



Al-Mustansiriyah

Journal of Science

ISSN 1814 - 635X

Vol. 20, No. 2, 2009



Issued by College of Science - Mustansiriya University

Vol. 20
No. 2
2009

Al- Mustansiriya Journal of Science

Issued by College of Science- Al- Mustansiriya
University

Head Editor

Prof. Dr. Redha I. AL-Bayati

General Editor

Dr. Ikbal khider Al- joofy

Editorial Board

Dr. Ramzy Rasheed Al-Ani	Member
Dr. Kais Jamel Latif	Member
Dr. Iman Tarik Al -Alawy	Member
Dr. Majid M. Mahmood	Member
Dr. Inaam A- Malloki	Member
Dr. Aladdin J. Al-Hilli	Member

Consultant Committee

Dr. Mehdi S. Abbas	Member
Dr. Kadhim H. H. Al-Mossawi	Member
Dr. Yosif Kadhim Al-Haidari	Member
Dr. Nama Muhsin Al- Fatlawi	Member
Dr. Amir Sadiq Al-Malah	Member
Dr. Nazar Edward Nasser	Member
Dr. Hussein I. Abdullah	Member

CONTENTS

ITEM	Page No.
Histopathological Study of Liver Tissue In Infected Sheep with Echinococcosis Safaa S. Salim	1-8
Thyroid autoimmune antibodies for enzyme Peroxidase, Thyroglobulin and Se, Zn levels in elderly patients with hypothyroidism in Iraq Noorhan K. Al-Baiyati, Inaam .A. Mohammed and Z. M. Al-Rubae	9-17
Synthesis and Antimicrobial of (C7) Fused Riny (Thio or dithio) Substituted Cephalosporins Redha I. Al-Bayati , Shakir M. Al-Akidi and Iebtehal K. Al-Azzawi	18-29
A Quantitative Study Regarding Immunoglobulin and Complement Components Against <i>Helicobacter Pylori</i> Among Iraqi Dyspeptic Patients Rajwa H. Essa, Bydaa H. Alwan, Nada S. Hussain and Jasim T. Al-khafaji	30-39
Nutritional Value of Germinated Wheat Thuraeya A. A. Abbas	40-46
Synthesis of Some Pyrimidine Derivatives Redha I. Al-Bayati , Suad J. Lafta and Sahar A. Al-Rakabi	47-58
Synthesis of New 2,7-Dihydroxy Naphthalene Heterocyclic Derivatives Mohammed Z. Thani	59-69
Corrosion Inhibition of Steel in Cooling Water System by 2-Phosphonobutane-1, 2,4-Tricarboxylic Acid and Polyvinylpyrrolidone Nesreen S. Al-Roobaity and Wisam I. Al-Neaaimy	70-85
Investigation of Magnetic Saturation In Central Iron Plate of Triplet Electron Lens Abdown K. Al-Saady ; Muhssen S.E. Al-Amshani; Saadi Raheem Abs Al-Saadi	86-90
Conventional Polarization Effects On the Propagated Pulses in Optical Fibers Systems Hassan A. Yasser	91-105
Study of Impact of the Radioactive Sources on Human Body Basim A. Al-Mayahi	106-117
Preparation of the Shape Memory Alloy NiTi using Vacuum Plasma spraying system VPS Sabah M. Ahmed and Safaa F. Madlul	118-126

Effect of Thermal Annealing On the Optical and Structure Properties of Znse Thin Films Raad S. Sabry , Usama A. A. Dakhel and Murtadha F. Sultan	127-134
Earliness Penalties on A Single Machine Subject To No Tardy Jobs Tariq S. Abdul-Razaq and Manal G. Ahmed Al-Ayoubi	135-155
Connection Between Painlevé Property and Hirota's Bilinearization Inaam A. Malloki Imad A. Barzinjy	155-166

Histopathological Study of Liver Tissue in Infected Sheep with Echinococcosis

Safaa S. Salim

Dept. Biology/College of Science/Al-Mustansiriya University

Received 12/8/2008 – Accepted 25/1/2009

الخلاصة

تتناول الدراسة الحالية التغيرات النسيجية المرضية لكبد الاغنام المصابة بالاكياس المائية المتسببة عن الإصابة بطفيلي *Echinococcus granulosus* اذ تم تحضير المقاطع من نسيج الكبد حال انتزاعه من جسم الحيوان ومن ثم صبغت بصبغة الهيماتوكسلين والايوسين ثم فحصت مجهرياً. وقد لوحظ ان الاكياس المائية كانت مختلفة الاحجام واتضح بان شدة التغيرات النسيجية المرضية تتناسب عكسياً مع حجم الاكياس، والتي ظهرت بشكل واضح في المناطق القريبة من جدار الكيس ومن خلال الفحص المجهرى تبين ان الخلايا الكبدية تعاني تشوهات وتغيرات في الشكل والحجم نتيجة اختزال المحتوى الساييتوبلازمي بالإضافة الى العديد من الفسح الجيبية حول مناطق التليف الحاصل في جدار الكيس كما لوحظ تغلظ في انوية الخلايا وتطاول تلك الخلايا في بعض مناطق النسيج ولقد تبين ان جميع التغيرات في شكل الخلايا الكبدية وحجمها كانت ملحوظة على مسافات مختلفة من جدار الكيس. ومن خلال فحص المقاطع النسيجية تبين ان هناك بعض مناطق التليف حول جدار الكيس بالإضافة الى وجود بعض مناطق متكلسة متميزة خصوصاً تلك القريبة من جدار الكيس المتليف، كما تشير الدراسة الى ان سائل الكيس المائي ينتج كميات عالية من السمية التي كانت السبب في حدوث التغيرات المرضية والميكانيكية في خلايا النسيج المحيطة بجدار الكيس.

ABSTRACT

The present study deals with histopathologically of sheep liver infected with hydatid cysts caused by from *Echinococcus granulosus*. The pieces of liver were fixed soon after they taken out from the animal's body and sections prepared and stained with haematoxylin and eosin, (HE), then were examined microscopically. The cysts were differ in size and intensity of histopathological changes proportional inversely with the size of cyst. The pathological changes appeared clearly in regions close to the cyst wall and the microscopic examination showed that the hepatocytes were deformed in size and shape due to reduced cytoplasmic contents and many gaps were seen around the fibrous cyst wall, also showed nuclear pyknosis and elongated cells in some area of tissue. These effects were seen at the distance from the cysts wall. also there were some fibrotic tissue near the cyst wall with some areas of calcifications. The present study indicated that the hydatid cyst fluid produced high toxic effect in tissue surrounding the cysts caused by both histopathologically and mechanically changes.

INTRODUCTION

Echinococcosis is a zoonotic infection caused by cestodean species of the genus *Echinococcus*. (1) The majority of the hydatid cysts affect the liver followed by the lungs, brain, peritoneal cavity kidneys and bone marrow and other organs. Thoracic complications of hepatic hydatid cysts result from the proximity of hydatid cysts to the liver. (2) Echinococcosis is manifested as disease of variable morbidity

and mortality depending upon the species or the strain , and occurs almost universally in the liver (about 75% of cases), however some other organs are also involved: lung 9%; muscle 5%; spleen and kidney about 2%; brain 1.5%; bones 1%, heart less 1% and other sites, 3.5%. (1,3)

Cystic Echinococcosis (CE) is caused by the metacestode stage of various strains of *E. granulosus*, (4) which is a cystic structure typically filled with a clear fluid (hydatid fluid). About 5 days after ingestion of eggs, the metacestode is a small vesicle (60 to 70 μm in diameter) consisting of an internal cellular layer (germinal layer) and an outer acellular, laminated layer(5). This cyst (endocyst) gradually expands and induces a granulomatous host reaction, followed by a fibrous tissue reaction and the formation of a connective tissue layer (pericyst).(4,6)

present study deals with histopathological changes in liver tissue that infected with hadatid cysts and compare with normal tissue of liver as control.

MATERIALS AND METHODS

Sheep liver biopsy infected with several hydatid cysts and uninfected liver tissue were extracted. Sections of the liver including the infected and uninfected parts were prepared for examination For histopathological examination, tissue samples were taken from liver of sheep. Samples were fixed in buffer formalin 10% by routine method and then histopathological section was prepared. Samples were stained by hematoxylin and eosin (HE)and finally were observed under the microscope.

RESULTS AND DISCUSSIONS

Histological examination revealed metacestodal tissue in all liver samples. Parasitic cysts noticed of an outer laminated layer, an inner germinal layer, The cellular laminated layer was either nondisrupted and lined a cystic vesicle or was fragmented and often presented as a convoluted structure and it stained eosinophilic to rarely orange on HE stain. Fig.(1)

The histopathological study of tissue including the cysts showed that the tissue contains very small cysts with considerably thick wall and its germinal layer was covered by laminated layer the cyst contains little amount of cyst fluid but the protoscolexes were absent(Sterile cysts).

The hepatic cells were changed in shape and size and compressed with disturbed arrangement as compared with cells in the normal hepatocytes. Fig.(2a,b) The hepatocytes surrounding the cyst wall have

undergone necrosis, while nuclear and cell membranes were dissolved. The nuclei were not clearly visible in compact cyst wall but were visible in loose tissue. Hepatic nuclei were elongated, dark and solid showing indications of pyknosis. Fig.(3a)

There were some indications of abnormal cytoplasmic vacuolation in the area beyond the fibrous tissue. Some of the hepatocytes were deformed due to reduced cytoplasmic contents and large gaps in tissue were also seen around the fibrous cyst wall, and the cell membranes were not discernible. Fig.(3b) Slight disturbance in the normal hepatic architecture was visible. Also there was a well pronounced fibrous tissue layer around the laminated layer of the cysts Fig.(3a,4) This layer seemed to be formed by highly compressed cell in which the cell membranes had been obliterated.

It is mostly seen in the liver symptoms of necrosis of the central portion of the cyst with abscess formation. The necrosis is thought to be due to thrombosis of the vessels in this area. Figure (5) shows some of calcification areas in some regions near the cyst wall.

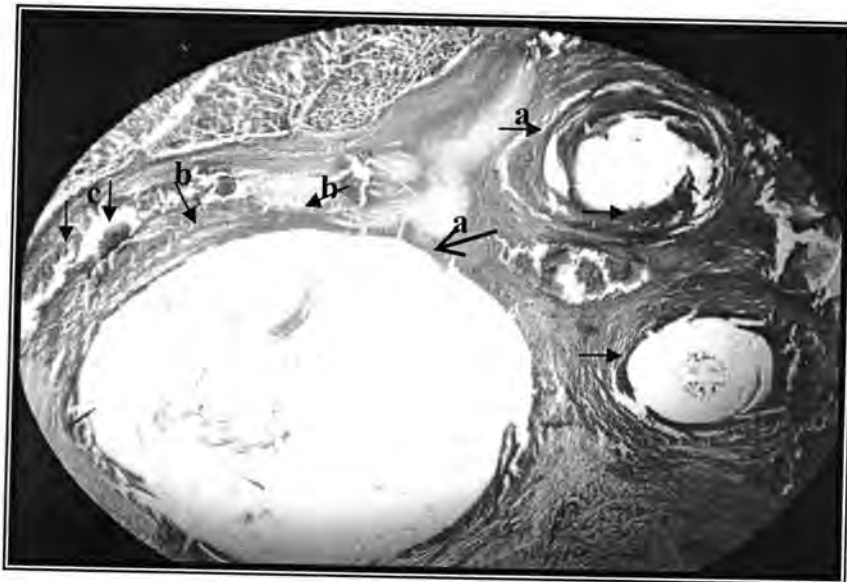


Figure-1:(a) Showing liver tissue contains very small cysts , there is little amount of cyst fluids but the protoscolexes are absent.(Sterile cysts) (b)fibrous tissue (c) and some of calcification area (400X)

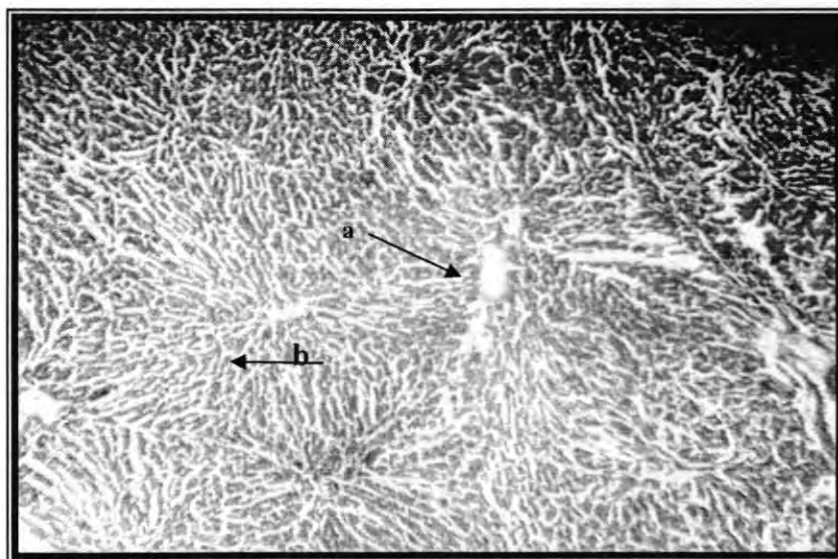


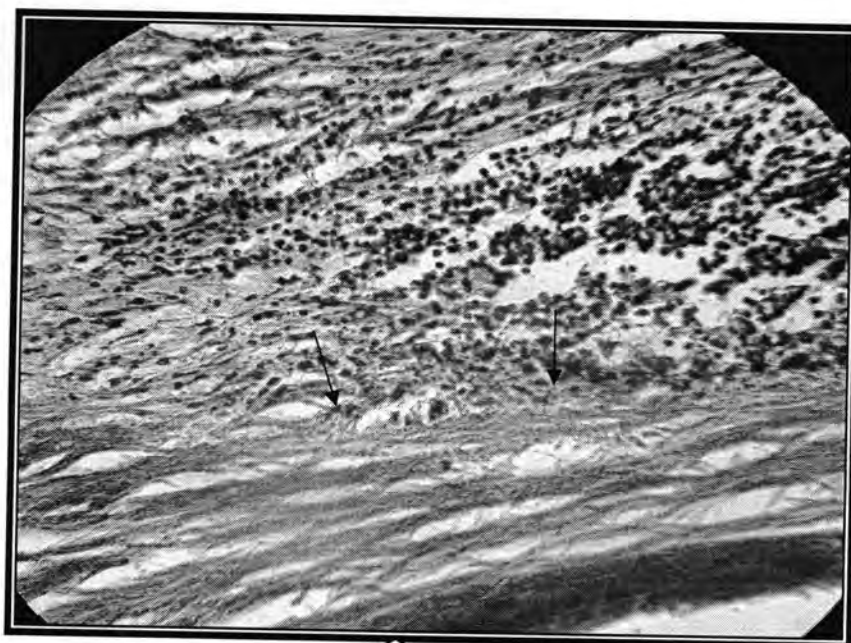
Figure-2: a) Normal liver tissue showing central vein and hepatocytes at (100X)
b) Infected liver tissue at (400X)

In the present investigation it was noted that the presence of many small cysts particularly have simple or no effect on the liver tissue that some cells and their arrangement remained more or less normal with functional and normal nucleus. This was expected because at this stage neither the size of the cyst is large enough nor the host tissue has been exposed to high quantities of hydatid fluid (7). Two facts were already known that the cyst wall is permeable and that when released in the body the hydatid fluid can induce a severe anaphylactic reaction in the body. Normally smaller amounts of hydatid fluid is constantly flow out of the cyst into host tissue, therefore, the host tissue is constantly exposed to HCF in very small quantities. (8)

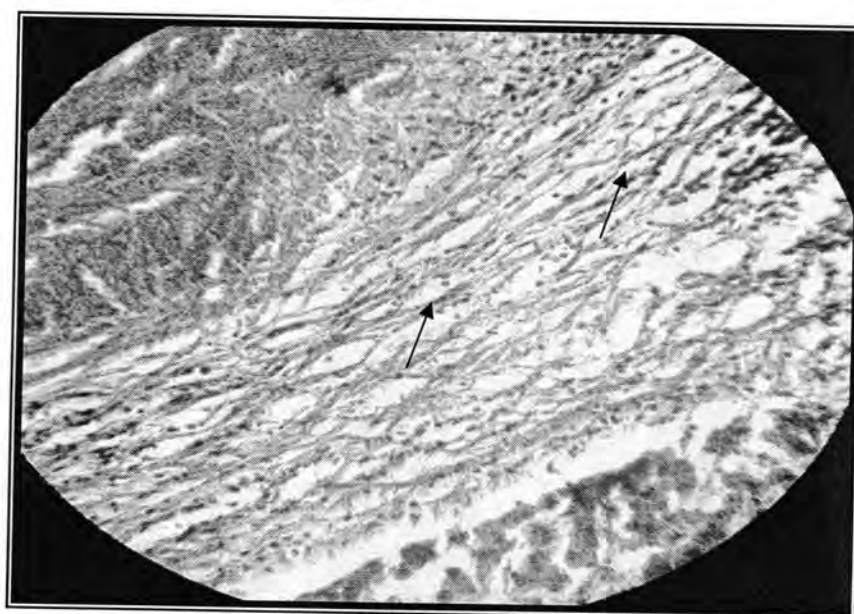
As the cyst grew in size the cells around the cyst showed a pressure atrophy so the cell membranes were destroyed and nuclei became elongated, pyknotic and the progressive fibrosis that showed in damage of the tissue,

this result was compatible with many investigates (7,9)

Around some of the cysts the host tissue showed fibrosis and cirrhosis due to the effect of hydatid fluid seeping out of the cyst wall. However it appeared that discinernable effects were only provided after long exposure to the fluid (10).



a



b

Figure-3: Liver tissue Infected with hydatid cysts.(at400X) a) Showing hepatocytes surrounding the cyst wall have undergone necrosis b)Showing hepatocytes with elongated and pyknotic nuclei. There are some indications of abnormal cytoplasmic vacuolation in the area beyond the fibrous tissue

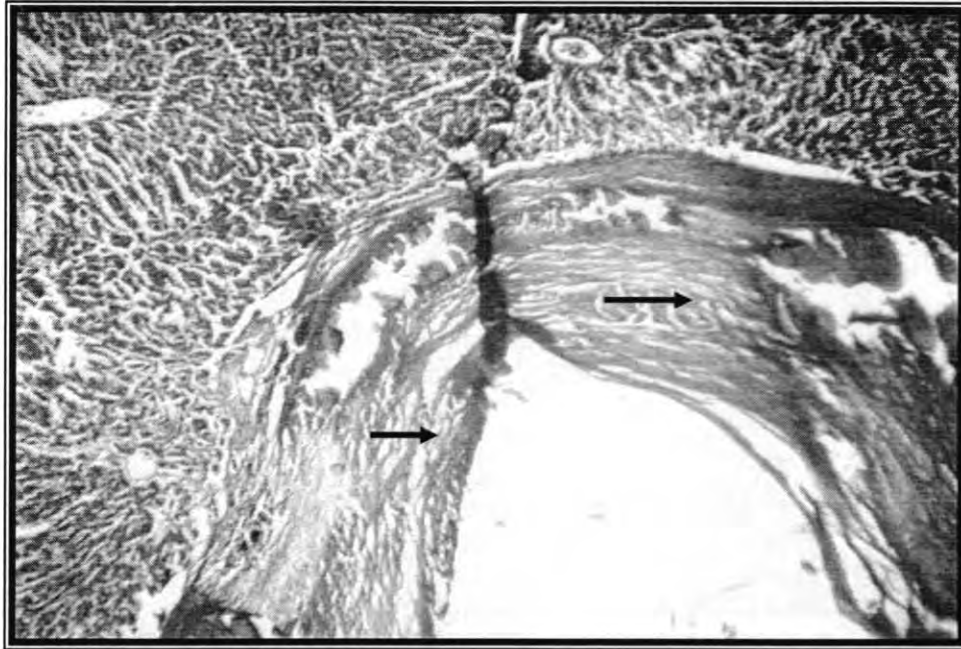


Figure -4: Showing pronounced fibrous tissue layer around the laminated layer of cysts, formed by highly compressed cells in which the cell membrane has been obliterated and hepatic nuclei pyknosis.(at100X)

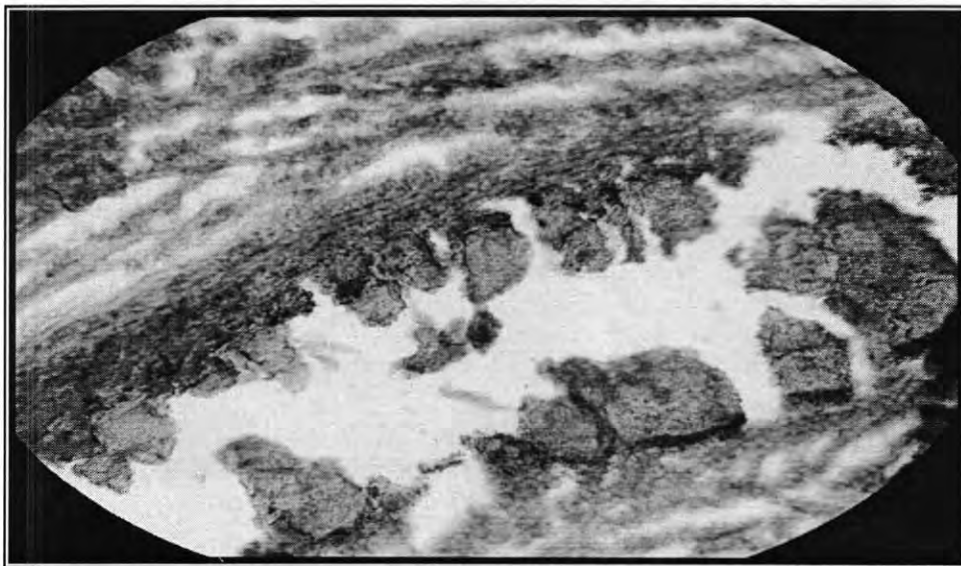


Figure -5: showing some of calcification area were seen in some regions near the cysts wall, and fibrotic tissue.(at400X)

The HCF with /without autolysis based upon proteolytic enzymes are definitely in action that damage the plasma membranes of hepatocytes and interfere with the permeability of the plasma membrane. This resulted in the seepage of cytoplasmic enzymes, metabolites and plasma content out of cell membrane. In hepatic echinococcosis, the liver tissue reaction to the hydatid cysts consists in formation of fibrosis and

marked inflammatory changes around the cysts. They may initiate reactive hepatic changes (nonspecific reactive hepatitis)(2,11)

It is mostly seen in the liver symptoms of portal hypertension and necrosis of the central portion of the cyst with abscess formation. The necrosis is thought to be due to thrombosis of the vessels in this area (9).

