

E-ISSN 2523-0506  
P-ISSN 2226-0722

المجلد ٥ العدد ٢  
٢٠١٨

# المجلة العراقية للبحوث الصناعية



Email: [ijir@joir.gov.iq](mailto:ijir@joir.gov.iq) / [jiir.joiir@gmail.com](mailto:jiir.joiir@gmail.com)  
[www.joiir.gov.iq](http://www.joiir.gov.iq)

تصدر عن هيئة البحث والتطوير الصناعي/ وزارة الصناعة والمعادن  
رقم الايداع في دار الكتب والوثائق الوطنية - بغداد - ٢١٠٠ لسنة ٢٠١٥

Vol.5 No.2  
2018

E-ISSN 2523-0506  
P-ISSN 2226-0722

Vol.5 No.2 2018

Iraqi Journal of Industrial Research

# Iraqi Journal of Industrial Research

Issue by: Corporation of Research and Industrial Development  
Ministry of Industry and Minerals  
Email: [ijir@joir.gov.iq](mailto:ijir@joir.gov.iq) / [jiir.joiir@gmail.com](mailto:jiir.joiir@gmail.com)  
[www.joiir.gov.iq](http://www.joiir.gov.iq)

رئيس التحرير  
الاستاذ الدكتور حمودي عباس حميد

مدير التحرير  
بهاء الدين حميد رشيد

### هيئة التحرير

- ١٧- د. صفاء الدين فخري عبد المجيد / وزارة الصناعة والمعادن / هيئة المسح الجيولوجي
- ١٨- د. يوسف خلف يوسف / وزارة التعليم العالي والبحث العلمي / دائرة البحث والتطوير
- ١٩- د. أسو رؤوف مجيد / جامعة سليمانية
- ٢٠- أ.د. أياد عبد العزيز عباس / كلية العلوم/ جامعة النهرين
- ٢١- السيد منذر عبد الرحمن ابراهيم/ استشاري ومقوم لغة انكليزية
- ٢٢- السيد عادل احمد سبع / استشاري ومقوم لغة عربية
- ٢٣- د. عبد الوهاب عبد الرزاق محمد / استشاري
- ٢٤- أ.د. يعرب قحطان عبد الرحمن/ جامعة ملايا - ماليزيا
- ٢٥ - أ.د. عمر يونس قاسم / جامعة سالفورد مانشستر/ بريطانيا
- ٢٦ - أ.م. د. وسام عباس / جامعة اركنساس/ الولايات المتحدة

#### التحرير التقني والاداري

- ١- ر. مترجمين اقدم سجي عباس عطا رئيس الكادر
- ٢- ر. كيمياويين ليينا كريم املاح عضو
- ٣- م. ر. مبرمجين صلاح حسن علي عضو
- ٤- م. مهندس احمد حاذق حامد عضو
- ٥- م. مهندس علي ماجد حميد عضو
- ٦- فيزيايوي زينة عبد الرسول كاظم عضو

- ١- د. احمد يونس قاسم
- ٢- د. الهام عبد الهادي خلف
- ٣- د. احمد انور علوان
- ٤- د. ايناس محجن نعمان
- ٥- د. هاشم محمد زهراو
- ٦- د. عمر عبد الستار عبد الرزاق
- ٧- د. عبد الله عدنان عبد الكريم
- ٨- د. صادق كاظم تعبان
- ٩- أ.م. د. علي هادي عبد المنعم / مدير مركز تكنولوجيا الطاقة والطاقات المتجددة/ الجامعة التكنولوجية
- ١٠- أ.م. د. سعد عبد الرضا مكي/ كلية التربية/ الجامعة المستنصرية
- ١١- أ. د. تغريد هاشم النور/ كلية ابن الهيثم للعلوم الصرفة / جامعة بغداد
- ١٢- م. د. حنان جلال نوم كساب/ كلية الصيدلة/ جامعة بغداد
- ١٣- أ.د. عبد الجبار نعمة خليفة/ مساعد رئيس جامعة النهرين للشؤون العلمية
- ١٤- أ.د. منال جبار سرور/ كلية الادارة والاقتصاد/ جامعة بغداد
- ١٥- أ.د. عصام فاضل علوان/ معهد الهندسة الوراثية والتقنيات الاحيائية / جامعة بغداد
- ١٦- د. مهدي جلو مرعي/ وزارة الصناعة والمعادن/ شركة الزوراء العامة

# المجلة العراقية للبحوث الصناعية

تصدر عن  
هيئة البحث والتطوير الصناعي  
وزارة الصناعة والمعادن

رقم الايداع في دار الكتب والوثائق - بغداد ٢١٠٠ لسنة ٢٠١٥

## تعليمات النشر في المجلة العراقية للبحوث الصناعية

تصدر عن وزارة الصناعة والمعادن / هيئة البحث والتطوير الصناعي في مجلد سنوي يضم عددين.  
شروط النشر

يرجى تقديم طلب رسمي او ملئ استمارة طلب نشر واستمارة تعهد لغرض نشر بحثك والمنشورة على موقع المجلة الالكتروني [www.joiir.gov.iq](http://www.joiir.gov.iq) برغبتك بنشر بحثك العلمي في المجلة العراقية للبحوث الصناعية .  
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 مطبوعاً على ورقة من حجم (A4) معدة باستخدام برنامج التحرير (Microsoft Word) وباستخدام الخط العربي من اعدادات (Time New Roman) حجم ١٢ نقطة في عموم المتن (الا في حالة العنوان وغيره) , مسافة single . ستكون بحاجة الى تقديم نسختين ورقية من بحثك خلال مدة التقييم وعلى قرص مدمج بصيغة برنامج word . يتم تقديم البحوث إما عن طريق البريد الالكتروني:  
[ijir@joiir.gov.iq](mailto:ijir@joiir.gov.iq) , [jiir.joiir@gmail.com](mailto:jiir.joiir@gmail.com) أو البريد الاعتيادي على العنوان التالي :

هيئة البحث والتطوير الصناعي  
قسم الشؤون العلمية / شعبة الاصدارات العلمية  
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 مسبوق "تميز" 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.
- **العنوان الالكتروني:** ينبغي ادراج البريد الالكتروني للباحث المسؤول عن المراسلة في أسفل الصفحة الاولى بعد أسماء الباحثين وعناوينهم.  
**حجم الخط: ١٢ نقطة** **نوع الخط: مانل/عادي.**
- **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.
- حجم الخط: ١٢ نقطة** **نوع الخط: عادي**
- **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 العملية: المواد المستخدمة وطرائق العمل

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 الالفية الذكر. تكون عناوين الفصول غير مرقمة ومرتببة وفق حجم خط ١٢ نقطة غامق. أما العناوين الفرعية فيمكن ترقيمها بالحروف الابجدية.

- **الاشكال والجدول:** 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 الرأسية 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 ١٢ نقطة غامق.** يجب أن تكون عناوين المحاور الرأسية والأفقية مقرونة بشكل واضح وذات اعدادات ثابتة في جميع الأشكال.
- **الجدول:** 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.

**المصادر:**

- تكون المصادر ضمن الخمس سنوات الاخيرة واذا كان لايد من وضع مصدر قبل هذه الفترة المحددة فيجب ان لا تتجاوز نسبة ١٠% من العدد الكلي للمصادر .
- تدرج المصادر او 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 وحسب ظهوره في المتن ويوضع رقمه في المتن بعد نهاية الجملة وقبل النقطة او الفاصلة وتوضع ارقام المصادر بين قوسين مربعة [ ]. عند استخدام اكثر من مصدر في نفس المكان من المتن فتوضع الفوارز بينها اذا كانت غير متسلسلة مثل [2, 7, 9] او الشارحة اذا كانت متسلسلة مثل [3-5] او كلاهما اذا كانت بعضها متسلسلة مثل [2, 5, 7-9]. يجب ان تحتوي المصادر على ما لا يقل عن ٢٥% بحوث ولا تقبل المصادر غير الرصينة مثل الوكيبيديا ومواقع التواصل الاجتماعي والمنديات واليوتيوب الا في حالات نادرة جدا. يمكن استخدام المواقع الالكترونية للشركات للاستدلال عن خصائص منتج معين او مادة معينة مثلا. نشجع استخدام برنامج مندلي المتوفر مجانا لادارة المصادر.

# فهرس البحوث العربية

محتويات العدد الثاني / 2018

الصفحة

عنوان البحث

- 1-تصميم وتنفيذ منظومة متعددة المراحل لمنظومة تثليج ذاتية التعاقب .....1  
محمد نعمة خليفة، علاء حمزة سلوم، احمد صالح مهدي، مكي ناصر مجيد
- 2-تحضير وتشخيص مركبات جديدة للاسترات والهيدرازيدات باستخدام الماده الاساس ٤-امينو حامض البنزويك واختبار الفعالية البايولوجية .....12  
سهير سعدون حسين محمد، ابرار ناطق محمد زكي ، بيادر فاضل عباس
- 3-إزالة معادن (النحاس، النيكل والرصاص) من الماء الملوث بواسطة الكتلة الحية والجافة لطحلب ( chlorococcum humicola ) .....22  
منتهى نعمة ثويني، نجلاء عبد جاسم، خنساء حميد مجيد، ميامي حاكم عواد
- 4-تأثير التعرض لتراكيز مختلفة من  $C_0_2$  النقي في حياتية وفعالية تشكل الدهون الكلية لطحلب chlorococcum humicola ..... ٢٩  
ابراهيم مهدي السلطان، رغد صلاح محمد
- 5-استخلاص وتوصيف وتقييم فعالية مستخلص الفجل كمادة مضادة للبكتريا المسببة للتسوس خارج الجسم الحي.....38  
جمال سلمان جواد ، عبد الرزاق داود، ذكرى تركي عبد الحسين ، ايناس محجن نعمان ، حنان رشيد عبد الحميد ، حاتم حسين رميض.
- 6- استنباط تركيبية دوائية لمسحوق فيتامين E (١٥) % وحببة البركة (٥) % .....44  
محمد جاسم محمد، أريج علي عطية، لمى هاشم محمد
- 7- نترده سطوح الحديد المقاوم للصدأ ببلازما التفريغ المتوهج.....49  
سعد عبد الواحد طعمة، نور علي ناصر، فرح نايف ستار، احمد ماجد حسن، كريمة علي كاظم محمد شريف عبدالمنعم، منذر عبد الرحمن ابراهيم، شروق عبد الله عيدان





## تصميم وتنفيذ منظومة متعددة المراحل لمنظومة تثلج ذاتية التعاقب

\*محمد نعمة خليفة ، علاء حمزة سلوم ، احمد صالح مهدي ، مكي ناصر مجيد  
وزارة الصناعة والمعادن، هيئة البحث والتطوير الصناعي، مركز بحوث الطاقة المتجددة والبيئة  
بغداد، العراق

\*energy.environment.center@industry.gov.iq

### الخلاصة

تمت دراسة اداء منظومة تثلج تعاقبية آنية في ظروف خارجية مختلفة ونسب وزنية متغيرة لخليط مائع التثلج ، اذ تراوحت درجة حرارة المحيط الخارجي بين (20 °C) الى (30 °C) ، في حين تراوحت نسبة خليط مائع التثلج (R-134a/R-410A) من (20:80) الى (60:40) . ولغرض دراسة الموضوع عمليا تم بناء منظومة تثلج انضغاطية انية، باستخدام ضاغط دوراني واحد سعة (2 t) تبريد ، فضلا عن المعدات الأخرى من مكثف ومبخر مغمور بالماء و فاصلة طور . بينت الدراسة ان درجة حرارة المحيط الخارجي تؤثر بشكل كبير على درجة حرارة المبخر، حيث ان زيادة درجة حرارة المحيط من (20 °C) الى (30 °C) تؤدي الى ارتفاع درجة حرارة المبخر من (-21.5 °C) الى (-1 °C) . للحصول على درجة حرارة منخفضة في المبخر عمل على زيادة نسبة مائع التثلج (R-410A) في خليط مائع التثلج ، حيث ان انخفاض النسبة الوزنية لمائع التثلج (R-410A) من (80 - 40) % يؤدي الى ارتفاع درجة حرارة المبخر من (-21.5 °C) الى (-13 °C) ، اي ان احسن نسبة وزنية لمائع التثلج (R-410A) هي (80) % . ونسبة وزنية (20) % لمائع التثلج (R134a) ، ان زيادة النسبة الوزنية لمائع التثلج (R-410A) تؤدي الى انخفاض في معامل اداء الدورة ، حيث ان معامل اداء الدورة يرتفع من (0.37) الى (0.59) عند انخفاض نسبة مائع التثلج (R-410A) من (80 - 40) % . وبالمقابل زيادة النسبة الوزنية لمائع (R-410A) تؤدي الى زيادة ضغط الدفع من (1050 kPa) الى (1250 kPa) عند درجة حرارة محيط خارجي تساوي (20 °C) . وكذلك تؤدي الى زيادة نسبة الانضغاط بين ضغطي الدفع والسحب .

**الكلمات المفتاحية :** منظومات انضغاطية متعددة المراحل ، صمام تمدد، دورات البيئة التقليدية ، غازات التبريد .

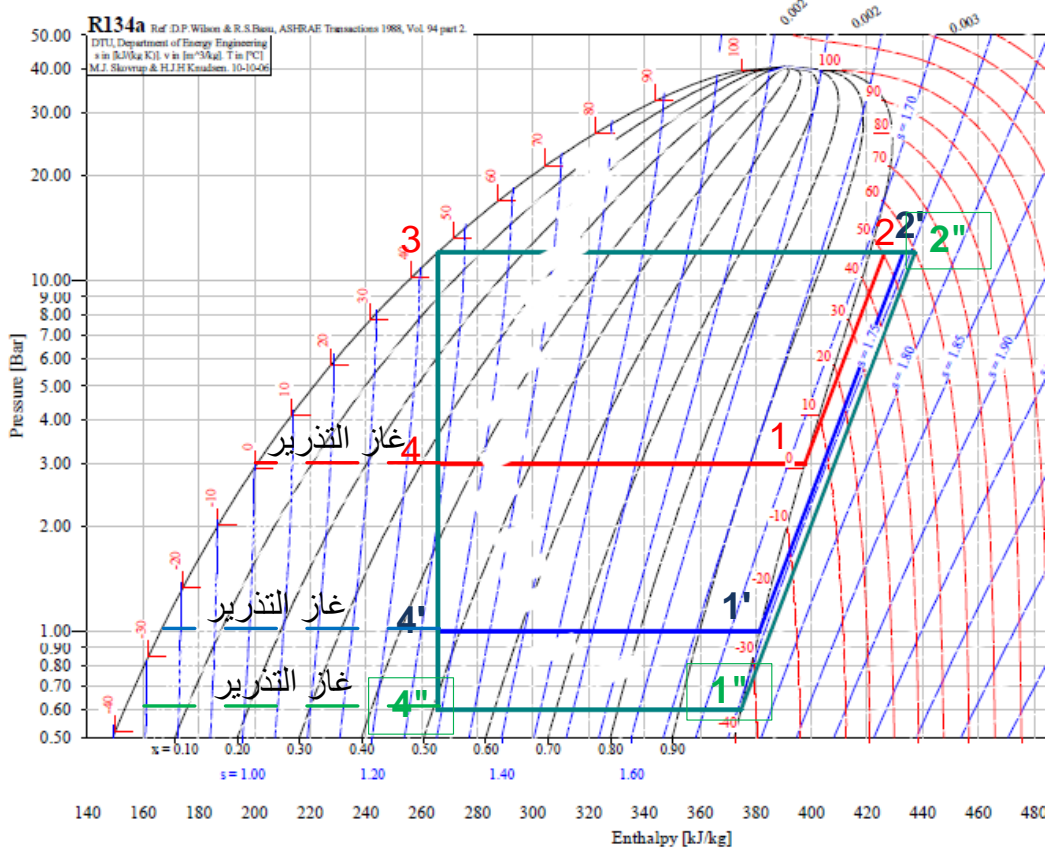
2018© Corporation of Research and Industrial Development. All rights reserved

### المقدمة

يعتبر علم التثلج من العلوم الحديثة الذي استطاع الانسان من خلاله حفظ الاغذية لمدة طويلة نسبيا فضلا عن تحقيق راحة الانسان من خلال توفير البيئة المناسبة للعيش في الاجواء الحارة والباردة . مر علم التثلج بعدة مراحل و من خلال البحوث العديدة استطاع الانسان الوصول الى درجات حرارة منخفضة لغرض استخدامها في التطبيقات الصحية والصناعية والزراعية .  
تعمل منظومات التثلج التقليدية بمرحلة انضغاط واحدة بين ضغطين ، الأول هو ضغط منخفض واحد (ضغط المبخر) وضغط عالي واحد (ضغط المكثف) ، ويتحسن أداء المنظومة كلما كان الفرق بين الضغطين قليلا ، أو بعبارة أخرى كلما كان الفرق بين درجتي حرارة المكثف و المبخر صغيرا . أي أن سعة التثلج وكفاءة المنظومة تعتمد بشكل أساس على الفرق بين درجتي حرارة التكثيف والتبخير (وكذلك الضغوط المناظرة لهما) ، فكلما زاد الفرق قلت السعة والكفاءة وبالعكس .  
في بعض التطبيقات الخاصة يكون الفرق فيها بين درجتي حرارة التكثيف والتبخير كبيرا ، إما بسبب الحاجة الى رفع درجة حرارة التكثيف بحيث تكون أكبر من درجة حرارة المحيط ، أو بسبب الحاجة الى الحصول على درجات حرارة منخفضة في المبخر، أو الاثنين معا . مثال ذلك مصانع تجميد المواد الغذائية التي تتطلب أن تصل درجة حرارة المبخر بحدود (-40 °C) وفي المصانع الكيميائية ، ولتسييل الغازات قد تصل درجة الحرارة إلى (-150 °C) . كما إن متطلبات درجة حرارة التكثيف قد تكون عالية وخصوصا عند استخدام منظومة التثلج كمضخة حرارية (Heat Pump) . فعند هذه الظروف يصبح استخدام المنظومات الاعتيادية (بمرحلة انضغاط واحدة) غير اقتصادي وغير عملي . والشكل (1) يبين تأثير انخفاض درجة حرارة المبخر عند بقاء درجة حرارة المكثف ثابتة ، اذ لوحظ زيادة بخسائر التمدد (Throttling) و زيادة درجة حرارة تجميد البخار ودرجة حرارة الغاز الخارج من الضاغط وكمية البخار الداخل للمبخر والحجم النوعي للغاز الداخل للضاغط . و كنتيجة لهذه الزيادات فإن تأثير تبريدي المنظومة سينخفض مع ارتفاع شغل الانضغاط وينتج عن ذلك انخفاض معامل أداء (COP) منظومة الانضغاط بمرحلة واحدة . وبشكل عام تكون درجة حرارة المبخر في المنظومات العاملة بموانع التثلج الهالوجينية الامونيا ، بحدود (-30 °C) للمنظومات ذات الانضغاط بمرحلة ، في حين انها تساوي (-60 °C) للمنظومات العاملة بمرحلتين انضغاط ، وتكون درجة حرارة المبخر أقل من ذلك اذا كان الانضغاط بثلاث مراحل .



في تطبيقات أخرى تكون الحاجة الى توفير درجات حرارة مختلفة في المنظومة الواحدة، وهذا يتم من خلال تزويد المنظومة بعدد من المبخرات العاملة كل يعمل عند درجة حرارة معينة ، مثال ذلك مصانع الألبان التي تحتاج فيها احد المبخرات عند درجة حرارة تقارب (2 °C) لتثليج الحليب في حين يستخدم المبخر الاخر عند درجة حرارة (-30 °C) لتصليد الثلجات . ففي مثل هذه الحالات يكون من المفيد استخدام منظومة واحدة متعددة المبخرات (Multi-Evaporators) .



شكل (1) مخطط الضغط المحتوى الحراري لدورة تبريد تعمل بضغوط تكثيف وتبخير مختلفة [1]

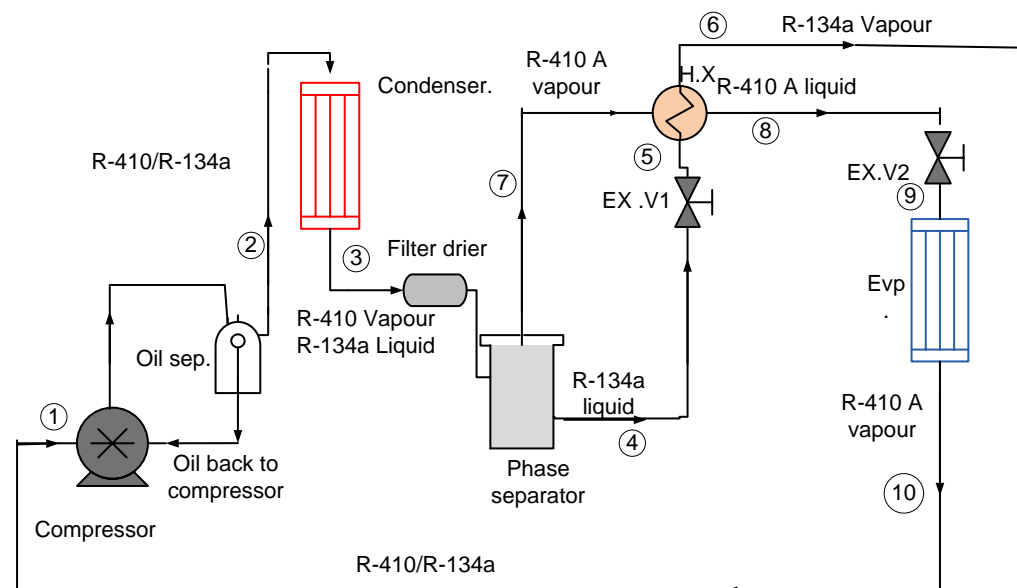
لوحظ في الشكل (1) زيادة شغل الضاغط (1-2) مع ازدياد الفرق بين ضغط التكثيف وضغط التبخير، ومع زيادة شغل الضاغط قل معامل اداء الدورة . [2]

ويمكن حل مشكلة الوصول الى درجات حرارة منخفضة باستخدام أحد من الطرق التالية :

- 1- منظومات متعددة الانضغاط multi-compression systems
- 2- منظومات متعددة المبخرات multi-evaporator systems
- 3- منظومات تعاقبية cascade systems

وسيركز البحث الحالي على المنظومات التعاقبية التي تقسم الى قسمين هما : المنظومة التعاقبية التقليدية وهي التي تحوي على ضاغطين او اكثر حسب نوع التطبيق ، ويستخدم فيها مائع تثليج نقي ، اما النوع الثاني : فهو المنظومات التعاقبية الانية Auto-cascade system والتي تتميز باستخدام ضاغط واحد ولكن تختلف عن الاولى كونها تستخدم خليط لمائعي تثليج او اكثر على شرط ان يكون الخليط زيوتروبي (Zeotropic mixture) . ويمكن الاستفادة من هذه الانواع من الخلائط عن طريق استخدام احد مائعي التثليج الذي تكون درجة غليانه مرتفعة في تكثيف مائع التثليج الثاني والذي تكون درجة غليانه منخفضة ، ومن ثم استخدام المائع الاخير في عملية التثليج. يبين الشكل (2) منظومة تثليج تعاقبية انية العمل ، تتكون المنظومة من ضاغط دوراني يقوم بضغط بخار خليط مائعي التثليج (R-410/R-134a) الى ضغط تكثيف مائع التثليج (R-134a) الى النقطة (2) في الشكل ، يدخل بخار مائعي التثليج المذكور أنفاً الى المكثف عند ضغط عال ، وتطرح الحرارة الكامنة لتبخير (R-134a) ويتكثف فقط مائع التثليج (R-134a) كون درجة غليانه مرتفعة مقارنة بمائع التثليج (R-410 A) ، يخرج الخليط من المكثف عند الضغط العالي على شكل سائل مائع التثليج (R-134a) وبخار (R-410A) . يدخل الخليط أنفاً الى فاصل الطور عند النقطة (3) عبر المرشح المجفف ، وفي فاصل الطور يسحب بخار مائع التثليج (R-410A) من الاعلى عند النقطة (6) ، في حين ان سائل مائع التثليج (R-134a) من الاسفل عند النقطة (4) ، ليتمدد مائع التثليج عند النقطة (5) ، وبعدها يدخل الى المبادل الحراري . في المبادل الحراري يقوم مائع التثليج (R-134a) بتكثيف بخار مائع التثليج (R-410A) في حين ان مائع التثليج (R-134a) يتحول الى بخار عند النقطة (6) ليذهب الى خط السحب الثانوي . يخرج سائل مائع التثليج (R-410A) من المبادل الحراري عند النقطة (8) ليتمدد في صمام التمدد الثاني فينخفض ضغطه ودرجة حرارته ، ومنه الى المبخر ليسحب الحمل الحراري ويتحول الى بخار

يختلط مع بخار مائع التثليج (R-134a) عند النقطة (1) ومنه الى الضاغط . ان الهدف من هذه العملية هو استخدام مائع التثليج R-410A للحصول على درجات حرارة منخفضة، وحيث ان درجة غليان مائع التثليج (R-410A) منخفضة لذا لا يمكن تكثيفه باستخدام الهواء الخارجي ، ويقوم بعملية التكثيف مائع التثليج الثانوي (R-134a) . اي بعبارة اخرى يقوم المبادل الحراري مقام المبخر بالنسبة لمائع التثليج (R-134a) ومقام المكثف بالنسبة لمائع التثليج (R-410A) . تستخدم فاصلة الزيت في هذا النوع من المنظومات كون الدورة تعتبر مفتوحة في فاصل الطور مما يؤدي الى تجمع الزيت في فاصل الطور وبالتالي عطب الضاغط، لذا تستخدم فاصلة الزيت لعزل الزيت عن مائع التثليج قبل ذهابه الى المكثف.



Auto cascade Refrigeration system

### شكل (2) منظومة تثليج (+31) متعددة المراحل آنية [3]

درس العديد من الباحثين منظومة التثليج التعاقبية الآنية وسيذكر (بشكل مختصر) عدد من البحوث في هذا المجال ، قام الباحثون (M.Q. Gong, et al) [4] بدراسة قاعدة غازات التثليج الاحادية بدون فاصل اطوار، اما الثانية : فهي منظومة التثليج انضغاطية متعددة نوعين من المنظومات الاولى : المنظومات الاحادية بدون فاصل اطوار، اما الثانية : فهي منظومة التثليج انضغاطية متعددة المراحل تحوي على فاصل اطوار . بينت النتائج ان المنظومة متعددة المراحل امكانية تحسين ادائها الديناميكي في حالة استعمال الخلائط ذات درجة الغليان العالية ، ويقل الاداء في حالة استخدام خلائط ذات درجات غليان الواطئة . اثبتت النتائج ايضا ان خواص الموائع من المؤشرات المهمة في تصميم انظمة التبريد التي تستعمل خلائط الغازات ، كذلك في حالة استعمال خليط مثالي فان كلا الدوريتين التي (تحوي فاصل اطوار او لم تحو فاصل اطوار) تكون متقاربة في الاداء . اما الباحثون (YUHua- [5]) ming and XU Yan-Sheng صمموا ثلاثة انواع من منظومات التثليج متعددة المراحل التي تستخدم خليط مائعي التثليج (R134a/R23) وتمت دراسة العوامل المسيطرة مثل درجة الحرارة ، معامل الاداء ، درجة الحرارة الخارجية ، حثت وقورنت عندما تتغير كتلة المائع المتجمد وكذلك عند تغير درجة حرارة المبخر . في حين ان الباحثين (Rajinder Kumar Sidhu et al) [6] قاموا بالتحري عن درجة الحرارة الخارجية لخليط مائع التثليج من المبخر باستعمال موديل (Fuzzy) لمنظومات التثليج ذاتية التعاقب . ان هذه المنظومات بينت استحالة الحفاظ على اعلى ضغط مع تحديد المزيج المستخدم لخليط المائع بالمقارنة مع انظمة انضغاط الغاز التي تستعمل الكربون النقي الذي لا يسبب الصدا . استعمل خليط مائعي التثليج (R744/R290) في منظومة التثليج كمائع خليط ، وبينت الدراسة ان المنظومات كانت اكثر نموذجية مقارنة مع تصاميم الاجزاء المتعارف عليها وتم استعمال ضواغط مغلقة ذات قدرة اكثر من 10 hp (7.5Kw) وكذلك استنتجوا من الدراسة بأن الانظمة تمتلك نسبة انضغاط جيدة جدا وكفاءة حجمية عالية . صمم وبنى الباحثان (D.Parekha and P.R Tailor) [7] منظومة متعددة المراحل استعمال فيها زوجان من خلائط موائع التثليج الاول : (R404A-R508B) والثاني : (R410A-R23) . وتمت المقارنة بين مساحة انتقال الحرارة للمكثف والمبخر (في المبادل الحراري) بالنسبة للمنظومتين تحت نفس الظروف ، ولوضع محدد ، وجد ان تأثير درجة حرارة التكثيف ودرجة حرارة التبخير لمساحات انتقال حرارة المبادلات الثلاثة لخليط مائعي التثليج (R410A-R23) تحتاج الى مساحة انتقال حرارة أقل من المنظومة المشحونة بخليط مائعي التثليج (R404A-R508) وأن صغر مساحة انتقال الحرارة هذا يعني انها تكون اقتصادية ورخيصة وأقل من ناحية الوزن وصغر المساحة التي تشغلها . وان النتائج بينت ان معامل انتقال الحرارة (R23) دائما اكبر مما هو عليه (R410A) . درس الباحثون (XueliNie ; et al) [8] تأثير عدد مراحل المنظومة على معامل اداء المنظومة وتكونت الدراسة من منظومة ضغط احادية ومنظومة تثليج رباعية المراحل ، وبينت الدراسة ان درجة حرارة سائل محلول التبريد في الخزان ذات سعة (5 L) قد وصلت (150 K) . وتم تحليل عملية التبريد بعد الخنق (صمام تمدد) ، وكذلك تمت دراسة تغيير النسبة الوزنية لخليط مائع التثليج على اداء المنظومة . بينت النتائج الاختبارية ان المنظومة تحتاج الى (24 hrs و 12min) تقريبا كي تحقق هبوط في درجة الحرارة للمحلول الثانوي في الخزان من درجة (290 K) الى (150 K) وان اقل

درجة حرارة يمكن ان يصل اليها هي ( $-120^{\circ}\text{C}$ ) وان سعة التبريد تصل نحو ( $7\text{ W}$ ) . صمم و بنى الباحث (Xiu) وآخرون [9] منظومة تجريبية لدراسة جدوى وأداء دورة تثلج تعاقبية مزدوجة . اذ شغل الجهاز في وضعين : وضع المرحلة المزدوجة ووضع المرحلة الأحادية بحيث أمكن تشغيل دورة درجة الحرارة المنخفضة جنباً إلى جنب مع دورة درجة الحرارة المرتفعة أو يمكن تشغيلها بشكل مستقل . تؤكد النتائج التجريبية جدوى التشغيل المستقل لدورة درجة الحرارة المنخفضة. كما قدمت اقتراحات مفصلة لتحسين معامل الأداء الدورة التجريبية. صمم الباحث [10] (TianZiao,ZhagHua) منظومة تثلج ثنائية المراحل واستعمل مائع التثلج (R404A) والمائع (R23) . ان مؤشرات النتائج الاختبارية في المرحلتين تشير ان معدات التبريد أعطت درجة حرارة مستقرة ( $-80^{\circ}\text{C}$ ) وأن هياكل منظومة التثلج الثنائية تتكون من اجزاء بسيطة . ان النتائج والفحوصات قد حلت والهدف من البحث :

يهدف البحث الحالي الى دراسة أداء منظومة تثلج تعاقبية انية تعمل في ظروف العراق الجوية ، و سيستخدم مائع تثلج صديقة للبيئة و تخطط بنسب معينة للحصول على مائع تثلج زيوتروبي (Zeotropic mixture) ، و ستبنى منظومة تثلج سعة ( $2\text{ t}$ ) تثلج عن طريق استخدام ضاغط دوراني ومكثف ومبخر وصمامي تمدد ومبادل حراري وفاصل طور، و ستدرس العوامل المؤثرة على أداء منظومة التثلج التعاقبية الأنوية . وستعرض النتائج على شكل منحنيات بيانية و تناقش النتائج ومدى تأثير العوامل المحيطة على اداء المنظومة.

التحليل النظري للمنظومة التعاقبية :

من خلال الاعتماد على القانون الاول للديناميك الحراري مع اجراء الموازنة الحرارية لكل جزء من اجزاء الدورة المبينة في الشكل (2) يمكن حساب الشغل المبذول في الضاغط و سعة المكثف و المبخر و حساب كتل مائع التثلج في الدورة ، وكما يأتي [11] :

القدرة المستهلكة في الضاغط :

$$P_{\text{comp}} = \dot{m}_1 \cdot (h_2 - h_1) \dots \dots \dots (1)$$

حيث ان :

$P_{\text{comp}}$ : القدرة المستهلكة في الضاغط ( $\text{W}$ ) .

$\dot{m}_1$ : كتلة خليط مائع التثلج المارة في الضاغط ( $\text{kg/s}$ ) .

$h_1$  و  $h_2$ : المحتوى الحراري لمائع التثلج عند الدخول والخروج من الضاغط على التوالي ( $\text{kJ/s}$ ) .

اما الحرارة المطرودة من المكثف فتحسب من المعادلة التالية :

$$Q_{\text{cond}} = \dot{m}_1 \cdot (h_3 - h_2) \dots \dots \dots (2)$$

حيث ان :

$Q_{\text{cond}}$ : الحرارة المطرودة من المكثف ( $\text{W}$ ) .

$h_2$  و  $h_3$ : المحتوى الحراري لمائع التثلج عند الدخول والخروج من المكثف على التوالي ( $\text{kJ/s}$ ) .

لموازنة الحرارية لفاصل الطور

$$\dot{m}_3 \cdot h_3 - \dot{m}_7 \cdot h_7 - \dot{m}_4 \cdot h_4 = 0 \dots \dots \dots (3)$$

حيث ان :

$\dot{m}_3$ : كتلة خليط مائع التثلج الداخلة لفاصل الطور ( $\text{kg/s}$ ) .

$\dot{m}_7$ : كتلة مائع التثلج R-410A والخارجة من فاصل الطور ( $\text{kg/s}$ ) .

$\dot{m}_4$ : كتل مائع التثلج R-134a الخارجة من فاصل الطور ( $\text{kg/s}$ ) .

$h_3$ : المحتوى الحراري لخليط مائع التثلج الداخل لفاصل الطور ( $\text{kJ/s}$ ) .

$h_7$ : المحتوى الحراري لمائع التثلج R-410A والخارج من فاصل الطور ( $\text{kJ/s}$ ) .

$h_4$ : المحتوى الحراري لمائع التثلج R-134a الخارجة من فاصل الطور ( $\text{kJ/s}$ ) .

الموازنة الحرارية للمبادل الحراري :

$$\dot{m}_5 \cdot h_5 + \dot{m}_7 \cdot h_7 - \dot{m}_6 \cdot h_6 - \dot{m}_8 \cdot h_8 = 0 \dots \dots \dots (4)$$

حيث ان :

$\dot{m}_8$  و  $\dot{m}_7$ : كتل مائع التثلج (R-410 A) الداخلة والخارجة من المبادل الحراري ( $\text{kg/s}$ ) .

$\dot{m}_5$  و  $\dot{m}_6$ : المحتوى الحراري لمائع التثلج R-134a الداخلة والخارجة من المبادل الحراري ( $\text{kg/s}$ ) .

$h_8$  و  $h_7$ : المحتوى الحراري لمائع التثلج R-410 A الداخل والخارج من المبادل الحراري ( $\text{kJ/s}$ ) .

$h_5$  و  $h_6$ : المحتوى الحراري لمائع التثلج R-134a الداخل والخارج من المبادل الحراري ( $\text{kJ/s}$ ) .

السعة الحرارية للمبخر يمكن ان تحسب من المعادلة التالية :

$$Q_{\text{evap}} = \dot{m}_9 \cdot (h_{10} - h_9) \dots \dots \dots (5)$$

حيث ان :

$\dot{m}_g$ : كتلة خليط مائع التثليج R-134a المارة في المبخر (kg/s) .  
 $h_9$  و  $h_{10}$ : المحتوى الحراري لمائع التثليج R-134a عند الدخول والخروج من المبخر على التوالي (KJ/s) .

اما معامل اداء الدورة فيحسب من المعادلة التالية :

$$COP = \frac{Q_{evap}}{P_{comp}} \dots\dots\dots (6)$$

### الجزء العملي

لغرض دراسة اداء منظومة تثليج تعاقبية تم بناء منظومة تثليج انضغاطية متعاقبة سعة (2 t) تثليج يمكن من خلالها دراسة تأثير المتغيرات الخارجية والنسبة الوزنية لخليط مائع التثليج على اداها، وتتكون المنظومة بشكل مختصر مما يأتي :

1- الضاغط : اختيار ضاغط دوراني (Rotary compressor) سعة (2 t) تثليج احادي الطور، واستخدام الضاغط لضغط خليط مائعي التثليج (R-410A/R-134a) .

2- فاصلة زيت (Oil Separator) : تستخدم فاصلة الزيت لاحتواء الزيت فيها لمنع تداوله خلال منظومة التثليج، وإذ ان وجود فاصل الطور قد يكون عائقا لعودة الزيت الى الضاغط مرة ثانية ، وفاصلة الزيت عبارة عن اسطوانة قطر (11 cm) ، ارتفاع (26 cm) تحوي فاصلة الزيت على انبوب يستلم بخار مائع التثليج المحمل بزيت الضاغط من الاعلى ، ويخرج انبوبين من فاصلة الزيت الاول : من الاعلى لخروج بخار مائع التثليج الخالي من الزيت ، والثاني : من اسفل فاصلة الزيت والذي يعيد الزيت الى الضاغط عبر صمام عوامة .

3- مكثف (Condenser) : استخدم مكثف مبرد بالهواء القسري تتناسب سعته مع مجموع سعتي الضاغط والمبخر، يحوي على مروحة محورية أحادية الطور بفرق جهد (220 V) ، يتكون المكثف من (16) انبوب مزعف بقطر (9 mm) موزعة على (4) صف و (8) أعمدة .

4- فاصل طور (Phase Separator) : يتكون فاصل الطور من اسطوانة نحاسية قطر (8 cm) و ارتفاع (25 cm) صنعت محليا ، الغرض من فاصل الطور هو فصل سائل مائع التثليج (R-134a) عن بخار مائع التثليج (R-410A) بعد عملية التثليج مباشرة .

5- المبادل حراري (Heat Exchanger) : يعمل المبادل الحراري في هذه الدورة عمل مكثف بالنسبة لمائع التثليج (R-410A) وكمبخر بالنسبة لمائع التثليج (R-134a) ، حيث يتم تكثيف مائع التثليج (R-410A) ليكون مهيبا للاستخدام في المبخر ، و المبادل الحراري من نوع انبوبين متداخلين (Tube in Tube) بقطر خارجي (3 cm) وطول كلي يساوي (30 cm) .

6- صمام تمدد (Expansion Valve) : تم استخدام صمامي تمدد حراري (Thermo-static expansion valve) سعة (1 t) تبريد . استخدم الاول لتمدد سائل مائع التثليج (R-134a) قبل المبادل الحراري ، في حين استخدم الصمام الثاني لتمدد سائل مائع التثليج (R-410A) قبل المبخر .

7- مبخر (Evaporator) : تم استخدام مبخر من نوع ملف واسطوانة (Shell and coil) وكان قطر الانبوب المستخدم لصناعة الملف يساوي (12.5 cm) و بطول كلي يساوي (100 cm) ، اما الاسطوانة التي تحوي الملف فكانت بقطر (24 cm) وارتفاع (28 cm) ، وسعة (18 L) ، ولعدم وجود مبخر بهذه السعة في الاسواق المحلية صنع محليا .

8- قياس الضغط ودرجات الحرارة في عدة اماكن في المنظومة وكما مبين في الشكل (3) . تتكون اجهزة القياس من مقاييس الضغط (Pressure Gage) حيث تم قياس الضغط في اربعة اماكن واستخدمت مقاييس ضغط من نوع انبوبة بوردن (Bourdon tube) بمدى قياس من (0 bar) الى (35 bar) بالنسبة للضغط العالي و من (0 bar) الى (18 bar) بالنسبة للضغط البيئي لصمام التمديد لغاز (R-410A) ومن (0 bar) الى (35 bar) بالنسبة للضغط البيئي لصمام التمديد لغاز (R-134a) ومن (0 bar) الى (18 bar) للضغط الواطئ .

9- قياس درجات الحرارة : استخدمت مزدوجات حرارية (Thermo-couples) نوع (K) يحوي كل مزدوج حراري مقياس رقمي خاصا به .

10- ملحقات اضافية (Accessories) : حوت منظومة التثليج التعاقبية الأنوية على عدد من الملحقات الاضافية تضمنت (5) صمامات يدوية لأغراض الصيانة ، فضلا عن (3) زجاجة بيان لغرض معرفة طور مائع التثليج في اماكن محددة .

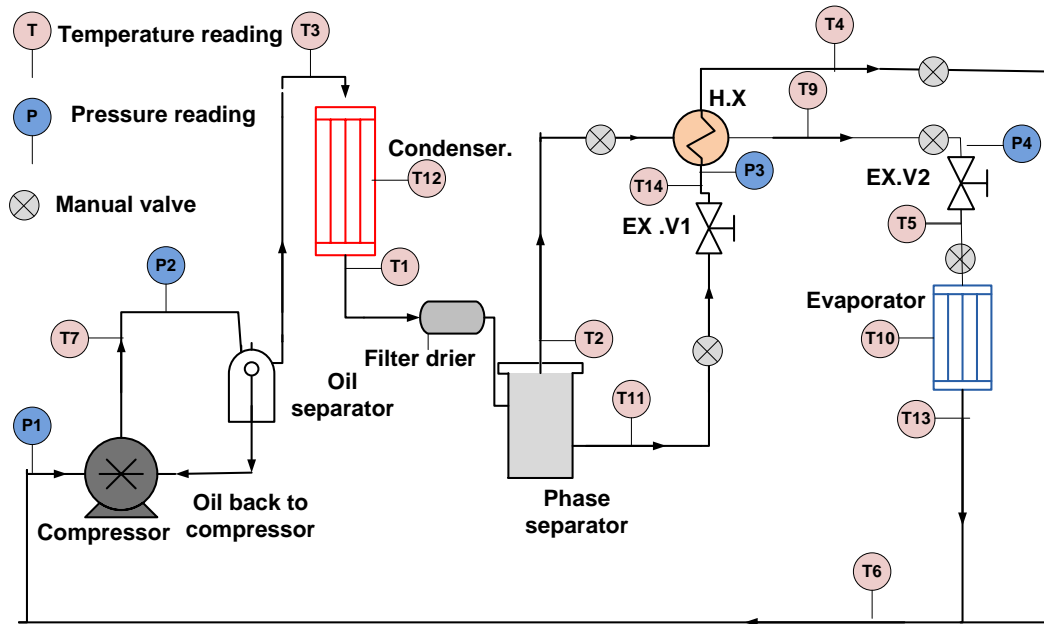
في كل تجربة من التجارب شغلت المنظومة لمدة (2 hrs) الى ان وصلت الى الحالة المستقرة ، والتي تم خلالها ثبات درجات الحرارة والضغط ، اخذت القراءات المطلوبة ، درست المتغيرات التالية :

أ- تأثير النسبة الوزنية لخليط مائع التثليج : تمت دراسة اربعة نسب وزنية لخليط مائع التثليج (R-134a/R-410 A) وكما يأتي (20:80) و (40:60) و (50:50) و (60:40) ، درس تأثير الظروف الخارجية على كل نسبة وزنية مذكورة آنفا .

