

الخلاصة

إن هدف هذا البحث هو ايجاد طريقة جديدة لعملية مكافحة التلوث النفطي في المسطحات المائية ومعالجة البقع النفطية oil spills باستخدام مواد غير ضارة وصديقة للبيئة ومتوفرة محليا وغير مكلفة; وهي الالياف السيليلوزية لاشجار النخيل وهي مواد مازة ترش على البقعة النفطية, تعرقل حركتها وانتشارها ثم تجمع بواسطة كاشطات الزيت oil skimmer أو بواسطة شبكات دقيقة وتنقل الى حيث يمكن التخلص منها حرقا في افران خاصة أو بالطمر حصل على نماذج المياه الملوثة في مصفى الدورة و النفط خام من الخط الاستراتيجي . استحدثت بقعة نفطية محسوبة الوزن والحجم على سطح مائي محسوب الحجم , عولجت بواسطة الألياف السيليلوزية من (كرب) النخيل العراقي بعد طحنها وبأحجام مختلفة واختيار الحجم الحبيبي الأمثل وهو 20 (0.84mm) والوزن الأمثل للمادة وهو 3 غرام, وزمن تلامس المادة المازة adsorbent مع السطح المائي الملوث وهو 10 دقائق .من خلال التجارب تم الحصول على أفضل سطح ماز للمواد الهيدروكاربونية بإجراء فحص المحتوى النفطي oil content للماء الملوث وحددت نسبة الإزالة المئوية للنفط للنماذج وكانت حوالي % 99.966 . وبذلك تم الحصول على افضل مادة لازاله الملوثات النفطيه من المسطحات المائية.

الكلمات المفتاحية: التلوث النفطي ، البقع النفطية، الألياف السيليلوزية ، كاشطات الزيت.

©2017 Corporation of Research and Industrial Development. All rights reserve.

المقدمة

للنفط ومشتقاته خطورة سمية عالية نظرا لانبعاث الغازات عند التبخر او تحلل جزيئات النفط المنسكب .تترك حوادث انسكاب النفط كميات هائلة من المخلفات وكميات كبيرة من الزيوت مختلطة بالماء مما يشكل آثار سيئة بيئيا واقتصاديا. يؤثر النفط المنسكب على الاحياء البحرية وعلى السلسلة الغذائية لهذه الاحياء, وكذلك يترك آثار سلبية على الصناعة مثل المصانع ومصافي النفط لخطورة الحرائق والانفجارات :والخطر الأكبر الذي يهدد محطات التحلية حيث امكانية اختلاط مياه الشرب بالمواد الهيدروكاربونية السامة مما يسبب إيقاف تلك المحطات[1].

من أولويات عمليات مكافحة التلوث النفطي هي المحافظة على الأرواح وحماية البيئة وحماية الموارد الاقتصادية والحيوية, وهناك عدة عوامل تؤثر على عمليات المكافحة منها [2]:

- نوعية وكمية الزيت المنسكب.
- الأحوال الجوية .
- مكان الانسكاب او التسرب .
- عدد العاملين في فريق المكافحة[3].

وهناك عدة طرق لمكافحة التلوث النفطي منها[4]:

- 1- طرق ميكانيكية . Mechanical methods.
وتكون باستخدام الحواجز المطاطية oil boom لمنع النفط من الانتشار اكثر,أو لتغيير إتجاه النفط المنسكب وتجميع النفط المنسكب للمساعدة في عملية الكشط فوق سطح الماء باستخدام كاشطات الزيت oil skimmers .
- 2- لمكافحة الكيميائية . Chemical treatment .
وهي عملية رش بقعة الزيت بمواد كيميائية تسمى المشتتات dispersants أو مواد تساعد على توزيع جزيئات الزيت ثم تحيط هذه المشتتات بالزيت وتستقر تحت الماء ، وكذلك من العمليات الكيميائية استخدام الوسيط الحيوي bioremediation وتستخدم لتسريع عملية التحلل البكتيري بإضافة وزيادة نسبة المغذيات (nutrients) حيث يعتبر النتروجين والفسفور وخاصة النتروجين ضروري لزيادة أعداد البكتريا للقيام بعملية التحلل.

3- الإحراق بموقع بقعة الزيت . In site burning.

هو احراق البقعة في مكانها وتخضع عملية الاحتراق لاجراءات وقائية وعادة ماتكون هذه العملية آخر حلول المكافحة بعد موافقة الجهات المختصة بحماية البيئة [5] .

4- تنظيف الساحل Shoreline clean up.

5- المعالجة والتخلص من المخالفات Waste handling and disposal [6].

خصائص وكيفية انتقال النفط المتسرب في الوسط المائي [7]:-

- الانتشار Spreading
- الانجراف Drifting
- التبخر Evaporation
- مستحلب - خليط ماء و نـفـط
- Water in oil emulsification
- الذوبان Dissolution
- الاكسدة Oxidation
- الترسيب Sedimentation
- التحلل البكتيري (Biodegradation Dispersion)

إستخدم هذا البحث ألياف السيليلوز الطبيعية المحلية من كرب النخيل العراقي كون الألياف عبارة عن بوليمرات طبيعية مكونه من مادة السيليلوز ومادة اللكتين (بولي فينول) كمادة رابطة [8]وهي مواد عضوية كارهة للماء (hydrophobic polymers) ,وعند إضافتها إلى البقعة النفطية (oil spills) تعمل على تحويلها من الحالة السائلة إلى شبه سائلة -semi (solid) بعملية الامتزاز إذ تطفو الكتلة فوق سطح الماء وتعزل حركتها ثم تجمع الكتلة المتصلبة للتخلص منها بصورة سليمة بيئياً [9,10] .

الاجهزة والمواد المستخدمة :

1- طاحونة [Micro Plant Grinding Machine] نوع FZ102 صيني

المنشا الموجودة في دائرة البحث والتطوير الصناعي / شعبة التحليل والتقييم الاولي والموضحة صورتها في شكل رقم (1)



شكل (1) : طاحونة ميكانيكية .

2-جهاز فحص التحليل المنخلي [Electric Molecular Sieve Shaker] صيني المنشا الموجود في دائرة بحوث المواد / مركز بحوث النفط والموضحة في شكل رقم (2)



شكل (2) :جهاز التحليل المنخلي

3- فرن حراري درجة 350 مئوي نوع BINDER صيني المنشأ الموجود في دائرة بحوث المواد / مركز بحوث النفط .

4- ميزان حساس [Analytical Balance] صيني المنشأ الموجود في دائرة بحوث المواد / مركز بحوث النفط

5- جهاز فحص نسبة الزيوت الهيدروكربونية في الماء [Oil Water Analyzer] شركة HORIBA ياباني المنشأ الموجود في دائرة البيئة والمياه / قسم البحوث والمعالجات الكيماوية والفيزيائية ، الموضح في شكل رقم (3)



شكل (3) : جهاز فحص نسبة الزيوت الهيدروكربونية في الماء.

6-أقداح زجاجية واسطوانات مدرجة بإحجام مختلفة (1000ml & 500ml & 250ml)

المواد الاولية المستخدمة :

- ألياف سيليلوزية طبيعية محلية مطحونة من كرب النخيل العراقي شكل رقم (4).



شكل (4):اللياف سيليلوزية مطحونة

- مياه ملوثة من مصفى الدورة قبل المعالجة.

- نפט خام من مصفى الدورة / الخط الاستراتيجي.

طريقه العمل :

1- تحضير المحلول الاصلي الخام.(stook sol.):استحدثت بقعة نفطية محسوبة الوزن والحجم 30مل على سطح مائي محسوب الحجم 300مل يصبح التركيز %10.

2-تحضير النماذج : حضرت نماذج من ألياف السيليلوز الطبيعية المحلية غسلت وجففت في فرن حراري درجة 100مئوي وطحنت النماذج السيليلوزية ثم استخدمت المناخل الجزئية لتصنيف النماذج باختيار أنواع مختلفة من الحجم الحبيبي Mesh Number وهي [80,50,20] .

3-طرق المعالجة :في المرحلة الأولى أخذت أحجام متساوية من المياه الملوثة حوالي (300ml) وأحجام متساوية من النفط الخام حوالي (30ml) ووزن ثابت من المادة السيليلوزية المطحونة حوالي 5غم وبحجم حبيبي (50 & 80 & 20) خلال زمن ثابت 10دقائق ،استخدمت أقذاح زجاجيه وضع فيها الماء الملوث بالنفط الخام وأضيفت ألماده السيليلوزيه للمعالجة

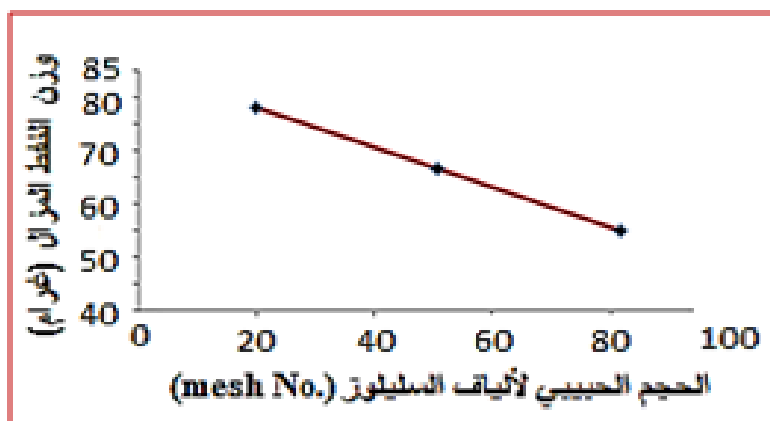
النتائج و المناقشة

- نتائج تغير حجم الحبيبات

ووجد بعد عملية قشط المادة الممتصة للنفط أن أفضل نوع من النماذج الثلاثة هو الحجم الحبيبي 20 حَسب وزن النفط المزال من الماء بالغرام كما في الجدول رقم (1) والرسم البياني شكل رقم (5) .

جدول رقم (1): العلاقة بين الحجم الحبيبي للمادة السيليلوزية ووزن النفط المزال.

| الحجم الحبيبي | | وزن النفط | |
|---------------|------------|---------------|---|
| Mesh No. | Size in mm | المزال (غرام) | ت |
| 20 | 0.84 | 79.04 | 1 |
| 50 | 0.59 | 67.94 | 2 |
| 80 | 0.177 | 56.8 | 3 |

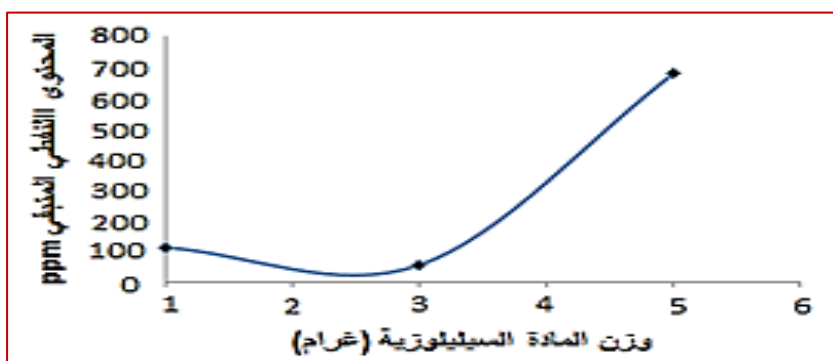


شكل (5) العلاقة بين الحجم الحبيبي للمادة السيليلوزية ووزن الكتلة بالغرام

لوحظ من الشكل رقم (5) والذي يمثل العلاقة بين الحجم الحبيبي للمادة السيليلوزية و وزن النفط المزال من سطح مائي ذو حجم و وزن و مساحة ثابتة و مدة زمنية ثابتة ووزن ثابت للمادة السيليلوزية بان الحجم المثالي لحبيبات المادة السيليلوزية والذي أزال أكبر قدر من النفط من المسطح المائي هو 20 mesh number أي 0.84 mm ، وأن حجم الحبيبات السيليلوزية يتناسب عكسيا مع وزن النفط المزال من المسطح المائي. وذلك بسبب الخاصية الشعرية للألياف السيليلوزية ذات الحجم الحبيبي الأكبر أي الطول الليفي الأكبر حيث لوحظ أن بعض الألياف السيليلوزية ذات الحجم الحبيبي الأصغر تتجذب إلى قعر المسطح المائي بفعل التشبع بالجزء الثقيل من النفط الخام والذي يمتلك صفات قطبية مما زاد في تلوث المياه .

- نتائج تغيير الاوزان

في المرحلة الثانية ثبتت المتغيرات وهي : حجم الماء الملوثة [300ml] والنفط الخام, [30ml] وزمن التلامس للمادة السيليلوزية [10 min] والمادة السيليلوزية ذات حجم حبيبي 20 مع تغير أوزان المادة السيليلوزية (1, 3, 5) gm وبعد أن تمت المعالجة أخذت نماذج المياه لفحص المحتوى النفطي في الماء وجد ان أفضل وزن للمادة استخدم في عملية الإزالة والحصول على اقل نسبة للنفط في الماء هو وزن 3gm كما في الجدول رقم (2) والرسم البياني رقم (6).



الشكل رقم (6) العلاقة بين وزن المادة السيليلوزية والمحتوى النفطي المتبقي

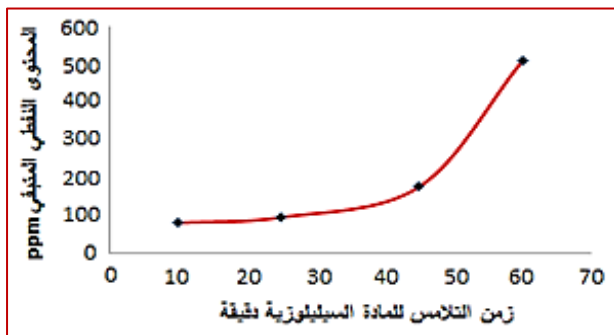
جدول (٢): العلاقة بين وزن المادة السيليلوزية والمحتوى النفطي المتبقي

| ت | المحتوى النفطي المتبقي ppm | وزن المادة السيليلوزية (غرام) |
|---|-------------------------------|-------------------------------------|
| 1 | 113 | 1 |
| 2 | 56 | 3 |
| 3 | 680 | 5 |

عند تثبيت حجم الحبيبات على الحجم المثالي مع تغيير وزن الحبيبات السيليلوزية المستعملة لأزاله البقعة النفطية فقط وتثبيت المتغيرات الأخرى كما في الشكل رقم (6) وجد أن الوزن المثالي لأزاله أكبر كمية من النفط الخام هو 3 gm و تبين انه مع زيادة الوزن للمادة السيليلوزية وثبوت المتغيرات الأخرى أدى إلى ترسب جزء من المادة السيليلوزية المشبعة بالنفط الخام إلى قعر المسطح المائي مما زاد في عملية التلوث - تأثير زمن التلامس

في المرحلة الثالثة ثبتت المتغيرات وهي : حجم الماء الملوث ,حجم النفط الخام ووزن المادة السيليلوزية المستخدمة مع تغير في زمن التلامس من (10-60)min ووجد أن أفضل مده زمنية للحصول على اقل نسبة للنفط في الماء هي (10)min كما في الجدول رقم (3) والرسم البياني شكل رقم (7)

جدول رقم (3): العلاقة بين زمن التلامس للمادة السيليلوزية مع المسطح المائي و المحتوى النفطي المتبقي



| ت | المحتوى النفطي المتبقي (ppm) | زمن التلامس (دقيقة) |
|---|---------------------------------|------------------------|
| 1 | 80 | 10 |
| 2 | 94 | 25 |
| 3 | 176 | 45 |
| 4 | 510 | 60 |

الشكل رقم (٧) : العلاقة بين زمن التلامس والمحتوى النفطي المتبقي

لوحظ من الشكل رقم (7) الذي يمثل العلاقة بين زمن التلامس للمادة السيليلوزية الثابتة الوزن والحجم الحبيبي مع المسطح المائي ذي حجم و وزن و مساحة ثابتة مع المحتوى النفطي المتبقي، فلقد تبين أن زمن التلامس المثالي الذي أزيلت به أكبر كمية من النفط هو 10min. حيث كلما كانت عملية المعالجة أسرع اي زمن اقل كان أفضل وذلك بسبب

خاصية الانتشار والقطبية للنفط الخام حيث انه ومع زيادة زمن التلامس ترسب جزء من المادة السيليلوزية المشبعة بالنفط الخام الى قعر المسطح المائي مما زاد في عملية التلوث .

أجراء الفحوصات

فحصت المياه الملوثة بالنفط الخام قبل وبعد عمليه ألمعالجه بجهاز تحليل نسبة النفط في الماء Oil Water Analyzer وبثبوت المتغيرات ألسابجه الذكر من الحجم الحبيبي 20 والوزن للماده السيليلوزيه 3gm وزمن التلامس 10 min حصلنا على نسبة الأزاله المئويه للملوثات النفطية 99.966 كما مبين في الجدول رقم 4 .

جدول رقم (4) يبين نسبة الأزاله المئويه للملوثات النفطية قبل وبعد المعالجه

| نسبه الأزاله المئويه % | التركيز بعد ألمعالجه ppm | التركيز قبل ألمعالجه ppm | الفحوصات |
|------------------------|--------------------------|--------------------------|------------------|
| 99.966 | 16 | 47680 | Oil in Water PPM |

الاستنتاجات :

1- لاتعتبر قوى الامتزاز المتمثلة بالتجاذب الالكتروستاتيكي وقوى التشنت والانتشار هي وحدها التي تتحكم في التصاق البقع النفطية على الألياف السيليلوزية , لكن هنالك قوى اخرى تتمثل في قوى الالتصاق الناتجة من اللزوجة العاليه للنقط على أسطح الألياف السيليلوزية, كذلك الخاصية الشعرية لتلك الألياف, والتي تعتبر من العوامل الأساسية في عملية إزالة البقع النفطية .

2- ان زمن التفاعل لعملية تصلب النفط

(Oil solidification) مع الياف السيليلوز يعتمد على المساحة السطحية للمياه والحجم الحبيبي للماده السيلولوزية ودرجة لزوجة النفط (oil viscosity)

3- إن ألياف السيليلوز مواد متوفرة طبيعيا وغير مكلفة وليس فيها اي ضرر على البيئه وعلى العاملين في هذا المجال.

التوصيات :

ممكن الاستفادة من الكتلة المتصلبة المكونة من مزيج الياف السيليلوز والنفط لاعادة استخدامها (recycle) كمادة مضافة (additives) لاسفلت والمطاط او استخدامها في افران الحرق كوقود.

المصادر

- 1- د. احمد السروي، جمهورية مصر العربية، 2009 مركز تطوير الأداء والتنمية (التلوث البترولي).
- 2- د. محمد عبد الوهاب الرمضان، الدوحة، قطر 9-12 مايو 2010 (إجراءات حماية البيئه في الصناعة البترولية) مؤتمر الطاقة العربي التاسع.

3- التسرب النفطي؛ مسامير في نعش البيئة • 2009 محمد جاسم العامري ؛ ملتقى المهندسين العرب.

4- د. علي مهرا ن هشام ؛ لبنان ؛ 2001 ، >التسرب النفطي المخاطر والحلول.

5-IPIECA/ITOPF publication, feb.2004 Oil spill compensation, a guide to the international convention on liability and compensation for oil pollution damage, a point

6-IPIECA report series Vol.2002 Oil spill responder safety guide,

7-IPIECA REPORT SERIES Vol.2, second addition, Mar.2000 A guide to contingency planning for oil spill on water.

8-Mohammed H, Latif, Vol .3, No .6, pp.71-77. ,2013; Qualitative and quantitative determination of lignin in different types of Iraqi phoenix dactylifera date palm pruning woods

9- Yang, R. T, John Wiley & Sons, Inc., New Jersey. USA. 2003. Adsorbents. Fundamentals and Applications.

10- R. Frost, O. Carmody, Y. Xi and S. Kokot, Journal of Colloid and Interface Science 305 (2007), 17-24 “Adsorption of hydrocarbons on organo-clays: implications for oil spill remediation”.

Usage of local Natural Cellulosic Fibers for removal of Crude Oil pollution

Muna B. Taher, Hameed, k., abbas Montaha N. Thwiny Othman M. Aoda,

Ali M. Mohammed,

Abstract

The aim of this research is to find a new way to process the fight against oil pollution in bodies of water and the treatment of oil spills, using non-harmful substances, environmentally friendly, locally available and inexpensive, a cellulose fiber of palm trees, the adsorbate materials sprayed on the oil slick and hamper their movement and distribution is then collected by oil skimmers or collected by minutes extensor networks and transported to where it can be disposed of by burning in special furnaces or landfill. It has been getting contaminated water from Dora district and crude oil from the strategic line. Then the development of oil slick calculated weight and size on the water surface of calculated volume and processed by cellulose fiber of the Iraqi pruning after grinding of different sizes and selection of optimal size particleboard (0.84 mm) 20 # and weight optimization of material which is 3 grams and the contact time of adsorbent material with contaminated surface of water is 10 minutes. Through experiments obtained the best adsorption surface of hydrocarbons. To conduct examination of hydrocarbon content (oil content) of the contaminated water have been identified specification is ideal for the removal of contaminants from water and oil by 99.966 %.

Key words: oil pollution, oil spills, cellulose fiber, oil skimmer



استنباط تركيبية دوائية لمعلق البندازول.فيتامين E والسلينيوم ٥% لعلاج حالات لإصابة الطفيلية ولزيادة مناعة الجسم في الحيوانات.

د. محمد جاسم محمد ، أحمد جبير عيسى ، د. رواء سعدي

مركز بحوث وإنتاج الأدوية البيطرية

vet@crid.industry.gov.iq

الخلاصة

أن مستحضرالبندازول وفيتامين E والسلينيوم معلق من المستحضرات البيطرية الدوائية المستخدمة في علاج الطفيليات الداخلية في الحيوانات وهو طارد ديدان ذو طيف واسع وفعالية عالية في مكافحة الديدان الشريطية والاسطوانية في الأمعاء وديدان الرئة والديدان الكبدية في الماشية (الأبقار، الأغنام، الماعز) اضيف فيتامين E والسلينيوم وذلك للدور الكبير الذي يلعبه بعد الإصابة بالديدان وتعرض الحيوان إلى جهد وضعف مناعي كبير لذا يعمل فيتامين E في زيادة المناعة الخلوية (cell mediated immunity) والمناعة الخلطية (humeral immunity) للحيوانات و يستخدم لزيادة الإخصاب عند الحيوانات الصغيرة والكبيرة و لعلاج مرض العضلات البيضاء (white muscle disease) في الأبقار والأغنام والماعز .

تم أعداد العديد من التركيبات الدوائية الأولية لحين الوصول إلى التركيبة النهائية والمستقرة حيث تراوحت الفعالية بدرجة حرارة الغرفة من (١٠٦-١١٠%) وهي ضمن الحدود المسموح بها وحسب الدساتير البيطرية بين (٩٠-١١٠%) أرسلت نماذج من المستحضر للفحص الحقلية الى دائرة البيطرة حيث أستخدم على الدواجن وبجرعة (٢) مل لكل (١٠) كغم من وزن الجسم وعلى حالات انخفاض المناعة واتى بنتائج جيدة جدا وبموجب استمارة التقييم الحقلية درست ثباتية المستحضر الدوائي باستخدام درجات حرارة مختلفة (٤٠، ٥٠، ٦٠) درجة مئوية ورطوبة (٦٥%) وكانت النتائج مادة البندازول محافظة على تركيبها وفعاليتها ولفترة زمنية طويلة مقارنة مع فيتامين E قلت فعاليتها بدرجة حرارة زادت عن (٤٠) درجة مئوية ولكن ضمن الحدود المسموح بها للفعالية (٩٠-١١٠) درجة مئوية.

© 2017 Corporation of Research and Industrial Development. All rights reserved

المقدمة

إن مستحضرالبندازول فيتامين E والسلينيوم من المستحضرات المهمة جدا في معالجة الحالات المصابة بالديدان الداخلية مثل الديدان الشريطية والاسطوانية [giardiasis](#), [trichuriasis](#), [filariasis](#), [neurocysticercosis](#), [hydatid disease](#), [enterobiasis](#), and [ascariasis](#) (١). حيث له الدور المهم بطرد الديدان الموجودة في القناة الهضمية

وذلك من خلال قتل اليرقات لدوره الفعال vermicide لعمله تغييرات تنكسيه في الخلايا المعوية للديدان مما يؤدي الى إضعاف مراحل اليرقات والديدان البالغة وبالتالي يستنفذ مخازن الكلايوجين وكذلك يحدث تغييرات تنكسيه في الشبكة الاندوبلازمية والميتوكوندريا المسؤولة عن تحرير الایسوسوم(1). وكذلك له الدور المهم من خلال إضافة فيتامين E في زيادة المناعة عند الحيوانات المصابة بالديدان حيث تعاني من قلة المناعة لما تسببه الديدان من هزال وضعف عام وانخفاض المناعة(2).

ان لفيتامين E دور مهم في منع أكسدة الأحماض الدهنية التي تلعب دورا في تنظيم مناعة الجزيئات التي تتوسط في الاتصالات الخلوية والسوائل الخلوية وتحرر الرسائل الثانوية(1).

كما أن لفيتامين E دور في ميكانيكية التنظيم المناعي ومعادلي ايض حامض Arachidonic acid بواسطة cyclo xygenase and lipoxy genase والتي تقود إلى تصنيع البروستوكلاندين (prostoglandins and lank) وبالتالي يؤدي الى زيادة الاستجابة المناعية للحيوانات و أهمية المستحضر في زيادة الإخصاب عند الحيوانات الكبيرة والصغيرة.

الجانب العملي

مواصفات المواد الكيماوية والأجهزة والأدوات المستخدمة في التركيبة الدوائية

جدول رقم (1) مواصفات المواد الداخلة في التركيبة الدوائية وفي طريقة التحضير

| No. | Substance | Specification | Description | Solubility |
|-----|-------------------|------------------|------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 1 | Albendazole | B.P2007 (6) | White crystalline powder | insoluble in water, slightly soluble in acetone |
| 2 | Vitamin E | martin dale 2005 | A clear colorless or yellowish. Brown .viscous oily liquid | Practically insoluble in water, freely soluble in dehydrated alcohol. |
| 3 | Selenium sulphate | martin dale 2005 | Abright orange to reddish-brown powder. | paractically insoluble in water and in organic solvents ,soluble 1 in 161 of chloroform and 1 in 1667 of ether . |
| 4 | Additive | B.P 2007 (6) | white or yellowish-white | , free-flowing powder, soluble in water giving a highly viscous solution, |
| 5 | Preservative | USP2008 | clear, almost colorless, odorless, viscous | a water-soluble hygroscopic liquid with a high boiling point |
| 6 | Salt | B.P2013 | Colourless | Water soluble solid |
| 7 | Salt | B.P2013 | Oily ,colourless or brownish ,yellow | Dispersible in water ,in anhydrous ethanol , |

| | | | | |
|----|--------------------|--------------|---------------------------------|----------------------------------------|
| 8 | Additive | B.P 2007 (6) | White to Off White Powder | Easily Dispersed in Water |
| 9 | Prservative | B.P2007 (6) | White | Very slightly soluble in water |
| 10 | Prservative | B.P2007 (6) | White | Very slightly soluble in water |
| 11 | Additive | B.P2007 (6) | Odourless,white crystals | Practically insoluble in water. |

جدول رقم (٢) مواصفات الأجهزة والأدوات المستخدمة في تحضير التركيبة الدوائية

| No. | Instrument | Origin | Specification |
|-----|-------------------|------------------|---------------------------------------|
| 1 | sieve | ----- | ----- |
| 2 | PH meter | Hanna instrument | Micro processor |
| 3 | mixer | turkey | Gm _50 1 120w powder 220 v. |
| 4 | Sensitive Balance | Germany | Denver - Instrument 5000 gm Max |

خطوات البحث وطريقة العمل:

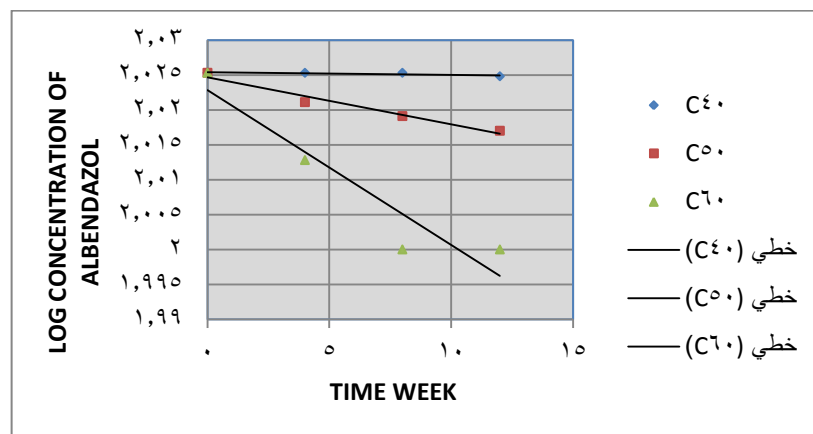
١. أستعملت المواد التالية في التركيبة لكل ١٠٠ مل:
 ١. Albendazole
 ٢. Vitamin E
 ٣. Selenium sulphate
 ٤. preservative
 ٥. propyle paraben
 ٦. Sodium carbonate
 ٧. Sodium citrite
 ٨. Propylene glycol
 ٩. Additive
٢. أضيف ماء بمقدار ٧٥ مل في دورق زجاجي .
٣. أضيف كل من المواد البندازول وفيتامين E بشكل تدريجي الى الدورق مع الخلط المستمر بخلاط .
٤. أذيبت بقية المواد المضافة وخلطت بشكل جيد.
٥. يضاف ما تبقى من الماء إلى الخليط مع الخلط المستمر .
٦. عبئ الخليط في عبوات سعة مئة مل معتمدة .

٧. أرسلت نماذج إلى السيطرة النوعية لغرض التحليل الكيماوي .كما أرسلت نماذج إلى دائرة البيطرة لغرض التقييم الحقلية .