It has been shown earlier that mast cells are a source and a main inducer of fibroblast and epithelial growth factors in tissue of liver that infected with hydatid cysts (12)

As conclusion, in sheep liver biopsy infected with hydatid cysts, the pathological changes of liver tissue surrounding the cysts were:

- presence of sterile hydatid cysts with cyst fluid.
- Presence of necrosis including damage in hepatocytes and changing in their shapes.
- Presence of fibrosis tissue around the cysts.
- Presence of calcification among the cysts.
- No histopathological changes in other parts of liver normal tissue.

REFERENCES

1. Eckert J, Gemmell M.A; Meslin F.X. and Pawlowski ZS:WHO/OIE Manual on Echinococcosis in Humans and Animals: A Public Health Problem of Global Concern, 2nd ed. p 54, Paris, France World Organisation for Animal Health, (2001)
2. Pawlowski Z.S.; Eckert J., and Vuitton D.A., Echinococcosis in humans: clinical aspects, diagnosis and treatment. In Eckert J, Gemmel MA, Meslin F-X, Pawlowski ZS, eds. *WHO/OIE manual on Echinococcosis in humans and animals: a public health problem of global concern*. Paris: World Organization for Animal Health. World HealthOrganization, vol. 20-71(2001).
3. Grant B. Rezabek and R. C. Giles :*Echinococcus granulosus* hydatid cysts in the livers of two horses J. Vet. Diagn .Invest. 5:122-125(1993)
4. Bacciarini L. N.Hepatic Alveolar Echinococcosis in Cynomolgus Monkeys (*Macaca fascicularis*) Vet. Pathol. 41:229-234(2004).
5. Tappe D.; Brehm K.; Frosch M.; Blankenburg A.; Schrod,A. Kaup F.-J.; and Matz-Rensin K. *Echinococcus multilocularis* infection of several old world monkey species in a breeding enclosure Am. J. Trop. Med. Hyg. 77(3): 504 - 506(2007).
6. Battelli, G., Mantovani, A. and Seimenis.A. Cystic echinococcosis and the mediterranean region: a long-lasting association. *Parassitologia*. 44:43-57(2002).

7. Nahum Méndez-and Sánchez, MD, Hepatic *Echinococcus granulosus*. A Case report Anal of Hepatology 2(2) april-july:99-100(2003).
8. Smyth, J.d., Introduction to animal parasitology. (Third Edition) Cambridge university Press. Pp-549 (1994).
9. Haluk M.; Genç H. and Cengiz T. Assessment of liver hydatid cyst cases - 10 years experience in Turkey Royal Society of Medicine Press. 37:54-56(2007).
10. Altintas, N. Past to present: echinococcosis in Turkey. Acta Trop. 85:105-112(2003).
11. Beard, T., Bramble A. J. and Middleton. M. J. Eradication in our lifetime. A log book of the Tasmanian Hydatid Control Programs 1962-1996. Department of Primary Industry, Water and Environment, Hobart, Tasmania, Australia(2001).
12. Maya and Gulubova,: Liver tryptase-positive mast cells and fibrosis in children with hepatic echinococcosis J. India Association of Pediatric Surgeons (10): 4 . 237-243(2005).

Thyroid Autoimmune Antibodies For Enzyme Peroxidase, Thyroglobulin and Se, Zn Levels in Elderly Patients with Hypothyroidism in Iraq

Noorhan K. Al-Baiyati, Inaam A. Mohammed and Zainab M. Al-Rubae
Department of Chemistry, Collage of Education Ibn AlHaitham, University of Baghdad

Received 12/10/2008 – Accepted 11/2/2009

الخلاصة

شملت الدراسة (42) مريضاً بضمور الغدة الدرقية و (42) من الاصحاء ظاهرياً تم تقسيمهم الى مجموعتين (21) مريضاً من الذكور (M) و (21) مريضاً من الاناث (F) ، كذلك تم تقسيم الاصحاء الى (21) من الذكور الاصحاء C (M) و (21) من الاناث الاصحاء C (F) جميعهم ممن تجاوزت اعمارهم 60 سنة . تم التحري عن وجود الاجسام المناعية الذاتية لأنزيم الثايروكسين بيروكسيديز (TPO – Ab) وللثايروكلوبولين (Tg – Ab) وكذلك قياس نسبة Se و Zn في امصالهم . أظهرت النتائج زيادة معنوية في (Tg – Ab) ، (TPO – Ab) في مجموعتي المرضى (M) ، (F) بالمقارنة مع مجموعتي الاصحاء C (M) ، C (F) كذلك وجدت زيادة معنوية في (Tg – Ab) ، (TPO – Ab) في مجموعة (F) بالمقارنة مع مجموعة (M) . وجد انخفاض معنوي في مستوى Se و Zn لمجموعتي (M) ، (F) مقارنة مع مجموعة الاصحاء بينما لم يظهر أي اختلاف معنوي بين مجاميع المرضى قيد الدراسة . لذا نستنتج ان مستوى (Tg – Ab) و (TPO – Ab) في امصال المرضى الاناث اعلى منه في امصال المرضى الذكور وايضاً تزداد مع العمر وخصوصاً بعد عمر ال (60) كذلك فإن مستوى Se و Zn ينخفض لمجموعتي المرضى مقارنة مع الاصحاء .

ABSTRACT

Forty – two elderly hypothyroidism patients and forty – two apparently healthy as control groups , divided to (21) male (M) and (21) female (F) also (21) control male C(M) and (21) control female C(F) aged > 60 years, were tested for the presence of thyroid peroxidase autoantibody (TPO – Ab) and thyroglobulin auto antibody (Tg – Ab) , also for Se and Zn levels in their sera .

The results revealed asinificant increase in (TPO – Ab) and (Tg – Ab) for group (M) and (F) compared to control group , also asinificant increase in TPO – Ab and Tg – Ab for (F) compared to (M) was found.

Asinificant decrease in Se and Zn level for (M) and (F) compared to control group, while no significant difference between (M) and (F).

In conclusion serum (TPO – Ab and Tg – Ab) levels were higher in female patients than in male patients specifically in older than 60 years also Se and Zn levels were lower for both patients group compared to control.

INTRODUCTION

Hypothyroidism is one of the common disease of the thyroid gland, this conclusion is diagnosed by alow free T_4 level and / or high TSH level in primary hypothyroidism ^[1] . It is an autoimmune disease of the thyroid gland which is often associated with enlargement of the thyroid gland (Goiter) ^[2] . Thyroid peroxidase (TPO) is a 107,000 MW membrane – bound glycoprotein with a heme prosthetic group that catalyzes oxidation of iodide within tyrosine residues on thyroglobulin in the synthesis of T_3 and T_4 . Thyroid peroxidase is new generally

recognized as the principal autoantibody protein in thyroid microsomes and known as thyroid antimicrosomal antigen ^[3]. Thyroglobulin (hTg), a water soluble glycoprotein with a molecular weight of approx 660.606 dalton . Is the principal constituent of the thyroidal colloid sharing about 75% of its mass. Synthesis of the thyroid hormones T₃ and T₄ is based on the oxidative iodination of tyrosine residues of the thyroglobulin molecule within the cell ^[4]. Thyroglobulin is transported by the microsomes. In serum of patients with autoimmune thyroid disease (ATD) autoantibodies to thyroglobulin (TGA) microsomal thyroid fraction (TMA) and thyroid peroxidase enzyme (TPO) are frequently present ^[5]. Both trace elements and thyroid hormones play essential roles in human body e.g, iodine , iron , selenium and zinc ^[6]. Selenium is a potent antioxidant, an integral part of the body natural antioxidant glutathione peroxidase system, and also helps to boost the immune system ^[7].Selenium play a role in type 1 and type 2 iodothyronine deiodonase, the enzymes responsible in humans for the conversion of T₄ to the active form T₃ are aselenoenzymes ^[8]. Zinc is essential component of many important enzyme, it plays an important role in protein synthesis, regulation of gene expression, moreover zinc stabilized the structure of protein and nucleic acid ^[9]. The role of zinc in thyroid hormone peripheral metabolism is still being elucidated ; however, preliminary evidence suggests this nutrient might play an important role ^[10].However the interaction between trace elements and thyroid hormone are often controversially given so in order to make clear the influence of thyroid hormones on the homeostasis of selenium and zinc in primary hypothyroidism elderly male and female . There are little information about the relation between TPO-Ab and Tg-Ab in thyroid dysfunction patients .So this study was carried out to verify the relation between these parameters.

MATERIAL AND METHODS

Samples of blood were collected from hypothyroidism patients at the specialized center of endocripology and diabetes Alkindy hospital – during 2007.

Forty two elderly > 60 years olds (21) female (F) and (21) male (M) diagnosed by the elevation of TSH and the reduction in free T₄ and free T₃ in addition to(42) apparently healthy individual > 60 years as female control C(F) and male control C(M) .The serum was obtained by centrifugation of blood at 2500 (rpm) for (10 min) . This serum was stored at (- 20 c) unless used immediately.

- Determination of thyroid stimulating hormone (TSH), free tri - iodothyronine (FT₃), and free thyroxine (FT₄) using enzyme – linked immunosorbent assay (ELISA) ^[11].
- Determination of (Anti – Tpo) and (Anti – Tg) is indirect solid phase enzyme immunometric assay (ELISA) designed for the quantitative measurement of IgG class autoantibodies directed against thyroid peroxidase (Tpo), called microsomal antigen ^[12], ^[13].
- Determination of selenium and zinc were performed using flame atomic absorption spectrophotometer method ^[14].
- Statistical analysis were preformed use data presented were the means and standard deviations, student- t test was used to compare the significance of the difference in the mean value of any two groups ($P \leq 0.0001$) was considered statistically significant ^[15].

RESULTS AND DISCUSSION

From the results in table (1) serum TSH in male patients is (15.5 ± 3.5) $\mu\text{IU} / \text{mL}$, female patients (16.15 ± 4.11) $\mu\text{IU} / \text{mL}$ and male control (1.8 ± 0.12) $\mu\text{IU} / \text{mL}$,female control (1.9 ± 0.11) $\mu\text{IU} / \text{mL}$.serumFT₃ in male patients is (0.79 ± 0.21)Pg/mL ,female patients (0.85 ± 0.36) Pg/mL and male control (2.4 ± 0.26) Pg/mL ,female control (2.3 ± 0.25) Pg/mL and serum FT₄ in male patients is (0.60 ± 0.03)ng/mL,female patients (0.46 ± 0.02) ng/mL and male control (0.98 ± 0.09) ng/mL,female control (0.95 ± 0.07) ng/mL.

The significant elevation in TSH levels for both patients group compared to control in duct primary hypothyroidism in addition to the significant reduction in FT₄ and FT₃ of male and female patient groups compared to control, some studies showed a prevalence of (1.4 – 1.9) % overt hypothyroidism in women , with progressive increase with age ; prevalence in male was 10 – fold lower ^[16]. Serum TSH values were higher in women than in men and showed higher dispersion in women as well as in old age . serum FT₃ was found to be higher in women than in men and increased with age ^[17].

Serum TSH gradually decreases with age, whereas after age 60 , serum FT₄ increase possibly because of the development of thyroid autonomy after longstanding borderline sufficient iodine intake ^[18].

Table(2) and Figure (3) showed the levels of (TPo – Ab) and (Tg – Ab) in all studied groups . The levels of (TPo – Ab) for (C(M),C(F), M, F) were (50 ± 8.2) IU / mL,(48 ± 10.1) IU/mL, (110 ± 27.3) IU/mL , (190 ± 26.2) IU/mL respectively , A significant increase of (TPo – Ab) for (F) and (M) compared to C(M),C(F) are shown , also as significant increase in (TPo – Ab) for (F) compared to (M) was found , Thyroid microsomal (TPo) autoantibodies occur in sera of most autoimmune thyroid disease patients and predict raised serum TSH levels in random

populations^[19]. Hypothyroidism was related to (TPo – Ab) titres of > 200 KU / I and thyroid hormone levels varied with age and sex^[17].

From the table (2) the levels of (Tg – Ab) for (C(M), C(F), M, F) were (65 ± 15.2) IU/mL, (63 ± 16.0) IU/mL, (125 ± 25.05) IU/mL, (210 ± 30.8) IU/mL respectively. A significant increase of (Tg – Ab) for (F) and (M) compared to C(M), C(F) are shown, also a significant increase in (Tg – Ab) for (F) compared to (M) was found, Thyroid peroxidase autoantibodies (TPo – Ab) are of pathological importance because they are present in the majority of Hashimoto thyroiditis patients and correlate with the active phase of the disease unlike thyroglobulin autoantibodies (Tg-Ab), they may damage thyroid cells by complement fixation. The detection of thyroid peroxidase autoantibodies (TPo – Ab) and thyroglobulin autoantibodies (Tg – Ab) and the measurement of thyroid stimulating hormone, has been used in determining the diagnosis and management of autoimmune thyroid disorders^{[20][21]}.

The prevalence rates of (TPo – Ab) and (Tg – Ab) were similar (13.1 vs, 13.0 %). Both antibodies were more frequent in females than in males, and in females the prevalence rates increased with age, It could be due to a general alteration in the immune system, whereas specific antigenic mechanisms are probably of less importance^[22]. The highest anti(Tpo-Ab) concentrations were found in untreated hypothyroid Hashimoto s thyroiditis, but no simple relationship between anti (TPo – Ab) levels and thyroid function was observed^[23]. The occurrence of Anti – Tg and Anti – Tpo autoantibodies at the same time seem to be related to their functional association, TSH acts in stimulating synthesis and release of thyroid hormones in close cooperation of all the proteins. Persisting inhibition of the peroxidase activity by specific autoantibodies (Anti – Tpo Ab's) causes a decrease in the synthesis of thyroid hormones and thus hypothyroidism^[24].

Table(3) and figure (4) showed serum levels of Se and Zn in all studied groups. Se levels in (C(M),C(F),M, F)were (0.099 ± 0.005) µg/mL, (0.097 ± 0.004) µg/mL, (0.045 ± 0.013) µg/mL, (0.042 ± 0.014) µg/mL respectively, a significant decrease in Se level in (M) and (F) compared to control while no significant differences between (M) and (F).

Low T₃ syndrome and has been correlated with a decrease in serum selenium. Evidence suggests a strong linear association between lower T₃ / T₄ ratio and reduced Selenium status, even among individuals considered to be thyroid based on standard laboratory parameters, this association is particularly strong in older subjects and is thought to be a result of impaired peripheral conversion^{[25][26]}.

A study conducted on over 1000 men and women over the age of 60 years showed that selenium has a protective effect of (Se) against hypothyroidism and thyroid tissue damage and no association between thyroid volume and (Se) was found in men which suggest that (Se) protect against (Goiter) also protect against autoimmune thyroid disease^[27]. A study performed on hypothyroidism showed that the (Se) content in male and female were not significantly different^[28]. There was no difference in (Se) between hypothyroidism patients and healthy volunteers nor in selenoperoxidase^[29].

From the table (3) the level of Zn for (C(M), C(F), M, F) were $(1.02 \pm 0.051) \mu\text{g/mL}$, $(1.01 \pm 0.08) \mu\text{g/mL}$, $(0.90 \pm 0.05) \mu\text{g/mL}$, $(0.92 \pm 0.08) \mu\text{g/mL}$ respectively a significant decrease in Zn level in (M) and (F) compared to control, while no significant difference between (M) and (F), the role of zinc in thyroid hormone peripheral metabolism is still being elucidated; however, preliminary evidence suggests this nutrient might play an important role in stabilizing serum T_3 and T_4 , since zinc is not cofactor in hepatic type 1- deiodinase enzyme, the nature of zinc's influence on aspects of peripheral metabolism in animals and humans remains unclear^[30] in a study conducted 124 elderly patients (60 male) and (64 female) no significant difference were found between males and females (Se) levels but all these patients are situated at the lower limit of range of normality^[31] the zinc content of normal group was higher than that of the hypothyroid group, also negative correlation was found between Zn and TSH level^[28].

Conclusion serum (TPO_Ab) and (Tg_Ab) levels were higher in female patients than in male patients specifically in older than 60 years also Se and Zn levels were lower for both patients group compared to control.

Table-1: TSH, FT_3 , FT_4 level in sera of all studied groups.

Group description	No	TSH MIu/mL mean \pm SD	FT_3 Pg/mL mean \pm SD	FT_4 ng/ mL mean \pm SD	P
C(M)	21	1.8 ± 0.12	2.4 ± 0.26	0.98 ± 0.09	
(M)	21	15.5 ± 3.5	0.79 ± 0.21	0.60 ± 0.03	$P < 0.0001$
C(F)	21	1.9 ± 0.11	2.3 ± 0.25	0.95 ± 0.07	
(F)	21	16.15 ± 4.11	0.85 ± 0.36	0.46 ± 0.02	$P < 0.0001$

Table -2: TPo – Ab and Tg - Ab levels in sera of all studied groups .

Group description	No	TPo - Ab IU/mL mean \pm SD	Tg – Ab IU/mL mean \pm SD	P
C(M)	21	50 \pm 8.2	65 \pm 15.2	
(M)	21	110 \pm 27.3	125 \pm 25.05	P < 0.0001
C(F)	21	48 \pm 10.1	63 \pm 16.0	
(F)	21	190 \pm 26.2	210 \pm 30.8	P < 0.0001 P* < 0.0001

P* statistical difference between (M) and(F) .

Table :3- Se and Zn levels in sera of all studied groups .

Group description	No	Se μ g/mL mean \pm SD	Zn μ g /mL mean \pm SD	P
C(M)	21	0.099 \pm 0.005	1.02 \pm 0.051	
(M)	21	0.045 \pm 0.013	0.90 \pm 0.05	P < 0.0001
C(F)	21	0.097 \pm 0.004	1.01 \pm 0.08	
(F)	21	0.042 \pm 0.014	0.92 \pm 0.08	P < 0.0001 P* > 0.05

P* statistical difference between (M) and(F) .