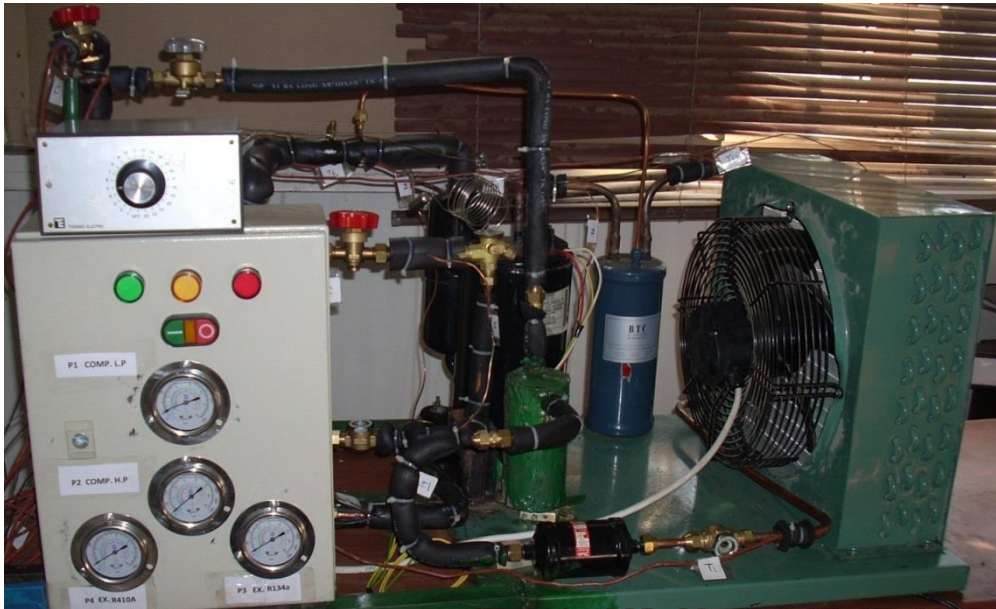
ب- تأثير الظروف الخارجية على اداء المنظومة : درست ثلاثة ظروف خارجية تعرض لها المكثف وهي (20 °C ، 25 ، 30) وبعد الانتهاء من دراسة تأثير الظروف الخارجية على النسبة الوزنية ، فرغت المنظومة واعيد شحنها بالنسبة الوزنية الجديدة .

وتم بناء المنظومة بعد تجميع المعدات آنفا وربطت بأنابيب نحاسية ذات اقطار مناسبة وكما مبين في الشكل (4) .





شكل (3) اماكن قياس درجات الحرارة والضغط على دورة التثليج التعاقبية الآتية



شكل (4) صورة فوتوغرافية لمنظومة التثليج التعاقبية الآتية

### النتائج والمناقشة

بين الشكل (5) تأثير درجة حرارة المحيط الخارجي على درجتي حرارة السحب والدفع ونسبة الانضغاط، من خلال الشكل يلاحظ ارتفاعاً ملحوظاً في درجة حرارة سحب مائع التثليج، ويعود سبب ذلك الى انخفاض كفاءة المكثف في تكثيف مائع التثليج (R-134a) مع ارتفاع درجة حرارة الهواء الخارجي الذي يستخدم لتبريد المكثف، وبالمقابل لوحظ انخفاض درجة حرارة الدفع لبخار مائع التثليج، ويعود سبب ذلك الى انخفاض كمية الحرارة المسحوبة من قبل المبخر، مما أدى الى انخفاض درجة حرارة التجميد المناظرة لضغط التشبع، وبالتالي انخفاض درجة حرارة التجهيز لمائع التثليج. ويبين الشكل انخفاض نسبة الانضغاط بسبب انخفاض درجة حرارة الدفع التي تؤثر بشكل مباشر على ضغط الدفع.

بين الشكل (6) تأثير درجة حرارة المحيط على ضغوط السحب والدفع والضغط المتوسط، لوحظ ارتفاعاً في جميع ضغوط الدورة، بسبب انخفاض كفاءة التكثيف مع ارتفاع درجة حرارة الهواء الخارجي، وكذلك لوحظ انخفاض نسبة الانضغاط بسبب ان الزيادة في ضغط السحب تكون اقل من الزيادة في ضغط الدفع.

بين الشكل (7) تأثير درجة حرارة المحيط الخارجي على كل من التأثير التبريدي وشغل الضاغط ومعامل الاداء ودرجة حرارة المبخر، لوحظ من الشكل ان درجة حرارة المحيط تؤثر تأثيراً كبيراً على درجة حرارة المبخر، حيث ترتفع درجة حرارة المبخر من حوالي (-22 °C) عند درجة حرارة المحيط تساوي (20 °C) الى (-2 °C) عند درجة حرارة محيط تساوي (30 °C).

وبالمقابل لوحظ تحسنا في معامل اداء الدورة مع ارتفاع درجة حرارة المحيط ، مما ادى الى ارتفاع معامل الاداء من (0.37) الى (0.59) عند ارتفاع درجة حرارة المحيط من (20 °C) الى (30 °C) ، وكذلك انخفاض في كمية مائع التثليج (R-134a) عند ارتفاع درجة حرارة المحيط ، مما ادى الى زيادة في النسبة الوزنية الداخلة الى المبخر . مع انخفاض درجة حرارة المحيط الخارجي تزداد نسبة مائع التثليج (R-134a) المتكثفة وبالتالي تقل النسبة الوزنية الداخلة الى المبخر . اما بالنسبة للتأثير التبريدي لوحظ انخفاضه مع ارتفاع درجة الحرارة وصاحب هذا الانخفاض انخفاضاً آخر في معدل تدفق مائع التثليج مما ادى الى انخفاض سعة المبخر نسبة الى قدرة مستهلكة ثابتة تقريبا في الضاغط ، هذا كله ادى الى ارتفاع معامل الاداء مع ارتفاع درجة حرارة المحيط الخارجي . تم في هذا البحث دراسة تأثير نسبة خليط مائع التثليج على اداء منظومة التثليج المتعاقبة الآنية.

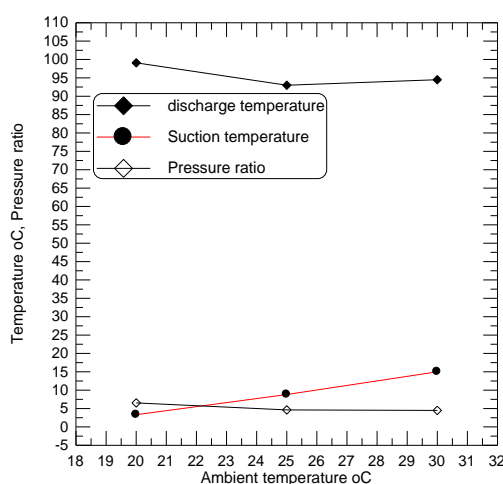
بين الشكل (8) تأثير النسبة الوزنية لمائع التثليج على درجة حرارة المبخر لمختلف درجات حرارة الجو، اذ لوحظ من الشكل ان زيادة النسبة الوزنية لمائع التثليج (R-410A) ادى بالتاكيد انخفاض في درجة حرارة المبخر وذلك بسبب انخفاض درجة حرارة غليان مائع التثليج نسبة الى مائع التثليج (R-134a) مما ادى الى فرض مائع التثليج (R-410A) خواصه على اداء الدورة ككل ، مع انخفاض النسبة الوزنية لمائع التثليج (R-410A) لوحظ ارتفاع في درجة حرارة المبخر بسبب مشاركة مائع التثليج (R-134a) خواصه مع مائع التثليج (R-410A)، مع زيادة النسبة الوزنية لمائع التثليج (R-134a) لوحظ طغيان خواص مائع التثليج على اداء الدورة ، لوحظ من الشكل أنفاً ايضاً ان زيادة درجة حرارة المحيط الخارجي أدت الى زيادة في درجة حرارة المبخر لجميع النسب الوزنية لمائع التثليج ، ويعود السبب الى وجود كمية من مائع التثليج (R-134a) مع مائع التثليج (R-410A) في المبخر .

بين الشكل (9) تأثير النسبة الوزنية لمائع التثليج على درجة حرارة التكثيف لمختلف درجات حرارة الجو، لوحظ من الشكل هنالك زيادة في درجة حرارة التكثيف لمختلف درجات حرارة المحيط، الى وصول نسبة خلط تساوي (40:60) (R-134a/R-410A) والتي يكون عندها أعلى درجة حرارة تكثيف لمختلف درجات حرارة المحيط . لوحظ بعد زيادة نسبة مائع التثليج (R-134a) الى اكثر من (40 %) حدوث انخفاضا ملحوظا في درجة حرارة التكثيف.

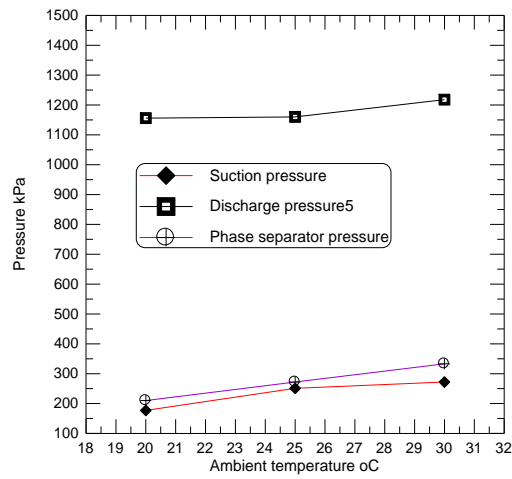
بين الشكل (10) تأثير النسبة الوزنية لمائع التثليج على درجة حرارة التجهيز لمختلف درجات حرارة الجو، أمكن ملاحظة انخفاض درجة حرارة التجهيز مع انخفاض نسبة مائع التثليج (R-410A) ويعود سبب ذلك الى ان درجة حرارة مائع التثليج (R-410A) عند ضغط معين هي اكبر من درجة حرارة مائع التثليج (R-134a) . لوحظ زيادة نسبة مائع التثليج (R-134a) عند انخفاض درجة حرارة تجهيز مائع التثليج .

بين الشكل (11) تأثير النسبة الوزنية لمائع التثليج على درجة حرارة السحب لمختلف درجات حرارة الجو. لوحظ من الشكل ان سلوك درجة حرارة السحب تكاد تكون تقريبا متشابهة ، اذ بين الشكل ان تأثير النسبة الوزنية لخليط مائع التثليج كان قليلاً، في حين درجة حرارة المحيط الخارجي أثرت بشكل سلبي وبقوة على درجة حرارة السحب .

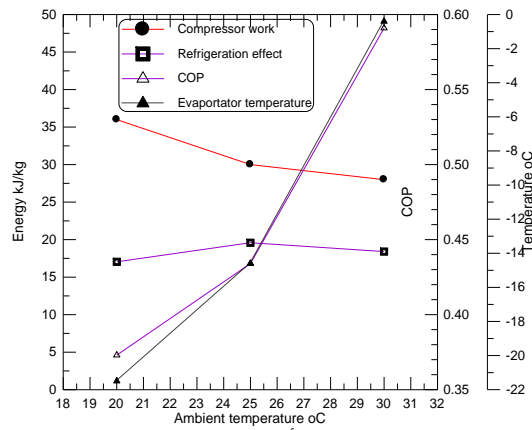
بين الشكل (12) تأثير النسبة الوزنية لمائع التثليج على ضغطي السحب والدفع لمختلف درجات حرارة الجو، لوحظ من الشكل ان ضغط السحب كما في درجة حرارة السحب المبينة (في الشكل 11) لا يتأثر بشكل كبير مع تغير النسبة الوزنية لخليط مائع التثليج ، ولكن لوحظ انخفاضاً ملحوظاً في ضغط الدفع سبب ذلك الى زيادة النسبة الوزنية لمائع التثليج (R-134a) والذي كان ضغطه منخفضاً مقارنة مع ضغط مائع التثليج (R-410A) ، أمكن ملاحظة تأثير درجة حرارة المحيط على ضغطي السحب والدفع بوضوح ، اذ ان زيادة درجة حرارة المحيط أدت الى زيادة كل من ضغطي السحب والدفع لجميع النسب الوزنية لخليط مائع التثليج. بين الشكل (13) تأثير النسبة الوزنية لمائع التثليج على نسبة الانضغاط لمختلف درجات حرارة الجو، اذ لوحظ من الشكل انخفاض نسبة الانضغاط مع زيادة النسبة الوزنية لمائع التثليج (R-134a) بسبب انخفاض ضغط مائع التثليج (R-134a) كما ذكرنا اعلاه.



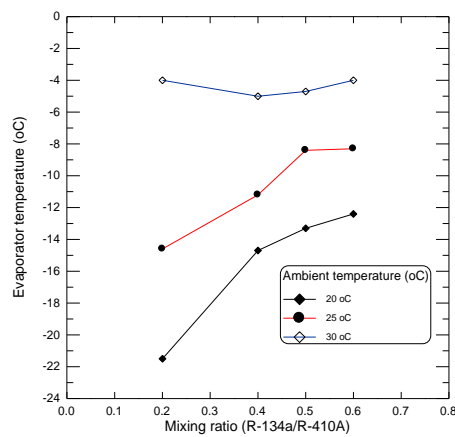
شكل (5) تأثير درجة حرارة المحيط الخارجي على درجتي حرارة السحب والدفع ونسبة الانضغاط



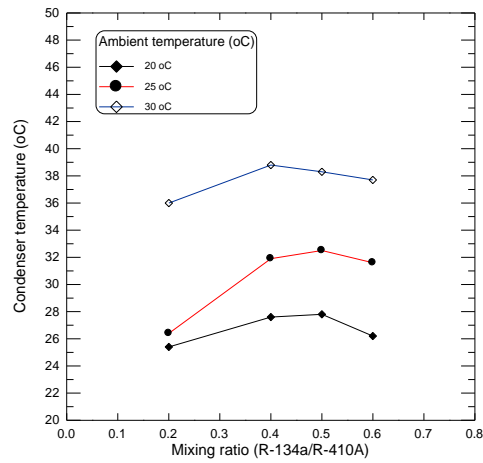
شكل (6) تأثير درجة حرارة المحيط على ضغوط السحب والدفع والضغط المتوسط



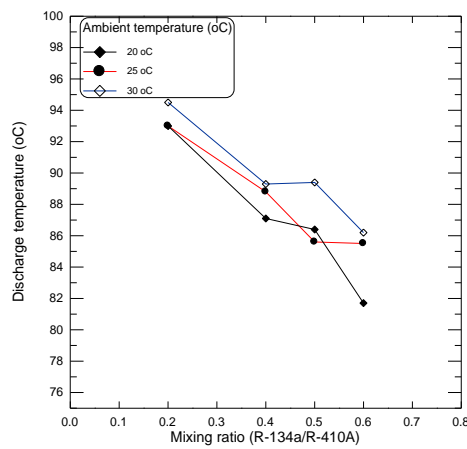
شكل (7) تأثير درجة حرارة المحيط الخارجي على كل من التأثير التبريدي وشغل الضاغط ومعامل الاداء ودرجة حرارة المبخر



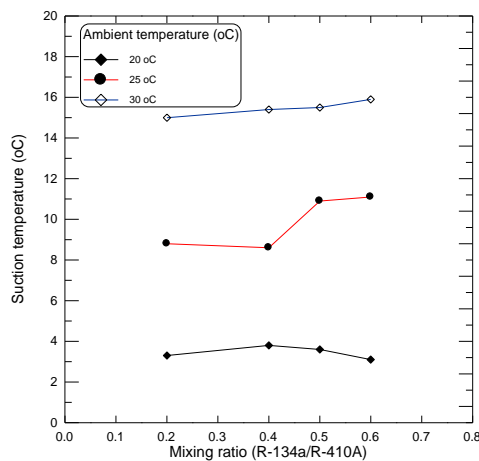
شكل (8) تأثير النسبة الوزنية لمائع التثليج على درجة حرارة المبخر لمختلف درجات حرارة الجو



شكل (9) تأثير النسبة الوزنية لمانع التثليج على درجة حرارة التكثيف لمختلف درجات حرارة الجو

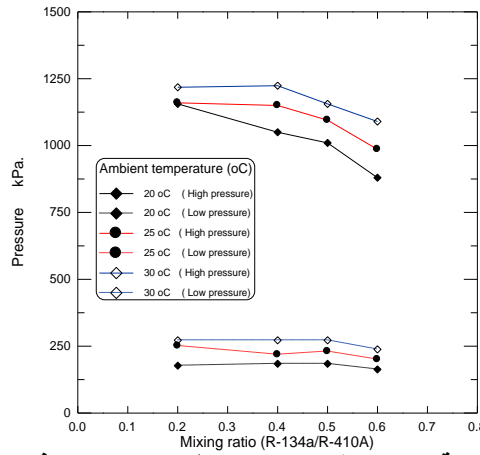


شكل (10) تأثير النسبة الوزنية لمانع التثليج على درجة حرارة التجهيز لمختلف درجات حرارة الجو

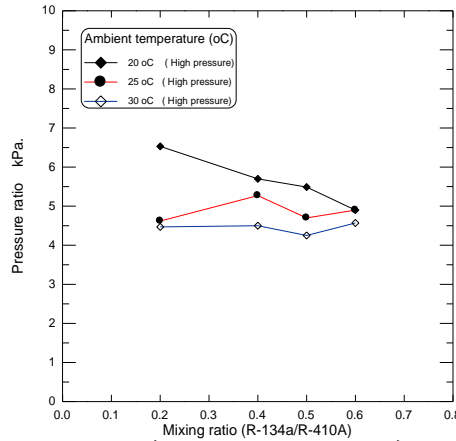


شكل (11) تأثير النسبة الوزنية لمانع التثليج على درجة حرارة السحب لمختلف درجات حرارة الجو





شكل (12) تأثير النسبة الوزنية لمائع التثليج على ضغطي السحب والدفع لمختلف درجات حرارة الجو



شكل (13) تأثير النسبة الوزنية لمائع التثليج على نسبة الانضغاط لمختلف درجات حرارة الجو

#### الاستنتاجات

- من خلال النتائج العملية التي تم استعراضها يمكن استنتاج ما يأتي :
- 1- ان احسن نسبة وزنية لمائع التثليج (R-410A) هي (80 %). ونسبة وزنية (20 %) لمائع التثليج (R134a).
  - 2- تؤثر درجة حرارة المحيط الخارجي على درجة حرارة المبخر بشكل كبير، حيث زيادة درجة المحيط من (20 °C) الى (30 °C) تؤدي الى ارتفاع درجة حرارة المبخر من (-21.5 °C) الى (-12 °C).
  - 3- للحصول على درجة حرارة منخفضة في المبخر نعمل على زيادة نسبة مائع التثليج (R-410A) في خليط مائع التثليج ، حيث ان انخفاض النسبة الوزنية لمائع التثليج (R-410A) من (80 %) الى (40 %) يؤدي الى ارتفاع درجة حرارة المبخر من (-21.5 °C) الى (-13 °C) ، اي يمكن القول ان احسن نسبة وزنية لمائع التثليج (R-410A) هي (80 %).
  - 4- زيادة النسبة الوزنية لمائع التثليج (R-410A) تؤدي الى انخفاض في معامل اداء الدورة ، اذ ان معامل اداء الدورة يرتفع من (0.37) الى (0.59) عند انخفاض نسبة مائع التثليج (R-410A) من (80 %) الى (40 %).
  - 5- زيادة النسبة الوزنية لمائع (R-410A) تؤدي الى زيادة ضغط الدفع من (1050 kPa) الى (1250 kPa) عند درجة حرارة محيط خارجي تساوي (20 °C). وكذلك تؤدي الى زيادة نسبة الانضغاط بين ضغطي الدفع والسحب .

- [1] ASHRAE refrigeration handbook, 2010
- [2] AmeerShukerWali ,”The Sensitivity of the Auto Cascade Refrigeration System To Refrigerant Mass Ratio Change “, Mater Thesis , technical College / Baghdad , 2013.
- [3] مدونة التثليج العراقية 2013
- [4] M.Q. Gong, J.F. Wu, E.G. Luo" Performances of the mixed-gases Joule–Thomson refrigeration cycles for cooling fixed-temperature heat loads ", Springer /Physics and Astronomy/ Crycoolers / 2002/part12 page 523-530.
- [5] YU Hua-ming, XU Yan-sheng" Design and Analysis of Three Type Auto-refrigeration Cascade System", Shunde polytechnic, Shunde 528300, China, 2008.
- [6] Rajinder Kumar Sidhu,1 Jagdev Singh2, Simranpreet Singh Gill " Simulation of Temperature of R744/ R290 Refrigerant at Evaporator Outlet in Auto-Cascade Refrigeration Ssystem", IJEST/ International Journal of Engineering Science and Technology College of Engineering, Gurdaspur, Punjab India/vol3No.4 April 2011.
- [7] D. Parekh and P. R. Tailor "Numerical Simulation of Heat Exchanger Area of R410A-R23 and R404A-R508B Cascade Refrigeration System at Various Evaporating and Condensing Temperature", International Journal of Aerospace and Mechanical Engineering , 2011.
- [8] XueliNie ; Bei Zhang ; Dan Zhou ; Jiakai Wang ; Zhimin Wang " Design and Experimental Investigation on a 150K Auto-Cascade Refrigeration System", Springer 2011.
- [9] Xiu-fang Liu, Jiong-hui Liu, Hong-li Zhao, Qiao-yu Zhang, Juan-li Ma “Experimental study on a –60 °C cascade refrigerator with dual running mode", Springer, 2012.
- [10] TianZi'ao, Zhang Hua "Experiment of Cascade Refrigerating System for a Low Temperature Refrigerator", Institute of Refrigeration Technology, University of Shanghai for Science and Technology, Shanghai 200093, China, 2012.
- [11] W.F. Stoecker and W.P. Jones, “Refrigeration and Air-Conditioning, 2<sup>nd</sup> edition, McGraw Hill, 1982.

## Design and Implementation of a Multi-Stage Auto-Cascade Refrigeration System

Mohammed N. Khalifa , Alaa H.Sallloom , Ahmed S. Mahdi, Makki N. Majeed  
 Ministry of Industry & Minerals, Corporation of Research and Industrial Development, Renewable  
 Energy and Environment Research Center  
 Baghdad, Iraq

### Abstract

The performance of auto-cascade refrigeration unit was studied under different out-door conditions, and different mass ratio of mixed refrigerant (R-134a / R-410A). The outdoor temperatures were varied from (20 °C) to (30 °C), while the mass ratio of (R-134a / R-410A) was ranging from (20:80) to (60:40) . An auto-cascade refrigeration unit was built for this purpose. A (2 t) rotary compressor, with condenser, evaporator, and phase separator were used to build the unit. The experimental results showed that, outdoor temperature has a significant effect on the evaporator temperature, so, evaporator temperature show an increases from (-21.5 °C) to (-1 °C), as the outdoor temperature increased from (20 °C) to (30 °C). The mass ratio also showed a significant effects on evaporator temperature, COP, and pressure ratio evaporator temperature increased from (-21.5 °C) to (-13 °C) as the mass ratio of (R-410A) reduces from (80 %) to (20 %) , while the (COP) reduces from (0.59 to 0.37) as the mass ratio of (R-410) reduced from (80 %) to (20 %) , while the discharge pressure increased from (1050 kPa) to (1250 kPa) .

**Keywords:** Auto cascade, Multi- evaporators, Phase separator, Refrigerants.



## تحضير وتشخيص مركبات جديدة للاسترات والهيدرازيدات باستخدام المادة الاساس 4-امينو حامض البنزويك واختبار الفعالية البيولوجية

سهير سعدون حسين<sup>1\*</sup>، ابرار ناطق محمد<sup>2</sup>، بيدار فاضل عباس<sup>3</sup>  
<sup>1</sup> وزارة العلوم والتكنولوجيا، دائرة البحث والتطوير الصناعي  
<sup>2</sup> وزارة العلوم والتكنولوجيا، دائرة الطاقات المتجددة  
<sup>3</sup> كلية العلوم الجامعة المستنصرية، قسم الكيمياء  
بغداد، العراق

\*Email: suhair\_sadoon2000@yahoo.com

### الخلاصة

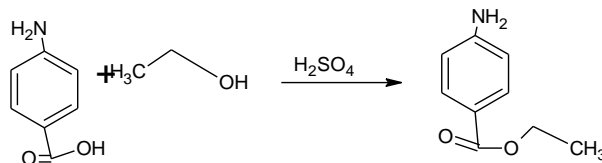
تم تحضير مركبين من مشتقات الاسترات والهيدرازيدات باستخدام المركب الاساس 4-(propan-2-ylidene amino) benzoic acid (S<sub>1</sub>) الذي حضر بأضافة الأستون الى حامض البنزويك بوجود الايثانول المطلق ، حضر مشتق الاستر (S<sub>2</sub>) باضافة زيادة من الكحولات الى المادة الاساس لتحضير مشتق الاستر ، المشتق وهي مركبات الهيدرازيدات (S<sub>3</sub>) من خلال مفاعلة المشتق الاستر مع الهيدرازين المائي (99 %) ، شخضت المركبات المحضرة باستخدام الاشعة تحت الحمراء والاشعة فوق البنفسجية ، شخضت المركبات المحضرة بالطرق الفيزيائية من لون ودرجة انصهار ودراسة الفعالية البيولوجية باستخدام البكتيريا السالبة (E-coli, Pseudomonas aeruginosa) والموجبة لصبغة غرام (Bacillus cereus , Staphylococcus aureus) ، أظهرت النتائج ان المركب (S<sub>1</sub>) بتركيز (0.254 mg / ml) كان لها الاكثر تأثيرا ضد انواع البكتيريا المستخدمة وانحصرت مناطق التنشيط بين (22-15 mm) وبتركيز (0.22 mg / ml) كانت (20-14 mm) وان المركب (S<sub>2</sub>) كان مؤثر على جميع انواع البكتيريا وكانت مناطق التنشيط بين (18-10 mm) في حين المركب (S<sub>3</sub>) بالتركيز (0.467 mg / ml) المذاب في الماء اثر فقط على بكتيريا (E.coli) وبكتيريا (Bacillus cereus) وكانت (9 mm) في حين المركب (S<sub>3</sub>) ذو التركيز (0.4464 mg / ml) المذاب في الماء و الكحول بنسب متساوية اثر على بكتيريا (Staphylococcus aureus) و (Pseudomonas aeruginosa) ولم يؤثر على النوعين الاخرين (9 mm) وعند زيادة تركيز المركب (S<sub>3</sub>) المذاب في الماء بتركيز (0.64 mg / ml) فحص فقط لنوعين من البكتيريا وكان ذا تأثير عليها وهي (Pseudomonas aeruginosa) (E.coli) وكانت (17-15 mm) .

**الكلمات المفتاحية:** الهيدرازين المائي ، حامض البنزويك ، الايسيتون ، البكتيريا .

2018© Corporation of Research and Industrial Development. All rights reserved

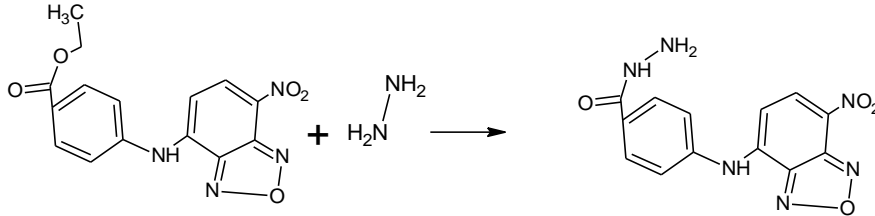
### المقدمة

ان المركبات العضوية الحلقية لها أهمية طبية وصناعية كبيرة في حياتنا اليومية ومن هذه المركبات الاسترات والهيدرازيدات اذ استخدمت الاسترات العضوية في عمل الكثير من العقاقير الطبية واشهرها (الاسبرين) وزيت المروخ الذي يستخدم كدهان موضعي حيث يمتص عن طريق الجلد لتخفيف الالم الروماتزمي [1] ، ويدخل الاستر في تركيب الاسبرتام وهو مادة سكرية صناعية [2] اما وقائي من بعد احتشاء عضلة القلب وعلاج للدهون الثلاثية ويدخل الاستر في تركيب الاسبرتام وهو مادة سكرية صناعية [2] اما المركب (benzocain) استخدم كعقار مضاد للاورام السرطانية عندما تقترن بالانيونات البوليمرية [3] كما ان المركبات الاسترية لها فعاليتها تازيرية مع بعض انواع المضادات الحيوية وايضا استخدم الاستر كوقود حيوي صناعي كبديل عن الوقود الاعتيادي ويستخدم ايضا كمخدر موضعي ويدخل في تركيب المراهم المضادة لاشعة الشمس ويدخل في ادوية التخدير واخيرا يستخدمه المسافرون في منع التقيء اثناء السفر بالطائرة [4] . وقد حضر (benzocain) من مفاعلة بارا امينو بنزويك مع الايثانول بوجود حامض الكبريتيك [5]



اما مركبات الهيدرازيدات فهي مركبات مهمة ايضا كونها مركبات وسطية لتحضير مشتقات الثاوسيميكاربازايد [6] والاكسادايازول [7] وقواعد شيف [8] ولها تأثير طبي فعال ضد السل المسببة له بكتيريا (*Mycobacterium tuberculosis*) [9]

لمركبات الهيدرازيدات القدرة على الارتباط بالعديد من العناصر مثل النحاس والزنك والكوبلت والحديد كما انها تستخدم ايضا لتكوين الليكنيدات التي تحوي على الاوكسجين والنتروجين وقد حضر المركب 4-[(7-nitro-2,1,3-benzoxadiazol-4-yl)amino] benzoate بمفاعلة المركب ethyl 4-[(7-nitro-2,1,3-benzoxadiazol-4-yl)amino] benzoate مع الهيدرازين [10]



4-[(7-nitro-2,1,3-benzoxadiazol-4-yl)amino]benzohydrazide

واظهرت مركبات الهيدرازيدات - هيدرازين عالية فعالية ضد البكتيريا السالبة والموجبة لصبغة غرام والفطريات وخمائر (*Candida spp*) [11] وكذلك اثبتت فعاليتها كمضاد لفايروس الكبد نوع (C) وفي تثبيط خلايا سرطان الكبد [12] في هذا البحث تم تحضير مواد جديدة من مشتقات الهيدرازيد والتي اثبتت فعاليتها ضد (4) انواع من البكتيريا المرضية .

### الجزء العملي

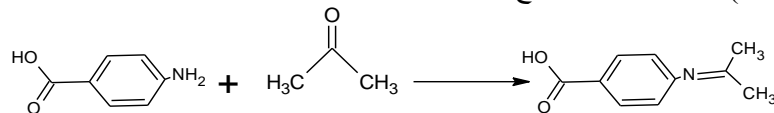
المواد المستخدمة: 4-أمينوحمض البنزويك ، أستون ، ايثانول ، حامض الكبريتيك المركز ، هيدرازين مائي ، وسط الاكار المغذي الوسط المغذي السائل .

الأجهزة المستخدمة :

- 1- جهاز قياس درجة الانصهار (LTD) By bibbysterilin (SMPS) - أنكليزي المنشأ .
- 2- جهاز قياس الاشعة تحت الحمراء ABB. SPECTROLABHORIZON MB<sup>TM</sup> - أنكليزي المنشأ .
- 3- جهاز قياس الاشعة فوق البنفسجية (SHIMADZU) 50PSUV-Visible-spectro photometer
- 4- جهاز الموصدة (معقم لتعقيم الاوساط والادوات) - كوري المنشأ .
- 5- الحاضنة (حاضنة لحضن النماذج) - كوري المنشأ .

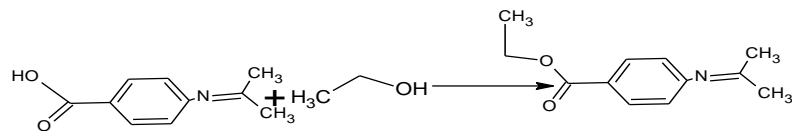
المركبات المحضرة :

- 1- تحضير المركب (S<sub>1</sub>) 4-(propan-2-ylidene amino)benzoic acid يذاب (0.008 mol) (0.411 g) من المركب 4-امينوحمض البنزويك في (20 ml) من الايثانول المطلق ، يضاف اليه (0.003 mol) (0.21 ml) من الاستون ، يصعد مزيج التفاعل لمدة (4-5 hrs) ، يترك ليبرد ويرشح الراسب المتكون وتعاد بلورته بالمذيب المناسب كما في معادلة التفاعل التالية :



2- تحضير المركب (S<sub>2</sub>) ethyl 4-(propan-2-ylidene-amino)benzoate

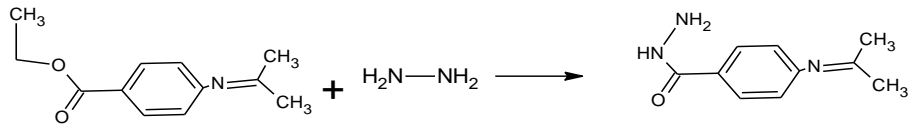
- أضيف حامض الكبريتيك المركز (6 ml) الى المركب (S<sub>1</sub>) في الايثانول المطلق (10 ml) مل تدريجيا مع التحريك والتبريد ، صعد المزيج لمدة (3 hrs) ، برد مزيج التفاعل بأضافة جريش الثلج مع التحريك المستمر ، عدلت حامضيته بمحلول (NH<sub>4</sub>OH) (25 %) رشح الاستر وغسل بالماء البارد عدة مرات ، أعيدت بلورته بواسطة الايثانول حسب المعادلة التالية :



3- تحضير المركب (S<sub>3</sub>) 4-(propan-2-ylidene amino benzohydrazide)

- أذيب (0.05 mol) من الاستر(المحضر سابقا في (250 ml) من ايثانول المطلق) وأضيف اليه (0.285 mol) (13.8 g) من الهيدرازين المائي (99 %) صعد المزيج لمدة (3 hrs) ليبرد ويرشح وتعاد بلورته بالمذيب المناسب الايثانول حسب المعادلة التالية وبين جدول (1) شكل واسم المركبات المحضرة :





جدول (1) شكل واسم المركبات المحضرة

No. comp	Structure compound	Name compound
S <sub>1</sub>		4-(propan-2-ylidene amino)benzoic acid
S <sub>2</sub>		ethyl 4-(propan-2-ylidene amino)benzoate
S <sub>3</sub>		4-(propan-2-ylidene aminobenzohydrazide)

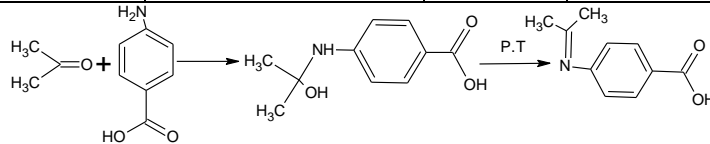
Comp.: Compounds

## النتائج والمناقشة

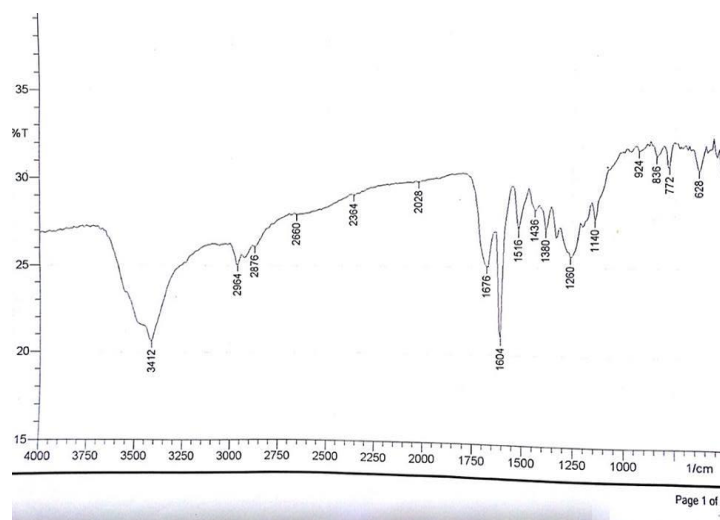
حضر مركبان جديان هما : استر حامض البنزويك وهيدرازيد حامض البنزويك باستخدام المركب الأساس (4-(propan-2-ylidene amino) benzoic acid) والمحضر من تفاعل 4-امينو حامض البنزويك مع الاستون بوجود الايثانول كما في ميكانيكية التفاعل التالي جدول (2)

جدول (2) الخواص الفيزيائية للمركب (S<sub>1</sub>)

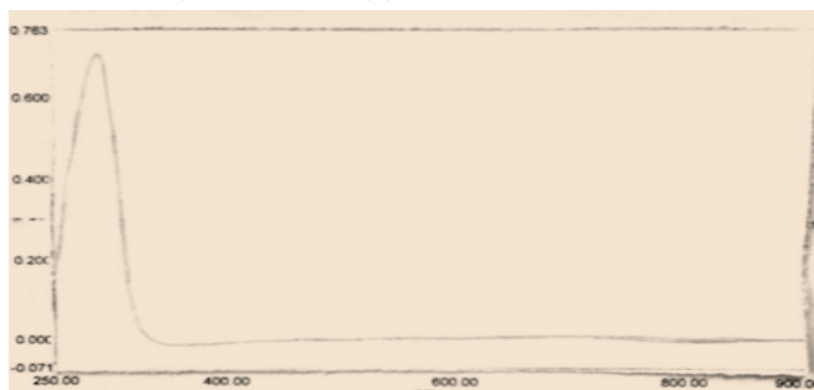
No. Comp	Recrystallization	Formal Formula	M.P.C	Yield (%)	Color
S <sub>1</sub>	Ethanol	C <sub>10</sub> H <sub>11</sub> NO <sub>2</sub>	190-192	80	White



وشخص المركب الأساس (4-(propan-2-ylidene amino)benzoic acid) بطيف الأشعة تحت الحمراء اذ اظهرت حزمة امتصاص عند (1604 cm<sup>-1</sup>) تعود الى الأصفره (C=N) شكل (1) وبيئت ايضا ظهور حزمة الكربونيل (C=O) بمقدار (1676 cm<sup>-1</sup>) للمركب (S<sub>1</sub>) اما طيف الاشعة فوق البنفسجية شكل (2) اظهرت حزمة انتقال بقيمة (λ<sub>max</sub> = 344 nm) ، تعود الى الانتقال (n→π\*) و(π→π\*) على التوالي وبين جدول (3) جميع قيم الاشعة تحت الحمراء والاشعة فوق البنفسجية للمركبات المحضرة .