النتائج:

تم التأكد من نتائج فعالية التركيبة المحضرة عند وقت الصفر حيث ان فعالية فيتامين E (١١٠%) وفعالية البندازول (١٠٦%) اما بالنسبة للثباتية فأن مركب البندازول وذلك بحضنه بدرجات حرارة مختلفة تراوحت بين (٤٠، ٦٠، ٥٠) درجة مئوية وفترات بين شهر واحد الى ثلاثة شهور ويوضح الجدول (٣) الشكل (١) نتائج دراسة الثباتية. الجدول رقم(٣) جدول دراسة الثباتية مادة البندازول بدرجات حرارية مختلفة (40,50,60) درجة مئوية لمدة ثلاثة اشهر

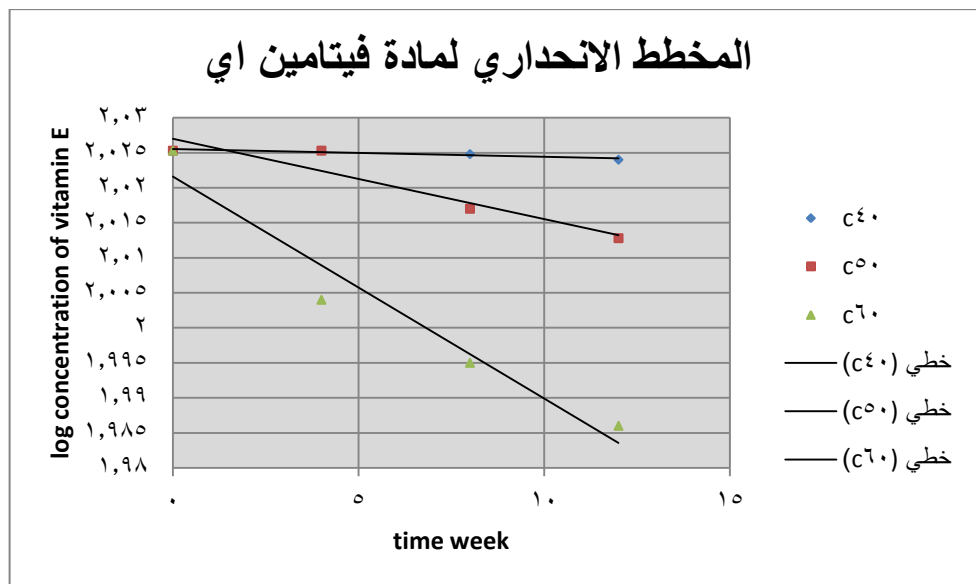
| الفعالية albendazole رطوبة ٦٥% | | | زمن التحليل |
|--------------------------------------|------|------|-----------------|
| 60C° | 50C | 40C | |
| ٩٩,٥ % | %١٠١ | %١٠٦ | بعد مرور ١ شهر |
| %٩٧ | %١٠١ | %١٠٢ | بعد مرور ٢ شهر |
| %٩٥ | %١٠١ | %١٠٢ | بعد مرور ٣ أشهر |



شكل - ١: المخطط الانحداري لمادة البندازول بدرجات حرارية مختلفة (40,50,60) درجة مئوية ولمدة ثلاثة اشهر
كما أجريت نفس الفحوصات السابقة على مركب فيتامين E لنفس الغرض ويوضح ذلك جدول رقم(٤) والشكل رقم (٢)

جدول رقم (٤) جدول دراسة الثباتية مادة فيتامين E بدرجات حرارية مختلفة (40,50,60) درجة مئوية لمدة ثلاثة اشهر

| الكمية vitaminE رطوبة ٦٥% | | | زمن التحليل |
|---------------------------------|------|------|-----------------|
| 60C° | 50C | 40C | |
| ١٠٧,٥ % | %١٠٩ | %١١٠ | بعد مرور ١ شهر |
| %٩٩ | %١٠٦ | %١٠٧ | بعد مرور ٢ شهر |
| %٩٧ | %١٠٣ | %١٠٥ | بعد مرور ٣ أشهر |



شكل - ٢: المخطط الانحداري لمادة فيتامين E بدرجات حرارية مختلفة (40,50,60) درجة مئوية ولمدة ثلاثة اشهر

ويوضح الجدولان السابقان والاشكال بأن مادة البندازول أكثر أستقرار من مادة فيتامين E حيث كانت مادة البندازول محافظة على تركيبها عند جميع درجات الحرارة ولفترة زمنية طويلة مقارنة مع فيتامين E التي قلت فعاليتها بدرجة حرارة زادت من (٤٠) درجة مئوية ولفترة (٣) اسابيع ولكنها ضمن الحدود المسموح بها للفعالية (٩٠-١١٠) .

المناقشة

اثبت المستحضر استقراره من الناحية الكيماوية والفيزيائية وكانت الفعالية بدرجة حرارة الغرفة تتراوح بين ١٠٦-١١٠% علما إن هذه الفعالية جيدة وضمن الحدود المسموح وحسب دستور الأدوية البريطاني بين (٩٠% - ١١٠%) من خلال العلاقة بين الحرارة والفعالية والزمن يتم تحديد نفاذية المستحضر من خلال التغيرات التي تحصل للمستحضر وهذا ما لوحظ ضمن المخطط الانحداري لمادتي فيتامين E ومادة البندازول حيث لوحظ ثباتية المادتين في درجة حرارة ال ٤٠ درجة مئوية بينما في درجة ال ٥٠ درجة مئوية انخفاض الفعالية إلى مستوى اقل من الفعالية وفي درجة حرارة ال ٦٠ درجة مئوية نلاحظ انحدار الفعالية بالشكل الاعتيادي لهذه الدرجة العالية من الأفران. من حيث شكله وقوامه ولونه من ناحية مواصفات فيزيائية تقابلها نسب الفعالية ضمن الحدود المسموح بها (٩٠-١١٠%) إما بالنسبة للاستبيان الحقلي ومن خلال التشخيص السريري للحيوانات المصابة كانت نتيجة العلاج جيدة جدا وحسب الجرعة المستخدمة ٢ مل لكل ١٠ كغم من وزن الجسم لكل من الأبقار والأغنام والماعز لوحظ تحسن الحالة واستجابتها للعلاج في القضاء على الديدان الشريطية والاسطوانية وكذلك زيادة المناعة الخلوية والخلطية للجسم و زيادة الإخصاب للحيوانات الصغيرة والكبيرة مما يساعد على العلاج، وهذا ما لوحظ عند التقييم الحقلي من خلال الشهادة المرفقة طيا والتي تم فيها ذكر التشخيص ونتيجة العلاج .

التوصيات والاستنتاجات: يوصى باستخدام المستحضر كمنتج جديد وذلك بعد الاطلاع على نتائج التحليل الكيماوي والتقييم الحقلي بعد تجريبه على الحيوانات وبالجرعة المحددة حيث أعطى نتائج مثمرة في العمل .

المصادر

- 1-Bendich,A.(1990).Antioxidant nutrient and immune functions introduction advances in experimental medicine and biology .262:1-12(cited by kott et al:1998) .
- 2-Britishpharmacopoeia(2007),volume(3),specificmonograph, London.sw85.
- 3- Martindale (2005)volume(1) edition(34)
- 4-United State Pharmacopeia.2005
- 5-Horton j (2003). Albendazol for the treatment of Echinococcosis .Fundamental and clinical pharmacology .17 (2):205-212.
- 6-National institute of health (4 may 2009).vitamin Efact sheet.
- 7-Hand book of pharmaceutical excipients sixth edition edited by Raymond c rowe bpham,phd,dsc,frpharms ,frsc,cphys,mlnstp chief scientist ltd,stokesley,north Yorkshire,uk paul j sheskey bsc,rph application development leader the dow chemicalcompany,midland,mi,usa marian e Quinn bsc,msc development editor royal pharmaceutical society of great Britain , London,uk harpers biochemistry(2018).

Preparation of therapeutic formula for albendazole, vitamin E and selenium 5% suspension for treatment parasitic infection and increase immunity body in animal.

Abstract

albendazole, vitamin E and selenium 5% suspension from veterinary pharmaceuticals used in the treatment of internal parasites in animals. They are a broad-spectrum and effective anthelmintic agent in the control of tapeworm and intestinal worms, lung worms and hepatic worms in (cattle, sheep, goats). Vitamin E and selenium Because of the large role it plays after the infection of worms and the animal stress and immune weakness, so vitamin E increases (cell mediated immunity) and (humoral immunity) of animals and is used to increase fertilization in small and large animals And white muscle disease in (cows, sheep and goats). The number of primary pharmaceutical preparations has been prepared until the final and stable structure has been reached. Effectiveness at room temperature ranged from (106-110%) within the permissible limits. According to veterinary constitutions (90-110%), samples of the preparation were sent to the Veterinary Department It was used on poultry and at a dose of (2) ml per (10) kg body weight and on cases of low immunity and had very good results. According to the field assessment method, the stability of the drug was studied using different temperatures (40, 50, 60)°C and humidity 65%. The results of albendazole were found to be stable and effective for a period of time Its long compared with vitamin E its reduce of activity at a temperature exceeds (40)C° but within the permissible limits of the activity between (90-110) C °.



إنتاج حبيبات بولي اثيلين لتغليف أسلاك الميدان والأسلاك الساقطة

Production of Polyethylene Granules for Sheathing Field and Drop Wires

*يوسف نقد علي ، *علي حسن علي ، *حيدر لعبيبي حنون ، *علي محمد عبد الزهرة ، *محمد ثامر عودة ،

*د فتحي علاوي ، *مطر مسير حبيب ، *نديمة دويج ماضي ، *جبار محسن محمد

بحث مشترك بين :

* شركة أور العامة / الناصرية - العراق

**الشركة العامة للصناعات البتروكيمياوية / البصرة - العراق

urscoe@gmail.com

scpiasrah@yahoo.com

scpip1khor@yahoo.com

الخلاصة

لغرض إنتاج أسلاك الميدان والأسلاك الساقطة (Drop Wire) لتأمين الاتصالات في الميدان لصالح وزارة الدفاع يتطلب توفر أسلاك نحاسية بأقطار محددة تنتج من تحويل قضبان النحاس (copper rod) بعمليات السحب في شركة أور العامة و بالدقة المطلوبة. وفي نفس الوقت يجب ان تتوفر حبيبات بولي اثيلين واطئ الكثافة ملونة بالصبغة السوداء وبنسبة % (2 - 2.5) (carbon black) ليتم عزل هذه المنتجات (تغليفها) لتحتمل الظروف الجوية: من حرارة و حمايتها من التعرض لأشعة الشمس : فوق البنفسجية (ultra violet) التي تسبب التشقق للأغلفة في حالة عدم تحقق النسبة المطلوبة وهذه الحبيبات وبهذه المواصفات غير متوفرة محليا و المتوفر المحلي هو حبيبات بولي اثيلين شفافة، وتوجد مادة الصبغة السوداء محلية، مادة منفصلة وبنسبة اسود الكاربون(10 %) ومن هنا تم التفكير بخلط هذه المواد وبنسب معينة للحصول على حبيبات سوداء تتحقق فيها كافة المواصفات المطلوبة، ومن ضمنها نسبة اسود الكاربون في الخليط وهي : % (2 - 2,5) ومن المعادلة الرياضية والنسب والأوزان المعروفة للخليط مستقاة من الكيمياء التحليلية (النسبة الوزنية للمادة في الخليط) وكما يأتي :

وزن الصبغة المضافة

$$\text{نسبة الكاربون في الخليط} = \frac{\text{وزن الكيس} + \text{وزن الصبغة المراد اضافتها}}{100} \times 100$$

وزن الكيس + وزن الصبغة المراد اضافتها

$$X = \text{نفترض وزن الصبغة}$$

حيث أن وزن الصبغة المضافة = $X \times 10\%$ اسود الكاربون

$$0,1 \times X$$

$$2,5 = \frac{100 \times (0,1 \times X + 25)}{100}$$

$$0,1 \times X + 25$$

$$2,5 \times 10 = (0,1 \times X + 25) \times 10$$

$$X_{0,25} - X_{10} = 62,5$$

$$X_{9,75} = 62,5$$

$$X = 6,41 \text{ كغم من الصبغة المراد إضافتها}$$

وبذلك يكتمل المسلك التكنولوجي بإضافة الكمية أعلاه من الصبغة إلى حبيبات البولي اثيلين الشفافة ومن هذا الخليط تتحقق نسبة الكاربون المطلوبة % (2,5 ± 0,5) أثناء إنتاج القياس على الخط الإنتاجي .

الكلمات المفتاحية : - حبيبات بولي اثيلين | مادة الصبغة السوداء | اسود الكاربون .

©2017 Corporation of Research and Industrial Development. All rights reserved

المقدمة

إن الإمكانية المتوفرة في شركة أور العامة بوجود معمل القابلو الهاتفي و معمل أسلاك الميدان وهذه المعامل ذات قدرة على إنتاج الأسلاك الهاتفية ومنها المنتجين المذكورين :

١ - أسلاك الميدان د / ١٠ القياس (٢ × ٠,٨٧) ملم .

٢- الأسلاك الساقطة (DROP WIRE) (٢×٠,٨) ملم

التي تستخدم فيها حبيبات بولي اثيلين واطي الكثافة ، ويوجد اسود الكاربون في الحبيبات تستخدم هذه الأسلاك في تأمين الاتصالات السلكية في الميدان لصالح وزارة الدفاع . ولإنتاج النوعين من الأسلاك يتطلب توفر مادتي النحاس و البولي اثيلين واطي الكثافة والمتحققه فيها نسبة الكاربون المطلوبة . تشتري هذه المادة من خارج العراق وبالعلة الصعبة ، ونظرا لوجود الشركة العامة للصناعات البتروكيمياوية / البصرة ومن منتجاتها العامة البولي اثيلين ، و لنفاذ المادة من مخازن شركة أور تم التفكير بالاستفادة من منتجات البتروكيمياويات وإيجاد مزيج (خلطة) تحقق نفس المواصفات الفنية من المادة المذكورة . فقد تعاون فريق من شركة أور العامة وفريق من الشركة العامة للصناعات البتروكيمياوية لإيجاد المسلك النظري والحسابي لإيجاد الخلطة المذكورة والحصول على منتج مطابق للمواصفات الفنية المطلوبة في إنتاج الأسلاك الهاتفية المذكورة وبعدها اقتصادية مذكورة في طيات البحث .

$$\text{ونسبة الكاربون المطلوبة} = \% (2,5 - 2)$$

طبق هذا البحث عمليا (لوجود الحاجة الماسة لتلك الحبيبات) لدى شركة العامة لإنتاج أسلاك اتصالات ويعتبر هذا البحث محفزاً للشركة العامة للصناعات البترو كيمياوية لتطوير إنتاجها .

الجزء العملي

قامت الكوادر المتخصصة في شركة أور العامة بالتنسيق مع الشركة العامة للصناعات البتروكيمياوية لإيجاد مادة بديلة عن حبيبات البولي اثيلين السوداء المستوردة ممكن إنتاجها في العراق ، تقي بالغرض المطلوب وبدون الحيود عن المواصفات الفنية المطلوبة لتغليف أسلاك الميدان وضمان استمرارية الإنتاج بدون توقف كانت عملية الانتاج كما يأتي :

أ. اختيرت صبغة سوداء منتجة في الشركة العامة للصناعات البتروكيمياوية وخلطت مع حبيبات بولي اثيلين واطي الكثافة منتجة أيضا في نفس الشركة ، مع إضافة كمية من الصبغة التي حددت كمياتها في العمليات الحسابية لتحقيق نسبة الكاربون في المنتج وبموجب المواصفة الدولية IEC 538 بخلطها مع كمية من حبيبات البولي اثيلين الشفافة .

مواصفات الصبغة السوداء :

- نوع الصبغة السوداء : 464

- تركيز الصبغة السوداء (١٠%) من اسود الكربون

- حبيبات البولي اثيلين نوع (C 436)

- الكمية المضافة من الصبغة = (٨,٣ كغم)

- حبيبات البولي اثيلين الشفافة نوع (C 463)

- كمية الحبيبات الشفافة = (٢٥ كغم)

ب. استخدمت خطة التجربة الأولى في (أ) على ماكينة العزل (MA-60) والماكينة (20D / N3)

في معمل أسلاك الميدان في شركة أور العامة اذ غلف المنتج (٢ × ٠,٨٧) ملم بموجب المواصفة البريطانية (D-10). بعد تنظيم درجات الحرارة الخاصة برأس الماكينة واللولب الحلزوني لثرم الحبيبات وبشكل تدريجي بدأت درجة الحرارة بالارتفاع التدريجي من الحلزون لأربعة مراحل:-

- درجات الحرارة على اللولب = ١٨٠ م - ١٨٥ م - ١٩٠ م - ١٩٥ م ° .

- درجات الحرارة على رأس الماكينة = ٢٠٠ م - ٢١٠ م - ٢٢٠ م - ٢٣٠ م ° .

ج . أعيدت التجربة باستخدام نفس الخطة على ماكينة العزل نوكيا (NOKIA 60-24D) الموجودة في معمل القابلو الهانفي في شركة أور العامة وأنتج القياس (٠,٨×٢) ملم (دروب واير) وبطول (٣ كم) في كلا العمليتين وأضيفت المادة المحسنة للحصول على النعومة واللمعان وكانت نتائج التجريبتين كانت كما يأتي :

أولاً . وجود نعومه في السطح الخارجي مع وجود اللمعان.

ثانياً . نسبة الكربون % (٢,٥ ± ٠,٥) و كما مثبتته في المواصفات المعتمدة وهي مفيدة لإطالة العمر الزمني لسطح العازل الخارجي وتمنع حدوث تشقق بالغلاف الخارجي من جراء تعرضه للأشعة فوق البنفسجية استخدمت ماكينة التغليف (الماليفير) وماكينة العزل (النوكيا) كونهما مكائناً اختصاصية في العزل و التغليف بواسطة البولي اثيلين و تتميز الواحدة عن الأخرى بإنتاجها حجوم مختلفة من القياسات .

الماليفير : الماركة التجارية لماكينة العزل / ألمانية المنشأ

النوكيا : الماركة التجارية لماكينة التغليف / ألمانية المنشأ

الفحوصات المختبرية :-

الأجهزة المستخدمة

أ- جهاز (RCK) لفحص المقاومة الكهربائية R = Resistance ، والسعة الكهربائية C = Capactance و السعة التبادلية k = unbalance capacitance / المنشأ نمساوي.

ب- جهاز فحص قوة الشد والاستطالة T,S / المنشأ نمساوي.

ت- جهاز فحص (melt flow index) مؤشر تدفق المنصهر / المنشأ نمساوي.

ث- جهاز فحص نسبة الكربون (Carbon black) / المنشأ نمساوي.

ز- أداة تحضير النماذج (dumb -bell) / المنشأ نمساوي.

ف - جهاز فحص التوهين (attenuation) / المنشأ نمساوي.

جدول رقم (١) : الفحوصات المختبرية

| ت | نوع الفحص | وحدة القياس | القيمة بموجب المواصفة | القيمة الفعلية | الفرق في المواصفة | المواصفة المعتمدة | النتائج |
|---|------------------|----------------|-----------------------|----------------|-------------------|---------------------------------------|---------|
| ١ | السعة الكهربائية | نانوفاراد / كم | ٤٠٠ | ٣٨ | ٣٦٢ | PT&T العراقية للبريد البرق والهاتف | مطابق |

جدول رقم (٢) : الفحوصات المختبرية

| ت | نوع الفحص | وحدة القياس | القيمة بموجب المواصفة | | الفرق في المواصفة | القيمة الفعلية | المواصفة المعتمدة | النتائج |
|---|----------------------|----------------------------|-----------------------|--------------|-------------------|----------------|-------------------|---------|
| | | | التردد KHZ | قيمة التوهين | | | | |
| ١ | التوهين لسلك الميدان | DB/KM LOOP للزوج | ١ | ١,٠٦٧ | - | ١ | B.S D/10 | مطابق |
| ٢ | | | ٣ | ١,٧٦ | ٠,٢- | ١,٥٦ | | مطابق |
| ٣ | | | ٦ | ٢,٣ | ٠,٣- | ٢ | | مطابق |

ملاحظة : كلما قلت القيمة الفعلية للتوهين عن الحد الأعلى تكون أفضل حيث تؤدي إلى تقليل الضعف في الاتصال بين الأزواج .

جدول رقم (٣) : الفحوصات المختبرية

| ت | اسم الفحص | وحدة القياس | النتائج بموجب المواصفة | النتائج الفعلية | الفرق في المواصفة | المواصفة المعتمدة | النتائج |
|---|------------------------------------------|-------------|------------------------|-----------------|-------------------|-------------------|---------|
| ١ | فحص مؤشر تدفق المنصهر MELT FLOW INDEX | غم/10 دقيقة | ٠,٥ | ٠,٢٣ | ضمن حدود السماح | IEC 538 | مطابق |

جدول رقم (٤) : الفحوصات الميكانيكية

| ت | إسم الفحص | وحدة القياس | القيمة بموجب المواصفة | القيمة الفعلية | الفرق في المواصفة | المواصفة المعتمدة | النتيجة |
|---|------------------------------------------------------------------|--------------------------|-----------------------|----------------|-------------------|-------------------|---------|
| ١ | قوة الشد قبل التعتيق | نيوتن / ملم ^٢ | ١٠ | ١٣ | ٣ | IEC 538 | مطابق |
| ٢ | الاستطالة قبل التعتيق | % | ٣٠٠ | ٩٠٠ | ٦٠٠ | IEC 538 | مطابق |
| ٣ | قوة الشد بعد التعتيق (١٠٠ م ± 2) لمدة ٢٤ ساعة | نيوتن / ملم ^٢ | ١٠ | ١٥ | ٥ | IEC 538 | مطابق |
| ٤ | الاستطالة بعد التعتيق بدرجة (100 م ° ± 2) لمدة ١٠ أيام × ٢٤ ساعة | % | ٣٠٠ | ٩٥٠ | ٦٥٠ | IEC 538 | مطابق |

المناقشة

١- من خلال نتائج تجارب هذا البحث التي تمت توصل إلى إنتاج مقارب للمواصفات العالمية للخليط الذي يتكون من (حبيبات بولي اثيلين شفافة + صبغة سوداء + مادة محسنة) بولي اثيلين واطئ الكثافة وبنسبة كاربون % (٢,٥ ± ٠,٥) الاستيرادية و إن عمل المادة المحسنة هو لإعطاء السطح الخارجي النعومة واللمعان فقط .

٢- وبطريقة الحسابات الكيمياوية الوزنية ، ومن خلال معرفة الأساس العلمي لهذه الأنواع ومن خلال الخبرة الطويلة في التعامل مع هذه الحبيبات من حيث درجة الانصهار والتجانس وباستخدام مكائن العزل وترتيب درجات الحرارة وبشكل تدريجي للحصول على سطح غلاف ذي نعومة جيدة ولمعان وتجانس خالي من العيوب ، وقد تأكد من ذلك مختبريا من خلال الفحوصات الكاملة والبيانات والنتائج المرفقة وشملت كل جوانب المنتج وخاصة تحقيق نسبة الكاربون في المادة الجديدة والتي من خاصيتها امتصاص الأشعة فوق البنفسجية (UV) المسببه للتشقق .

الجدوى الاقتصادية :

سعر ١ طن من حبيبات بولي اثيلين الاستيرادية = ٢٠٠٠٠ دولار / طن = ٢٢٣٢٠٠٠٠ دينار / طن
(سعر ١ طن من بولي اثيلين الشفافة + المادة المحسنة + صبغة الكاربون) المحلي = ١٦٠٥٢٢٠ دينار / طن
وبذلك يكون فرق السعر = ٨٥٠٠٠٠٠ دينار / طن وهذا ربح واضح اذا ما اخذ بنظر الاعتبار كثرة استخدام هذه المادة في العملية الإنتاجية و أن البحث يشجع الصناعة المحلية . علما إن الطن الواحد من الخلطة ينتج ما يقابله من القياسين وكمايلي :

- أ - ١ طن من الخلطة ينتج (٧٧ كم) من القياس (٢ × ٠,٨ ملم) (دروب واير) .
ب - ١ طن من الخلطة ينتج (153 كم) من القياس (٢ × ٠,٨٧ ملم) سلك ميدان .

الاستنتاجات

من خلال جداول الفحوصات رقم (٤،٣،٢،١) ظهرت القيم الفعلية بدرجات أعلى من القيم المعتمدة في المواصفة وهذا واضح في حقل الفرق في المواصفة والنتائج تدل على نجاح و جودة المنتج .

التوصيات

إستخدام المادة بالعمليات الإنتاجية وبشكل واسع هذه الشركة وبشكل عام في القطاع الخاص الذي لديه المصانع المشابه بالقيام.

المصادر

١- المواصفة العالمية IEC538 ، مواصفة البريد والبرق والهاتف PT & T ، المواصفة البريطانية B. S D/10

٢- المعرفة الفنية الألمانية للشركة المؤسسة للمصنع

KNOW-HOW DECUMENTION

ESTEL HOCSCH

PART TESTING (HOCSCH 206)

HOCSCH COMPANY 1977

٣- (تكنولوجيا وكيمياء البوليمرات) للدكتور كوركيس عبد آل ادم جامعة البصرة ١٩٨٣ .

Production of Polyethylene Granules for Sheathing Field and Drop Wires

Abstract

For the purpose of producing drop wire and field wires to secure communication in the field to the ministry of defence requires the copper wire with specific diameters and accuracy required by copper rod withdrawals produced in UR general company. At the same time ,polyetheline low density granules should be available and colored black in the rate (2 -2.5) % and these products should be insulated (sheathing) to bear the weather conditions for heat and it is protucted from exposure to ultra violet rays which cause cracking of the envelopes in case of non_achieved the required percentage and these granules and these specification are not available locally and the local availability is transparent polyetheline granules, and there is a local black dye, a separate substance and a percentage of carbon black (10 %) hence came the thought to mixing these materials with suitable pefcentages to obtain black granules in which all the required specifications are met. Including the percentage of carbon black in the mixture had been checked.

Keywords : - Polyatheline granules | Local black dye | Carbon black .



ISSN 2226-0722
Journal of Iraqi Industrial Research



تقليل نسبة الزيوت والشحوم والمحتوى العضوي في المياه الصناعية باستخدام المخثرات
Reduction of Oil & Grease and organic content in waste water by coagulants.

اسيل ظامي عبد الجبار ، د.وليد محمد عبود ، ياسين جمعة، عامر جهاد ابراهيم

*مركز بحوث الطاقة المتجددة والبيئة - ٢٠١٣

العراق - بغداد

solarenergyiraq@gmail.com

الخلاصة:

إعتمد البحث على تطبيق عمليتي التلييد والترويب (Flocculation & Coagulation) وذلك باستخدام عدة انواع من الملبدات للتقليل من تركيز الزيوت والشحوم والمحتوى العضوي (COD) للمياه الصناعية التي جلبت من الشركة العامة لصناعة الزيوت النباتية /مصنع الرشيد للصابون وذلك قبل دخول المياه الى وحدة المعالجة لضمان الحصول على مياه تكون فيها قيمة الزيوت والشحوم والمحتوي العضوي (COD) ضمن الحدود المسموح بها لرميها الى النهر حيث تصل النسبة (COD) المسموح بها إلى اقل من 100 ppm وتصل النسبة للزيوت والشحوم المسموح بها الى اقل من 10ppm وذلك حسب المحددات البيئية لقانون حماية وتحسين الانهار وهذا يحدد الجرعة المناسبة للمخثر بالاعتماد على الوزن المناسب للمخثر (1.25g) لكل 500مليتر من المحلول وكذلك اختيار افضل ملبد اذا لوحظ ان مادة الشب وكذلك كلوريد الحديدوز هما افضل مرسيين مقارنة بكبريتات الحديدوز ، لذلك وصلت نسبة إزالة COD وعلى التوالي (92%، 94%، 72%) ونسبة الإزالة للزيوت والشحوم على التوالي (98%، 94%، 71.6%) وهذا بعد دراسة تأثير قيمة الدالة الحامضية حيث أعتمد على PH =8 كأفضل دالة حامضية .وبعد تثبيت الظروف المثالية صنعت منظومة ريادية مبسطة لعملية المعالجة مع تثبيت سرعة جريان مناسبة للسائل اذ وصلت نسبة الإزالة في حالة استخدام المنظومة لا COD (91.6%) ونسبة الإزالة للزيوت والشحوم (87.8%) هذا في حالة استخدام الشب كملبد ، اما في استخدام كلوريد الحديدوز كملبد فكانت نسب الإزالة للمحتوى العضوي وللزيوت والشحوم (92.7% ، 92.3%) على التوالي .

الكلمات المفتاحية : ماء صناعي زيتي ، تلييد وترويب ، كلوريد الحديدوز ، الشب ،كبريتات الحديدو

©2017 Commission of Research and Industrial Development. All rights reserved.

المقدمة :

تتظر الصناعة إلى معالجة مياه صرف المصانع على أنها ضرورة ملحة، خاصة عندما تؤثر على مجارى المياه المستقبلية لها بشكل واضح ، و من غير الطبيعي ان تلقي الشركات الصناعية مخلفاتها الصناعية السائلة مباشرة الى المجاري العمومية لذلك فإنه من الضروري ألا تسمح السلطات الرقابية بصرف اي مياه صرف

صناعية على الشبكات العمومية قبل معرفة خصائص هذه المياه ومدى قدرة شبكة الصرف على استيعابها فضلا عن معرفة تأثير ومدى خطورة صرف المركبات المختلفة الموجودة في هذه المياه على شبكات الصرف الصحي . ويجب على الصناعة أن تحاول القيام بمعالجة مياه الصرف بأقل كلفة والتي تصل بها إلى الحدود المناسبة للصرف على المياه المستقبلية لها والتي يمكن تحديدها من خلال الدراسة والبحث والتجارب الاستكشافية. ومن مواصفات مياه الصرف الصناعي هي احتوائه على ملوثات ذات خصائص فيزيائية وكيميائية [1]. من هذه الملوثات هي: الزيوت والشحوم و تعتبر الدهون من أكثر المواد العضوية ثباتا كونها لا تتحلل بسهولة بفعل البكتيريا. يصل الكيروسين وزيوت التشحيم إلى الصرف عن طريق الورش (الكرجات) و كذلك الكلسيرين وزيوت المخلفات الحيوانية والنباتية التي تطفو على سطح مياه الصرف ويتبقى جزء ضئيل منها بصورة مواد راسبية تتجمع مع الحماة. هذا وتسبب الزيوت المعدنية مشاكل في الصيانة نتيجة لتغطيتها للأسطح. وإذا لم تزل الشحوم قبل صرف المياه إلى البيئة الخارجية : فإنها قد تؤثر عكسيا على الحياة البيولوجية في المياه السطحية مسببة طبقة من المواد الطافية غير المرئية. وتعتبر الزيوت والشحوم مادة اختبار لتحديد مكونات المواد الهيدروكربونية الموجودة بمياه الصرف الصناعي.[2] وهذه الاختبارات تتضمن شحوم وزيوت حرة و شحوم وزيوت مستحلبة. وباستخدام هذه الاختبارات تحدد طبيعة المعالجة المطلوبة. تزال الزيوت والشحوم الحرة بالطفو أو الكشط باستخدام جهاز فصل الزيوت بالجاذبية في حين تزال الزيوت المستحلبة باستخدام نظام الهواء الذائب الطافي بعد التكسير الكيميائي لها. إن درجة تحيد المعالجات تجري وفق أهداف المعالجة للمشروع ومراجعة جميع القوانين واللوائح المعنية وأخيرا مقارنة خصائص مياه الصرف مع متطلبات القوانين.

الجزء العملي :

أخذ النموذج من الشركة العامة لصناعة الزيوت النباتية / قسم الصابون من الخزان الحاوي على مخلفات الصابون بعد اكتمال عملية الصبونة و طاقة الخزن له 88,64 طن وارتفاع الخزان 490 سم والنموذج عبارة عن كتل صابونية ومخلفات نازلة الى الاسفل مع كمية الدهن غير قابل للصبونة ، ترك النموذج لمدة زمنية كافية للفصل قشطت الطبقة غير الذائبة ، رشح المتبقي من السائل لإجراء التجارب عليه ، اذ اخذ 8 لتر من النموذج وأجريت الفحوصات الأولية التالية :

١- قياس الدالة الحامضية (PH) = 12.9

٢- قياس نسبة COD = 17200 ppm

٣- قياس نسبة الزيوت والشحوم = 3525 ppm

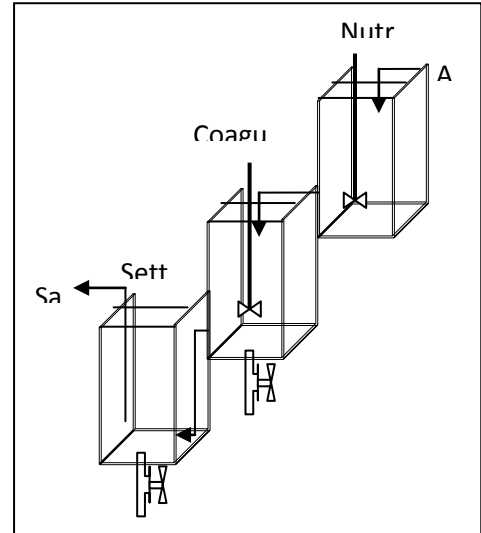
استخدمت ثلاثة انواع من المخثرات وهي : (الشب ،كلوريد الحديدوز ،وكبريتات الحديدوز) بأوزان مختلفة (بعده تجارب) لاختيار الوزن الأمثل للمخثر للتقليل من نسبة COD العالية ونسبة الزيوت والشحوم في المياه الخارجة من وحدة الصابون للدخول بوحدة المعالجة وينسب محتوى عضوي قليلة لكي تكون ضمن الحدود المسموح بها لرميها الى النهر. وإن آلية العمل في التجارب تعتمد على اجراء تجربة الوجدية وتجربة المنظومة الريادية .