REFERENCES

1. Bishop. M. L. , Fody. E.P and Schoeff. L.; Clinical chemistry, fifth edition (P 450); lippincott Williams and wilkins, A wolters Kluwer company (2005)
2. Ross DS. Nonpalpable Thyroid nodules managing an Epidemic Laboratory assessment of thyroid function www/UP to Date. J.Clin.Endocrinol metab.;(2002).
3. De Grool L J, Niepomnis ZeZeH ; Biosynthesis of thyroid Hormone: Basic and clinical Aspects. Metabolism. 26:665 – 718.(1977).
4. Dunn J.T., and Dunn,A.D; “ thyroglobulin,, chemistry, biosynthesis, and proteolysis in the thyroid” 8th ed .(91-104); Braverman L.E, Utiger R. Lippincott Williams and Wilkins, philadelphia tr(2000).
5. Lukinc, L., Krilic, d., Nothig – Hus, D., and Kusic , Z;The problem of Thyroid antibodies testing ;Acta. Clin. Croat.; 43:335-359; (2004).
6. Zimmermann, M.B,Josef Kohrle ,Mery Ann Liebert Lnc.;The impact of iron and Selenium deficiencies on Iodine and Thyroid metabolism. ; Thyroid- 12(10):867.(2002).
7. Combs, G.F.;Jr., and Combs, S.B.; The Nutritional Biochemistry of Selenium. ;Annu . Rev. Nutr.; 4:257 -280. . (1984).
8. Ramauge.M. Pallud, S. Estadiant . A, Gavanet. J .M. Lennon A. M. Pierr, Scouvin.F.; Evidence that type III iodothyronine deiodinase in rat astrocyte is a selenoprotein. Endocrinology 137: 3021 - 3025.(1996).
9. Hanas, J.S., and Hazuda, D.J.,Xenopns transcription factor A requires Zinc for binding to the 5 S RNA gene., J. Biochem: 258: 14120 – 25. (1983).
10. Greg. Kelly, ND., Peripheral metabolism of thyroid hormones .;Alternative Medicine Review Vol 5 No.4.; (2000).
11. National Academy of clinical Biochemistry. Laboratory Medicine practice Guidelines. Laboratory Support for the Diagnosis of thyroid Disease, Thyroid, 13: 1 – 126. (2003).
12. Czarnocka B, elal , Purification of the human thyroid peroxidase and its identification as the microsomal antigene involved in autoimmune thyroid diseases .;FEBS; 190(1) : 147-152.(1985).
13. Ceriotti , F., and Coriotti, G.; Improved direct specific determination of serum iron and totale iron –binding capacity.;Clin . Chem. ; 26(2) : 327 – 331. . (1980).
14. Pesce, A.J. , and Kaplan , L.A. “ Methods in clinical chemistry the C.Vmosby company”. (1987).
15. Baliey , N.I. “ Statical Methods inbiology ” Ltd press. (1974).
16. Varderpump MPJ , Tunbridge WMG , French JM, etal .;The incidence of thyroid disorders in the community a twenty-year follow-up of the Whickham survey.; 43 : (55 – 68). (1995).

17. Knudsen .N., Jorgensen T, Rasmussen S, Christiansen E , Perrild H. ;The prevalence of thyroid dysfunction in a population with borderline iodine deficiency .Clin Endocrinol (oxf) ; sep; 51 (3) : 361 – 367 . (1999).
18. Hoogendoorn EH, Hermus AR, deVeegt F . Thyroid Aunction and prevalence of anti- Thyroperoxidase antibodies in a population with borderline sufficient iodine intake: Influences of age and sex.; Clin . Chem . Jan; 52(1) : 104 -111.(2006).
19. Yoshida H. etal . Association of serum antithyroid antibodies with lymphocytic infiltration of the thyroid gland = Stuties of seventy autopsied cases .; J. Clin . Endoc . Metab . 46 : 859.(1978).
20. Jansson R , Thompson PM, Clark F , Mclachlan SM .;Association between thyroid microsomal antibodies of subclass IgG-1 and hypothyroidism in autoimmune postpartum thyroiditis. ;Clin . Exp . Immunol . 63 : 80 – 86 .(1986).
21. Whitley . RJ, Meikle AW, Watts NB. ;Endocrinology III : Thyroid function . Page 1731; Text book of clinical chemistry, 2nd edition Philadelphia : W.B Saunders Co(1994).
22. Pedersen IB , Knudsen N, Jorgensen . T; Thyroid peroxidase and thyroglobulin autoantibodies in a large survey of population with mild and moderate iodine deficiency.; Clin. Endocrinol (oxf) , Jan ; 58 (1) : 36 – 42 .(2003).
23. Mariotti . S, Caturegli P, Piccolo P. Barbesino G . pinchera A.; Antithyroid peroxidase autoantibodies in thyroid diseases .;J. Clin . Endocrinal Metab. Sep; 71 (3) : 661-669 .(1990).
24. Libert . F., Ruel J ., and Ludgate , M.,Thyroperoxidase an auto-antigen with a mosaic structure made of nuclear and mitochondrial gene modules. EMBO. J.; 6 (13): 4193 – 4196.(1987).
25. Berger MM. , Lemarchand – Beraud T., Cavadini C., Chiolero R., Relation between the Selenium status and the low T₃ syndrome after major trauma. Intensive. Care Med .;22 : 575 – 581 . (1996).
26. Olivieri O. , Girelli D., Stanzial AM, etal. Selenium ,Zinc, and thyroid hormones in healthy subjects Low T₃/ T₄ ratio in the elderly is related to impaired Selenium status. Trace .Elem. Res .; 51 : 31 – 41. (1996).
27. Dorumeaux H., Valeix P; Castetbon K. Association of Selenium with thyroid volume and echostructure in 35--60 year – old French adults. Eur.J. Endocrinal ; Mar; 148 (3) : 309 – 315 . (2003).
28. Liu , N., Liu, P, Xu , Q., Zhu,L., Zhao Z.; Element in erythrocytes of population with different thyroid hormone status . Biol . Trace. Elem . Res . Wenter; 84(1-3) : 37 – 43 . (2001).

29. Zagrodzki P, Nicol F, Arthur J .R; Slowiaczek M. Seleno-proteins in human thyroid tissues. ; Biofactors ; 14 (1-4) : 223 – 227 .(2001).
30. Kralik. A. , Ederk ,K.and Kirchgessner. M. Influence of Zinc and Selenium deficiency on parameters relating to thyroid hormone metabolism Horm. Metab . Res; 28 : 223 – 226 . (1996).
31. Villarino – Rodriguez . A , Garcia – Linares M.C, Garcia – Fernandez , M.C, Garecia – Arias ; M.T. Dietary assessment and biochemical parameters for minerals in a group of elderly subject in the province of Leon(Spain) . Nutr – Hosp: Jan – Feb; 18(1) : 39 -43. (2003) .

Synthesis and Antimicrobial of (C7) Fused Riny (Thio or dithio) Substituted Cephalosporins

Redha I.Al-Bayati¹, Shakir M.Al-Akidi² and Iebtehal K.A1-Azzawi³

^{1,3}Department of Chemistry , College of Science, Mustansiriya University

²Department of Pharmacy Chemistry , College of Pharmacy/Univ.of Baghdad

Received 13/1/2008 – Accepted 11/2/2009

الخلاصة

يتضمن هذا البحث تحضير مشتقات جديدة لحامض 7-امينو سسيفالوسبوريك تحتوي على وحدات 7-2-6-اريلامينو-5,6-ثنائي هيدرو ايميدازو[b-2,1]-4,3,1-ثيادايازول-2-يل [ثايو اسيتاميدو ايضا. اكسدة 2-مركبتيو-6-اريل-5-اريل ايمينو-5,6-ثنائي هيدرو ايميدازو [b-1-2]-1 و 4,3-ثيادايازولات(1-5) باستخدام H_2O_2 ينتج 2,2-ثنائي ثايوبس(6-اريل-5-اريل ايمينو-6,5-ثنائي هيدروايميدازو [b-2,1]-4,3,1-ثيادايازولات (6-10) و بعدها تم تحويلها الى مشتقات ثنائي ثايو حامض الخليك (11-15). حضرت كلوريدات الحوامض للمركبات (11-15) بتفاعلها مع كلوريد الثايونيل-ثلاثي اثيل امين و التي تعطي سيفالورسبورينات المقابلة (16-20) عند معاملتها مع حامض 7-امينوسسيفالوسبوريك بدرجة حرارة الغرفة ومن جهة اخرى تم تحويل المركبات (1-5) الى مشتقات ثايو حامض الخليك (21-25) بتفاعلها مع حامض كلورو الخليك في وسط قاعدي و باتباع نفس الخطوات كما في تحضير المركبات (16-20) تعطي سيفالورسبورينات المقابلة (26-30). اضافة الى ذلك تم دراسة الفعالية المضادة للبكتيريا الموجبة و السالبة للمركبات المحضرة

ABSTRACT

New hetrocyclic derivatives of 7- aminocephalosporinic acid comprising 7-[2-(6-aryl-5-arylimino-5,6-dihydroimidazo[2,1-b]-1,3,4-thiadiazol-2-yl) thioacetamido and dithio acetomido moieties are reported. Oxidation of 2-mercapto-6-aryl- 5-arylimino-5, 6-dihydro imidazo[2,1-b]-1,3,4-thiadiazoles(1-5)by H_2O_2 resulted 2,2-dithio bis(6-aryl-5-arylimino- 5,6-dihydroimidazo[2,1-b]-1,3,4- thiadiazoles (6-10) and then converted into dithio acetic acid derivatives (11-15). The acid chlorides of compounds (11-15) were prepared from their reactions with thionyl chloride - triethyl amine, which upon stirring with amino cephalosporinic acid (7-ADCA) at room temp yielded the corresponding cephalosporins (16-20). On other hand, compounds (1-5) were converted into thioacetic acid derivatives (21-25) by reaction with chloroacetic acid in alkaline medium , which upon following same steps as for preparation of (16-20) yielded the corresponding cephalosporins (26-30).

Furthermore, the antimicrobial activities against both Gram-positive and Gram-negative bacteria were evaluated for the synthesized of compounds.

INTRODUCTION

Cephalosporin derivatives are interesting series of antibiotics which have been to posses a wide spectrum of biological properties such as antibacterial activity against both Gram-positive and Gram- negative [1-2] better stability against (β - lactamases [3-5] antitumor activity [6-8] anticancer prodrug[9] . In this work we have described the preparation of cephalosporins (16-20) and (26-30) which have bicyclic heterocycles especially 5,6- dihydro imidazo [2,1 - b] -1 ,3 ,4 - thiazol-2-yl]- thio and dithioacetamido substituted ring systems on position (7) and have evaluated their antibacterial activities .

MATERIALS AND METHODS

Material

7- Amino cephalosporamic acid was a kind gift from Al- Nejma bulk pharmaceutical co., Jordan , All chemicals and solvents from Fluka were analar grade.

Instruments

Melting points were determined in open capillary tubes on-a Gallen

kamp melting point apparatus and are uncorrected . The IR spectra wereR recorded by KBr discs using pye-Unicam SP3 - 100 spectrometer .UV spectra were recorded using 1 % sodium bicarbonate by cintra 5 GBC spectrophotometer . ¹HNMR spectra were recorded on a Hitachi -Perkin Elmer 60- MHZ NMR spectrometer in DMSO - d₆ with TMS as an internal standard . Elemental analyses were done on a Carlo - Erba analyzer type 11106 . Ascending thin- Layer chromatography was carried out on keiselgel 60 F₂₄₅ with fluorescent indication , Merck , Germany , for monitoring the reaction and checking the purity . Spots of compounds were revealed by reacting with iodine vapour . Chromatogram were eluted by the following solvent systems

S₁= Ethanol : acetic acid : water (2 : 1 : 2)

S₂ = Ethanol : Butanol (2 : 2) .

Characterization data of the products is given in Tables (1-7 and 9) .

2- Mercapto-6- aryl-5-arylimino -5,6- dihydro imidazo[2,l-b]-1,3,4- thiadiazoles (1-5) [10] General proceedure

To a stirred suspension of appropriate 5-[l-aryl-2,2,2-trichloro ethyl] amino-2- mercapto-1,3,4-thiadiazole (0.002 mole , 0.68 g) and appropriate aniline (0.002 mole) in dioxane (20ml) was added TEA (0.001 mole , 0.62 g) and the mixture was refluxed for 4hrs . The reaction mixture was then cooled , poured in water (50ml) and the product obtained was

crystallized from ethanol to give compounds [1-5] (Table 1) .

Table -1: physical data of compounds (1-30)

Comp. No.	R ₁	R ₂	M.P °C	Yield %	R _f Values	
					System 1	System 2
1	- C ₆ H ₅	m-ClC ₆ H ₄	228-230	76	0.78	0.70
2	p-ClC ₆ H ₄	m-ClC ₆ H ₄	278-280	68	0.58	0.63
3	p-BrC ₆ H ₄	m- ClC ₆ H ₄	303-305	64	0.60	0.55
4	p-HOC ₆ H ₄	- C ₆ H ₅	288-290	78	0.45	0.46
5	p-O ₂ NC ₆ H ₄	- C ₆ H ₅	248-250	66	0.79	0.71
6	- C ₆ H ₅	m-ClC ₆ H ₄	118-120	51	0.78	0.70
7	p-ClC ₆ H ₄	m-ClC ₆ H ₄	214-216	40	0.58	0.63
8	p-BrC ₆ H ₄	m- ClC ₆ H ₄	220-222	42	0.60	0.55
9	p-HOC ₆ H ₄	- C ₆ H ₅	170-172	55	0.58	0.46
10	p-O ₂ NC ₆ H ₄	- C ₆ H ₅	178-180	39	0.79	0.71
11	- C ₆ H ₅	m-ClC ₆ H ₄	230-232	62	0.63	0.74
12	P-ClC ₆ H ₄	m-ClC ₆ H ₄	176-178	60	0.71	0.68
13	p-BrC ₆ H ₄	m- ClC ₆ H ₄	241-242	58	0.56	0.64
14	p-HOC ₆ H ₄	- C ₆ H ₅	216-218	62	0.60	0.68
15	p-NO ₂ C ₆ H ₄	- C ₆ H ₅	240-242	57	0.58	0.55
16	-C ₆ H ₅	m-ClC ₆ H ₄	215-217*	62	0.73	0.76
17	p-ClC ₆ H ₄	m-ClC ₆ H ₄	182-184*	46	0.96	0.72
18	p-BrC ₆ H ₄	m-ClC ₆ H ₄	208-210*	55	0.73	0.80
19	p-HOC ₆ H ₄	- C ₆ H ₅	177-178*	73	0.83	0.86
20	p-O ₂ NC ₆ H ₄	- C ₆ H ₅	218-220*	53	0.64	0.70
21	- C ₆ H ₅	m-ClC ₆ H ₄	176-178	81	0.66	0.58
22	p-ClC ₆ H ₄	m-ClC ₆ H ₄	168-170	67	0.64	0.67
23	p-BrC ₆ H ₄	m-ClC ₆ H ₄	175-177	65	0.70	0.68
24	p-HOC ₆ H ₄	- C ₆ H ₅	182-184	83	0.71	0.77
25	p-O ₂ NC ₆ H ₄	- C ₆ H ₅	160-162	76	0.60	0.54
26	- C ₆ H ₅	m-ClC ₆ H ₄	272-274*	40	0.63	0.74
27	p-ClC ₆ H ₄	m-ClC ₆ H ₄	294-296*	26	0.71	0.68
28	p-BrC ₆ H ₄	m-ClC ₆ H ₄	230-232*	30	0.56	0.64
29	p-HOC ₆ H ₄	- C ₆ H ₅	320-322	43	0.60	0.68
30	p-O ₂ NC ₆ H ₄	- C ₆ H ₅	290-292*	27	0.58	0.55

* decomp.

2,2-Dithiobis (6-aryl-5-arylamino-5,6-dithydro imidazo[2,1-b]-1,3,4-thiadiazoles (6-10)

General procedure

Hydrogen peroxide (14.8 ml, 3% w/ v) was added dropwise to solution of compounds [1-5] (0.01 mole) in ethanol (100 ml) with stirring for 1hr. at r.t. A precipitate was collected by filtration , washed with D.W., and dried in an oven at 70°C , to provide compounds [6-10] (Table 1)

2-(6-Aryl-5- arylimino-5,6- dihydro imidazo [2,1-b]-1,3,4-thiadiazole-2-yl)-dithio acetic acid (11-15)

General procedure

An aqueous solution (30 ml) containing a - mercapto acetic acid (7.4 m mole , 0.68 g) and potassium hydroxide (7.4 m mole , 0.42 g.) adjusted to pH 7.5 was added to solution of compound (6-10) . (7.4 m mole) in 25 ml of potassium chloride (2N) at pH 7.5. The reaction mixture was stirred at r.t. for 1 hr. The precipitate was filtered , washed with distilled water and dried on an oven at 70°C to yield compounds [11-15]

7-[2-(6-Aryl-5- arylimino-5,6- dihydro imidazo [2,1-b]-1,3,4-thiadiazole-2-yl)-dithioacetamido] - desacetoxy cephalosporanic acid [16-20]

General procedure

An anhydrous solution of compounds (11-15)(11.39 m mole) and TEA (11.39 mmole , 1.15 g) in 30ml of THF was cooled to (-10)°C .

To this solution SOCl₂ (11.39 mumble, 1.35 g) was added dropwise with continuous stirring. The resulting mixture was left for 30 min. with continuous stirring at 0°C. A cooled-solution of 7-ADCA (11.5 mmole, 2.6 g), TEA (1105 mmole, 1.25 g) and (10 ml) of D.W., was added all at once to the mixed anhydride solution. The resulting mixture was vigorously stred for 2 hrs at r.t. Then diluted with 30 ml of D.W. and extracted twice with 20 ml of DEE. The aqueous phase was acidified with diluted HCl to pH = 3 and triturated with NaCl. The resulting suspension was extracted with E.A (20 ml X3). The extract was dried over anhydrous sodium sulfate and evaporated to dryness under reduced pressure. The residue was triturated with petroleum ether and filtered to provide compounds [16-20] (Table 1) .

2-(6-AryI-5- arylimino-5,6- dihydro imidazo [2,1-b]-1,3,4-Thiadiazole-2-yl)-thio acetic acid (21-25) General procedure

To a solution of compounds [1-5] (14.68 m mole) and chloroacetic acid (14.68 m mole, 1.4 g) in 30 ml of ethanol, 5.7 ml of potassium hydroxide (5N) was added. The reaction mixture was heated under reflux 2 hrs. The hot solution was filtered and the ethanolic solution was evaporated under reduced pressure. The residue was dissolved in D.W. (50 ml), acidified with diluted HCl to pH = 3. The precipitate was collected by filtration, washed with cold D.W. and dried to provide compounds [21-25] (Table 1).

**7-[2-(6-AryI-5- arylamino-5,6- dihydro imidazo [2,1-b]-1,3,4-
thiadiazole-2-yl)- thioacetamido] - desacetoxy cephalosporanic acid
[26-30]**

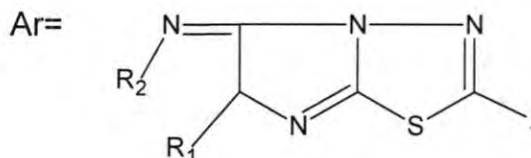
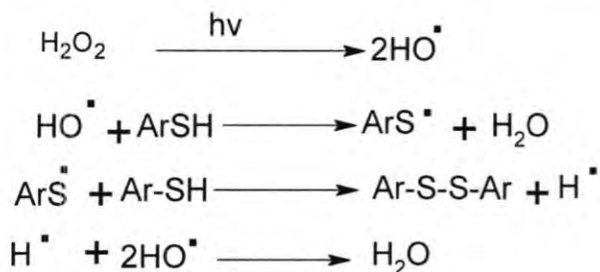
General procedure

These compounds were prepared by the mixed anhydride method as described in preparation of compounds (16-20)

RESULTS AND DISCUSSION

In the present work, 2- mercapto-6-aryl-5-arylimino-5,6-dihydroimidazo [2,i-b]-1,3,4-thiadiazoles (1-5) , which were previously prepared by us [10] were used as the key intermediates for further synthesis .