شكل (1) يبين طيف الاشعة تحت الحمراء للمركب 4-(propan-2-ylidene amino)benzoic acid (1)



شكل (2) يبين طيفا الاشعة فوق البنفسجية للمركب 4-(propan-2-ylidene-amino) benzoic acid (1)

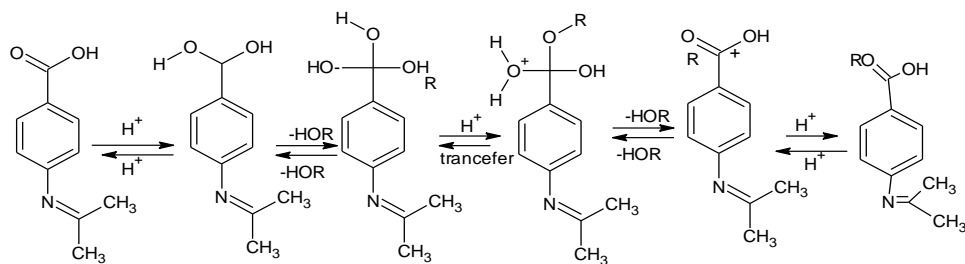
جدول (3) يبين جميع قيم الاشعة تحت الحمراء والاشعة فوق البنفسجية للمركب (S<sub>1</sub>)

No. Comp	U.V nm $\lambda_{max}$	Characteristic band of I.R spectra (cm <sup>-1</sup> .KBr disc)						
		(C- H) al	(C- H) Ar	(C=O)	(O-H)	(C=N)	(C=C)	(C-N)
S <sub>1</sub>	344 290	2876	2964	1676	3412	1604	1516	1260

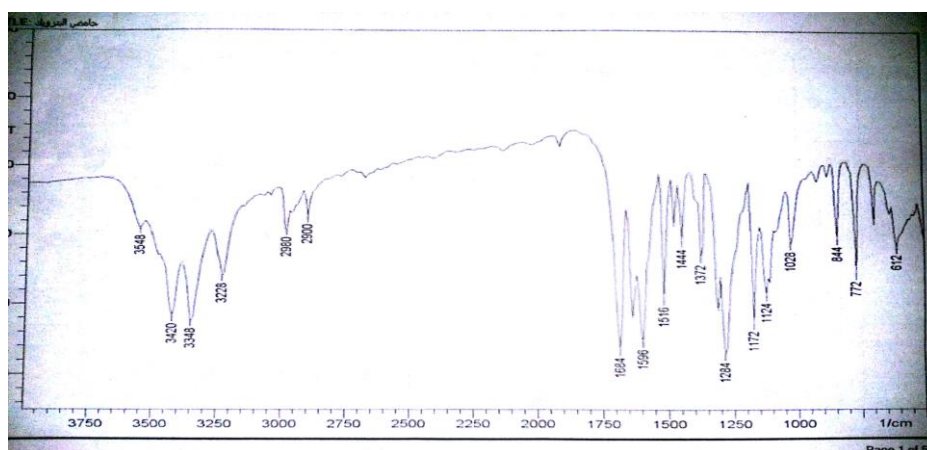
حضر المركب ethyl 4-(propan-2-ylidene-amino)benzoate (S<sub>2</sub>) باضافة زيادة من الكحولات (الايثانول) الى المركب الاساس (S<sub>1</sub>) وبتصعيد لمزيج التفاعل لمدة (3 hrs) واطافة ثلاثة قطرات من حامض الكبريتيك المركز في مجروش الثلج جدول (4):

جدول (4) الخواص الفيزيائية للمركب (S<sub>2</sub>)

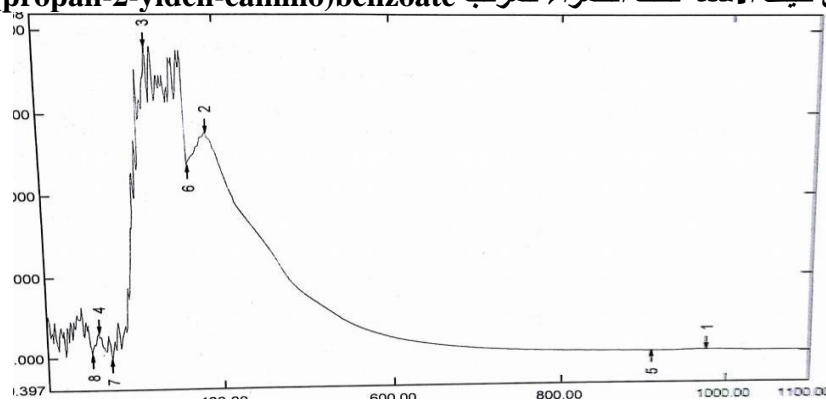
No. Comp	Recrystallization	Formal Formual	M.P.C	Yield (%)	Color
S <sub>2</sub>	Ethanol	C <sub>12</sub> H <sub>15</sub> NO <sub>2</sub>	88-90	80	Off White



شخص المركب ethyl 4-(propan-2-ylidene-amino)benzoate ( $S_2$ ) باستخدام طيف الأشعة تحت الحمراء وظهرت شكل (3) الحزم التالية ظهور مجموعة الكربونيل ( $-C=O$ ) بقيمة ( $1700\text{ cm}^{-1}$ ) واختفاء مجموعة ( $OH$ ) عند ( $3400-3600\text{ cm}^{-1}$ ) وظهور حزمة الأستر ( $C-O$ ) وهي ما بين ( $1172-1124\text{ cm}^{-1}$ ) أما طيف الأشعة فوق البنفسجية شكل (4) أظهرت حزمة انتقال بقيمة ( $\lambda_{\text{max}} = 274\text{ nm}$ ) , ( $\lambda_{\text{max}} = 250\text{ nm}$ ) تعود الى الانتقالات ( $n \rightarrow \pi^*$ ) و ( $\pi \rightarrow \pi^*$ ) على التوالي ويبين الجدول (5) التالي الحزم الأخرى للمركب المحضر :



شكل (3) يبين طيف الأشعة تحت الحمراء للمركب ethyl 4-(propan-2-ylidene-amino)benzoate



شكل (4) يبين طيف الأشعة فوق البنفسجية للمركب ethyl 4-(propan-2-ylidene-amino)benzoate

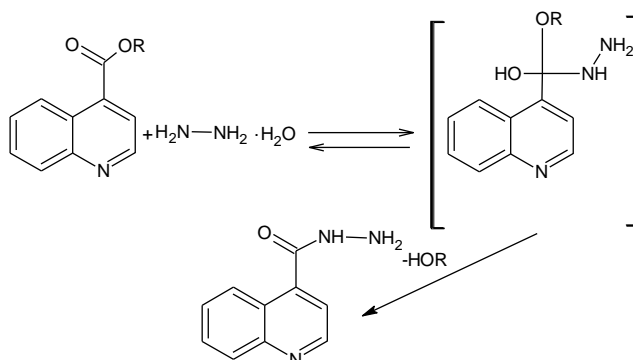
جدول (5) يبين جميع قيم الأشعة تحت الحمراء والأشعة فوق البنفسجية للمركب ( $S_2$ )

No. Comp	U.V nm $\lambda_{\text{max}}$	Characteristic band of I.R spectra ( $\text{cm}^{-1}$ .KBr disc)					
		(C- H) al	(C- H) Ar	(C=O)	(C=N)	(C=C)	(C-N)
$S_2$	250 274	2900 2980	3228	1700	1596	1515	1172

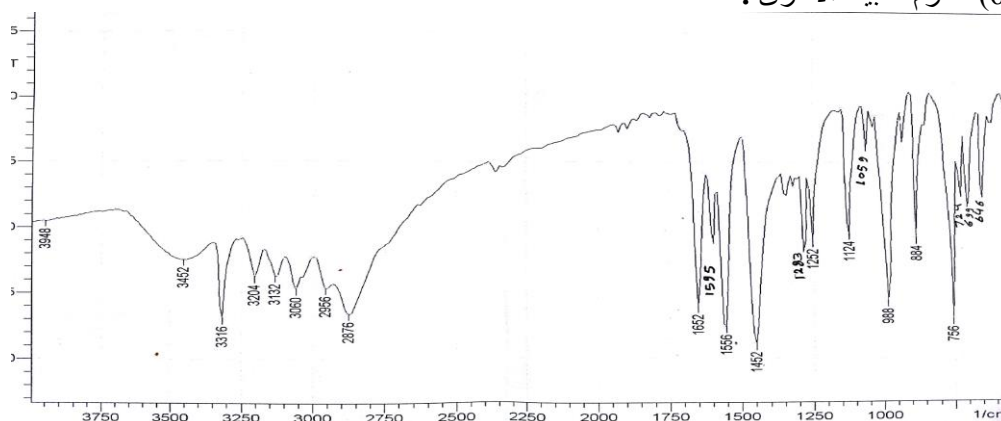
واخيرا حضر المركب 4-(propan-2-yliden eamino benzohydrazide) ( $S_3$ ) بمفاعلة المشتق الاستر ( $S_2$ ) مع الهيدرازين المائي (99 %) وصعد مزيج التفاعل لمدة (3 hrs) و بين الجدول (6) الخواص الفيزيائية للمركب ( $S_3$ ):

جدول (6) الخواص الفيزيائية للمركب ( $S_3$ )

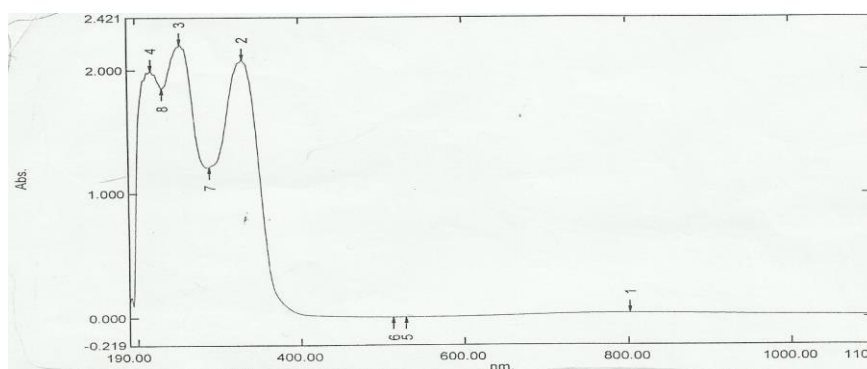
Comp No.	Recrystallization	Formal Formual	M.P.C	Yield (%)	Color
$S_3$	Ethanol	$C_{10}H_{13}N_3O$	254-256	75	Off White



شخص المركب ( $S_3$ ) بواسطة طيف الاشعة تحت الحمراء و اظهرت الحزم التالية الشكل (5) ظهور حزمة مميزة لمجموعة (-NH) ما بين ( $3478-3578\text{ cm}^{-1}$ ) بعد ان اختفت مجموعة الكاربونيل الاسترية اما طيف الاشعة فوق البنفسجية شكل (6) اظهرت حزمة انتقال بقيمة ( $\lambda_{\text{max}} = 266\text{ nm}$ ), ( $\lambda_{\text{max}} = 194\text{ nm}$ ) تعود الى الانتقالات ( $n \rightarrow \pi^*$ ) و ( $\pi \rightarrow \pi^*$ ) على التوالي و بين الجدول (6) الحزم المبينة الاخرى :



شكل (5) بين طيف الاشعة تحت الحمراء للمركب 4-(propan-2-yliden eaminobenzohydrazide) (3)



شكل (6) بين طيف الاشعة فوق البنفسجية للمركب 4-(propan-2-yliden eaminobenzohydrazide) (3)

جدول (7) يبين جميع قيم الأشعة تحت الحمراء والأشعة فوق البنفسجية للمركب (S<sub>3</sub>)

Comp No.	U.V nm $\lambda_{max}$	Characteristic band of I.R spectra (cm <sup>-1</sup> .KBr disc)					
		(C- H) al	(C- H) Ar	(N=C)	(C-N)	(C=C)	(N-H)
S <sub>3</sub>	194						3478
	266	3412	3226	1620	1225	1540	3548

دراسة الفعالية البايولوجية :

أشارت العديد من البحوث الى ان مركبات الالامين والاسترات والهيدرازيدات تمتلك تأثير بايولوجي على عدة انواع من البكتيريا الموجبة والسالبة لصبغة غرام [13] اذ استخدمت اربعة انواع منها وهي : (*Staphylococcus aureus*, *E.coli*, *Bacillus cereus*, *Pseudomonas aeruginosa*) حيث تم اولا اختبار فعالية هذه البكتيريا مع عامل السيطرة وهو نوعين (كحول ، وكحول وماء) ومقارنتها بالمركبات المحضرة باعتماد طريقة الانتشار بالاكار باستخدام الحفر [14] كما موضح بالجدول (8)

جدول (8) يبين أقطار مناطق التثبيط بالنسبة لعوامل السيطرة مع كافة الانواع البكتيريا المستخدمة

ت	نوع البكتيريا	كحول	كحول وماء
1	<i>Staphylococcus aureus</i>	9	0
2	<i>E.coli</i>	9	9
3	<i>Bacillus cereus</i>	9	0
4	<i>Pseudomonas aeruginosa</i>	9	0

وأختبرت المركبات (S<sub>1</sub>) 4-(propan-2-yliden amino)benzoic acid, (S<sub>2</sub>) ethyl 4-(propan-2-yliden amino) benzoate وبتراكيزين (0.22 ، 0.254 mg / ml) وللمركب 4-(propan-2-yliden amino)benzo hydrazide (S<sub>3</sub>) وبتراكيزين (0.64 ، 0.467 mg / ml) ، وبتحضير محلولين مائي وكحولي ونسبة (1:1) وبتراكيز (0.4464 mg / ml) وبوجود عامل السيطرة الكحولي بتركيز (55 %) وكحول وماء بنسبة (1:1) وبأخذ كمية من البكتيريا النامية في الوسط الصلب لمدة (24 hrs) وتخفيفها بالماء المقطر المعقم والتي تعادل (1.5 × 10<sup>8</sup> خلية / مل) ، زرعت بطريقة الحفر التخطيط المتعامد على الوسط المغذي الصلب باستخدام ثاقب الفلين ، حصل على حفر بقطر (7 mm) ، ملئت الحفر بالتراكيز وحضنت الاطباق هوائيا بدرجة حرارة (37 °C) لمدة (24 hrs) ، لوحظ مناطق التثبيط حول الحفر كما مبين في الجدول (9) .

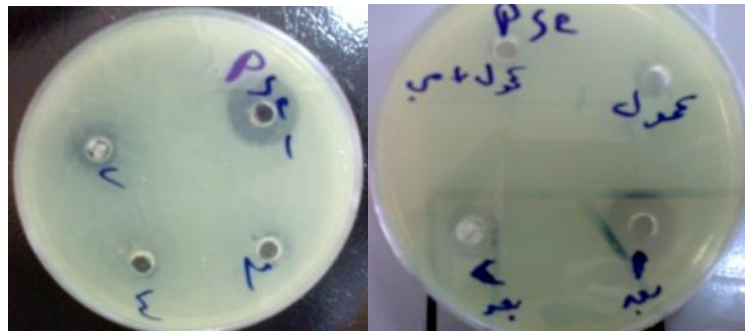
أظهرت النتائج ان المركب (S<sub>1</sub>) كان الاكثر تأثيرا ضد بكتيريا (*E.coli*) فضلا عن تأثيره على جميع انواع البكتيريا المستخدمة وأن المركب (S<sub>2</sub>) كان مؤثر على جميع انواع البكتيريا والاكثر تأثيرا على بكتيريا (*E.coli*) ، في حين المركب (S<sub>3</sub>) بالتركيز (0.467 mg / ml) المذاب في الماء اثر فقط على بكتيريا (*E.coli*) وبكتيريا (*Bacillus cereus*) وبنسبة اقل من المركبين السابقين في حين اثر المركب (S<sub>3</sub>) ذو التركيز (0.4464 mg / ml) المذاب في الماء و الكحول بنسب متساوية على بكتيريا (*Staphylococcus aureus* و *Pseudomonas aeruginosa*) ، ولم يؤثر على النوعين الآخرين . وعند زيادة التركيز للمركب (S<sub>3</sub>) المذاب في الماء بتركيز (0.64 mg / ml) فحص فقط لنوعين من البكتيريا وكان ذا تأثير عليها وهي (*E.coli*) و (*Pseudomonas aeruginosa*) بالمقارنة مع (Sharma et al 2016) الذي حضر بعض مشتقات الهيدرازيد استخدم فيها تركيز (2 mg / ml) ضد البكتيريا بطريقة الحفر، ظهرت لديه النتائج التالية ضد (*Staphylococcus aureus*) (12.5-21.3 mm) وضد (*E.coli*) (14.5-24.3 mm) وضد (*Bacillus subtilis*) (12.9-19.8 mm) وضد (*Pseudomonas fluorescens*) (13-21 mm) [13]

جدول (9) يبين أقطار مناطق التثبيط (mm) لكل مركب مع كافة أنواع البكتريا

4-(propan-2-ylidene amino) Benzo hydrazide 0.4464 mg / ml مذاب بالماء والكحول (S <sub>3</sub> )	4-(propan-2-ylidene amino) Benzo hydrazide 0.64 mg / ml مذاب بالماء (S <sub>3</sub> )	4-(propan-2-ylidene amino) Benzo hydrazide 0.467 mg / ml مذاب بالماء (S <sub>3</sub> )	Ethyl 4-(propan-2-ylidene amino) 19enzoate 0.22 mg / ml (S <sub>2</sub> )	4-5[(12)-2-OXO-1-phenyl propylidene n]amin o}benzoi c acid 0.22 mg / ml (S <sub>1</sub> )	4-5[(12)-2-OXO-1-phenyl propylidene n]amino }benz oic acid 0.254 mg / ml (S <sub>1</sub> )	نوع البكتريا
9	-	0	11	15	15	<i>Staphylococcus aureus</i>
9	15	9	18	20	22	<i>E.coli</i>
0	-	9	10	14	17	<i>Bacillus cereus</i>
0	17	0	11	15	17	<i>Pseudomonas aeruginosa</i>



*E.coli*



*Pseudomonas aeruginosa*

*Staphylococcus aureus*







*Bacillus cereus*

شكل (7) يبين مناطق تثبيط المركبات المستخدمة ومقارنتها مع الماء والكحول كعامل سيطرة المركبات المستخدمة في الحفر لكل الاطباق عدا اطباق السيطرة .

(1) 4-5[(12)-2-0\*0-1-phenyl propylidenen]amino }benzoic acid 0.254 ملغم / مل

(2) Ethyl 4-(propan-2-ylidene amino) benzoate 0.22 ملغم / مل

(3) 4-(propan-2-ylidene amino)Benzo hydrazide 0.467 ملغم / مل مذاب بالماء

(4) 4-(propan-2-ylidene amino)Benzo hydrazide 0.4464 ملغم / مل مذاب بالماء والكحول

أما في اطباق السيطرة (1) كحول (2) كحول وماء 1:1 4-5[(12)-2-0\*0-1-phenyl propylidenen]amino }benzoic acid (3) 0.22 ملغم / مل (4) Ethyl 4-(propan-2-ylidene amino) benzoate 0.22 ملغم / مل

#### الاستنتاجات

يستنتج من ذلك أن المركب (S<sub>1</sub>) كان الأكثر فعالية على جميع انواع البكتيريا وبتركيز أقل من بقية المركبات وانه كلما زاد التركيز زادت الفعالية وان المركبات المحضرة جميعها فعالة ومثبطة للنمو البكتيري وبالرغم من قلة تركيزها فهي قد تعادل فعاليتها مركبات حضرت بتركيز أعلى في نفس المجال .

#### المصادر

- [1] K. Schrör., "Acetyl Salicylic acid", WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA .Weinheim, Germany ISBN 978-3-527-32109-4.pp14. 2009.
- [2] G. M. Abu-Taweel. "Effect of monosodium glutamate and aspartame on behavioral and biochemical parameters of male albino mice". African Journal of Biotechnology.vol.15(15), pp. 601-612. 2016.
- [3] L.Panaitescu and R. M. Ottenbrite. "Biological Effects and Antitumor Activity Induced by Benzocaine Conjugated Anionic Polymers". Journal of Bioactive and Compatible Polymers Vol 17( 5), pp 357-374.2002.
- [4] E. Freye and J. V. Levy."Pharmacology and Abuse of Cocaine Amphetamines Ecstasy and Related Designer Drugs", Springer. pp.36. 2009.
- [5] S.A. Rummel, "Lab.Guide for chemistry", 213: Introductory Organic chemistry Lab, Hayden.McNeil. pp.65-82,295-308. 2012.
- [6] R. Tada, N. Chavda and M. K. Shah. "Synthesis and characterization of some new thiosemicarbazide derivatives and their transition metal complexes" J. Chem. Pharm. Res., vol.3(2):290-297. 2011.
- [7] R. O. Bora, B. Dar, V. Pradhan and M. Farooqui." [1, 2, 4]-oxadiazoles: synthesis and biological applications".Mini-Reviews in Medicinal Chem".Vol.14:4, pp355-369 .2014.
- [8] N. K. Prajapati, J. A. Patel, J. Vyas, A. D. Patel and G. R. Patel. "Synthesis and Characterization of Some Acid green-20 dye Complexes of 3d Metal ions and Zn(II)". Der Chemica Sinica, vol. 2 (2): pp125-129. 2011.
- [9] A. N. Unissa, L.E. Hanna and S. Swaminatha "A note on derivatives of isoniazid, Rifampicin, and pyrazinamide showing activity against resistant Mycobacterium tuberculosis". Chem Biol Drug Des.vol.87:pp537-550. 2016.

- [10] O. A. Naif. "Synthesis of New Benzoxadiazole Compounds Derived from Ethyl-4- (7-Nitro-2,1,3,- Benzoxadiazole -4-Yl) Amino Benzoate". D.of chem. College of Sci, AL-Mus. Univ. Baghdad –Iraq, "Journal of AL-Nahrain University, Vol.15(1),pp.1-12. 2012.
- [11] Ł. Popiołek and A. Biernasiuk. "Design, synthesis, and in vitro antimicrobial activity of hydrazide-hydrazones of 2-substituted acetic acid". Chem Biol Drug Des. vol,88(6):pp 873-883.2016.
- [12] S. Şenkardeş ,N. Kaushik-Basu ,İ. Durmaz ,D. Manvar ,A. Basu ,R. Atalay and Ş.G. Küçükgülzel . "Synthesis of novel diflunisal hydrazide-hydrazones as anti-hepatitis C virus agents and hepatocellular carcinoma inhibitors".Eur J Med Chem. vol,27;108:pp301-308. 2016.
- [13] A. Sharma, V. Kumar, S. Kumar and D. P. Pathak. "Synthesis, Characterization Biological Evolution Of Some Imidazole Bearing Hydrazones As Possible Antimicrobial And Anthelmintic Agent" .Bulletin of Pharmaceutical Research; vol.6(1):pp21-27.2016.
- [14] M. J. Mahmoud, A. M. Jawad, A.M. Hussain, M. Al-Omari, A. Al-Naib. " In vitro antimicrobial activity of Salsola Rosmarinus and Adiantum capillus veneris". Int. J. Crude Drug Res.vol 27: pp 14 – 16 . 1989 .

## Synthesis and Characterization of New Compound of Esters and Hydrazide by 4- Aminobenzoic Acid and Biological Activity Test

Suhair S. Husain<sup>1</sup>, Abrar N. Mohammed<sup>2</sup>, Bayader F. Abbas<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Ministry of Science and Technology ,Industrial Research and Development Directorate,

<sup>2</sup>Ministry of Science and Technology, Renewable Energies Directorate,

<sup>3</sup>Al-Mustansiriyah University, College of Science ,Chemistry department,

### Abstract

The present research includes preparation two mounted important compound, of Esters And Hydrezied derivatives by using 4-[(1Z)-2-OXO-1-phenylpropylidene]amino} benzoic acid (S<sub>1</sub>) this process completed by three-step ,The first step include prepare started material (S<sub>1</sub>) by adding acetone to 4-aminobenzoic acid in ethanol second step preparation Esters derivatives (S<sub>2</sub>) by add ethanol plus to 4-[(1Z)-2-OXO-1-phenylpropylidene]amino} benzoic acid , third step preparation of Hydrezied derivative (S<sub>3</sub>) by add hydrazine hydrate (99 %) to ester. The compound was characterization by using (F.T.I.R and UV spectroscopic), also study their physical properties and biological effect by using negative bacteria (*E-coli*, *Pseudomonas aeruginosa*) and gram-positive bacteria (*Bacillus cereus*, *Staphylococcus aureus*), the results showed that the (S<sub>1</sub>) (0.254 mg/ml) was the most effective against the bacteria used and the inhibition zone (15-22 mm), the inhibition zone in (S<sub>1</sub>) (0.22 mg / ml) concentration (14-20 mm) and that the (S<sub>2</sub>) was effective on all types of bacteria The inhibition zone (10-18 mm) while the (S<sub>3</sub>) (0.467 mg/ml) dissolved in water only affected on (*E. coli* and *Bacillus cereus*) (9 mm) while the (S<sub>3</sub>) (0.4464 mg/ml) dissolved in water and alcohol in equal portion affected on (*Staphylococcus aureus* and *Pseudomonas aeruginosa*) (9 mm) did not affect on the other two species. When the concentration of the dissolved (S<sub>3</sub>) was increased to (0.64 mg/ml) , it was examined only for two types of bacteria and was affected by (*E. coli* and *Pseudomonas aeruginosa*) (15-17 mm) .

**Keywords:** Benzoic acid, Hydrazine Hydrate, Bacteria, Bcetone.



ISSN 2226-0722  
Iraqi Journal of Industrial Research



## إزالة معادن (النحاس ، النيكل والرصاص) من الماء الملوث بواسطة الكتلة الحية و الجافة لطحلب (*Chlorococcum humicola*)

منتهى نعمة ثويني\* ، نجلاء عبد جاسم ، خنساء حميد مجيد ، ميامي حاكم عواد  
وزارة العلوم والتكنولوجيا  
بغداد، العراق

[\\*dr.ibrahim.ima@gmail.com](mailto:dr.ibrahim.ima@gmail.com)

### الخلاصة

تم في هذه الدراسة إجراء مقارنة بين كفاءة خلايا الطحلب (*Chlorococcum sp*) لإزالة المعادن الثقيلة (النحاس النيكل والرصاص) من الماء الملوث ، وذلك بتطبيق طريقتين من المعاملة الاولى : استعمال الكتلة الحية ( fresh ) biomass بكثافة خلوية ( $4.4 \times 10^6$  cell / ml) والثانية : استعمال كتلة جافة بمقدار (0.6 g / L) وزن جاف ، من خلايا الطحلب . حضرت تراكيز مختلفة من المعادن المختبرة (5 , 7 ppm) على التوالي لكل معدن . وطبقت الاضافتين بنفس ظروف العمل : من درجة الحرارة والأس الهيدروجيني (pH) ، وكشف عن مستوى التراكيز المتبقية من العنصرين المذكورين بعد اسبوع و اسبوعين من المعاملة باستعمال تقنية المطياف الذري اللهب لقياس الامتصاصية. أظهرت النتائج أن كفاءة الكتلة الحية لخلايا الطحلب كانت أكبر من كفاءة الكتلة الجافة في سحب العناصر المدروسة في كلا زمني المعاملة (7 و 14 يوم) عند تثبيت درجة الحرارة والذالة الحامضية.

**الكلمات المفتاحية:** العناصر الثقيلة ، الماء الملوث ، الكتلة الحية ، الكتلة الجافة .

© 2018 Corporation of Research and Industrial Development. All rights reserved

### المقدمة

يعرف التلوث البيئي (Environmental pollution) بأنه تغير كمي أو نوعي يحصل في النظام البيئي ويؤدي الى بعض التغيرات الكيميائية أو الفيزيائية أو الحيوية التي بدورها تؤدي الى تغير في حالة الاتزان الطبيعي (Equilibrium) لهذا النظام . ويوجد نوعين من المصادر للتلوث هما أولاً : المصادر الطبيعية للتلوث مثل : البراكين ، الغازات ، الاكاسيد الجوية ، البرق و الابخرة الناتجة من التحلل الطبيعي للأجسام وغيرها من العوامل التي لايتدخل الانسان باحداثها. والثاني : هي المصادر الصناعية : كل مايتعلق بالنشاط البشري ومنها النفايات و المبيدات والمعادن و الاشعاع وغيرها ويزداد بالنمو المفرط للسكان . ومن المعروف أن الغلاف البيئي يتكون من عدد كبير من النظم البيئية وتتداخل في تكوينه أغلفة أساسية هي الغلاف الغازي والمائي والتربة ولذلك فإن التلوث يقسم على اساس نوع الغلاف : تلوث المياه ، تلوث الهواء ، تلوث التربة أو يقسم على اساس المادة أو العامل المسبب للتلوث : التلوث بالمبيدات ، الاشعاع ، النفط ، مياه الصرف الصحي ، العناصر الثقيلة ، التلوث الميكروبي وهكذا [2,7] .

والتلوث اللاعضوي هو تلوث المياه بالعناصر الثقيلة والمواد والاملاح والقواعد والمخلفات الصناعية ، اذ تصنف ملايين عن (20) معدن بأنه ذات سمية وتتسرب الى الطبيعة مسببة التأثيرات على الانسان والحيوان والنبات [4] ومن المعروف أن الماء هو المادة الأكثر أهمية للحياة ، إذ تستحيل الحياة بدونه. خلق الله من الماء كل شيء حي . وعلى الرغم من أن الماء ليس له قيمة غذائية باستثناء احتوائه على بعض الأملاح الطبيعية الهامة للجسم ، إلا انه يشكل الجزء المكمل الرئيس لأنسجة جميع المخلوقات الحية ، فبواسطة الماء الذي يعتبر مذيب جيد للعديد من المواد والمركبات التي تنتقل بوساطته خلال مواضع الجسم المختلفة. كما إن للماء دوراً هاماً كوسط فيزيائي وكيميائي تتخذ من خلاله المواد حالاتها الحامضية أو القاعدية لاستمرار عمليات انحلالها أو تجددتها وبالتالي مشاركتها في التفاعلات الحيوية [1] .

تعرف المعادن الثقيلة على إنها عناصر يتعدى وزنها الذري (100) وتتعدى كثافتها ( $5 \text{ g / cm}^3$ ) ، وترجع خطورتها الى كونها عناصر إنتقالية ، ومعنى هذا إن لها القدرة على تكوين مركبات ثابتة مع مجموعة كبيرة من المركبات العضوية وغير العضوية الموجودة في أجسام الكائنات الحية. كما أن استخدام هذه المعادن كأملح أو مواد سامة يؤدي إلى مشاكل لا حصر لها . تزداد هذه المعادن نتيجة لزيادة العمليه الصناعية و في النتائج العرضية لصناعات منتشرة في المدن السكنية وعلى ضفاف الانهار او مصادر المياه بشكل عام وعادة ما ترمى مخلفات المصانع في المياه [6,8]. من هنا برزت الحاجة للتفكير الجدي في معالجة مشكلة التلوث بالمعادن الثقيلة وتخليص

البيئة منها . طبقت في هذا المجال عدة تقنيات وطرق منها فيزيائية واخرى كيميائية وهندسية مختلفة الاساليب ، وجد بالنتيجة أن متبقيات هذه العناصر لا يمكن التخلص منها بسهولة نتيجة لبطء تحطمها في البيئة وقدرتها على الارتباط بمكوناتها الحية وغير الحية ودخول سلاسل الغذاء بطرق وآليات متباينة ومعقدة [3]. من هنا برزت الحاجة الى نزعة جديدة تمثلت بالمعالجة الحيوية (Biological treatment) التي تستند في جوهرها في عملية اختيار كائنات حية مجهرية أو كبيرة يمكن أن تخلص من بعض الملوثات الموجودة في البيئة المحيطة من ماء – هواء – تربة. ومن هذه الاحياء التي حققت نجاحات كبيرة في هذا الميدان هي (الطحالب) إذ تعد من المحطمتات الحيوية العناصر الثقيلة ، من خلال امتلاكها خاصية التراكم الحيوي والإزالة البيئية لهذه العناصر من الأوساط التي تتعرض للتلوث بالمعادن المختلفة ، إذ أن نشاط الكثير منها يزداد فعالية مع وجود هذه المعادن بنسب معقولة في الوسط المائي [2,5,10] .

مما دعا للتفكير بهذا الموضوع وهو ازالة هذه العناصر بطريقة بسيطة ليس لها تأثير جانبي ، وبنفس الوقت لها القابلية على سحب العناصر الثقيلة وحاول البحث على العناصر الأكثر خطورة والاكثر وجودا" في مياه العراق باعتبارها ناتج من نواتج كثير من المعامل الأهلية والحكومية المنتشرة .  
المواد وطرق العمل :

الاجهزة والادوات المستعملة :

1- مطياف الامتصاص الذري اللهبى نوع (Phoenix-986-AA-Spectrophotometer) المزود بالاجزاء التالية :-

أ- مصابيح كاثودية مجوفة (H.C.L) لكل من العناصر المستخدمة ، نوع (Phoenix Hallow Cathod Lamp)

ب - مصباح تصحيح الخلفية نوع : Phoenix Deuterium ARC(Deuterium Continuum Lamp

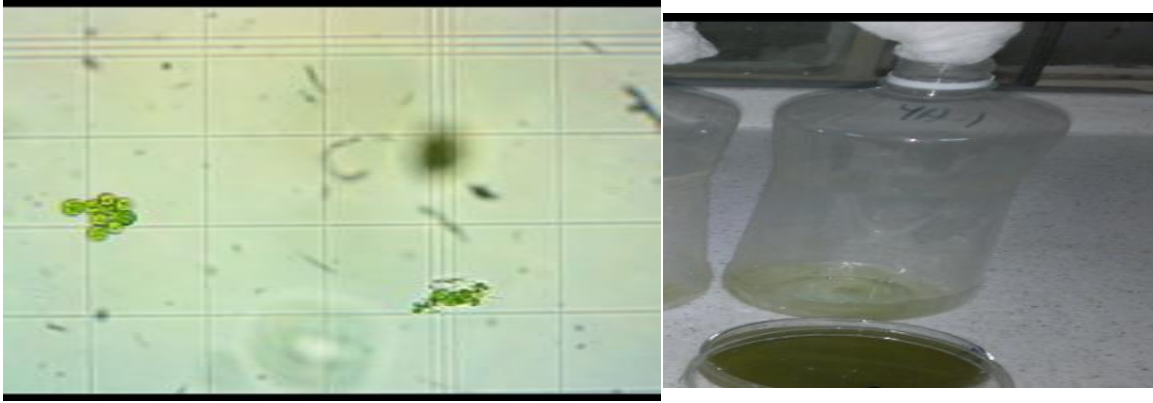
2- ميزان حساس نوع (Metter Semimicro Balance Model HL-52) الطحالب المستخدمة في الدراسة :

بخصوص الطحالب المستخدمة في الدراسة حصل على مزارع نقيه من طحلب (*Chlorococccumsp*) بعدد خلايا تقدر  $(425 \times 10^3 \text{ cell / L})$  نميت الخلايا الطحلبية في وسط زرعى (Cho-12) التي حصل عليها من مختبر البيئة والتلوث التابع لقسم علوم الحياة في كلية التربية ابن الهيثم جامعة بغداد ، الشكل (A) والشكل (B) . استخدمت بأخذ (10 mL) من المزرعة النقية ، أضيفت إلى الأوساط المائية الحاوية على تراكيز معلومة من العناصر المدروسة مرة وفي المعامله الثانية رشحت عينات الطحالب (10 mL) ، جففت واستخدم الوزن الجاف لنفس الغرض من الخطوه الاولى وذلك للمقارنة بين المعاملتين .

**طريقة تحضير تراكيز مختلفة من المحاليل الحاوية على العناصر الثقيلة :**

حضرت قناني حجمية سعة (100 mL) نظيفة وجافة لغرض إعداد محاليل مائية بتراكيز مختلفة من العناصر الثلاثة المختارة لأغراض الدراسة حيث حضرت التراكيز لكل عنصر (5,7 ppm) وذلك باستخدام محاليل قياسية وإكمال الحجم بماء خالي من الايونات ، بعد أتمام التحضير لكل عنصر عدلت درجة الحمضية (pH) للأوساط الزرعية الى (7) لمحاليل ، أجري التقييم الأول في هذه المرحلة قيست الامتصاصية للعناصر المدروسة (Cu,Pp,Zn) وقسمت المحاليل بحيث أخذ (100 mL) ، أضيف لها (10 mL) (من مزرعة الطحالب المحضرة سابقا) أخذت القراءات لمرة بعد سبعة أيام مرة ، وبعد أربعة عشر يوماً" مره اخرى ، أجريت عملية الترشيح والحصول على محاليل رائقة وجاهزة لإجراء الفحوصات ، حسبت قيم الامتصاصية لجميع النماذج ، أعيدت نفس العملية باضافة الطحالب الجافة وذلك بأخذ نفس الحجم وتجفيفه بالهواء ودرجة حرارة الغرفة ثم اضافتها الى (100 mL) من المحاليل للعناصر وقياس الامتصاصية بنفس الطريقة ، كررت التجارب لثلاث مرات وأخذت المعدلات.

أعيدت التجربة بكل تفاصيلها مره ثانية ، ولكن بتغير الزمن الى اسبوعين قيست التراكيز (وتعتبر التجربة الثانية والتجربة الاولى والثانية للتركيز (5ppm)) للعناصر الثلاثة ، وأعيدت التجربة الاولى والثانية بكل التفاصيل وبأخذ تركيز العناصر (7ppm).



شكل (B) الطحالب وهي جافة

شكل (A) الطحالب وهي حية (الرطبة)

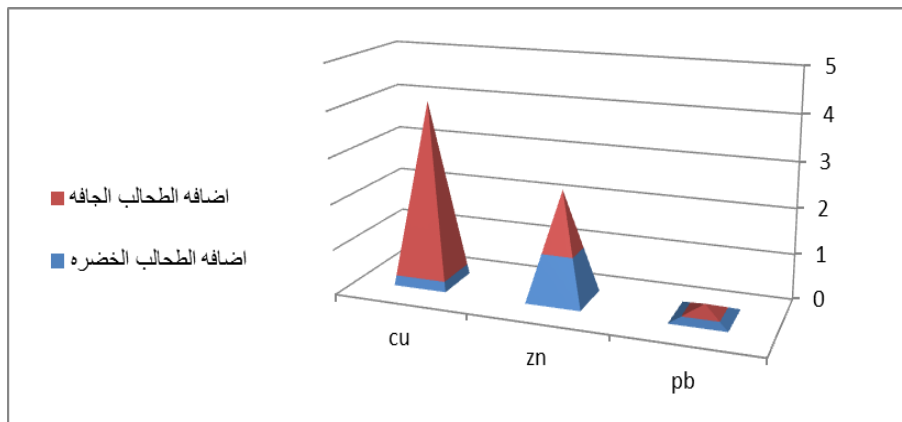
### النتائج والمناقشة

أخذت القراءات بعد أسبوع من إضافة الطحالب وسجلت النتائج لكل عنصر من العناصر المدروسة وبينت النتائج انخفاض التراكيز لكل عنصر، ولكن الأكثر انخفاضاً هو عنصر الرصاص ، في الحالتين : عند إضافة الطحالب الطرية ، وعند إضافة الطحالب الجافة ، أما بالنسبة لعنصر النحاس (هو الأقل تأثراً) سجل انخفاض أقل من العنصرين : الرصاص والزنك ، ظهر تفاوت في النتائج بين العمودين في الجدول ، إن الانخفاض بالتراكيز كان واضحاً عند استعمال الطحالب الطرية أكثر من الطحالب الجافة وهذا يدل على ان بعض المواد الحيوية الموجودة في الطحالب وهي حية لها قابلية على امتصاص هذه العناصر من الماء ، أما في حالة الطحالب الجافة فاعتمد على السحب و اقتصر على المواد السليولوزية والمواد الأخرى غير الحية التي يرجع لها السبب في سحب العناصر كما مبين في الجدول (1) والشكل (1) عند استخدام تركيز (5 ppm)

وكما تشير المصادر ان هذا الطحلب يكون مستعمرات غير محدودة العدد (8-25) كروية الشكل وتحاط هذه الخلايا بمادة هلامية كثيفة نسبياً وكما تمتاز خلاياه بارتفاع مستوى الدهون الكلية فيها ولهذا السبب تشترك هذه المكونات في الامصاص والامتصاص لمختلف الايونات الموجبة ومنها العناصر المدروسة ويتفق هذا التفسير الى ما ذهب اليه الباحثون [3,6,11] .

جدول (1) يوضح تركيز العناصر بعد المعالجة لمدة أسبوع واحد والتركيز (5 ppm)

ت	أسم العنصر	التركيز بعد إضافة (10) من الطحالب الخضراء (الرطبة)	التركيز بعد إضافة (10) من الطحالب الجافة
1	الرصاص (Pb)	0.098	0.177
2	الزئبق (Zn)	1.030	1.332
3	النحاس (Cu)	0.220	3.800



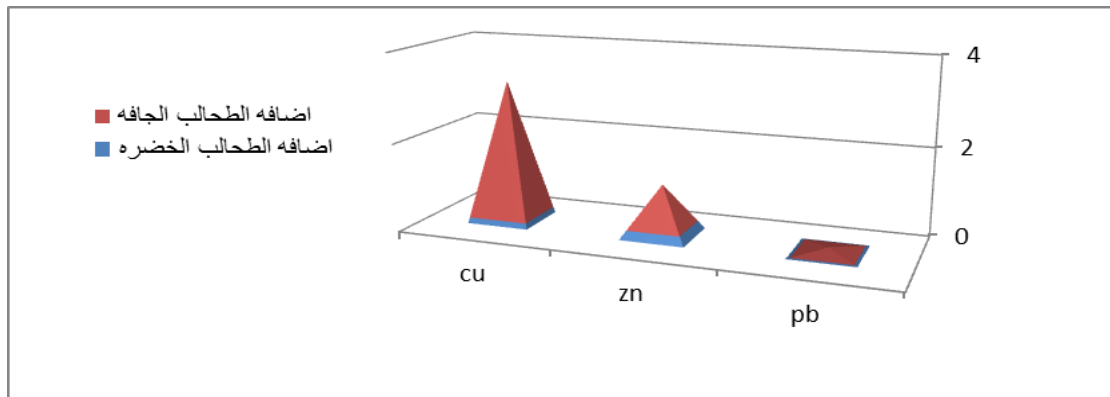
شكل (1) تراكيز العناصر الثلاثة بعد اسبوع للمعالجة بحجم (5 mL)

عند ترك النماذج (بعد المعالجة لمدة أسبوعين لنفس تراكيز التجربة الأولى) ظهر هنالك ان انخفاض في تركيز (5 ppm) لكل العناصر مع تميز عنصر الرصاص ، اذ سجل نسبة انخفاض أعلى أيضاً كما في المعاملة لمدة اسبوع ،

ان عامل الزمن له تأثير ايجابي في السحب الاكثر للعناصر من قبل الطحالب الخضراء والطحالب الجافة ، لوحظ أن عنصر الزنك سجل انخفاض أكثر مما في التجربة الأولى ، أي أنه في حالة استخدام الزنك يحتاج وقت أطول لازالته بواسطة الطحالب الطرية أو الجافة حيث سجل انخفاض ملحوظ وأكثر من السابق في المعاملتين الجافة والرطبة وكما مبين في الجدول (2) والشكل (2) ، يمكن الاستنتاج من هذه القيم للعناصر الثلاثة المختبرة ان استجابة خلايا الطحلب المدروس بنوعيهما الرطبة والجافة تختلف بدرجة استجابتها لنوع العنصر وزمن المعاملة وطبيعة التأقلم مع التأثيرات السلبية لكل عنصر ، وهذا يعتمد على مجموعة من العوامل ليرتبط جزء منها مع اليه العنصر وطريقة ارتباطه مع مكونات الخلية وخاصة الجدار الخلوي والغشاء الخلوي وشدة تأثيره عليهما أو من خلال قدرته على تغيير الأس الهيدروجيني (pH) للوسط الزراعي . تتفق هذه النتائج مع ماتوصل اليه الباحثان [10] اللذان وجدا ان قدرة الكتلة الحية والجافة للطحلب الخيطي (سايبير جيرا) قد تمكنت من ازالة الرصاص اكثر من الكاديوم والكوبلت وكذلك) مع الباحثين [12] اللذان وجدا أن عملية سحب العناصر تعتمد على نوع الطحلب كونها طرية أو جافة وهذا يتفق مع النتائج في الجدول (2) .

جدول (2) يوضح تراكيز العناصر بعد المعالجة لمدة اسبوعين وتركيز (5 ppm)

ت	أسم العنصر	التراكيز بعد إضافة (10) من الطحالب الخضراء (الرطبة)	التراكيز بعد إضافة (10) من الطحالب الجافة
1	الرصاص (Pb)	0.011	0.102
2	الزئبق (Zn)	0.191	0.945
3	النحاس (Cu)	0.130	3.070



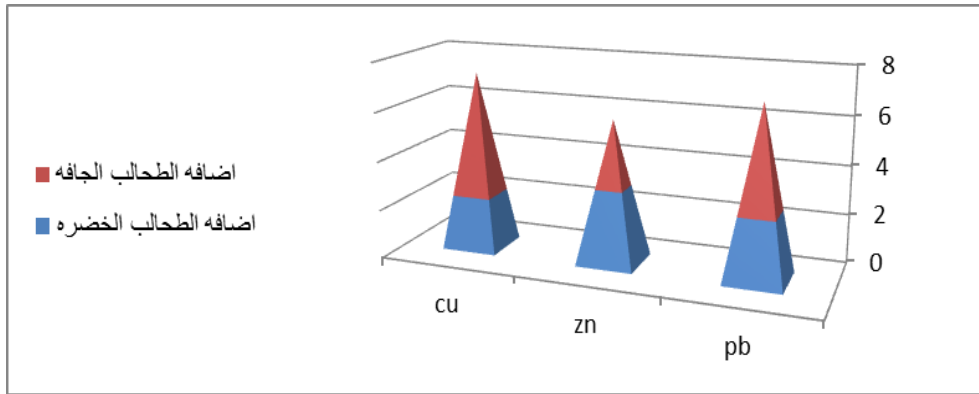
شكل (2) تراكيز العناصر الثلاثة بعد اسبوعين من المعالجة بحجم (5 mL)

وعند مضاعفة التراكيز الى (7 ppm) للعناصر الثلاثة المستخدمة في التجربة والمعاملة لمدة اسبوعين واسبوعين على التوالي ظهر ان خلايا الطحلب المدروسة قد تحملت الزيادة في التركيز واستطاعت سحبها وازالتها من الوسط المائي لدرجة كفاءة اقل من بنسبة اقل من فعاليتها في حالة التركيز (5 ppm) اذ وجد من جدول (3 و4) التراكيز المتبقية من التركيز (5 ppm) للعناصر الرصاص والزنك والنحاس في حالة الكتلة الطرية والجافة كانت السحب اكثر من المعاملة مع التركيز (7 ppm) بعد اربعة عشر يوم من المعاملة . ظهرت نتائج التركيز (7 ppm) انخفاض فعالية الطحلب في سحب عنصر الرصاص والزنك سواء عند الزمن اسبوع او اسبوعين عند المعاملة بين الرطبة والجافة وعلى العكس من ذلك ارتفاع نسبة الازالة للنحاس في المعاملة الطرية بينما كانت منخفضة عند المعاملة مع الكتلة الجافة اذ كان التركيز المتبقي (4.2) من التركيز الكلي (7 ppm) . ويمكن تفسير هذا التغير في كفاءة السحب سواء في المعاملة الطرية او الجافة الى تأثير الزيادة في تركيز كل عنصر من العناصر الثلاثة المختبرة وما يحدثه من تأثير في طبيعة الوسط المائي وخاصة عامل الأس الهيدروجيني حيث تشير الدراسات الى خفض الأس الهيدروجيني في الاتجاه الحامضي وهذا يقلل من كفاءة معظم الطحالب أو أن زيادة تركيز العنصر سوف يقلل من فرق الجهد الكهربائي لاغشية الخلايا ويضعف قابلية التبادل الايوني والخصائص الفسلجية و الأيض الخلوي وكذلك اضعاف الطاقة الحيوية للاغشية الخلوية وبذلك تقل وتتفق هذه الاستنتاجات مع آراء الباحثين [9,12,14] الذين اشاروا الى ان كفاءة مزارع الطحالب الطرية

سواء في الانتاج الحيوي للمركبات او في الاستجابة والتأقلم مع ملوثات الوسط البيئي وعوامل التأثير التي تحدث في وسط المدينة وطبيعة وطريقة المعاملة التي يؤثر بها العامل من حيث التركيز ، مدة التعرض ، عدد مراته ونوعية الكتلة المستخدمة في المعاملة كلها عوامل تنعكس على كفاءة المعالجة الحيوية وقدرة الطحالب والاحياء المائية الاخرى في سحب وتحطيم الملوثات ومنها المعادن الثقيلة .