تجربة المنظومة الريادية:

من خلال تحديد الجرع الأفضل والدالة الحامضية الانسب صممت منظومة ريادية تتألف من خزائين البلاستيك نوع (زجاج بلاستيكي يسمى per speck مصنوع من مادة البولي أميد) سعة 10 لتر وسعة 15 لتر وخزان ثالث من الزجاج الشفاف سعة 9 لتر .

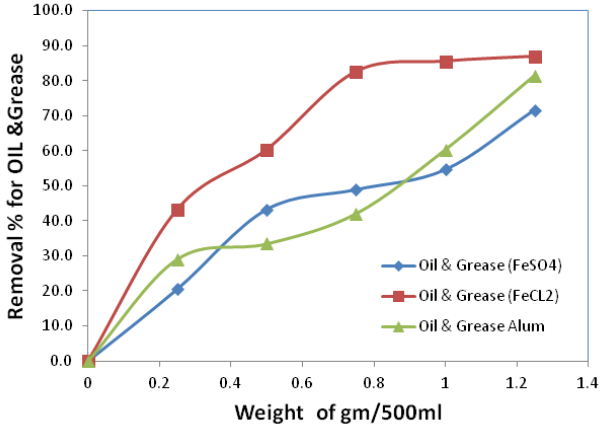
وضع 8 لتر من المياه الصناعية في الخزان الاول (المعادلة) تعادل حامضية النموذج للحصول على الدالة الحامضية الانسب المستخدمة من خلال اضافة حامض الهيدروكلورك تركيز 37% وكانت الدالة الحامضية للنموذج =12.9 والقيمة المثالية التي

أعتمدت هي (PH=8) و حصل على افضل قيمة ازالة للمحتوى العضوي ولقيمة الزيوت والشحوم ، والعملية تمت من خلال الخلط المستمر ومراقبة متحسس الدالة الحامضية نقل النموذج الى الخزان الثاني (Coagulant addition) لأضافة المخثر المختار (مادة الشب ، كلوريد الحديدوز) (على اساس الجرعة الافضل) (2.5 g/lتر) في حالة الخزان تكون بكمية (20g لكل 8لتر) مع الخلط المستمر ، ينقل الى الخزان الثالث (Settling) و بمعدل جريان 2لتر / ساعة لضمان للحصول على وقت استبقاء تركيد الرواسب و على حالة جريان انسيابي (غير مضطرب) . كانت النمذجة كل نصف ساعة لاجراء الفحوصات وملاحظة التغير في قيم . COD وقيم الزيوت والشحوم والعملية كانت بصيغه وجبة .

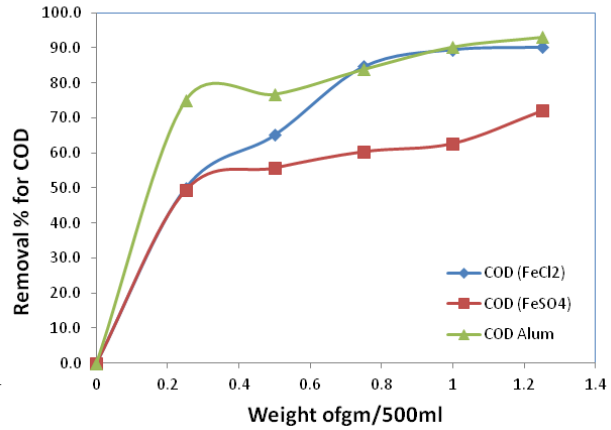


النتائج الاستنتاجات :

١- ان زيادة كمية المرسب وضحت ارتفاع في نسبة الازالة COD ونسبة إزالة الزيوت والشحوم وذلك كون هذه الجرع وفرت عوامل ترسيب جيدة تقلل من تناثر قوى (Zeta) مع الأخذ بنظر الأعتبار عدم الزيادة في حالة الازالة الطفيفة [3] . لقد تبين ان احسن وزن مضاف هو 1.25g اذ وصلت نسبة الإزالة لقيمة COD (93%) ونسبة إزالة الزيوت والشحوم الى (86.8%) على التوالي كما في الشكلين رقم (1,2).

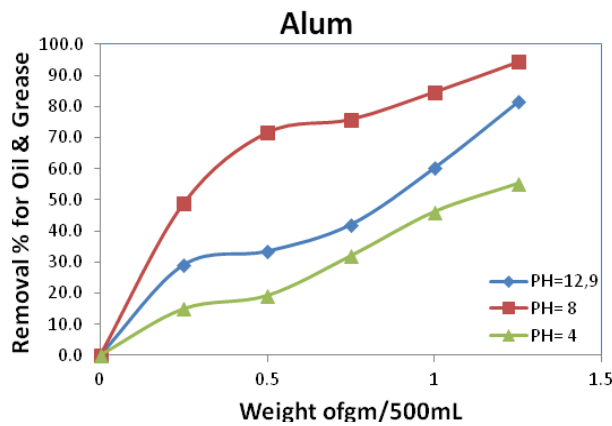


شكل رقم (2) يبين تغير نسب إزالة الزيوت والشحوم بتغير وزن المادة المروية المضافة.



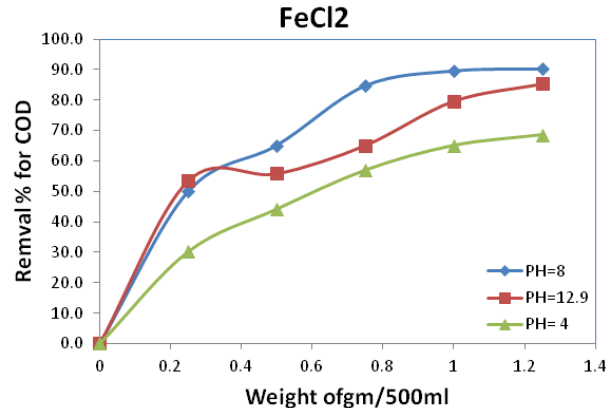
شكل رقم (1) يبين تغير قيم الـ COD مع تغير وزن المادة المروية المضافة.

٢- أستخدم ثلاثة انواع من المخثرات ($Alum$, $FeSO_4$, $FeCL_2$) إذ اعطت نسبة ازالة COD (90%) على التوالي و يستنتج ان استخدام مادة الشب كمخثر اعطى نسب ازالة جيدة وخصوصا لقيمة الـ COD وكذلك كلوريد الحديدوز اعطى ايضا نسب ازالة جيدة لقيمة الزيوت والشحوم مقارنة بالمخثرات الاخرى ، وفضلا عن ان مادة الشب مفضلة اقتصاديا كما في الشكل رقم (3) .



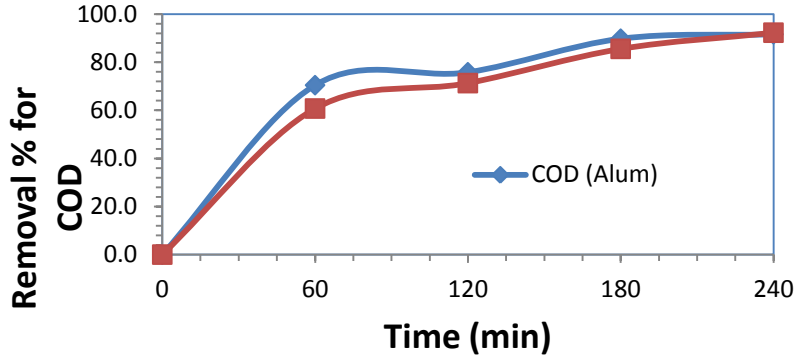
شكل رقم (3) يبين تغير قيم نسبة الازالة للزيوت والشحوم بتغير قيم PH وباستخدام مرويات مختلفة.

٣- لوحظ أن انخفاض في قيمة الدالة الحامضية ويصل الى قيمة متعادلة و اعطى نتائج جيدة في ازالة تركيز المحتوى العضوي وتركيز الزيوت والشحوم لكلا المرسيين (الشب،كلوريد الحديدوز) واختيارهما في المنظومة الريادية إذ اعتمدت قيم الدرجات الحامضية (PH=12.9,PH=8 ,PH=4) وتوصل الى أن (PH=8) هي القيمة المثالية المعتمدة في التجارب. و وصلت نسبة إزالة لـ COD (94%) بالنسبة للشب وبالنسبة لكلوريد الحديد (90%) أما نسبة إزالة الزيوت والشحوم فكانت على التوالي بالنسبة للشب (90.6) وبما يخص نسبة إزالة كلوريد الحديد كانت(94.4%) كما في الشكل رقم (4) وذلك لأن الحامضية العالية للمحلول تؤدي الى اذابة تكتلات الكتل الدهنية في الماء مكونا مائعا وبذلك تصعب عملية الترسيب حيث لا تتوفر فرص تصادم بين الحبيبات الدهنية والمخثر [4].



شكل رقم (4) يبين تغير قيم نسب الإزالة لـ COD بتغير قيم PH وبأستخدام مروبات مختلفة.

٤- نلاحظ ان نسبة إزالة . COD ونسبة إزالة الزيوت والشحوم كانت متقاربة بالنسبة للمرسيين (الشب ،كلوريد الحديدوز) لذلك تم اعتمادهما في التجربة الريادية إذ نلاحظ انه كلما ازداد الوقت لتركيز ازدادت نسبة الإزالة نسبة COD في حالة استخدام الشب (91.6%) وفي حالة كلوريد الحديد كانت النسبة (92.3%) اما بالنسبة للإزالة للزيوت والشحوم فقد كانت على التوالي (87.8%) بالنسبة للشب و(92.7%) بالنسبة لكلوريد الحديدوز وهذا يدل على ان الرواسب تحتاج وقت لا يقل عن ساعتين لضمان إزالة لا تقل عن 50% اي بمعنى انه كلما زاد الوقت كانت نسب الإزالة افضل مع مراعاة ان النسب تغيرت بعض الشيء وذلك بسبب ان تراكيز المحتوى العضوي و الزيوت والشحوم تتغير من يوم لآخر ومن وجبة لأخرى وهذا بالتالي يؤثر على نسب الإزالة كما في الشكل (٥).



شكل بياني رقم (5) يمثل تغير قيم الـ COD بتغير الزمن وبأستخدام 1.25g من مادتي $Alum$ و $FeCl_2$

المصادر

[1] د. الهاشمي ، محمد علي- عمران ، عصام عيسى ،(محطات معالجة الصرف الصناعي) ،وزارة التعليم العالي -هيئة المعاهد الفنية ، ١٩٨٦.

[2] عبد الماجد ، د.عصام محمد - (الهندسة البيئية) -جامعة السلطان قابوس ، ١٩٩٠.

[3] Hodgson ,A.T.S.J.B.Duff.(Effect of tertiary coagulation and flocculation technologies) Proceedinge of Enviromental Conference and Exhibit, book 1,307-313.Atlanta.1997.

[4] Liu,J.C. and C.S . Lien .(Pretreatment of bakery wastewater by coagulation flocculation and dissolved air floatation) by water science and technology 43(8) :131-137. 2001.

Reduction of Oil & Grease and organic content in waste water by coagulants

Abstract:

Coagulation and Flocculation process was applied in this study by using three different coagulants (Alum , FeSO₄ and Fe Cl) for reducing the organic content as chemical oxygen demand COD and Oil & grease O&G in industrial waste water which was obtained from the state company of vegetation oil industry / soap factory in order to reduce pollutant concentration to match with standards values (100 and 10) ppm for COD and O&G. Jar test experiment were carried out to determine the best value of coagulants dosage and pH which were (1.25 g and 8) respectively. The results show the maximum removal of COD (92% ,94%) and O&G (98% ,94%) by Alum and FeCl₃ respectively. For pilot plant was arranged to (liter) of industrial waste water at best conditions which were obtained by batch tests (coagulant type , pH, and Coagulant dosage)where the COD and O&G removal were (91.6% and 87.8%) by Alum while ((92.7% and 92.3) by ferrous chloride .

Key Word: Oily waste water, coagulation, aluminum sulfate, ferrous sulfate, ferric chloride.



معالجة رقائق السليكون مختلفة الانواع ببلازما التفريغ المتوهج بظرف تشغيلي محدد

سعد عبد الواحد طعمة^١، كريمة علي كاظم^٢، محمد شريف عبد المنعم^١، نور علي ناصر^١، صبا فرحان ناصر^١ منذر عبد الرحمن

^١مركز بحوث الطاقة والبيئة- هيئة البحث والتطوير الصناعي- وزارة الصناعة والمعادن- بغداد- العراق

^٢هيئة البحث والتطوير الصناعي- وزارة الصناعة والمعادن- بغداد- العراق

E. mail: solarenergy_iraq@yahoo.com

الخلاصة

في هذا البحث وظفت منظومة توليد بلازما التفريغ المتوهج ذو التيار المستمر (المصنعة وطنياً) لمعالجة سطوح رقائق السليكون نوع (p,n) ببلازما غاز الاركون بظرف تشغيلي محدد (فولتية، تيار) بلازما ضغط الغاز التشغيلي للبلازما. اجريت عملية ازالة الجسيمات الممتصة (Absorbed) والمدمصة (Desorbed) في حجرة البلازما عبر توليد بلازما غاز النايتروجين استخدم غاز (Ar,N₂) كل على حده لتوليد البلازما والحصول على منحنيات (كثافة تيار- فولتية تفريغ) الخاص بتوصيف المنظومة. عولجت رقائق السليكون بعد تغطيتها بقناع معدني ذي شكل هندسي مطابق للخلايا الشمسية ببلازما غاز Ar .

الكلمات المفتاحية: فيزياء البلازما، هندسة وتحويل السطوح بالبلازما، الحفر بالبلازما.

©2017 Commission of Research and Industrial Development. All rights reserved.

المقدمة

تعرف البلازما بأنها غاز متأين جزئياً أو كلياً، وتحوي على الكترونات، أيونات، متعادلات، وجذور حرة. بلازما التفريغ المتوهج ذات التيار المستمر ذات درجة تاين واطئة (10^{-5} - 10^{-4}) بحاله اللاتوازن، درجة حرارة الالكترتون (T_e) أكبر من درجة حرارة جزيئات الغاز (1-10) eV . معالجة السطوح تتم عند منطقة التفريغ المتوهج فوق الطبيعي (Abnormal glow discharge region). وظفت هذه المنطقة لاجراء بحوث علمية - تطبيقية صناعيا في مجالات هندسة وتحويل السطوح، الحفر بالبلازما، تقسية سطوح المعادن والسبائك المعدنية، ترسيب الاغشية الرقيقة ومجالات اخرى [1-9].

في هذا البحث وظفت منظومة البلازما المصنعة محليا وفق اعتبارات تصميمية وتصنيعية [10-13] لمعالجة سطوح عينات رقائق السليكون نوع (p , n) ببلازما التفريغ المتوهج ذي التيار المستمر لغاز Ar عند شروط تشغيلية محددة.

الجانب العملي

اجريت عملية معالجة سطوح رقائق السليكون المختلفة باستخدام منظومة بلازما التفريغ المتوهج المهبطية ذات التيار المستمر شكل رقم (١) . المنظومة تتكون من حجرة توليد البلازما، مجهز قدرة تيار مستمر (0.5A ، 8 kV) .

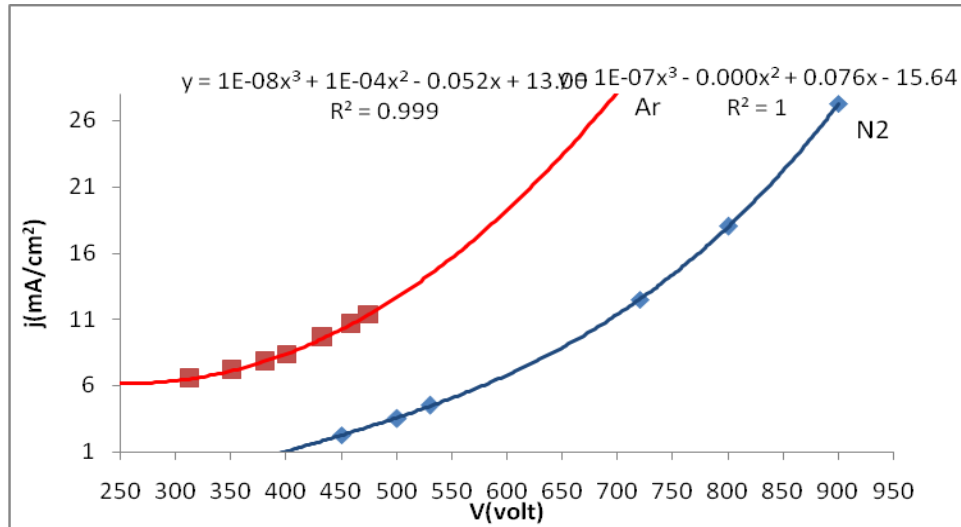
ووحدة محدد تيار (current limiter unit). وصلت حجرة توليد البلازما الى مضخة تفريغ دوارة نوع (Balzers)، متحسس ضغط نوع (Edward 1101)

مقياس فولتية رقمي نوع (Digital multimeter DT 9208A) ومقياس تيار رقمي نوع (Dual display multimeter MT 8145)، غاز (Ar ,N₂) وصلت بالمنظومة عبر منظمي غاز ذو مرحلتين (gas regulator) وصمام ابري (Needle valve). فرغت حجرة البلازما لضغط اساس مقداره (8.4×10^{-3})mbar. ولدت بلازما غاز (N₂) عند ضغط تشغيلي (3.4×10^{-2}) mbar ولمدة (45)min لاجراء عمليه ازالة التلوث من الحجرة (chamber decontamination). أعيد توليد البلازما لغازي (N₂) و (Ar) لاستخلاص المنحنيات التمييزية للبلازما الشكل رقم(2). ووضعت شريحة سيليكون نوع (n) وغطيت بقناع (mask) ذي شكل هندسي مثل خلية شمسية لغرض معالجتها بالبلازما عند ضغط غاز (Ar) تشغيلي مقداره (3.4×10^{-2}) mbar. فولتية (500) volt وكثافة تيارية مقدارها (10.9) mA/ cm²) وبزمن معالجة مقداره (45)min. عولجت شريحة سيليكون نوع (P) بالبلازما عند شروط تشغيليه، ضغط غاز (Ar) تشغيلي (8.5×10^{-3}) mbar، فولتية (435) volt) وكثافته تيارية (14.09) mA/ cm²) وبزمن معالجة (45) min. فحصت سطوح العينات المعالجة باستخدام جهاز سطوح نوع (Nikon eclipse ME 600) الشكل رقم (٣) يبين سطح شريحة سيليكون غير معالجة بالبلازما، الاشكال رقم (٤) و(٥) يمثل صورة لسطوح رقائق السيليكون نوع (p.n) المعالجة بالبلازما على التوالي.

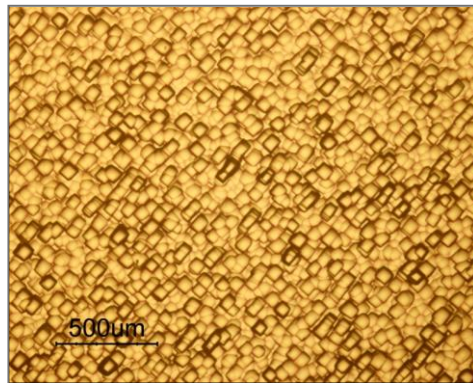
* ٢- corresponding author



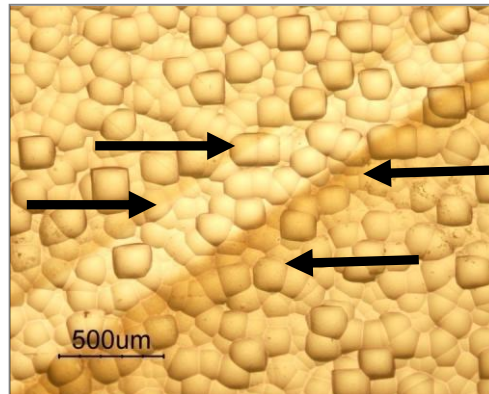
الشكل رقم (١) : صورة منظومة البلازما



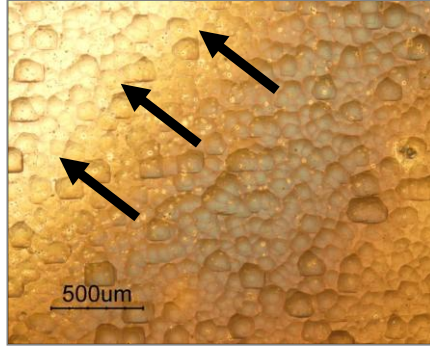
الشكل رقم (٢): يمثل المنحنيين التوصيفيين لبلازما غاز النايتروجين والاركون (J-V).



الشكل رقم (٣) : صورة مجهرية لشريحة سيليكون نوع (P)



الشكل رقم (٤) : يمثل صورة مجهرية لسطح شريحة سيليكون نوع (n) عولجت ببلازما غاز الاركون



الشكل رقم (٥) : يمثل صورة مجهرية لسطح شريحة سليكون نوع (p) عولجت ببلازما غاز الاركون.

النتائج، المناقشة

الشكل رقم (٣) يمثل المنحنيين التوصيفيين لبلازما غاز النايتروجين وغاز الاركون. لوحظ ان تغير الكثافة التيارية مع فولتية التفريغ ليست علاقة خطية (Non- linear) وهي تتطابق بشكل كبير جداً مع قانون جايلد الذي يشير الى ان التناسب بين الكثافة التيارية وفولتية التفريغ علاقة لاخطية [15,14].

الفحص المجهرى لسطح شريحة السليكون نوع (n) عكس تاثير المعالجة السطحية وذلك بالحصول على شكل اخايدد القناع على الشريحة (fine – line pattern transfer). شكل رقم (٤) أظهر تاثير المعالجة بالبلازما بشكل أكبر مما هو عليه بالنسبة لسطح عينة السليكون نوع (P) الشكل رقم (٥) اذ ان اللون الغامق يشير الى عدم تعرض جزء الشريحة للمعالجة بالبلازما والجزء الاخر اجريت عليه عملية المعالجة، وهذا بسبب اختلاف الخواص الكهربائية للشريحتين.

الاستنتاجات

يمكن توليد بلازما التفريغ المتوهج عند منطقة فوق الطبيعي وهي منطقة إجراء عمليات البلازما (plasma processing) إذ أن معدل الحفر الفيزيائي لأيونات الأركون الحفر التريديزي (Sputter –Etching) كان أكبر بالنسبة للشريحة نوع (n).

شكر وتقدير

يشكر الباحثون مركز بحوث الطاقة والبيئة- هيئة البحث والتطوير الصناعي لتعاونهم في انجاز هذا البحث.

المصادر:

- 1- D.M.Mottox, Japan. J. Appl.Phys.2.1(1974).
- 2- S.Verprek and Venugoplan, “ Plasma Chemistry” Berline, Heidelberg New York (1980).
- 3- K.H.Schoenbach et .al,J. A.P.P.67,1,15(1990).
- 4- G.Poletti,et.al. Applied Surface Science 219(2003).
- 5- Liging Yan et.al, Applied Surface Science 255 (2009).
- 6- Lia Lia,”U s7470625 December 30, (2008).
- 7- D.M.Manson and D.L.Flamm,”Plasma Etching an Introduction “ New Jersey,(1989)
- 8- Russ A.Morgon “Plasma Etching in Semi – Conductor Fabrication.Elgvier (1985).
- 9- H.O.Blom, C.Nender and S.Berg Vaccum, vol.33,No.8 – 10 (1988).
- 10- عبد الرحمن منذر، د. عامر عباس ابراهيم مجلة كلية التربية- الجامعة المستنصرية، مجلد ١، عدد ٣، ١٩٩٩م.
- 11- Ibrahim M.A.R.et.al. Iraq Atomic Energy Commission vol.(2) NO.(2), (2000)
- 12- B.Chapman “Glow discharge Processes” John Willey and Son, New York(1980).
- 13- F.F Chen,”Plasma Physics and controlee Fusion,1 Plenum Press, New York (1985).
- 14- B.Chapman “Glow discharge Processes” John Willey and Son, New York(1980).
- 15- F.F Chen,”Plasma Physics and controlee Fusion,1 Plenum Press, New York 1985.

Treatment of Different Types of Silicon Wafers Surface Using d.c. Glow Discharge Plasma at certain operational condition

Abstract

The recent work was carried- out using a home- built lab.scale d.c. cathodic glow discharge plasma system.

The ultimate objective of this research was to etch different (N and p) silicon type surfaces using plasma etching, which is used widely in microelectronic integrated circuit.

To achieve the plasma processes properly a firstly the plasma reactor was abey to decontamination by generating N_2 glow discharge plasma to pump- out the absorbed and desorbed chamber particles. Secondly, N_2 and Ar glow discharge plasma were generated to obtain (J-V) characteristic curves. Finally the plasma etching of N and P types of silicon wafers surface were done using Ar gas glow discharge plasma to obtained trench geometry identical with mask trench geometry.



Achieving Better Performance of Pressure Vessel Using Composite Material

Allawi H. Alwan

*Ministry of Industry and Minerals, AL-Furat State Company for Chemical Industries and pesticides
Babelon - Iraq
Tuqa1990@rocketmail.com*

Abstract

The studies on carbon fiber/epoxy composites have been increased in order to enhance lightweight and bearing high pressure for pressures vessels. In this research, two type of fiber were chosen carbon fiber and glass fiber with epoxy region to fabricate a pressure vessel using technique of hand layup, the fabrication involves fabricate circular tubes of one height and different thickness (2L, 4L, 6L). The test was done on the pipes by controlling pressure between the jaws, until getting the point of failure. Microsoft Office Excel was employed to compare between results of specimens and specify the best design.

Keywords: |Composite materials | pressure vessel | circular tubes | Glass fiber|carbon Fibers|

©2017 Corporation of Research and Industrial Development. All rights reserved.

Introduction

A pressure vessel is a closed container designed to hold gases or liquids at a pressure substantially different from the ambient pressure. Pressure vessels are used in a variety of applications in both industry and the private sector. They appear in these sectors as industrial compressed air receivers and domestic hot water storage tanks. Other examples of pressure vessels are: diving cylinder, recompression chamber, distillation towers, autoclaves and many other vessels in mining or oil refineries and petrochemical plants, nuclear reactor vessel, habitat of a space ship, habitat of a submarine, pneumatic reservoir, hydraulic reservoir under pressure, rail vehicle airbrake reservoir, road vehicle airbrake reservoir and storage vessels for liquefied gases. Pressure vessels are leak proof containers. They may be of any shape and range from beverage bottles to the sophisticated ones encountered in engineering construction, high of temperature, and severity of functional performance requirements pose exacting design problems. New concepts in design and new materials available for construction are challenging the ingenuity of engineers. And the resulting complexity of problems arising from every area affects both safety and cost and conception effectiveness (John, 1999).

The ever-increasing use of vessel for storage, industrial processing, and the power generation under unusual conditions of pressure, temperature, and environment has given special emphasis to analytical and experimental methods for determining their operating stresses (John, 1999).

Composite vessels made of fiber-reinforced plastics have many potential advantages over vessels, pipes made from conventional material, such as high specific stiffness and strength, good corrosion resistance and thermal insulation. With the development of manufacturing technology to produce multi-layered composite vessels, there has been a grow in interest in the application of the multilayered filament wound fiber-reinforced cylindrical composite structures. Figure 1 shows one type of pressure vessel.



Figure 1: pressure vessel

Problem statement

After investigated from several problems happened in pressure vessels and the materials selection in pressure vessel fabrication, the glass fiber/epoxy composite, the carbon fiber/epoxy composite have been selected instead of the common material used in pressure vessels fabrication, composite pressure vessels specimens in various thicknesses will fabricate and test by subject to internal pressure load until failure to make a comparison in several parameter.

Objectives

In the present research the main target is to find out which material in the pressure vessel design is the best in order that this design can be used in different applications as a storage device. From this design we will get lower weight for the pressure vessels structure which will decrease the energy required to do work if it use in transportation sector. To achieve this target we need to reach the following three objectives:

- i. To study the performance of glass fiber/epoxy composite structure under internal pressure loading.
- ii. To study the performance of carbon fiber/epoxy composite structure under internal pressure loading.
- iii. To investigate the failure mechanism of composite cylinders under internal pressure.

Methodology

Three steps have been implemented to carry out this study:-

- 1) Preparation of mandrels.
- 2) Specimen's fabrication process.
- 3) Experimental tests procedure.

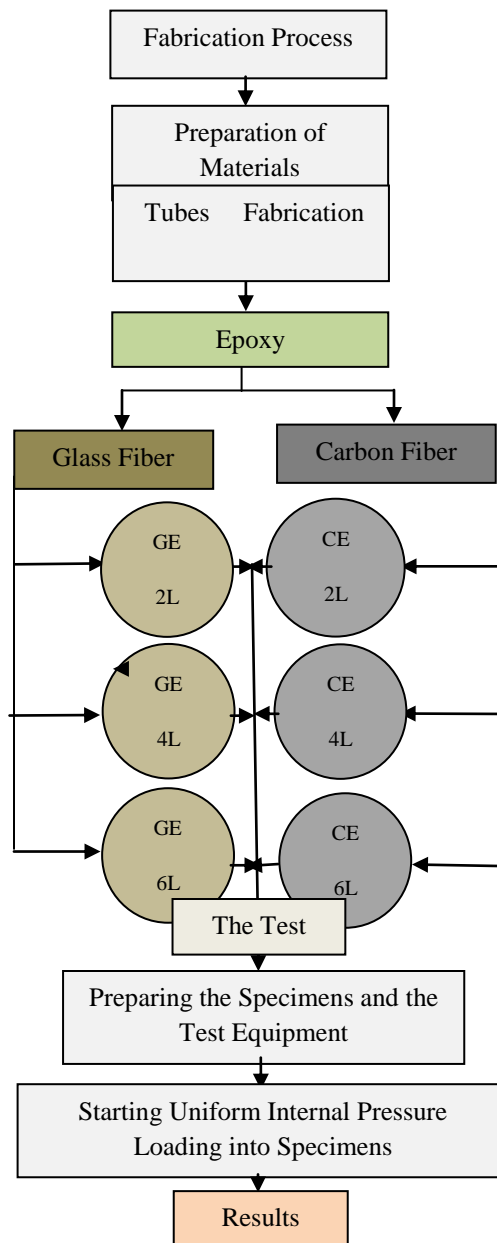


Figure 2: Flowchart showing the experimental work.

Fabrication & testin

Preparation of Materials

Glass Fiber

Glass fiber is an inorganic, synthetic, multifilament material. Glass fibers are the most common of all reinforcing fibers for polymeric (plastic) matrix composites. Glass fiber composites are strong, low in cost, nonflammable, nonconductive (electrically) and corrosion-resistant (Mel, 1997). Glass fiber is made by melting the raw materials in a high-temperature furnace and then drawing the molten material into filaments. It is a capital-intensive process. There are two main categories of glass fiber: E-glass and high strength-glass. High-strength glass can be further subdivided into the following categories: S-glass, S-2 Glass and S-2 hollow glass fiber (Mel, 1997). Table 1 (Hyer, 1998) shows the properties of common glass fiber. Figure 3 shows the woven roving glass fiber.