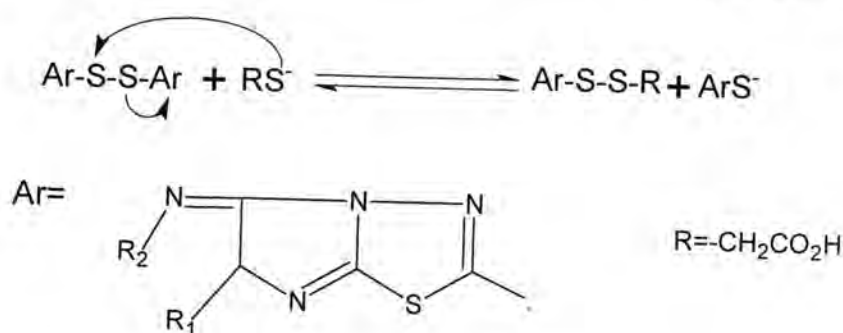
Thus , when compounds (1-5) were treated with hydrogen peroxide in alcoholic media, 2,2-dithio bis (6-aryl-5-aryl imino -5,6- dihydro imidazo [2,1-b] 1,3,4- thiadiazoles (6-10) were obtained , (Scheme 1) (Tables 1 and 2) . The suggested mechanisum was shown as below :



The reaction was followed by disappearance of absorption band for SH (2600 cm^{-1}) and appearance of new absorption band at $950\text{-}960\text{ cm}^{-1}$; belonging to the $\nu\text{S-S}$. UV spectra of compounds (6-10) showed two

intense maxima at $200\text{-}232\text{ nm}$ and $335\text{-}308\text{ nm}$ due to $n \rightarrow \pi$ and $n \rightarrow n^*$ electronic transitions respectively.

The treatment of compounds (6-10) with thiolate anion of 2-mercapto acetic acid in aqueous medium^ at $\text{pH} = 7.5$ led to the formation of compounds (11-15) . The reaction was preceded through SN mechanism as follow



These disulfide linkage containing compounds have been identified by some spectral data, the IR spectra of them showed the appearance of characteristic absorption bands near 3000 - 3600 cm⁻¹ and 1730-1745 cm⁻¹ which belonged to the νOH and νC = O of the acid respectively. (Tables 1 and 3).

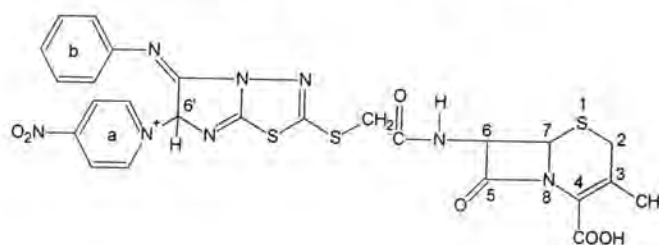
The substituted dithio acetic acids incorporated into cephalosporanic acid were synthesized by the reactions of compounds (11-15) with thionyl chloride in the presence of triethyl amine which afforded new cephalosporin derivatives (16-20).

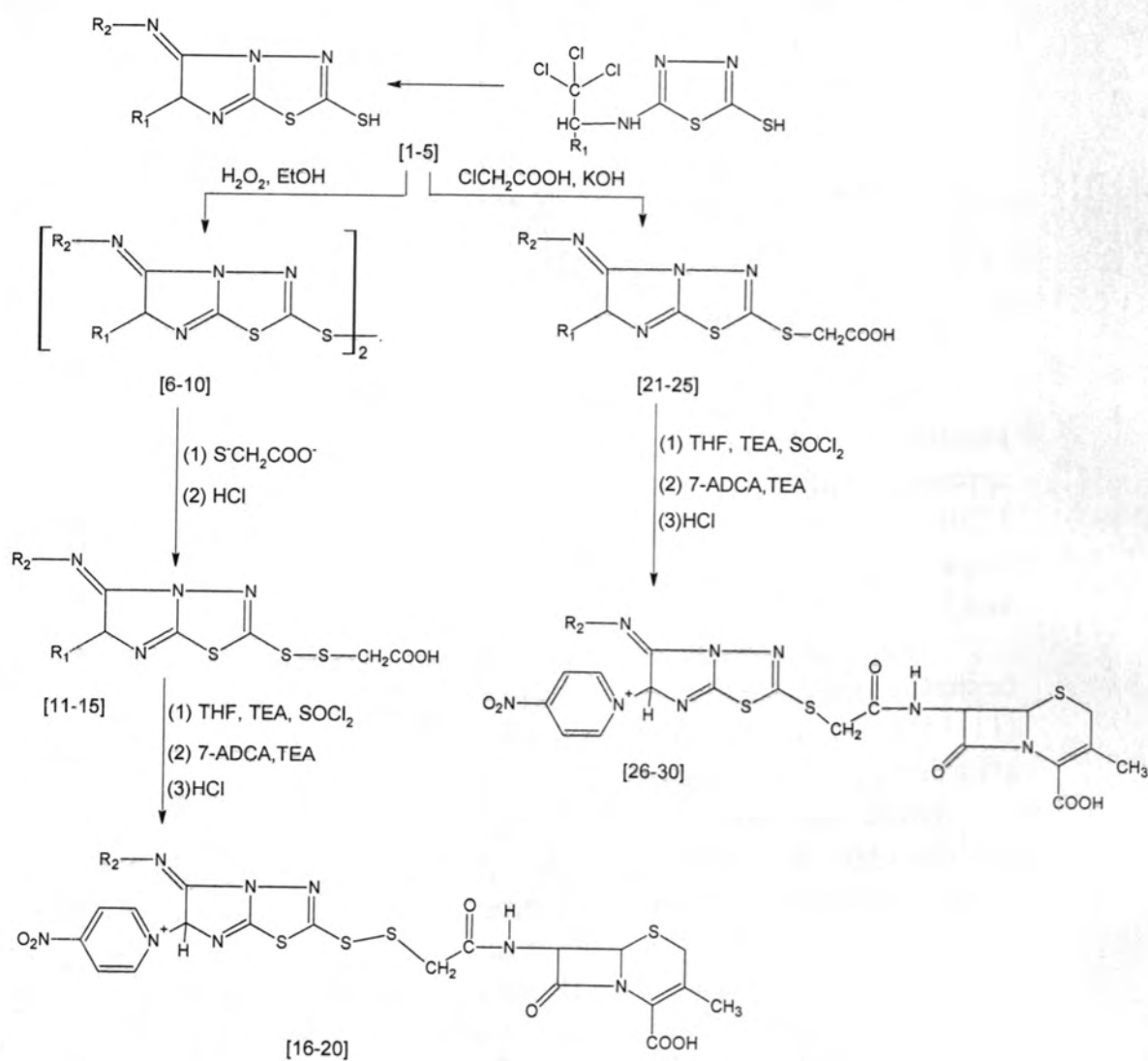
These derivatives exhibited the bands 3100 cm⁻¹ and 1700-1720 cm⁻¹ for νNH and νC=O of amide respectively (Table 1 and 4).

Compounds (21-25) were prepared on treatment of compounds (1-5) with α-chloroacetic acid in basic medium through nucleophilic substitution mechanism. The IR spectra of sulfide compounds (21-25) displayed peaks at 3000-3500 cm⁻¹ and 1720-1740 cm⁻¹ for νOH and νC = O of the acid respectively. In addition the absence of the SH group (~νSH 2600 cm⁻¹) in products (21-25) confirmed their formations (Table 1 and 5).

Cephalosporin derivatives (26-30) were prepared and identified in similar methods as described for compounds (16-20) (Table 1 and 6). ¹HNMR spectrum of derivative (30) was showed the following signals.

- * 1.56 (s, 3H, C₃-CH₃)
- * 4.38 (m, 2H, C₂-H₂)
- * 5.82 (dd, 1H, C₇-H)
- * 6.63 (s, 2H, S-CH₂-CO)
- * 6.83 (s, 1H, C₆H)
- * 7.30 (m, 2H, Cl J and d H)
- * 7.42 (m, 1H, aryl b)
- * 8.25 (m, 2H, a H, bH aryl a)
- * 9.90 (d, 1H, CONH)





Scheme (1)

Table -2: Spectral data; for compounds [1-5]

Comp. No.	R ₁	R ₂	λ_{max}/nm			IR- absorption bands max / cm ⁻¹ KBr discs			
			Benzene Ring	Sub. Benzene	(C=N) group	(C=N)	(C=C)	(C-S-C)	Others
1	-C ₆ H ₅	m-ClC ₆ H ₄ -	208	210	335	1670	1595	760	(C-H) arom 3100-2950
2	p-ClC ₆ H ₄ -	m-ClC ₆ H ₄ -	—	206	302	1680	1605	770	(C-Cl) 830
3	p-BrC ₆ H ₄ -	m-ClC ₆ H ₄ -	—	219	308	1680	1600	800	(C-Br) 735
4	p-OHC ₆ H ₄ -	-C ₆ H ₅	198	220	338	1670	1615	760	(-OH) 3600-3300
5	p-NO ₂ C ₆ H ₅	-C ₆ H ₅	193	230	316	1670	1615	770	(-NO ₂) 1520, 1320

Table-3: Spectral data for compounds [6-10]

Comp. No	R ₁	R ₂	λ_{max}/nm			IR- absorption bands max / cm ⁻¹ KBr discs			
			Benzene Ring	Sub. Benzene	(ON) group	(C=N)	(C=C)	(S-S)	others
6	-C ₆ H ₅	m-ClC ₆ H ₄	232	261	335	1680	1600	960	(C-H) arom 3100-3000
7	p-Cl-C ₆ H ₄ -	m-ClC ₆ H ₄	—	209	320	1685	1620	950	(Cl) 830
8	p-BrC ₆ H ₄ -	m-ClC ₆ H ₄	—	202	308	1685	1625	950	(Br) 720
9	p-OHC ₆ H ₄ -	-C ₆ H ₅	200	254	333	1680	1610	965	(-OH) 3600-3400
10	p-NO ₂ C ₆ H ₄ -	-C ₆ H ₅	206	226	316	1685	1635	960	NO ₂ 1520, 1310

Table -4: Spectral data for compounds [11-15]

Comp. No.	R1	R2	U.V λ_{max} /nm			IR- absorption bands max / cm^{-1} KBr discs			
			Benzene Ring	Sub. Benzene	(C=N) group	(O-H)	(C=O)	(C=N)	(C=C)
11.	-C ₆ H ₅	m-Cl-C ₆ H ₄ -	205	283	298	3300-3000	1730	1680	1600
12.	p-Cl C ₆ H ₄ -	m-Cl-C ₆ H ₄ -	-----	253	316	3400-3100	1740	1690	1620
13.	p-Br C ₆ H ₄ -	m-Cl-C ₆ H ₄ -	-----	230	306	3400-3000	1745	1690	1600
14.	p-OH C ₆ H ₄ -	-C ₆ H ₅	200	242	324	3600-3200	1740	1695	1615
15.	p-NO ₂ C ₆ H ₄ -	-C ₆ H ₅	292	228	306	3400-3100	1740	1690	1615

Table -5: Spectral data for compounds [16-20]

Comp. No.	R.	R2	U.V λ_{max} /nm			IR- absorption bands max / cm^{-1} KBr discs						
			Benzene Ring	Sub. Benzene	(C=N) group	(N-H)	(O-H)	(C=O) Lactam	(C=O) Carboxylic group	(C=O) of amide	(C=N)	(C=C) arom.
16.	-C ₆ H ₄	m-ClC ₆ H ₄	222	238	306	3100	3400-3100	1790'	1760	1700	1695	1600
17.	p-ClC ₆ H ₄ -	m-ClC ₆ H ₄	-----	234	336	3100	3400-3100	1785	1750	1715	1685	1605
18.	p-Br C ₆ H ₄ -	m-ClC ₆ H ₄	-----	2270	312	3100	3300-3100	1785	1775	1710	1685	1615
19.	p-OH C ₆ H ₄ -	-C ₆ H ₅	216	267	337	3100	3600-3400	1790	1775	1710	1680	1615
20.	p-NO ₂ C ₆ H ₄ -	-C ₆ H ₅	209	256	335	3100	3500-3300	1785	1760	1720	1680	1615

Table -6: Spectral data for compounds [21-25]

Comp. No.	R ₁	R ₂	U.V λ_{max} /nm			IR- absorption bands max / cm ⁻¹ KBr discs				
			Benzene Ring	Sub. Benzene	(C=N) group	(O-H)	(C=O)	(C=N)	(C=C)	others
21	C ₆ H ₅ -	m-ClC ₆ H ₄ -	220	235	249	3300-3100	1720	1675	1600	(C-H)arom. 3100-3000
22	P-ClC ₆ H ₅	m-Cl C ₆ H ₄ -	—	244	300	3300-3000	1730	1680	1610	C-Cl 830
23	P-BrC ₆ H ₅	m-Cl C ₆ H ₄ -	—	242	276	3400-3200	1730	1685	1610	C- Br 735
24	P-OHC ₆ H ₅	-C ₆ H ₅	197	209	269	3500-3100	1740	1675	1605	—
25	P-NO ₂ C ₆ H ₅	-C ₆ H ₅	202	228	302	3300-3100	1735	1675	1610	-NO ₂ 1520-1330

Table -7: Spectral data for compounds [26-30]

Comp. No.	R ₁	R ₂	U.V λ_{max} /nm			IR- absorption bands max / cm ⁻¹ KBr discs					
			Benzene Ring	Sub. Benzene	(C=N) group	(N-H)	(O-H)	(C=O)- Lactam	(C=O) Carboxylic group	(C=O) of amide	(C=N) (C=C) arom.
26	C ₆ H ₅ -	m-ClC ₆ H ₄ -	290	260	348	3100-	3300-3000	1790	1730	1710	1680 1610
27	p-ClC ₆ H ₄	m-ClC ₆ H ₄ -	-----	234	307	3150	3400-3200	1785	1745	1730	1680 1610
28	p-BiC ₆ H ₅	m-ClC ₆ H ₄ -	-----	267	316	3150	3300-3100	1750	1750	1735	1685 1605
29	p-OHC ₆ H ₄	C ₆ H ₅ -	216	290	347	3100	3600-3400	1785	1760	1720	1670 1615
30	p-NOC ₆ H ₅	C ₆ H ₅ -	206	250	338	3150	3300-3200	1795	1755	1740	1675 1620

Antimicrobial Activity:

The antimicrobial activity of cephalosporins (16-20) and (26-30) were evaluated From the data obtained in Table (8) , it is clear that compounds (16-20) were found to be highly active than (26-30) :against various types of micro organisms except pseudomonas aeruginosa . The activities of these compounds were probably attributed to the incorporation of fused ring into disulfide and sulfide bonds of the parent compounds respectively.

Table :8- Antimicrobial Activity of Compounds [16-20 , 26-30]

Compounds	Antimicrobial activity			
	<i>Staphylococcus</i>	<i>Escherichia</i>	<i>Micrococcus</i>	<i>Pseudomonas</i>
	<i>Aureus</i> 25923	<i>coli</i> 29522	<i>letus</i> 9341	<i>Aeruginosa</i> 27853
50 µ / hole				
16	22	33	20	5
17	27	31	15	9
18	20	30	15	8
19	22	31	17	7
20	20	28	19	5
26	21	29	17	-----
27	27	30	11	-----
28	17	28	11	5
29	14	17	15	3
30	13	23	11	---

Table -9: C.H.N, analysis of some prepared compounds

Comp. No.	Formula	C%	H%	N %	C%	H%	N %
6	C ₃₂ H ₂₀ N ₈ S ₄ O ₂ Cl ₂	53.28	2.65	14.66	53.70	2.79	15.66
11	C ₁₈ H ₁₃ N ₄ S ₃ O ₂ Cl	48.32	2.45	12.08	48.16	2.89	12.48
16	C ₂₆ H ₂₁ N ₆ S ₄ O ₄ Cl	47.88	2.99	13.53	48.40	3.25	13.03
21	C ₁₈ H ₁₃ N ₄ S ₂ O ₂ Cl	50.75	3.01	12.66	51.86	3.12	13.44
26	C ₂₆ H ₂₁ N ₆ S ₃ O ₄ Cl	49.89	3.21	13.05	50.93	3.42	13.71

REFERENCES

- 1- Kee J.L., Hokoon P. and Seongkon K.[Cephalosporins.II. synthesis and antibacterial activity of C-3' (8-oxo-7,8 - dihydro - 1,2,4 - triazolo [4,3-a] pyrazin -3-yl) thiomethyl cephalosporins] Korean J. of Med . Chem., 1,30 (1991).
- 2- Yong Z.K., Jony C.L., Sam S.K., Young CM., and chang S.L., (synthesis and antibacterial of novel (3) - pyrimidine (thio) . substituted cephalosporins) Korean J. of Med . Chem., 6,15 and references cited therein (1996).
- 3- Frere J.(Beta-Lactamases and bacterial resistance of antibiotics) . Mol. Microbiol., 16,385 (1995).

- 4-Svensson H.P., Kadow J.F., Vrudhula V.M., Wallace P.M. and Senter P.D. (Mono antibody-beta - Lactamase conjugate for the activation of a cephalosporin mustard prodrug). *Bio conjugate Chem.*, 3 , 176 (1992).
- 5- Hanessian S., Warg J. (Design and synthesis of a cephalosporin - carboplatinum prodrug activatable by abeta - Lactamase), *Can J.Chem.* 11,896 (1993).
- 6- Vrudhula V.M., Svensson H.P, Kennedy K.A., Kadow J.F.Senter P.D., and Wallace P.M.(Antitumor activities of acephalosporin prodrug in combination with monoclonal antibody - body - beta – lactamase conjugates) *Bioconjugate Chem.*, 4 , 334 (1993) .
- 7-Martin D.G, Chidester C.G., Duchamp DJ. and Mizzak S.A. (Structure of (9- 1065 (NSC- 218223), a new antitumor antibiotic) *J. Antibiot.* 33,902 (1980).
- 8-Martin D.G, Biles C, Kroeger W.C., and Visser J. (CC-1065 (NSC - 218223) a potent new antitumor agent, improved production and isolation, characterization and antitumor activity) *J.Antibiot.* 34 , 1119 (1981) .
- 9- Connors T.A., Know R.J. (Prodrugs in cancer chemotherapy) *Stem Cells* , 13 , 501 and references cited therein(1995) .
- 10-Abdulla I.K. Ph.D.Thesis " Synthesis of new cephalosporin derivatives college of Science , Al- Mustansiriyah University P 33 (2002).
- 11-Gupte S. " The short book of medical microbiology " 3rd ed . Joypee brother medical publishers New Delhi, India , 177-183 , 1-88-192,251 ,254(1989) .

A Quantitative Study Regarding Immunoglobulin and Complement Components Against *Helicobacter Pylori* Among Iraqi Dyspeptic Patients

Rajwa H. Essa¹, Bydaa H. Alwan², Nada S. Hussain³ and Jasim T. Al-khafaji⁴

¹Department of biology, College of Science, University of Al-Mustansyria

²Medical City/ Baghdad, Teaching Laboratories Committee

^{3,4}University of Baghdad, College of Dentists

Received 24/6/2008 –Accepted 31/12/2009

ABSTRACT

One hundred nineteen dyspeptic Iraqi patients whom subjected to endoscopy were included in the current work. Another twenty healthy volunteers also included as a control group. Randomly fifty patients are chosen from the total 119 to be assayed immunologically, were the results revealed that serum IgG, IgA, and C3 are elevated in their titer, while IgM, and C4 are still within normal level in both patients and control group.

الخلاصة

مائة وتسعة عشر مريضاً عراقياً مصابين بعسر الهضم والمفحوصين بالناظور المعدي كانوا مشمولين بالدراسة الحالية ، عشرون متطوعاً صحيحي البدن ايضاً كانوا ضمن دراستنا . كمجموعة مقارنة عشوائياً اختير خمسين مريضاً من اصل مائة وتسعة عشر لغرض تقييم ردهم المناعي من خلال ارتفاع معدلات الغلوبولين المناعي (غ) و(أ) والعنصر المتمم الثالث ، بينما معدلات الغلوبولين المناعي (م) والعنصر المتمم الرابع كانوا طبيعيين في كل من مجموعة المرضى والمقارنة.

INTRODUCTION

Helicobacter pylori has been detected in much population and associated with inflammation of the gastro duodenal mucosa (1).

Colonization of the stomach by *H. pylori* occurs in more than half of the human population world. It is the principle cause of chronic active gastritis and peptic ulcer disease and is a risk factor for gastric cancer (2). Chronic gastritis is characterized by an increase in mucosal plasma cell density and increased epithelial expression of secretory component (3).