### جدول (3) يوضح تراكيز العناصر بعد المعالجة لمدة اسبوع واحد وتركيز (7 ppm)

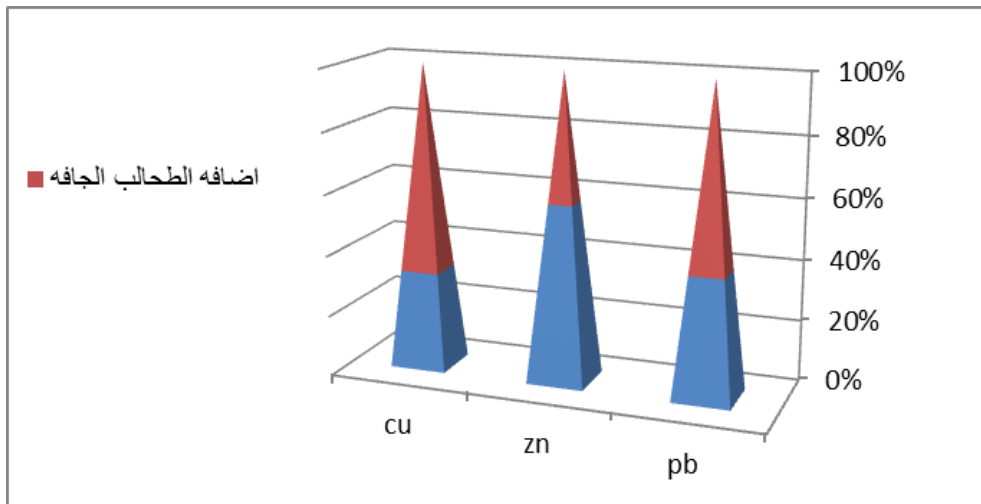
ت	أسم العنصر	التراكيز بعد إضافة (10) من الطحالب الخضراء (الرطبة)	التراكيز بعد إضافة (10) من الطحالب الجافة
1	الرصاص (Pb)	2.625	4.330
2	الزئبق (Zn)	3.040	2.770
3	النحاس (Cu)	2.220	5.050



شكل (3) يبين تراكيز العناصر الثلاثة بعد اسبوع للمعالجة وتركيز (7 ppm)

### جدول (4) يوضح تراكيز العناصر بعد المعالجة لمدة اسبوعين وتركيز (7 ppm)

ت	أسم العنصر (7 ppm)	التراكيز بعد إضافة (10) من الطحالب الخضراء (الرطبة)	التراكيز بعد إضافة (10) من الطحالب الجافة
1	الرصاص (Pb)	2.010	3.000
2	الزئبق (Zn)	2.900	2.090
3	النحاس (Cu)	2.000	4.210



شكل (4) يبين تراكيز العناصر الثلاثة بعد اسبوعين للمعالجة وتركيز (7 ppm)



المصادر

- [1] الزوكة ، محمد خميس ، البيئة ومحاور تدهورها وآثارها على صحة الإنسان ، دار المعرفة الجامعية الإسكندرية - مصر 2000 ط1.
- [2] السلطان ، ابراهيم مهدي عزوز ،"تأثير التعرض لكوريد الكروميوم  $CrCl_3$  في الوسط المائي على حيائية الفطريات من جنس *Eucypris*." مجلة جامعة كربلاء العلمية، ع م ص، 2011.
- [3] السلطان ، ابراهيم مهدي ، اسماعيل ، عباس مرتضى ، عيس ، الطاف عبد الواحد و سلمان ، سعاد كاظم "ازالة النيكل والكادميوم بواسطة طحلب (*Scenedesmusquadricuda* (Chodat) مجلة جامعة بابل ، عدد خاص / وقائع المؤتمر الدولي الخامس للعلوم البيئية، جامعة بابل - بابل 3-5 كانون الاول - العراق 2013.
- [4] خنفر، عايد راضي، التلوث البيئي، ط1، دار اليازوري العلمية للنشر والتوزيع، عمان-الاردن، 2010، صفحة 366.
- [5] عامر، وفاء محروس." المعالجة البيئية للملوثات الحيوية" مجلة اسيوط للدراسات البيئية، العدد 21، جامعة اسيوط- مصر، 2001.
- [6] شاكر، بشرى كاظم، السلطان، ابراهيم مهدي والعتابي، مهدي صالح "تأثير التعرض لمبيد الكلايفوسات ( جراوند- آب) و عنصر الكادميوم والكروم على الكتلة الحيوية لفطريات في المياه الملوثة". المؤتمر الدولي الخامس للوراثة والبيئة، جمعية صيانة المصادر الوراثية والبيئية العراقية من 27- 28 آذار ، بغداد العراق، 2018.
- [7] محمد، صباح محمود. تلوث البيئة، مؤسسة الوراق عمان الطبع الاولى، 2010، ص 110.
- [8] Ali, M. M. and Soltan, M. E" Heavy metals in aquatic Macrophytes, water an hydrosols from the River Nile", Egypt. J. Union Arab Biologists". 9(B): 99-115, 1999.
- [9] Jagadevan, S; Banerjee, A; Banerjee, C; Guria, C; Tiwari, R; Baweja, and Shukla , P "Recent developments in synthetic biology and metabolic engineering in microalgae towards biofuel production.Biotechnol Biofuels" 11: 185; 2018.
- [10] Kumar, JIand Oommen, C" Removal of heavy metals by biosorption using freshwater alga *Spirogyra hyalina*.J Environ Biol" Jan; 33(1):27-31. 2012.
- [11] Utomo, H. D; Tan, K.X; Choong, Z.YD; Yu, J.J; Ong, J.J and Lim, Z.B" Biosorption of Heavy Metal by Algae Biomass in Surface Water. Journal of Environmental Protection", 7, 1547-1560, 2016.
- [12] Volesky B. "Advances in biosorption of metals: selection of biomass types".FEMSMicrobiol. Aug; 14(4):291-302. 1994.
- [13] Volesky, B, Holan, Z.R"Biosorption of heavy metals.Biotechnol".11(3):235-50, 1995.
- [14] Wang, j and Chen, C "Biosorbents for heavy metals removal and their future. Biotechnology Advances" 27: 195–226, 2009.
- [15] Zhang, X. Hu, Y. Liu, Y. and Chen, B "Arsenic uptake, accumulation and phytofiltration by duckweed (*Spirodelapolyrhiza* L) *Environ*". *Scie.*23, 4:601-606, 2010.

## **Removal (Cu, Ni and Pb) Elements from Polluted Water by Using Fresh and Fitter Biomass of (*Chlorococcum*sp) Alga**

Muntaha N. Thweny, Najlaa A. Jassem , Khansaa H. Majeed , Mayami H. Awad  
*Ministry of Science and Technology, Baghdad, Iraq*

### **Abstract**

In this study, a comparison was made between the efficiency of (*Chlorococcum* sp) to remove the heavy metals (copper, nickel and lead) from polluted water. The study was done using afresh biomass density of  $4.4 \times 10^6$  cell/ml, and a solid dry mass of (0.6 g / L) .Tow consent rations of (5 ppm) and (7 ppm) of heavy elements were prepared. The study was accomplished at the same condition of (pH) and temperature. The atomic spectrometer was used to detect the remaining concentrations after one and two weeks. The results showed that the efficiency of the biomass was higher than that of the solid dry mass at the same temperature and (pH) with the two times of one and two week.

**Keywords:** heavy metals, polluted water, biomass, dry mass.



## تأثير التعرض لتراكيز مختلفة من غاز ثاني اوكسيد الكربون النقي في حياتية وفعالية تشكل

### الدهون الكلية لطحلب *Chlorococcum humicola*

\*ابراهيم مهدي السلطان، رعد صلاح محمد

جامعة بغداد، كلية التربية للعلوم الصرفة – أبن الهيثم، قسم علوم الحياة

\*Email: dr.Ibrahim.ima@gmail.com

#### الخلاصة

تناولت الدراسة الحالية اختبار تأثيرات التعرض لتراكيز مختلفة من غاز ثاني اوكسيد الكربون المجهد في منحنيات النمو وانتاجية الدهون الكلية من خلايا الطحلب الاخضر (*Chlorococcum humicola*) المعزول محليا، إذ عرضت خلايا الطحلب الى التراكيز (100, 75, 50,25 % volume/volume)، من حجم المزرعة، أستعملت ثلاثة اوساط زرعية (Chu-13, BG11, Chu10) لتنمية الطحلب، أجريت التجارب تحت ظروف بيئية مسيطر عليها من حيث درجة الحرارة وشدة الاضاءة والحامضية، إذ كانت على الترتيب (7.6, 3000 lux, 25<sup>+</sup>- 2°C) وبنظام إضاءة (8:16) ساعة ضوء ظلام. عرضت المزارع الطحلبية لغاز CO<sub>2</sub> كل (72 hrs) عن طريق تجهيز المزرعة الطحلبية بغاز CO<sub>2</sub> بواسطة جهاز (Gas – flow - meter). سجلت القراءات يوميا لمدة (18day). بينت النتائج وجود استجابة جيدة في منحنيات النمو من قبل خلايا الطحلب المختبر وفي جميع الاوساط الزرعية المستعملة للتنمية مع أفضلية للوسط (Chu13). وعند متابعة مستوى الدهون الكلية المنتجة ومدى تأثير أيضا نتيجة التعرض للتراكيز المختلفة من الغاز وجد أن خلايا الطحلب في الاوساط الثلاثة (BG11, Chu10) (Chu-13 BG11, Chu10) (Chu-13) وتراكيز الغاز (100,75,50,25%) قد أعطت نتائج متباينة من كمية الدهون، سجلت القيم [106,156,206,101mg] و (110,130,185,168) و (91,76,111,66) و (90,155,196.5 mg) وزن جاف للأوساط الثلاثة مقارنة بالعينة القياسية (السيطرة) التي سجلت (90,155,196.5 mg) وزن جاف على الترتيب.

**كلمات مفتاحية:** طحلب *Chlorococcum humicola*، غاز ثاني اوكسيد الكربون CO<sub>2</sub>، منحني النمو، الدهون الكلية  
2018© Corporation of Research and Industrial Development. All rights reserved

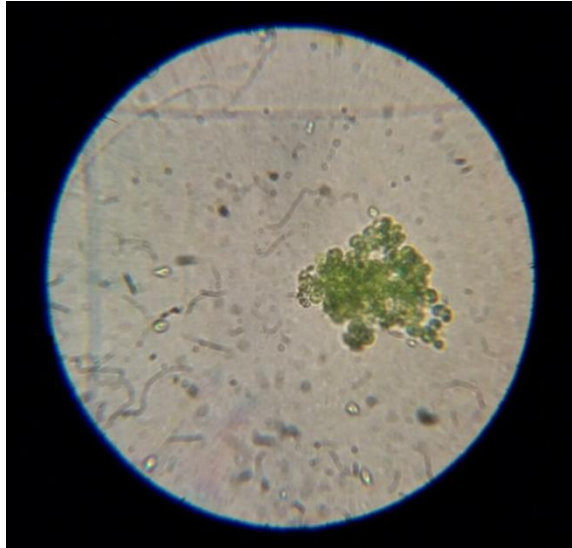
#### المقدمة

تشير المصادر العلمية الى ان بداية وتطور عملية زراعة الطحالب المجهرية قد بدأت منذ حوالي (60 سنة) مضت، ومن العوامل المؤثرة في خاصية نمو الطحالب والتي تم دراستها بشكل جيد هي عوامل الاضاءة والحرارة بينما هنالك عوامل لم تدرس بعد بشكل تفصيلي منها عوامل الاس الهيدروجيني وغاز ثاني اوكسيد الكربون، ففي حالة الاشباع الضوئي أو وفرة شدة الاضاءة فان معدل CO<sub>2</sub> لمجهز سوف يتضاعف (Olaizola, 2003, Gilmour and Zimmreman, 2012). نتيجة لكل هذه المعطيات برزت في الاعوام الاخيرة من العقد الحالي دراسات وآراء جديدة تدعو الى مراقبة وتقليل مستويات انبعاث غاز ثاني اوكسيد الكربون دون الاخلال بعملية التوازن البيئي والحاجة له كعنصر حيوي مهم في الانتاج العضوي، أي العمل على ايجاد عملية تقنين لإنتاج واستهلاك وتثبيت هذا الغاز مهما كانت مستوياته في البيئة، أو العمل على انتاجه بطرائق تقنية واستعماله كغاز منقى من المركبات العضوية وغير العضوية واستخدامه في زراعة النباتات والطحالب بشكل عملي تطبيقي يعطي أعلى انتاج وفي ذات الوقت يتم التخلص من النسب الزائدة منه عن الحاجة الفعلية. ومن بين هذه الآراء الدعوة الى استعمال الكائنات الحية التي تمتلك قدرة عالية وتميز في عملية البناء العضوي Photosynthetic organisms و لها القدرة كذلك في عملية انتزاع متتابع وتثبيت لثنائي أو كسيد الكربون Biological fixation و Sequestration المنبعث من مصادر ثابتة. (Berges et al., 2007, Minillo et al., 2013). يرى الباحثون إن واحدة من هذه الكائنات الحية المستهدفة في هذا التطبيق العملي لحل هذه المشكلة البيئية هي مجموعة الطحالب بشكل عام والمجهرية (Microalgae) منها بشكل خاص، كونها واسعة الانتشار في مختلف البيئات المالحة والعذبة وموجودة في كل الاوساط البيئية الاخرى أينما توفرت المياه أو الرطوبة والمغذيات والجسم أو المركب الذي تستند عليها بصورة مؤقتة أو دائمية، ناهيك عن القدرة الكبيرة لهذه المجموعة في اقتناص CO<sub>2</sub>- capturing سواء من الغلاف الغازي أو من مصادر الانبعاث الاخرى (Flakowski and Raven, 1997, Hopkinson et al., 2010). إن هذه العملية تحقق هدفين مهمين في آن واحد هما، الاول: التخلص من الغاز الفائض عن الحاجة والثاني استثمار هذا الغاز في زيادة الكتلة الحيوية ومعدلات النمو وتطوير عملية بناء المركبات العضوية الداخلية لخلايا هذه الطحالب واستثمارها في التطبيقات البيئية المختلفة. لذا فإن الدراسة الحالية تمثل محاولة لمتابعة تأثير المعاملة بغاز ثاني

أوكسيد الكربون بشكله النقي والمضغوط في الخصائص الحياتية و انتاجية الدهون الكلية لأحد الطحالب الواسع الانتشار في البيئة المحلية وكيفية الاستفادة من هذه المعطيات.

الطحلب المستخدم بالتجربة هو (*Chlorococcum humicola*): استخدم في الدراسة الحالية الطحلب (*Ch. humicola*) المعزول في مختبر الطحالب المتقدم في قسم علوم الحياة التابع لكلية التربية للعلوم الصرفة جامعة بغداد. والطحلب عبارة عن مستعمرات غير محدودة العدد ابعاد الخلايا هذا الطحلب (25-8µm) ذو شكل كروي او شبه كروي تكون البلاستيده محيطيه والنواه جانبيه تحيط بخلايا هذا الطحلب ماده هلاميه يوجد في المياه ذات التكوين العضوي الحاويه على بقايا الاسماك الميتة ويوجد بقرب الشواطئ وفي المياه العذبة وهو يتبع التصنيف التالي (Bellinger and Sigeo, 2010)

Division: Chlorophyta  
Class: Chlorosphyceae  
Order: Chlorosphaeraceae  
Family: Chlorosphaeraceae  
Genus: *Chlorococcum*  
Species: *humicola*



صوره (1-2) توضح الشكل العام للطحلب (x40)

#### المواد وطرائق العمل

تحضير الاوساط الزرعيه: حضرت ثلاثة اوساط زرعية على شكل محاليل خزينة، عقت بوساطه المؤصدة عند درجة حرارة (121°C) لمدته (15min) تحت ضغط (1.5atm). عدا المحاليل الحاوية على الفوسفات في تركيبها إذ عقت من خلال الترشيح عبر ورق ترشيح ذي فتحات بحجم (0.45µm) وذلك لضمان عدم ترسبها بالحراره على جدران الاوعية عند تعقيمها بالمؤصدة (Al -Aarajy,1996) وتركت جميع المحاليل المحضرة لتبرد عند درجة (25°C)، حفظت في درجة حرارة (4°C) لحين الاستعمال وهي لكل من الاوساط *Chu13\** و *BG11* و *Chu10\** والمبينة في الجداول (1) و(2) و(3) حسب ماورد في (Kassim et al., 1999, Rippka & Herdman, 1992) و (Yamaguchi et al., 1987)

## جدول (1) المكونات والتراكيز الكيميائية للوسط \*Chu-13

ت	إسم المادة	التركيز النهائي ملغم/ لتر
1	KNO <sub>3</sub>	400
2	K <sub>2</sub> PO <sub>4</sub>	80
3	CaCl <sub>2</sub>	107
4	MgSO <sub>4</sub> .7H <sub>2</sub> O	200
5	Citric acid	100
6	Ferric citrate	20
7	Microelement	
	a. H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub>	5.72
	b. CoCl <sub>2</sub>	0.02
	c. ZnSO <sub>4</sub> .7H <sub>2</sub> O	0.44
	d. CuSO <sub>4</sub> .5H <sub>2</sub> O	0.16
	e. Na <sub>2</sub> MoO <sub>4</sub>	0.084
	f. MnCl <sub>2</sub>	3.62

\*Chu13 = المحور من قبل (Yamaguchi *et al.*, 1987).

## جدول (2) المكونات والتراكيز الكيميائية للوسط \*Chu-10

ت	إسم المادة	التركيز النهائي mg/L
1	K <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	10
2	NaNO <sub>3</sub>	20
3	MgSO <sub>4</sub> .7H <sub>2</sub> O	25
4	CaCl <sub>2</sub>	40
5	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	20
6	FeCl <sub>3</sub>	0.8
7	EDTA-Na	10
8	NaCl	75
9	NaSiO <sub>3</sub>	14.25
10	a.HBO <sub>3</sub>	0.72
	b. MnCl <sub>2</sub> .4H <sub>2</sub> O	0.05
	c. ZnSO <sub>4</sub> .7H <sub>2</sub> O	0.56
	d. CoCl <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O	0.01
	E. CuSO <sub>4</sub> .5H <sub>2</sub> O	0.20
	F. (NH <sub>4</sub> ) <sub>6</sub> Mo <sub>7</sub> O <sub>24</sub> .4H <sub>2</sub> O	0.07

\*Chu10 = المحور من قبل (Kassim *et al.*, 1999).

## جدول (3) المكونات والتراكيز الكيميائية للوسط \*BG11

ت	إسم المادة	التركيز النهائي mg/L
1	NaNO <sub>3</sub>	1500
2	K <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub> .3H <sub>2</sub> O	40
3	MgSO <sub>4</sub> .7H <sub>2</sub> O	75
4	CaCl <sub>2</sub> .2H <sub>2</sub> O	36
5	Citric acid	6
6	Ferric citrate	6
7	EDTA-Na	1
8	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	20
9	Micronutrient Solution	
	a. H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub>	0.061
	b. MnSO <sub>4</sub> .H <sub>2</sub> O	0.169
	c. Zn SO <sub>4</sub> .7H <sub>2</sub> O	0.287
	d. Cu SO <sub>4</sub> .5H <sub>2</sub> O	0.0025
	e. (NH <sub>4</sub> ) <sub>6</sub> Mo <sub>7</sub> O <sub>24</sub> .4H <sub>2</sub> O	0.0125

(Rippka &amp; Herdman, 1992)= BG11\*

تهيئة المزرعة الطحلبية: هُيئت المزرعة الطحلبية للطحلب الأخضر *Ch. humicola* في الاوساط الثلاثة وبطريقة التدرج Skilling Up (اي الزيادة في حجم المزرعة كل (3-5 day) من الزراعة لحين الوصول الى الحجم المستهدف واللازم لكل تجربة، أي البداية بحجم (150ml) ، وكما ذكر في (Al- Akaily, 2016).

تصميم التجارب:

تم تعريض الطحلب الاخضر لتراكيز مختلفة من غاز ثنائي اوكسيد الكربون كل (72hr) عند تنميه الطحلب في ثلاثة اوساط زرعيه مختلفة وذلك من خلال الخطوات التالية:

1- عقت الادوات اللازمة لاتمام التجربة ( اوعيه شفافة ) بالحجم (5L) بالأعداد المناسبة لاتمام التجربة بواسطة الاشعة فوق البنفسجية لمدة ربع ساعة .

2- حضرت الاوساط الزرعيه الثلاثة (Chu-13, BG11, Chu-10) من محاليل الخزينه المذكوره في الجداول (1) و(2) و(3) بالأحجام اللازمة لاتمام التجربة.

3- هُيئت المزرعة الطحلبية النقية بالحجم المطلوب حسب كل تجريبه من الطحلب *ch-humicola*

4- حضرت المزارع بإضافة (Seed Culture) من الطحلب المدروس وبالحجم المناسب لكل مزرعه

5- تم تجهيز المزارع الطحلبية بغاز ثنائي اوكسيد الكربون بالتراكيز (100,75,50,25%) من حجم المزرعة كل (72hrs)

القياسات الحيوية:

1- رسم منحنيات النمو:

رُسمت منحنيات النمو لخلايا الطحلب (*Ch. humicola*) للمعاملات والسيطرة اعتمادا على قيم الامتصاصية عند الطول الموجي (650 nm).

قياس الامتصاصية:

قيست الامتصاصية عند الطول الموجي (650nm) يوميا لغرض تحديد كثافه الطحلب قيد الدراسة بجهاز الامتصاصيه (Spectrophotometer) من نوع (Optima) ياباني المنشأ، تم تصفير الجهاز بالوسط الزرعوي المستعمل حسب التجربة .

قياس الأس الهيدروجيني pH

قيست قيمه الأس الهيدروجيني للسيطرة والعينات فضلا عن المحاليل الخزينه والوساط الزرعوي بواسطه جهاز الاس الهيدروجيني نوع (ATC) من شركه (Hanna) يوميا للسيطرة والمعاملات طيلة مدة التجربة .

حصاد المزرعة الطحلبية

حصدت المزرعة الطحلبية بواسطة جهاز النبد المركزي (Centrifuge) نوع (Universal) شركه Hitachi اليابانية بسرعه (3000rpm) لمدة (5min) . ووضع الراسب في طبق مختبري وتركت العينات لتجف في درجه حراره (45°C) في فرن كهربائي لمدة (48hr) او لحين الجفاف، وزنت بالميزان الحساس ذي اربع مراتب بعد الفارزة، حفظت



العينات في اكياس بلاستيكية معقمة محكمة الغلق في الظلام في درجة حرارة (25°C) لتحديد كميته الكتلة الحية الناتجة للمعاملات والسيطرة وحفظت لحين الاستعمال وكما جاء في (Jawad,1982).  
تحديد الدهون الكلية:

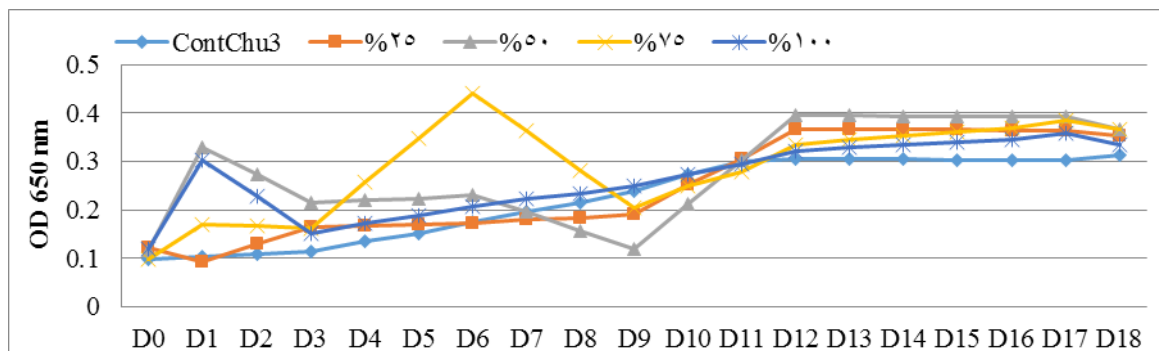
قيست الدهون الكلية للطحلب المختبر حسب طريقته (Bligh & Dyer 1959) والمحوره من قبل (Yadavalli et al., 2012) وذلك حسب الخطوات التالية:

- 1- وزن (0.1gm) من الطحلب الجاف المستخدم في التجربة .
- 2- أضيف محلول (كحول مثيلي : كلورفوم) (بنسبة 2 : 1) .
- 3- حفظت في درجة حرارة (25°C) لمدة (18 hrs) ضمن انابيب اختبار محكمة الغلق .
- 4- رُجّت الانابيب الحاوية على العينات بواسطة جهاز الفورتكس لمدة دقيقتان .
- 5- أضيف (1ml) من محلول الكلوروفورم المركز، رجت العينات مره ثانيه لمدة دقيقه واحده .
- 6- اضيف (1ml) من الماء المقطر ثم رجت العينات مره اخرى لمدة دقيقتان، نبذت العينات مركزيا لمدة عشره دقائق بسرعه (200rpm) بواسطة جهاز الطرد المركزي .
- 7- جمعت الطبقة السفلى من كل انبوب بواسطة ماصه دقيقه (Micropipette) ، نقلت الى انابيب اختبار اخرى وزنت مسبقاً واعتبر هذا هو الوزن الاول (W1) .
- 8- جففت جميع العينات داخل انابيبها الموزنه في فرن عند درجة حراره (80°C) لمدة (50min) .
- 9- وزنت العينات بعد التجفيف واعتبر الناتج هو الوزن الثاني بعد التجفيف (W2) .
- 10- حسبت كميته الدهون الكلية اعتمادا على المعادلة التالية :  $P=C \times DCW - T$  حيث أن:  
 $P = \text{الدهون الكلية (gm} \cdot \text{L}^{-1} \cdot \text{Day}^{-2})$  .  $C = \text{المحتوى الدهني للخلايا الطحلبية gm} \cdot \text{gm}^{-1}$   
 $DCW = \text{الوزن الجاف للخلايا غم} \cdot \text{لتر}^{-1}$  .  $T = \text{زمن الحصاد (بالأيام)}$  .  
التحليل الاحصائي:

حللت النتائج احصائيا لايجاد الفروق المعنوية من خلال اختبار تحليل التباين باتجاه واحد Analysis of variance (SPSS V.15.0) Statistical package test (one way) واختبار T-test وذلك بتطبيق برنامج التحليل الاحصائي (for the social sciences) واختبرت المعنوية وبمستوى احتمالية  $P \leq 0.05$  .

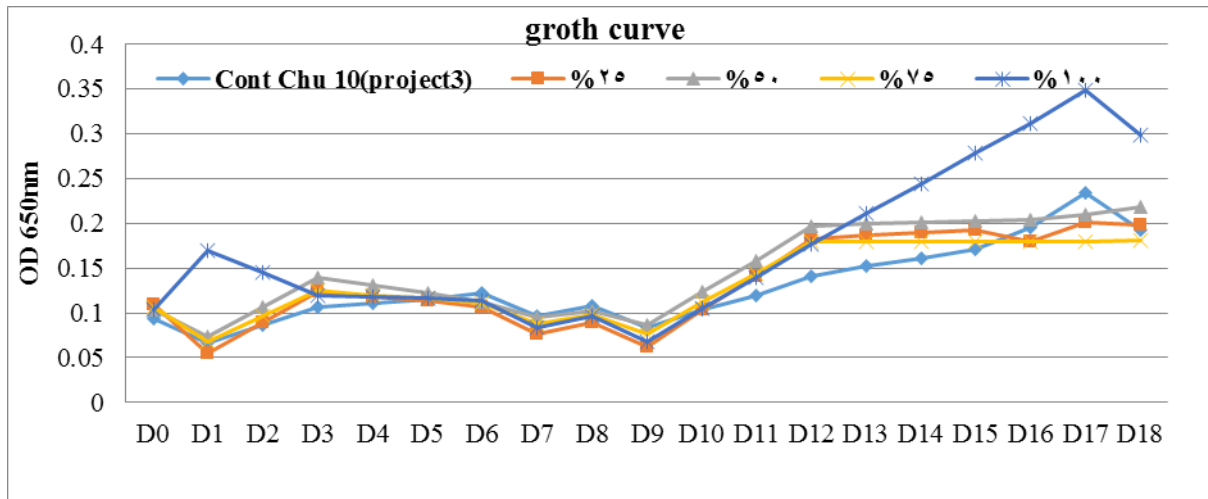
### النتائج والمناقشة

أظهرت نتائج تعريض الطحلب الاخضر *C. humiola* لتراكيز مختلفة من غاز ثنائي اوكسيد الكربون كل (72hr) في ثلاثة اوساط زرعية مختلفة وبالتراكيز (100،75،50،25%) ، إن منحنى النمو عند تنمية الطحلب في الوسط Chu13 والمرسوم اعتماداً على قيم الامتصاصية عند الطول الموجي (650nm) ، ان هناك تحفيزاً واضحاً وبقيم اعلى من السيطرة في اليوم الاول لجميع التراكيز عدا التركيز (25%) الذي سجل قيم قريبة من السيطرة بينما سجلت التركيز (100، 75) قيماً بثلاث اضعاف السيطرة، لوحظ في اليوم الثالث قيم متقاربة لجميع التراكيز وهي أعلى من السيطرة، بعدها وجد ان التركيز (75%) قد سجل قيماً أعلى من جميع التراكيز وبثلاث اضعاف او اكثر عند اليوم السادس، عادت التراكيز الى ان تكون متقاربة، بينما سجلت التراكيز (75،50،25%) قيم امتصاصية اقل من السيطرة كما واضح في اليوم التاسع، اما في اليوم الثاني عشر عادت التراكيز لتعطي قيماً أعلى من السيطرة والى نهاية التجربة (شكل 1).



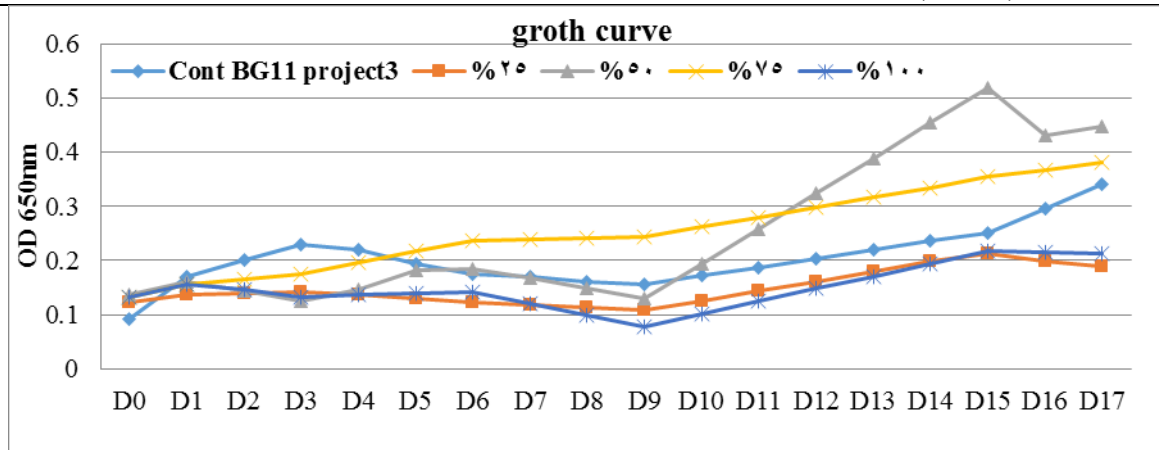
شكل (1) منحنى نمو الطحلب الاخضر *Ch. Humichola* عند التعرض لتراكيز مختلفة من غاز CO2 كل (72hrs) عند تنميه في الوسط الزراعي Chu13 اعتمادا على قيم الامتصاصية

اما (الشكل 2) فيظهر استجابة الطحالب على مستوى منحنى النمو عند تنمية في الوسط الزراعي Chu10 المحور مع التعرض الى غاز CO2 كل (72hrs) اعتماداً على قيم الامتصاصية أن جميع القيم المسجلة كانت أعلى من قيم عينة السيطرة بعد اليوم الاول من المعاملة وحتى نهاية التجربة.



شكل (2) منحنى نمو الطحلب الاخضر *Ch. Humichola* عند التعرض لتراكيز مختلفة من غاز CO<sub>2</sub> كل (72hrs) عند تنميه في الوسط الزراعي Chu10 اعتمادا على قيم الامتصاصية

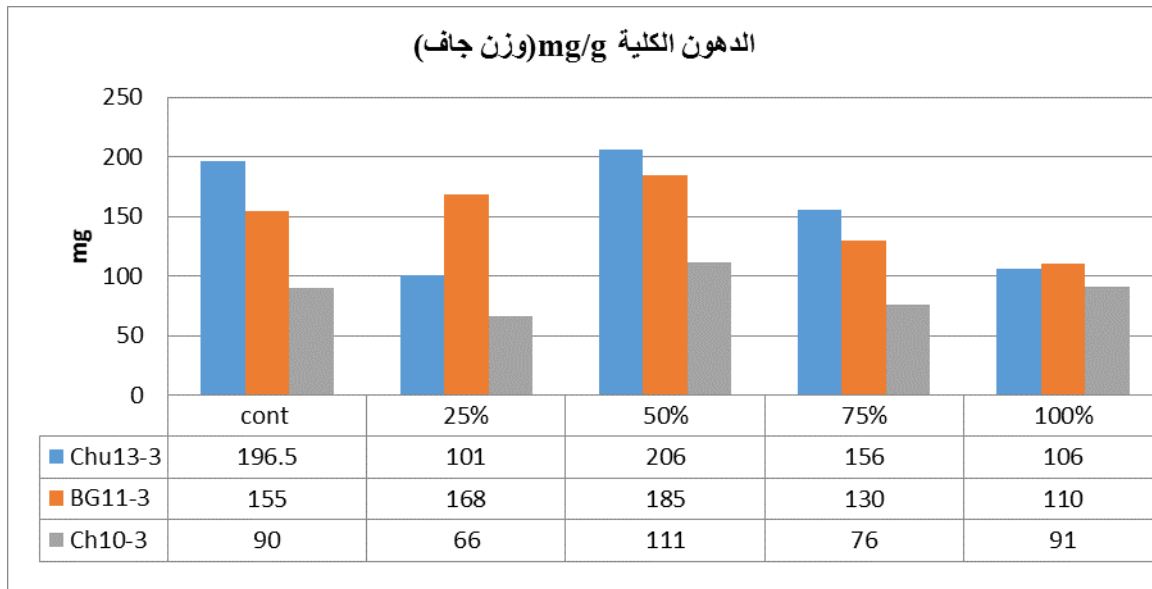
اما في حالة تنمية الطحلب في الوسط BG11 وتعرضه الى الغاز كل (72hrs) (100,75,50,25%) وباعتماد على قيم الامتصاصية لرسم منحنى النمو نجد ان جميع التراكيز سجلت قيم امتصاصية اقل من السيطرة للأيام (9,6,3) على التوالي عدا التركيز (75%) اذ سجل في اليوم الخامس قيماً أعلى من باقي التراكيز والسيطرة، كما يلاحظ ان التركيز (50%) قد سجل ومنذ اليوم العاشر قيماً أعلى من السيطرة واستمر في التصاعد حتى سجل أعلى قيماً للامتصاصية الى نهاية التجربة. (الشكل 3).



شكل (3) منحنى نمو الطحلب الاخضر *Ch. Humichola* عند التعرض لتراكيز مختلفة من غاز CO<sub>2</sub> كل (72hrs) عند تنميه في الوسط الزراعي BG11 اعتمادا على قيم الامتصاصية

وعند متابعة نتائج تأثير التعرض لغاز ثنائي اوكسيد الكربون كل (72hrs) في كمية الدهون الكلية المنتجة من قبل خلايا الطحلب *Ch. Humichola* وكما مبين في م الشكل (4) ونجد أن كمية الدهون الكلية للطحلب المختبر قد سجلت القيم (90, 155, 196,5 mg/L) (وزن جاف) في اوساط السيطرة غير المعرضة للغاز وهي كل من Chu10, BG11, Chu 13

بينما سجلت الدهون الكلية في الاوساط المعرضة للمعاملة مع CO<sub>2</sub> كل (72hrs) القيم التالية (156, 206 , 101 و 106) في الوسط Chu13 و (110, 130, 185, 168) في الوسط BG11 و (91, 76, 111, 66) [ (وزن جاف) في الوسط Chu 10 في التراكيز (100, 75, 50, 25%) على التوالي. ومن الشكل وُجد أن أعلى كمية دهون كلية بعد التعرض للغاز قد سجلت عند المعاملة بالتركيز (50%) في الوسط Chu13 وبلغت (206mg/L) (وزن جاف) اما اقل دهون كلية فسجلت عند المعاملة بالتركيز (25%) للوسط Ch-10 وبلغت (66 mg/L) (وزن جاف).



شكل (4) قيم الدهون الكلية للطحلب الاخضر *Ch. humicola* عند تعريضه لتراكيز مختلفة من غاز CO<sub>2</sub> كل (72 hrs) وتنميته في ثلاثة اوساط زرعية المستخدمة في التجربة (g/mg وزن جاف)

تمثل استجابة الطحالب الدقيقة microalgae واحدة من المعايير التي تُعتمد في تقدير مدى كفاءة أي نوع أو جنس منها في التحمل أو تثبيت وسحب التراكيز المؤثرة من غاز CO<sub>2</sub> سواء بشكله الطبيعي أو المجهز أو المشترك مع الغازات الأخرى.

ونجد من نتائج الدراسة الحالية المبينة في الجداول (1،2،3) والشكل (4) التي تبين منحنيات النمو قد أعطت استجابات مختلفة لخلايا طحلب *Ch. humicola*، تمثلت في التأثير في منحنيات النمو. وهنا يمكن تفسير هذه الاليات من الفعل ورد الفعل العكسي بين خلايا الطحلب وتغير تراكيز CO<sub>2</sub> المجهز بأنها حالة تبدأ بحالة تأقلم الخلايا لهذه الزيادة والتعامل معها بعدة مظاهر فسلجية منها زيادة العدد أو تغير في اللون أو الحجم وحتى شكل الخلايا أحياناً للتعامل مع مؤثر خارجي فائض في وسط التنمية خارج سياقات التأقلم لمكونات لوسط بصورة تدريجية مهما كانت طبيعة المادة المضافة (غاز، ملح، فيتامين، عنصر ثقيل، مبيد أو من المغذيات النباتية المختلفة)، وتتفق هذه الاستنتاجات مع اراء الباحثين (Shaker et al., 2013, Minillo et al., 2018) الذين سجلوا عملية تحفيز في الايام الاولى وتغير في حجم وشكل خلايا الكائنات المختبرة من (الطحالب والفطريات) تحت تأثير مختلف العوامل. أو تكون الاستجابة على مستوى البناء الداخلي للمركبات وتحوير أو تطوير كمي ونوعي لكمية الصبغات أو الدهون والبروتينات والكربوهيدرات أو الاحماض الامينية والاحماض الدهنية وغيرها من المركبات الحيوية، إذ حصلت زيادة في بعضها أو أختفاء البعض الاخر أو تغير تركيبته الاصلية وبالتالي تأثر النشاط العام للأبيض وعملية البناء الضوئي خاصة في الطحالب، من حيث قيم الامتصاصية او عدد الخلايا المحسوبة. وهنا يتفق مع ماذكره الباحثون (Kuei et al, 2010, Ono and Cuello, 2003, Alsaman and Al-، Akaily, 2018) والذين اشاروا الى أن نوع المعاملة وطبيعة الوسط وكمية ونوعية العامل المضاف وطريقة الاضافة وزمنها جميعها عوامل تؤثر في طبيعة استجابة الخلايا وأن هذه الخلايا تغير من حجمها وشكلها وطبيعة الصبغات وكذلك المحتوى الكيميائي من خلال دراسات على انواع مختلفة من الطحالب المجهرية منها *Chlorococcum sp.* و *Spirulina sp*، *Danella sp*، *Anabena sp*، *Scenedesmus sp*، *Chlorella sp* وغيرها. لوحظ عند متابعة النتائج للدراسة الحالية أن الفروق المعنوية بين السيطره والتراكيز الاوساط الثلاثة المستعملة في الدراسة والزيادة قد تعود الى التحفيز في الانقسام بعد المعاملة بالغاز فضلا عن الزيادة في كمية الدهون الكلية كما قد تعود الى الاختلاف في التركيب الكيميائي للاوساط وقد اكدت دراسة الباحثين (Fernads et.al 2016) هذا الاستنتاج اذ درسوا استجابة الخلايا للمتغيرات البيئية من حيث الحجم والعدد ومضاعفة انتاج الدهون الكلية، اذ انطلقوا من فرضية ان معدل الانقسام الخلوي يؤثر في الكتلة الحية وانتاج الدهون وذلك بتوزيع الخلايا بثلاثة احجام صغيره (5-6) متوسطه (8-9) وكبيره (11-14) مايكرون بعد تعريضها الى وجود وغياب النتروجين من الوسط الزراعي واستنتجوا من التجربة ان حجم الخلايا لا يؤثر في انتاج الدهون و الكتلة الحيوية بل ان التغير في الحجم هو عباره عن استجابة وتاقلم مع متغيرات الوسط الزراعي وهذا لوحظ في دراسته الحالية، كما تتفق كذلك هذه النتائج مع ماتوصلت اليه الدراسة الحالية من تباينات في منحنيات النمو ومعدلاته وقيم الامتصاصية وعدد الخلايا والكتلة الحيوية والدهون الكلية عند استعمال الاوساط الزرعية الثلاثة و *BG11, Chu13, Chu10* التي استعملت لتنمية خلايا الطحلب المدروس وذلك لاختلاف مكوناتها من حيث كمية ونوعية مصدر النايتروجين واحتواء الوسط الزراعي *Chu10* على كلوريد الصوديوم ضمن مكوناته.

عند متابعة الأشكال الخاصة بنتائج الدهون الكلية نلاحظ هذه الزيادة في الدهون الكلية التي قد تعود إلى ما ذهب إليه الباحثون ( Cabanelas *et.al* 2014 ) على طحلب *Ch. humichol* إذ وجدوا أن كمية الدهون الكلية قد تغيرت بعد المعاملة بخمس أيام من تعريض الطحلب لعوامل تنمية متعددة وقد اعزوا ذلك إلى أن الطاقة المتحولة في عملية البناء الضوئي قد اتجهت بشكل مباشر إلى تخزين الدهون في حالة نقص أو تغير كمية النتروجين في الوسط الزراعي، كما حصلوا على نتيجة مشابهة بخصوص الكتلة الحية للطحلب إذ سجلت زيادة تراوحت بين (0.32 و 0.35) غم /لتر/يوم.

#### الاستنتاجات:

أظهرت النتائج أن جميع التراكيز المستخدمة من غاز CO<sub>2</sub> في الدراسة الحالية كانت مؤثرة في منحنيات النمو ومعدلات وازمنه التضاعف وينسب متفاوتة . حصول تأثير وتحفيز معنوي على المحتوى الكيموي حيوي في خلايا الطحالب المستعمل في الدراسة وذلك على مستوى تراكم الدهون الكلية فضلاً عن بعض الأحماض الدهنية التي قيست في الدراسة الحالية . سجلت أعلى دهون كلية عن الوسط (Chu13) للتركيز (100%) إذ بلغت ( 197mg/L ) وزن جاف بعد المعاملة لمرة واحدة .