Figure 3: Typical Picture of Glass Fibe

Table 1: Properties of Common Glass Fiber(Hyer, 1998).

| Properties | Glass type | | |
|---------------------------------------------------------------------|------------|---------|---------|
| | E-glass | C-glass | S-glass |
| Diameter(μm) | 8-14 | — | 10 |
| Density (Kg/m^3) | 2540 | 2490 | 2490 |
| Tensile Modulus (GPa) | 72.4 | 68.9 | 85.5 |
| Tensile Strength (MPa) | 3450 | 3160 | 4590 |
| Elongation (%) | 1.8-3.2 | 4.8 | 5.7 |
| Thermal Expansion Coefficient ($\times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$) | 5.0 | 7.2 | 5.6 |
| Thermal Conductivity ($\text{W/m}^{\circ}\text{C}$) | 1.3 | — | — |
| Specific Heat ($\text{J/kg}^{\circ}\text{K}$) | 840 | 780 | 940 |

Carbon Fiber

Carbon fibers are commercially available with a variety of tensile modulus ranging from (207 GPa) on the low side to (1035 GPa) on the high side. In general, the low modulus carbon fibers have lower specific gravities, lower cost, higher tensile and compressive strength and higher tensile strains to failure than the higher-modulus carbon fibers. Among the advantages of the carbon fibers are their exceptionally high tensile strength-to-weight ratios, very low (CTE) coefficient of thermal expansion (which provides dimensional stability in such applications as space antennas) and high fatigue strengths. Structurally, carbon fibers contain a blend of amorphous carbon and graphitic carbon. Their high tensile modulus results from the graphitic form in which carbon atoms are arranged in crystallographic ally parallel planes of regular hexagons (Mel, 1997). Table 2 (Hyer, 1998) shows the properties of carbon-based fibers.

Table 2: Properties of Carbon – Based Fibers(Hyer, 1998)

| Properties | Intermediate Modulus | High Modulus | Ultra high modulus |
|--------------------------------------------------------|-------------------------|-----------------|-----------------------|
| Diameter(μm) | 8-9 | 7-10 | 7-10 |
| Density (Kg/m^3) | 1780-1820 | 1670-1900 | 1860 |
| Tensile Modulus (GPa) | 228-276 | 331-400 | 517 |
| Tensile strength (MPa) | 2410-2930 | 2070-2900 | 1720 |
| Elongation (%) | 1.0 | 0.5 | 0.3-0.4 |
| Thermal Conductivity ($\text{W/m}^\circ\text{C}$) | 20 | 70-105 | 140 |
| Specific heat ($\text{J/kg}^\circ\text{K}$) | 950 | 925 | — |

Epoxy Resin (Matrix)

Epoxy resins are used with a number of fibrous reinforcing materials, including glass ,carbon and aramid Epoxies are compatible with most composite manufacturing processes, particularly vacuum-bag molding, autoclave molding, pressure-bag molding, compression molding, filament winding and hand lay-up (American Composite Manufacturing association, 2004).Epoxy resin is chosen because it has higher values of fracture toughness than polyester and vinyl esters, which may result in superior fatigue performance of the laminates and the crushing behaviour. The cure shrinkage of epoxies is relatively low at about 3%, whereas vinyl shrinks about 8% upon cure. From the table , for the fibre we will use Density $\rho_f = 1.40 \text{ g/cc}$, Tensile Strength Ultima $\sigma_f = 110\text{MPa}$, Modulus of Elasticity $E_f = 15.0 \text{ GPa} = 15.0 \times 10^3\text{MPa}$.In this work we will change the percentage of the fibre in the composite with 10% step from 10% fibre to 90 % fibre using 2 different ways , RULE OF MIXTURE , and HALPIN-TSAI.

Preparation of Mandrels

Plastic pipes (UPVC PIPE BS 3506) with circular in the cross sectional areas were used as mandrels to fabricate all the cylindrical specimens. Each mandrel was measuring 450 mm in length, which provided enough length to wind about 320 mm of usable tube. The mandrel has an inner diameter of 46.5 mm and outer diameter of 48 mm which it has 1.55 mm in the wall thickness, for each specimens must prepare one mandrel because after the epoxy become dry it will be hard to pull the mandrel from the specimen because of that the mandrel will remain inside the specimens and be one part. Figures 4 and 5 show the mandrels.

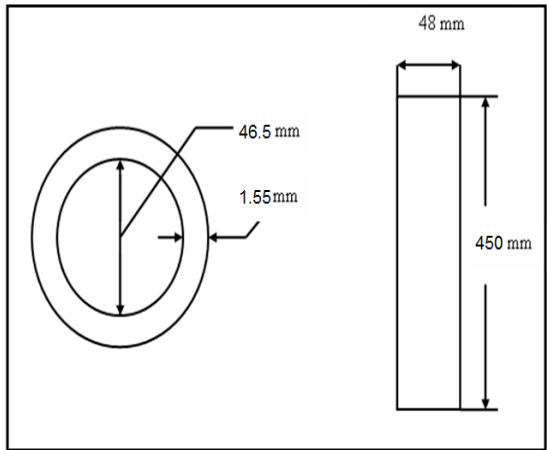


Figure 4: Schematic of the Mandrel.

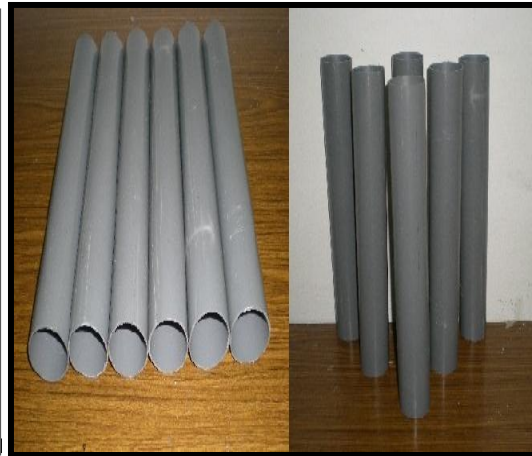


Figure 5: Typical Photograph of the the Mandrels.

Basic Steps in a Composites Manufacturing Process

There are four basic steps involved in composites part fabrication: wetting/impregnation, lay-up, consolidation, and solidification. All composites manufacturing processes involve the same four steps, although they are accomplished in different ways, Mazumdar (2002).
Impregnation

In this step, fibers and resins are mixed together to form a lamina. For example, in a filament winding process, fibers are passed through the resin bath for impregnation. In a hand lay-up process, prepregs that are already impregnated by the material supplier in controlled environments are used. In a wet lay-up process, each fabric layer is wetted with resin using a squeezing roller for proper impregnation. The purpose of this step is to make sure that the resin flows entirely around all fibers. Viscosity, surface tension, and capillary action are the main parameters affecting the impregnation process.

Lay-Up

In this step, composite laminates are formed by placing fiber resin mixtures or prepregs at desired angles and at places where they are needed. The desired composite thickness is built up by placing various layers of the fiber and resin mixture. In filament winding, the desired fiber distribution is obtained by the relative motions of the mandrel and carriage unit. In a prepreg layup process, prepregs are laid at a specific fiber orientation, either manually or by machine. Figure 6 shows the hand lay-up fabrication method. The purpose of this step is to achieve the desired fiber architecture as dictated by the design. Performance of a composite structure relies heavily on fiber orientation and lay-up sequence.



Figure 6: Typical Picture, Hand Lay-Up Fabrication Method

Consolidation

This step involves creating intimate contact between each layer of prepreg or lamina. This step ensures that all the entrapped air is removed between layers during processing. Consolidation is a very important step in obtaining a good quality part. Poorly consolidated parts will have voids and dry spots. Consolidation of continuous fiber composites involves two important processes: resin flow through porous media and elastic fiber deformation. During the consolidation process, applied pressure is shared by both resin and fiber structure. Initially, however, the applied pressure is carried solely by the resin (zero fiber elastic deformation). Fibers go through elastic deformation when the compressive pressure increases and resins flow out toward the boundary. There are various consolidation models that ignore the fiber deformation and consider only resin flow.

Solidification

The final step is solidification, which may take less than a minute for thermoplastics or may take up to 120 min for thermosets. Vacuum or pressure is maintained during this period. The lower the solidification time, the higher the production rate achievable by the process. In thermoset composites, the rate of solidification depends on the resin formulation and cure kinetics. Heat is supplied during processing to expedite the cure rate of the resin. In thermoset resins, usually the higher the cure temperature, the faster the cross-linking process. In thermoplastics, there is no chemical change during solidification and therefore solidification requires the least amount of time. In thermoplastics processing, the rate of solidification depends on the cooling rate of the process. In thermoset composites, the temperature is raised to obtain faster solidification; whereas in thermoplastics processing, the temperature is lowered to obtain a rigid part. The above four steps are common in thermoset as well as thermoplastic composites processing. The methods of applying heat and pressure, as well as creating a desired fiber distribution, are different for different manufacturing processes. These processes are Prepreg Lay-Up Process, Wet Lay-Up Process, Spray-Up Process, Filament Winding Process, Pultrusion Process, Resin Transfer Molding Process, Structural Reaction Injection Molding (SRIM)

Process, Compression Molding Process, Roll Wrapping Process and Injection Molding of Thermoset Composites.

Crushing Test and Finishing

After finishing the fabrication processes, the specimens will be ready for cutting and finishing processes to make the specimens in suitable form and in original size to ensure from the specimens entering in the test equipment in fitting form without any gap as mention before. By using lathe machine (XL 1880) in the work shop as shown in Figure 7; the finishing and cutting processes should be done carefully bearing in mind the safety instruction on each machine. The sizes of the form of the specimens that are needed should be mention on the specimens on this step in order to make the cutting accurately and perfectly, at last the specimen support between two jaws of the machine and the pressure applied until the specimen fail as shown in Figure 8.



Figure 7: Typical Photograph of Lathe Machine



Figure 8: test steps

Results & Discussion

In this research two type of fiber were chosen (glass fiber/epoxy, carbon /epoxy) to fabricated pressure vessel composite, which have one height and various thicknesses (2L, 4L, 6L). All specimens were tested under internal pressure load until failure. Theoretical results which are computed from the methods (Rule of mixture, Halpin And Tsai), from the calculation it has been get the next Tables (4.3) and graphs(9-14).

Rule Of Mixture

From the Rule of Mixture calculations, we can make the theoretical results when change percentage of the fiber in the composite from 0.1%to 0.9%. Table 3 shows theoretical results of composite-based fibers.

Table 3: properties of carbon-based fibers

| V_f | E_1 (GPa) | E_2 (GPa) | Density (Kg/m^3) | Stress (MPa) |
|-------|-------------|-------------|------------------------------------|--------------|
| 0.1 | 5.946 | 4.945935 | 1.166 | 54.74 |
| 0.2 | 6.952 | 4.95188 | 1.192 | 60.88 |
| 0.3 | 7.958 | 4.95784 | 1.218 | 67.02 |
| 0.4 | 8.964 | 4.96382 | 1.244 | 73.16 |
| 0.5 | 9.97 | 4.969818 | 1.27 | 79.3 |
| 0.6 | 10.976 | 4.975826 | 1.296 | 85.44 |
| 0.7 | 11.982 | 4.98185 | 1.322 | 91.58 |
| 0.8 | 12.988 | 4.98788 | 1.348 | 97.72 |
| 0.9 | 13.994 | 4.9939 | 1.374 | 103.86 |

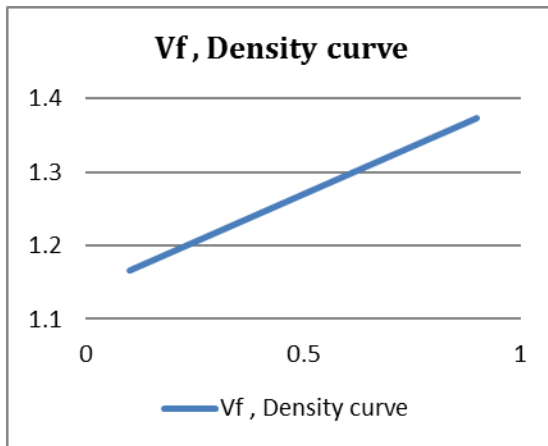


Figure 9: Volume fiber versus density(Kg/m^3). versus Stress (MPa).

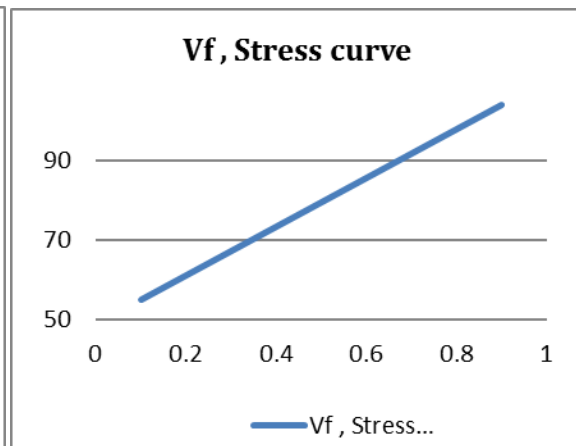


Figure 10: Volume fiber

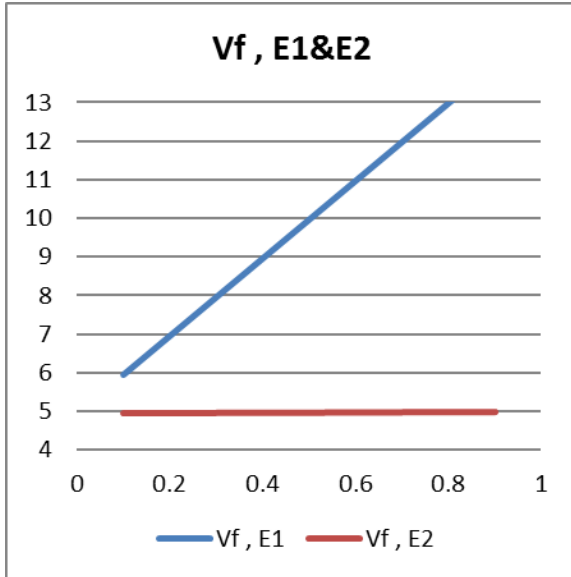


Figure 11: Volume fiber versus Elasticity (GPa) versus Elasticity (GPa)

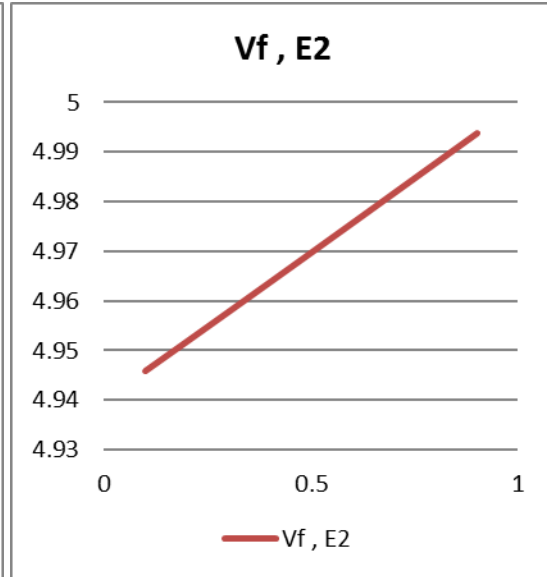


Figure 12: Volume fiber versus Elasticity (GPa)

Halpin And Tsai Method:

From the Halpin And Tsai Method calculations we can make the theoretical results when change percentage of the fiber in the composite from 0.1% to 0.9%..

Table 4: properties of Glass-based fibers

| V_f | E_c (GPa) | Density (Kg/m ³) | Stress (MPa) |
|-------|-------------|------------------------------|--------------|
| 0.1 | 5.520455 | 1.166 | 54.74 |
| 0.2 | 6.158166 | 1.192 | 60.88 |
| 0.3 | 6.86204 | 1.218 | 67.02 |
| 0.4 | 7.642942 | 1.244 | 73.16 |
| 0.5 | 8.5142444 | 1.27 | 79.3 |
| 0.6 | 9.49261 | 1.296 | 85.44 |
| 0.7 | 10.5991 | 1.322 | 91.58 |
| 0.8 | 11.6805 | 1.348 | 97.72 |
| 0.9 | 13.312 | 1.374 | 103.86 |

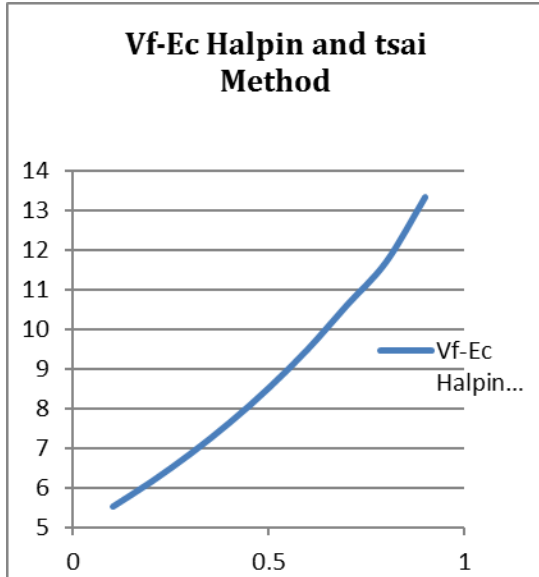


Figure 13: Volume fiber versus Elasticity (GPa)

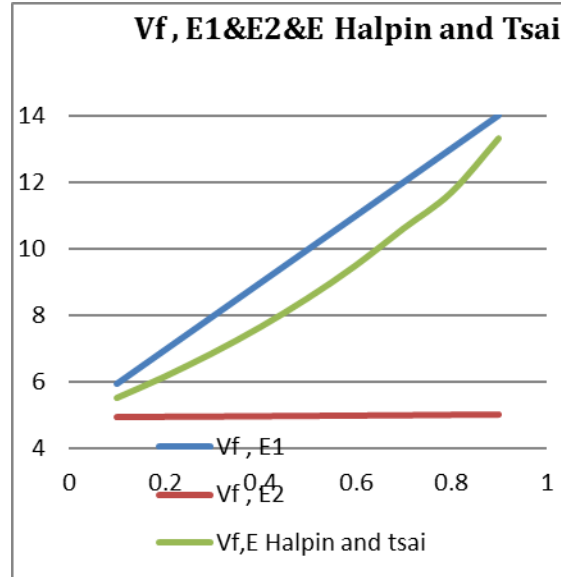


Figure 14: Volume fiber versus Elasticity (GPa)

Summary

From the literature review study, the findings will be:-

1. The composite materials area becoming a very interesting field for researchers for its light weight, huge ability to absorb energy and good mechanical properties.
2. Composite pressure vessels are used in a variety of applications such as industrial compressed air receivers and domestic hot water storage tanks. Other examples of composite pressure vessels are: diving cylinder, recompression chamber, distillation towers, autoclaves and many other vessels in mining or oil refineries and petrochemical plants, nuclear reactor vessel, habitat of a space ship, habitat of a submarine, pneumatic reservoir, hydraulic reservoir under pressure, rail vehicle airbrake reservoir, road vehicle airbrake reservoir and storage vessels for liquefied gases.
3. Even though composite materials fail in a brittle manner unlike the conventional metals, if designed properly the specific energy absorption capability of composite pressure vessels is higher than conventional metals.
4. The burst pressure of the composite pressure vessels varies at high temperatures, since the strength of the composite material decreases and thermal stresses occur at the high temperatures.
5. Thickness of the composite pressure vessels effect on the crushing behavior under internal pressure loading.

Reference

- [1] Ansari R., Alisafaei F., and Ghaedi P., “Dynamic Analysis of Multi-Layer Filament Wound Composite Pipes Subjected to Cyclic Internal Pressure and Cyclic Temperature”, (2010), Composite Structures, Vol. 92, pp.1100–1109.
- [2] Hyer, M.W. (1998). , “Stresses Analysis of Fiber Reinforced Composite Materials”,. McGraw- Hill Co. Inc.

- [2] Ian Bond , MartynHucker , Paul Weaver , Stephen Bleay ,and SajadHaq, “Mechanical behavior of circular and triangular glass fibers and their composites” , Composites Science and Technology, vol.62 , 2002, pp 1051– 1061..
- [3] John Case, Lord Chilver and Carl T.F. Ross., “Strength of Materials and Structures”, (1999), 4th edn. New York: John Wiley & Sons Inc
- [4]Lifshitz J.M., and Dayan H., “Filament-Wound Pressure Vessel with Thick Metal Liner”, (1995), Composite Structures, Vol. 32, pp.313-323
- [5]Mazumdar S.K., “Composite Manufacturing”, (2002), CRC Press, LLC.
- [6]Mel M. Schwartz (1997). , “Composite Materials, Volume II: Processing, Fabrications , And Applications, 1ST edn. Prentice Hall PTR
- [6] Onder A, Sayman O., Dogan T., and Tarakcioglu N., “Burst Failure Load ofComposite Pressure Vessels”, (2009), Composite Structures,Vol. 89, pp.159–166
- [7] Muhammad Akram, Athar JAVED and Tasneem Zahra Rizvi, (2005). Dielectric Properties of Industrial Polymer Composite Materials. Turk J Phys. Vol. 29. 355-362.
- [8] Parnas L. and Katirci N., “Design of Fiber-Reinforced Composite Pressure Vessels under Various Loading Conditions” (2002), Composite Structures, Vol. 58, pp. 83–95
- [9] Rajan K.M., Deshpande P.U., and Narasimhan K., “ Experimental Studies on Bursting Pressure of Thin Walled Flow Formed Pressure Vessels”, (2002), journal of material processing technology, Vol. 125-126, pp. 228-234.
- [10] Sayman O., “Analysis of Multi-Layered Composite Cylinders under Hygrothermal Loading”, (2005), Composites: Part A, Vo. 36, pp. 923–933.
- [11] Vasiliev V.V, Krikanov A.A, and Razin A.F, “New Generation of Filament-Wound Composite Pressure Vessels for Commercial Applications”,(2003), Composite Structures, Vol. 62, pp. 449–459.
- [12] P. Xu , J.Y. Zheng , P.F. Liu, “Finite element analysis of burst pressure of composite hydrogen storage vessels”, (2009) , Materials and Design , Vol.30, pp. 2295–2301.

تحقيق أداء أفضل لأوعية الضغط باستخدام المواد المتراكبة

الخلاصة

ازدادت الدراسات على المواد المركبة (ألياف الكربون / الأيبوكسي) من أجل تعزيز الحصول على الوزن الخفيف وتحمل الضغط العالي لأوعية الضغط. في هذا البحث تم اختيار نوعين من الألياف ألياف الكربون والألياف الزجاجية مع مادة الأيبوكسي لتصنيع وعاء الضغط باستخدام تقنية تصنيع الأنبوب اليدوي. ويشمل التصنيع أنابيب دائرية من ارتفاع واحد وسمك مختلف (2L ، 4L ، 6L)، وتم الاختبار على الأنابيب بواسطة تسليط الضغط (Compression test) بين الفكين حتى الوصول إلى حالة الفشل. تم استخدام ميكروسوفت أوفيس إكسيل للمقارنة بين نتائج العينات وتحديد أفضل تصميم.

الكلمات المفتاحية: المواد المركبة|أوعية الضغط| الأنابيب الدائرية|ألياف الكربون| الألياف الزجاجية|



Preparation of Hydrazine Hydrate from Urea and Sodium Hypochlorite

Najat Hamed Sabit ,Safaa Nayyef Abdul Jabbar, Basil Nasih Basheer, Nagam Mahdi Radhi ,Rusul Abdul Elah Abbas ,Shafaa Talib Hawa, Ethar Ali Abdullah.

Alfurat Company for Chemical Industry and pesticides industries , Ministry of Industrial & Minerals, Babel, Iraq
safaa_nayif@yahoo.com Email:

Abstract

Many methods for production of Hydrazine Hydrate are stated in the literature. The best method was selected (urea process) depending on availability of raw materials in Al-Furat State Co. for Chemical Industries, locally market, method applicability and feasibility. The synthesis of hydrazine from urea and sodium hypochlorite was studied (Urea Process) . Concentration of reactants ((6-14 %) NaOCl, urea (34.1 g) , NaOH (47.8 g) , gelatin ratio (0-0.57 g)) , reaction temperature (90-110) °C were studied to determine their effects on the production of hydrazine in order to obtain higher concentration with mixing rate (120 rpm.) Hydrazine detection and determination test has been done in the labs of Al-Furat State Co. using colorimetric method and oxidation with potassium iodate method. Additionally, samples were tested by iodometric method in the lab of T.P.S. (Treatment Water Unit in Al-Mussayab Power Station). The results showed that highest concentration of hydrazine hydrate of (52 %) was obtained at (14 %) NaOCl, urea (34.1 g) , NaOH (47.8 g) , gelatin (0.47 g) , and reaction temp. of (100 °C) at (120 rpm.)

Keywords: hydrazine hydrate | raschig process | urea process | hydrazine detection | oxygen scavenger .

©2017 Corporation of Research and Industrial Development. All rights reserved.

Introduction

Hydrazine, NH_2NH_2 , the simplest diamine and parent of innumerable derivatives, was prepared in (1887) by Curtius as the sulfate salt from diazoacetic ester. Thiele (1893) suggested that the oxidation of ammonia or urea with hypochlorite should yield hydrazine. F.Rasching (1906) first demonstrated this process, variations of which constitute the chief commercial methods of manufacture today ^[1].

Hydrazine is a strong reducing agent, It is used for corrosion control in boilers and hot-water heating systems .It is also an oxidizing agent under suitable conditions. With two active nucleophilic nitrogens and four replaceable hydrogens, hydrazine is the starting material for many derivatives. ^[1,2]

Uses :

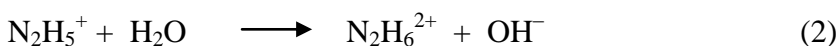
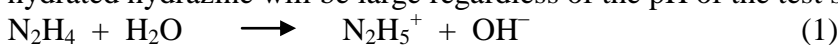
Hydrazine comprises of hydrazine anhydride and hydrazine hydrate and the former is only produced for rocket fuel at several tons per year . Therefore, this assessment describes the use of hydrazine hydrate that is more commonly used ^[2, 3], Hydrazine hydrate and its derivatives play a significant role in various application

- Water treatment: oxygen scavenger , protection of boiler circuits , synthesis of flocculants and coagulants.
- Agrochemicals: phytosanitary synthesis intermediates.

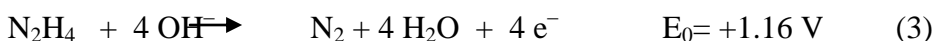
- Polymerization and blowing agents: acrylics, PE, PVC, EVA(Ethylene Vinyl Acetate), rubber, etc...
- treatment processes, precious of metal purification.

Physical and Chemical properties :

Is a colorless, fuming and basic solution with a peculiar bad smell , soluble in water and alcohol, flammable and corroding glass, rubber and leather, hydrazine hydrate's sever toxicity accumulates and harms blood and nerves ^[2]. Based on its pKa, hydrazine is a strong base, although slightly weaker than ammonia (Eq. 1). The second ionization constant pKa2 (Eq. 2) is so small that the $N_2H_6^{2+}$ cation will exist at only extremely low pHs ^[2,3]. Because of strong resemblances with hydrazine, hydrazine hydrate is also considered a strong base ^[2,3]. In principle, aqueous solubilities of substances with acid–base properties vary with (pH) but this information is not available for solubilities reported here. However, it is expected that solubilities in water of anhydrous and hydrated hydrazine will be large regardless of the pH of the test solution.



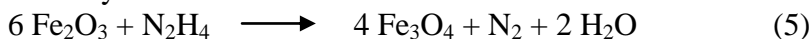
Hydrazine is reported to be a powerful reducing agent in basic solutions; Equation 3 represents the half-reaction of the molecule as a reductant. It is much less of a reducer in an acidic medium with an E_0 (redox potential) decreasing by nearly one volt (Eq. 4).^[4,5]



The very similar physico - chemical properties of hydrazine and hydrazine hydrate reflect the equivalence of both forms of hydrazine. Nevertheless the low melting point of hydrazine hydrate (-51.7°C) is consistent with a solid crystal structure that is somewhat different from that of anhydrous hydrazine. ^[6]

Regarding the decomposition of hydrazine which indicates that elevated temperatures over (200 °C) are required for predicable decomposition to occur. In the absence of decomposition catalysts, the author mentions that liquid anhydrous hydrazine can be heated to >200°C without appreciable decomposition. Similarly, Singer indicates that hydrazine reacts with oxygen very slowly at temperatures <350°F (177 °C)^[6]. Above (450 °F) (232 °C), hydrazine is decomposed rapidly to nitrogen, hydrogen and ammonia. Hence, depending on the temperatures reached in boiler systems in thermal power plants, the hydrazine used will decompose to a certain degree. ^[1,7]

The principal benefit of hydrazine is its ability to reduce the oxidized forms of copper and iron ^[7]. Copper oxide is reduced with hydrazine at temperatures as low as (150 °F) (66 °C). Iron oxide (Fe₂O₃) can be reduced at a temperature of (250 °F) (121 °C). Reactions of hydrazine in the feed water cycle and boiler are:

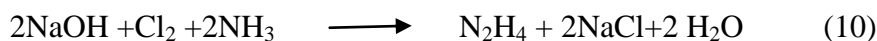
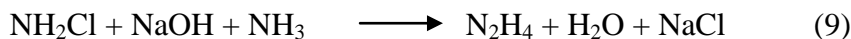
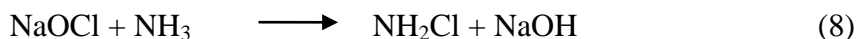


Production of Hydrazine :

Hydrazine is formed in a multitude of chemical reactions. Only a few processes have acquired commercial importance. These all oxidize ammonia or Urea, an ammonia derivative, to hydrazine. Sodium hypochlorite or hydrogen peroxide is used as the oxidizing agent. Certain processes (Bayer-, H₂O₂-processes) operate in the presence of ketones. ^[6]

Raschig Process :

In the Raschig process, ammonia is oxidized with sodium hypochlorite: H_2O , hydrazine



Sodium hypochlorite is obtained as a ca. (4.7 mol/L) solution by mixing chlorine and sodium hydroxide with cooling in a molar ratio of 1:2 (see Fig, 1). This is diluted to ca. (1 mol/L) and reacted with an aqueous ammonia solution (ca. 15 %) at temperatures around (0 °C) (with cooling) forming chloramine and sodium hydroxide^[1,2,9].

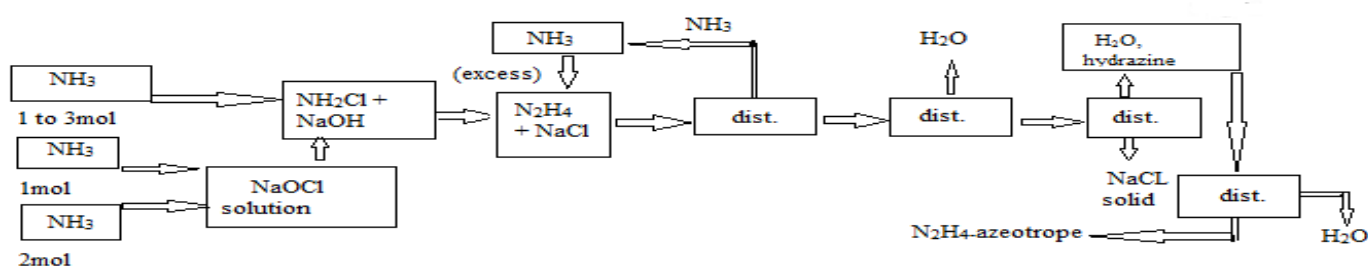


Figure 1 : Scheme of the Raschig process^[9].