Early studies, following the identification of *H. pylori* as the etiological agent of chronic gastritis, demonstrated that infection was associated with a specific gastric Immunoglobulin G (IgG) and Immunoglobulin A (IgA) response to the bacterium (4).

A specific IgA and IgG response to *H. pylori* also occurs in the duodenal bulb mucosa of patients with duodenitis. The local duodenal antibody response is evident only in the first part of the duodenum, the site of *H. pylori* colonization of gastric metaplasia (5).

As nonspecific *H. pylori* IgA antibodies are secreted from the second part of the duodenum, and there is great evidence that they subject with duodenitis, and there is little evidence of a specific mucosal

immunoglobulin M (IgM) response to the bacterium (6).

IgA response at mucosal site is thought to be functional in decreasing bacterial motility, inhibiting adherence, neutralizing biologically active bacterial products and preventing antigen uptake. Additionally, IgA antibodies may also block IgG –mediated response, complement activation and association tissue damage (7). Despite the strong local antibody response to *H.pylori*, infection is generally chronic; Circulating IgG1 and IgG4 and frequently IgG2 antibodies are observed (8).

In a well documented volunteer study, IgG seroconversion occurred between 22 and 33 days after infection, subsequent studies showed an initial IGM response, followed much later by an IgA seroconversion. The specificity of circulating host antibody response to *H.pylori* is complex and extremely variable, which seem to be a reflection of differences in the immune responses rather than the antigenic diversity of the bacterium (9).

PATIENTS AND METHODS

The study was carried out from September 2000 through June 2001, it included 119 Iraqi patients complaining dyspepsia (67 males plus 52 females) with an age mean 39.2 years old & an age ranged between 15 – 83 years old.

In addition to a control group consist of 20 healthy volunteers (15 females plus 5 male) with an age mean 30.5 years old & an age ranged between 10 – 58 years old.

The patients classified as a dyspeptic if got epigastric pain, burning, regurgitation, nausea, vomiting for more than 2 weeks duration with taking in consideration all predisposing factors which lead to associated dyspepsia like rheumatoid complaints medications or various antimicrobial agents. An endoscopic examination was carried out by a consultant or a surgeon to the work patients group to confirm the dyspeptic status.

The presence of *H.pylori* was determined by gastric biopsy urease test, biopsy culture onto chocolate agar plate, histopathological Giemsa stain, and patient considered culture positive if two of the past three examinations were positive.

Regarding the immunological assays, a venous blood sample were taken randomly from 50 patients from the total 119 patients group, and from all the 20 control group, Five milliliters was centrifuged & store the sera at –20 °C until to be used.

The immunoglobulin and complement components were determined by endoplate single radial immunodiffusion test as fallows:

Leave the endoplate plus reference sera at room temperature, then mix 5 micro litters from reference sera and patient's sera, then dispense into

appropriate plates well & incubate it at room temperature for 48 – 72 hours then read our result by measuring the rings diameter by the graduated magnifying lens.

For each immunoglobulin or a complement component a standard curve was prepared by blotting the results of a reference sera into a high , medium , and low concentrations according to the standard curve in mg/dl regarding IgG , IgM , IgA , C3 , C4 .

RESULTS AND DISCUSSIONS

Table-1: The numbered clinical entities diagnosed via endoscopy in the patients group whom *H.pylori* culture positive.

Clinical entity	Patients number from the total group (119)	Percentage from the total patients group (119)
Gastritis	49	41.2 %
Duodenal ulcer	32	26.9 %
Gastric ulcer	4	3.4 %
Gastritis and duodenitis	13	10.9 %
Duodenitis	7	5.9 %
Non-ulcer associated dyspepsia	4	3.4 %
Gastric carcinoma	2	1.7 %
Miscellaneous gastro enteric entities	8	6.7 %
Total	119	100 %

The results indicated that gastritis was predominant clinical entity in the current work patients group (41.2 %), next to it was the duodenal ulcer (26.9 %), while the combined gastritis and duodenitis occupied (10.9 %) of the total number. Duodenitis inflammation occurrence in 5.9 %, on the other hand gastric ulceration cases plus non-ulcer associated dyspeptic cases occurrence were nearly equal 3.4 %, gastric carcinoma was reported in 1.7 % of the work patients group, and finally 6.7 % was identified as a miscellaneous group complaining from reflux esophagitis, prepyloric hyperemia, gastric tiny bleeding spots, and celiac disease (Table-1).

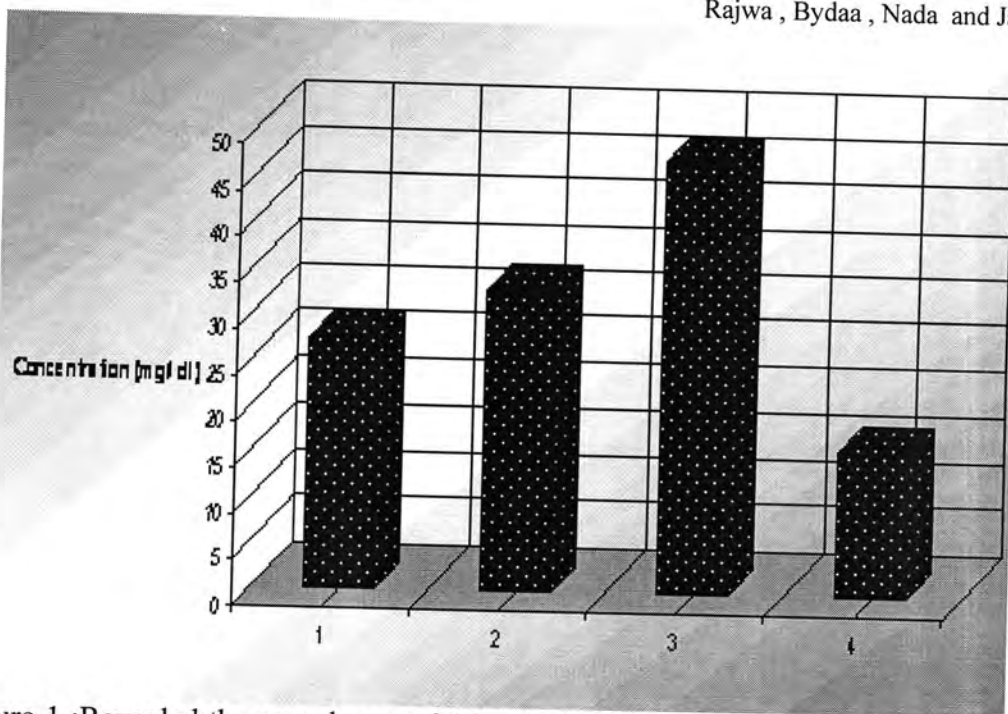


Figure-1 :Revealed the complement C4 levels; bar(1)represent control group ,bar(2) represent patients group ,bar(3,4) represent the normal range.

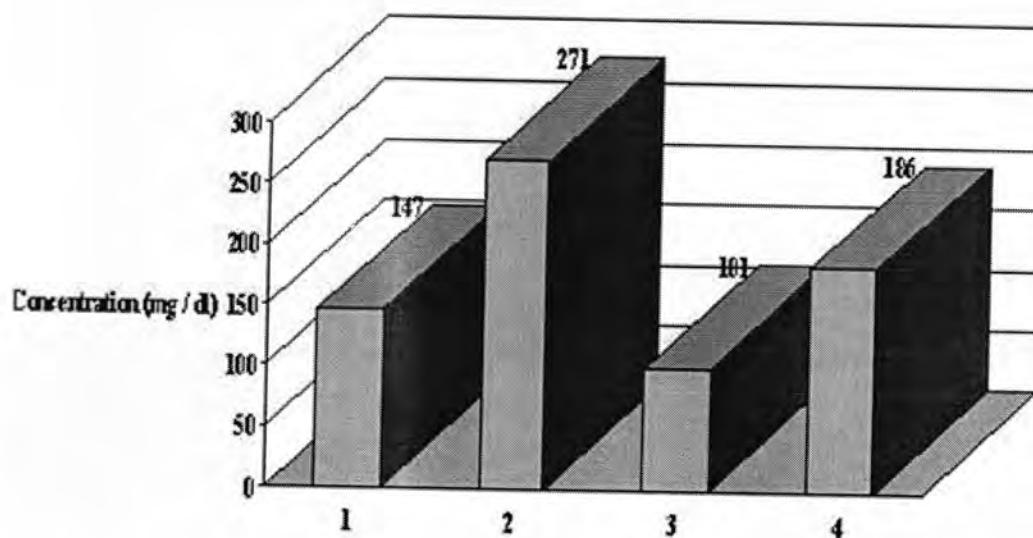


Figure-2 :Revealed the complement compound C3 levels; (1)represent control group (2) represent patients group ,bar(3,4) represent the normal range.

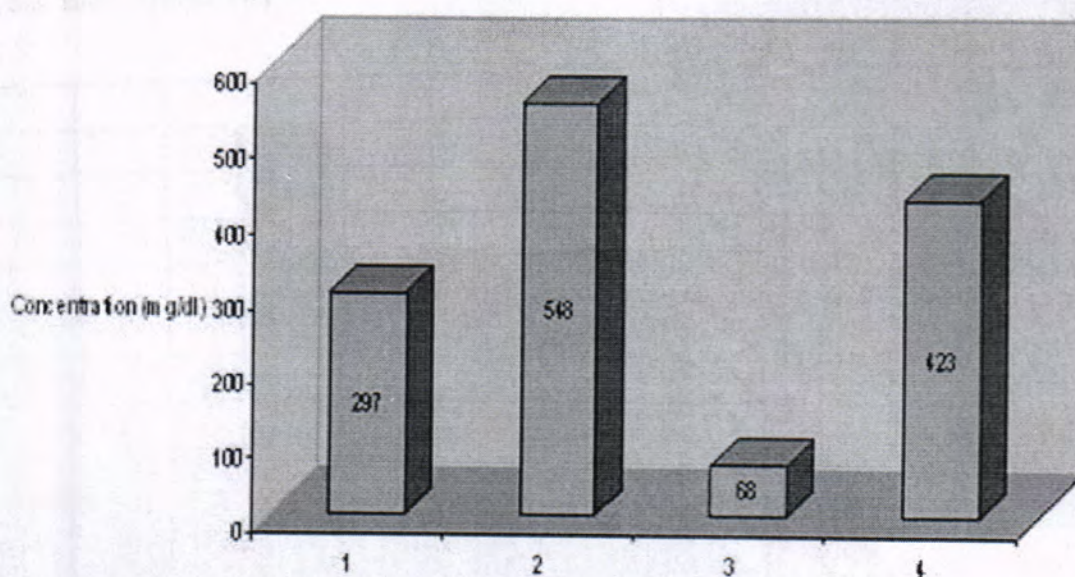


Figure-3 :Revealed Immunoglobulin IgA levels (1)represent control group (2) represent patients group ,bar(3,4) represent the normal range.

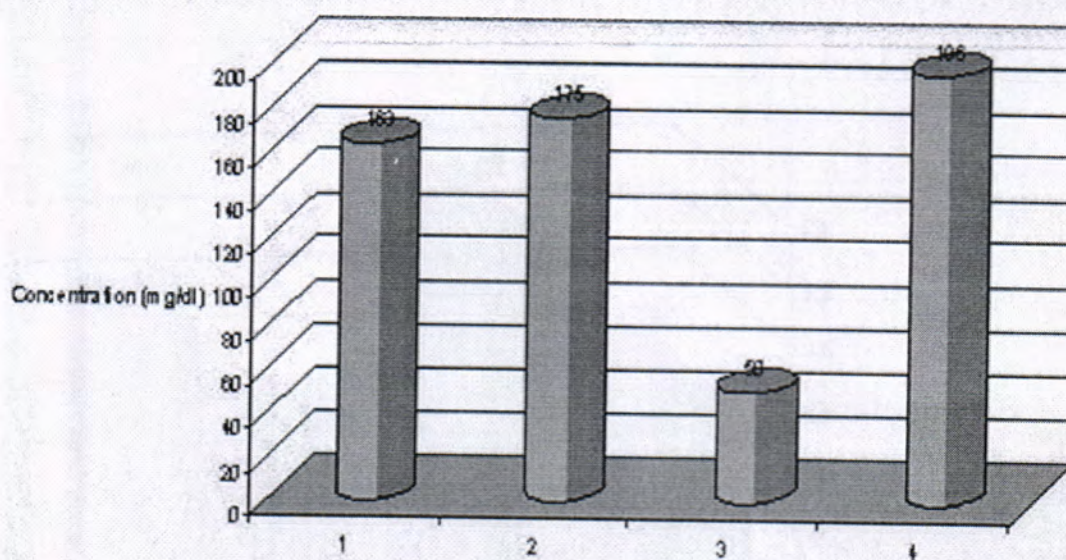


Figure-4 :Revealed the IgM level (1)represent control group (2) represent patients group ,bar(3,4) represent the normal range.

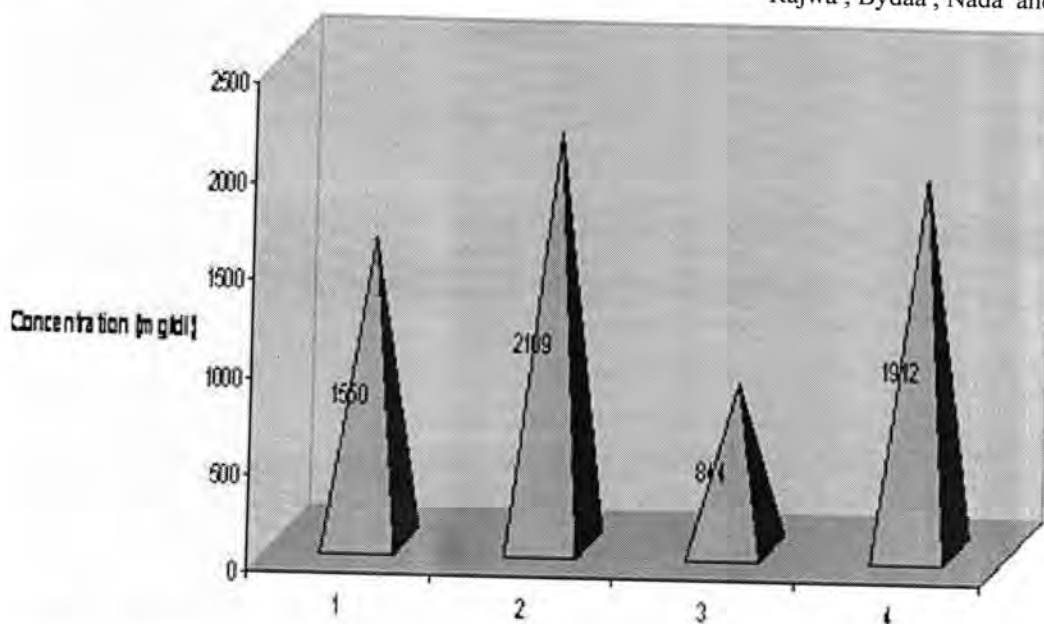


Figure-5 :Revealed the IgG level (1)represent control group (2) represent patients group ,bar(3,4) represent the normal range.

It is clarified from above figures regarding the immunoglobulin level measurements that IgG titer was elevated in a chronic cases of dyspepsia beside an elevation in the IgA level , while IgM level remain within the normal values . In addition the C3 values also is in creased in parallel with the IgG , & IgA level , on the other aspect C4 remains within the normal value resembling the IgM level .

Table-2: Mean value and standard deviation of immunoglobulin and complement components in patients and control groups.

Immunoglobulin / complement	Control group	Patients group (+ve) for <i>H.pylori</i>	Normal value (mg / dl)
IgG mean \pm S.D	1550.3 \pm 323.02	*2109.61 \pm 100.41	844-1912
IgM mean \pm S.D	163.1 \pm 11.5	175 \pm 40.36	50-196
IgA mean \pm S.D	297.85 \pm 95.22	*548.71 \pm 91.42	68-423
C3 mean \pm S.D	147 \pm 20.28	*271.38 \pm 62.8	101-186
C4 mean \pm S.D	27.1 \pm 7.90	32.5 \pm 10.32	16-47

* The mean difference is significant at $P \leq 0.05$

It is clear from Table (2) that the IgG level is high during the occurrence of *H.pylori* infections among the patients group than in the control group.

In addition the level of IgA also is high during the occurrence of

H. pylori infections within the patients group , while IgM level remain within the normal range regarding both the complement components were measured as C3 is elevated among the patients group while its level remain below the normal value in the control group . On the other hand C4 level is still within the normal range value regarding the patients.

The gastric mucosa separates the underlying tissue from the vast array of antigens that traffic through the stomach lumen. While the extreme pH of this environment is essential in aiding the activation of enzymes and food digestion, it also renders the gastric epithelium free from bacterial colonization, with the exception of one important human pathogen, *H. pylori*.(10)

H. pylori infect about half of the world's population. *H. pylori* elicit marked immune responses, but the infection is commonly life-long. Some infected individuals remain asymptomatic, while others develop significant gastro duodenal disease. (11)

H. pylori bacterium has developed mechanisms to survive the harsh environment of the stomach, actively move through the mucosal layer, attach to the epithelium, evade immune responses, and achieve persistent colonization. (12)

Two main types of gastritis are recognized, type A which is immunologically mediated (autoimmune) and type B which is not an autoimmune but mediated by *H.pylori*.(13)

Interestingly, stomach cancer does not shown great increase in immunosuppressed individuals; unlike oncogenic viruses *H.pylori* is not an intracellular organism an cannot directly transform cells into malignant cells, so the genetic , host factors and dietary factors contribute to the malignancy transformations. (14, 15)

The host immune response is unable to clear the infection and may actually contribute to the associated pathogenesis. (15)

It was reported in a previous study that a considerable raise in IgG and IgA in serum of patients whom *H.pylori* was cultured, but IgM titers were similar in positive or negative groups of bacteria culture. (16) Also it was pointed in the year 2000 that patients who had *H.pylori* associated gastritis had significant elevation of *H.pylori* specific IgG and IgA. (17)

H.pylori infected patients showed significant increases in serum immunoglobulin G and M 8 weeks after the start of lansoprazole treatment ($P<0.001$ for IgG and $P<0.01$ for IgM), but uninfected patients did not; this is partially is agreed with the current study as IgG level is elevated while the IgM is remains within the normal or the less values; although this correlation is not explained in detail in the current study, so we motivated to deal with it in the near future. (18)

In another study; all patients enrolled in it were seropositive. Patients with gastritis had statistically significant higher level of IgG than patients with gastric cancer ($p=0.0001$), and gastric lymphoma ($p=0.006$). Patients with duodenal ulcer had statistically significant higher level of IgG than patients with gastric cancer ($p=0.02$), and gastric lymphoma ($p=0.046$). (19)

IgA level was significantly higher in patients with gastritis than in patients with gastric cancer ($p=0.03$). IgA>IgG ratio was significantly more frequent in patients with gastric cancer and gastric lymphoma than in patients with gastritis and duodenal ulcer ($p=0.0002$). so this result of the study suggested that *H. pylori* elicits different systemic humoral immune response in patients with gastritis and duodenal ulcer than in patients with gastric cancer and gastric lymphoma at least in intensity of stimulation of different immunoglobulin classes, and this is agrees with the current study results except that we did not differentiate between the gastric cancer groups (as a cancer or a lymphoma from histopathological point of view). (19)

Its interaction with complement may be involved in the pathogenesis of chronic gastritis, Bacteria or purified *H. pylori* lipopolysaccharides (LPSs) were incubated with nonimmune serum at 37°C; the activation products C3b/iC3b/C3c (C3bc) and terminal complement complex (TCC) were then quantified by immunoassays. *H. pylori* are complement sensitive and activates the classic pathway even in the absence of specific antibodies. Released cell wall constituents such as LPSs can activate complement and may explain why this bacterium induces gastric pathology without invading the mucosa, this is agrees with the present study as also got an elevated C3 values; while C4 is remains within the normal values. (20)

It has been approved by a previous research that *H. pylori* antibodies disappear spontaneously within 10 years in almost one fourth of patients with advanced atrophic corpus gastritis. The disappearance of *H. pylori* antibodies is accompanied by no or more than a mild improvement of the gastric mucosa; so the median *H. pylori* antibody titer declined in the study population and other group is converted to seronegative. There was a small but significant declining trend in mean atrophy score of the corpus during follow-up and this is another goal is needed to be follow up him in the future studies which carried out by our country researchers. (21)