#### المصادر

- [1] Al-Aarajy, M. (1996). Studies on the mass culture of some microalgae as food for fish Larvae. Ph. D. thesis, Univ. Basrah, PP: 107.
- [2] Al- Akaily, T.M.I (2016). Possibility of stimulation of some locally isolated algae for Production of biofuel. Ph.D thesis, College of Education for pure Sciences -Ibin-Alhaitham, University of Baghdad.
- [3] Alsalman, I.M, A and Al- Akaily, T.M.I (2018). Stimulation of total protein in three lokally isolated green algae. 5<sup>th</sup> Inter Sci ,confe of Gent and Environ . 27-28 March. Baghdad- Iraq.
- [4] Berget, L; Defaria, B; Oderbrecht, C and Abreu, P (2007). Potential adsorption of CO<sub>2</sub> by Microalgae cultivated in aquaculture. Attantica, Rio Grande. 296: 35-46.
- [5] Bellinger, E. G.; Sigeo, D. O. (2010). Aky to more frequently occurring freshwater Algae. Fershwater algae .john. Wiley and Soncitr.
- [6] Bligh, E.G. and Dyer, W.J. (1959). A rapid method of total lipid extraction and purification ,Can.J .Biochem. physiol., (37):911-917.
- [7] Cabanelas, I.D; Van der Zwart, M. D.M; Kleinegris, M; Barbosa, M.J and Wijffels, R.H (2014). Rapid method to screen and sort lipid accumulating microalgae, Bioresour. Technol. <http://dx.doi.org/10.1016/j.biortech.2014.10.057>.
- [8] Fernandes, C; Dorinde M.M. Kleinegris, M.M. D; H. Wijffels, R.H and Barbosa M. J. (2016 ) Cell diameter doesn't affect lipid productivity of *Chlorococcum littoral*. Algal Res. 19:333-341.
- [9] Flakowski, P.G and Raven, J.A (1997). Aquatic photosynthesis [electronic Resource], Book: <http://trove. Nla.gov.au/version/220768508:375>.
- [10] Gilmour, D.J and Zimmerman, W.B (2012). Can algal biofuels play a major role in meeting future energy needs? Biofuels 3: 511-513.
- [11] Hopkinson, B; Dalin, Y. Xu; Patrick J; McGinn, I and Morel, F (2010). The effect of CO<sub>2</sub> on the photosynthetic physiology of phytoplankton in the Gulf.
- [12] Jawad, A.M. (1982). Interaction between cyanobacteria and other microorganisms. Ph.D. thesis. Liverpool University. England. 5(9):1139-1142.
- [13] Kassim, T.I.; Al-Saadiah and Salman, N.A. (1999). Production of some phytoplankton and Zooplankton and their use as live food for fish larva. Iraqi.J. Agric Proc. of 2<sup>nd</sup>. confer. 4 (5):188-201.
- [14] Kuei, L. Y; Jo-Shu C; Chen, W (2010). Effect of light supply and carbon source on cell Growth and cellular composition of a newly isolated microalga *Chlorella vulgaris* ESP-31. EngLifeSci; 10(3):201-8.
- [15] Minillo, A; Cardamoni, and Fonseca, N (2013). Growth performance of microalgae Exposed to CO<sub>2</sub>. Clean Ener Technol. 1 (2): 110-14.
- [16] Olaizola, M (2003). Microalgal removal of CO<sub>2</sub> from flue gases: changes in medium pH

and flue gas composition do not appear to affect the photochemical yield of microalgal cultures. *Biotechnology and Bioprocess Engineering* 8: 360-367.

- [17] Ono, E and Cuello, J.L (2003). Selection of optimal microalgae species for CO<sub>2</sub> Sequestration. 141: 31-41.
- [18] Rippka R, DeReuelles J, Waterbury JB, Herdman M, Stanier RY (1979) Generic assignments, strains histories and properties of pure cultures of cyanobacteria. *Journal of General Microbiology* 111: 1-61.
- [19] Rippka, R. and Herdman, M. (1992). *Pasteur Culture Collection of Cyanobacterial Catalogue and taxonomic handbook, Vol . 1: Catalogue of Strains, Inst. Pasteur, Paris*, PP: 103.
- [20] Shaker, B.K; Alsalman, I.M and Alatabi, M.S (2018). Bioremediation of pesticide Glyphosate (Ground –UP SL) and remove Cd, Cr elements from polluted aquatic water medium by using Fungi ( *Asprgilus niger* , *Tricoderma harzanium*). *Biochem and Cel. Archi* (Accepted 13 May).
- [21] Yadavalli, R.; Rao, R.S. and Rao, C.S.(2012).Lipid accumulation studies in *Chlorella pyrenoidosa* using customized photo bioreactor-effect of nitrogen source,Light intensity and mode of operation.(IJERA), *Internat, Jour, of engine, Resa and Appli.* 2,(3):2446-2453.
- [22] Yamaguchi, K.; Nakano, H. ;Murakami, M. ;Kansu, S .; Nakayama, O. ;Kanda, M. ; Nakmura, A. and Iwamoto, H.(1987).Lipid composition of green algae *Botryococcus branrii*,*agric.biol.chem.*51(2):493-498.

## **Impact of Exposure to Deferent Concentrations of Pure CO<sub>2</sub> in Biology and Effectiveness of Total Lipids Formation for *Chlorococcum humicola* alga.**

*Ibrahim M. Al-Salman, Raghad S. Mohammed*

*Baghdad University, College of Education for pure Sciences, Department of Biology  
(Ibin- Alhaitham)  
Baghdad, Iraq*

### **Abstract**

The current study examined the impact of different concentrations of suppling of pure carbon dioxide CO<sub>2</sub> in the curves growth and total lipids productivity of local isolated green alga *Chlorococcum humicola*. The cells of alga exposure to the concentrations (25, 50,75 and 100%) V/V of CO<sub>2</sub>. Three growth media(Chu13, BG11 and Chu10) were used for the development of algal cells, the experiments were conducted in laboratory conditions at (25±2C<sup>0</sup>) the intensity of the lighting 3000 lux , pH 7.5 and lighting system of 8:16 h light and darkness. The algal cultures was injected with CO<sub>2</sub> gas by the device (Gas- flow-meter) ever (72 h) for (18 days). The results have showed that present vary responses in the growth curves of algal cells in all used cultures medium with the advantage of Chu13 media. At the following total lipids level and its exposure to the different concentrations of CO<sub>2</sub> gas, it was found that the three medias( Chu13, BG11 and Chu10) and the concentrations(25,50,75 and 100%)V/V gave different values of total lipids and recorded (101, 206, 156 and 106) , (168, 185, 130 and 110)and (66, 111, 76 and 91) mg/g<sup>-1</sup> dray weight respectively compared with the control which recorded (196.5, 155 and 90 ) mg/g<sup>-1</sup> dray weight.

**Key words:** *Chlorococcum humicola* alga, CO<sub>2</sub> gas ,growth curve, total lipids



## استخلاص وتوصيف وتقييم فعالية مستخلص الفجل كمادة مضادة للبكتريا المسببة للتسوس خارج الجسم الحي

جمال سلمان جباد\* ، عبد الرزاق داوود جاسم، زكري تركي عبد الحسين، ايناس محجن نعمان، حنان رشيد عبد الحميد  
حاتم حسين رميض  
وزارة الصناعة والمعادن، هيئة البحث والتطوير الصناعي، مركز بحوث ابن البيطار  
بغداد، العراق

\*Email: gschiad2000@yahoo.com

### الخلاصة

أظهرت نتائج اختبارات الكشف عن الفعالية المضادة للحياة المجهرية أن تأثير المستخلص المائي لأوراق نبات الفجل ( $1 \text{ g/ml}$  ،  $0.75$  ،  $0.5$ ) على بكتريا (*Streptococcus mutans*) التي لها الاثر في حدوث التهاب اللثة وتسوس الاسنان أقوى من تأثير المستخلص الكحولي لأوراق نبات الفجل وكذلك أعلى فعالية من المضاد الحيوي (*Gentamicin*) إذ أظهر المستخلص المائي فعالية تثبيطية ( $29 \text{ mm}$  ،  $20$  ،  $20$ ) على التوالي بينما أظهر المستخلص الكحولي فعالية تثبيطية ( $18 \text{ mm}$  ،  $15$  ،  $14$ ) وأظهر المضاد الحيوي فعالية تثبيطية ( $19 \text{ mm}$ ) . في حين أن المستخلص الكحولي لأوراق نبات الفجل ( $1 \text{ g/ml}$  ،  $0.75$  ،  $0.5$ ) كان تأثيره أقوى على بكتريا (*Staphylococcus aureus*) المسؤولة أيضا عن تسوس الاسنان والتهاب اللثة أعلى من المستخلص المائي لأوراق نبات الفجل حيث كانت الفعالية التثبيطية للمستخلص الكحولي ( $21 \text{ mm}$  ،  $15$  ،  $10$ ) بينما المستخلص المائي أظهر فعالية تثبيطية ( $19 \text{ mm}$  ،  $14$  ،  $11$ ) اما الفعالية التثبيطية للمضاد الحيوي ( $22 \text{ mm}$ ) . أظهر المستخلص المائي ( $1 \text{ g/ml}$  ،  $0.75$  ،  $0.5$ ) أعلى من المستخلص الكحولي لنفس التراكيز إذ كان قطر التثبيط للمستخلص المائي ( $19 \text{ mm}$  ،  $13$  ،  $12$ ) بينما كان قطر التثبيط للمستخلص الكحولي ( $11 \text{ mm}$  ،  $12$  ،  $10$ ) على بكتريا (*Pseudomonas aeruginosa*)

كشفت عن بعض المكونات الكيميائية (المجاميع الفعالة) للمستخلص المائي والكحولي وتبين ان المستخلص المائي والكحولي يحوي على العفصيات ، الكاربوهيدرات ، الكلايكوسيدات ، الراتنجات ، الفلافونويدات ، الصابونين والقلويدات ، وكذلك يحوي المستخلص المائي على الكومارينات والترينينات و خلا المستخلص المائي والكحولي الفينولات ، السترويدات والبروتين ، كما خلا المستخلص الكحولي من الكومارينات والترينينات . أجرى فحص السمية للمستخلص المائي والكحولي لأوراق نبات الفجل وتبين ان المستخلص المائي والكحولي غير قاتل بالتراكيز المستخدمة.

**الكلمات المفتاحية :-** مستخلص الفجل ، مضاد للبكتريا ، التسوس

© 2018 Corporation of Research and Industrial Development. All rights reserved

### المقدمة

أصبح الاهتمام حاليا (و بشكل متزايد) بالنباتات الطبية بسبب فعاليتها و آثارها الجانبية القليلة و كلفتها الرخيصة و ينصح باستعمال النباتات الطبية او مستخلصاتها بشكل واسع حتى عندما لا تكون المركبات الفعالة الموجودة فيها معروفة و ان منظمة الصحة العالمية (WHO) وافقت على استعمال النباتات الطبية لعلاج مختلف الامراض و عليه فأن دراسة مستخلصات النباتات مهمة لاثبات فعاليتها و ميكانيكية عملها و تأثيرها السمي ان وجد [1] .

الفجل (*Raphanus sativus*) ينتمي الى صنف ماكونوليفايثا (Magnoliophyta) ، من العائلة (*Brassicaceae*) هو نبات واسع الانتشار عالميا و يتصف بسهولة زراعته و نموه السريع و وصوله لمرحلة النضج خلال (30 يوما) ، يحوي الفجل على مادة (*Sinapine* ، *Raphaiol* ، *Raphanin*) . وهي مواد ذات تأثير مثبط للبكتريا . و للفجل تأثير مضاد للاسقربوط ، طارد للغازات و مقشع يتميز بصير بذور الفجل بطعمه اللاذع بسبب وجود مادتي (*Glogosinolates* ، *Myrosinase*) [2] . يعتبر مرض تسوس الاسنان والتهاب اللثة من الامراض الشائعة التي تصيب الفم والاسنان في اغلب دول العالم ، واحد الاسباب الرئيسية التي تسبب هذا المرض : هو تأثير البكتريا المسببة (*Streptococcus mutans*) حيث تبدأ بتكوين الطبقة الجرثومية الرقيقة على سطح الاسنان من خلال قابليتها لتركيب السكر الثلاثي التكوين خاصة الكلوكان (*glucan*) غير المذاب في الماء والتي تكون ضرورية لالتصاق المكورات المسببة مع بقية الميكروبات الفموية بسطح الاسنان [3] . وجد [4] ان استخدام نبات العاقول (بتراكيز معينة) في معالجة التهاب اللثة و تسوس الاسنان حقق كفاءة عالية خلال مدة من (2-10) ايام حسب حدة الالتهابات وذلك لاحتواءه على مركبات الكومارين والتانين والقلويدات . كما وجد [5،6] ، ان المستخلصات القلويدية لنباتي حلق السبع و عنب الذئب لها فعالية مضادة للجراثيم المرضية المسببة لالتهابات اللثة و تسوس الاسنان السالبة و الموجبة لصبغة كرام من خلال تأثيرها في المرفقات الانزيمية والانزيمات المنتجة في الخلية البكتيرية .



ان الهدف من هذا البحث هو دراسة تأثير المستخلص المائي والكحولي لنبات الفجل وتقييم الفعالية البيولوجية والمقارنة بينهم كأفضل تأثير على الاحياء المجهرية المسببة لتسوس الاسنان والتهاب اللثة .

### المواد وطرائق العمل

تم الحصول على اوراق نبات الفجل من الاسواق المحلية وصنف النبات من قبل معشيب كلية العلوم قسم علوم الحياة / جامعة بغداد وكان الفجل من نوع (*Raphanus Sativus*) . بعدها غسلت جيدا بالماء لازالة كافة الاتربة والشوائب العالقة بها وتركت لتجف في الظل مع التقليب المستمر لمنعها من التعفن ، طحنت اوراق نبات الفجل بواسطة الطاحونة الكهربائية للحصول على مسحوق ناعم .

#### 1- تحضير المستخلصات النباتية :

أ- المستخلص المائي (نقع) : اخذ (40 g) من مسحوق اوراق نبات الفجل ووضع في دورق زجاجي سعة (1 L) ، اضيف اليه (150 mL) ماء مقطر، وضع النموذج في جهاز (الحاضنة الهزازة) بدرجة حرارة (37 °C) لمدة (48 hrs) ، مرر على طبقات عدة من القماش (الململ) المعقم لترشيحه ، رشح المحلول بقمع بخنر(بورق ترشيح whatman no.1). وضع المحلول في جهاز المجفف الرذاذ (spray dryer) لمدة (4 hrs) للحصول على مسحوق مستخلص الفجل بدرجة حرارة (48 °C) كمية (7 g) ، حفظت في قنينة معتمة لحين الاستخدام [7] .

ب- المستخلص الكحولي (نقع) : وزن (40 g) من مسحوق اوراق نبات الفجل ، وضع في دورق زجاجي سعة (1 L) اضيف اليه (250 mL) كحول ايثانولي (80 % ) ، وضع في جهاز (الحاضنة الهزازة) بدرجة حرارة (37 °C) لمدة (48 hrs) ، مرر على طبقات عدة من القماش الناعم (الململ) المعقم لترشيحه ، رشح المحلول بقمع بخنر(بورق ترشيح whatman no.1). اخذ الراشح وركز بواسطة جهاز المبخر الدوار (Rotary vaccum evaporator) ، جففت المادة المركزة في صينية حديد ستيل في الفرن الكهربائي (oven) بدرجة حرارة (40 °C) ، جمع المستخلص الجاف وحفظ في قنينة معتمة لحين الاستخدام ، الوزن الناتج لمستخلص الفجل (6 g) [8] .

2- الكشف عن المكونات الفعالة :- أجريت مجموعة من الكشوفات النوعية للتعرف على المكونات الكيميائية الموجودة في مستخلص اوراق نبات الفجل (الكحولي والمائي) اذ كشف عن العفصيات ، الكاربوهيدرات ، الكلايكوسيدات ، الراتنجات ، الفلافونويدات ، الصابونين والقلويدات ، الراتنجات ، البروتين ، الفينولات ، الكومارين والتربينات [9] .

3- اختبار فحص السمية (Toxicity Test) : اجري اختبار السمية وفق ( OECD Guidelines for the testing of chemicals (2000) [10] في مركز الرازي للبحوث وانتاج العدد التشخيصية الطبية / قسم دار ايواء ورعاية الحيوان . حيث استخدمت الفئران البيض نوع البينو (Albino) لهذا الغرض ، وفرت الشروط الموصى بها حسب المصدر [10] . اذ كانت درجة حرارة البيت الحيواني (22 °C) ورطوبة نسبية (30 %) ، وفر لها الضوء لمدة (12 hrs) في اليوم مع الغذاء والماء ، وكان معدل وزن الحيوانات (25 g) ومن الاناث غير الحوامل . ومنعت الحيوانات من الغذاء لمدة (3 hrs) قبل اعطاء الجرعات وفق ما يلي :

1- الجرعة الاولى : (50 mg /1 K) من وزن الحيوان ، عدد الحيوانات (3) .

2- الجرعة الثانية : (300 mg /1 K) من وزن الحيوان ، عدد الحيوانات (3) .

3- الجرعة الثالثة : (2000 mg /1 K) من وزن الحيوان ، عدد الحيوانات (3) .

وقد تم اذابة كل جرعة في (1 mL) من الماء المقطر المعقم وحقن بها الفأر داخل البريتون (Intraperitoneal injection) ،

سجلت الملاحظات والعلامات والأعراض غير الطبيعية التي ممكن حدوثها خلال (4 hrs) ومن ثم الى اليوم التالي .

4- فحص الفعالية البيولوجية : استخدمت طريقة الانتشار بالحفر وذلك لاختبار فعالية المستخلصات ، اذ نشطت الانواع البكتيرية في وسط (Nutrient Broth) ، اذ تم تحضير (250 mL) من الوسط المذكور بحسب تعليمات الشركة وعقم بجهاز المؤصدة (Autoclave) بدرجة حرارة (121 °C) لمدة (15 min) ، ترك ليبرد بدرجة (25 °C) ، لفق بـ (1 mL) من عالق الخلايا البكتيرية هي (*Streptococcus mutans* ، *Pseudomonas aeruginosa* ، *Staphylococcus aureus*) كل على حده ، حضر (250 mL) من وسط (Muller Hinton agar) حسب تعليمات الشركة وعقم بجهاز المؤصدة (Autoclave) وترك ليبرد بدرجة (50-40 °C) ، لفق بـ (1 mL) من عالق (حضر العالق البكتيري طبق لمقياس العكورة (0.5) Tub. No Macferland) الخلايا البكتيرية ، بعدها صب (20 mL) من الوسط لكل طبق زجاجي قياس (9 cm) ، تركت الاطباق لتبرد وعملت عدد من الحفر لكل طبق بقطر (8 mm) لكل حفرة ، اضيف (50 µL) من المستخلص لكل حفرة باستخدام ماصة دقيقة ، وعملت حفر لمقارنة المستخلصات بالمضاد الحيوي (Gentamycin 10 mcg) ، حضنت الاطباق بدرجة حرارة (37 °C) لمدة (24 hrs) في الحاضنة ، حددت فعالية كل مضاد بقياس قطر منطقة التثبيط [11] .

### النتائج والمناقشة والاستنتاج

أظهرت نتائج التحليل النوعي للمواد الفعالة في مستخلصات أوراق نبات الفجل احتواء مستخلص اوراق الفجل المائي والكحولي على العفصيات ، الكاربوهيدرات ، الكلايكوسيدات ، الراتنجات ، الفلافونيدات ، الصابونين ، القلويدات وكذلك حوى المستخلص المائي على الكومارينات والتربينات وعدم احتوائه على الفينولات ، البروتينات والسترويدات بينما لم يحو المستخلص الكحولي على الفينولات ، البروتين ، الكومارينات ، التربينات والسترويدات . كما موضح في جدول (1)

## جدول (1) التحليل النوعي لمستخلصات أوراق نبات الفجل (الكحولي والمائي)

الكشوفات النوعية (+ موجود ، - غير موجود)			
ت	نوع الكشف	المستخلص المائي (طريقة النقع)	المستخلص الكحولي (النقع)
1	العفصيات	+	+
2	الكاربوهيدرات	+	+
3	الكلايكوسيدات	+	+
4	الفينولات	-	-
5	الراتنجات	+	+
6	الفلافونويدات	+	+
7	الصابونين	+	+
8	الفلويدات	+	+
9	البروتين	-	-
10	الكومارينات	+	-
11	التربينات	+	-
12	السترويدات	-	-

أثبت اختبار السمية الذي أجري على الحيوانات المخبرية (الفئران) عدم تسجيل اي اعراض غير طبيعية على الحيوانات بعد تجريعها بالمستخلص المحضر من نبات اوراق الفجل بالتركيز الثلاثة خلال الساعات الاربع الاولى من الاختبار ولم تسجل هلاكات بعد مرور (24 hrs) من الاختبار و أثبت هذا أن المستخلص المائي والكحولي لاوراق نبات الفجل غير قاتل وآمن للتركيز المستخدمة في التجربة . كما موضح في جدول (2)

## جدول (2) يبين نتائج فحص السمية للمستخلص المائي والكحولي لاوراق نبات الفجل

ت	نوع المستخلص	عدد الفئران	الجرعة لوزن الحيوان (mg/Kg)	حجم جرعة الحضان (mL)	فترة الفحص بعد الجرعة (hrs)	عدد الهلاكات
1	المستخلص المائي لاوراق نبات الفجل	3	50	1	24	0
2		3	300	1	24	0
3		3	2000	1	24	0
1	المستخلص الكحولي لاوراق نبات الفجل	3	50	1	24	0
2		3	300	1	24	0
3		3	2000	1	24	0

أظهرت النتائج في جدول (3) بأن هناك اختلافا في معدلات أقطار مناطق التثبيط التي يكون لها علاقة مباشرة في حساسية كل نوع من البكتريا وانواع المذيب المستخدم الذي له أهمية في نوعية وكمية مركبات الأيض الأولى الفعالة الموجودة في النبات الجاف إذ استخدمت كل من (*Streptococcus* ، *Pseudomonas aeruginosa* ، *Staphylococcus aureus*) و قد استخدم النوع الأخير والخاص بالاسنان كونها الأساس في أحداث التسوس من خلال عمليات معقدة وديناميكية فعل هذا النوع من البكتريا والمسببة للويجه الاسنان التي تؤدي الى تدمير تدريجي لمينا الاسنان وبدونها لا تتمكن باقي انواع البكتريا الخاصة بالفم من أحداث التسوس والتهابات اللثة كونها تبني عليها [12] . وضحت الابحاث الدور البالغ للمكورات العنقودية المسببة المتحولة (*Streptococcus mutans*) في أحداث النخر فهي بالإضافة الى قدرتها على تحويل السكر الى

حامض فأنها تستطيع تصنيع مادة لاصقة تدعى (*peptidoglycans*) وهي مادة نشوية تنترسب وتلتصق بالسن وبالتالي تلتصق اللويجة السننية على سطح السن وهي التي تساهم بدور رئيس في حدوث النخر بعد قيام البكتيريا بنحويل المواد السكرية والنشوية الى احماض مثل حمض اللبنيك (*lactic acid*) وحمض الفورميك (*Formic acid*) التي تذيب الاملاح المعدنية الكلسية الموجودة في مينا السن (Enamel) [13].

أظهرت نتائج الجدول (3) اختلافا في نتائج الفعالية البيولوجية لانواع المستخلصات المدروسة بوجود تفاوت في الدور التثبيطي للبكتيريا المفحوصة مقارنة بالسيطرة (*Gentamicin*). اذ اظهرت نتائج فحص الفعالية البيولوجية ضد بكتريا (*Streptococcus mutans*) الموجبة لصبغة كرام ان تأثير المستخلص المائي لاوراق نبات الفجل بتركيز (1 g / ml) اعطى فعالية عالية مقارنة بالتراكيز الاخرى (0.5 , 0.75 g / ml) اذ اظهر فعالية تثبيطية بمقدار (20 ، 20 ، 29 mm) بينما اظهر المستخلص الكحولي لنبات الفجل بتركيز (1 g / ml , 0.75 , 0.5) فعالية تثبيطية بمقدار (14 ، 15 ، 18 mm) على التوالي و فعالية المضاد الحيوي (19 mm) على نفس نوع البكتريا التي لها الاثر في حدوث التهاب اللثة وتسوس الاسنان في حين اعطى المستخلص الكحولي لاوراق ونبات الفجل (1 g / ml) تأثيرا اعلى بالمقارنة بالتراكيز الاخرى (0.5 , 0.75 g / ml) اذ اظهر فعالية تثبيطية بمقدار (10 ، 15 ، 21 mm) واعطى المستخلص المائي (1 g / ml , 0.75 , 0.5) فعالية تثبيطية بمقدار (11 ، 14 ، 19 mm) على التوالي . اما المضاد الحيوي فقد اعطى قطر تثبيط (22 mm) على بكتريا (*Staphylococcus aureus*) الموجبة لصبغة كرام المسؤولة عن تسوس الاسنان والتهاب اللثة . بينما أظهر المستخلص المائي لاوراق نبات الفجل للتراكيز (1 g / ml , 0.75 , 0.5) قطر تثبيطي (12 ، 13 ، 19 mm) فعالية اعلى من المستخلص الكحولي لاوراق نبات الفجل لنفس التركيز اذ اظهر قطر تثبيط (10 ، 12 ، 11 mm) على بكتريا (*Pseudomonas aeuroginosa*) الموجبة لصبغة كرام ولكن بتأثير أقل . ان لوجود المجاميع الفعالة (مثل القلويدات والتانينات والكومارينات والكلايكوسيدات) تأثيرا "فعالاً" في تثبيط نمو مختلف الاحياء المسببة لالتهابات اللثة وتسوس الاسنان فقد ذكر [6,5] ان المستخلصات القلويدية لها فعالية مضادة للجراثيم الممرضة من خلال تأثيرها على المرفقات الانزيمية وكذلك ذكر [4] ان مركبات التانينات والفينولات والكومارينات والفلايفونيدات لها تأثير فعال في معالجة التهاب اللثة وتسوس الاسنان . وهذا ما يؤكد النتائج التي توصل اليها من فعالية المستخلص المائي والكحولي على انواع البكتريا المسببة لتسوس الاسنان والتهاب اللثة وكذلك تفوق المستخلص المائي لاحتواءه على مجاميع فعالة اكثر مثل : الكومارينات والتربينات وعدم وجودها في المستخلص الكحولي .

جدول (3) يوضح نتائج الفعالية البيولوجية لانواع مستخلصات أوراق نبات الفجل (الكحولي والمائي) ضد انواع البكتريا ومقارنتها ب (*Gentamicin*)

ت	نوع البكتريا	قطر منطقة التثبيط ب (mm)						
		المستخلص المائي			المستخلص الكحولي			السيطرة الموجبة (mg/ml)
		0.5 g / ml	0.75 g / ml	1g / ml	0.5 g/ml	0.75 g / ml	1g / ml	10 mcg (جنتاميسين)
1	<i>Streptococcus mutans</i>	20	20	29	14	15	18	19
2	<i>Pseudomonas aeuroginosa</i>	12	13	19	10	12	11	13
3	<i>Staphylococcus aureus</i>	11	14	19	10	15	21	22

\* 100 % = 1 g / ml

#### الاستنتاجات

- 1- ان المستخلص المائي لاوراق نبات الفجل ذو فعالية عالية على بكتريا (*Streptococcus mutans*) مقارنة بالمستخلص الكحولي لاوراق نبات الفجل بينما المستخلص الكحولي اعطى فعالية عالية على بكتريا (*Staphylococcus auerus*) مقارنة بالمستخلص المائي .
- 2- أظهرت نتائج فحص السمية للمستخلص المائي والكحولي لاوراق نبات الفجل انه غير قاتل .

#### التوصيات

الاستفادة من الفعالية العالية للمستخلص المائي لاوراق نبات الفجل ضد نمو بكتريا (*Streptococcus mutans*) ،  
 ( *Staphylococcus auerus* ) المسببة لتسوس الاسنان والتهاب اللثة ، وعمل تركيبة في معجون الاسنان او محلول غرغرة  
 لعلاج اللثة وتقرحات الفم .

#### المصادر

- [1] Shukle , R. , Sharma , S.B., Puri , D. , Pabhu , K.M. and Urthy , P.S. " Medicinal plants for treatment of diabetes mellitus" .Indian J. Clin. Biochem. 15:196-177 (2000).
- [2] الداير اوي ، فاطمة صيوان صالح. عزل وتشخيص بعض الصبغات من قشور درنات الفجل الاحمر العراقي *Raphanus sativus* ودراسة تطبيقاتها التحليلية والحياتية، رسالة ماجستير. جامعة البصرة. (2002)
- [3] Kidd E; Bechal, S. Essentials of dental caries. "The disease and its anagement". 4<sup>th</sup> ed. Oxford, Hong kong, 1-20 (2002).
- [4] Al- Khateeb, E. H.; N. K. Maree and R. O. Al-Kaisi, *Alhagi graecorum* extract as mouth wash grargel. Ibn Al-Haitham J. for pure and applied science. Vol. 12 (3). (1999).
- [5] الدليمي. محمد عباس فياض، استخلاص و تنقية مركبات من *Solanum nigrum* و تأثيرها على الاحياء المجهرية الممرضة، رسالة ماجستير. كلية العلوم. جامعة بغداد (2003).
- [6] البالاني. ماجد رشيد، تأثير المستخلصات النباتية الخام و قلويد Vasicine لنبات *Adhatoda vasica* تجاه بعض الاحياء المجهرية الممرضة. رسالة ماجستير. كلية العلوم. جامعة بغداد. (2003).
- [7] Layth, Dh. E. "Effect of water extracts of some plants on two spotted spider mites". *J. Agricultural Sciences*, 42(1):111-117. (2001).
- [8] Vaidya, G. S.; Bhattarai, N. "Antagonistic study of Lanta Cammaa (LINN) Against with Pathogenic Bacteria". *J. Scientific world*, 7(7). (2009).
- [9] Jawad , A. "Ethnological studies in assessing the anti-aggressive effects of some Iraqi medical plants in laboratory mice" .PhD Thesis, Edu Coll. Basrah University. (1997).
- [10] OECD:(The organisation for Economic co-operation pevelopment) Guidance Document on Acute oral Toxicity. Environmental Health and Safety Monograph Series on Testing and Assessment No. 24. (2000)
- [11] Eloff, J. "Which extract should be used for the screening and isolation of antimicrobial compounds from plants". *J. Ethnopharm* 60: 1-8 (1998)
- [12] Al-Seabehawy, H. M. Z.. "The Effect of Glucosyltransferase Purified from Local Isolate *Streptococcus mutans* (Serotype C) on Egg YolK Antibodies (IgY) Generation in Layer Hens". Ph.D. Thesis. Engineering and Biotchnology Institute for Post Graduate Studies, University of Baghdad. (2014)
- [13] د. محمد علي البار . (السواك) . دار المنارة للنشر والتوزيع . جدة / مكة. الطبعة الأولى . (1994) .

## **Extraction, Characterization and Evaluation the Activity of *Raphanus Sativus* as Antibacterial Causing Decay in *Vitro***

Gamal S. Chiad , Abdul Razaq D.Jasem , Thekra T. Abdalhussain , Enas M. Numan , Hanan R. Abdul Al-Hameed , Hatem H. Rmaidh

*Ministry of Industry and Mminerals, Corporation of Research and Industrial Development, Ibn Albetar Research Center  
Baghdad, Iraq*

### **Abstract**

In this study results of detection of antimicrobial efficacy showed that the effect of the aqueous extract raphanus sativus (leaves of radish) dry base (0.5, 0.75, 1 g / ml) on streptococcus mutans , which have a higher incidence of gingivitis and tooth decay than the effect of the alcoholic extract of leaves of radish and the highest efficacy of the Gentamycin as positive control . For the aqueous extract (29, 20, 20 mm) inhibitory effect respectively, while the alcohol extract showed inhibitory activity (18, 15, 14 mm) and the Gentamycin control showed inhibitory effect (19 mm). The alcoholic extract for (0.5, 0.75, 1 g / ml) had a stronger effect on staphylococcus aureus bacteria, which is also responsible for tooth decay and gingivitis higher than the aqueous extracts of radish leaves. The inhibitory activity of the alcohol extract (21 , 15 , 10 mm) while the aqueous extract showed an inhibitory effect (19 , 14 , 11 mm) and the inhibitory activity of the Gentamycin control (22 mm). The aqueous extract (0.5 , 0.75 , 1 g / ml) was higher than the alcohol extract for the same concentrations , with the inhibition diameter of the aqueous extract (19 , 13 , 12 mm) ,While the inhibition diameter of the alcohol extract (11 , 12 , 10 mm) was on psedomonus aeruginosa . The phytochemical analysis of each (aqueous & alcoholic) extract showed that contain a number of medicinally important compounds in different amounts such as Tannins, Carbohydries, Glycosies Resins , Flavonoids , Saponin and Alkloids . and the both of aqueous and alcoholic extract not contain the Phenols , Steroids and protein and it is founded that the aqueous extract contain Coumarins and Terpines while the alcoholic extract not contain .the study of toxicological effect of the extract of the radish (aqueous &alcoholic) showed that the using concentration are safe.

**Keyword:** - Raddish Extraction, antibacterial, Decay.



## إستنباط تركيبية دوائية لمسحوق فيتامين E (15 %) وحبّة البركة (Nigella Sativa) (5 %) لتحسين الإنتاج وزيادة مناعة الدواجن

محمد جاسم محمد\* ، أريج علي عطية ، لمى هاشم محمد  
وزارة الصناعة والمعادن ، هيئة البحث والتطوير الصناعي ، بحوث ونتاج الأدوية البيطرية  
بغداد، العراق

\*Mohammedgaseem11@yahoo.com

### الخلاصة

حضرت تركيبية دوائية لمسحوق فيتامين E وحبّة البركة بتركيز (20 %) (وزن/ وزن) حيث كانت مادة فيتامين E (5 %) (وزن/ وزن) ومادة حبّة البركة (5 %) (وزن/ وزن). أستعمل المستحضر في حالات انخفاض المناعة وفي زيادة الإخصاب وعلاج مرض العضلات البيضاء (white muscle disease) للحيوانات الحقلية المختلفة. أثبتت النتائج المختبرية فعالية المستحضر من الناحية الكيميائية إذ كانت نتيجة فعالية مادة فيتامين E وحبّة البركة (109.4 %) وبدرجة حرارة (25 °C) ورطوبة (60) التي هي ضمن حدود دستور الأدوية البيطرية (90 - 110). لقد تمت دراسة ثباته المستحضر في درجات حرارة (60,50,40 °C) إذ كانت التركيبية ثابتة ومستقرة ، وان فعالية المادة ضمن الحدود المسموح بها. أرسلت نماذج لغرض إجراء التقييم الحقلية إذ كانت النتائج جيدة وحصل على شهادة القبول من دائرة البيطرة المستشفى البيطري بغداد ، من خلال تقرير المستشفى البيطري والذي بين الاستجابة الفعالة لعلاج الحالات التي أجري عليها الفحص : (انخفاض المناعة والإجهاد في الدواجن) وبجرعة (1 g) لكل (2 L) من ماء الشرب وكانت النتائج جيدة .

**الكلمات المفتاحية :** فيتامين E ، حبّة البركة ، انخفاض المناعة ، تحسين الإنتاج .

2018© Corporation of Research and Industrial Development. All rights reserved

### المقدمة

ان مستويات الفيتامينات الموجودة في العليقة (التي تكون مهمة للنمو والتحويل الغذائي والإنتاج والتكاثر) ربما لا تكون كافية لتطوير المناعة أو مقاومة عالية ضد الأمراض [1] ، و ان الأمراض والإصابات الطفيلية مثل الإصابية بداء الاكريات (avian coccidiosis) والذي تؤثر بوضوح على جدار الأمعاء والأعورين : يسبب تناقصا" كثيرا في امتصاص الفيتامينات فضلا عن فقدان الشهية وقلة استهلاك العلف [2] لذا يجب زيادة مستويات الفيتامينات المطلوبة في كل وحدة من وحدات العلف المستهلك من قبل الدجاج ومن هذه الفيتامينات (A , E , K) التي لها دور كبير في مقاومة الأمراض وتطور المناعة في الدجاج ، حيث يعمل فيتامين E على زيادة قابلية الطيور على مقاومة الأمراض من خلال زيادة فعالية الجهاز المناعي [12,3] وعمل فيتامين E كمحوريات مناعية (Immunomodulators) تعمل على تطور المناعة ضد الأمراض عن طريق زيادة تكاثر الخلايا للمفاوية وزيادة إنتاج الأجسام المضادة وتنظيم الاستجابة المناعية [4] .

أثبتت الدراسات تأثير حبّة البركة على جهاز المناعة ، تشير الدراسات والأبحاث العلمية أن لحبة السوداء أثر منشط في وظائف المناعة وهذا الأثر المنشط ظهر في تحسين فاعلية الخلايا القاتلة الطبيعية وهذه النتائج يمكن أن يكون لها أهمية علاجية كبيرة في الوقاية من الإصابة بالسرطان وفيروسات الكبد والحالات المرضية المرتبطة بقصور في جهاز المناعة وقد تبين أن من فوائد الحبة السوداء تأثيرها التصحيحي على الخلايا للمفاوية (T cells) وخلايا (T helper cells.) وذلك في حالة المرضى الذين يعانون من نقص في المناعة إذ تحسنت حالتهم . كما وجد عدم تغير واضح في مستويات بروتين المناعة نوع (ImmunoglobulinG) ، وجد أن هناك زيادة واضحة في نسبة الخلايا للمفاوية القاتلة الطبيعية بالنسبة للعدد الكلي للخلايا للمفاوية. أظهرت الدراسات التي أجريت على تأثير الحبة السوداء على الأسماك تأثيرا" إيجابيا" إذ نشطت الجهاز المناعي للأسماك وزادت مناعته ومقاومته للأمراض فضلا" عن زيادة نسبة الهيموجلوبين وكرات الدم البيضاء والحمراء والهيماتوكريت (Haematocrit) . كما وضحت الدراسات الحيوية محتوى مصل الدم ، زيادة في الألبومين والجلوبيولين [11,5] . وكذلك لحبة البركة فوائد كثيرة منها : احتوائها على الفوسفات ، الحديد ، الفسفور ، الكربوهيدرات المضادات الحيوية القاتلة لأنواع كثيرة من الجراثيم و احتوائها على مادة الكاروتين المضادة للسرطان وهرمونات جنسية مقوية ومخصبة . كما أكتشف مؤخرا إن حبّة البركة تزيد من

نشاط الجهاز المناعي في الجسم لمقاومة مسببات الأمراض ويقضي عليها أيضا [6]. ان مستحضر فيتامين (E) وحب البركة مسحوق من المستحضرات البيطرية المهمة جدا" اذ أن لفيتامين (E) دور مهم جدا" في معالجة حالات انخفاض المناعة من خلال زيادة المناعة الخلوية (Cell mediated immunity) والمناعة الخلطية .  
(Humeral immunity) وفي معالجة الدواجن كثيرة التعرض للإصابات الفيروسية ، ومنها مرض الكمبورو ومرض النيوكاسل وهذان المرضان يسببان خسائر كثيرة في الدواجن من خلال إصابة الفيروس الخلايا للمفاوية لجراب فابريشيا و إصابة بقية الأعضاء للمفاوية مثل: اللوزتين والأعورين بدرجة اقل مسببا قلة الاستجابة المناعية الخلطية والخلوية متمثلة بانخفاض مستوى الضد من النوع (Igm) في مصل الدم مؤديا" إلى حالة خلل وظيفي في الجهاز المناعي. لذا استخدم هذا المستحضر في زيادة الكفاءة المناعية للطيور من خلال زيادة الاستجابة المناعية للطيور الملقحة بالكمبورو النيوكاسل .  
لفيتامين (E) دور مهم جدا" في منع أكسدة الأحماض الدهنية حيث يستطيع العمل على تنظيم مناعة الجزيئات التي تتوسط في الاتصالات الخلوية والسوائل الخلوية وتحرر الرسائل الثانوية . وله فعالية أخرى في ميكانيكية التنظيم المناعي ومعادلي ايض حامض (Arachidonic acid) بواسطة (cyclooxygenase) lipoxy genase والتي تقود إلى تصنيع البروستوكلاندين (prostaglandins and lankotviens) الذي له أهمية في زيادة الإخصاب عند الحيوانات الكبيرة والصغيرة [7].

### الجزء العملي

أولا : الأجهزة والأدوات والمواد الداخلة في ركيبة الدوائية وفي طريقة التحضير وكما مبين في الجدول (1) , (2)  
جدول (1) مواصفات المواد الداخلة في التركيبة الدوائية

No.	Substance	Specification	Description	Solubility
1	Vitamin (E)	[8]	Clear colourless or yellowish. Brown .viscous oily liquid	Practically insoluble in water, freely soluble in dehydrated alcohol
2	Nigella sativa	[9]	white powder or creamy white , odourless, tasteless powder	Practically insoluble in water, and alcohol ,ether and neutral organic solvents , soluble in mineral acids with effervescence.
3	Sod. / Sod.C.M.C Carboxy.methyl.cellulose	[9]	White to off White Powder	Easily Dispersed in Water
4	Methyl paraben	[9]	White	Very slightly soluble in water
5	Propyl paraben	[9]	White	Very slightly soluble in water
6	Aerosol	[8],[9]	Light fine white amorphous powder ls	Practically insoluble in water.
7	Lactose	[8],[9]	White	Freely soluble in water,

### جدول (2) الأجهزة والمستلزمات المستخدمة في التركيبة الدوائية

No.	Instrument	Origin	Specification
1	Sieve	China	No.120
2	pH-meter	Hanna instrument	Micro processor
3	Mixer	Turkey	Gm _50 1 120w powder 220 v.
4	Sensitive Balance	Germany	Denver – Instrument 5000 g Max
5	Miller	Turkey	Gm _50 1 120w powder 220 v.



ثانياً: - طريقة العمل  
1- المواد الداخلة في التركيبة الدوائية :

- 1- Vitamin (E)
- 2- Nigella Sativa.
- 3- Sod.C.M.C
- 4- Preservative
- 5- Preservative
- 6- Aerosil
- 7- Additive

- 2- طحنت المواد الأولية (فيتامين (E) وحبّة البركة) بمنخل رقم (120) .
- 3- خلط جزء من المواد الفعالة الأولية (فيتامين (E) وحبّة البركة) مع احد المواد المضافة (Sod.C.M.C) مع جزأين من السكر .
- 4- خلطت باقي المواد الفعالة الأولية (فيتامين (E) وحبّة البركة) مع باقي المواد المضافة (aerosil) مع جزء من السكر المضاف .
- 5- خلطت المواد الحافظة (مع ما تبقى من المواد المضافة) .
- 6- تعبئة المواد بعد خلطها جيداً ولمدة (30 min) في أكياس المنيوم سعة (500 g) وأغلقت غلقاً "محكماً" بالمكبس الحراري .
- 7- أرسلت نماذج إلى السيطرة النوعية للتحليل الكيماوي . وأرسلت نماذج إلى دائرة البيطرة للتقييم الحقلية .

### النتائج والمناقشة

أثبت المستحضر استقراره من الناحية الكيماوية والفيزيائية وكانت كمية المادة الفعالة بدرجة حرارة الغرفة في وقت الصفر (% 109.4) جدول (3) علماً إن هذه الفعالية جيدة ضمن الحدود المسموح بها وحسب الدستور البريطاني (% 90-110) [3] .

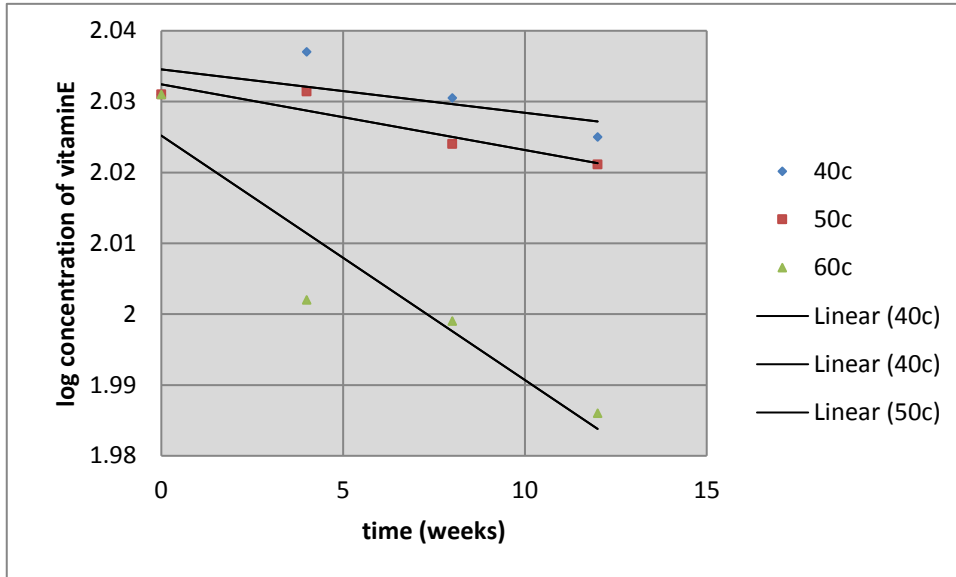
نتائج دراسة ثباتية المستحضر في درجات حرارة مختلفة (°C 60.50.40) ورطوبة نسبية (% 65) ولمدة ثلاثة أشهر ، أثبت المستحضر استقراره في درجات حرارة (°C 50.40) إذ كانت كمية المادة الفعالة (% 106-109) ، (% 105-107) على التوالي جدول (3) ، (4) ، أما في درجة حرارة (°C 60) لوحظ انخفاض الفعالية إلى (°C 97) بعد مرور (3) أشهر نتيجة لما تعرضت له المادة الفعالة من ظروف قاسية ، وهي ضمن الحدود الدستورية (% 90-110) و لوحظ هذا في الشكل (1) من خلال هبوط الخط الانحداري في هذه الدرجة مع ثباته في درجات الحرارة (°C 50,40) .