The alkaline chloramine solution is then reacted, at ca. (130 °C) under pressure with a (20- to 30-) fold molar excess of anhydrous ammonia. The excess ammonia then separated from the reaction mixture, is recycled. Water and the hydrazine-water azeotrope (b.p. 120.5 °C) are distilled off leaving solid sodium chloride. The aqueous hydrazine solution obtained is finally concentrated by distillation. Ca. (70 %) of the theoretical yield is obtained. Important side reactions are:

(1) Reaction of chloramine with the hydrazine formation:



This reaction is particularly catalyzed by copper. A large excess of ammonia and the addition of complexing agents such as ethylenediaminetetra-acetic acid (EDTA) are used as countermeasures^[9].

(2) Decomposition of hydrazine during its evaporation from solid sodium chloride, if hydrazine hydrate is not required, hydrazine can be precipitated out from the Raschig synthesis reaction mixture as the sparingly soluble hydrazine sulfate ($\text{N}_2\text{H}_6^{2+} + \text{SO}_4^{2-}$, solubility in water: 2.96 g/L)^[9].

Urea Process :

In this process a mixture of urea, sodium hypochlorite and sodium hydroxide is converted into hydrazine, sodium chloride and sodium carbonate^[1,8,9].



The reaction components are mixed cold in the above molar ratios and the mixture rapidly heated to (100 °C). The working up is the same as with the Raschig process, giving (60 to 70) % of the theoretical yield of hydrazine. The advantages of this process are the avoidance of a large excess of ammonia and working at atmospheric pressure, which must be set against the serious disadvantage of using two moles of sodium hydroxide per mole of hydrazine. Furthermore, the production of a sodium chloride-sodium carbonate-mixture poses an additional ecological problem^[1,9].

Bayer Process

Of a number of hydrazine syntheses based on the oxidation of ammonia with sodium hypochlorite in the presence of ketones (acetone, methyl ethyl ketone) (see Fig. 2), only that of Bayer A.G. appears to have graduated to a commercial process^[1,9]. The two main reactions are the formation and hydrolysis of acetone azine:

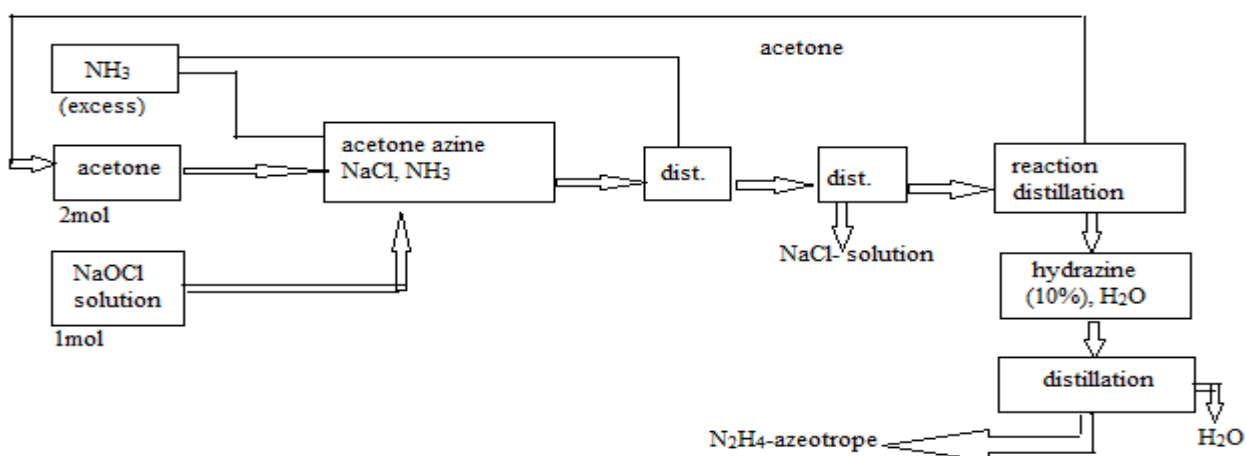
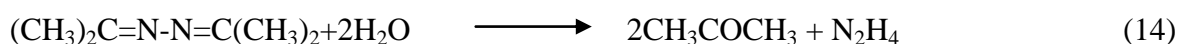
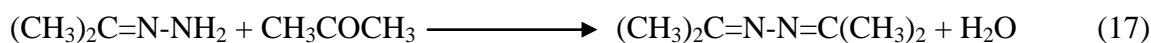
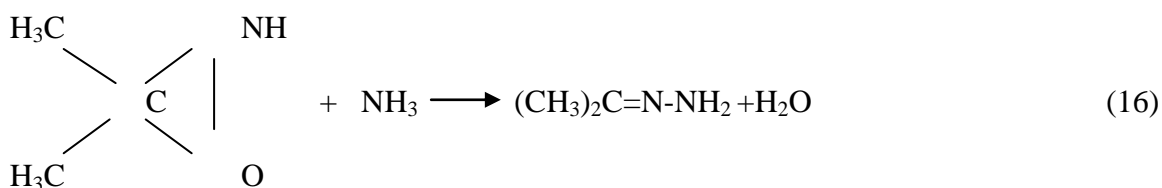
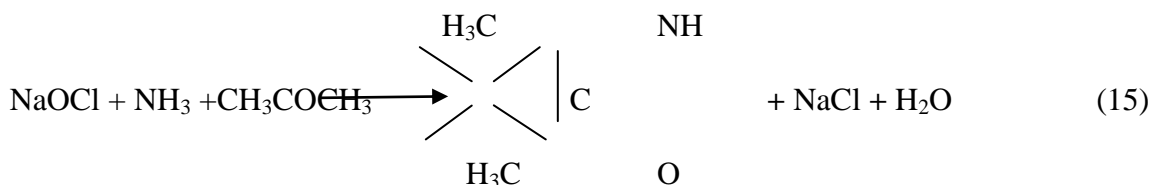


Figure2 : Schema of hydrazine manufacture by Bayer process^[9].



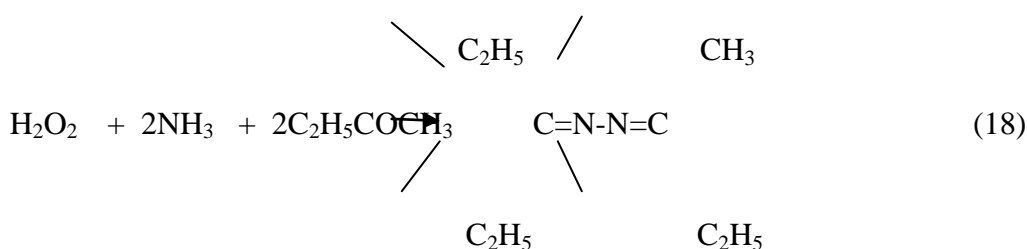
The formation of azine is not a means of trapping the hydrazine formed in the Raschig process with acetone, the reaction proceeding by way of two distinct intermediates: dimethyl oxazirane and acetone hydrazone, as follows:



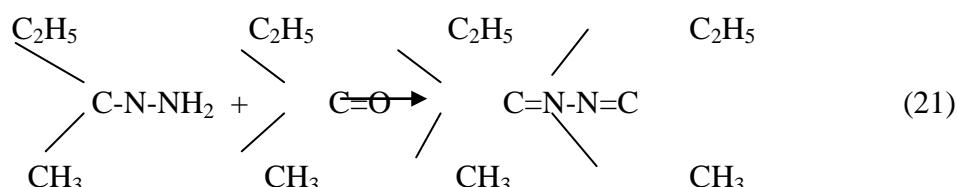
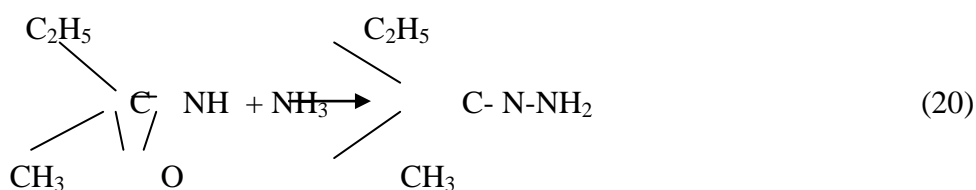
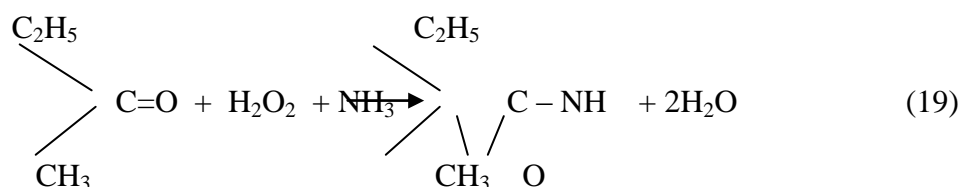
Sodium hypochlorite solution (ca. 1.5 mol/L), ammonia and acetone in a molar ratio of 1: 15 to 20:2 are reacted together at 35°C. A solution results consisting of 5 to 7% by weight of acetone azine together with sodium chloride and excess ammonia. This ammonia is distilled off and returned to the reaction. Next, the acetone azine-water-azeotrope (b.p. 95 °C) is distilled off leaving the sodium chloride solution. Herein lies the essential difference from the Raschig process in which the hydrazine water mixture has to be separated from solid sodium chloride^[9]. Finally, the acetone azine is hydrolyzed with water in a reaction distillation tower into acetone (head product) and a (10 %) aqueous hydrazine solution (sump product) at temperatures up to (180 °C) and pressures of (8 to 12) bar. The hydrazine solution is concentrated to its azeotrope composition of 64% by weight of hydrazine. The hydrazine yield is (80 to 90) %, based on the hypochlorite utilized^[9].

H₂O₂ Process

This process is similar to the Bayer process except that hydrogen peroxide is used as the oxidizing agent and the ketone used is methyl ethyl ketone:



Since the reaction with hydrogen peroxide is too slow, an activator is added as a catalyst, which in the process variant published by ATOCHEM company is a mixture of acetamide, ammonium acetate and sodium hydrogen phosphate. Other catalysts can also be used. The presumed reaction mechanism is similar to that of the Bayer process



The methyl ethyl ketone azine formed, which is poorly soluble in water, is separated and hydrolyzed to hydrazine and ketone. The catalyst-containing aqueous solution is returned to the synthesis^[1,9].

This process is operated commercially by ATOCHEM in France and in a very similar process by Mitsubishi Gas Chemicals in Japan. The advantage of this process over the Bayer and Raschig processes is that sodium chloride is not formed as a byproduct^[9].

Experimental Part

Materials :

- 1- Urea, local markets.
- 2- Sodium hypochlorite, Al-Furat State Co.
- 3- Sodium hydroxide, Al-Furat State Co.
- 4- Gelatin, local markets.
- 5- Distilled water.

Equipments and Devi

- | | | | | |
|-----------------------|-----------------------|-----------------------------------------------------|--------------------|------------------|
| 1- Fume hood. | 2- Magnetic stirrer. | 3- Beakers. | 4- Conical flasks. | 5- Chiller. |
| 6- Watch glass. | 7- Electrical Heater. | 8- Funnel. | 9- Thermometer. | 10- Stirring rod |
| 11- Electrical scale. | 12- Burette. | 13- Colorimeter (Neo-arator / Lovibond / England). | | |

Procedure

The synthesis of hydrazine from urea and sodium hypochlorite was studied. In this research it has been taken different concentrations of reaction materials and studying there effects on the production of hydrazine in order to obtain the higher concentration as shown in results.

A- Preparation of NaOCl/NaOH Solution:

- 1- Place (355 mL) of (10 %) NaOCl solution in conical flask and cool to at least (8 °C) (46°F).
- 2- Using a magnetic stirrer mix in (NaOH) to the cooled (NaOCl) solution (47.8 g) , then chill to (5-8 °C) .

B- Preparation of Urea / Gelatin Solution:

- 1- Place (3mL of water in a (25 mL) beaker. Sprinkle in the (0.47 g) of gelatin, breaking it up and dispersing it with a stirring rod. Add 15mL of boiling water and stir the gelatin until dissolved.
- 2- Add (20 mL) of hot water to a (250 mL) beaker. Then add (34.1 g) of urea and stir until dissolved.
- 3- Pour the gelatin solution into the urea solution and stir until mixed.

C- Preparation of Hydrazine Solution:

This is to be done in the hood as hydrazine is toxic.

- 1- Place the stir bar in the 1-liter flask and place on the magnetic stirrer/hotplate. Insert the funnel in the flask.
- 2- When the hypochlorite solution has warmed to (5-8) °C, set the stir bar at (120 rpm) and pour the hypochlorite solution into the flask. Install the funnel in the flask. Then pour in the urea/gelatin solution through the funnel. Immediately raise the stir bar speed as required.
- 3- Cover the funnel with watch glass . The reaction initiates immediately and a snow white foam will rise to fill the flask to about the (900 mL) level. After a few minutes the foam will begin to subside and the solution will turn translucent orange, and heat up. Turn down the stir rate to prevent foam generation. Apply heat steadily to drive the solution to boiling(approximately (100 °C)). The color will fade to a pale yellow then to almost clear. The clear color indicates the endpoint of the reaction. At this point heating is stopped.

- 4- Remove the overflow funnel and place a small watch glass over the mouth of the flask to exclude air. The watch glass will allow any (CO₂) to escape and also prevent a vacuum from forming^[9].

Detection and Determination of Hydrazine Hydrate :

- 1- Detection and determination of hydrazine by Colorimetric method:

Principle :-

P-Dimethyaminobenzaldehyde with hydrazine produce yellow colored , stable hydrazones in acid solution .

Procedure

Place (5 mL) of the sample into (26 mm) trough, add (5 mL) of reagent I (Reagent I:- dissolve 1gm of p- Dimethyl amino benzaldehyde in (100 mL) of 1N sulphuric acid) and mix by means of glass rod. Insert it into the right-hand compartment of the Neo-comparator.

Fill the other trough with mixture of (5 mL) of the distilled water and (5 mL) reagent I (if the hydrazine sample is turbid use dist. Water only for compensation).

Compare the color by revolving the standard disk. The number appearing at the lower peep-hole will directly indicate the (mg/L) of (N₂H₄).

If the colored solution is darker than standard (1.0 mg/L) , transfer colored solution and compensation liquid into trough (13 mm) liquid depth, compare colors, and multiply by (2) the values read from the disk.

In case if hydrazine concentration above (2 mg/L), the hydrazine sample should be pre diluted with dist. Water , values from the disk have to be multiplied by a factor corresponding to the dilution ^[10].

Calculation :-

$$\frac{\text{Hydrazine conc. mg/L}}{10000} = \text{hydrazine conc. \%}$$

1- Determination of Hydrazine by oxidation with Potassium Iodate

Procedure :-

Measure exactly (25 mL) of the sample from the burette in to stoppered flask dilute to (50 mL), add (50 mL) HCL conc. A.R. & (25mL) of CCl₄, titrate slowly with (0.1 M) KIO₃ until the violet color changes to colorless ^[11].

Calculation :-

$$\frac{(\text{consumed ml}) (3.205) (1000)}{25 \cdot 1000} = \text{g/l Hydrazine as N}_2\text{H}_4$$

$$\frac{\text{Hydrazine conc. g/L}}{1000} = \text{hydrazine conc. \%}$$

2- Determination of Hydrazine by Iodimetric Method in the lab of T.P.S. (Treatment Water Unit in Al-Mussayab Power Station)

Procedure :-

- 1- Take (20 mL) from the sample.
- 2- Add (10 mL) from (10 %) sodium bicarbonate solution.
- 3- Add some drops from starch indicator .
- 4- Titrate the sample with (0.1 N) Iodine solution.
- 5- End point with blue-violet color.

Calculation:-

Hydrazine conc. In ppm = volume from Burette *0.8*1500/s.

S= ml of sample.

$$\frac{\text{Hydrazine conc. ppm}}{10000} = \text{hydrazine conc. \%}$$

Results

Firstly, quantitative analysis for our prepared samples has been done using colorimetric method by Colorimeter in Al-Furat Co. lab. Obviously, the result was positive where they showed a yellow color that indicate the formation of hydrazone compounds.

Studying of effects of gelatin amount which using as percentage of hydrazine production was studied. Different amount of gelatin has been taken and in the end of any experiment the amount of hydrazine produced as shown in table no.1.

Table (1) The effect of gelatin ratio on hydrazine percentage %.

| Gelatin used in gram | hydrazine%* |
|----------------------|-------------|
| 0 | 24 |
| 0.24 | 24 |
| 0.47 | 28 |
| 0.57 | 28 |

Studying of effect of hypochlorite concentration on the hydrazine produced percentage . different amount of hydrazine produced has been examined as shown in table no.2.

Table (2) The effect of concentration NaOCl % on hydrazine% product.

| NaOCl% | Hydrazine%* |
|--------|-------------|
| 14 | 52 |
| 12 | 40 |
| 10 | 40 |
| 8 | 20 |
| 6 | 20 |

*Determined in the lab of T.P.S. (Treatment Water Unit in Al-Mussayab Power Station).

Discussion

Table no.1 shows different amount of gelatin has been taken to obtain high concentration of hydrazine hydrate and noticed that the effectiveness of gelatin on the reaction it has been demonstrated clearly by using of (0.47 g) from gelatin where it gave the higher concentration of hydrazine hydrate which is (28 %) and when using of (0.57 g) gelatin in the reaction the concentration of hydrazine was stable (28 %) ,when using less amount of gelatin (0.24 g) lead to giving less concentration of hydrazine (24 %) . gelatin works as inhibitor for side reaction.

Table no.2 shows different concentrations of sodium hypochlorite has been taken and noticed that higher concentration of hydrazine (52 %) was obtained using higher concentration of sodium hypochlorite (14 %),implying that the concentration of hydrazine decreases with decreasing concentration of sodium hypochlorite , sodium hypochlorite works as oxidizing agent for urea to produce hydrazine.

References

- 1- Kirk-Othmer, , "Encyclopedia of Chemical Technology", 3rd Edition, Volume12,P734-752(1984).
- 2- Satya Prakash and G.D.Tuli and S.K.Basu and R.D.Madan, "Advanced Inorganic Chemistry", S. Chand &Company LTD., Volume 1,P845-846-847,(2008).
- 3- R. S. Mansell *a, S. A. Blooma and, W. C. Downsb , "A Transport Model with Coupled Ternary Exchange and Chemisorption Retention for Hydrazinium Cations", Vol. 30 No. 5, p. 1540-1548, (2001).
- 4- .A.Duffy , "General Inorganic Chemistry ", Longman, Second Edition,P180-181,(1974).
- 5- R.L.Madan and G.D.Tuli, "Inorganic Chemistry", S.Chand &Company LTD.,Fourth Edition, P224,(2009)
- 6- James E. Huheey ",Inorganic Chemistry", Principles of Structure and Reactivity, (1978) .
- 7- Singer JG, " Combustion Fossil Power". 4th ed. P.8-42 to 8-64,(1991).
- 8- Sybil P.Parker, "Encyclopedia of Chemistry", McGraw Hill Book Company, Fifth Edition,P460-461-475,(1983).

9- <https://sites.google.com/site/ecpreparation/hydrazine-preparation>

10- Hellige, " Handbook of Visual Colorimetry" Instructions for Analysis ,(1985).

11- Arthur I.Vogel, "A Text-Book of Quantitative Inorganic Analysis Including Elementary Instrumental Analysis" , Third Edition , P380, (1961).

تحضير الهيدرازين المائي من اليوريا وهايوكلوريت الصوديوم

الخلاصة

توجد طرق عديدة لإنتاج مادة الهيدرازين المائي وكما مذكور في الأدبيات . أفضل طريقة تم اختيارها (urea process) اعتمادا على توفر المواد الأولية في شركة الفرات العامة للصناعات الكيماوية والمبيدات ، السوق المحلي ، سهولة التطبيق العملي للطريقة. لقد تم دراسة تحضير مادة الهيدرازين المائي من مادة اليوريا وهيبوكلوريت الصوديوم (urea process) . تركيز المواد المتفاعلة (Naocl) (6-14) % ، (34.1 g) urea ، (47.8 g) NaOH ، (0-0.57) جيلاتين) ، ودرست درجة حرارة التفاعل °C (90-100) لتحديد تأثير الحرارة على إنتاج مادة الهيدرازين للحصول على أعلى تركيز ، سرعة الخلط (120 rpm) . تم إجراء الكشف النوعي والكمي لمادة الهيدرازين المحضرة في مختبر الفرات العامة للصناعات الكيماوية والمبيدات باستخدام الطريقة اللونية (colorimetric method) ، طريقة الأكسدة مع يودات البوتاسيوم بالإضافة الى فحص النماذج بطريقة (Audiometric method) في مختبر وحدة المعالجة في محطة كهرباء المسيب (T.P.S.) و بينت النتائج ان أعلى تركيز للهيدرازين المائي المحضر هو (٥٢ %) تم الحصول عليه باستخدام (14 %) هيبوكلوريت الصوديوم ، (34.1 g) يوريا ، (47.8 g) هيدروكسيد الصوديوم ، (0.47 g) جيلاتين ودرجة حرارة (100 °C) وسرعة خلط (120 rpm).

الكلمات المفتاحية :- الهيدرازين المائي | طريقة راشنك | طريقة اليوريا | الكشف عن الهيدرازين | طارد الاوكسجين .



ISSN 2226-0722

Journal of Iraqi Industrial Research



Study Some Heterocyclic Derivatives as Corrosion Inhibitors for Mild Steel in Acidic Media

Aqeel Fadhil Mutlag and Mehdi Salih Shihab

Department of Chemistry, College of Science, Al-Nahrain University, Baghdad, Iraq

Abstract

Some prepared heterocyclic compounds (pyrazole, pyrimidine and isoxazole derivatives) (D1-D5) were successfully applied as organic corrosion inhibitors for mild steel in (1 M) H_2SO_4 solution at (30 °C) for (24 hrs) . by using a weight loss method. The results of weight loss measurements showed that corrosion inhibition efficiency increased by increasing the concentration of organic inhibitors for mild steel in (1 M) H_2SO_4 solution at (30 °C).

Keywords : | Heterocyclic compounds | weight loss method | inhibition efficiency |

© 2017 Corporation of Research and Industrial Development. All rights reserved.

Introduction

Corrosion is an afflicting problem associated with every use of metals. The damage by corrosion results in highly cost for maintenance and protection of materials used. Development of methods to control corrosion is a challenge to scientists working in this area ^[1]. Mild steel is widely applied as the constructional materials in many industries due to its excellent mechanical properties and low cost ^[2]. Mild steel is an alloy form of iron, which undergoes corrosion easily in acidic medium. Acidic solutions are extensively used in chemical laboratories and in several industrial processes such as acid pickling, acid cleaning, acid descaling and oil wet cleaning etc.^[3]. Corrosion is a process of materials defect due to reaction with its environment. Wet, saline, acidic and aerated conditions make iron and its alloys to be exposed to corrosion process on the surface. This kind of harmful attack can cause deterioration in the mechanical, physical and chemical properties of metal. Therefore, many researchers deal with creation and developing protection methods to reduce the damage effects of the metal ^[4]. Organic inhibitors are very effective way for the reducing of corrosion of metals and alloys due to generate a thin film that controls and prevents access of corrosive agents to the metal surface ^[5]. The organic inhibitors that used for control corrosion of steel are organic compound containing nitrogen, oxygen and/or sulphur atoms ^[6-9]. One of the important class of reactions of chalcones are the ring closure reactions with hydrazine, phenylhydrazine, guanidine, urea etc. producing heterocyclic derivatives of chalcones. Both chalcones and their heterocyclic derivatives have a number of pharmacological activities such as anti-inflammatory, antimicrobial, antifungal, antibacterial, antioxidant, cytotoxic, antitumor, anticancer, antimitotic, anti-leishmanial, anti-malarial, antitubercular, antiviral, and so on ^[10]. A corrosion inhibitor is a chemical substance that, upon addition to a corrosive environment, results in reduction of corrosion rate to an acceptable level. Organic inhibitors generally

have heteroatoms. O, N, and S are found to have higher basicity and electron density and thus act as corrosion inhibitor^[11,12]. Survey of literature reveals that pyrazole^[13], pyrimidine^[14] and isoxazole^[15] derivatives are effective corrosion inhibitors up to (80 °C). It is generally agreed that corrosion inhibition is due to the adsorption of the inhibitor molecule at the metal–solution interface, which is accompanied by a change in potential difference between the metal electrode and the solution due to the non-uniform distribution of electric charges at the interface. In acid media, nitrogen-base materials and their derivatives, sulphur-containing compounds, aldehydes, thioaldehydes, acetylenic compounds, and various alkaloids, for example, papaverine, strychnine, quinine, and nicotine are used as inhibitors^[16] have incited us to synthesize other compounds and to test their addition on the corrosion behavior of steel in acidic media. In the present work, we studied the inhibition properties of some heterocyclic derivatives as corrosion inhibitors of mild steel in (1 M) H₂SO₄ solution. Weight loss measurements were used for investigating the corrosion behavior.

Experimental

Materials and Methods :

All the chemicals were supplied from chemicals Co. and used as received. Figure (1) are shown prepared heterocyclic compounds (pyrazole, pyrimidine and isoxazole derivatives) (3-[4-(5-Bromo-pentyloxy)-phenyl]-5-phenyl-1H-pyrazole (D1); 3-[4-(5-Bromo-pentyloxy)-phenyl]-1,5-diphenyl-1H-pyrazole (D2); 4-[4-(5-Bromo-pentyloxy)-phenyl]-6-(4-nitro-phenyl)-1H-pyrimidin-2-one (D3); 4-[4-(5-Bromo-pentyloxy)-phenyl]-6-phenyl-1H-pyrimidine-2-thione (D4); 3-[4-(5-Bromo-pentyloxy)-phenyl]-5-phenyl-isoxazole (D5) were done according to lit.^[17].

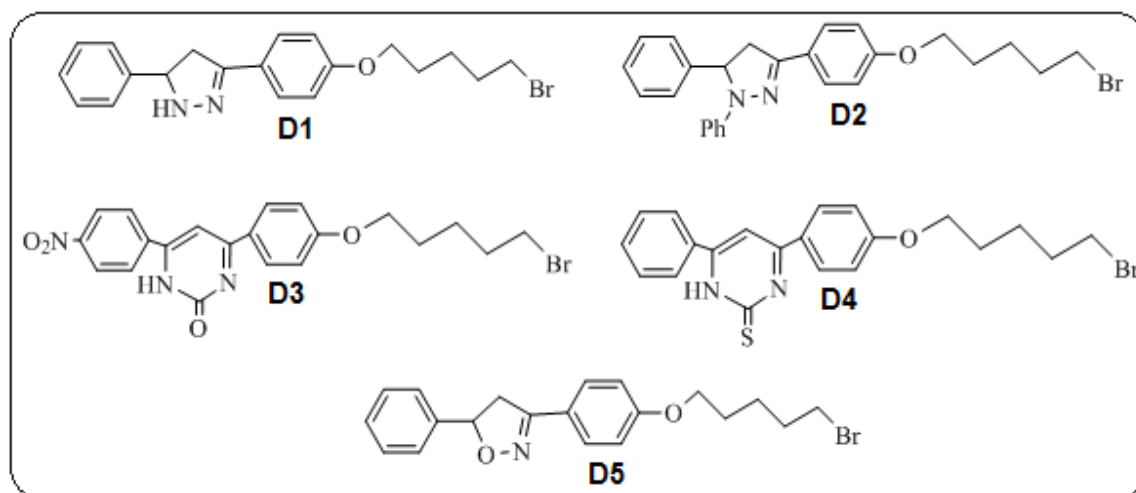


Figure (1): The compounds (D1-D5).

Techniques: Sensitive electrical balance and spectromaxx, 2009, Germany was used to determine the composition of mild steel samples, (State Company for Inspection and Rehabilitation, Ministry of Industry and Materials).

1- Preparation of aggressive solution

Aggressive solution of (1 M) H₂SO₄ was prepared by dilution of analytical grade (98 %) H₂SO₄ with distilled water. Inhibitor concentrations of (1x10⁻² to 5x10⁻⁴) M were prepared in (1 M) H₂SO₄ solution.

2- Weight loss measurements

The sheet of mild steel used has the composition percentages (0.002 % P, 0.288 % Mn , 0.03 % C, 0.0154% S , 0.0199 % Cr , 0.002 % Mo , 0.065 % Cu , 0.0005 % V, and the remainder iron).

The mild steel sheet was mechanically press-cut into disc shape with diameter (2.5 cm). These disc shapes were polished with emery papers ranging from (500 to 1500) grades to get very smooth surface. However, surface treatments of the mild steel involve degreasing in absolute ethanol and drying in acetone. The treated specimens were then stored in a moisture-free desiccators before their use in corrosion studies. Mild steel specimens were initially weighed in an electronic balance. After that the specimens were suspended and completely immersed in (250 ml) beaker containing (1 M) sulphuric acid in the presence and absence of inhibitors. The specimens were removed after (24 hrs) exposure period at (30 °C), then washed with water to remove any corrosion products and finally washed with acetone. Then they were dried and reweighed. Mass loss measurements were performed as per (ASTM) method described previously^[18,19], the tests were performed in duplicate to guarantee the reliability of the results and the mean value of the weight loss is reported. Weight loss allowed calculation of the mean corrosion rate in (mg cm⁻² h⁻¹). The corrosion rate of mild steel was determined using the relation^[20]:

$$W = \frac{\Delta m}{st} \dots\dots\dots (1)$$

Where Δm is the mass loss, s the area and t is the immersion period.

The percentage inhibition efficiency (IE (%)) was calculated using the relationship^[21]:

$$IE\% = \frac{(W_{\text{corr}} - W_{\text{corr(inh)}})}{W_{\text{corr}}} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

Where W_{corr} and $W_{\text{corr(inh)}}$ are the corrosion rates of mild steel in the absence and presence of inhibitor, respectively.

Results & Discussion

The results of the corrosion rate and inhibition efficiency that obtained from weight loss measurements at different concentrations of suggested inhibitors (D1-D5) after (24 hrs) immersion at (30 °C) are depicted in Figure (2) and summarized in Table (1). These values indicate that the mild steel corrosion is reduced by the presence of suggested inhibitors in (1 M) H₂SO₄ at all concentrations that used in the present study. However, there is remarkable decreasing in the weight of mild steel specimen and increasing the corrosion rate after (24 hrs) without using an inhibitor. That's could be explain by adsorption of organic compounds on the mild steel surface which makes impediment thin layer towards corrosion environment. The increase of efficiency of inhibition as function of concentration indicates that more inhibitor molecules are adsorbed on the metal surface at higher concentration, leading to greater surface coverage^[22].