REFERENCES

1. Guerrant RL, Walker DM, Weller PF. Tropical infectious diseases principles: pathogens and practice (1999).
2. Mysore JV, Wigginton T, Simon PM, *et al.* Treatment of *Helicobacter pylori* infection in rhesus monkeys using a novel antiadhesion compound. Gastroenterology; 117: 1316-1325(1999).
3. Barthel JS, Everett ED. Diagnosis of *Campylobacter pylori* infections: The gold standard and the alternatives. Rev INF Dis; 12: 107-114. (1990).
4. Jicong W, Guolong L, Zhenhua Z, *et al.* NH₄ excretion test : anew method for detection of *Helicobacter pylori* infection. J Clin Microbiol; 30:181-184(1992)
5. Northfield TC, Mendall M, Goggin PM. *Helicobacter pylori* infection. (First Edition) Kluwer Academic Publishers, United Kingdom (1993)
6. Sobala GM, Grabtree JE, Dixon. Acute *Helicobacter pylori* infection: Clinical features, Local and systemic immune response and gastric juice ascorbic acid concentrations. Gut; 32: 1415-1418 (1991)
7. Grabtree JE, Wyatt JJ, Sobala GM. Systemic and mucosal humoral responses to *Helicobacter pylori* peptic ulceration. Lancet; 34:900-904(1993)
8. Peterson WL. *Helicobacter pylori* and peptic ulcer disease. N Engl J Med; 324: 1043-1048(1991)
9. Delves PJ, Roitt IM. Encyclopedia of immunology Volume II (Second Edition) Academic Press Harcourt Brace and Company Publishers : 1056-1058(1998)
10. Suarez G, Reyers VE, Beswick EJ. Immune response to *H.pylori*. World J Gastroenterology; 12 (35):5593-5598, Sep 21(2006)
11. Alexander I, Jacques P. The immune response against *H.pylori*- a direct linkage to the development of gastro duodenal disease. Microbes and Infection Volume 2; 9: 1073-1077 (2000)
12. Sim JG, Kim EC, Seo JK. The role of serology in the diagnosis of *Helicobacter pylori* in children. Clinical Pediatrics; 34: 458-603(1995)
13. Okuda M, Sugiyama T, Fukunaga K, *et al.* A strain specific antigen in Japanese *H.pylori* recognized in sera of Japanese children. CVI12:1280-1284(2005)
14. M. Kaparakis, A.K. Walduck, J.D. Price, *et al.* Macrophages are mediators of gastritis in acute *Helicobacter pylori* infection in C57BL/6 mice. Infection and Immunity 76; 5: 2235-2239(2008)

15. Clyne M, Thomas J, Weaver L, *et al.* In vitro evaluation of the role of antibodies against *Helicobacter pylori* in inhibiting adherence of the organism to gastric cells. *Gut*; 40: 731-738(1997)
16. Monteiro L, de Mascarel A, Sarrasqueta AM, *et al.* Diagnosis of *Helicobacter pylori* infection: noninvasive methods compared to invasive methods and evaluation of two new tests. *Am J Gastroentrol*; 96:353-358(2000)
17. Malito PL, Munro C, Chipman PR, *et al.* *Helicobacter winghamensis* sp. a novel *Helicobacter* species isolated from gastroenteritis patients. *J Clin Microbiol*; 39:2412-2417(2000)
18. Matsukawa Y, Kurosaka H, Kato K, *et al.* Lansoprazole increases serum IgG and IgM in *H. pylori*-infected patients. *Int J Immunopathol Pharmacol.*;20(1):173-9(2007)

Nutritional Value of Germinated Wheat

Thuraeya A. A. Abbas

Dept. of Biology, College of Science, Al-Mustansiriya University

Received 8/6/2008 – Accepted 11/2/2009

الخلاصة

انبتت بذور صنفين من اصناف الحنطة وهي عجبية ومكسيبيك بوجود الضوء ولفترة (6) ايام. أخذت العينات لتحليل بصورة دورية كل (24) ساعة. نتائج تحليل الحنطة المنبتة بينت زيادة في كل من البروتين، الرماد، الدهن والألياف بينما لوحظ انخفاض المادة الجافة والكربوهيدرات. قدر محتوى الاحماض الامينية في البذور غير المنبتة والبذور المنبتة ولوحظ زيادة اللايسين في بذور المنبتة وانخفاض كل من البرولين وحامض الكلوتامك بينما لوحظ بان الاحماض الامينية الأخرى مثل حامض الاسبارتك والثريونين والهستيدين والارجنين قد تأثرت بالإنبات.

ABSTRACT

Two wheat cultivars (Ajeeba and Maxipak) were germinated for 6 days in the presence of light. Samples were taken at 24 hr intervals. Analyses of the meals showed an increase in protein, fat, ash, crude fiber and decrease in dry matter and carbohydrate content. Amino acids content of ungerminated and germinated samples were determined. Lysine content increased during germination, whilst glutamic acid and proline decreased. Other amino acids, such as aspartic acid, threonine, histidine and arginine were affected by sprouting.

INTRODUCTION

With the continued increase in the world population and pressure on land use, man has been greatly concerned with quantity as well as the quality of food. If people are to be fed, it will be from improved plant and animal resources.(1,2,3,4).

Accordingly, new food processing technologies can provide alternative for improving the nutritional quality of food of plant sources.(6). Germination generally increases the nutritive value of seeds (7,8,9). Germination is an economical and promising way of improving nutritional characteristics of cereal. This process does not need expensive equipment or particular expertise, and can provide results in a short period of time(11).

Sprouted wheat, for example, is being promoted not only for traditional use as a fresh vegetable but also as a flour. Although in a natural foods book, signify that the sprouting of wheat has been found to improve protein quality (12).

Amino acid composition of various cereal grains as affected by germination has been the subject of several investigations(14,15,16,17,18). With the emphasis on the changes in essential amino acids, especially lysine. The change in the amino acid, pattern in germinated barley seeds was investigated by (19, 20). They found that glutamic acid and proline

content were decreased whereas alanine, glycine, lysine and arginine were increased.

The objectives of this work were (1) To examine the potential for improving nutritional quality of wheat by sprouting and (2) To detect for differences between Ajeeba (Iraqi local cultivar) and Maxipak during germination.

MATERIALS AND METHODS

Seeds of two wheat cultivars Ajeeba (Iraqi local cultivar) and Maxipak were cleaned and soaked in distilled water for 6h. After soaking, the seeds were placed in growth chamber at 30 °C for 6 days. Samples were taken at 24 hours intervals for 6 days and dried at 60°C for 48 hrs, for constant weight and fine grinding before subjecting to chemical analysis. Dry matter, lipid, ash, and crude fiber content were determined on wheat seeds and sprouts according to standard AOAC methods(26) crude protein was determined by multiplying microkjeldahl nitrogen by 5.7.

Amino acid analysis were performed on a LKB 4151 automatic amino acid analyzer. An electronic integrator was used to process the data.

The effect of germination on the composition was determined by split - plot design. All analyses were performed in 4 replication, with the exception of amino acid analysis, which was done in duplication.(21)

RESULTS AND DISCUSSION

Data presented in table (1) shows that there was a significant reduction in dry matter content, reaching its minimum 6 days after germination. This could be attributed to high water absorption which has led to an increase in the fresh weight of seeds and sprouts.

Protein, lipid, ash, crude fiber and carbohydrate at different stages of germination are also shown in Table (1).

The increases in protein, lipid, ash and crude fiber contents of sprouted wheats can be accounted for mostly by the loss in dry matter during germination. Protein content was increased by 39% and 30% for Ajeeba and maxipak, respectively. These results agree with those of (15,22,23) Crude fiber content of wheat seeds showed a high significant ascending relationship with germination period. The content of crude fiber in var. Ajeeba was increased from 2.76% to 15.40% in germinated seeds after 6 days, while that in var. Maxipak increased from 2.89% to 17.03% after 6 days of germination.

Data presented in table 1 shows that there was a significant increase in lipid content reaching its maximum after 6 days of germination.

Ash content in both varieties (Ajeeba and Maxipak) was also found to be increased during germination.

On the other hand, the percentage of carbohydrates showed gradual. and significant decrease during germination period, reaching its minimal value after 6 days. This could be attributed to the degradation of polysaccharides under the effect amylase and phosphorylase enzymes as part of the respiratory metabolism.(20)

The nutritive value of a. dietary protein is dependent on its essential amino acid composition(17). Data on amino acids of germinated and ingeminated wheat seeds are shown in Table(2). The same amino acids were present in both ingeminated and germinated seeds. Greater changes were found in var. Maxipak. The amino acid lysine showed the highest increase which amounted to 48% in var. Maxipak and 17% in var. Ajeeba after a germination time of 6 days. In the germinated material of both varieties the content of glutamic acid, proline in the hydrolyzed protein were markedly reduced. Aspartic acid showed greater increase, amounting to 127% and 141% of the original content. Other amino acids which increased during sprouting were histidine and argentine.

Germination should improve the nutritional value of the meal by increasing lysine, the main limiting amino acid of wheat seeds. The changes in lysine content of wheat seeds during germination are in agreement with those previously reported by (17,18,24,25).

The nutritional benefits to be accrued from baking with sprouted flour will be lessened by the necessity to blend sprouted flour with unsprouted flour in order to obtain a good quality bread. The use of 100% sprouted wheat flour yielded low loaf. Volume

Table-1: Chemical Constituents of two wheat cultivar during germination (% on dry matter basis)

Germination (days)	Dry matter		Crude protein		Crude fiber		Ash		Lipids		carbohydrates	
	A	M	A	M	A	M	A	M	A	M	A	M
0	92.92	92.76	14.8	13.76	2.76	2.89	1.62	1.71	1.66	1.69	81.92	82.84
1	51.90	52.43	15.33	13.79	4.04	4.04	1.62	1.71	1.71	1.69	81.34	82.80
2	34.21	32.41	15.69	14.6	4.93	4.19	1.72	1.73	1.86	2.00	80.71	81.66
3	19.48	17.21	16.91	15.42	7.61	6.86	2.01	2.29	2.36	2.16	78.71	80.29
4	17.10	14.51	17.65	15.85	9.16	9.65	2.31	2.61	2.36	2.29	77.73	79.24
5	10.93	12.26	17.97	16.75	12.58	13.95	2.74	2.68	3.30	2.71	75.98	77.85
6	9.52	11.57	20.53	17.87	15.40	17.03	3.05	2.89	3.80	3.38	72.60	75.85
Variety	0.272		0.065		0.268		0.136		0.046		0.09	
L.S.D. Germination at 5%	0.142		0.142		0.42		0.078		0.10		0.36	
var. x ger.	1.746		0.020		0.598		0.078		0.45		0.509	
L.S.D. Variety	0.50		0.116		0.490		0.251		0.084		0.176	
at 1% Germination	0.19		0.19		0.56		0.105		0.13		0.48	
var. x ger.	2.33		0.027		0.802		0.104		0.606		0.68	

A: Ajeeba, M: Mexipak

Table- 2: Amino acid composition of wheat seeds (g/100gm protein)

Amino acid	Ajeeba				Maxipak			
	Days of germination							
	0	2	4	6	0	2	4	6
Lysine	2.70	2.99	2.83	3.16	2.63	3.15	3.34	3.97
Threonine	2.77	2.74	2.94	2.92	2.61	2.67	3.02	3.07
Serine	4.59	3.95	3.56	3.21	3.99	3.90	3.65	3.30
Glutamic acid	29.39	23.26	15.01	8.52	25.65	22.8	15.39	9.84
Proline	10.94	8.92	5.04	4.04	10.39	9.04	6.6 8	4.70
Glycine	4.12	3.69	3.79	3.65	3.92	3.97	4.03	3.86
Alanine	3.51.	3.82	4.4I	4.38	3.34	3.90	4.41	4.47
Cystine Valine	8.78	6.24	6.5I	6.I3	8.35	7.32	6.94	6.09
Methionine	0.60	0.25	0.33	0.38	0.50	0.47	0.44	0.50
Isoleucine	3.85	3.31	3.34	3.16	3.56	3.42	3.53	3.3
Leucine	7.22	6.50	6I1I	5.45	6.61	6.50	6.49	6.04
Tyrosine	1.89	1.65	1.8I	1.4	1.52	1.71	1.76	1.67
Phenyl alanine	4.86	4.27	3.85	3.31	4.28	4.10	4.03	3.52
Histidine	2.29	2.16	1.92	1.80	0.65	2.05	2.08	3.97
Aspartic acid	5.20	5.60	11.5	12.56	4.72	5.61	9.4	10.74
Arginine	4.79	4.0I	3.79	4.87	4.50	4.45	4.60	5.59

In baking tests conducted by the Western Wheat Quality Laboratory (1974). However, home baking tests indicate that good loaf volume and churn in texture are obtained by blending sprouted wheat with unsprouted whole wheat flour in the ratio 1:4 volume. The sprouted wheat can be used as vegetable or salad or can be dried and ground to flour in more traditional food uses.

REFERENCES

1. Alwan, A. K.; M. J. Hindi and M. T. Al-Xaisy, Efficiency of Germination in Reading Certain Anti-Nutritional Factors of Soybean Seeds (*Glycin max* L. Var. Lee and Ibaa), Iraqi J., Agric (Special Issue), Vol. 12, No. 2: 158-163, October, (2007).
2. King, R. D. and P. Puwastin, Effect of germination on the proximate composition and nutritional quality of Wingedbean (*Psophocrapus tetragonolopus*) Seeds, J. Food Sci., 52 (1): 106 – 108, (1987).
3. Kylin, A. M. and R. M. McGready Nutreints in Seeds and Supports of alfalfa, lentils, mungbean and Soy bean, J. Food Sci., 10: 1008–1009,(1975).
4. Nnanna, L. A. and R. Dixon – Phillips, Protein and Stareh digestibility and Flatulene Potential of Germinated Cowpeas *Vigna Unguiculata*, J. Food Sci., 55: 151 – 153, (1990).
5. Wittwer,N.S. Alternatives avaiable for improving plant and animal resources,"Proceedings, the world food conference of 19764 Ist ed. Iowa state univesity press, Ames,IA, (1976).
6. Ahmed N.H. and Fields N.L. Evaluation of the protein quality and available lysine of germinated and fermented cereals. J. of food science 44(2).(1978).
7. Everson, G.J., Steenbock, f., Cederquist, D. C. and Parson ,H.T. The effect of germination, the stage of maturity,and variety upon the nutritive value of soybean proteins. J. Nutrition 27:225, (1944).
8. Mattingly, J.P. and Bird, M. R. Effect of heating under various conditions and of sprouting on the nutritive value of soybean oil meals and soybean. Poultry sci. 24:544J, (1945).
9. Desikachar, M.S.R. and Dc. S. S., The tryptic inhibitor and the availability of Cystine and methionine in raw germinated Soybeans. Biochim. Biophys Acta 5:289, (1950).
10. Chen, P.S. "Soybeans for health, longevity and Economy" 3rd ed, Provoker Press, st. Catherine, ont., Canada.(1970).
11. Marco, C., Andriano, B. and Daniele , Improved germinated sunflower meal by fermentation Lebensm Wiss U. Techno. 17:314 – 318, (1984) .
12. Linda, E.L. and Barry, G.S.' Nutritive value of sprouted wheat flour J of food science.41:719, (1970).
- 13.Elwood, E. 1964."Feel like ammino" Pocket Books, Newyork, (1964).
14. Bau, H.M.; C. villam; J. Nicolas and mejean. Effect of germination on chemical composition, Biochemical constituents and anti nutritional factors of soybean (*Glycine max*) seeds. J. Sci. food Agric., 73:1-9(1997).
15. Dalby, A. and Tsai, y. Lysine and tryptophan increases during

- germination of normal and high-lysine sorghums. J. Agric. food Chem 28:455-458, (1980).
16. Wu, Y.V. and Wall, J.S.' Lysine content of protein increased by germination of normal and high-lysine sorghums. J. Agric. food chem. 28: 455-458, (1980).
 17. Wu, Y.V. Lysine content of tritcale protein increased by germination. J. Agric. Food Chem. 50:820, (1982).
 18. Wu, Y.V. Effect of germination on Oats and Oat proteins Cereal Chem. 60 (6) 418 – 420, (1983).
 19. Chandrasiri, V., H.M. Bau; c. villuams; F Giannageli and L: Mejean. Effect of germinated and heated soybean meals on plasma cholesterol and triglycerides in rats. Report. Nutr. Dep., 30:611-618, (1990).
 20. Folks, B. F. and Yemm, S.J. The respiration of barley plants. Respiration and the metabolism of amino acids and protein in germinating grain. New phytologists 57:106, (1958).
 21. الراوي خاشع محمود وخلف الله عبد العزيز، تصميم وتحليل التجارب الزراعية، وزارة التعليم العالي والبحث العلمي، جامعة الموصل، 488، (2000).
 22. Lemar, L.E. and Swanson, B. G. Nutritive value of sprouted wheat flour. J. Food Sci. 41:719, (1975).
 23. R. anhotra, G.S., Loewa, R. J. and Lehmann, T.A. Bread making quality and nutritive value of sprouted wheat J. food Sci. 42:1373.1, (1977).
 24. Alexander, J.C., Gabriel, M.G. and Reicherts J.L. Nutritional value of germinated barley. Can. Inst. Food sci. technol. J. vol. 17 No, 4, pp244-228, (1994).
 25. Singh, T. and Frank, W.S. Amino acid composition of malts: effect of germination and gibberellic acid on hulled and hullless barley and utility wheat. J. Agric. Food chem.. 34, 1012-1016, (1986).
 26. A.O.A.C., Association of official Analytical Chemists, "Official Methods of Analysis, 13th ed. Washington, D.C. USA (1975).

Synthesis of Some Pyrimidine Derivatives

Redha I. Al-Bayati , Suad J. Lafta and Sahar A. Al-Rakabi

Department of Chemistry, College of Science, AL-Mustansiriya University

Received 13/1/2008 – Accepted 11/2/2009

الخلاصة

يتضمن هذا البحث تحضير اثيل-4-(كلوروفنيل)-6-مثيل-2-او-كسو-4,3,2,1-تتراهيدروبريميدين-5-كاربوكسيلات (1) من تكاثف 4-كلورو بنزالديهيد مع يوريا وثيل اسيتو اسيتيت بوجود $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ثم حولت الى مشتقات كاربو هايدرازيد (2). حضرت قواعد شيف (3-11) من الالديهيدات او الكيتونات الاروماتية المقابلة و كاربوهيدرازيد (2). تعطي تفاعلات بعض قواعد شيف الجديدة مع حامض الخليك الثلجي و حامض مركبتو الخليك مركبات 5-(4-استيل-5-اريل-4,5-ثنائي هيدرو-4,3,1-او-كساديازول-2-يل) 4-(4-كلورو فنيل)-6-مثيل-3,4-ثنائي هيدروبريميدين-2 [H1]-اون (12-15) و مركبات 4-(4-كلورو فنيل)-6-مثيل-2-او-كسو-N-(4-او-2-اريل-1,3-ثيازوليدين-3-يل)-1,2,3,4-تتراهيدروبريميدين-5-كاربوكساميد (16-18) على التوالي. شخصت المركبات المحضرة باستخدام بعض اطياف (UV, IR).

ABSTRACT

In this work, ethyl 4-(4-chloro phenyl)-6-methyl-2-oxo-1,2,3,4-tetrahydro pyrimidine-5-carboxylate (1) was prepared from condensation of 4-chloro benzaldehyde, urea with ethyl acetoacetate in the presence of $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ and then converted into the carbohydrazide (2). The azomethines (3-11) were prepared from the corresponding aryl aldehydes or ketones with the carbohydrazide derivative (2). The reactions of some new Schiff bases (3-11) with anhydrous acetic acid and mercapto acetic acid afforded 5-(4-acetyl-5-aryl-4,5-dihydro-1,3,4-oxadiazol-2-yl)-4-(4-chloro phenyl)-6-methyl-3,4-dihydro pyrimidine-[IH]-2-ones (12-15) and 4-(4-chloro phenyl)-6-methyl-2-oxo-N-(4-oxo-2-aryl-1,3-thiazolidin-3-yl)-1,2,3,4-tetrahydro pyrimidine-5-carboxamide (16-18) respectively. The synthesized compounds were confirmed by IR and UV spectral data.