من خلال العلاقة بين الحرارة والفعالية والزمن حددت نفاذية المستحضر و التغيرات التي حصلت على المستحضر من حيث شكله وقوامه ولونه و مواصفاته الفيزيائية قابلتها نسب الفعالية ضمن الحدود المسموح (% 90-110) . إما بالنسبة للاستيبان الحقلية (ومن خلال التشخيص السريري للحالات المصابة بانخفاض المناعة وكذلك الدواجن الكثيرة المعرض للإصابات الفيروسيّة ومنها مرض الكمبو ومرض النيوكاسل) كانت نتيجة العلاج جيدة جداً ، وحسب الجرعة المستخدمة (1 g) لكل (2 L) ماء ولمدة (3-5) أيام ، كذلك الأغنام والماعز المصابة بمرض العضلة البيضاء (white muscle disease) وجرعة (1 g) لكل (1 L) ماء لمدة (3-5) أيام لوحظ تحسن الحالة واستجابتها للعلاج .

### جدول (3) دراسة ثباتية فيتامين (E) وحبّة البركة ولمدة ثلاثة أشهر بدرجة حرارة المختلفة (°C 60,50,40) ورطوبة (% 65)

تمت متابعة المستحضر آنفاً في درجة حرارة الغرفة وحسب النتائج المدونة أدناه .  
Vitamin (E) & Nigella sativa (20 %) powder :- الفعالية (zero time) (% 109.4)

زمن التحليل	كمية المادة الفعالة (وزن/ وزن) % Vitamin (E) & Nigella Sativa			التاريخ	ت
	60 °C	50 °C	40 °C		
بعد مرور (1) شهر	101	107	109	2014/1/1	1
بعد مرور (2) شهر	99.9	105.7	107.3	2014/2/1	2
بعد مرور أشهر	97	105	106	2014/3/1	3



شكل (1) المخطط الانحداري لفيتامين (E) في درجات حرارة مختلفة: (60,50,40 °C) ولمدة ثلاثة اشهر

#### الاستنتاجات

يعتبر هذا المستحضر من المستحضرات الجديدة حضرت كبحث جديد لذا ينصح باستخدامه في المستوصفات البيطرية وذلك بموجب التقييم الحفلي على الحيوانات والنتائج الايجابية في عمله ومن خلال استنتاجنا لهذه التركيبة الدوائية تطوير البحث باتجاه النتائج الحقلية الخاصة بتغذية الحيوانات ويمكن ان ينتج على شكل مسحوق ويستخدم كإضافات علفية للحيوانات الحقلية

#### التوصيات

- 1- استخدام المستحضر في المستوصفات البيطرية في حالات (انخفاض المناعة والإجهاد في الدواجن) وبجرعة (1 g) لكل (2 L) من ماء الشرب وكانت النتائج جيدة وذلك بموجب التقييم الحفلي .
- 2- تطوير البحث وذلك باتجاه تغذية الحيوانات .
- 3-استخدامه بالإضافات العلفية للحيوانات الحقلية .

#### References

- [1] Nockels .C.F. Increased vitamin needs during stress and disease . In ” Proc . Georgia Nutrition conference for the feed Industry” P. 9. Atlanta Georgia (1988).
- [2] Gunha , T.J. Variables in animal nutrition keep shifting the requirements . Feed Stuifs 59: (42) 1987.
- [3] Semba , R.D.. Vitamin A and Immunity to viral bacterial and protozoan infections. Proc- Nutrsoc . 58: 719-727 MEDLNE Abstract (1999) .
- [4] Moriguchi , S. and Muraga , M. (2000) . Vitamin- E and Immunity. Vitamins and Hormones 59: 305-336.
- [5] Morsi N .M. Antimicrobial effect of crude extracts of Nigella sativa on multiple antibiotics-resistant bacteria. Acta Microbiol Pol. 2000; 49(1):63-74.
- [6] Journal of the Saudi society of agriculture science.
- [7] Bendich,A, antioxidant nutrient and immune functions introduction advances in experimental medicine and biology .262:1-12(1990).
- [8] Sir Alasdair B.The monographs of the fifth edition of the European pharmacopoeia (2004), as amended by supplements 5-1 to 5-8 published by the council of Europe are reproduced British pharmacopoeia (veterinary)1, 2008 .
- [9] James.E.F.The extra pharmacopoeia twenty-seventh edition, published by direction of the council of the pharmaceutical society of Great Britain and produced in the society's department of pharmaceutical sciences (2005).

- [10] British pharmacopoeia, volume3, specific monograph, London.sw85, 2007.
- [11] Aftab, A., Asif, H., Mohd, M., Shah, A. K., Abul, K. N., Nasir A.S. & Firoz, A. A review on therapeutic potential of Nigella sativa: a miracle herb. Asian Pacific Journal of Tropical Biomedicine, 3(5), 337-352(2013).
- [12] Dalia A.M., Loh T.C., Sazili A.Q., Jahromi M.F., Samsudin A.A. Effects of vitamin E, inorganic selenium, bacterial organic selenium, and their combinations on immunity response in broiler chickens. BMC Vet. Res. 2018.

## **Preparation of a Pharmaceutical Composition of Vitamin E (15%) and Nigella Sativa (5%) to Improve Production and Increase Immunity for Poultry**

Mohammed J. Mohammed, Areej A. Attia , Luma H. Mohammed  
*Ministry of Industry & Minerals, Corporation of Research &Industrial Development  
Veterinary Drugs Research & Production Center  
Iraq, Baghdad*

### **Abstract**

Preparation of a pharmaceutical composition of vitamin (E) powder and nigella sativa concentrate (20 %) (w / w) where the substance was vitamin E (15 %) (w / w) and nigella sativa (5 %) (w / w). The drug is used in cases of decreased immunity and in increasing fertilization and treatment of (white muscle disease) for different field animals. Laboratory results proved the effectiveness of the product from the chemical point of view as it was the result of the effectiveness of vitamin (E) and nigella sativa (109.4 %) and temperature (25 °C) and humidity (60), which is within the limits of the Constitution of veterinary medicines (90-110 %).

The stability of the preparation was studied at temperatures of (60, 50,40 °C) where the composition was stable and stable and the effectiveness of the material within the limits allowed . Forms were sent for clinical evaluation where the results were good and the certificate of acceptance was obtained by the Department of Veterinary / Veterinary Hospital Baghdad through the report of the veterinary hospital, which shows the effective response to the treatment of cases under examination (reduced immunity and stress in poultry) and dose (1gm/2 liter water) The results were good.

**Keywords:** Vitamin (E), Nigella sativa, reduced immunity, improve production.



ISSN 2226-0722  
Iraqi Journal of Industrial Research



### نتردة سطوح الحديد المقاوم للصدأ ببلازما التفريغ المتوهج

سعد عبدالواحد طعمة<sup>1\*</sup>، نور علي ناصر<sup>1</sup>، فرح نايف ستار<sup>1</sup>، احمد ماجد حسن<sup>1</sup>، كريمة علي كاظم<sup>1</sup>، محمد شريف عبدالمنعم<sup>1</sup>، منذر عبد الرحمن ابراهيم، د. شروق عبد الله عيدان<sup>2</sup>  
وزارة الصناعة والمعادن، هيئة البحث والتطوير الصناعي، مركز بحوث الطاقة المتجددة والبيئة  
وزارة العلوم والتكنولوجيا،<sup>2</sup> دائرة بحوث المواد  
*\*energy.environment.center@industry.gov.iq*

#### الخلاصة

أجريت عملية معالجة عينات من سبيكة الحديد المقاوم للصدأ نوع (316) ببلازما التفريغ المتوهج ذي التيار المستمر لغاز النايتروجين ( $N_2$ ) عند منطقة التوهج فوق الطبيعي. أجريت عملية النتردة عند شروط تشغيلية: ( فولتية، تيار، ضغط غاز، زمن معالجة، ودرجة حرارة العينة). فحصت العينات المعالجة لتحديد التركيب البنائي لا اتلافي بجهاز حيود الاشعة السينية (XRD) وظهرت النتائج تكون طور ( $Fe_3N$ ) كطبقة سطحية. فحصت طوبوغرافية السطوح بمجهر القوة الذرية (AFM) لمقارنة الخشونة السطحية ومعالم العينات المعالجة، أظهرت النتائج زيادة الخشونة السطحية وزيادة سمك الطبقة المتنتردة بزيادة زمن المعالجة. اما الفحوص الاتلافية فهي مقاومة التآكل للعينات. اظهرت النتائج زيادة مقاومة السبيكة للتآكل مع زمن المعالجة.

**الكلمات المفتاحية:** فيزياء البلازما، هندسة وتحويل السطوح بالبلازما، سبيكة الحديد المقاوم للصدأ، النتردة.

2018© Corporation of Research and Industrial Development. All rights reserved

#### المقدمة

البلازما غاز متأين جزئياً أو كلياً ولد وفق شروط محددة. بلازما التفريغ المتوهج شبه متعادلة، بحالة توازن، ذات درجة تأين واطئة ودرجة حرارة الإلكترون (Te) تتراوح بين (1-10 eV). تولد البلازما بتسليط فرق جهد بقيمة معينة على قطبي المنظومة بوجود غاز تشغيلي، في محيط البلازما ايونات الغاز الموجبة تتعجل باتجاه القطب السالب وعند اصطدامها ينبعث سيل الكتروني. تستمر هذه العملية الى الوصول لمرحلة (Self-sustaining discharge) والتي عندها تبدأ عملية التوهج. ان عمليات البلازما ومنها النتردة بالبلازما تجرى عند منطقة التفريغ المتوهج فوق الطبيعي (Abnormal glow discharge region) [1,2,3]. ان عملية النتردة بالبلازما تعتمد (بشكل كبير) على ظاهرة الانتشار (Bulk diffusion phenomena) التي لم تفهم ميكانيكية العملية كلياً لحد الان [4,5]. يمكن تعريف النتردة على انها نفاذ وانتشار ذرات وأيونات النتروجين الى سطح السبائك في جو مشبع بهذه الذرات وأن الصلادة الناتجة من النتردة تعتمد على تكوين النترايد الصلب. ان الصلادة العالية على السطح تنتج لدى نتردة انواع من السبائك تحوي عناصر سبك مثل (V, Al, Cr, Mo) وهي عناصر تستطيع تكوين نترايدات مستقرة لدى ملامستها لذرات النتروجين على سطح السبائك منتجة طبقة نترايد صلدة للغاية ولكنها لا تتجاوز سمكها (1mm). و نظرا لامكانية اجراء النتردة بدرجات منخفضة [8].

لذا فأنها تعتبر من العمليات الانهائية. اي التي تجرى على سطح السبائك كمرحلة نهائية بعد انجاز كافة العمليات الاخرى. أجريت في هذا البحث عملية نتردة عدة عينات من سبيكة الحديد المقاوم للصدأ نوع (316) ببلازما التفريغ المتوهج تحت شروط تشغيلية معينة ولأزمان مختلفة.

#### الجزء العملي

اجريت عملية معالجة العينات باستخدام منظومة بلازما التفريغ المتوهج الكاثودية ذات التيار المستمر (0.5A)، والفولتية (8Kv). صممت المنظومة وصنعت وطنياً وفق اعتبارات تصميمية وتصنيعية محددة [6,7]، والشكل (1) يمثل صورة لمنظومة البلازما.



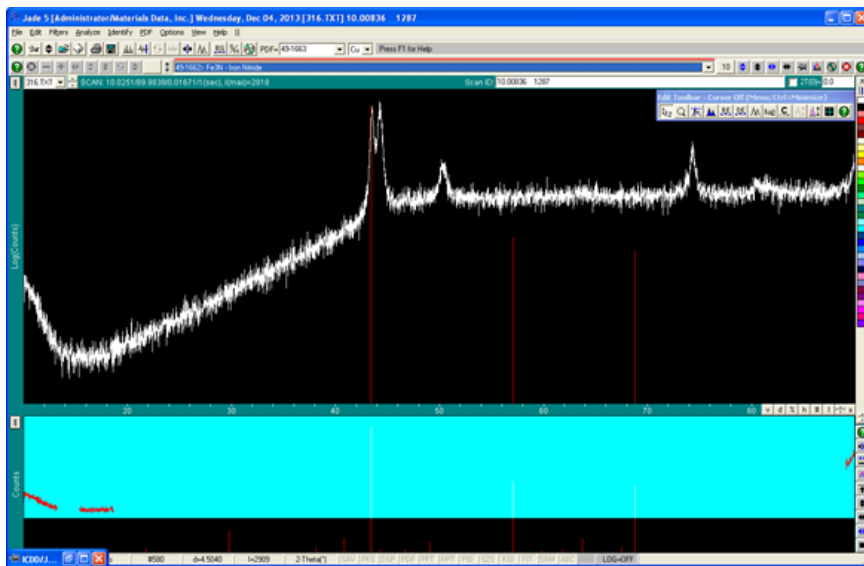
شكل (1) : صورة منظومة البلازما

صقلت سطوح عينات الحديد المقاوم للصدأ لدرجة عالية ، نظفت كيميائياً وفيزيائياً اذ اجريت عليها عملية التنعيم باستخدام ورق تنعيم مغطى بطبقة من (SiC) ودرجات تراوحت بين (200 - 2000) . اما عملية الصقل فقد تمت باستخدام قماش حريري وعالق من مادة السيليكا ومن ثم معجون خاص بحجم دقائق (0.3  $\mu\text{m}$ ) ، وصولاً لدرجة لمعان السبيكة بعدها تمت عملية التنظيف بجهاز الموجات فوق الصوتية باستخدام حوض يحتوي على الايثانول النقي .

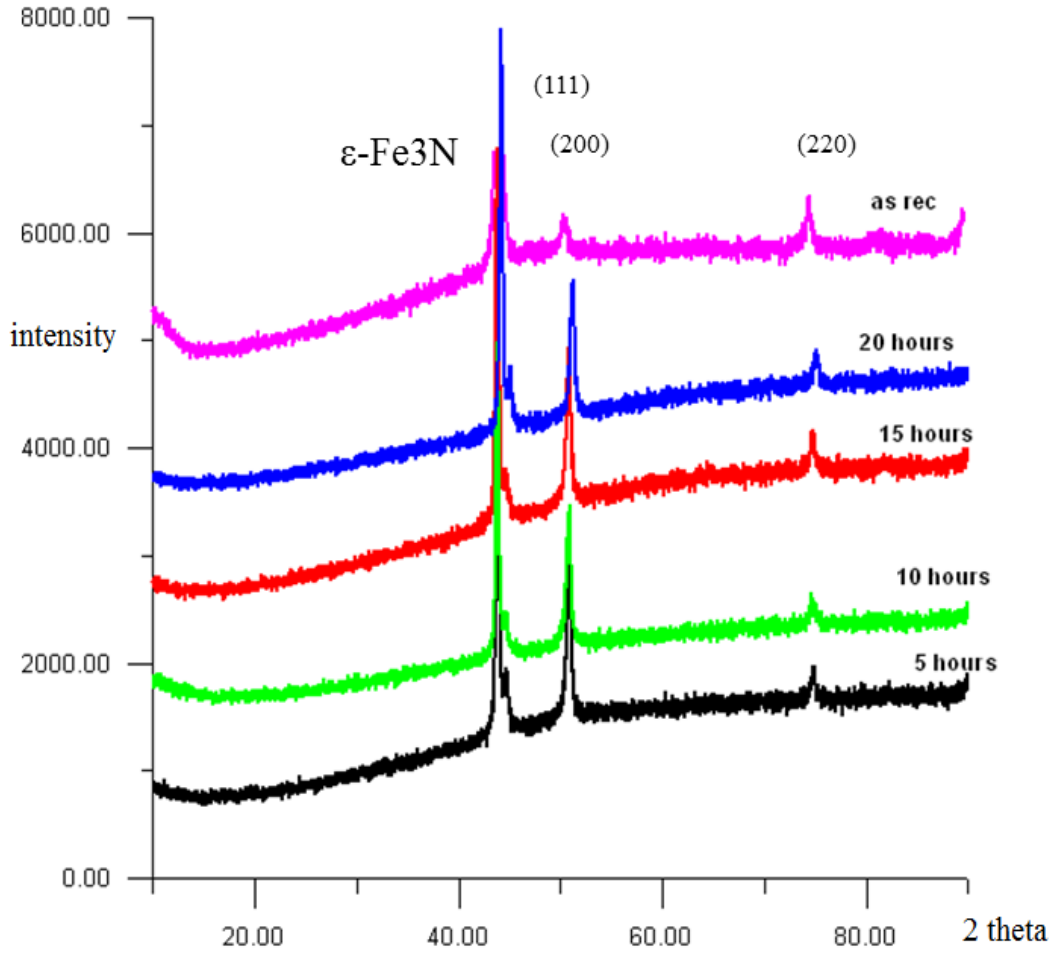
وضعت العينات على القطب السالب للمنظومة. ولدت بلازما التفريغ المتوهج لغاز الاركون عند فولتية (400V) ، وتيار بلازما (1.12A) ، وضغط غاز تشغيلي (1.4 $\times 10^{-1}$  mbar) عند درجة حرارة الكاثود (45 C°) وعرضت للبلازما للتخلص من طبقة الاوكسيد السطحية عبر ميكانيكية التبريد ببلازما غاز الاركون (Ar) (plasma sputtering) . أعيد تفريغ حجرة البلازما وضخ غاز (N<sub>2</sub>) للحجرة لتوليد بلازما غاز النايتروجين والتي توظف لعملية نتردة ال (St.St.316). ولدت بلازما التفريغ المتوهج لغاز النايتروجين عند فولتية (410 V) ، وتيار بلازما (1.14 mA) وضغط غاز تشغيلي (4.2  $\times 10^{-1}$  mbar) ، اجريت معالجة العينات بزمن (5, 10, 15, 20 hrs) عند درجة حرارة الكاثود (45 C°) لاجراء عملية النتردة بالبلازما. فحصت العينات لا اتلافياً (XRD) ، (AFM) ، الفحوصات الأتلافية اجري فحص التآكل للعينات لمعرفة مقاومة تآكل العينات المعرضة للبلازما .

### النتائج والمناقشات

بينت فحوصات حيود الأشعة السينية أن التركيب البنيوي السائد لسبيكة الفولاذ المقاوم للصدأ نوع (316) قبل اجراء المعاملة بالبلازما هو الاوستنايت وحسب النتائج المستحصلة من برنامج (MDI Jade 5.0) وبطاقة رقم (33-0397) ادت معاملة السطح ببلازما النتروجين الى تغلغل ايونات النتروجين بميكانيكية الانتشار وهي السائدة فضلاً عن الزرع الايوني الذي هو دالة لطاقة الايون الى الطبقة السطحية وتغيير بنية سطح العينات مع زمن المعاملة ، بعد (5 hrs) من المعالجة ظهر طور (Fe<sub>3</sub>N) وحسب البطاقة رقم (49-1664) الذي استمر بالنمو مع استمرار المعاملة بالبلازما كما موضح في الاشكال (2) و (3) .



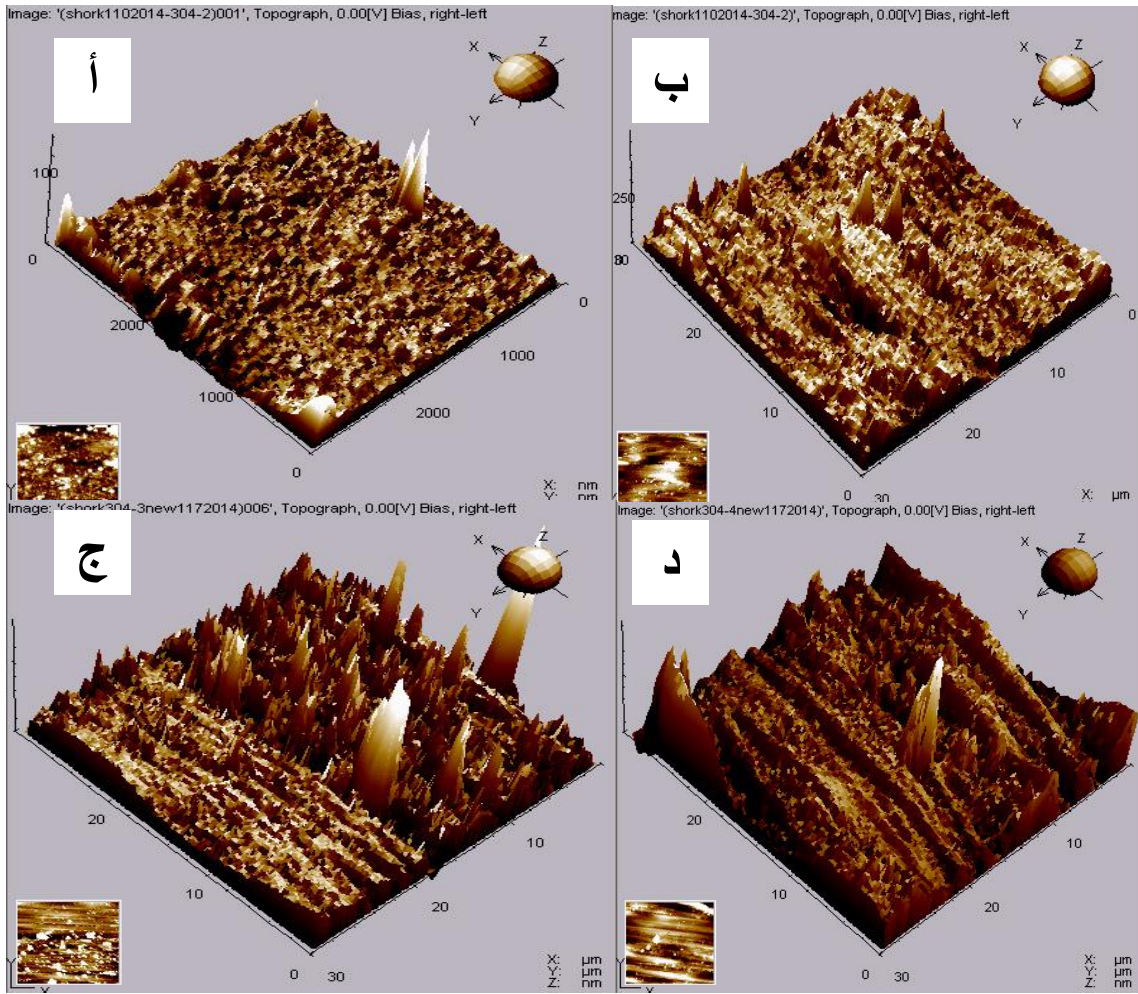
الشكل (2) حيود الاشعة السينية لنموذج الفولاذ المقاوم للصدأ نوع (316) قبل النتردة في برنامج (MDI Jade 5.0)



الشكل (3) حيود الاشعة السينية لعينات الفولاذ المقاوم للصدأ نوع (316) معاملة بالبلازما لفتترات زمنية مختلفة.

ان نمو طبقة  $(Fe_3N)$  أثرت بوضوح على طوبوغرافية السطوح بزيادة الخشونة السطحية (Surface roughness) والمعالم السطحية مع تقدم زمن المعاملة بالبلازما وزيادة سمك طبقة النترايد بزيادة زمن المعاملة بالبلازما ، وهذا ما لوحظ في فحوصات مجهر القوة الذرية الموضح في الاشكال (4) و(5) .

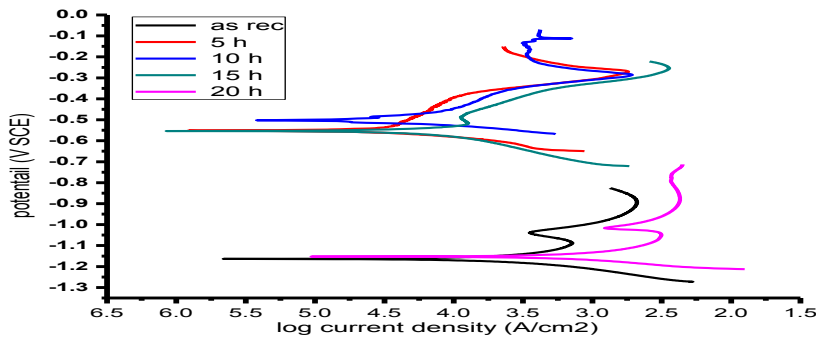




شكل (4) فحوصات السطوح بمجهر القوة الذرية (AFM) للعينات المعاملة بازمان مختلفة (5,10,15,20 hrs)

- أ. زمن المعالجة (5 hrs) .
- ب. زمن المعالجة (10 hrs) .
- ج. زمن المعالجة (15 hrs) .
- د. زمن المعالجة (20 hrs) .

أختيرت مقاومة تأكل سبيكة الحديد المقاوم للصدأ نوع (316) وفق المواصفات القياسية الامريكية للمواد (ASTM) في (%) من محلول كلوريد الصوديوم ، زادت مقاومة السبيكة مع تقدم زمن المعاملة بالبلازما نتيجة لنمو طبقة ( $Fe_3N$ ) المعروفه بمقاومتها العالية للتآكل ، وكما موضح في شكل (5) ، كما ان السطح الخارجي استمر بالتجانس لغاية (10 hrs) وبعدها فان سمك الطبقة ادى الى تعرج السطح وتموجه مما وفر حفر ومراكز لتتركز ايونات محلول الاختبار مؤديا الى انخفاض مقاومته للتآكل مع تقدم زمن المعاملة بعد (10 hrs) .



الشكل (5) فحوصات مقاومة التآكل لعينات معاملة بالبلازما لازمان مختلفة



يبين فحص مقاومة التآكل (للعينات المعاملة بالبلازما لازمان مختلفة) أن أفضل زمن معالجة هو (10 hrs) بعدها تبدأ مقاومة التآكل بالانخفاض حيث يكون تأثير زمن المعالجة بعد (10 hrs) سلبي. خلال النتائج المتحققة يرى البحث ضرورة معالجة العينات ببلازما غاز الهيدروجين ( $H_2$ ) قبل عملية التبريد وذلك لازالة طبقة أكسيد الكروم عبر ميكانيكية التبريد بالبلازما ، إذ ان طبقة أكسيد الكروم هي مثبثة لعملية التبريد ( Nitriding barrier ) ، ومن جانب آخر فإن البحوث السابقة انجزت عملية تبريد سبائك (St.St) عند درجات حرارة عالية ويحدود 480 ( $^{\circ}C$ ) وتجاوز درجة الحرارة هذه ذات اثر سلبي على تحسين مقاومة التآكل بسبب تكون (CrN) إذ ان قابلية الاتحاد مابين عنصر (Cr) والنايتروجين هي أعلى من عنصر (Fe) .

أجريت في هذا البحث عملية التبريد بالبلازما عند درجة حرارة ( $45^{\circ}C$ ) و ان البحوث تشير الى درجات حرارة ( $200^{\circ}C$ ) صعوداً بعملية تبريد (St.St 316) بانواعه إذ اعتمد في العملية نظام معالجة التبريد بازمان متقطعة وليس مستمرة كما هو معروف بالبحوث العلمية المنشورة وهذا يعني انه تم تجزئة جرع الايونات (Ions dozes fragmentation technology) التي تتعرض لها العينة على ازمان متقطعة وحفظها ضمن محيط النتروجين وهذا ماقلل من نسبة تنشيطية السطوح المعالجة بزمن مستمر وبعد الاطلاع على البحوث السابقة لم يوجد مايشير الى اجراء العملية عند درجة الحرارة انفاً.

#### المصادر

- [1] K.H.Schoenbach. V.K. Lakdawala, R. Germer and S.T. Ko. App. phys.p.67, 1, 15 ,1990
- [2] G.Poletti, , Ap Orsini F, Addamo AR, Riccardi C, Selli Eplied surface science, 219, 2008.
- [3] Li YanTing ; Li XiuYing ; Xiao Yan ; Zhao BingQiang ; Wang LiXia., Applied surface science. 255 , 2009.
- [4] Technology in the heat treatment of steel Prof. Dr. Inghabil, Dr.H.C Hans-Joachim, Internet 18-7. 2002.
- [5] عبد الرحمن منذر، د. عامر عباس ابراهيم . مجلة كلية التربية - الجامعة المستنصرية ، مجلد(1) ، عدد(3) ، 1990 .
- [6] سعد عبد الواحد طعمة ، كريمة علي كاظم ، محمد شريف عبد المنعم ، الاستشاري منذر عبد الرحمن ابراهيم . هيئة البحث والتطوير الصناعي – وزارة الصناعة والمعادن . الخلاصات الموسعة لبحوث الوزارة 2012.
- [7] Ibrahim M.A.R, Atomic Energy commission, Vol (2) No (2), 2000.
- [8] Mendes AF, Scheuer CJ, Joanidis IL, Cardoso RP, Mafra M, Klein AN. Low-temperature plasma nitriding of sintered PIM 316L austenitic stainless steel. Materials Research. 2014.

### Glow Discharge Plasma Nitriding of St.St 316 Surfaces

Saad A. Tuama<sup>1\*</sup>, Noor A. Naser<sup>1</sup>, Farah N. Satar<sup>1</sup>, Ahmed M. Hasan<sup>1</sup>, Karema A. Kadhim<sup>1</sup>, Mohammed S. Abdilmunem<sup>1</sup>, Monther A.Ibrahim, Shorouk A. Idan<sup>2</sup>

Ministry of Industry & Minerals, Corporation of Research & Industrial Development, Renewable Energy & Environment Research Center (REERC)

Ministry of Science and Technology, <sup>2</sup>Materials Research Department

Iraq, Baghdad

#### Abstract

Samples of stainless steel alloy (316) were treated with the (DC) flux discharge plasma ( $N_2$ ) at the supernatural flare area. Nitration was performed under operational conditions (voltage, current, gas pressure, processing time, and sample temperature).

The samples were tested to determine the structural construction, to prevent x-ray diffraction, and the results showed that ( $Fe_3N$ ) was developed surface layer. Surface Topography of the Atomic Force Microscope (AFM) to compare the surface roughness and parameters of the treated samples, the results showed increased surface roughness and increased thickness of the recovered layer by increasing processing time. The destructive tests are the corrosion resistance of the samples. The results showed an increase in corrosion resistant alloy with process time.

**Keywords:** Plasma Physics, Engineering and Conversion of Plasma Surfaces, Stainless Steel Alloy, Nitride.



ISSN 2226-0722  
Iraqi Journal of Industrial Research



## Dirt-proof Silicon PV Panel Surface Using Superhydrophobic Nano-composite

Omar A. Abdulrazzaq<sup>1\*</sup>, Abdulkareem A. Ahmed<sup>1</sup>, Shaima K. Abdulridha<sup>1</sup>, Muhammad A. Fakhri<sup>2</sup>

*Ministry of Industry and Minerals, Corporation of Research and Industrial Development,*

<sup>1</sup>*Renewable Energy and Environment Research Center*

*Ministry of Industry and Minerals, <sup>2</sup>Headquarters Office of the Corporation of Research and Industrial Development*

*Baghdad, Iraq*

*\*Email: omarsatar2003@gmail.com*

### Abstract

In this work, manganese dioxide/polystyrene super hydrophobic nano-composite was applied on the surface of silicon PV panels to introduce a dirt-proof surface. The results showed a significant improvement in the self-cleaning features of the panel under investigation. The optical properties of the deposited super hydrophobic layer were intensively investigated using UV-VIS-NIR spectrophotometer and the results showed that this layer is functioning as a window layer and as an antireflection layer, as well. The AFM results showed that the nano-composite surface has a pyramid-like structure which is a feature of super hydrophobic surfaces. The PV panel coated with the super hydrophobic nano-composite was intentionally smeared with mud and the photovoltaic parameters were measured after smearing. The results showed that the coated panel's power conversion efficiency was only reduced 1% after smearing, while the uncoated panel showed a reduction in the efficiency to about 10%.

**Keywords:** Superhydrophobicity, Silicon solar panel, Nano-composite.

2018© Corporation of Research and Industrial Development. All rights reserved

### Introduction

Photovoltaics (PVs) are under investigation for more than 65 years [1]. During this time, a huge progress has been achieved. Thin film solar cells [2] and organic solar cells [3] are prime examples for the evolution from silicon technology to different varieties of technology. However, with all these varieties, the cleaning process is still a big obstacle in these PV systems, especially since PV modules must be installed outdoor. In the desert area (as in Baghdad city), the global solar radiation is significantly higher than that of other areas [4] which makes it a suitable location for PV installation. Our previous study on the solar radiation in Baghdad city has shown that Baghdad weather is clear most of the year with high rate of solar radiation [5]. Unfortunately, the desert areas are also hot and dusty with low rate of rain. Heat and dust have a negative effect on the performance of PV systems. Temperature above 25°C reduces the bandgap of silicon leading to a reduction in the voltage of the PV modules and hence, a deterioration in the output power. Extensive details on the influence of temperature on the PV performance can be found elsewhere [6]. Dirt on the other hand, such as dust, bird-droppings, and water stains accumulate on the PV surface and reduce the amount of light reaching the p-n junction. It has been shown by Ndiaye *et al.* that a one-year exposure of PV modules in a desert area leads to a 77% drop in the output power of the PV system [4]. This result is harsh, nevertheless, they did not explain how much is the average dust density throughout that year and the thickness of the deposited dust in their specific study. Other researchers had shown that a dust mass of 22 g/m<sup>2</sup> could reduce the power conversion efficiency of the PV module to up to 26% [7]. Several parameters can affect the amount of soiling deposited on the PV surface, such as tilt angle, PV type,

pollution type, and surface material type. For example: epoxy packaging can pick more dust than cover glass glazing [7]. Moreover, solar radiation density has a noticeable influence as well. At 1000 W/m<sup>2</sup> of solar radiation, the reduction in the module efficiency is less than that at 500 W/m<sup>2</sup> for the same type and amount of dust [7]. Some literature has mentioned that rain can help reducing soiling to about 50%, except for bird-droppings [8]. However, desert areas are generally lacking frequent rain.

Baghdad weather is dusty most of the year. Sand storms hit the city few times a year. This weather requires a tedious effort to clean the PV modules every awhile. The process also consumes water and requires service fees. A practical solution to this problem is in essential need. Superhydrophobic surface can be a good candidate for this purpose. Superhydrophobicity is a surface engineering in which wettability is reduced enabling the surface to be water repellent, anti-sticking, and self-cleaning. The surface in this case will have a low free energy and hence, a high contact angle (more than 90°). The nano-scale hills and valleys in combination with low adhesion between the surface and the particles create the phenomenon of hydrophobicity [9]. The contact angle of a droplet of water falling on a solid surface is basically Young's angle ( $\theta_y$ ) that can be calculated from Young's equation that describes the interfacial tensions formed at the solid-liquid-vapor interfaces:  $[\cos\theta_y = (\sigma_{sv} - \sigma_{sl})/\sigma_{lv}]$ , where  $\sigma_{sv}$  is the surface tension of the solid-vapor interface,  $\sigma_{sl}$  is the surface tension of the solid-liquid interface, and  $\sigma_{lv}$  is the surface tension of the liquid-vapor interface [10]. At high values of  $\sigma_{sl}$ , the cosine will have negative sign with  $\theta_y$  more than 90° which results in a smaller contact area between the water drop and the surface, and hence less adhesion force. The advantage of using superhydrophobic layer on PV surface is that the cleaning process will be minimized and large particles, mud, and bird-droppings will be easily slid down out of the surface, especially in tilted PV panels. Small particles as well can be removed with any gust of winds. However, the hydrophobic layer should meet the window layer requirements, i.e. the layer must be transparent in the spectral range of the solar cell absorption range and has a refractive index that is less than that of the semiconductor of the cell to maintain lower reflection.

The potential of the present work, aims to introduce a superhydrophobic surface on silicon PV panels via spray depositing of polymer-based manganese dioxide nanoparticles on the cell surface to lessen the accumulation of dirt by reducing the adhesion force between dirt and the PV surface.

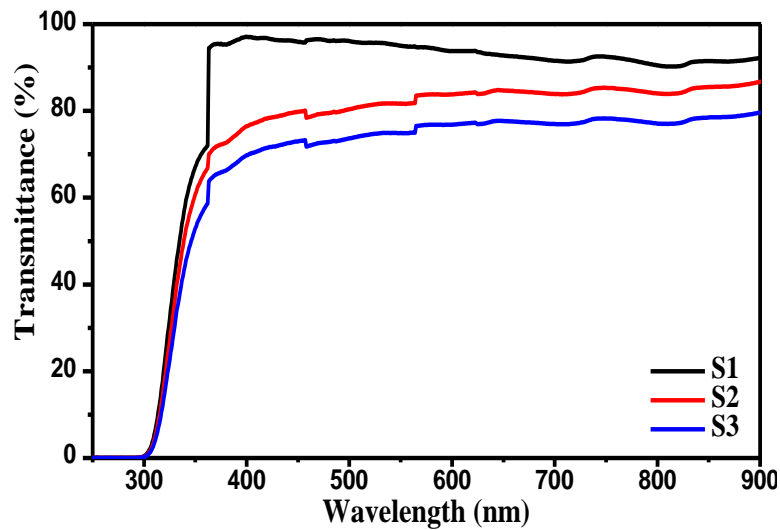
## Experimental Procedure

The superhydrophobic material used in this work was purchased from SAR Incorporation. The material is a nano-composite consists of polystyrene polymer grafted with manganese dioxide nanoparticles (MnO<sub>2</sub>/PS). The material was pre-dissolved in organic solvent (chloroform) and sold as a liquid-phase. The exact formula is the company know-how. The liquid-phase composite can be deposited by spray method. The deposited nano-composite has a free surface energy of ~ 13 mN/m and can achieve a contact angle of ~ 110° according to the company datasheet. These specifications represent hydrophobicity features. Two small-size solar panels (140 cm<sup>2</sup>) were utilized in this study. The first panel left as a reference cell (control), while the second coated with a 15.9 μm thick superhydrophobic layer. The two panels were then intentionally smeared using lab-made mud to mimic the severe weather dirt (rain after dust storm for an example). The photovoltaic parameters of the bare and coated panels before and after smudging were determined using sun simulator type (Keyland) at 1000W/m<sup>2</sup> and 25°C (AM1.5 conditions). Two microscopic glass slides were also coated with two different thicknesses of the nano-composite (15.9 μm and 17.8 μm). The thickness was approximately calculated using the gravimetric method. The optical properties of the composite were investigated on those glass slides using Shimadzu double beam UV-VIS-IR spectrophotometer.

## Results and Discussion

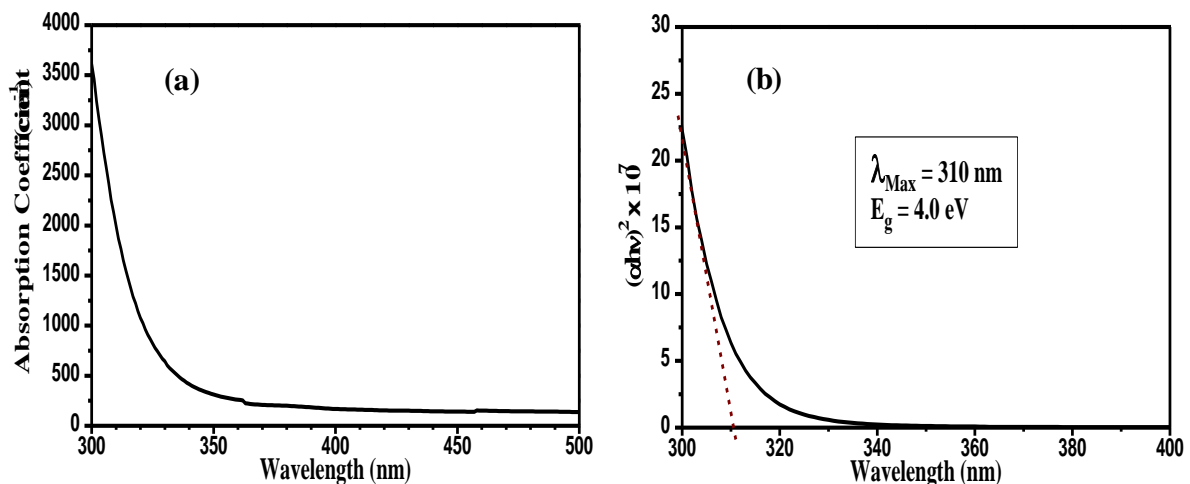
Transmittance of bare glass slide (S<sub>1</sub>), 15.9 μm thick of MnO<sub>2</sub>/PS coated glass slide (S<sub>2</sub>), and 17.8 μm thick of MnO<sub>2</sub>/PS coated glass slide (S<sub>3</sub>) is presented in Figure (1). It is clear that the

superhydrophobic layer is transparent in the short wavelength region where transmission is equalized between coated and uncoated samples. At 350 nm wavelength and below, the superhydrophobic nano-composite films become more opaque (less than 0.3%) for all samples, this opacity is reduced at longer wavelengths in which silicon PV is functioning. This shows that MnO<sub>2</sub>/PS superhydrophobic film is working in harmony with silicon solar cells.



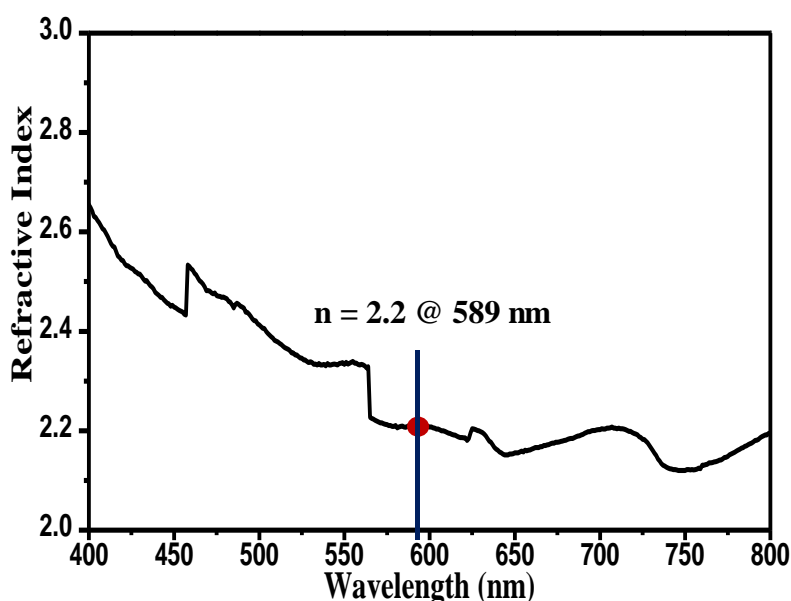
**Figure (1) Transmittance as a function of wavelength. The inset is a visual test of the coated and uncoated samples**

Optical energy bandgap ( $E_g$ ) is one of the important parameters that can explain the optical and electronic properties of the material. To determine  $E_g$ , absorption coefficient ( $\alpha$ ) should be first extracted from the absorbance ( $A$ ) according to the well-known Beer–Lambert law ( $\alpha = 2.303A/t$ ), where  $t$  is the film thickness in centimeter, and  $A$  is calculated from the logarithm of the reciprocal of transmittance [ $A = \log 100/T$ ] as shown in Figure (2-a). The direct allowed  $E_g$  according to Tauc equation is the extrapolation of the tangent of  $(\alpha h\nu)^2$ –wavelength to the point  $(\alpha h\nu)^2 = 0$ , where the intersect with x-axis is the bandgap of the material as demonstrated in Figure (2-b). The bandgap is found to be 4.0 eV (an insulator bandgap). This large bandgap (corresponding to 310 nm wavelength) explains the transparency of the film. The photons of energy equals or greater than 4 eV are absorbed by the valence electrons producing a direct allowed transition from the valence to conduction band. On the other hand, photons with energies less than 4 eV are not capable to excite the valence electrons, therefore, they pass all the way through the bulk of the film.