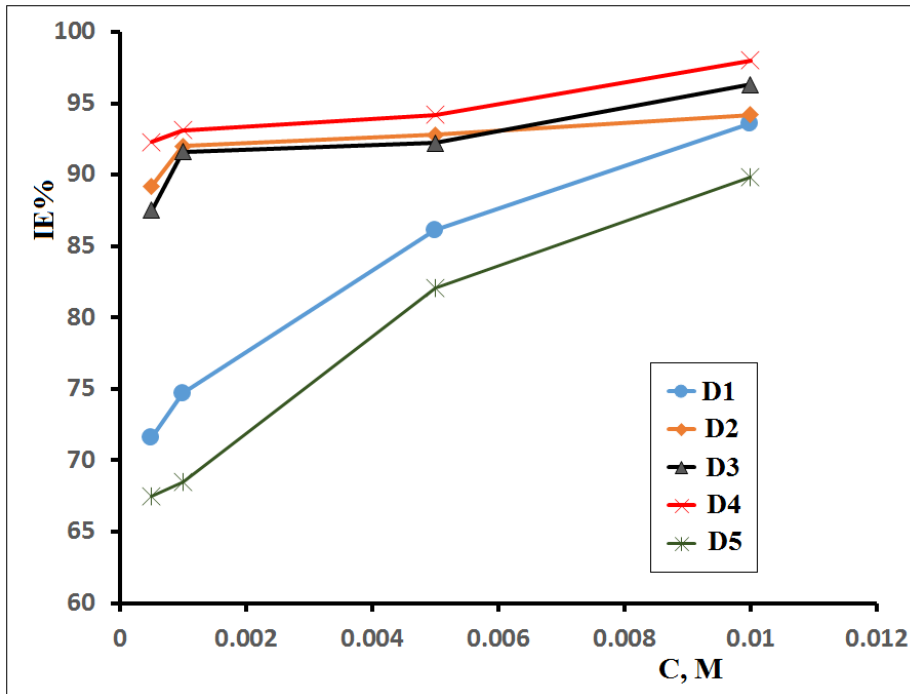


Figure (2): Effect of inhibitor concentrations on the inhibition efficiency for mild steel (1 M) H_2SO_4 at (30 °C) for suggested inhibitors (D1-D5).

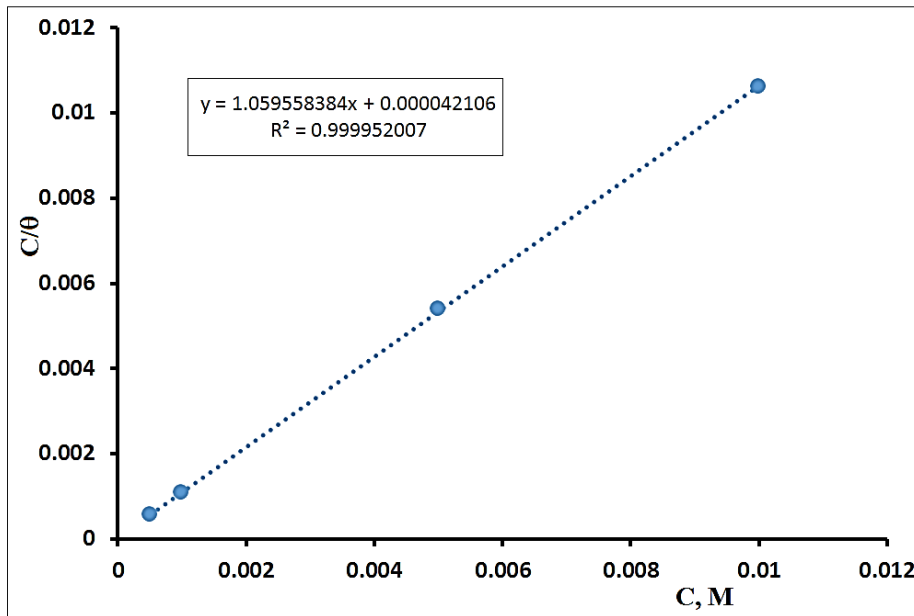


Figure (3): Langmuir adsorption isotherm plot for mild steel in (1 M) H_2SO_4 solution in the presence of various concentrations of inhibitor (D2).

Table (1): Corrosion rate, inhibition efficiency, surface coverage (θ) and standard free energy of adsorption for mild steel in (1 M) H_2SO_4 by using weight loss measurements.

| Concentration (M) | Corrosion rate ($mg.cm^{-2}.h^{-1}$) | IE% | θ | ΔG°_{ads} ($kJ.mol^{-1}$) |
|--------------------|----------------------------------------|------|----------|--------------------------------------------|
| Blank | 1.342 | - | - | - |
| (D1) | | | | |
| 5×10^{-4} | 0.3811 | 71.6 | 0.716 | -28.4775 $R^2=0.99$ |
| 1×10^{-3} | 0.3398 | 74.7 | 0.747 | |
| 5×10^{-3} | 0.1863 | 86.1 | 0.861 | |
| 1×10^{-2} | 0.0864 | 93.6 | 0.936 | |
| (D2) | | | | |
| 5×10^{-4} | 0.1449 | 89.2 | 0.892 | -37.4339 $R^2=1$ |
| 1×10^{-3} | 0.1075 | 92.0 | 0.920 | |
| 5×10^{-3} | 0.0960 | 92.8 | 0.928 | |
| 1×10^{-2} | 0.0777 | 94.2 | 0.942 | |
| (D3) | | | | |
| 5×10^{-4} | 0.1680 | 87.5 | 0.875 | -34.6663 $R^2=0.99$ |
| 1×10^{-3} | 0.1123 | 91.6 | 0.916 | |
| 5×10^{-3} | 0.1046 | 92.2 | 0.922 | |
| 1×10^{-2} | 0.0499 | 96.3 | 0.963 | |
| (D4) | | | | |
| 5×10^{-4} | 0.1036 | 92.3 | 0.923 | -33.9416 $R^2=0.99$ |
| 1×10^{-3} | 0.0931 | 93.1 | 0.931 | |
| 5×10^{-3} | 0.0777 | 94.2 | 0.942 | |
| 1×10^{-2} | 0.0268 | 98.0 | 0.980 | |
| (D5) | | | | |
| 5×10^{-4} | 0.4358 | 67.5 | 0.675 | -29.8872 $R^2=0.99$ |
| 1×10^{-3} | 0.4224 | 68.5 | 0.685 | |
| 5×10^{-3} | 0.2401 | 82.1 | 0.821 | |
| 1×10^{-2} | 0.1372 | 89.8 | 0.898 | |

Table (1) reveals that the protection efficiency increases with increasing the concentration of suggested inhibitors with the maximum inhibition efficiencies were achieved at (10^{-2} M). Thus, the comparative study shows that order of maximum inhibition efficiency as follow: D4> D3> D2> D1> D5. That order could be explain by the effect of molecular structure of organic inhibitors on inhibition efficiency, as well as adsorption process. Basic information can be provided from the adsorption isotherms to explain the interaction between the organic compounds and metal surfaces. So that, the degree of surface coverage values (θ) at different inhibitor concentrations in (1 M) H_2SO_4 was achieved from weight loss measurements ($\theta=E$ (%)/100) Table (4) at (30 °C) and tested with Langmuir isotherm relationship ^[23]:

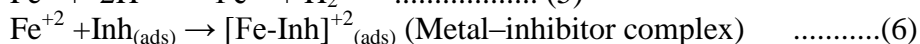
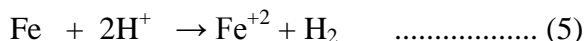
$$C/\theta = 1/K_{ads} + C \quad \dots\dots\dots (3)$$

Where (K_{ads}) is the equilibrium constant of the adsorption process.

According to the Langmuir isotherm, K_{ads} values can be calculated from the intercepts of the straight line of plotting C/θ versus C . Figure (3). (K_{ads}) is related to the standard free energy of adsorption, (ΔG°_{ads}), with the following equation: (The value (55.5) is the molar concentration of water in the solution in (1 M)).

$$K_{ads} = \frac{1}{55.5} \exp\left(\frac{-\Delta G^{\circ}_{ads}}{RT}\right) \quad \dots\dots\dots (4)$$

From the data of Table (1), the values of standard free energy of adsorption are negative which indicate that the processes of adsorption of all suggested inhibitors (D1-D5) were spontaneous processes on the mild steel surface after (24 hrs) immersion at (30 °C). That's given sense for remarkable interaction between suggested inhibitors and metal surface. Here, adsorbed molecule moves closer to the surface of metal making electrons start to overlap with that of the surface atoms which causes physisorption for suggested inhibitors [24,25]. It is generally accepted that the adsorption of an organic inhibitor on a metal surface in acidic media usually involves formation of a metal-inhibitor complex by combining an inhibitor with freshly generated Fe^{2+} ions on the steel surface [26]:



Therefore, formation of a metal-inhibitor complex could work as protective layer for anodic cell to reduce formation of (Fe^{+2}) sites. Thus it could be suggested that at low concentrations of suggested inhibitors probability of formation a compact metal-inhibitor complex is low. The adsorption mechanism for given inhibitors depends on adsorption behavior of organic molecules containing N, O, S atom. The presence of more than one functional group has been reported to often lead to changes in the electron density of a molecule, which could influence its adsorption behavior [27]. Finally, we can suggested model of mechanism of a suggested inhibitor (D1) to show physical adsorption on the surface of mild steel via oxygen and nitrogen atoms that occupying high electron density (Figure 4).

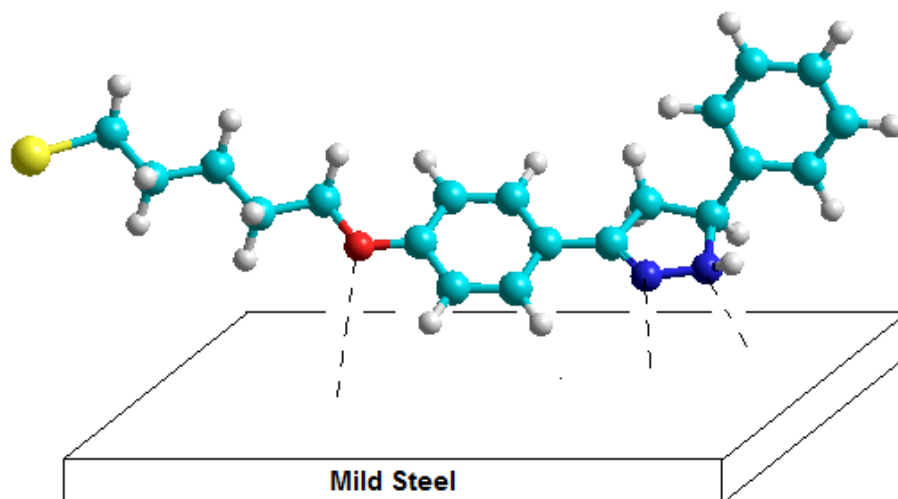


Figure (4) : Suggested mechanism of physical adsorption on the surface of mild steel in the presence of inhibitor (D1).

Conclusion

The organic compounds containing heteroatoms (pyrazole, pyrimidine and isoxazole derivatives) (D1-D5) were used successfully as corrosion inhibitors on the mild steel surface in (1 M) H₂SO₄ solution at (30 °C) . The results of inhibitive efficiency (IE %) showed interesting inhibiting effects of suggested inhibitors. The values free energy of adsorption revealed physisorption effects for (D1-D5) and gave useful information to explain the interaction between the surface of metal and the organic molecules.

Acknowledgement :

The authors would like to thank Al-Nahrain University for partial financial support and technical assistance on this work.

References

- 1- Emregul, K. C. Atakol; Corrosion inhibition of mild steel with Schiff base compounds in 1 M HCl, Mater. Chem. Phys, 82 (2003),188-192.
- 2- Zaafarany, I. A. Corrosion Inhibition of Mild Steel in Hydrochloric Acid Solution using Cationic Surfactant Olyel-amido Derivatives, Int. J. Electrochem. Sci., 8, (2013) 9531 - 9542.
- 3- Abdel Hameed, R. S.; Al-Shafey, H. I.; Abul Magd, A. S.; Shehata, H.A.; "Pyrazole Derivatives as Corrosion Inhibitor for C- Steel in Hydrochloric Acid Medium", J. Mater. Environ. Sci., 3 (2012) 294-305.
- 4- Abdallah M., Basim H. Asghar, I. Zaafarany and Fouda A. S., The Inhibition of Carbon Steel Corrosion in Hydrochloric Acid Solution using Some Phenolic Compounds, Int. J. Electrochem Sci., 7 (2012) 282-304.
- 5- Alobaidy A., Kadhum A., Al-Baghdadi S., Al-Amiery A. A., Yousif E. and Mohamad A, Eco-Friendly Corrosion Inhibitor: Experimental Studies on the Corrosion Inhibition Performance of Creatinine for Mild Steel in HCl Complemented with Quantum Chemical Calculations, Int. J. Electrochem. Sci., 10 (2015) 3961– 972.
- 6- Mehdi Salih Shihab and Atheer Fadhil Mahmood, Experimental and theoretical study of some *N*-pyridinium salt derivatives as corrosion inhibitors for mild-steel in acidic media, Russian Journal of Applied Chemistry, 89 (2016) 505-516
- 7- P. A. L. Anawea, C. U. Obi, Shihab. S. Mehdi, K. O. Ogunniranc, B. I. Ita, and C. O. Ehi_Eromosele, Experimental and Theoretical Studies of (*E*)-*N*'-1-(4- ropylbenzylidene) nicotinohydrazide as Corrosion Inhibitor of Mild Steel in 1 M HCl, Protection of Metals and Physical Chemistry of Surfaces, 51 (2015) 458–466.
- 8- Mehdi Salih Shihab, Hanan Hussien Al-Doori, Experimental and theoretical study of [N-substituted] p-aminoazobenzene derivatives as corrosion inhibitors for mild steel in sulphuric acid solution, Journal of Molecular Structure, 1076 (2014) 658–663..
- 9- Ban Ameen Abduljabar and Mehdi Salih Shihab, Effect of 2-[substituted-hydrazine]carbothioamide as corrosion inhibitors for mild steel in sulphuric acid solution, Journal of KerbalaUniversity, 11 (2013) 1-11.
- 10- R. Ghosh, A. Das, Synthesis and biological activity of chalcones and their heterocyclic derivatives: a review. World Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences, 3 (2014) 578-595.
- 11- M. Bouklah, B. Hammouti, T. Benhadda, and M. Benkadour, Thiophene derivatives as effective inhibitors for the corrosion of steel in 0.5MH₂SO₄, Journal of Applied Electrochemistry, 35 (2005) 1095–1101.
- 12- A. Fiala, A. Chibani, A. Darchen, A. Boulkamh, and K. Djebbar, Investigations of the inhibition of copper corrosion in nitric acid solutions by ketene dithioacetal derivatives, Applied Surface Science, 253 (2007) 9347–9356.

- 13- Zahraa Talib Khudhair and Mehdi Salih Shihab, Preparation and Investigation of Some New Pyrazole Derivatives as Corrosion Inhibitors for Mild Steel in Acidic Media, Journal of Al-Nahrain University, 19 (2016) 33-42.
- 14- R. T. Loto, C. A. Loto, A. P. I. Popool and M. Ranyao, Pyrimidine derivatives as environmentally-friendly corrosion inhibitors: A review International Journal of Physical Sciences, 7 (2012) 2136 – 2144.
- 15- Matjaz Finšgar, Jennifer Jackson, Application of corrosion inhibitors for steels in acidic media for the oil and gas industry: A review, Corrosion Science 86 (2014) 17–41
- 16- B. E. Amitha Rani and Bharathi Bai J. Basu, Green Inhibitors for Corrosion Protection of Metals and Alloys: An Overview. International Journal of Corrosion, 2011 (2012) 1-15.
- 17- Aqeel Fadhil Mutlag, Mehdi Salih Shihab, Synthesis and Identification of Pyrazole, Pyrimidine and Isoxazole Derivatives, Journal of Applied and Social Sciences, 1 (6), (2017): 1 - 10
- 18- ASTM G 31-72, Standard Practice for laboratory Immersion Corrosion. Testing of Metals, West Conshohocken, PA; ASTM, (1990).
- 19- Ajmal M., Mideen A. S. and Quraishi M. A., 2-hydrazino-6-methyl-benzothiazole as an effective inhibitor for the corrosion of mild steel in acidic solutions 2-hydrazino-6-methyl-benzothiazole as an effective inhibitor for the corrosion of mild steel in acidic solutions Corros. Sci., 36 (1994) 79-84.
- 20- Scendo M., Hepel M., Inhibiting properties of benzimidazole films for Cu(II)/Cu(I) reduction in chloride media studied by RDE and EQCN techniques, Corrosion Sci.49 (2007) 381-3407.
- 21- Scendo M., Corrosion inhibition of copper by purine or adenine in sulphate solutions, Corrosion Sci. 49 (2007) 3953-3968.
- 22- Robert M. Silverstein, Francis X. Webster, Spectrometric Identification of Organic Compounds, Wiley; 7th edition, (2005).
- 23- H. H. Al-Doori and M. S. Shihab, Study of Some [N-substituted] *p*-aminoazobenzene as Corrosion Inhibitors for Mild-Steel in 1M H₂SO₄, Journal of Al-Nahrain University 17 (2014) 59-68.
- 24- Kamis E., Bellucci F., Latanision R. M., El-Ashry E. S. H., Acid corrosion inhibition of nickel by 2-(triphenosph oranylidene) succinic anhydride, Corrosion 47 (1991) 677-686
- 25- Bentiss F., Lebrini M., Lagrenée M., Thermodynamic characterization of metal dissolution and inhibitor adsorption processes in mild steel/2,5-bis(*n*-thienyl)-1,3,4-thiadiazoles/hydrochloric acid system, Corros. Sci. 47 (2005) 2915–2931.
- 26- Oguzie, E.E.; Li, Y.; Wang, F. H. Corrosion inhibition and adsorption behavior of methionine on mild steel in sulfuric acid and synergistic effect of iodide ion”, Journal of Colloid and Interface Science 310, 90–98, 2007.
- 27- Hackerman, N.;Cook, E. L. Effect of Adsorbed Polar Organic Compounds on Activity of Steel in Acid Solution", J. Electrochem. Soc. 97 (1950) 2-10.

دراسة بعض المشتقات غير متجانسة كمثبطات التآكل للصلب الطري في وسائل الإعلام الحمضية

الخلاصة

تم تطبيق بعض المركبات غير المتجانسة (بيرازول، بيريميدين ومشتقات الايزوكسازول) (D1-D5) بنجاح كمثبطات تآكل عضوية للحديد الطري في محلول (١ مولاري) من حامض الكبريتيك عند (٣٠ م' لمدة (٢٤ ساعة) وباستخدام طريقة فقدان الوزن. وأظهرت نتائج قياسات فقدان الوزن أن كفاءة تثبيط التآكل للحديد الطري زادت بزيادة تركيز المثبطات العضوية للصلب الطري في محلول (١ مولاري) من حامض الكبريتيك عند (٣٠ م' لمدة (٢٤ ساعة).



Studying the Effect of Changing the Geometry and The Material on Energy Absorption Capability

Allawi H. Alwan

Ministry of Industry and Minerals, AL-Furat State Company for Chemical Industries and pesticides - Babelon – Iraq

Abstract

Many researches have been done to enhance the energy absorption capability. This research focused on two parameters, materials' type and the geometry form effect on energy absorption capability. Hand lay-up technique used to fabricate square and triangle tube with two types of fibers (glass, and hybrid (glass + jute)). Three samples were used with various thickness and one height for each simple. The test involves crushing the tubes with a constant speed (quasi-static test) using the INSTRON machine. Microsoft office Excel was employed to compare between results of specimens and determination the best design.

Keywords: |Composite materials | Energy absorption| Geometry| Glass fiber| Hybrid Fibers|

© 2017 Corporation of Research and Industrial Development. All rights reserved.

Introduction

Composite materials have been in existence for many centuries. No record exists about the date of the first people starting to use composites. Composite material is a combination of two or more constituent on a macroscopic examination to produce a new material with enhanced properties. Composite material contains two phases, matrix and reinforcement . The matrix used are (polymer, ceramic, metal, carbon) but most popular in use is polymer which include (polyester, epoxy, vienylester....etc), the reinforcement include fiber and particulate and the material which used are (metal, carbon, glass, Kevlar, natural fiber). This research explain the experimental work of the project and how to obtain the final results. The experimental study observes the loads that will have been apply on the tubes consisting of fibers and matrices, the quasi-static load apply to the specimens, failure modes that will occur during the crushing process and the load-displacement curve of the tubes. The tubes normally consist of glass fiber and hybrid fibers (glass and natural fibers) with constant thickness . The matrix used in this experiment is epoxy. The process used to fabricate the tube is the hand lay-up process. The results compared between the glass fiber tubes and hybrid fiber tubes (glass and natural fibers) with epoxy resin. At the same time, the results will be compare between the epoxy tubes with filler and without filler. The different geometries which are circular, square composite tubes tested to find the optimum geometry that absorb energy. The public, now more than ever, is educated and vocal enough to be able to demand a higher

degree of personal and public protection and to be able to exact greater legal penalties for mechanical failures. All these factors make up-to-date familiarity with the design of passive safety measures a prerequisite for their application in this field. Figure 1 shows a car accident (Guoxing and Tonxi, 2003).



Figure (1) : Car accident

Technical Part :

Figure (2) shows the hand lay-up fabrication method. Several suppliers offer combined woven ravings and chopped strand mat to reduce lab our costs and to prevent the chopped strand mat from being omitted by mistake. Although woven ravings give increased strength and stiffness to the moulding they are more difficult to wet out with resin and do not conform readily to mould shape (Hakim et al 2010).



Figure (2) : Typical picture, hand lay-up fabrication method

Charles and Vassilios (1999) examined the implications of corporate average fuel economy standards in a framework where car manufacturers' choice of model line is indigenized and interpreted as quality provision by discriminating firms. They found that the reduction in vehicle weight is considered to be the easiest way for manufacturers to

abide by the fuel economy standards although it raises concerns with regards to vehicle safety.

Bond et al. (2002) compared using glass fiber between triangular tubes triGF and circular tubes circGF. The cross-sectional areas for the two geometries are the same and the resulting composites must have the same fiber volume fraction. Figure (3) is an SEM micrograph showing a cluster of tri GF with a dimension of (50 mm) and drawn from a triangular glass perform of 29 mm (apex to apex) at an indicated temperature of (900 °C). Fig. (4) is an optical micrograph which shows a cross-section through an unidirectional composite of (60 mm) triangular fibers incorporated in a Hexcel (914) epoxy matrix.

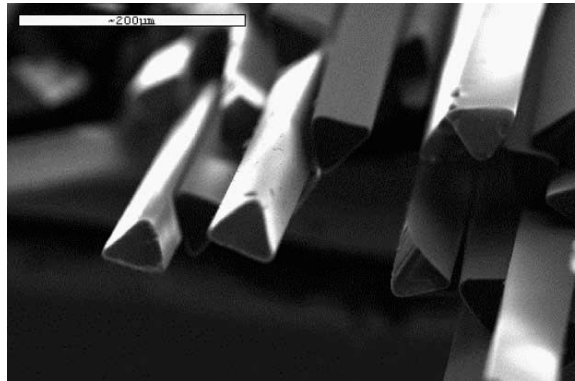


Figure (3) : SEM micrograph of (50 mm) triangular glass fibers (bond et al. 2002)

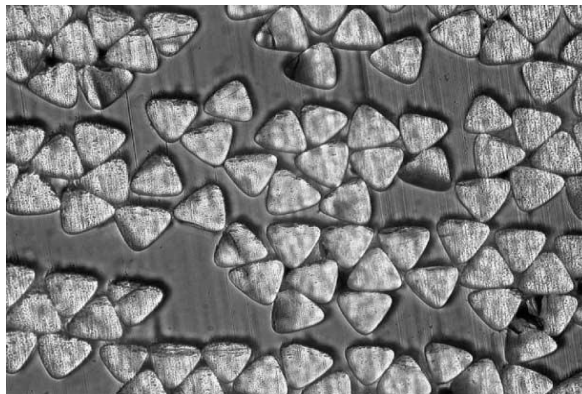


Figure (4) : Optical micrograph cross-section through unidirectional (60 mm) triangular glass fiber composite (vf_50%) (bond et al. 2002).

Warrior et al. (2003) studied the effects of resin properties and resin processing parameters on the crush behavior of thermo set composite tubes manufactured using resin transfer moulding. Results show that polyester gives specific energy absorption (SEA) values of almost (60 kJ/kg) in the present case whilst vinylester offers almost (80 kJ/kg). These factors make vinyl ester a promising resin for crash energy absorption. Muhammad et al. (2005) studied the pure polyester resin and polymer composites with various types of glass fiber and the effect of Frequency and temperature dependence of dielectric

constant (ϵ') and dielectric loss (ϵ'') on this resin type, the results of this research notice that the differences were found in dielectric (ϵ') constant between polyester resin and composite materials with different types of glass fiber. The present paper compares the two manufacturing techniques on the basis of the response to repeat impact loading. The laminate is a thick non-symmetric glass fiber-reinforced plastic intended for nautical application. Antonio and David (2005) take in this study by consideration of an E-glass/epoxy plain weave woven fabric composite made by hand lay-up. The three selected cure processes are: cure on air, cure vacuum assisted, and cure under compression. A variance study based on stiffness and strength from ASTM D (3039/3039) M tensile tests is performed to check the statistical differences caused by the cure processes. Additionally, a microscopic analysis was performed to identify the voids formation rate. Giovanni et al. (2007) found that the vacuum infusion (VI) is being considered as a viable alternative to more traditional hand lay-up (HL). The main reason in favor of the more costly technique is the cleaner and friendlier work environment. Moreover, VI potentially offers another important benefit over (HL) in that prepregs level of resin may be achieved, resulting in stronger and lighter laminates. Jeyapalan and Pikkay (2008) study the on longitudinal rails crash elements Figure (5) to evaluate the energy absorption performance of new lightweight material during frontal impact. These frontal rails are very common in cars for active safety reasons.

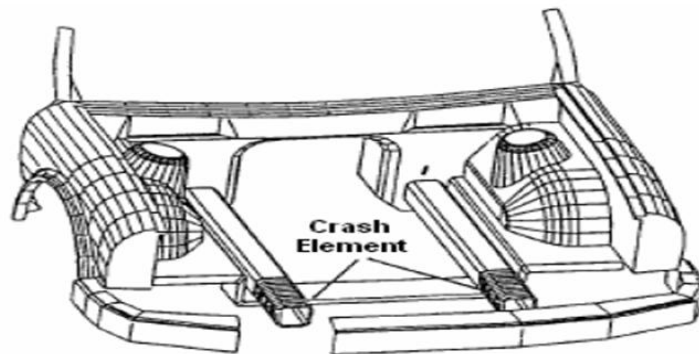


Figure (5) : Longitudinal frontal crash element (energy absorber) .

Problem statement

This research tries to investigate the performance of the crushing in order to optimize the specific energy absorption by increasing the area under the load displacement curve.

Objectives

- 1- Investigate the effect of changing the geometry on the tubes' performance.
- 2- Investigate the effect of changing the fiber types on the performance of the tubes.
- 3- Fabricate and design tubes with different geometry tries.

Methodology

Three steps have been implemented to carry out this study:-

- 1- Preparation of mandrels.
- 2- Specimen's fabrication process.
- 3- Experimental tests procedure.

Fabrication of the Specimens

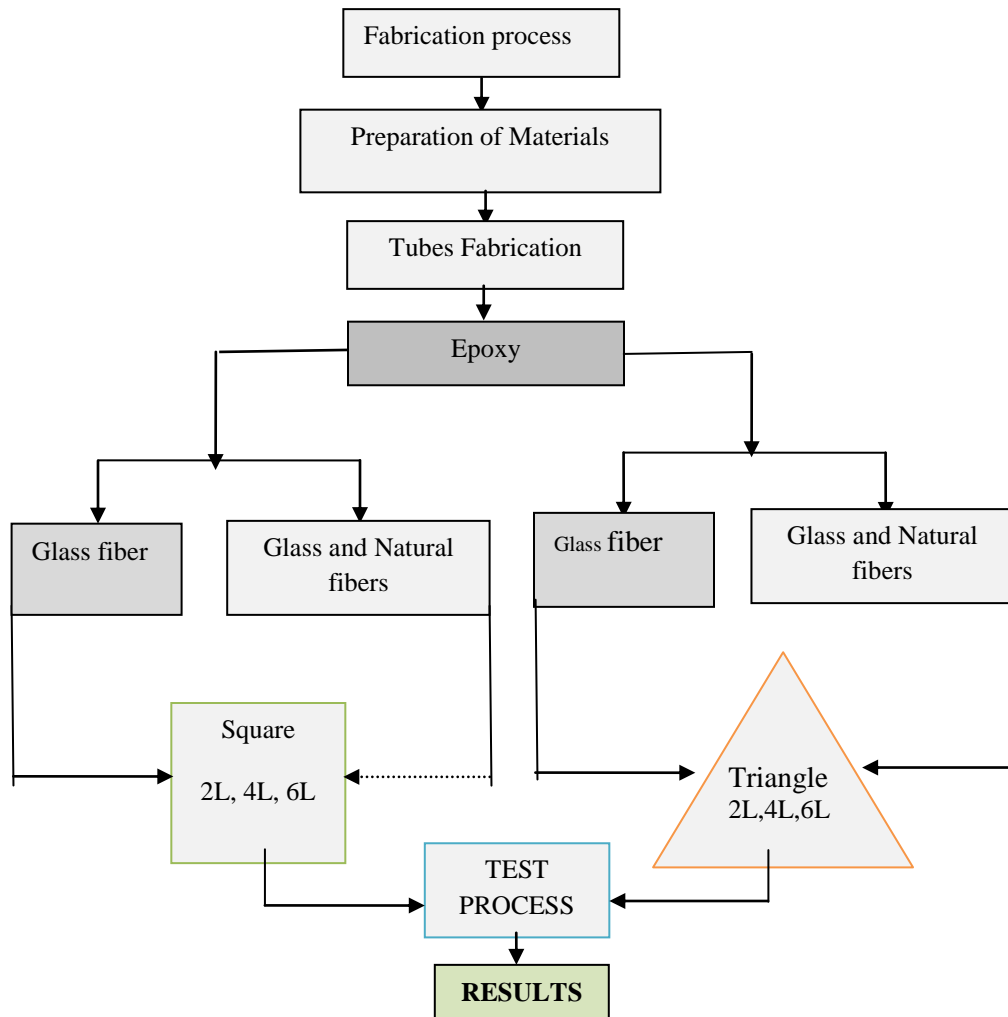


Figure (6) : Flowchart showing the experimental work.

Practical Part

Preparation of Materials :

Glass Fiber

Glass fibers are the most common of all reinforcing fibers. The purpose beyond choosing this kind of fibers is for its low cost, high tensile strength, high chemical resistance, and excellent insulating properties, Figure (7) shows the woven roving glass fiber. The woven roving E-glass (E-200) with orientation of (0°/90°) has been chosen to fabricate the tubes around the mandrel.



Figure (7) : Typical picture of glass fiber

Hybrid Fiber (jute-glass)

In this work, hybrid fiber was used; natural fibers are low cost with low density and high specific properties was chosen to be the second type of fibers used beside the glass to make the hybrid. The natural fiber used with glass fiber to make the hybrid tubes, for high properties of both the hybrid tubes to prevent fiber failure modes from a rising like cracking and delamination. Table (1) shows some properties of natural fiber.

Table 1 Properties of Selected Natural Fibers

| Properties | Hemp | Flax | Sisal | Jute |
|------------------------------|---------|----------|---------|---------|
| Density (g/cm ³) | 1.48 | 1.4 | 1.33 | 1.46 |
| Modulus (GPa) | 70 | 60-80 | 38 | 10-30 |
| Tensile strength (MPa) | 550-900 | 800-1500 | 600-700 | 400-800 |
| Elongation to failure (%) | 1.6 | 1.2-1.6 | 2-3 | 1.8 |

Epoxy Resin :

The mixing of epoxy and hardener at a ratio depend on volume was chosen for fabrication with the fibers to make the tubes. Epoxy resin is chosen because it has higher values of fracture toughness than polyester and vinyl esters, which may result in superior fatigue performance of the laminates and the crushing behavior. The cure shrinkage of epoxies is relatively low at about (3 %), whereas vinyl shrinks about (8 %) upon cure.