INTRODUCTION

Derivatives of 3,4-dihydropyrimidinones have been found to possess a wide spectrum of pharmacological, medical and biological activities (1-4). Schiff bases have been also reported to exhibit many biological processes such as antifungal, herbicidal and plant growth regulators (5,6). Moreover, derivatives of oxadiazole and thiazolidine are also of interest as biological active compounds, with example of existing applications including their use as fungicides, antibacterial, anticancer and antiulcer drugs (7-9).

MATERIALS AND METHODS

Melting points determined in open capillaries on a Gallen Kamp MFB-600 melting point apparatus and are uncorrected. The IR spectra were recorded by KBr discs or films with a Pye-Unicam SP3-100 spectrophotometer. UV spectra were recorded with a Hitachi-2000 spectrophotometer.

Preparation of ethyl-4-(4-chlorophenyl)-6-methyl-2-oxo-1,2,3,4-tetrahydro pyrimidine -5-carboxylate (1):

4-Chloro benzaldehyde (1.14 gm, 0.01 mole), urea (1.8 gm, 0.03 mole) and ethanol (15 ml) were added to a stirred ethyl acetoacetate (1.3 gm, 0.01 mole) and then catalytic amount (0.9 gm) of $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ was added. The mixture was refluxed for 7 hours. After cooling, the mixture poured onto ice water (30 gm) and the precipitate was filtered. The solid (1) was recrystallized from ethanol-water to give compound (1) (Table1).

Preparation of 4-(4-chlorophenyl)-6-methyl-2-oxo-1,2,3,4-tetrahydro pyrimidine-5-carbohydrazide (2):

To a solution of compound (1) (0.9 gm, 0.003 mole) in absolute ethanol (20 ml), hydrazine hydrate 99% (2.7 gm, 0.08 mole) was added dropwise with stirring. The mixture was refluxed for 12 hours. The solvent was removed in vacuo and the solid product was collected and recrystallized from ethanol to give compound (2) (Table 1).

Preparation of Schiff bases (3-11):

General method:

The corresponding aryl aldehyde or ketone (0.003 mole) was added to a stirred solution of carbohydrazide (2) (0.003 mole) in absolute ethanol (15 ml) and the mixture was refluxed for 3 hrs. After cooling, the solvent was filtered off, evaporated under vacuum and the formed precipitate was filtered and recrystallized from ethanol (Table 2).

Preparation of 5-(4-acetyl-5-aryl-4,5-dihydro-1,3,4-oxadiazol-2-yl)-4-(4-chloro phenyl)-3,4-dihydro pyrimidine-2(IH)-ones (12-15):

General method:

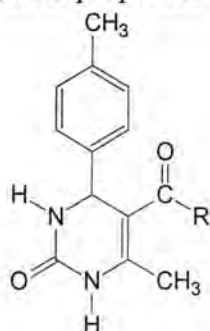
Anhydrous acetic acid (10 ml) was added to appropriate Schiff s bases (4, 6, 10, 11) (0.0025 mole). The mixture was refluxed for 2 hrs, then the solvent was evaporated and the corresponding product was collected and recrystallized from ethanol (Table 3).

Preparation of 4-(4-chloro phenyl)-6-methyl-2-oxo-5-[N-(4-oxo-2-aryl-1, 3-thiazolidin-3-yl of appropriate Schiff s bases (3, 8, 11) (0.0025 mole) in dry benzene (15 ml), a soluti)-1 ,2,3,4-tetrahydro pyrimidine] carboxamides (16-18):

General method:

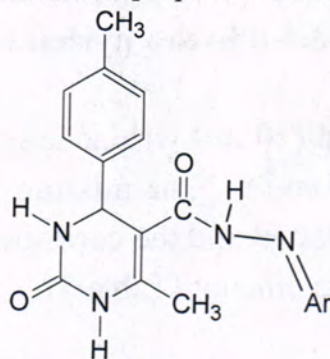
To a stirred solution on of mercapto acetic acid (0.8 gm, 0.008 mole) was added in dry benzene (15 ml). The reaction mixture was refluxed for 7 hrs. after evaporating the solvent in vacuo, sodium carbonate (5%, 20 ml) was added and the precipitated product was collected and recrystallized from aqueous ethanol (Table 4).

Table -1: Some physical properties of compounds (1-2)



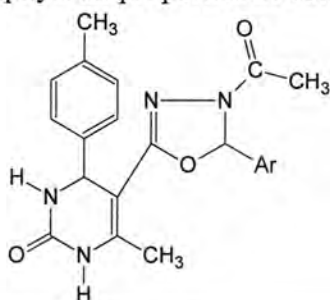
Comp. No.	R	Purification solvent	m.p. (°C)	Yield %
1	-OCH ₂ CH ₃	Aqueous Ethanol	214-216	90
2	-NHNH ₂	Ethanol	280-282	60

Table -2: Some physical properties of compounds (3-11)



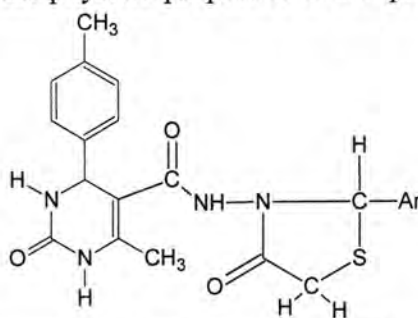
Comp. No.	Ar	Purification solvent	m.p. (°C)	Yield %
3		Ethanol	212-214	60
4		Ethanol	120-122	44
5		Ethanol	206-208	50
6		Ethanol	178-180	84
7		Acetone	113-115	32
8		Chloroform	86-89	50
9		Acetone+H ₂ O	Oily	70
10		Ethanol	150-153	64
11		Acetone+H ₂ O	145-148	55

Table -3: Some physical properties of compounds (12-15)



Comp. No	Ar	Purification	m.p. (°C)	Yield %
12		Ethanol	166-167	42
13		Ethanol	219-220	83
14		Ethanol	202-204	60
15		Ethanol	Oily	72

Table -4: Some physical properties of compounds (16-18)



Comp. No.	Ar	Purification solvent	m.p. (°C)	Yield %
16		Aq. Ethanol	149-152	64
17		Aq. Ethanol	Oily	40
18		Aq. Ethanol	178-180	52

RESULTS AND DISCUSSION

Synthetic routes leading to target compounds are summarized in scheme 1. The reaction of ethyl acetoacetate with 4-chloro benzaldehyde, urea in the presence of $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ gave the desired 4-(4-chlorophenyl)-6-methyl-2-oxo-1,2,3,4-tetrahydro pyrimidine-5-carboxylate (1), which was converted into carbohydrazide derivative (2) by treatment with an excess of hydrazine hydrate in absolute ethanol of compound (1) exhibited a $\text{C}=\text{O}$ stretching vibration near 1710 cm^{-1} and N-H stretching vibration at $3160\text{--}3220\text{ cm}^{-1}$, in addition to the band at 1650 cm^{-1} for $\text{C}=\text{O}$ stretch of amide. While the IR spectrum of (2) indicated the presence of $\text{C}=\text{O}$ function at 1700 cm^{-1} ($-\text{CONHNH}_2$) and (NHNH_2) stretching vibration at $3150\text{--}3300\text{ cm}^{-1}$ under reflux.

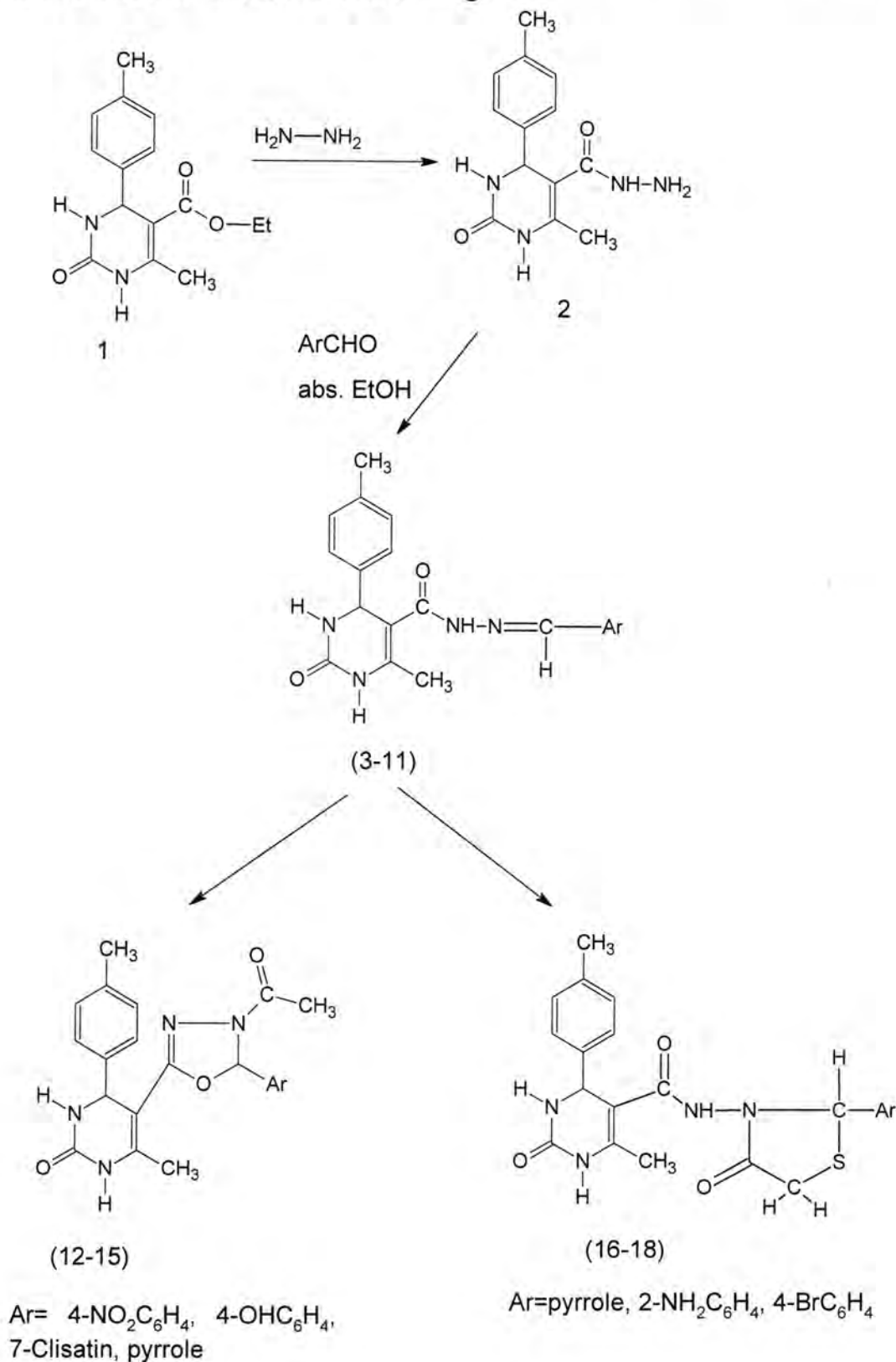
The structure of these derivatives (1 and 2) were proven on the basis of melting points and spectral data. The IR spectra of compound (1) exhibited a $\text{C}=\text{O}$ stretching vibration near 1710 cm^{-1} and N-H stretching vibration at $3160\text{--}3220\text{ cm}^{-1}$, in addition to the band at 1650 cm^{-1} for $\text{C}=\text{O}$ stretch of amide. While the IR spectrum of (2) indicated the presence of $\text{C}=\text{O}$ function at 1700 cm^{-1} ($-\text{CONHNH}_2$) and (NHNH_2) stretching vibration at $3150\text{--}3300\text{ cm}^{-1}$ (Table 5).

A number of arylidine hydrazones incorporated into the parent dihydro pyrimidine-2(1H)-one were also synthesized. Thus, condensation of carbohydrazide (2) with aromatic aldehydes and ketones in absolute ethanol afforded the corresponding Schiff bases (3-11).

The formation of these Schiff bases was indicated by their IR spectra from the appearance of the azomethine ($\text{CH}=\text{N}$) stretching band at $1610\text{--}1640\text{ cm}^{-1}$ combined with the disappearance of the NH_2 stretching band (Table 5).

The cyclocondensation of some substituted Schiff's bases with anhydrous acetic acid and mercapto acetic acid afforded the Corresponding 5-(4-acetyl-5-aryl-4,5-dihydro-1,3,4-oxadiazol-2-yl)-4-(4-chloro phenyl)-3, 4-dihydro pyrimidine-2(1h)-ones (12-15) and 4-(4-chloro phenyl)-6-methyl-2-oxo-1,2,3,4-tetrahydro pyrimidine-5-N-(4-oxo-2-aryl-1,3-thiazolidine-3-yl) carboxamides (16-18) respectively. The compounds (12-15) display in their IR new carbonyl and $\text{C}=\text{N}$ absorption near $1660\text{--}1700\text{ cm}^{-1}$ and $1610\text{--}1640\text{ cm}^{-1}$ respectively, in addition two bands at 1230 cm^{-1} and 1150 cm^{-1} for the C-O-C asymmetric and symmetric stretching respectively. The formation of the

corresponding thiazolidinone (16-18) was confirmed by the presence of C=O stretching vibration for five membered ring at $1685-1710\text{ cm}^{-1}$ and at $650-710\text{ cm}^{-1}$ due to C-S stretching



SCHEME 1

Table -5: IR and UV spectral data of compounds (1-18)

Characteristic I.R. band (ν) cm^{-1}							U.V.		Comp. No.
Others	Ring substitution	N-H	C-H _{arom}	C=C _{arom}	C-H _{arom}	C=O	$10^3\epsilon$	λ (nm)	
1710 (C=O, ester) 1250 (C-O-C, ester)	820	3220-3160	2950-2880	1583-1480	3100	1650 1640	2.118 1.738 2.175	301.0 276.5 248.5	1
1240 (C-N) 3280-3250 (NH ₂)	820	3550-3300	2950-2880	1600-1500	3100	1700 1640	1.094 0.410 1.076	287.0 252.0 234.0	2
1630 (C=N) overlap with (C=O)	860	3300-3100	2900-2890	1590-1500	3020	1650 1640	1.437 0.267 0.348	307.0 236.0 220.0	3
1620 (C=N) overlap with (C=O)	850	3500-3300	2990-2900	1550-1450	3100	1650 1640	1.672 2.438 0.930	364.0 340.0 249.0	4
1620 (C=N)	850	3410-3300	2990-2850	1590-1500	3100	1650 1630	2.030 0.130 0.370	303.5 236.5 220.5	5
1630 (C=N)	860	3390-3300	2900-2850	1590-1500	3100	1650 1640	2.422 0.320 0.636	323.5 247.5 233.0	6

Characteristic I.R. band (ν) cm^{-1}							
Others	Ring substitution	N-H	C-H _{aliph}	C _{arom}	C-H _{arom}	C=O	U.V.
							$10^3\epsilon$
1630 (C=N) ...	850	3500-3300	2900-2800	1550-1480	3020	1670 1640	2.255 1.364 1.410 305.0 273.0 263.0
1630 (C=N) overlap with (C=O)	850	3420-3210	2990-2840	1600-1500	3010	1680 1630	2.329 1.546 1.565 305.0 274.0 267.0
1620 (C=N)	810	3400-3200	2900-2800	1550-1450	3050	1680 1640	2.264 1.392 1.479 305.0 273.0 260.0
1640 (C=N) overlap with (C=O)	810	3300-3200	2900-2880	1600-1500	3100	1700 1660 1630	0.890 0.203 0.274 274.0 229.5 218.0
1640 (C=N) overlap with (C=O)	850	3210-3150	2900-2800	1570-1480	3100	1700 1640	1.889 0.154 0.235 347.0 230.0 216.0
1630 (C=N) overlap with (C=O) 1230(C-O-C) 1700 (-COCH3)	870	3500-3400	2900-2810	1550-1450	3060	1670 1650	0.450 0.749 0.188 323.0 270.0 218.0

Characteristic I.R. band (ν) cm^{-1}									
Others	Ring substitution	N-H	C-H _{arom}	C _{arom}	C-H _{aliph}	C=O	U.V.		Comp. No.
							$10^3\epsilon$	λ (nm)	
1620 (C=N) 1150 (C-O-C) 1700 (-COCH ₃)	870	3500-3450	2990-2800	1550-1500	3080	1660 1650	2.354 0.585 0.314	303.0 231.5 243.5	13
1640 (C=N) 1150 (C-O-C) 1710 (-COCH ₃)	850	3550-3500	2990-2880	1600-1500	3050	1700 1650	0.450 0.348 0.749	323.0 293.5 270.0	14
1610 (C=N) 1100 (C-O-C) 1710 (-COCH ₃)	850	3500-3300	2990-2900	1600-1500	3070	1680 1650	1.799 1.354 1.688	307.0 281.5 254.5	15
1710 (C=O) 660 (C-S)	800	3300-3150	2990-2880	1600-1490	3080	1700 1650	2.174 1.601 1.625	304.0 274.0 266.0	16
1685 (C=O) 710 (C-S)	860	3600-3400	2990-2850	1600-1410	3100	1710 1650	1.728 0.043 0.226	307.0 239.0 219.0	17
1680 (C=O) 650 (C-S)	850	3500-3400	2990-2850	1600-1500	3100	1700 1650	2.228 1.547 1.595	315.0 274.0 261.0	18

REFERENCES

1. EL-Maghraby, M.A., Khalafalla, A.K. Hassan, M.E. and Soliman, H.A., "Synthesis and studies on heterocyclic nitrogen compounds", J. Ind. Chem. Soc, LXIII, 910-9 (1986).
2. Anastas, P., William, T., "Green chemistry frontiers in benign chemical synthesis and procedures", Oxford Science publications, 1998.
3. Bose, D.S., Fatima, L. and Mereyala, H.B., "Green chemistry approaches to the synthesis of 5-alkoxy carbonyl-4-aryl-3,4-dihydro pyrimidine-2(1H)-ones by a three component coupling of one-pot condensation reaction. Comparison of ethyl, water and solvent free condensations", J. Org., Chem., 68, 587-590 (2003) and references cited therein.
4. Salch, M.A., Abdcl-Mageed, M.F.. Abdo, M. and Shokr, A.M., "Synthesis of novel 3H-quinazoline-4-ones containing pyrazolinone, pyrazole and pyrimidine moieties". Molecules, 8. 363-373 (2003).
5. Sharba, A.K., AL-Bayati, R.I., Aouad, M. and Rczki, N., "Synthesis of oxadiazoles, thiadiazoles and triazoles derived from benzo-[b]-thiophene", Molecules, 10, 1161-1168 (2005) and references cited in.
6. Zhang, L.X., Zhang, A., Chen, X., Lei, X., Nan, X., Chen D. and Zhang, Z., "Synthesis and biological activity of 3-(2-furanyl)-6-aryl-1,2,4-triazolo -[3,4-b]-1 ,3,4-thiadiazoles", Molecules, 7,681 -689 (2002).
7. George, T., Mehta, D.V., Tahilramani, David J. and Talwalker, P.K., "Synthesis of some 5-triazoles with potential analgesic and antiinflammatory activities", J. Med. Chem., 14(4), 335-338 (1971).
8. Sharma, R.S. and Bahel, S.C., "Synthesis of aryloxy/arylacetyl (thiosemicarbazides substituted- 1,3,4-oxadiazoles, 1,3,4-thiadiazoles ,1,2,4-triazoles and related compounds as potential

- fungicides", J. Ind. Chem. Soc, LIX, 877-880 (1982).
9. Gupta, R., Sudan, S., Mengi V. and Kachroo. P.L., "Heterocyclic systems containing bridge nitrogen atom; synthesis and antihypertensive activity of some 1-[6-(4-alkoxy phenyl)-3-methyl-5,6-dihydro-5-triazolo-[3,4-b] -[1.3.4]-thiadiazol-5-yl]-3-(5-aryl-5-triazol-3-thio) propan-2-ols", Ind. J. Chem.. Sect. B, 35, 621-623 (1996).