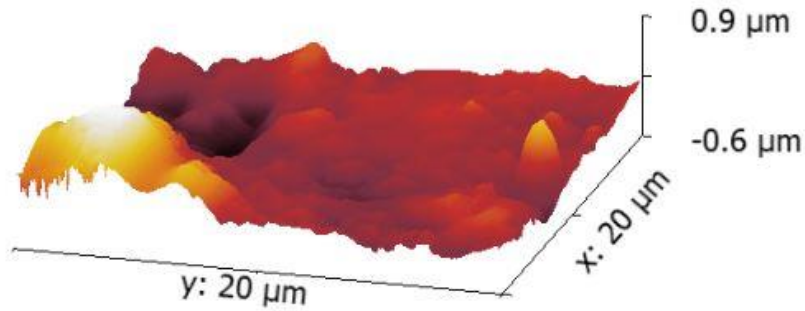
**Figure (2) Spectral absorption coefficient (a), and  $(\alpha h\nu)^2$  extrapolation (b) of the MnO<sub>2</sub>/PS superhydrophobic nano-composite film**

Refractive index ( $n$ ) is an important factor in which the amount of reflected light from the surface is determined. Lowest reflection happens when the film refractive index is in between the refractive indices of the two materials on both sides, which is known as antireflection effect. Detailed modeling for antireflection coating is available in literature [11]. Silicon has a refractive index of  $\sim 3.4$ . To maintain low reflection, the coated layer should have a refractive index less than 3.4 (the lower the better). Figure (3) shows the spectral refractive index of  $\text{MnO}_2/\text{PS}$  nano-composite in the range of interest (400–800) nm. The plot introduces low refractive index (less than 3.4) which can fulfil the antireflection properties and is expected to reduce the reflection of light incident on the PV panel, which in turns may enhance the photovoltaic performance of the panel. Moreover, the refractive index of the nano-composite at 589 nm (sodium D-line) is 2.2 which is higher than that of pure polystyrene (1.51). However, polystyrene refractive index is highly dependent to the molecular weight of the polymer [12]. The difference in the refractive indices between pure polystyrene and the  $\text{MnO}_2/\text{PS}$  nano-composite can be ascribed to the effect of  $\text{MnO}_2$  nanoparticles incorporated with the polymer chains.



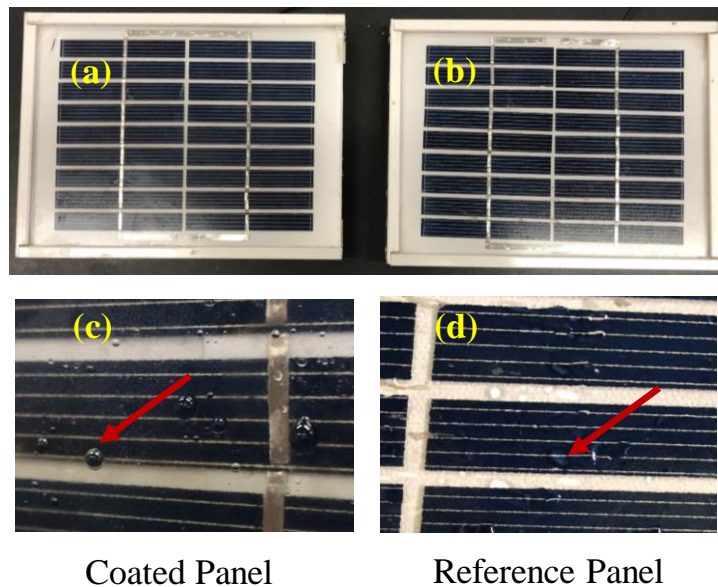
**Figure (3) Spectral refractive index of the  $\text{MnO}_2/\text{PS}$  nano-composite. The red dot is the refractive index corresponding to the dominated wavelength of sodium D-line (589.0 nm)**

Superhydrophobicity is a feature of the surface morphology rather than surface chemistry. It has been shown that a hierarchical structure can produce a superhydrophobic phenomenon [13]. This type of topography is characterized by the pyramid-like structure. Figure 4 shows a 3D AFM image of the nano-composite coated panel. The rms roughness is 109 nm which represents a very rough surface. The pinhole in the surface is due to a nonuniform deposition. The density of summit is low, but the summits are pyramid-like.



**Figure (4) AFM image in a 3D mode for MnO<sub>2</sub>/PS nano-composite deposited on PV surface**

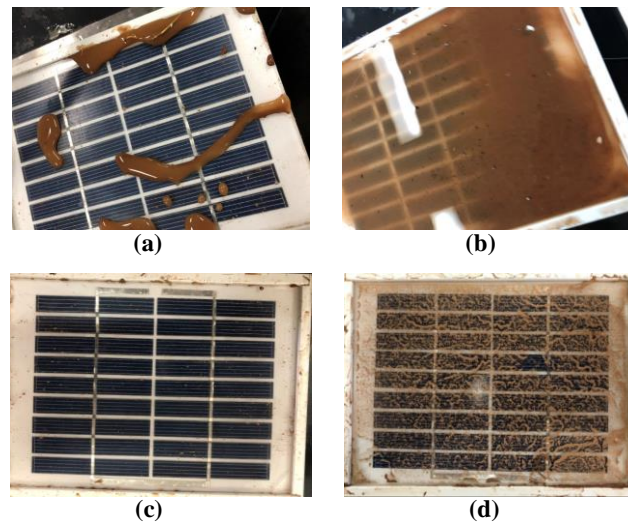
Figure (5-a) presents the silicon solar panel coated with MnO<sub>2</sub>/PS nano-composite, while the reference panel is presented in Figure (5-b). The coated panel's surface is as clear as the reference panel's surface indicating no opacity effect due to the coated layer. The hydrophobicity of the surface is examined practically by spraying the panels with water. Figure (5-c&d) is a close-up of the water droplets on each surface. The water droplets on the coated surface exhibit a round shape with high contact angle (low contact surface) indicating a formation of a superhydrophobic surface on the coated panel. In contrast, the droplets on the uncoated panel (reference panel) are flattened and spread over the surface with low contact angle.



**Figure (5) Silicon solar panels with coated surface (a), uncoated surface (b), and water drop shape on the coated surface (c), and water drop shape on the uncoated surface**

Mud test was performed by pouring lab-made mud on the surface of the coated and uncoated panels as presented in Figure (6). It is obviously shown that the surface of the coated panel is highly repellent to the mud compared to the surface of the reference panel as shown in Figure (6-a) and Figure (6-b), respectively. The two panels were placed standing in a vertical position to allow the extra mud to drip out of the surface and left overnight to dry out. The coated panel found almost clean with a trivial amount of remaining dirt as shown in Figure (6-c), whereas the uncoated panel is found messy with a plenty of remaining dirt stuck on the surface as shown in Figure (6-d). The large amount of dirt on the uncoated panel can significantly affect the performance of the PV characteristics.





**Figure (6) PV panels after mud test; (a) coated panel right after pouring, (b) uncoated panel right after pouring, (c) coated panel left overnight, and (d) uncoated panel left overnight**

The photovoltaic parameters of the coated and uncoated panels before and after smearing with mud were measured and tabulated in Table (1). The uncoated PV panel exhibits a decrease in maximum power density ( $P_m$ ) for about 10% due to the remaining dirt on the surface that reduced the light reaching the junction, where power dropped from 54 ( $W/m^2$ ) to 48.93 ( $W/m^2$ ). On the other side,  $P_m$  of the coated panel decreased less than 1% due to the influence of the self-cleaning of the superhydrophobic layer. The open circuit voltage ( $V_{OC}$ ) and the voltage at maximum power ( $V_m$ ) are both slightly decreased in the coated and uncoated panels. This is because the PV voltage is remotely affected by light intensity. In contrast, the short circuit current density ( $J_{SC}$ ) and current density at maximum power ( $J_m$ ) are both apparently decreased for the uncoated panel because current is a function of light intensity. Fill factor (FF) has no noticeable change since FF is a function of the series and shunt resistance only, and therefore, it is a feature of the junction. As a result, the power conversion efficiency (PCE) decreased 10% for the uncoated panel compared to less than 1% for the coated panel. This result suggests that using superhydrophobic layer on PV panels' surface can improve the self-cleaning features and prevents the PV panels from deteriorating due to weather accumulating dirt. Furthermore, the  $P_m$  and PCE of the clean coated panel are slightly higher than those of the clean reference panel. This result can be attributed to the reduction in the light reflection on the surface owing to the antireflection features of the superhydrophobic nano-composite layer.

**Table (1) PV parameters of the coated and uncoated panels before and after mud smearing**

Panel Specifications	Clean Reference Panel	Dirty Reference Panel	Clean Coated Panel	Dirty Coated Panel
$P_m$ ( $W/m^2$ )	54	48.93	54.8	54.7
$V_{OC}$ (V)	11.10	10.97	10.50	10.40
$J_{SC}$ ( $A/m^2$ )	5.93	5.38	6.13	6.11
$V_m$ (V)	10.60	10.50	9.95	9.96
$J_m$ ( $A/m^2$ )	5.12	4.66	5.51	5.49
FF	0.82	0.83	0.84	0.86
PCE (%)	5.4	4.89	5.48	5.47

## Conclusions

Applying superhydrophobic layer of  $MnO_2/PS$  nano-composite on the surface of PV panel can significantly protect the surface of the panel against weather accumulating dirt and introduce a self-



cleaning feature that helps reducing the labor of cleaning PV modules in the actual field. This technique can be a practical method to apply on the large scale PV modules and can successfully supplant the traditional expensive techniques and can also reduce the cost of the cleaning.

### Acknowledgment

Financial and logistic support from the Renewable Energy and Environment Research Center at the Corporation of Research and Industrial Development is greatly appreciated. We would like to acknowledge Dr. Evan T. Saleem in the Department of Applied Science at the University of Technology – Baghdad/ Iraq for her assistance in UV-VIS-IR Spectrophotometer measurements.

### References

- [1] D. M. Chapin, C. S. Fuller, and G. L. Pearson, "A New Silicon p- n Junction Photocell for Converting Solar Radiation into Electrical Power," *J. Appl. Phys.*, vol. 25, no. 5, pp. 676–677, May 1954.
- [2] K. L. Chopra, P. D. Paulson, and V. Dutta, "Thin-film solar cells: an overview," *Prog. Photovoltaics Res. Appl.*, vol. 12, no. 23, pp. 69–92, Mar. 2004.
- [3] O. A. Abdulrazzaq, V. Saini, S. Bourdo, E. Dervishi, and A. S. Biris, "Organic Solar Cells: A Review of Materials, Limitations, and Possibilities for Improvement," *Part. Sci. Technol.*, vol. 31, no. 5, pp. 427–442, Sep. 2013.
- [4] A. Ndiaye, C. M. F. Kébé, P. A. Ndiaye, A. Charki, A. Kobi, and V. Sambou, "Impact of dust on the photovoltaic (PV) modules characteristics after an exposition year in Sahelian environment: The case of Senegal," *Int. J. Phys. Sci.*, vol. 8, no. 21, pp. 1166–1173, 2013.
- [5] A. A. Al-Kayssi, O. A. Abdulrazzaq, and N. T. Hamad, "Analyzing of Global Solar Radiation over Baghdad," *Int. J. Sci. Res.*, vol. 7, no. 9, pp. 306–308, 2018.
- [6] A. Salloom, O. Abdulrazzaq, and B. Ismail, "Assessment of the Performance of Bifacial Solar Panels," *Int. J. Eng. Tech. Res.*, vol. 8, no. 7, pp. 13–17, 2018.
- [7] H. Jiang, L. Lu, and K. Sun, "Experimental investigation of the impact of airborne dust deposition on the performance of solar photovoltaic (PV) modules," *Atmos. Environ.*, vol. 45, no. 25, pp. 4299–4304, 2011.
- [8] R. Hammond, D. Srinivasan, A. Harris, K. Whitfield, and J. Wohlgemuth, "Effects of soiling on PV module and radiometer performance," in *Conference Record of the Twenty Sixth IEEE Photovoltaic Specialists Conference - 1997*, 1997, pp. 1121–1124.
- [9] S. S. Chinchwade, S. M. Landage, and S. Bonsule, "Super-Hydrophobicity on Textiles – a Review," *International J. of Advanced Research in Engineering and Applied Science*, vol. 3, no. 7, pp. 1–9, 2014.
- [10] J. T. S. and S. R. H. and T. Aytug, "Superhydrophobic materials and coatings: a review," *Reports Prog. Phys.*, vol. 78, no. 8, p. 86501, 2015.
- [11] D. Lesnic, G. Wakefield, B. D. Sleeman, and J. R. Ockendon, "Determination of the index of refraction of anti-reflection coatings," *Math. Case Stud.*, vol. 2, pp. 155–173, 2010.
- [12] E. M. Barrall, M. J. R. Cantow, and J. F. Johnson, "Variation of refractive index of polystyrene with molecular weight: Effect on the determination of molecular weight distributions," *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 12, no. 6, pp. 1373–1377, Dec. 2018.

- [13] R. Wen, S. Xu, D. Zhao, Y.-C. Lee, X. Ma, and R. Yang, "Hierarchical Superhydrophobic Surfaces with Micropatterned Nanowire Arrays for High-Efficiency Jumping Droplet Condensation," *ACS Appl. Mater. Interfaces*, vol. 9, no. 51, pp. 44911–44921, Dec. 2017.

### التنظيف الذاتي للوح شمسي سليكوني باستخدام السطح المانع للاتساخ

عمر عبدالستار عبدالرزاق<sup>1</sup> عبدالكريم عبدالله<sup>1</sup>، شيماء خيون عبد الرضا<sup>1</sup>، محمد عبدالمطلب فخري<sup>2</sup>  
وزارة الصناعة والمعادن، هيئة البحث والتطوير الصناعي<sup>1</sup>، مركز بحوث الطاقة المتجددة والبيئة  
وزارة الصناعة والمعادن، مقر هيئة البحث والتطوير الصناعي  
بغداد، العراق

### الخلاصة

في هذا البحث، تم ترسيب طبقة مانعة للاتساخ من المترابك النانوي MnO<sub>2</sub>/polystyrene على سطح لوح شمسي سليكوني لانتاج سطح مقاوم للاتساخ. بينت نتائج البحث على اللوح قيد الدراسة ان هذا الطلاء انتج سطح يمتلك صفة التنظيف الذاتي ضد الاوساخ. اجريت دراسة بصرية مفصلة على هذه الطبقة باستخدام جهاز مقياس الضوء الطيفي وقد بينت نتائج هذه الدراسة ان هذه الطبقة تعمل عمل نافذة بصرية فوق سطح اللوح الشمسي وتعمل كذلك كطبقة مضادة للانعكاس. بينت فحوصات مجهر القوة الذرية ان السطح ذو شكل هرمي ذو خصائص مقاومة للاتساخ. اجريت عملية اتساخ متعمدة على اللوح الشمسي المطلي بهذه المادة ثم فحصت الخواص الفولتائية الضوئية للوح الشمسي قبل وبعد عملية الاتساخ. بينت النتائج ان كفاءة التحويل للوح الشمسي المطلي انخفضت اقل من 1% فقط بعد الاتساخ بينما انخفضت الكفاءة بمقدار 10% للوح شمسي اخر غير مطلي اجريت عليه عملية الاتساخ ايضا.

**الكلمات المفتاحية:** سطح مانع للاتساخ، لوح شمسي سليكوني، مترابك نانوي.



ISSN 2226-0722  
Iraqi Journal of Industrial Research



## Detection of Delamination between Plate Layers Manufactured from Composite Materials

Sarah S. Faraj<sup>1\*</sup>, Noor A. Naser<sup>1</sup>, Saad A. Tuama<sup>1</sup>, Sabri K. Habeeb<sup>1</sup>, Mohammed Sh. Abdlumnum<sup>1</sup>

*Ministry of Industry & Minerals, Corporation of Research and Industrial Development*

<sup>1</sup>*Renewable Energy and Environment Research Center*

*Baghdad, Iraq*

*\*Email: blue.doimn@yahoo.com*

### Abstract

Analysis of delamination between the layers of the composite materials plates is studied in this work. ANSYS finite element program was used in numerical solution to investigate the effect of nonlinearity vibration on the mechanical response of these plates. Design of parameters was varied to investigate the effect these parameters on the numerical solution, such as lamination angle (0/90/90/0), (0/90/0/90) and lamination thickness. The experimental procedure was programmed to manufacture and to find the mechanical properties ( $E_1$ ,  $E_2$ , and  $G_{12}$ ) and density of E-glass/polyester. Hammer test method was used as an experimental technique to find the composite plate's natural frequency for two boundary conditions (Free, Clamp, Free, and Clamp) and (Clamp, Clamp, Clamp, Clamp). The outcomes were analyzed by using Fast Fourier Transformation (FFT). Numerical results were found close to those obtained experimentally.

**Keywords:** Mechanical Response, Composite Material, ANSYS, Delamination, Fast Fourier Transformation.

2018© Corporation of Research and Industrial Development. All rights reserved

### NOMENCLATURES

$E_1, E_2, E_3$	Elastic modulus components, GPa
$G_{12}, G_{13}, G_{23}$	Shear modulus components, GPa
$\nu_{12}, \nu_{13}, \nu_{23}$	Poisson's ratio components
$V_F$	The fiber volume fraction
[K]	Element stiffness matrix, N/m
{ $\delta$ }	Displacement vector, m
[M]	Inertia matrix, Kg.m <sup>2</sup>
F	Force, N

### Introduction

Linear elasticity is the mechanical extension or compression that obeys Hook's law where the extension/compression is linearly proportional with the displacement. However, some materials such as composites do not follow the linear relationship where the extension/compression obeys the nonlinearity. The increasing interest in composites applications draws several theoretical and computational research work, especially for nonlinear elasticity of these composites. Finite element theories can be applied to analyze the nonlinear problems: physically or materially nonlinear and geometrically non-linear [1]. In the physically nonlinear problems, the nonlinearity enters through the constitutive (stress-strain) relation. Nonlinearity is ascribed to large-deflection problems in which the deformed configuration must be used to write the equilibrium equations, and problems related to

structural stability. This nonlinearity is introduced into the theory of elasticity through the equilibrium equations and by the inclusion in the strain – displacement relation. The study of finite element methods for geometrically nonlinear problems is relatively recent [1, 2].

Fiber reinforced plastics (FRP) are Composite Materials can be defined as the combination of two or more materials with different properties and the results from this combination can lead to a composite material with better properties which can be classified into either isotropic or anisotropic. Isotropic materials have the same material properties in all directions; this material is used in various thermal and mechanical applications [3]. FRP has been used for many years in the aerospace and automotive industries and has recently been used in civil engineering structures as an alternative to wood, steel and concrete [4].

Composite materials manufacturing is usually accompanied by delamination or bubbles defects. The procedure used to detect delamination is called the hammer technique. This method can detect the delamination inside the layer of the composite material before the product failure [5]. Software simulation can also be used to detect and analyse the delamination defects [6]. ANSYS program is one of the best simulation methods that can be used for this purpose. Most of the published studies analyzed the mechanical response of linear vibration [7]. However, the present work aims to use hammer method with ANSYS program to evaluate the mechanical response of non-linear vibration including delamination defects in the plates of composite materials.

### **Method/ Experimental Work**

The laminated composite plates were fabricated in square flat panels with the dimensions of (30 × 30 × 0.4 cm). Each plate contains 4 layers of Fiber Reinforced Polyester Composites (FRPC). The plates were arranged in a wood mold as (0/90/90/0) and (0/90/0/90), X-ray photo sheets were laid between the mold and the laminated composite plates to prevent adhesion of the plates to the wooden mold, the polyester is placed as adhesive material between the layers of the panels. Air was removed mechanically by clamping the sample from different locations. Afterward, the sample was dried out under sun.

Two blocks were placed over the wooden mold to remove any remaining bubbles inside the sample because bubbles can cause manufacturing defects. A gap is created inside the middle of the sample with dimensions of (3 × 3 cm), using aluminum foil.

### **Mechanical properties**

The mechanical properties were obtaining by forming tensile samples from the plate using water-cooled high velocity cutting saw. Tensile test specimens of various sizes including standard geometry according to ASTM (D 3039) [8] were prepared. Figure (1) illustrates the prepared specimens before test. The mechanical properties of the samples were loaded to ANSYS software to define the composite plate.



**Figure (1) Prepared specimens according to ASTM (D 3039)**

The specimens were cut into ( $0^\circ$ ,  $90^\circ$ , and  $45^\circ$ ) to determine the parameters ( $E_1$ ,  $E_2$ ,  $G_{12}$  and  $\nu_{12}$ ) of an orthotropic material that can be determined experimentally using the glass polyester composite with volume fraction of 0.32. The mechanical properties of the laminated composite plates are shown in Table 1.

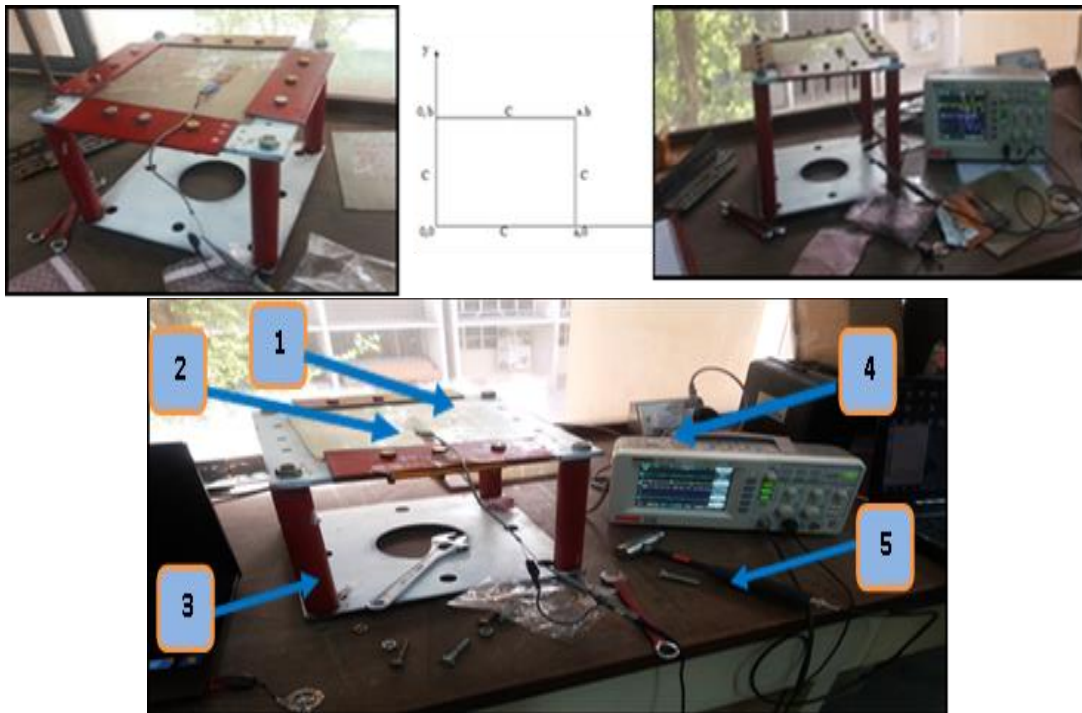
**Table 1. Mechanical properties of the laminate**

$E_1$ (GPa)	$E_2$ (GPa)	$G_{12}$ (GPa)	$\nu_{12}$	$V_f$
19.5	5.8	2.3	0.33	0.334

**Analysis****Experimental analysis**

Samples were cut into ( $25 \times 25$  mm) with 4 mm thickness for the purpose of circuitry connections. A certain force (147KN) was applied manually and analyzed by means of an oscilloscope. The signal is converted into waves, and then the frequency was determined and compared with the theoretical results. Two types of boundary conditions were chosen to investigate the effect of these conditions on a nonlinear frequency as shown in Figure (2). These boundary conditions are:

1. Free, Clamped, Clamped, Free.
2. Clamped, Clamped, Clamped, And Clamped.



**Figure (2) Vibration techniques with all edges are clamped (CCCC): (1) Tested plate, (2) Piezoelectric, (3) Testing structure with CCCC boundary condition, (4) Oscilloscope, and (5) Hammer.**

**Theoretical Analysis using ANSYS 15.0**

Theoretical Nonlinear analysis was achieved on a nonlinear strain [5]. Finite element technique was described nonlinear analysis by solving the nonlinear equation of motion for force and static vibration analysis as shown in eqns. (1) & (2) [9]:

$$([K_L] + [K_{NL}]) \{\delta\} = \{F\} \quad (1)$$

$$[M] \{\ddot{\delta}\} + ([K_L] + [K_{NL}]) \{\delta\} = \{F\} \quad (2)$$

ANSYS is a pioneering software package capable of modeling finite element data numerically and solving a wide spectrum of problems in engineering, which includes heat transfer, fluid problems and static/dynamic structural analysis for linear and non-linear modes [6-8].

**Nonlinear analysis**

**Geometrical nonlinearities**

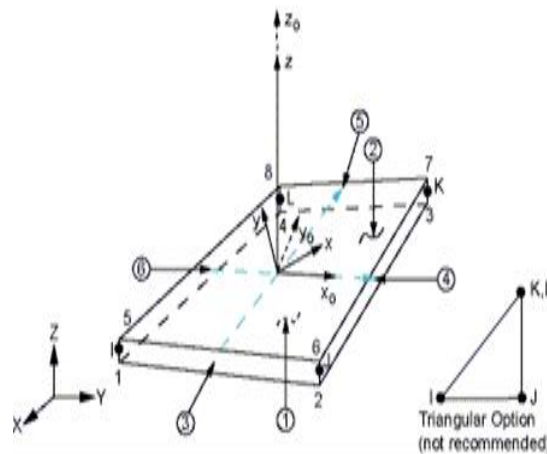
It is ascribed to small strain but moderate rotation, large displacement and large strain with linear or nonlinear stress-strain. The updated lagrangian procedure can be used to analyze geometric nonlinear problems.

**Nonlinear boundary conditions**

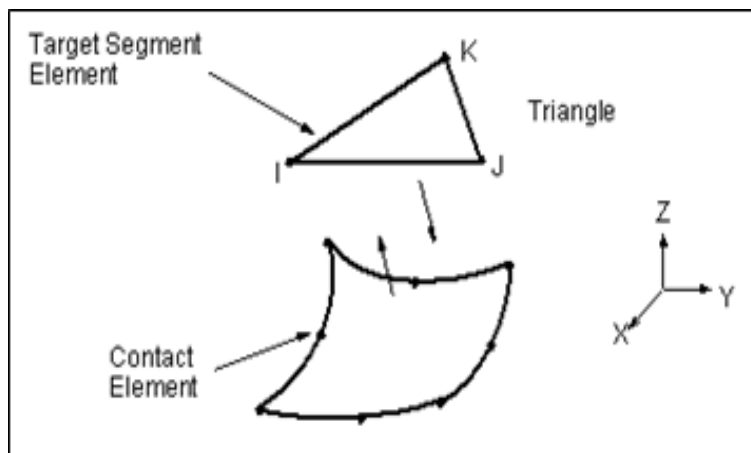
Various boundary conditions were chosen in the present work to determine the mechanical response of laminated composite plate using APDL in ANSYS.

**Type of Element**

ANSYS software was used to analyze the mechanical response to detect the delamination inside the composite. The software tools (Shell 181, Targe 170 and Conta 174) were defined according to our composite geometry as shown in Figure (3), Figure (4) and Figure (5). Meshing the elements is shown in Figure (6). Boundary conditions ((CCCC) and (CFCFC)) are shown in Figure (7) and delamination model is shown in Figure (8).



**Figure (3) Shell181 Geometry**



**Figure (4) Targe170 target surface element**

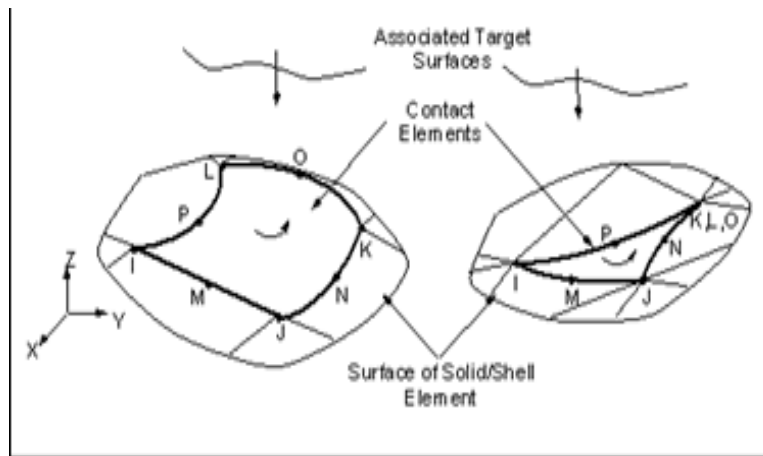


Figure (5) Conta174 3-D surface-to-surface contact element (8-nodes)

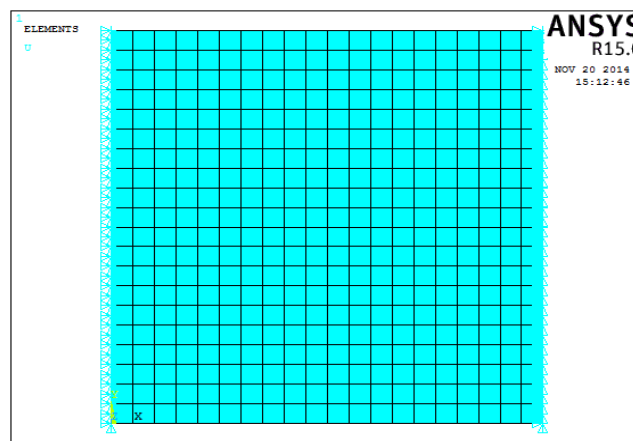
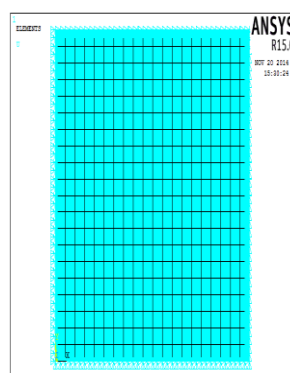
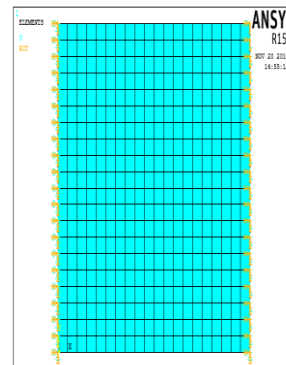


Figure (6) The geometry of the Process



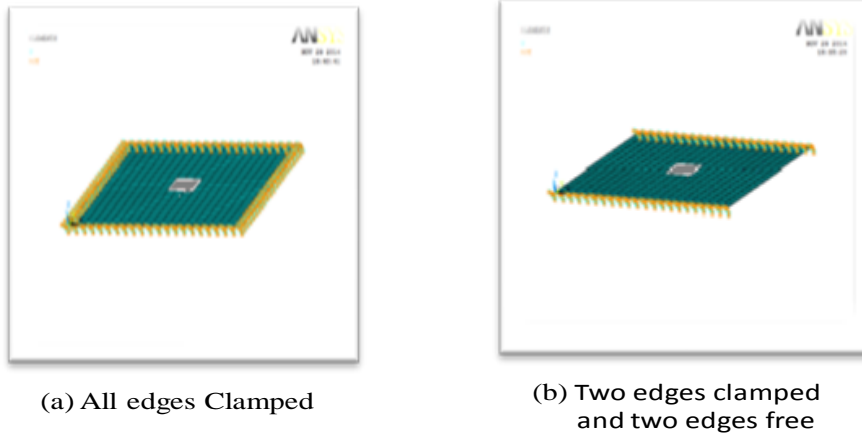
(a) All edges Clamped



(b) Two edges clamped and two edges free



**Figure (7) The boundary conditions of plate**



**Figure (8) The boundary conditions of plate with delamination**

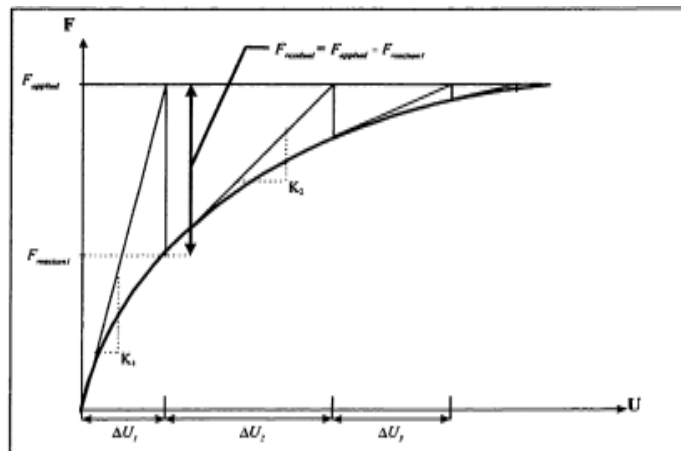
**Solution technique: Newton-Raphson method**

Nonlinear applications are usually solved by several solutions in which the solution can be obtained in a series of nonlinear steps. The Newton-Raphson method is one of the incremental methods. A typical solution for a one degree-of-freedom (DOF) system is shown in Figure (9). The first iteration yields the displacement  $\Delta U_1$ , using the initial tangent stiffness matrix  $[K]_1$ , and the applied load  $F_{applied}$ . Based on this displacement the material (or geometric) response yields a force value  $F_{reaction}$ . The second solution iteration uses the updated tangent stiffness matrix  $[K]_2$ , and the applied load  $F_{applied}$ , yields  $\Delta U_2$ . This algorithm iterates until a certain tolerance of convergence is met. This convergence tolerance is defined as the maximum force residual divided by the maximum reaction force as shown by the following equations [6], [10]:

$$\frac{\|F_{residual}\|_{max}}{\|F_{reaction}\|_{max}} < \text{Tolerance} \quad (3)$$

where

$$F_{residual} = F_{applied} - F_{reaction} \quad (4)$$

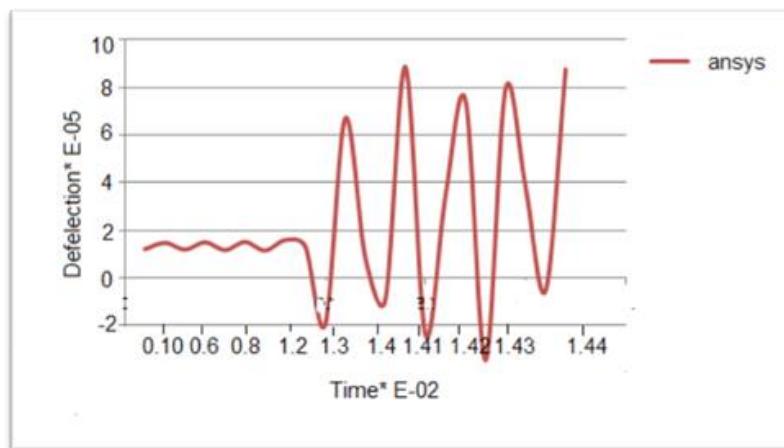


**Figure (9) Newton Raphson solving technique**

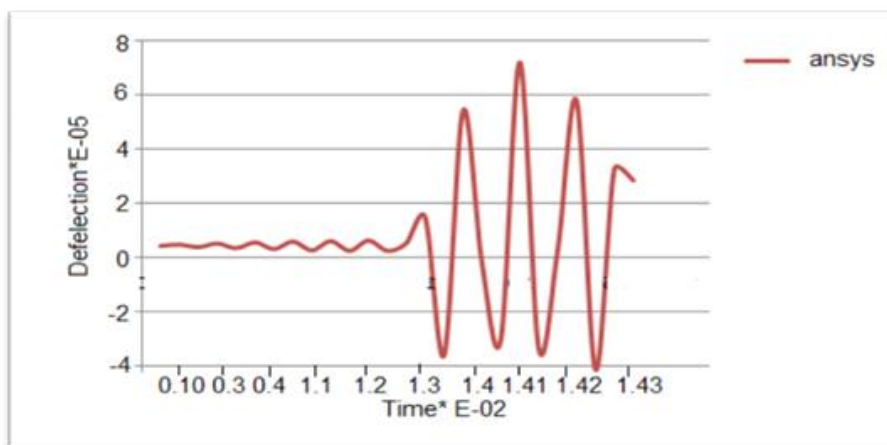
## Results and Discussion

Numerical solutions for both linear and nonlinear using ANSYS (APDL) and experimental technique are matched to analyze force vibration of the plate in the composite for many boundary conditions with and without delamination. The laminate square composite plate thickness was 4mm, and dimensions of  $a=b=20$  cm. The mechanical properties are shown in Table. 1. The analysis was focused on the dynamic vibration of undamped laminate composite plates. Figures (10, 11, 12, and 13) show the response of the symmetrical and unsymmetrical plate for the ANSYS result, with all clamped (CCCC) and two clamped boundary conditions (CFCF) without delamination, while Figures (14, 15, 16, and 17) show the response of the symmetrical and unsymmetrical plate for ANSYS result, with all clamped (CCCC) and two clamped (CFCF) boundary conditions with delamination.

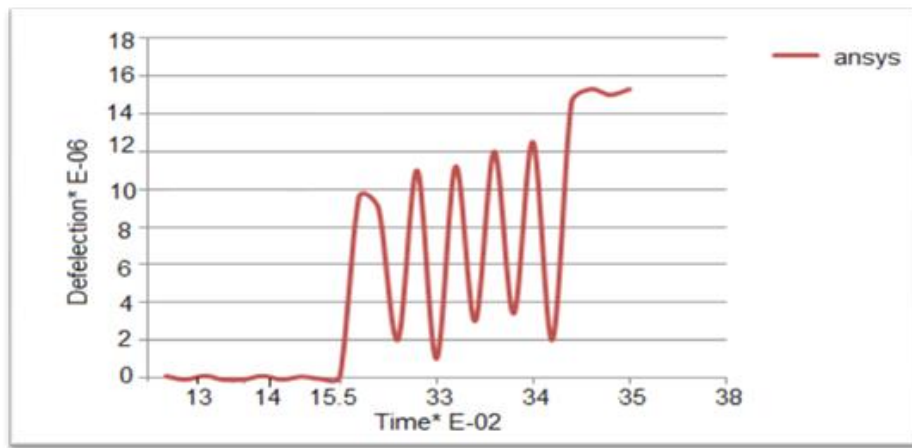
Figure (18) shows the variation of deflection as a function of time for symmetric composite plate (0/90/90/0), with all clamped boundary condition (CCCC) and two clamped boundary condition (CFCF). The results show that the deflection of all clamped boundary conditions (CCCC) is higher than that of two clamped boundary conditions (CFCF) [11].