Preparation of Mandrels

There are two geometries of mandrels (square, triangle) which were used in the fabrication process. The mandrels have been manufactured in the workshop; wood was used to fabricate the mandrels. These mandrels have the same length. The fiber will be tweaked all around the mandrel and the resin will be brushed. The tubes, after that, will be difficult to extract from the mandrel, and the segmentation simplified the extracting process, figure (8) shows the mandrels .

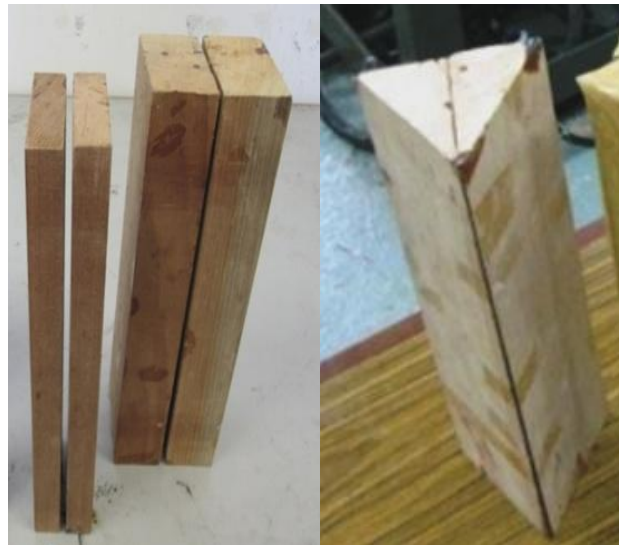


Figure (8): Square and triangle mandrels.

Crushing Test :

After the fabrication and finishing for the square and triangle specimens, new stage will start .Crushing test will apply to glass fiber/epoxy and hybrid fiber /epoxy tubes to investigate which one is the best parameters , the specimens will supports between the jaws of the INSTRON machine and it will crush statically with a constant speed (quasi-static test). The machine used to make the crushing test was a computer-controlled servo-hydraulic INSTRON machine, this machine was made in England Figure (9). This machine connected to a computer which saves the results of the crushing test. The specimens are subject to a quasi-static load with a desire speed of mm/minute.



Figure (9): Typical picture of the INSTRON machine.

Results & Discussion

Three specimens with square and triangle geometry for each composite tube (glass fiber/epoxy , hybrid fiber /epoxy) type are tested. Load and displacement were recorded by an automatic data acquirement system.

Rule of Mixture

Theoretical results which are computed from the method Rule Of Mixture .From the table , for the fibre we will use density $\rho_f = 1.40 \text{ g/cc}$, Tensile Strength Ultima $\sigma_f = 110\text{MPa}$, Modulus of Elasticity $E_f = 15.0 \text{ GPa} = 15.0 \times 10^3 \text{ MPa}$. In this reserch we will change the percentage of the fibre in the composite with 10% step from 10% fibre to 90 % fibre using A-Rule Of Mixture : -

$$\rho_c = \rho_f V_f + \rho_m V_m , \quad \sigma_c = \sigma_f V_f + \sigma_m V_m , \quad E_c = E_f V_f + E_m V_m$$

From the equations previous calculations we can make the next table and graphs

Table (2) Theoretical results for composite.

| V_f | $E_1 \text{ Gpa}$ | $E_2 \text{ Gpa}$ | Density Kg/m^3 | Stress Mpa |
|-------|-------------------|-------------------|-------------------------|---------------------|
| 0.1 | 5.946 | 4.945935 | 1.166 | 54.74 |
| 0.2 | 6.952 | 4.95188 | 1.192 | 60.88 |
| 0.3 | 7.958 | 4.95784 | 1.218 | 67.02 |
| 0.4 | 8.964 | 4.96382 | 1.244 | 73.16 |
| 0.5 | 9.97 | 4.969818 | 1.27 | 79.3 |
| 0.6 | 10.976 | 4.975826 | 1.296 | 85.44 |
| 0.7 | 11.982 | 4.98185 | 1.322 | 91.58 |
| 0.8 | 12.988 | 4.98788 | 1.348 | 97.72 |
| 0.9 | 13.994 | 4.9939 | 1.374 | 103.86 |

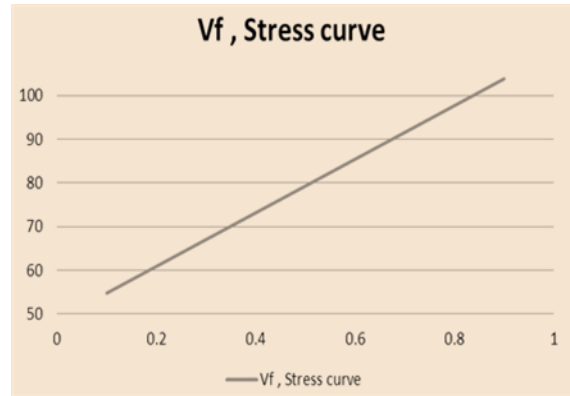
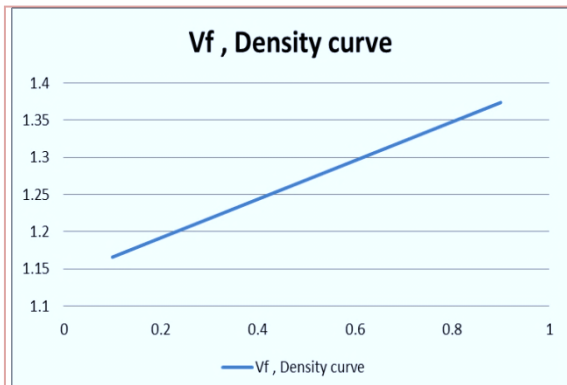


Figure (10) Volume fiber versus density. Figure (11) Volume fiber versus stress.

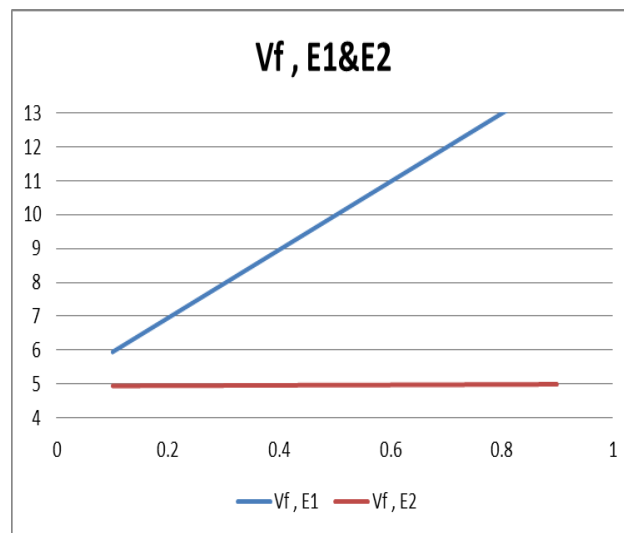


Figure (12) Volume fibers versus elasticity

Crashworthiness Response :

The crush time is one of the most important parameters to characterize the vehicle occupant damage. The maximum failure load for the experimental results ($F_{max}= 49.61$ kN). Theoretical results which are computed from the method reported by Guoxing Lu and Tonxi Yu. [1].

Energy Absorbed (EA)

$$EA = \int_{S_i}^{S_f} F ds = F(S_f - S_i)$$

Volumetric Energy Absorption (EV)

$$EV = \frac{EA}{V}$$

Specific Energy Absorption (SEA)

$$SEA = \frac{EA}{M}$$

From the maximum failure load ($F_{max}=49.61$ KN) and the average crushing load ($F_{av}=16.41$ KN) are calculations of the crashworthiness and the total energy absorption (TEA) . Figure (13) shows the load displacement curve.

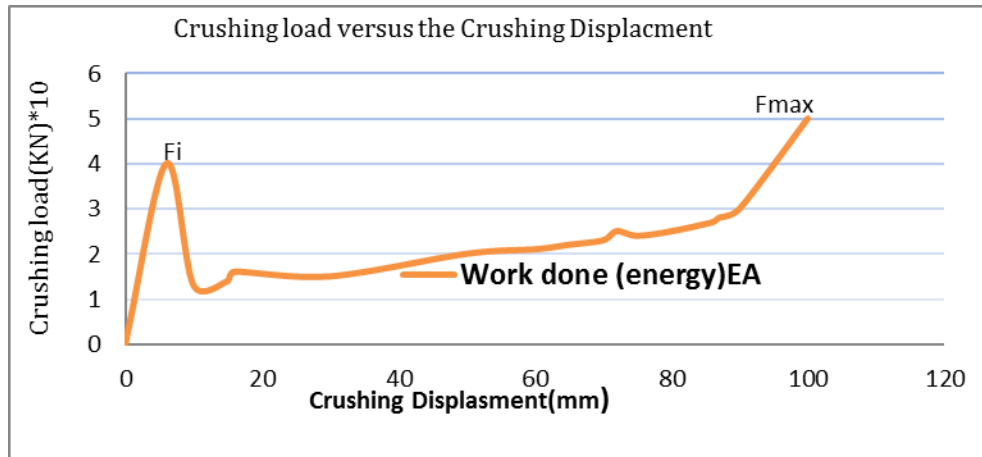


Figure (13) Shows that the load displacement curves of the experimental results obtained from this research.

The purpose of this research for the Vehicle design are:-

- 1- Fuel economics: - Because of the lightweight of the composite materials, the fuel consumption will be reduces.
- 2- Safety: - The crashworthiness of the composite materials ought to be able to dissipate more of the kinetic energy associated with the impact than conventional metallic designs.

Summary

From the literature review study, the findings will be:-

- 1- Composite material is identified to meet the above necessary requirements the effect parameters like geometry and materials (glass, and hybrid (glass + jute)), will have on its energy absorption capabilities.
- 2- Thickness of the composite tubes effects on the crushing behavior under impact test.
- 3- The composite materials area become a very interesting field for researchers for its lightweight, huge ability to absorb energy and good mechanical properties.
- 4- Composite tubes used in many applications like automotive, aerospace and transportation especially square and cylindrical tubes.
- 5- Even though composite materials fail in a brittle manner unlike the conventional metals, if it designed properly, in which the specific energy absorption capability of composite tubes is higher than conventional metals.
- 6- For the impact test the hybrid is rarely used, so, it must taking into account studying the composite structure response with this technique.
- 7- Thickness of the composite tubes effect on the crushing behavior under impact test.
- 8- Majority of the work on fiber/epoxy composite tubes is on the behavior of the panel due to impact, i.e. the impact response, damage resistance and damage tolerance.

Reference

- 1- Guoxing Lu and Tonxi Yu (2003). Energy absorption of structures and materials, 1st edn. New York: Woodhead Publishing Limited.
- 2- Ian Bond , Martyn Hucker , Paul Weaver , Stephen Bleay ,and Sajad Haq, “Mechanical behavior of circular and triangular glass fibers and their composites” , Composites Science and Technology, vol.62 , 2002, pp 1051– 1061..
- 3- Giovanni Belingardi, Maria PiaCavatorta and Davide Salvatore Paolino, (2008). Repeated Impact Response of Hand Lay-Up and Vacuum Infusion Thick Glass Reinforced Laminates. International Journal of Impact Engineering. Vol. 35. 609-619
- 4- Hakim S,sultan Alujibori,Haidar F.Al-Qrimli,Rahizar Ramli ,E.Mahdi,Faris T Plourde and VassiliosBardis, (2010). A comparative Analysis of Experimental and Numerical Investigations of composite Tube under Axial and Lateral loading. Australian Journal of Basic and Applied Sciences,4(8):3077-3085,2010. Vol. 21. 309-319.
- 5- Antonio F. Avila and David T.S. Morais, (2005). A Multiscale Investigation Based on Variance Analysis for Hand Lay-Up Composite Manufacturing. Composites Science and Technology. Vol. 65. 827-838
- 6- Warrior, N.A. Turner, T.A. Robitaille, F. and Rudd, C.D. (2003). Effect of resin properties and processing parameters on crash energy absorbing composite structures made by RTM. Composites: Part A. Vol. 34. 543-550.
- 7- Muhammad Akram, Athar JAVED and Tasneem Zahra Rizvi, (2005). Dielectric Properties of Industrial Polymer Composite Materials. Turk J Phys. Vol. 29. 355-362.
- 8- Jeyapalan Kasipillai&Pikkay Chan (2008). Travel Demand Management, Journal of Public Transportation, Vol. 11, 41-55.

دراسة تأثير الشكل الهندسي والمادة على قابلية امتصاص الطاقة

الخلاصة

انجزت العديد من البحوث لتعزيز قابلية امتصاص الطاقة للمواد المتراكبة. في هذا البحث تم التركيز على نوعين من العوامل المهمة هما نوع المادة المستخدمة والشكل الهندسي وتأثيرها على قابلية امتصاص الطاقة. استعملت آلية التقنية اليدوية لتصنيع الأنابيب المربعة والمثلثة بنوعين من الألياف (الألياف الزجاجية والألياف الهجينة (الزجاجية + الجوت)) . استعملت ثلاث عينات بسمك مختلف وبارتفاع واحد لكل عينة . الاختبار تضمن عملية سحق الأنابيب مع سرعة ثابتة باستعمال ماكينة انسترون . تم استخدام برنامج مايكروسوفت اكسل للمقارنة بين نتائج العينات وتحديد أفضل تصميم.

الكلمات المفتاحية: | المواد المركبة| امتصاص الطاقة| الشكل الهندسي| الألياف الزجاجية| الألياف الهجينة|



ISSN 2226-0722

Journal of Iraqi Industrial Research



Synthesis and Characterization of Starch Grafted Maleic Anhydride and Substituted it with Drug Copolymer

Firyal Mohammed.Ali Alsalami¹ and *Mohammed A.Farhan²

¹Department of Chemistry, College of Science, Al-Mustansiriya University, Baghdad, Iraq

^{*2}Department of Chemistry, College of Science, Diyala University, Diyala, Iraq
Alshamary_198840@yahoo.com

Abstract

In this research the structural modification of starch was carried out with maleic anhydride (M2) as a spacer by using ceric ammonium nitrate (CAN) as an initiator, and grafted copolymer was substituted with amino drug such as amoxicillin (M2A), this design of carries for controlled delivery of therapeutic agent which could release the entrapped drug over an extended period of time, due to its biodegradable, non toxic and slow digesting nature, the new drug copolymer was characterized by (FTIR), ¹H-NMR and (UV) Spectroscopes. Differential scanning calorimetry (DSC) and Thermo gravimetric analysis (TGA). SEM analysis, The physical properties were measured. The prepared drug copolymer was analyzed in different (pH) values at (37 °C) as in vitro study and controlled drug release was compared at zero time and after four days.

Keywords :- Maleic anhydride| Amoxicillin | Drug Copolymer| .

©2017 Corporation of Research and Industrial Development. All rights reserve.

Introduction

Starch is, the most abundantly distributed carbohydrate in the plant world after cellulose. It occurs in cereals and vegetables in its native form and is stored in both granular and amorphous forms. Each starch granule consists of concentric growth rings of alternating amorphous and semi-crystalline structures composed of amylose and amylopectin ^[1]. Amylose is a long, essentially linear polymer and only sparsely branched, consisting of 1,4-linked- α -D-anhydroglucose units. Amylopectin is the main constituent of the starch granule (30-99) % and it appears as a highly branched polymer comprising of a large amount of short linear chains ^[2]. Natural polymers are preferable due to low toxicity, renewability, flexibility to modification, biodegradability and low cost ^[3]. Natural polymers such as polysaccharides are hydrophilic, enzymatically degradable, and are able to retain the stability of protein drugs incorporated in them as well as increase their (proteins) therapeutic effects ^[4]. Polysaccharides exhibit good haemo compatibility and interaction with living cells ^[5]. making them compatible and suitable biomaterials for long systemic circulation and targeting. Modification of natural polymers are a means to overcome their setbacks such as drop in viscosity, microbial degradation, and partial or low solubility. In addition, modification of natural polymers enhances their drug delivery properties and versatility. Modification should be undertaken such that the natural polymers do not lose their biological properties. Methods of modification include grafting, crosslinking, derivative formation and polymer-polymer blending ^[6]. Amoxicillin is a white powder, Soluble

in water with Molecular formula ($C_{16}H_{19}N_3O_5S$) maintained the broad-spectrum activity of Ampicillin, but with increased bioavailability. It is dissolve fast, has a high solubility and a good stability if the (pH) can be buffered at 8. Amoxicillin is one of the most important commercial antibiotics due to its high bacterial resistance and large spectrum against a wide variety of microorganisms^[7]. it is effective against a wide range of infections caused by wide range of Gram -positive and Gram- negative bacteria in both human and Animals^[8]. it act by inhibiting enzymes involved in bacterial cell wall synthesis. Drugs may also act by inhibiting extracellular reactions^[9]. Graft polymerization of starch can be initiated by various initiator system such as potassium per sulfate, redox pair of Fe_{2+}/H_2O_2 , $KMnO_4$ /organic acid, transition metal ions/organic redactors, and also irradiation initiation, of the redox systems investigated so far the Ce (IV) ion has received considerable interest, because of its high graft yield and very low homo polymer formation^[10] In this research the structural modification of starch was carried out with malic anhydride (M2) as a spacer by using ceric ammonium nitrate (CAN) as an initiator^[11], and grafted copolymer was substituted with amino drug such as amoxicillin (M2A).

Experimental :

Instrumentation:

Melting points were measured using Thermal Microscope (Kofler-method), and Reichert thermovar, Stuart SMP 30. Infrared spectrophotometer measurements were performed using Shimadzu FT-IR 8400 series Fourier Transform, U.V-Visible double beam scanning spectrophotometer VARIAN (UV-Vis)-100 Conc, at room temperature. Differential scanning calorimetry (DSC) and Thermo gravimetric analysis (TGA) were recorded using Shimadzu, Japan.

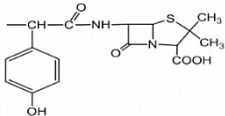
A-Preparation of starch graft maleic anhydride (M2) :-

Starch sample (3.0 gm, concentration 0.018 mole) dissolved in (25 ml) of acetone, (1 ml) of ceric ammonium nitrate (CAN) (0.1 g), (3 g), of maleic anhydride (MA) (0.03 mole) was added, the mixture was introduced in polymerization bottle, and heated about (30 min) at ($60^{\circ}C$), using water bath, the green color product was produced (90 %). Softening point ($122-132^{\circ}C$).

B-Substituted of (M2) with amino drugs (M2A) :-

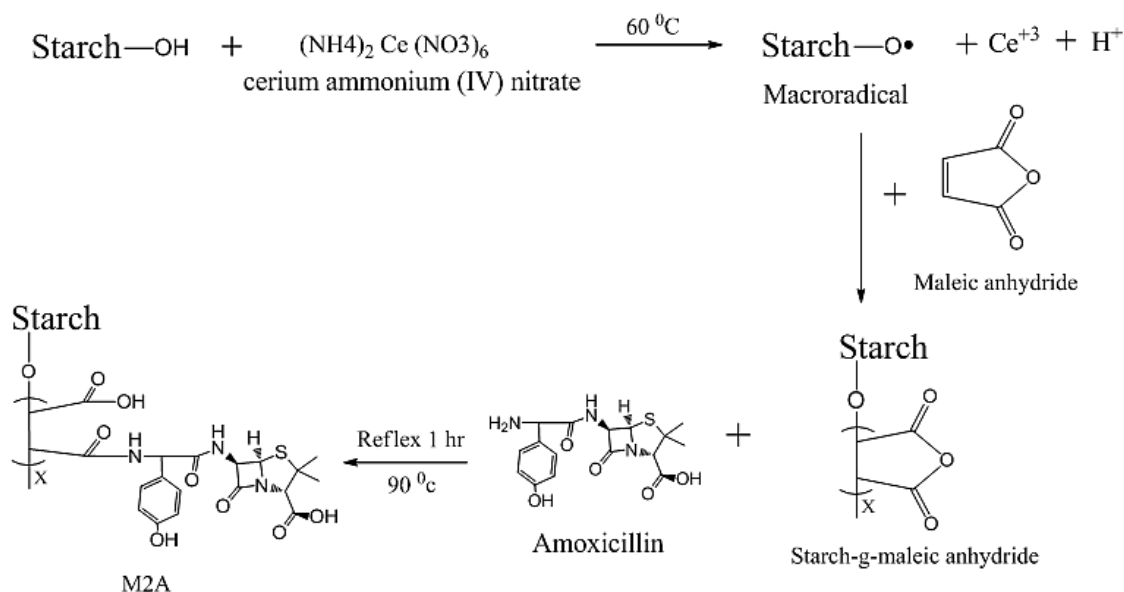
Starch- g-maleic anhydride ((0.30 g), (0.0011mole)) (M2) was dispersed in (5 ml) of Acetone, ((0.50 g), 0.0013 mole)) of amoxicillin dissolved in (5 ml) of dioxane, (0.5 ml) of (DMF) was added to the mixture, the mixture was refluxed with stirring about (1 hr) at ($90^{\circ}C$), the colored solution was filtered, the filtrate was isolated and the solvent was evaporated, the brown product (M2A) starch-g-[N-Amoxicillinyl male amic acid] was washed with di ethyl ether two times and dried at ($50^{\circ}C$) in a vacuum, conversion (80 %), Softening point ($125-150^{\circ}C$). all physical properties were listed in table (1).

Table (1) Physical properties of prepared Polymer

| Pol. No | -Drug | Color | S.P ⁰ C | Conversion % |
|---------|--------------------------------------------------------------------------------------------------|-------|--------------------|--------------|
| M2A |  Amoxicillin | Brown | 125-150 | 93 |

Starch can be grafted as main chain of backbone of polymer, it was polymerized and initiated by various initiators^[12]. Among the various types of redox initiators, ceric ion offers many advantages because of its high grafting efficiency. when (Ce^{+4}) salts such as cerium ammonium nitrate (CAN) is used as initiator in the grafting of vinyl monomers onto glucose, at first a ceric ion–glucose complex occurs, and then it decomposes to cerous (Ce^{+3}) ion^[13]. and glucose radicals created by hydrogen abstraction from glucose. Thus, The radical formation on the glucose backbone occur on the oxygen atom^[14, 15]. The –OH group present on the backbone of starch polymer acts as the active sites for the graft copolymerization

Graft co polymer was prepared by the reaction of starch with maleic anhydride by using ceric ammonium nitrate as a radical initiator. new drug polymer was prepared by the reaction of starch with maleic anhydride and substituted with amoxicillin in scheme below

**Scheme (1) starch-g- maleic anhydride and Substituted it with amoxicillin.**

Result and Discussion

Figure (1) (FTIR) spectrum of natural polymer (starch) showed absorption bands at (3290 cm^{-1}) of (O-H) group and (C-O-C) ether absorption bands at ($1012\text{-}1149\text{ cm}^{-1}$), band at (2928 cm^{-1}) due to (C-H aliphatic) stretching.

Figure (2) FTIR spectrum of (M2) starch grafted maleic anhydride gave the characteristic absorption bands of carbonyl group of anhydride bands was appeared at (1776 and 1855) cm^{-1} in addition to the starch backbone absorptions.

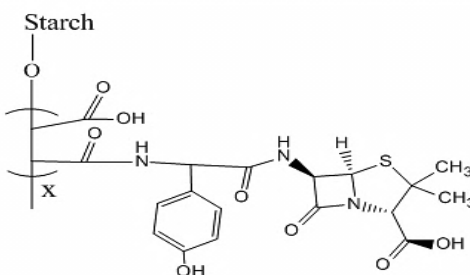
Figure (3) FTIR spectrum of (M2A) starch-g-[N-Amoxicillinyl male amic acid] copolymer containing hydroxylic group as characteristic absorption was appeared at (3257 cm^{-1}) in addition (-NH) at (3161 cm^{-1}), absorption of amide (CONH) appeared at (1647 cm^{-1}), band at (1716 cm^{-1}) due to (C=O) stretching vibration of acid. other bands of the compounds are listed in table (2)

Table (2) FT-IR absorptions of grafted natural polymers (Starch) with maleic anhydrides and substituted with drug Compound (amoxicillin) [M2A]

| Comp No. | ν (O-H) cm^{-1} alcohol | ν (N-H) cm^{-1} amide | ν (C=O) cm^{-1} amide | ν (C=C) cm^{-1} Aromatic | ν (C-H) cm^{-1} Aromatic | ν (C-O) cm^{-1} acid | ν (C=O) cm^{-1} carboxylic | ν (O-H) cm^{-1} carboxylic | ν (C-N) cm^{-1} | ν (C-O-C) cm^{-1} Ether | ν (C-H) cm^{-1} aliphatic | ν other band cm^{-1} |
|----------|-----------------------------------------|---------------------------------------|---------------------------------------|------------------------------------------|------------------------------------------|--------------------------------------|--------------------------------------------|--------------------------------------------|------------------------------|-----------------------------------------|-------------------------------------------|-----------------------------------|
| starch | 3290 broad | - | - | - | - | - | - | - | - | 1012-1149 Strong | 2928 | - |
| M2 | 3209 | - | - | - | - | 1327 Strong | 1703 | 2400-3500 Very broad | - | 1080-1213 | 2874-2968 | Anhydride 1776-1855 Strong |
| M2A | 3257 | 3161 | 1647 Strong | 1512-1539 | 3095 | 1249 Strong | 1716 | 2400-3500 very broad | 1384 | 1004-1220 strong | 2928 | - |

The $^1\text{H-NMR}$ spectrum of prepared polymer (M2A) starch-g-[N-Amoxicillinyl male amic acid] was showed in figure (4), which showed the following signals ((1.51 ppm) (Singlet, 6H, 2CH_3), (2.1 ppm) (doublet, 1H, CH-S), (3.4 ppm) (doublet, 1H, CH-O-starch), (5.4 ppm) (Singlet, 1H, OH for starch), (6.2 ppm), (Singlet, Ar-OH), (6.6-7.3 ppm) (Multiple, 4H, Aromatic ring), (8 ppm) (Singlet, 1H, CO-NH)).

Structure of M2A



Controlled drug release :-

Release of (M2A) was studied, (100 mg) was added continuously in (100 ml) buffer solution at ($37\text{ }^\circ\text{C}$). the wave length of λ_{max} was measured at different periods and different pH values (1.1 – 7.4) by using (UV) spectrometer. These samples were analyzer by (UV)- spectroscopes periodically withdrawn for every days, it was appeared the sustained release by measuring the mole fraction were constructed from (UV). indicated the rate of hydrolysis in basic medium is higher than acidic medium^[16].

Thermal Properties of polymer drug^[13] :-

Thermal stability of prepared polymers were investigated by (TGA and DSC) table (3) (TGA) showed the results of some prepared drug polymers which indicated the high thermal resistance and showed their steps of weight loss-temperature. This high thermal resistance indicated the high interaction between amide hydrogen bonding through the polymer chains and led to best sustain drug release. Several thermal stability parameters were determined from TGA and DSC curves as shown in table (3) and table (4).

Table (3) TGA Analysis of some polymer drugs

| No. drug polymer | Temperature | Losses weight (%) |
|------------------|-----------------|-------------------|
| M2 | 167, 305 , 380 | 21 , 38 , 39 |
| M2A | 254 , 458 , 533 | 38 , 44 , 21 |

Table (4) DSC Analysis of some polymer drugs

| No. drug Polymer | Onset Temp. (°C) | End set Temp. (°C) | Peak Temp. (°C) | ΔH (J/g) |
|------------------|------------------|--------------------|-----------------|------------------|
| M2 | 107 | 154 | 115.6 | 82.74 |
| M2A | 190.1 | 236.1 | 198.8 | 70.6 |

It was concluded that the thermal stability of drug polymer was more than the drug alone this cause more expire date and more protection of the drug satiability.

Scanning electron microscopy (SEM) of Some polymer drugs :

Microstructure obtained by SEM for the starch showed that fracture surface of starch exhibits a smooth laminated structure. Comparatively, the fracture surface of grafting of maleic anhydride with starch and substituted with amoxicillin (M2A) starch-g-[N-Amoxicillinyl male amic acid] seems coarse ,indicating and improved the grafting.

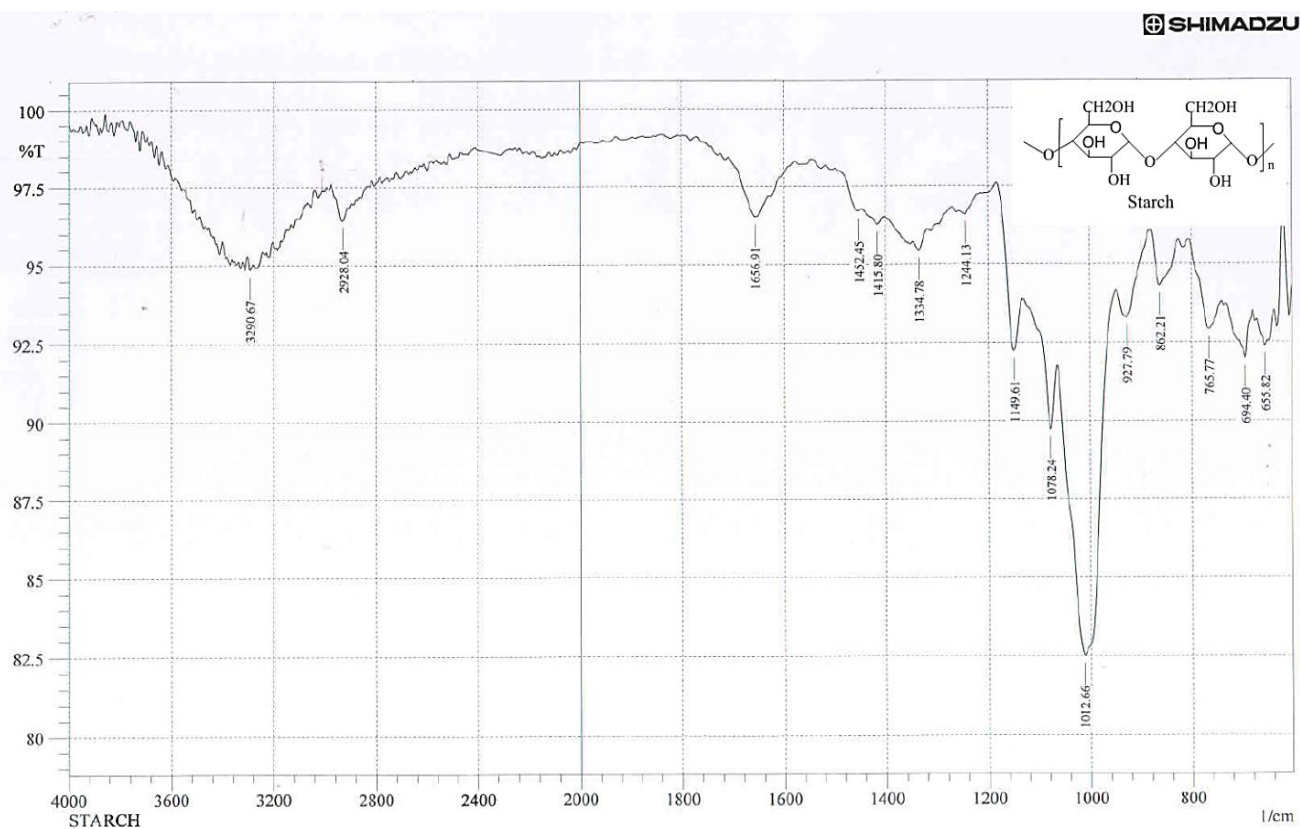


Figure (1) FTIR spectrum of starch

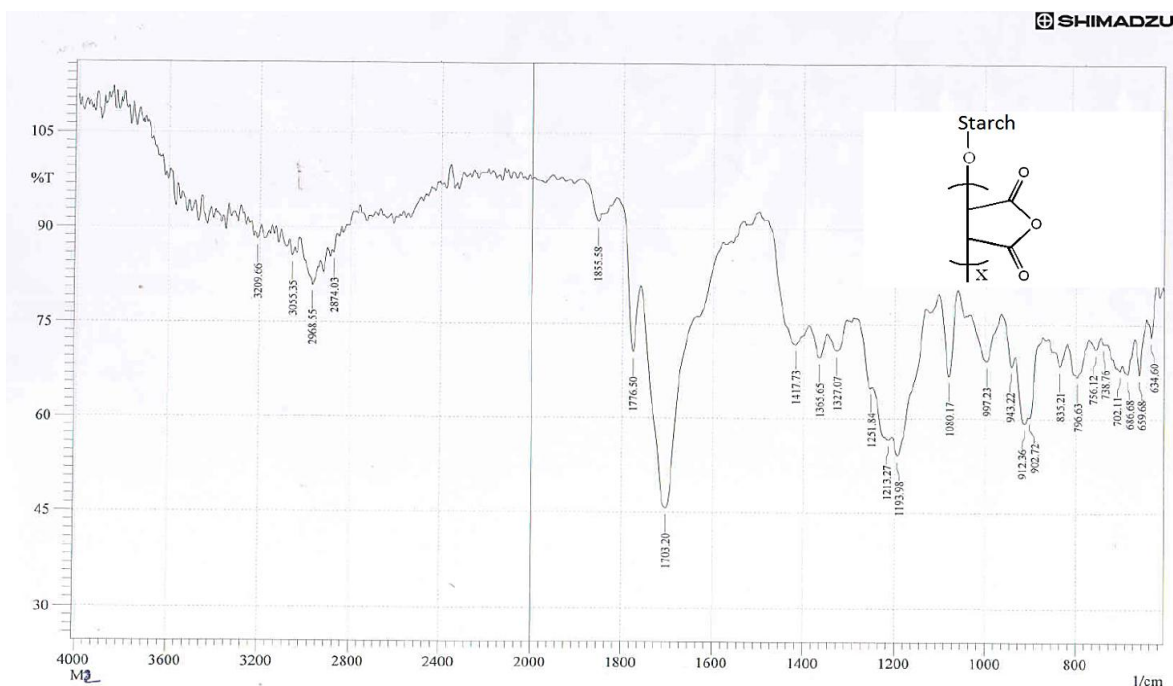


Figure (2) FTIR spectrum of starch-g-maleic anhydride (M2)

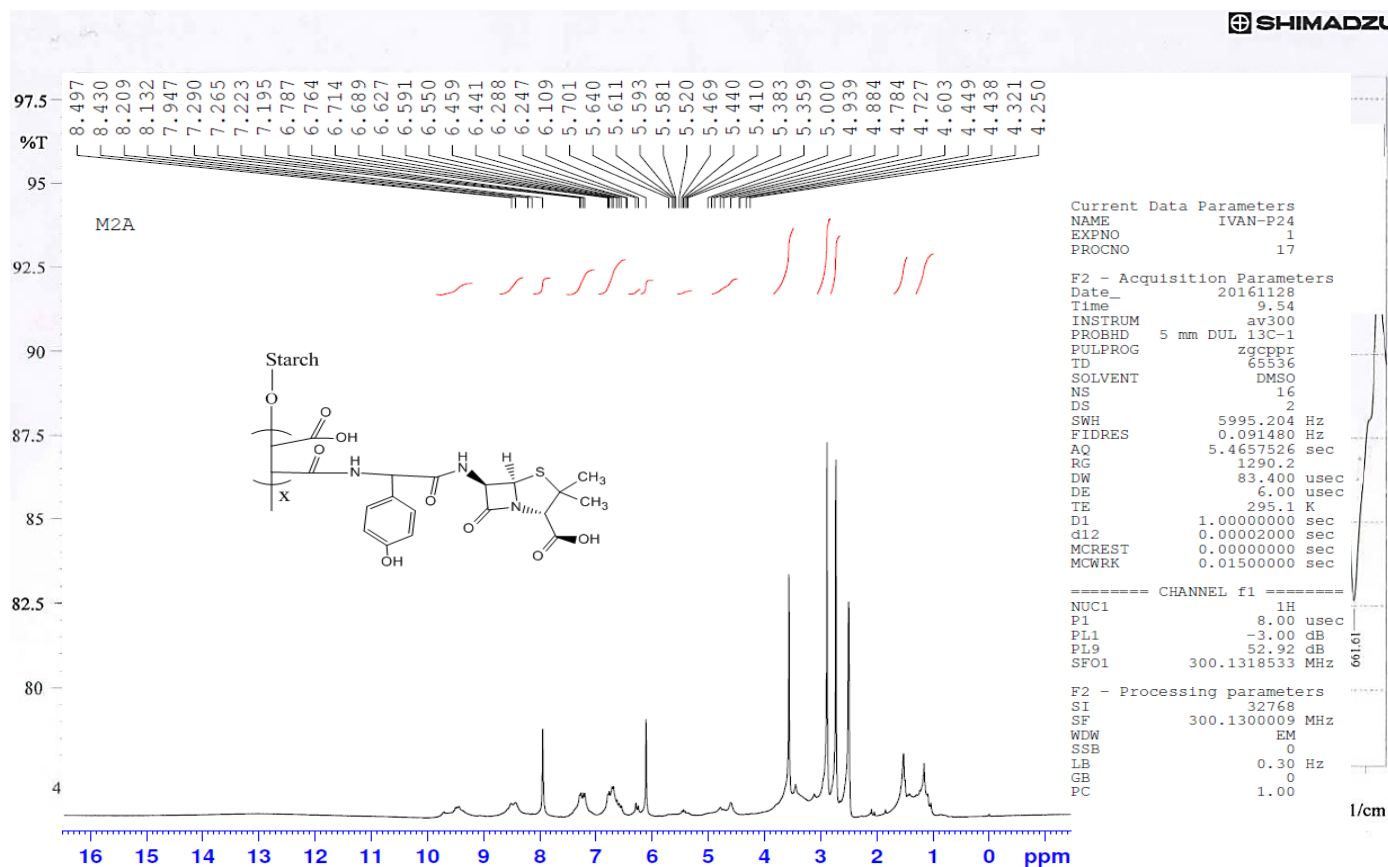


Figure (3) FTIR spectrum of starch-g-[N-Amoxicillinyl male amic acid] (M2A)

Figure (4) ¹H-NMR Spectrum of (M2A)

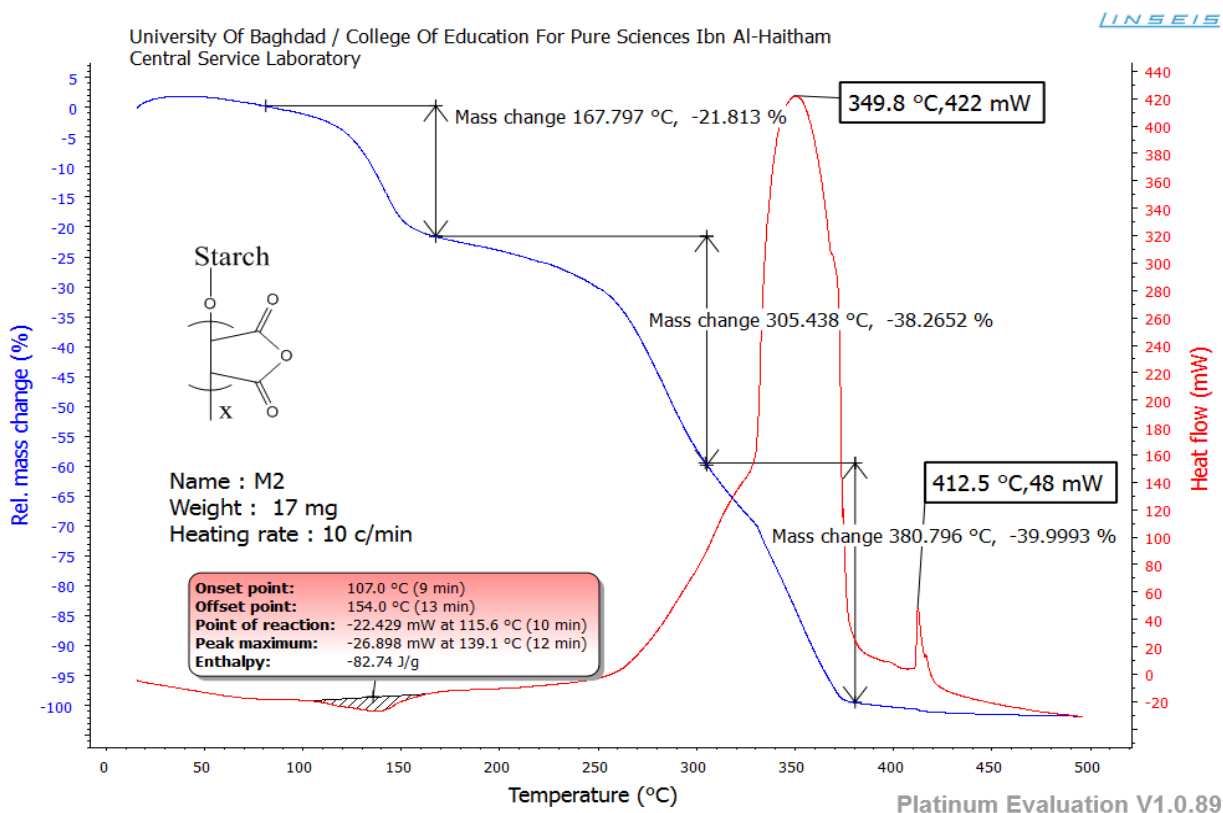


Figure (5) (DSC) and (TGA) Analysis of (M2)

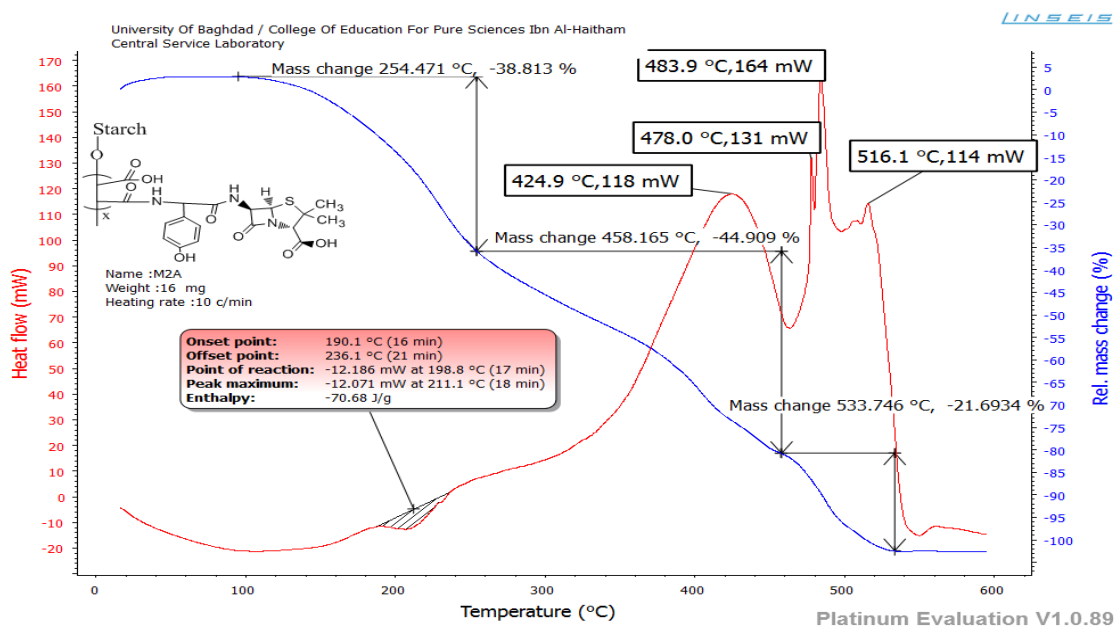


Figure (6) Analysis of M2A DSC and TGA

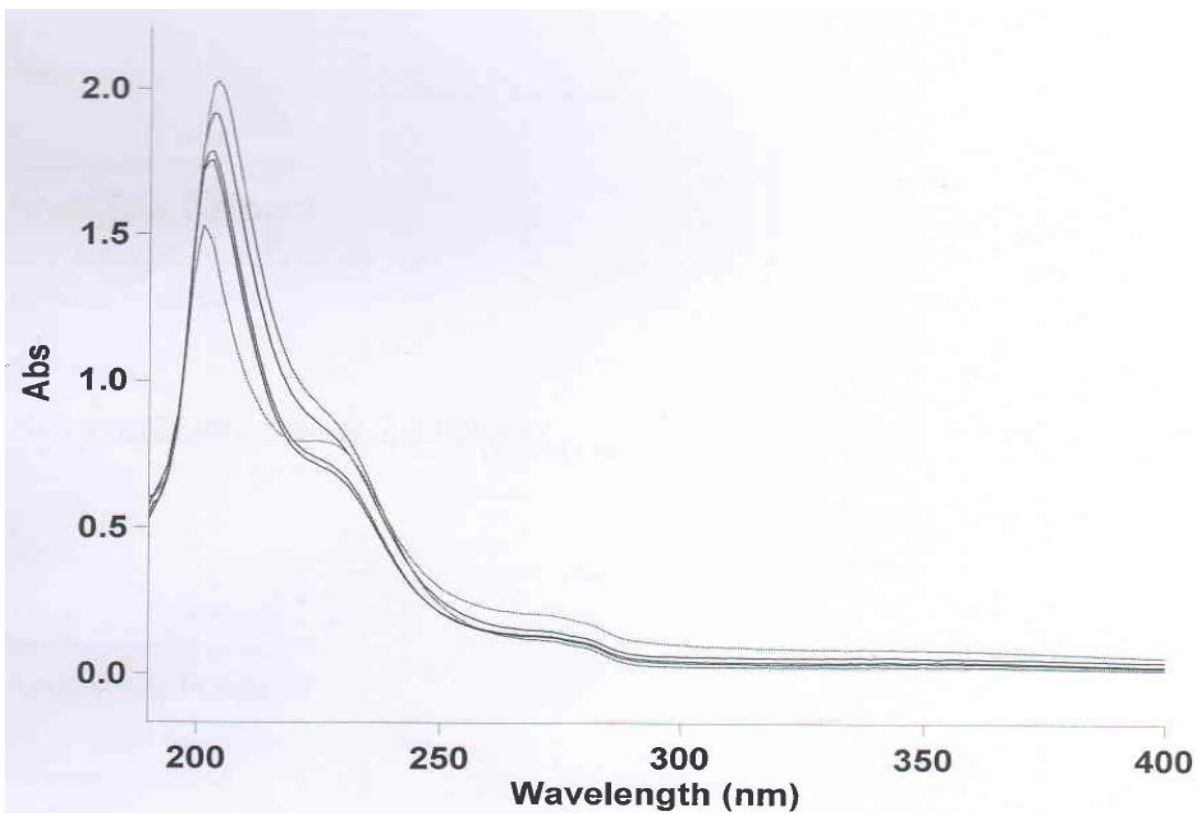


Figure (7) UV Spectrum hydrolysis of (M2A) in pH (7.4)

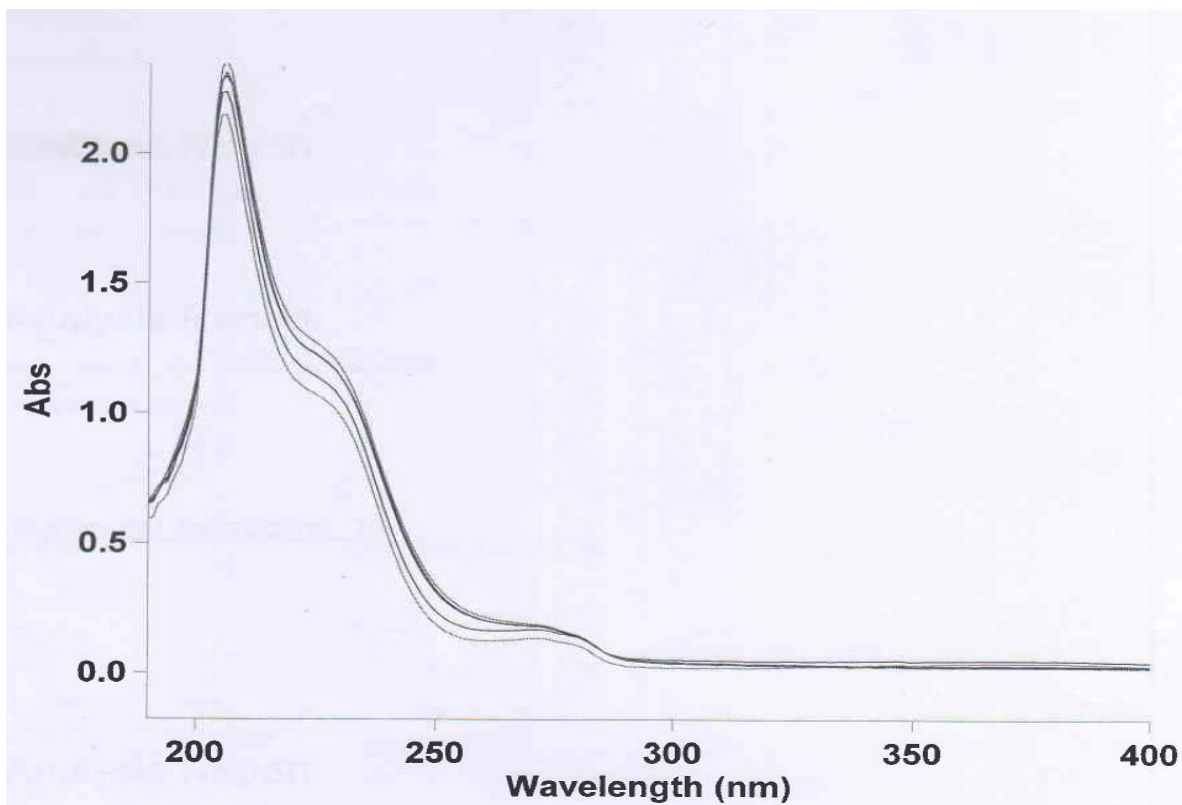


Figure (8) UV Spectrum hydrolysis of (M2A) in pH (1.1)

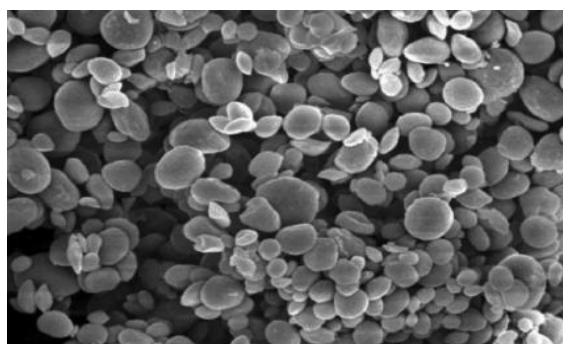
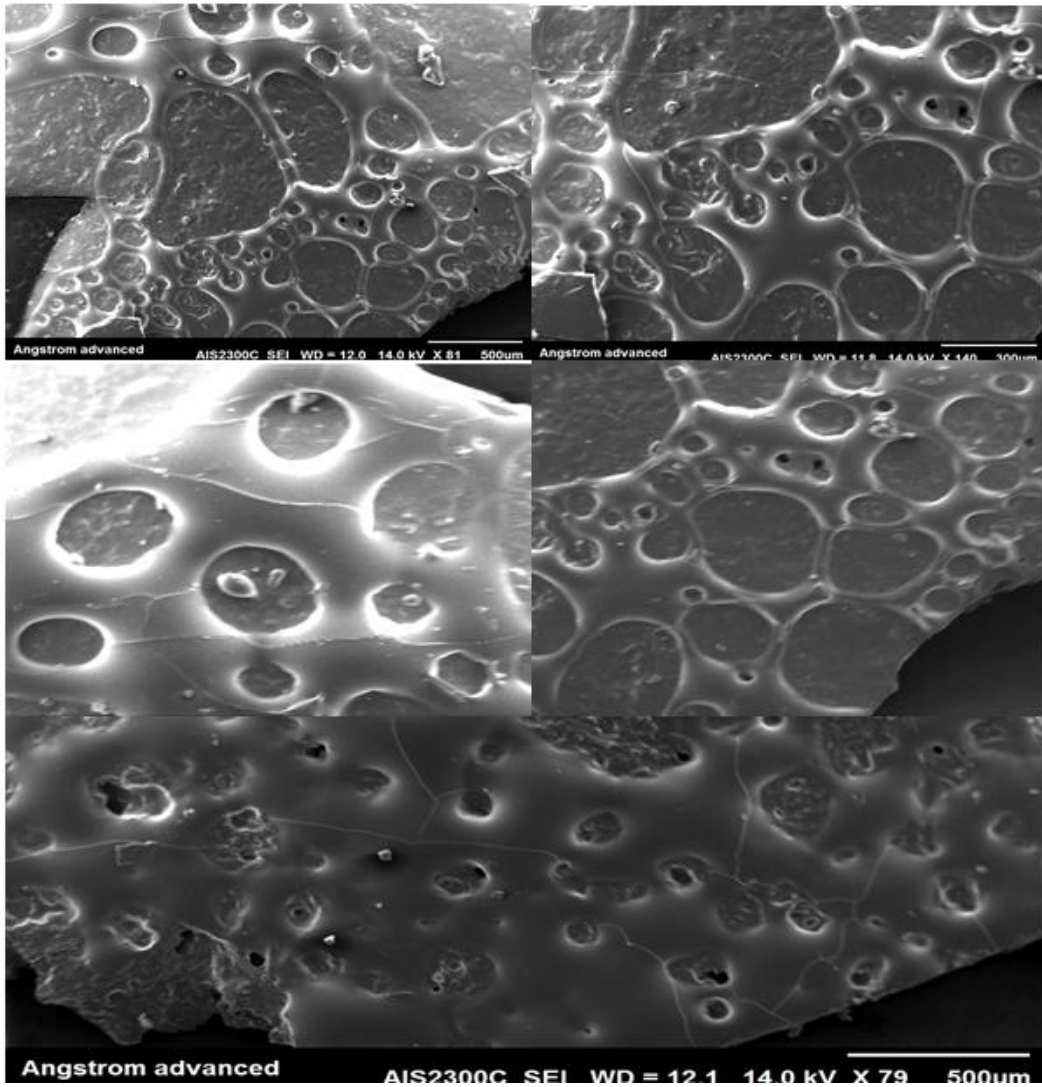


Figure (9) SEM for starch



Figur (10) SEM of (M2A)

References

- 1- D.J. Gallant, B. Bouchet, A. Buléon, S. Pérez, Physical characteristics of starch granules and susceptibility to enzymatic degradation, *European Journal of Q1 Clinical Nutrition* 46 (1992) 3–16.
- 2- D.J. Gallant, B. Bouchet, P.M. Baldwin, Microscopy of starch: evidence of a new level of granule organization, *Carbohydr. Polym.* 32 (1997) 177–191.
- 3- Ngwuluka, N.C.; Akanbi, M.; Agboyo, I.; Uwaezuoke, O.J. Characterization of gum from *Sesamum indicum* leaves as a suspending agent in a pediatric pharmaceutical suspension. *WJPR*, 1, 909–924, 2012.
- 4- Sonia, T.A.; Sharma, C.P. An overview of natural polymers for oral insulin delivery. *Drug Discov. Today*, 17, 784–792, 2012.
- 5- Malafaya, P.B.; Silva, G.A.; Reis, R.L. Natural–origin polymers as carriers and scaffolds for biomolecules and cell delivery in tissue engineering applications. *Adv. Drug Deliv. Rev.* 59, 207–233, 2007.
- 6- Ndid C. Ngwuluka, Nelson A. Ochekepe 1 and Okezie I. Aruoma, *Naturapolyceutics: The Science of Utilizing Natural Polymers for Drug Delivery*, *Polymers*, 6, p.p 1312-1332, 2014.
- 7- A thesis, Sana H. Awad, *Synthesis and Characterization of Some New Drug Derivatives of Natural Polymers*, University of Baghdad, Iraq, 2016
- 8- SIMAR PREET KAUR, REKHA RAO, SANJU NANDA., (Amoxicillin, a Broad Spectrum Antibiotic), *International Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences* Vol 3, Issue 3, p.p 30-37, 2011
- 9- Denise R. Ferrier, PhD, *Lippincott’s Illustrated Reviews: Biochemistr, Sixth Edition*, Drexel University College of Medicine, New York, 2014
- 10- Nguyen T., Nguyen V., kinetics and mechanism of graft polymerization of acrylic acid on to starch initiated with ceric ammonium nitrate, *Journal of Chemistry*, Vol. 48 (5), P. 621 - 626, 2010.
- 11- Kavilani neelam, sharma vijay, singh lalit, various techniques for the modification of starch and the applications of its derivatives, *International research journal of pharmacy*, vol 3, No 5, 2012.
- 12- Isam Y. M., Fakhru’l- Razi A., Suleyman A., Mansor B., Rahman A., Yunus W. M. Z., (Preparation and characterization of poly(methylmethacrylate) grafted sago starch using potassium persulfate as redox initiator), *Journal of Applied Polymer Science*, 94(5): 1891-1897, 2004.
- 13- Ahlam Ahmed Frayyih AL-Shihani, *Synthesis and Characterization of Graft Copolymers as Fillers of Dentistry*, Al-mustansiriyah University, Iraq, 2016
- 14- Susheel Kalia¹, M.W. Sabaa², *Polysaccharide Based Graft Copolymers*, ¹Dept. of Chemistry, Bahra University, India, ²Faculty of Science Cairo University, Egypt, New York, 2013.
- 15- Nguyen T.T, nguyen V., Kinetics and Mechanism of Great Polymerization of Acrylic Acid onto Starch Initiated with Ceric Ammonium Nitrate, *Journal of Chemistry*, Vol. 48 (5), P. 621 - 626, 2010
- 16- Firyal M.Ali Sana .H.Awad* Mena. M. Hamid, *Synthesis of Substituted Gelatine Grafted Maleic Anhydride as Drug Copolymer*, *Chemistry and Materials Research*, Vol.7 No.5, p.1-8, 2015

تحضير نشأ مطعم بالماليك انهدريد وتحميله بالدواء

أفريال محمد علي¹ محمد علوان فرحان^{2*}

١ قسم الكيمياء، كلية العلوم، الجامعة المستنصرية، بغداد، العراق.

٢ قسم الكيمياء، كلية العلوم، جامعة ديالى، ديالى، العراق.

الخلاصة

في هذا البحث تم تحويل تركيب النشا بتطعيمه بالماليك انهدريد (M1) كفاصل بواسطة نترات سريك امونيوم كبادئ مولد للجذور الحرة على هيكل النشا، ومن ثم تعويضه بالدواء الاميني الاموكسيلين (M2A) ، ان هذا التصميم يستخدم لإيصال الدواء بحيث يحرر كمية من الدواء المحمل بفترة زمنية اطول، بالإضافة الى كونه غير سام، قابل للتحلل، ويطيئ الهضم. البوليمر الدوائي الجديد تم تشخيصه بواسطة طيف الاشعة تحت الحمراء، طيف الرنين النووي المغناطيسي، طيف الاشعة فوق البنفسجية، التحليل المسعري الحراري والتفاضلي، وكذلك الفحص المجهرى الالكتروني. قيست صفاته الفيزيائية، تم تحليل البوليمر الدوائي المحضر في اوساط حامضية مختلفة بدرجة حرارية (٣٧ م°) خارج جسم الكائن الحي وسجلت كمية التحرر الدوائي عند الزمن صفر لمدة (٤) ايام .

الكلمات المفتاحية: - ماليك انهدريد | الاموكسيلين | الدواء البوليميري .

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.joiir@gmail.com). 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: 12 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: 12 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: 12 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: 12 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: 12 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. Nishiyama, A PEG-based biocompatible block cationomer 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. Philips: Eindhoven, The Netherlands; 49(1965) 4-10.

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

Editor-in-Chief

Engineer-Advisory Abdul Ghani F. AL- Jaaffar
Director General of The Corporation of
Research and Industrial Development

Deputy Editor-in-Chief
Dr.Eng.Ahmed Y.Qasim

Editorial Secretary
Bahaaddin H.Rashid

Consultant Board

Iraq Universities

- 1-Prof.Dr. Abdul Jabber Na'ma /AL-Nahrain University .
- 2- Prof. Dr. Ayad Abdul Aziz/ AL-Nahrain University.
- 3- Prof.Dr. Issam Fadhel Alwan/Baghdad University.
- 4-Prof. Dr.Harith Ibrahim Abud/Baghdad University.
- 5- Prof.Dr. Firas Aziz Rahi/ Pharmacy Collage.
- 6- Dr.Yahiya Kamal khalil/ Baghdad University .
- 7- Prof.Dr.Manal Jebar Seroor/Baghdad University
- 8- Dr. Nadia Abbas Ali/Baghdad University

Ministry of Industry and minerals

- 1- Dr. Mehdi Jello Mar'ee
- 2- Dr.Safaa Al deen Fakhri
- 3- Mr. Munther Abdul Rahman Ibrahim
- 4- Mr. Adel Ahmed Sabaa

International Board

- 1- Prof. Dr. Sabu Thomas/Mahatma Gandhi University\India .
- 2- Prof. Dr. Jum'a Salimon/ University Kebangsaan Malaysia.
- 3-Prof. Dr. Yarub Kahtan Al-Douri /Malaysia/University of Malaya

Editorial Staff

- 1- Saja Abbas Atta Head of staff
- 2- Salah Hassan Ali Member
- 3- Ahmed Hathiqa Hamid Member
- 4- Ali Majid Hameed Member

Editorial Board

**Ministry of Industry and
Minerals/Corporation o Research
&Industrial Development**

- 1- Dr. Faris A. Habeeb.
- 2- Dr.Inas Mehjin Noaman.
- 3- Dr. Ahmed A. Alwan.
- 4- Dr. Hashim Mohammed Zehrao.
- 5- Dr.Abdulla Adnan Abdulkarim.
- 6- Dr. waleed Mohammed Abud.
- 7- Dr. Alham Abdulhadi Khalaf.
- 8- Dr. Feryal Majeed Mehdi.
- 9- Prof.Dr. Yahiya Ishmael Khalil.
- 10- Dr. Abdul wahab Abdul Rezzaq.

Iraq Universities

- 1- Prof. Dr. Emad A. Yousif/AL-Nahrain University.
- 2- Dr. Ali H. Abdul Munaim Al – Hamdani/University of Technology
- 3-Dr. Saad A. Makki/Al-Mustansiryah University.
- 4- Prof.Dr.Taghreed Hashim Al-Noor /Baghdad University/ Ibn Al-Haithem Collage.
- 5- Prof. Dr. Menal Methat /Baghdad University.
- 6- Prof. Dr.Abdul Hussein Moyet Baghdad University.
- 7- Prof.Dr. Henan Kessab /Baghdad University.

Vol.4 No.2
2017

ISSN:2226 - 0722



JOURNAL OF IRAQI INDUSTRIAL RESEARCH

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