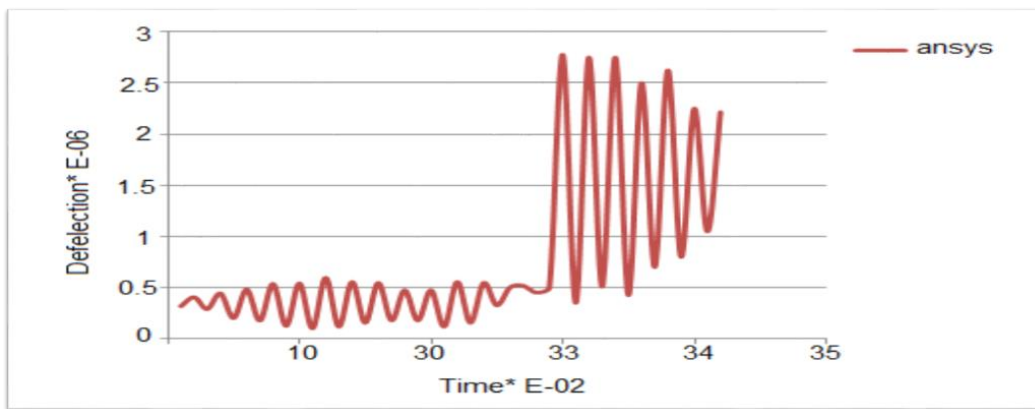
**Figure (10) The response of the symmetric plate (0/90/90/0), for (CCCC) boundary condition without delamination**



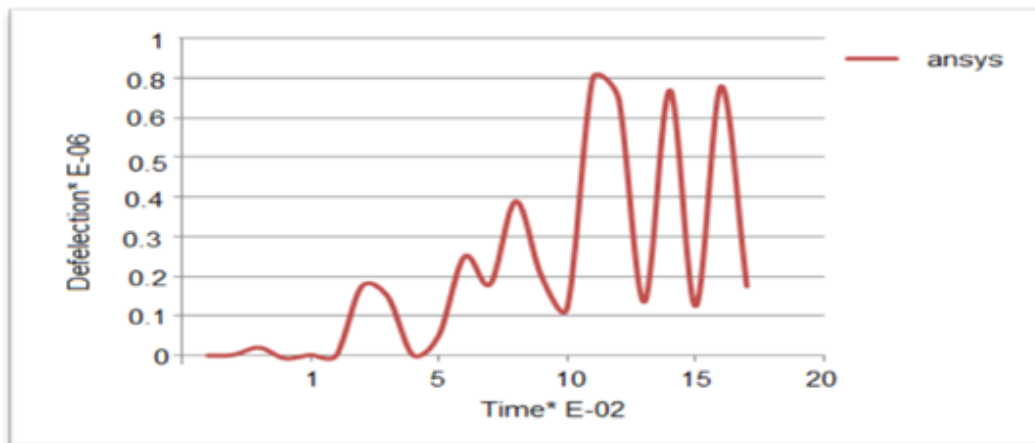
**Figure (11) The response of the symmetric plate (0/90/90/0), for (CFCF) boundary condition without delamination**



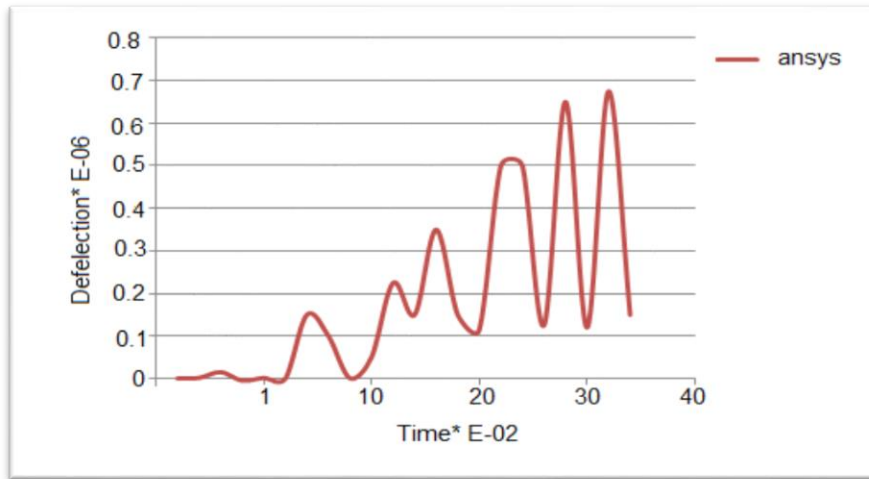
**Figure (12) The response of the unsymmetrical plate (0/90/0/90), for (CCCC) boundary condition without delamination**



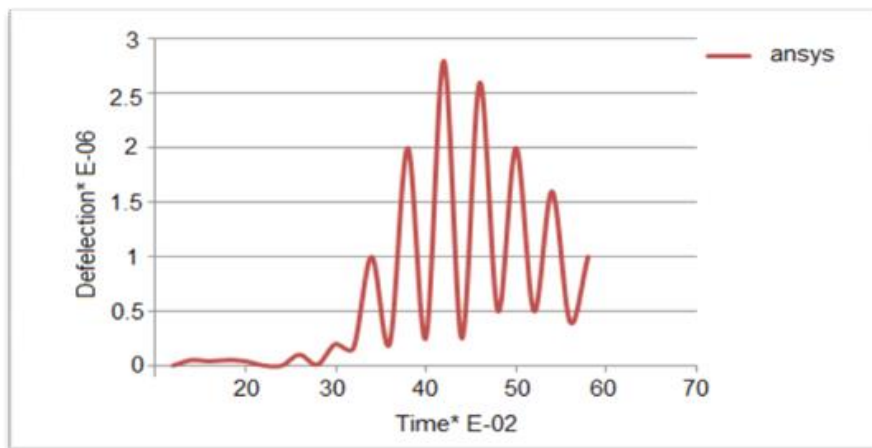
**Figure (13) The response of the unsymmetrical plate (0/90/0/90), for (CFCE) boundary condition without delamination**



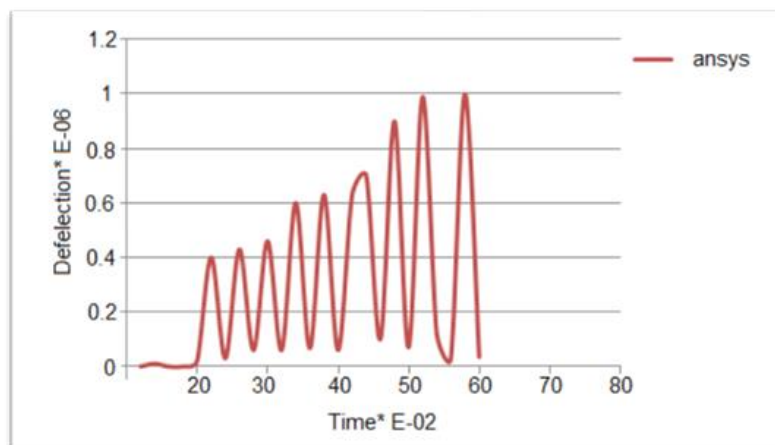
**Figure (14) The response of the symmetric plate (0/90/90/0), for (CCCC) boundary condition with delamination**



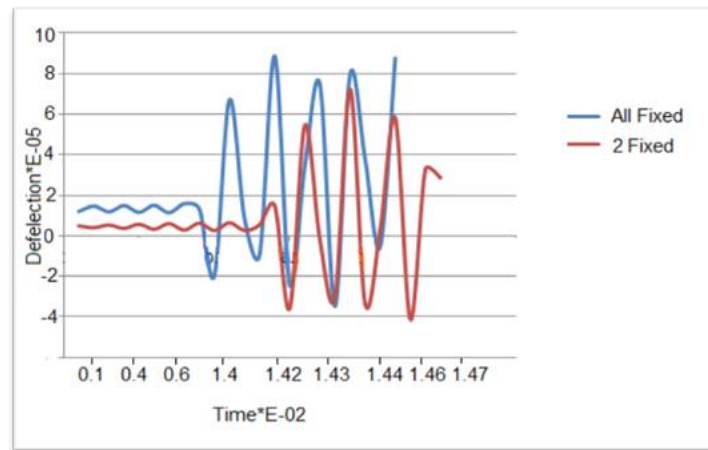
**Figure (15) The response of the symmetric plate (0/90/90/0), for (CFCF) boundary condition with delamination**



**Figure (16) The response of the unsymmetrical plate (0/90/0/90), for (CCCC) boundary condition with delamination**



**Figure (17) The response of the unsymmetrical plate (0/90/0/90), for (CFCF) boundary condition with delamination**



**Figure (18) Variation of deflection as a function of time for symmetric composite plate (0/90/90/0), with all clamped boundary condition (CCCC) and two clamped boundary condition (CFCF)**

### Conclusions

From the previous results, one can conclude the followings:

1. The response of the symmetric plate (0/90/90/0) without delamination and with delamination, for (CCCC) boundary condition is higher than (CFCF) boundary condition.
2. The response of the symmetric plate (0/90/0/90) without delamination and with delamination, for (CCCC) boundary condition is higher than that of (CFCF) boundary condition.
3. The response of the symmetric (0/90/90/0), with (CCCC) boundary condition and (CFCF) boundary condition, for without delamination is higher than that with delamination.
4. The response of the symmetric plate (0/90/0/90), with (CCCC) boundary condition and (CFCF) boundary condition, for without delamination is higher than that with delamination.
5. The boundary conditions effect on the natural frequency the maximum frequency occurs at clamped boundary condition of plate.
6. It was seen that the different fiber orientation angles affected on dynamic response.

### References

- [1] Akkaram Srikanth and Nicholas, "An Updated Lagrangian Finite Element Sensitivity Analysis of Large Deformations Using Quadrilateral Elements" International Journal for Numerical Methods in Engineering Vol. (52), PP. 1131-1163, 2001.
- [2] S.Badrinarayanan and N.Zabaras, "A Two Dimensional FEM Code for the Analysis of Large Deformations of Hyperelastic Viscoplastic Solids" Technical Report MM 93-05, 1993.
- [3] Structural Composite Materials, Copyright © 2010, ASM International® F.C. Campbell All rights reserved (#05287G). www.asminternational.org.
- [4] R. L. Mott, "*Machine elements in mechanical design*", 4<sup>th</sup> Edition, 2003.
- [5] J. Herriot, "Composites Evaluation", Proceedings of the Second International Conference on testing, evaluation and quality control of composites-teqc87 ,1987.
- [6] User's manual of FEA/ANSYS/Version/11.

- [7] S.K. Dwivedy, "INTRODUCTION TO VIBRATION AND STABILITY ANALYSIS OF MECHANICAL SYSTEMS", Indian Institute of Technology, Guwahati, 781 039, India, 2017.
- [8] ASTM Standards "Space Simulation; Aerospace Material; High Modulus Fiber and Composites" Section 15, Vol. 15.03, 1986.
- [9] Marco Amabili, "Nonlinear Vibration and Stability of Shell and Plates", Cambridge University Press, 2008.
- [10] C. D. Josepn, "Experimental measurement and finite element simulation of springback in stamping Aluminum alloy sheets for auto-body panel application", M.Sc.thesis, Mississippi State University, Department of Mechanical Engineering, 2003.
- [11] T. A. Stolarski, Y. Nakasone and S. Yoshimoto, "Engineering analysis with ANSYS software", Elsevier's Science & Technology 2006.

### الكشف عن الانخلاعات بين طبقات اللوحة المصنعة من المواد المركبة

سارة سعد فرج، نور علي ناصر، سعد عبد الواحد طعمة، صبري كاظم حبيب، محمد شريف عبد المنعم  
وزارة الصناعة والمعادن، هيئة البحث والتطوير الصناعي، مركز بحوث الطاقة المتجددة والبيئة  
بغداد، العراق

#### الخلاصة

تم عمل تصنيع الواح من المواد المركبة ودراستها للحصول على التحليل اللاخطي للاهتزاز، أُجري الاختبار النظري باستخدام برنامج (ANSYS) لدراسة تأثير الاهتزاز اللاخطي على الاستجابة الديناميكية لهذه الألواح. تم تغيير ظروف التصنيع للألواح لغرض دراسة تأثير هذا الظروف على الاستجابة الديناميكية مثل عدد الطبقات وزاوية ترتيب طبقات الألواح. تم تصنيع الألواح واخذ نماذج لغرض اجراء الاختبارات الهندسية للحصول على خواص الألواح الميكانيكية ( $E1$ ,  $E2$ , and  $G12$ ) والكثافة للاليف الزجاجية والبولستر. تم قياس التردد الطبيعي للصفائح المركبة المثبتة من كل الجهات (CCCC) والمثبتة من جهتين (FCFC) عمليا، تم تحليل النتائج باستعمال محول فوريير السريع (FFT). وقد وجد ان النتائج العملية قريبة الى النتائج النظرية.

**الكلمات المفتاحية:** الاستجابة الميكانيكية، المواد المركبة، ANSYS، الانخلاعات



## Graft Co Poly Ethylene with Dipentene or Indene as an Asphalt Additive

Firyal M. Ali\*, Mohanad Q. Salih, Qutada, A. Ahmed  
*Al-Mustansiriyah University, College of Science, Department of Chemistry  
Iraq, Baghdad  
\*drfiryal55@gmail.com*

### Abstract

The main objective of the present work is to improve the rheological properties of asphalt (S50). By adding some prepared copolymers which were designed by inserting Dipentene or Indene through a linear backbone of poly ethylene. Then, the cross linking using sulphur, which depend on compatibility of polymer with asphalt. All these blend prepared copolymers with asphalt were tested by softening and penetration points were compared with the asphalt sample. All The samples have been characterized by (FTIR) and (H-NMR) spectroscopies. Softening point and penetration were characterize and analysis thermally, all asphalts blends were compared with the asphalt sample. The softening point was improved from (50 °C) to (53 °C), (60 °C) and (65 °C) by addition the copolymer with sulphur in different ratios (5 %) copolymer with (2 %) sulphur, (5 %) copolymer (3 %) sulphur, and (9 %) copolymer sulphur) the mix was blended and heated to (178-180 °C) for (4 hrs) the best addition is (9 %) copolymer with (4 %) sulphur, the soft point was improved to (65 °C) It gave high thermal resistance with more stabilities All the Improvements include the permanent and ductility.

**Keywords:** - Asphalt, Additives, copolymer.

2018© Corporation of Research and Industrial Development. All rights reserved

### Introduction

Polymers modified are used with success at locations of high stress, such as intersections of busy streets, airports, vehicle weigh stations, and race tracks [1]. Polymers that have been used to modify asphalt include styrene – butadiene – styrene (SBS), styrene butadiene rubber (SBR), rubber, ethylene vinyl acetate (EVA), polyethylene, and others. Desirable characteristics of polymer modified binders include greater elastic recovery, higher softening point, greater viscosity, greater cohesive strength and greater ductility [2-4]. Polymer modified asphalt improves the fracture resistance of overlay and reduces the deterioration around the cracks and joints. This treatment method does not prevent reflective cracks from occurring but will control or reduce the severity of reflective cracks with time. In other words, it keeps the crack severity to a low level [5-7]. The selection of the appropriate type and amount of polymer modifier offers a valuable tool in the improvement of binders in problematic situations such as heavy traffic, high stress, poor aggregates, and variable climates. The elasticity, tensile strength and resistance to temperature susceptibility of the binder impart improved stiffness modulus level [8-10], rutting resistance, fatigue life level [11-14] adhesion, and stripping resistance to the polymer modified bituminous mix level [15-17].

A good asphalt binder modification with polymers is in trying to improve the rheology of the binder and to make it behave more stable in different weather conditions. The



polymers are added to asphalt binder in order to: increase elasticity, Increase tensile strength, Reduce temperature susceptibility, Increase water resistance. Addition of polymers to the asphalt binder can be applied by two ways , The first includes addition of polymers in the form of "simple" mixture involving no chemical interaction between the asphalt constituents and the polymer molecules where the polymer 1 includes addition of polymers in the form of "complex" mixtures involving a chemical interaction between the polymer molecules and certain constituents of asphalt binder where the polymer is dispersed in the maltene phase and then reacts with asphaltenes to form higher molecular weight molecules Chemical compatibility of polymer with asphalt binder components and blending process conditions are critical to obtain acceptable rheological properties , where some polymers are incompatible with asphalt binder components so that phase separation may result [18-19.] . When the polymer is amorphous, it can be brittle and easily penetrated by solvent, so it can be penetrated from the maltene phase and it can be compatible with asphalt binder components. But, when the polymer is in semi - crystalline state, it cannot easily penetrated by solvents, so it cannot be penetrated from the maltene phase and it can be incompatible with asphalt binder components [20]. When the blend components (polymer & asphalt) have an attractive interaction , heat is released and ( $\Delta H_{mix}$ ) negative , which favors change in ( $\Delta S_{mix}$ ) and contributes more to the Gibbs energy than the blending of high molecular weight compounds . It is expected that for blends of asphaltic materials with polymers the molecular weight of both asphalt and polymer will affect ( $\Delta S_{mix}$ ). Similarly, a change in asphalt or polymer composition will affect intermolecular interaction between asphalt components and polymer molecules level [21-25].

### Experimental Work

Indene was purchased from Fluka. Indene was purchased from Sigma - Aldrich (St. Louis , MO , USA , Dipentene and DMF were obtained from BDH , Di benzoyl Peroxide was obtained from Merck , Poly ethylene was purchased from Fluk .  $^1\text{H-NMR}$  spectra were recorded on a Shimatzu spectrophotometer in Dimethyl sulphoxide (DMSO) . The (FTIR) spectra were recorded ( $4000\text{-}400\text{ cm}^{-1}$ ) on a Shimatzu spectrophotometer. Melting points were determined on callenkamp MF B-(600) Melting point apparatus. Electronic spectra measurement using CINTRA5-UV. Visble spectrophotometer.

#### Grafted P.E with Indene or Dipenetene A1-A2

In a screw capped polymerization bottle (10 g) P.E dissolved in (6 ml) toluene an (10 g) Indene or (10 g) of dipentene and (0.05 g) dibenzoylperoxide were introduced in the polymerization bottle .it was flashed with nitrogen for few minutes inside a glove and firmly stopped. The solution was maintained at ( $90^\circ\text{C}$ ), using water bath for (1 hr). The solvent was evaporated under vacuum; the product was obtained, washed three times with ether. Dried under a vacuum oven at ( $50^\circ\text{C}$ ), produced (95 %) of polymer with ( $\mu_{in} = 0.849\text{-}090\text{ dL /g}$ ).

**Table (1) Physical properties of grafted (P.E) with Indene or Dipentene (A1-A2)**

No.	Monomer (M)	Softening point (°C)	Color	Conversion (%)
1		210-220	White	90
2		240-252	White	85

### Results and Discussion

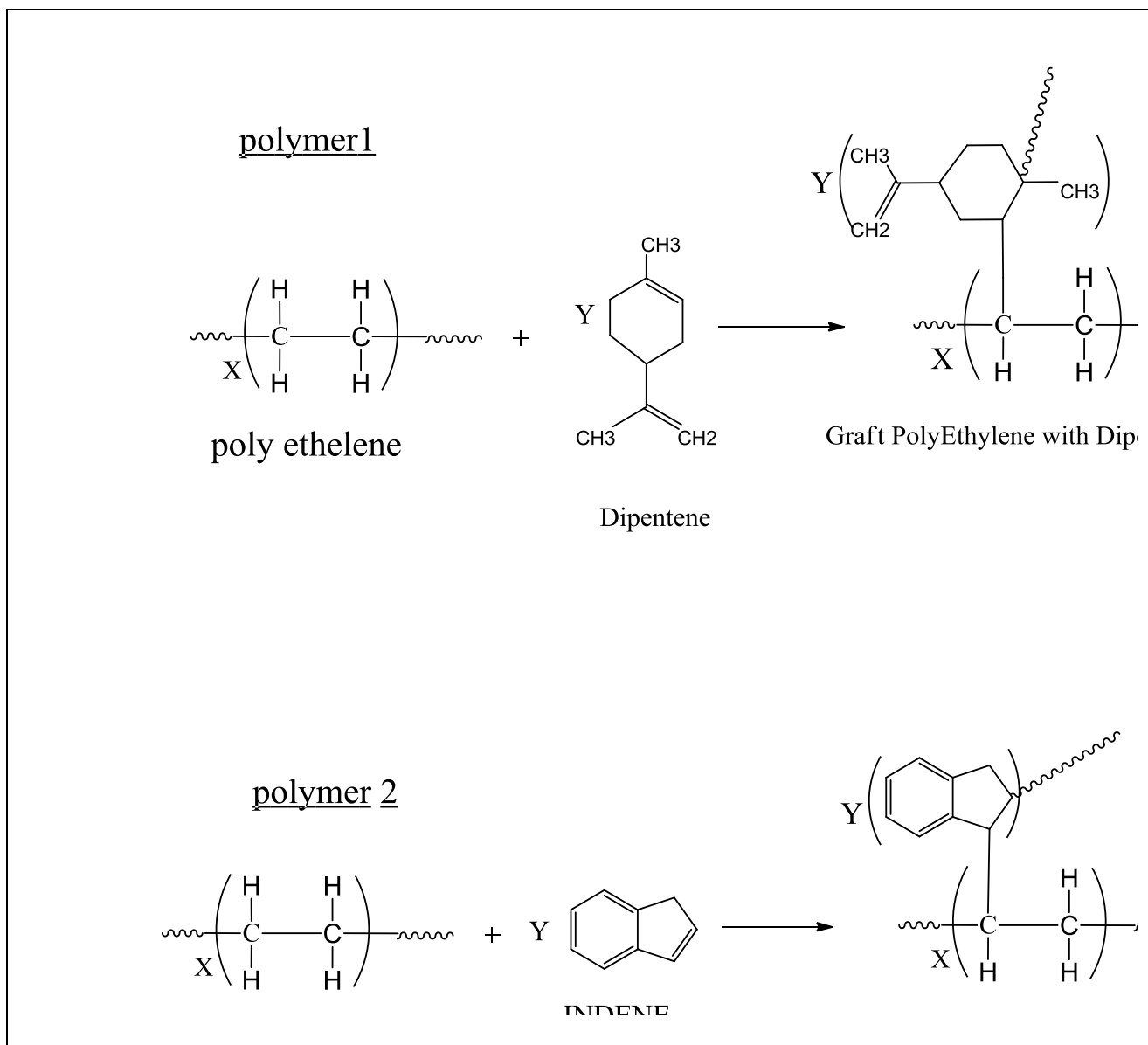
To modify asphalt with different types of prepared copolymers additives to obtain different blends with improvement rheological properties of Iraqi asphalt all these blend prepared co polymers with asphalt were tested by softening also penetration points were compared with the asphalt sample The softening point improved from (50 °C) to (53 °C) , (60 °C) and (65 °C) by addition the copolymer A1 with sulfur with different ratios (5 %) copolymer with (2 %) sulfur , (5 %) copolymer , (3 %) sulfur , and (9 %) copolymer (4 %) sulfur) the mix was blending and heated to (178 -180 °C) for (4 hrs) the best addition is ((9 %) copolymer (A3) with (4 %) sulfur) the soft point improve to (65 °C) and reduce cracking , to reach stiffer blends at high temperatures and reduce rutting , to increase the stability and the strength of mixtures to improve fatigue resistance of blends , also to reduce structural thickness of pavements . Rheological properties of Iraqi asphalt was improved by different prepared copolymers additives with high homogeneity of asphalts samples. The prepared copolymers which were designed by inserting Dipentene or Indene through a linear backbone of poly ethylene Then, the cross linking of (A1) was determined by sulfur (A3), which depend on compatibility of polymer with asphalt.

Graft Copolymerization:

Percentage of grafting was calculated from the increase in weight of the copolymer as follows:

$$\% \text{ Grafting} = \frac{WO - Wg}{WO} \times 100$$

where) WO) is a weight of (PE) and (Wg) is the weights of copolymer after complete removal of the photopolymer.



**Poly. (1) FT-IR spectrum of Grafting poly Ethylene with Dipentene showed absorption peaks at (1660  $\text{cm}^{-1}$ ) (C=C) in dipentene , (2962  $\text{cm}^{-1}$ ) (C-H) in in dipentene , (2914  $\text{cm}^{-1}$ ) (CH<sub>3</sub>) in dipentene , (2847  $\text{cm}^{-1}$ ) (C-H) aliphatic in polyethylene .**

**Poly. (2) FT-IR spectrum of Grafting poly Ethylene with Indene showed absorption peaks at (2847  $\text{cm}^{-1}$ ) (C-H) aliphatic in polyethylene, (3020  $\text{cm}^{-1}$ ) (C-H) Aromatic ring of indene, (1716  $\text{cm}^{-1}$ ) (C=C) aromatic ring of indene.**

Table (1) DSC Grafting Poly Ethylene with Dipentene(A1)

Onset point	offset point	Point of reaction	Peak maximum	Enthalpy
104.4 °C (7min)	121.4 °C (9min)	-32.9 mw at 109.4 °C (8min)	-34.3mw at 129.4 °C (8min)	- 18.7 J/g

Table (2) DSC Grafting Poly Ethylene with Indene(A2)

Onset point	offset point	Point of reaction	Peak maximum	Enthalpy
102.8 °C (8min)	115.8 °C (9min)	-21.7 mw at 106.4 °C (8min)	-22.04mw at 129.4 °C (8min)	- 3.9 J/g

the inserting of C=C double bond through the back bone in prepared dipentene (Co) polymers enhance to be easy cross- link with sulfur, enhanced thermal resistance with more stabilities These prepared co-polymers (A1-A2) were tested by softening points and penetration and ductility for all asphalt blends which were compared with the asphalt sample . All the Improvements made by adding polymers to asphalt included the Increasing the viscosity of the binder service , the thermal susceptibility of the binder , increasing the cohesion and increasing the resistance to permanent deformation , Improving binder (increasing in softening points and decreasing in penetration points , with moderate of ductility for the blended asphalt, also the cross linking of dipentne co polymers were carried out by sulfur with different ratios ,which were studied Moreover, the other improvement was observed through moderate of temperature of blend condition at (180 °C) .

It conclude that the best additive which gave the high performance of rheological properties of asphalt.

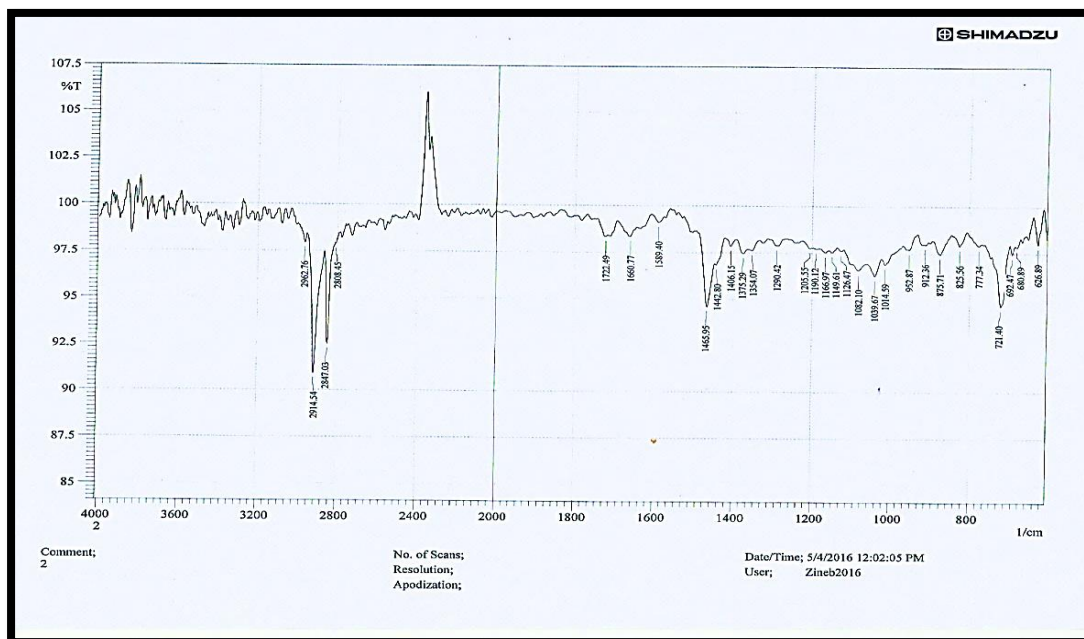


Fig (1) FTIR spectrum of (A1)

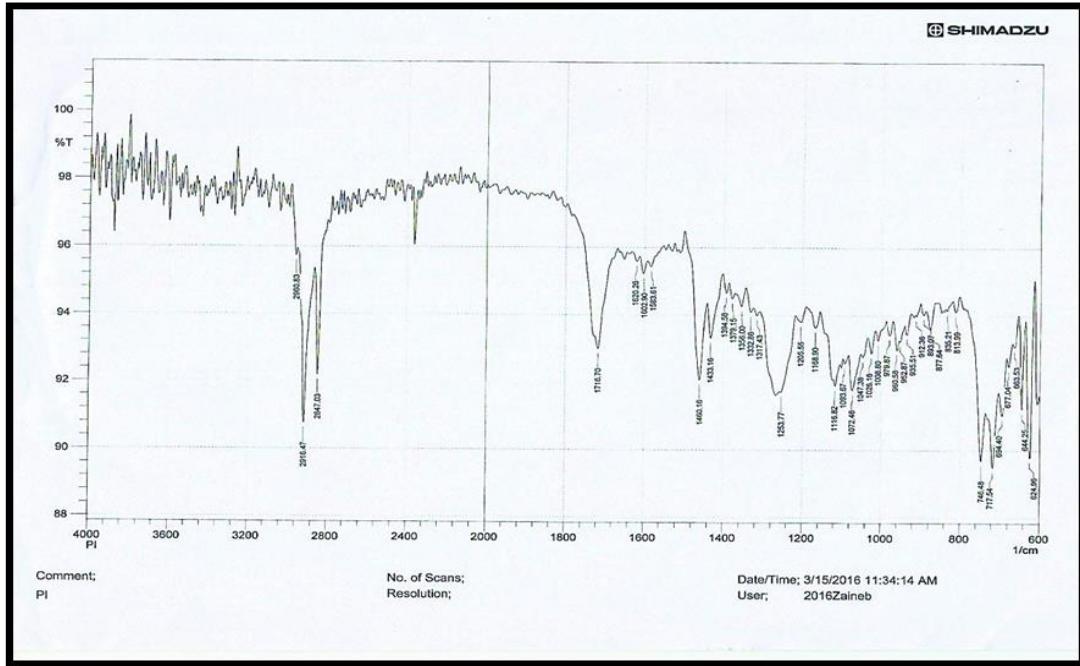


Fig (2) FTIR spectrum of (A2)

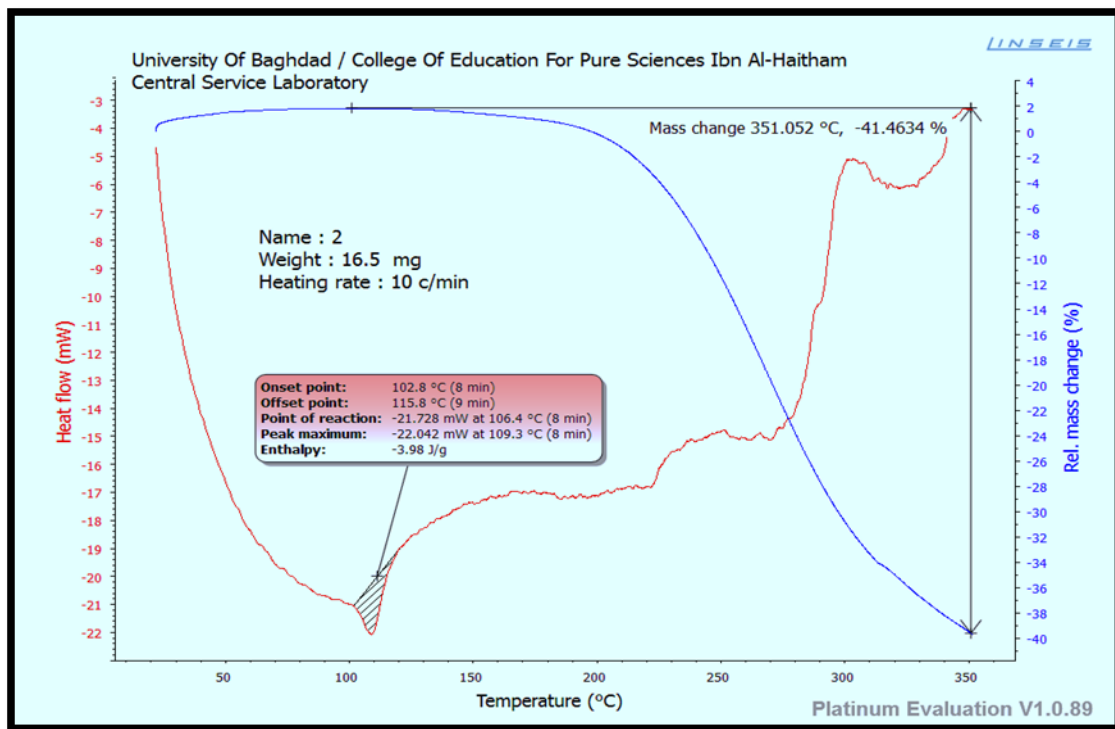
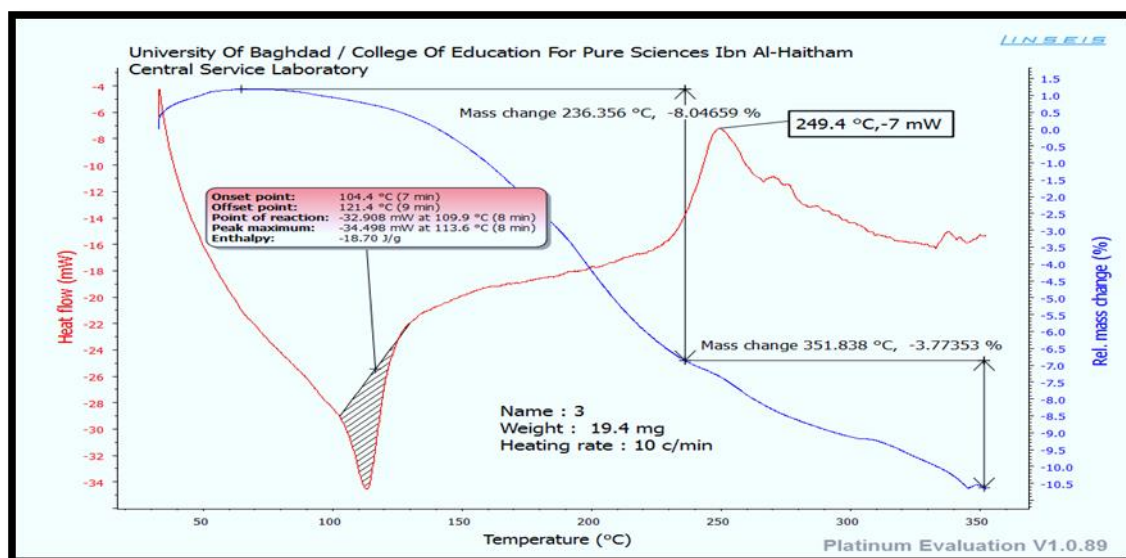


Fig (3) TG&DSC Thermo gram of blend asphalt with (A1)



**Fig (4) TG&DSC Thermo gram of blend asphalt with (A2)**

## References

- [1] Millen, White, Zelano, and Baranigan, Bituminous "Compositions Including Residues of thermoplastic Polymer with Polyurethane Foams and Thermosetting Resins", United States Patent 5308893, 2007.
- [2] Ionela Chiparus Glover, "Wet and Dry Aging of Polymer – Asphalt Blends: Chemistry and Performance ", Louisiana State University, USA, 2007,
- [3] William L. Hergenrother, Peter W. Boener and Timothy P. Reece, "Modified Asphalt Binders and Asphalt Paving Compositions", United States Patent 0009567, 2008.
- [4] ASTM D2887 – 08 Standard Test Method for Boiling Range Distribution of Petroleum Fractions by Gas Chromatography. Available at: <http://www.astm.org/Standards/D2887.htm>, 2010.
- [5] Advanced Asphalt Technologies Inc., "Polymers Modified Asphalt", Information Sheet from Advanced Asphalt Tech., LLC, Inc., Virginia, USA, 2008.
- [6] A thesis submitted to the Department of Chemistry in conformity with the requirements for the degree of Master science Queen's University Kingston, Ontario, Canada, AMIT KANABAR, 2010.
- [7] <http://www.engr.wisc.edu/centers/wsmtl/WSMTL-WEB-pg02P-NEWS-Delgadillo.html> Rutting and Fatigue Specifications for Asphalt, 2011.
- [8] Washington Asphalt Pavement Association, "Asphalt", Information Sheet in Series of Washington Asphalt Pavement Association Inc., Washington, USA, 2002.
- [9] Gabrielle Fritschy, Eugene Papirer, and Cloude Chombu, "Sulfur as Supplementary Filler for Composites", Chemistry and Materials Science New York, USA, 2005.
- [10] Dharmsons Company, "Anti-Stripping Agent", Information Sheet from Dharmsons Co., New York, USA 2008.
- [11] Gao Gt, Zhang Y, and Zhang Y X, "Strip Resistance Asphalt Paving Composition and Method", United States Patent 009793, 2006.
- [12] Henry Romagosa and Michel Falkiewicz, "Phosphoric Acid in Asphalt Modification", MEAUPG-ICL Performance Products LP, Groton, USA , 2007.

- [13] Ellis S. J. and Langdale P. C. 2002, "Performance of Techniques to Minimize Reflection Cracking and Associated Developments in Pavement Investigation for Maintenance of UK Military Airfields" Presented for the Federal Aviation Administration Airport Technology Transfer Conference.
- [14] Asahi Kasei Chemical Corporation, "Tufprene and Asaprene", Synthetic Rubber Division, Elastomer Sales and Marketing Dept. 1, Hibiya Mitsui Bldg, Tokyo, Japan 25, 2005.
- [15] B.P. Company, "Polymer Modified Asphalts (PMAs)", Information Sheet from BP. P.I.C Inc., New York, USA, 2006.
- [16] A. Perez-Lepe, F.J. Marthine's - Boza, and A. Sanamaria, "Influence of Processing Conditions of Rheological Behavior of Polymer Modified Bitumen", European Patent 0802243A2, 2003.
- [17] Manfred N. Parti, "Perspective of Nanotechnology in Construction materials", ACM Center and Scottish Center for Nanotechnology in Construction Materials , University of Paisley, Scotland, UK, 2006.
- [18] Masson J-F, Collins P., and Margeson J.C., "Thermodynamic Phase Diagram and Stability of Bitumen-Polymers Blends", Energy and Fuels, Volume 17, Number 3, P.P. 714-724, Canada, 2003.
- [19] Lu X., Isacson U., "Modification of Road Bitumens with Thermoplastic Polymers", Polymer Testing, Vol.20, 77–86, 2001.
- [20] Perez-Lepe A., Martinez-Boza F.J., Gallegosa C., Gonzalez O., Munoz M.E., Santamaria A., "Influence Of The Processing Conditions On The Rheological Behaviour Of Polymer-Modified Bitumen", Fuel, Vol. 82, 1339-1348, 2003.
- [21] Shenoy,A, " Determination of the Temperature for Mixing Aggregates with Polymer-Modified Asphalts", FHWA , International Journal of Pavement Engineering , pp33-47. 2001.
- [22] Al-Bana'a, J.R., Isma'ail, "Effect of Polymer Type on The Performance of Modified Asphalt Paving Mixture", M.Sc. thesis, civil engineering, University of Babylon, 2009.
- [23] Sinan,Hatice,Osman . , Effects of high density polyethylene on the permanent deformation of asphalt concrete Indian Journal of Engineering & Material Sciences, Vol. 12, pp.456-460, 2005.
- [24] Kariyushi, Sadaharu , Atsushi and Kazuo 2005 ,Research for , " Effect of the Morphology of SBS Modified Asphalt on Mechanical Properties of Binder and Mixture " , Journal of the Eastern Asia Society for Transportation Studies , Vol.6, pp. 1153 – 1167 2003,
- [25] Pohl, Walter L. Economic geology: principles and practice: metals, minerals, coal and hydrocarbons – introduction to formation and sustainable exploitation of mineral deposits. Chichester, West Sussex: Wiley-Blackwell. p. 331. ISBN 978-1-4443-3662, 2011.



## تطعيم البولي إيثيلين مع دايينتين أو الإندين كمضاف للأسفلت

فريال محمد علي ، مهند فحطان صالح ، قتادة عبود احمد

الجامعة المستنصرية ، كلية العلوم ، قسم الكيمياء

بغداد ، العراق

### الخلاصة

الهدف الرئيسي من هذا البحث هو تحسين الخواص الريولوجية للأسفلت (S50) بإضافة بعض البوليمرات المطعمة التي تم تصميمها عن طريق إدخال دايينتين أو إندين من خلال الهيكل الرئيسي للبولي إيثيلين ثم الربط باستخدام الكبريت ، والتي تعتمد على توافق البوليمر مع الأسفلت ، وقد تم اختبار كل هذه الكوبوليمرات المحضرة مع خلطات الأسفلت من خلال قياس درجات التليين و الاختراق التي تمت مقارنتها مع عينة الأسفلت ، شخّصت المركبات المحضرة بواسطة مطيافية الأشعة تحت الحمراء (FTIR) ومطيافية الرنين النووي المغناطيسي للبروتون ( $^1\text{H-NMR}$ ) . واجريت التحاليل الحرارية مثل التحلل الحراري الوزني (TGA) والمسح المسعري التفاضلي (DSC) . قيست الصفات الفيزيائية للبوليمرات المحضرة . كل هذه البوليمرات . تم حساب تحسن درجة الحرارة من ( $50^\circ\text{C}$ ) إلى ( $53^\circ\text{C}$ ) و ( $60^\circ\text{C}$ ) و ( $65^\circ\text{C}$ ) بإضافة البوليمر مع الكبريت بنسب مختلفة الخلط (5 % ) كوبوليمر مع (2 % ) كبريت ، (5 % ) كوبوليمر (3 % ) كبريت ، و (9 % ) كوبوليمر (4 % ) كبريت) مزج وسخن إلى ( $178-180^\circ\text{C}$ ) لمدة 4 ساعات بنسبة (9 % ) كوبوليمر مع (4 % ) كبريت كانت هي احسن درجة من ( $50^\circ\text{C}$ ) إلى ( $65^\circ\text{C}$ ) وقد أعطى مقاومة حرارية عالية مع المزيد من الثبات وشملت جميع التحسينات زيادة مقاومة الاختراق ، وتحسين الاستطالة .

الكلمات المفتاحية : إسفلت , مضافات , كوبوليمر .

# English Articles Index

## Content No.2 / 2018

Adress	Page
<b>1- Graft Co Poly Ethylene with Dipentene or Indene as Asphalt Additive.....</b>	<b>1</b>
Firyal M. Ali, Mohanad Q. Salih, Qutada, A. Ahmed	
<b>2- Detection of delamination between plate layers Manufactured from composite materials.....</b>	<b>10</b>
Sarah S. Faraj, Noor A. Naser , Saad A. Tuama , S. K. Habeeb , Mohammed Sh. Abdulmonum	
<b>3- Dirt-proof Silicon PV Panel Surface using Superhydrophobic Nano-composite.....</b>	<b>21</b>
Omar A. Abdulrazzaq, Abdulkareem Abdullah, Shaima K. Abdulridha Muhammad A. Fakhri	

## **Guidelines to Authors for Publication in the Iraqi Journal of Industrial Research (IJIR)**

---

**- Iraqi Journal of Industrial Research is published annually in two issues.**

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. two hard copies are required and soft copy with word program .Authors are encouraged to submit their manuscript via the editor's email address:

**ijir@joir.gov.iq, jir.joir@gmail.com**

Otherwise send your contribution to the following address:

**Scientific Affairs Department/ Scientific Publication Section  
Corporation of Research and Industrial Development  
Complex of Ministry of Science & Technology  
Jadiriya, Baghdad, Iraq**

### **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**

### **Author's 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.

### **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: 12 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:

### **Abstract**

### **Keyword**

### **Introduction**

### **Experimental Part**

### **Results and Discussion**

### **Conclusions**

### **Acknowledgment (optional)**

### **References (Must be IEEE system)**

### **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.

### **Sources**

- Sources should be within the last five years and if a source must be placed before this specified period, it should not exceed 10% of the total number of sources.

- The sources or references are listed at the end of the scientific research and each reference is numbered by a single number enclosed in square brackets [ ]. Each reference within the text is indicated by the same number at the end of the search and according to its appearance in the text and placed in the text after the end of the sentence and before the period or comma and the source numbers are placed in square brackets [ ]. When more than one source is used in the same place of the body, the differentials are placed between them if they are not sequential, such as [2, 7, 9] or the commentary if they are concatenated, such as [3-5] or both, if some are sequential, such as [2, 5, 7-]. 9]. Sources should contain at least 25% research and do not accept unreliable sources such as Wikipedia, social networking sites, forums and YouTube, except in very rare cases. Corporate websites can be used to infer the characteristics of a particular product or material, for example. We encourage the use of the free Mandelie software to manage resources.

**Iraqi Journal  
of Industrial Research (IJIR)**

**Issued by  
Corporation of Research  
and Industrial Development  
Ministry of Industry & Minerals**

**Editor-in-Chief**

Prof.Dr. Hamoudi Abbas Hameed

**Managing Editor**

Bahaaddin H. Rashid

**Editorial Board**

- 1- Dr. Ahmed Y.Qasim
- 2- Dr. Ilham A. khalaf, PhD, Genetic Engineering & Biotechnology
- 3- Dr. Ahmed A. Alwan, PhD, Atmospheric Physics & Solar Radiation
- 4- Dr. Enas M. Numan, PhD, Organic Chemistry
- 5- Dr. Hashim M. Zehraw, PhD, Genetic Engineering & Biotechnology, Microbiology
- 6- Dr. Omar A. Abdulrazzaq, PhD, Solar Cells, Thin Films, Conjugated Polymers, Nano-materials, and Metallurgy
- 7- Dr. Abdullah A. Abdulkarim, PhD, Membrane Technology, Separation Techniques, Water Treatment
- 8- Dr. Sadik K. Tabban, PhD, Soil Fertility, Fertilizers, and Water Resources
- 9- Assist Prof.Dr.Ali H. Abdulmunaim, Manager of Energy & Renewable Energies Technology Center, University of Technology
- 10- Assist Prof. Dr. Saad A. Makki, Collage of Education, Al- Mustansiriyah University
- 11- Prof. Dr. Taghreed H. Al -Noor, Ibn Al-Haithem Collage, Baghdad University
- 12- Dr. Hanan J. Naoom Kasab, Collage of Pharmacy, Baghdad University )Lec)
- 13- Prof. Dr. Abdul Jabber N. Khaleefa, Al-Nahrain University.
- 14- Prof. Dr. Menal J. Seroor , Collage of Administration & Economics ,Baghdad University.
- 15- Prof. Dr. Issam F. Alwan, Institute of Genetic Engineering &Biotechnology for postgraduate studies, Baghdad University
- 16- Dr. Mehdi J. Mar'ee, Al -Zawraa State Company, Ministry of Industry & Minerals

- 17- Dr. Safaa Aldeen F. Abdulmajeed , Iraqi Geological Survey , Ministry of Industry & Minerals
- 18- Dr. Yousif Kh. Yousif, Developing and Research Center, Ministry of Higher Education & Scientific Research
- 19- Dr. Asso R. Majeed, Alsulaimaniaya University
- 20- Mr. Munther A. Ibrahim, Advisory, English Language Checker
- 21- Mr. Adel A. Sabaa, Advisory, Arabic language Checker
- 22- Dr. Abdul Wahab A. Mohammed, Advisory
- 23- Prof. Dr. Ayad A. Abbas, Collage of Science , Al - Nahrain University.
- 24- Prof. Dr. Yarub K. Abdulrahman, University of Malaya – Malaysia
- 25- Prof. Dr. Omer Y. Qasim, Salford Manchester, UK
- 26- Assist Prof. Dr. Wissam A. Alobaidi Arkansas University, USA

**Editorial Staff**

- |                            |               |
|----------------------------|---------------|
| 1. Saja Abbas Atta         | Head of staff |
| 2. Lina kareem Amlah       | Member        |
| 3. Salah Hassan Ali        | Member        |
| 4. Ahmed Hathiqa Hamid     | Member        |
| 5. Ali Majid Hameed        | Member        |
| 6. Zina Abdulresool Kadhim | Member        |