Synthesis of New 2,7-Dihydroxy Naphthalene Heterocyclic Derivatives

Mohammed Z.Thani

Department of Chemistry, College of Science, Al-Mustansiriya University

Received 26/11/2008 – Accepted 11/2/2009

الخلاصة

تم في هذا البحث تحضير مركب الاستر (1) عن طريق مفاعلة 7،2- داي هيدروكسي نفتالين مع اثيل برومو استيت. كما تم تحضير مركب الهيدرازيد (2) عن طريق تفاعل مركب الاستر مع الهيدرازين المائي (98%) وعليه تم تحضير المركب (3) عن طريق تفاعل مركب الهيدرازيد (2) مع فنييل ايزوثاوسيانات بالاضافة الى ذلك تم تحضير قواعد شيف (4-7) وذلك بمفاعلة المركب (2) مع بعض الالديهايدات او الكيتونات وبعد ذلك مفاعلة قواعد شيف (4-7) مع مركبتو اسيتيك اسيد ليكون مركبات الثايوزولدين -4- اون (8-H). كما تم مفاعلة قواعد شيف (4-7) مع 4،2- داي نايتروبنزويل كلورايد والتي تكون المركبات (12-15). وقد تم تحضير المركب (16) عن طريق اذابة المركب (3) في محلول هيدروكسيد الصوديوم (2N) ومن ثم معادلته مع حامض الهيدروكلوريك HCl. تم تحضير ملح البوتاسيوم (17) عن طريق معاملة المركب (3) مع ثنائي كبريتيد الكربون بوجود هيدروكسيد البوتاسيوم ، ومن ثم اذابة الملح البوتاسيوم (17) في الماء وتحميضه يعطي المركب (18). واخيراً ان اذابة ملح البوتاسيوم في الماء و مفاعله مع الهيدرازين المائي (98%) سوف يعطي المركب (19).

ABSTRACT

In this work was the ester compound (1) has been prepared by treating 2,7-dihydroxynaphthalene with ethyl bromoacetate , The ester (1) reaction with hydrazine hydrate (98%)and afford hydrazide (2).Then the reaction of hydrazide (2) with phenyl isothiocyanate gave the compound (3).The azomethines (4-7) were prepared from corresponding aldehydes or ketones and hydrazide compound(2).Reaction of compounds (4-7) with mercaptoacetic acid led to azomethine group open giving a compounds (8-11). On other hand treatment of compounds(4-7) with 2,4-dinitrobenzoyl chloride gave the compounds (12-15).

The dissolve of the compound (3) in the solution of NaOH (2N) and neutralized with dilute HCl gave a compound(16).

As well as reaction compound (3) with carbon disulfide and KOH gave the Potassium salt (17).The dissolve Potassium salt(17)in water and acidification gave the compound (18). On other hand, the dissolve Potassium salt (17) with water on treatment with hydrazine gave the compound(19).

INTRODUCTION

Naphthalene and its derivatives has clinical effect. It causes hemolysis with subsequant blocking of renal tubules, vomiting and Headunche^(1,2). Schiff bases have widely reported to be biologically versatile compounds having anti fungal, herbicidal and plant growth regulating properties^(3,4).

Derivatives of 1,3,4-oxadiazole and 1,3,4-triazole have also been found to possess a wide spectrum of pharmacological, medical and biological activities^(4,5,6).

MATERIALS AND METHODS

Melting points were determined in open capillary tubes on a Gallen kamp melting point apparatus and are uncorrected .

The IR spectra (KBr disc were recorded with Shimadzu -2N, FT IR - 8400S. UV spectra were recorded on Varian,UV-Vis spectrophptometer using absolute ethanol as solvent.

Synthesis of ethyl {[7-(2-ethoxy-2-oxoethoxy)-2-naphthyl]oxy} acetate (1) ^[7]

To a solution of 2,7-dihydroxynaphthalene (0.01 mole) in 50 ml of absolute ethanol and (0.02 mole) of potassium carbonate, ethyl bromoactate (0.02 mole) was added and the reaction mixture was refluxed for 3hrs. on cooling ,the precipitate formed was filtered off , washed with water and recrystallized from aqueous ethanol to give compound(1).

Synthesis of 2- {[7-(2-hydrazino-2-oxoethoxy) -2- naphthyl] oxy} aceto hydrazide (2) ^[7]

A mixture of compound (1) 0.01mole and hydrazine hydrate (25 ml) was refluxed for 4hrs. on cooling , the solid , the product was filtered and recrystallized from ethanol to give a compound (2).

Synthesis of 2- [(7-oxo N' - (phenylcarbonothioyl) acetohyrazinyl -2-naphthyl) oxy] -N'-(phenylcarbonothioyl)acetohydrazide Compound (3) ^[7]

To a suspension of compound (2) (0.01 mole) in dry benzene (30 ml) , phenylisothiocyanate (0.024 mole) was added and the reaction mixture was refluxed for (5hrs.) on cooling , the solid obtained was filtered and recrystallized from chloroform.

Synthesis of Schiff bases (4-7) ^[8]

General procedure

To stirring solution of compound (2) (0.01 mole) in absolute ethanol (15 ml) , appropriate aldehyde or ketone(0.02 mole) was added , the mixture was refluxed for (3hrs.) and cooled to room temperature .The precipitate was filtered and recrystallized from ethanol.

Synthesis of N-(2,2-dimethyl-4-oxo-1,3-thiazolidin-3-yl)-2-[(7-N-(2,2-dimethyl - 4-oxo-1,3thiazolidin-3-yl)-2-oxoacetamide-2-naphthyl)oxy] acetamide(8-11) ^[9]

A mixture of an appropriate azomethine derivative (4-7)(0.01) and mercapto acetic acid (2mole) , in dry totuene (30 ml) , was heated under reflux for (5hrs.) The solvent was then distilled in vacuo and the

obtained crude product was oily ,So it purified by column chromatography using silica gel and xylene as eluent. The precipitate was filtered and recrystallized from xylene.

Synthesis of 2,7- {di[N-(1-chloro-1-methylethyl) -N'-glycoloyl -2,4-dinitro benzohydrazide] naphthalene}(12-15)^[8]

To a stirring solution of an appropriate (4-7) (0.005 mole) in dry benzene (15 ml) , 2,4- dinitrobenzoyl chloride (0.01 mole) in dry benzene (10 ml) was added dropwise, the mixture reaction was refluxed for (1hr.), after cooling , The precipitate was filtered and recrystallized from benzene.

Synthesis of 2,7-di[(5-methoxy)-1,3,4-triazole-2(3H)-thion] naphthalene (16)^[7]

Compound (3) (0.01 mole) was dissolved in NaOH (20 ml, 2N) and heated on a water bath for (2hrs.), cooled and the reaction mixture filtered , and the filtrate neutralized with dilute HCl .The precipitate obtained was filtered and crystallized from ethanol.

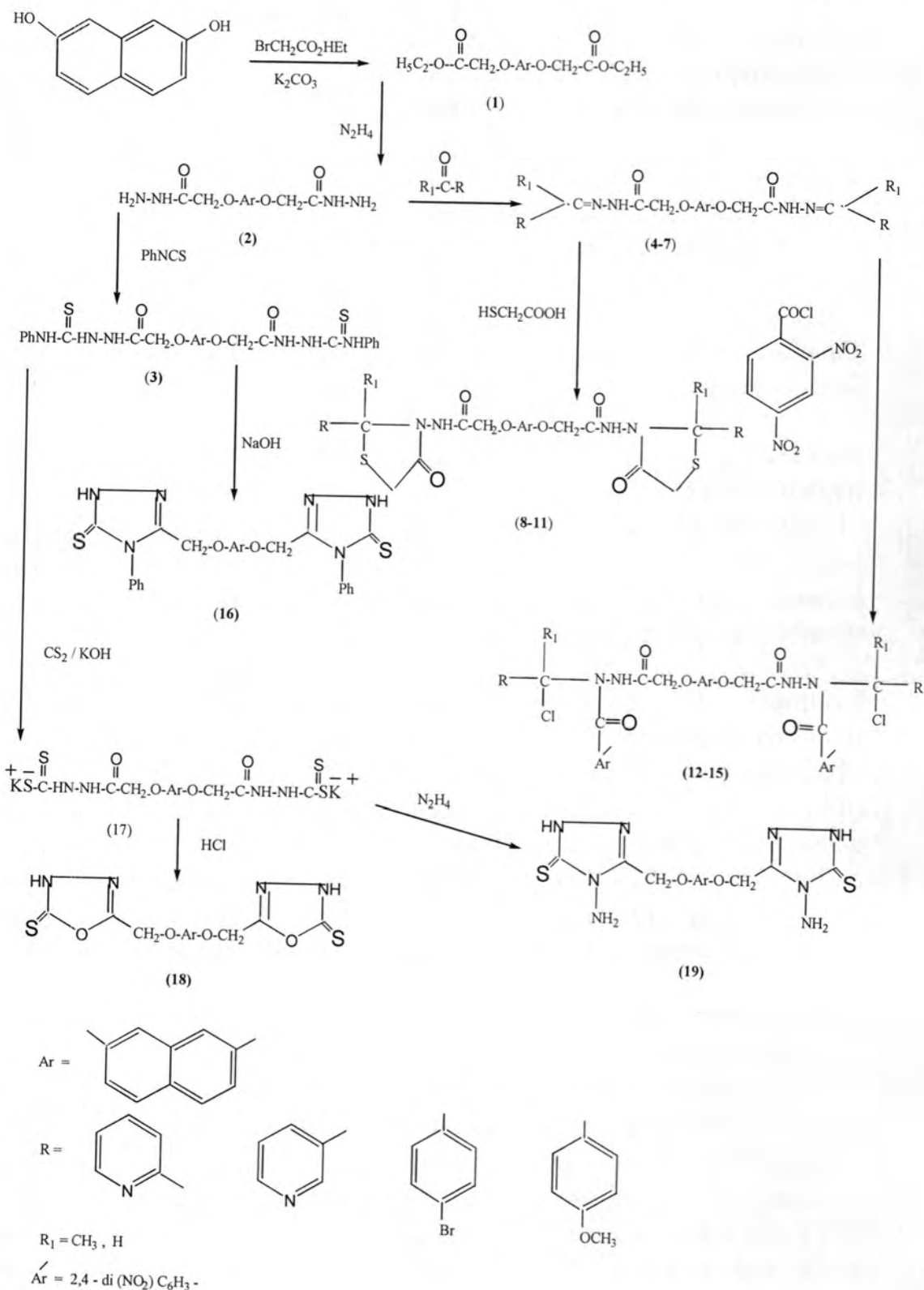
Synthesis of 2,7-di[(5-methoxy)-1,3,4-oxadiazole-1-phenyl-2(3H)-thion] naphthalene (18)^[7]

Potassium salt (17) was prepared by refluxing hydrazide derivative (2) (0.01 mole) and carbon disulphide (0.03 mole) in absolute ethanol containing KOH (0.03 mole) on a water bath for (1hr.) The solvent was removed and the solid salt which had been formed, dissolved in water (10ml), cooled and acidified with HCl The precipitate was filtered off , washed with water and recrystallized from ethanol – CHCl₃.

Synthesis of 2,7-di [(5-methoxy) -1,3,4-triazole -1- amino -2(3H) -thion] naphthalene (19)^[7]

Compound (3) (0.01 mole) and carbon disulphide (0.03 mole) in ethanol (25 ml) containing KOH (0.03 mole) were reflux on a water bath for (1hr.). The solvent was removed and the residue was dissolved in water (10 ml) and then treated with hydrazine hydrate (0.04 mole, 98%) and refluxed for (4hrs.).The contents were cooled , diluted with water and acidified with HCl. The precipitate was collected by filtration, washed with water, dried and recrystallized from ethanol.

This paper reports the synthesis of some new 2,7-dihydroxy naphthalene compounds



RESULTS AND DISCUSSION

The reaction of the 2,7-dihydroxy naphthalene with ethyl bromo acetate in absolute ethanol gave a compound (1) table(1). The formation of this compound was indicated by presence in their IR spectra of the carbonyl group (C=O) at 1761 cm^{-1} combined with the disappearance of the OH stretching band UV-spectra of compound(1) mostly showed intense maxima at 324 nm and 236nm which belonged to $n\rightarrow\pi^*$ and $\pi\rightarrow\pi^*$ transition respectively .A compound (1) which was then reaction with hydrazine hydrate (98%) to afford the compound (2) .IR spectra showed the carbonyl group (C=O) stretching bond at 1690 cm^{-1} combined with appearance of (NH₂) bands at 3398, 3279 cm^{-1} .

UV. Spectra of compound (2) mostly showed intense maxima at 233 nm and 308 which belonged to $\pi\rightarrow\pi^*$ and $n\rightarrow\pi^*$ transitions respectively.

As well as treatment the compound (2) with phenylisothiocyanate in dry benzene to gave a compound (3) .IR spectra shows the carbonyl group (C=O) stretching band at 1660 cm^{-1} (N-H) stretching band at 3320, 3210 cm^{-1} ,UV spectra showed intense maxima at 325 and 237 nm belonged to $n\rightarrow\pi^*$ and $\pi\rightarrow\pi^*$ respectively.

The condensation of compound (2) with difference aldehydes or ketones in absolute ethanol gave the Schiff bases (4-7) (Table 2). The formation of these Schiff bases was indicated by the presence in their IR spectra of the azomethine (CH=N) stretching band at $1604\text{-}1688\text{ cm}^{-1}$ combined with the disappearance of the NH₂ stretching bands .UV spectra of Schiff bases mostly showed two intense maxima at 333-352 nm and 206-247 nm which belonged to $n\rightarrow\pi^*$ and $\pi\rightarrow\pi^*$ transitions respectively . Schiff bases (4-7) which were then cyclo condensed with mercapto acetic acid in dry toluene to afford the thiazolidine-4-ones (8-11) (table 3) .IR spectra showed the carbonyl group (C=O) stretching band at $1640\text{-}1697\text{ cm}^{-1}$ combined with the disappearance of the azomethine (CH=N) bands.

UV spectra of (8-11) compounds mostly showed two intense maxima at 277-280 nm and 205-247nm which belonged to $n\rightarrow\pi^*$ and $\pi\rightarrow\pi^*$ transitions respectively .

However treatment of Schiff bases (4-7) with acid chloride results in the formation of (12-15) (Table 4) in which the two groups (Cl and ArCO) were introduced in the same step of the reaction .

This reaction was followed by disappearance of absorption bands of (CH=N) in the $1604\text{-}1688\text{ cm}^{-1}$ and $1680\text{-}1695, 760\text{-}780\text{ cm}^{-1}$ which were attributed to (C=O) and (C-Cl) respectively .UV. spectra of (12-15) compounds showed two intense maxima at 336-340 nm and 204-236nm due to $n\rightarrow\pi^*$ and $\pi\rightarrow\pi^*$.

The reaction was followed , the attack by the azomethine at the (C=O) of 2,4- dinitrobenzoyl chloride displacing the chloride as chloride anion

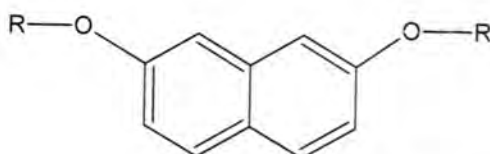
forming, the iminiumcation. However, iminiumcation was unstable, so the Cl attached $-N^+=C$ moiety and offered more stable covalently compounds (12-15).

Then, preparations compound (16) from compound (3) and solution of NaOH (2N) (table 5). The appearance of IR new absorption bands in general regions 3180 cm^{-1} and 1590 cm^{-1} were attentively belonged to (N-H) and (C=N) respectively. UV. spectra of compound (16) at 254 nm and 332 nm due to $n \rightarrow \pi^*$ $\pi \rightarrow \pi^*$. Preparation compound (18) from potassium salt (17) was dissolved in water and acidified with HCl (table 5). IR spectrum of the absorption bands in 3146 cm^{-1} and 1586 cm^{-1} were attentively to (NH) and (C=N). UV. Spectra of compound (18) at 256 nm and 326 nm due to $\pi \rightarrow \pi^*$, $n \rightarrow \pi^*$.

Finally, Preparation compound (19) from potassium salt (17) was dissolved in water and hydrazine hydrate (98%) (table 5).

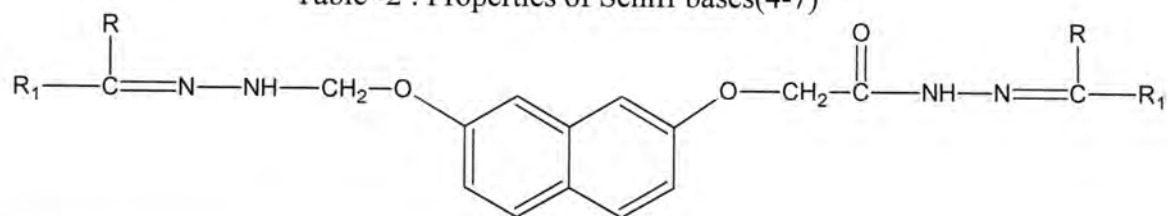
IR spectra of above the absorption bands in $3386\text{--}3250\text{ cm}^{-1}$, 3136 cm^{-1} and 1605 cm^{-1} due to (NH₂,NH) and (C=N). UV. spectra of compound (19) at 253 nm and due to $\pi \rightarrow \pi^*$, $n \rightarrow \pi^*$.

Table - 1: Properties of Compounds(1-3)



Comp No.	R	M.P. C°	Yield %	-C.H.N Analysis (%) (Calc./Fou.)	Spectral data	IR cm ⁻¹
					UV. λ_{max} (EtOH)	
1	-CH ₂ CO ₂ Et	Decomp. 201	87	C(65.06/64.93) N(0/0) H(6.02/6.20)	324,310, 274,236	1761(C=O), 2945(C-Hor.), 1249(C-O-C), 1629(C=C), 2914(C-H _{al} .)
2	-CH ₂ CONHNH ₂	234-236	73	C(61.53/60.73) N(20.51/20.62) H(4.02/4.55)	308,233, 204,235	3398,3279(N-H), 3093(C-Hor), 1690(C=O), 1535(C=C _{or}), 2993(C-H _{al} .)
3		Decomp. 218	63	C(61.76/61.42) N(15.44/15.61) H(4.77/4.83) S(11.76/11.90)	325,379, 205,237	3320,3210(NH), 1660(C=O), 3080(C-Hor), 1550(C=C)

Table -2 : Properties of Schiff bases(4-7)



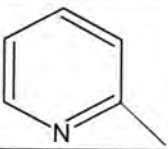
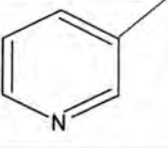


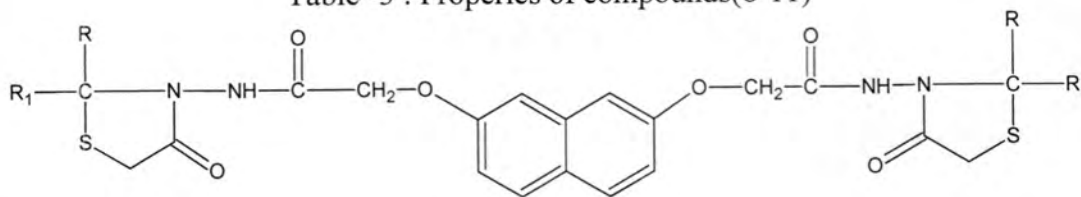
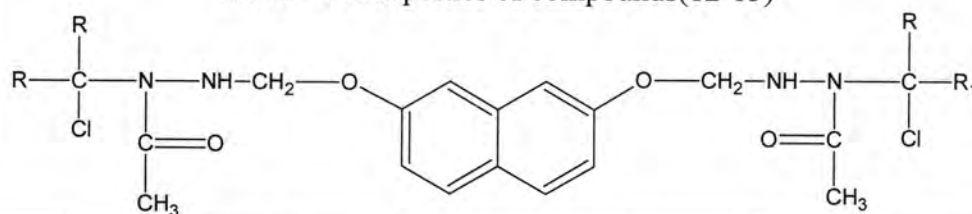
Comp. No.	R	R ₁	M.P. C°	Yield %	Spectra data	IR. cm ⁻¹
					UV. λ _{max} (EtOH)	
4		CH ₃	220-222	67	207,245,347	3220(N-H), 3050(C-Hor.) 2970(C-Hal.) 1697(C=O) 1662(C=N)
5		CH ₃	213-215	72	206,243,343	3232(N-H) 3012(C-Hor) 2912(C-Hal.) 1688(C=O), 1635(C=N)
6		H	190-192	52	209,245,333	3452(N-H) 3045(C-Hor) 2916(C-Hal.), 1658(C=O), 1604(C=N)
7		H	170-172	82	206,247,353	3320(N-H), 308(C-Hor), 2910(C-Hal.) 1660(C=O), 1605(C=N)

Table -3 : Properties of compounds(8-11)

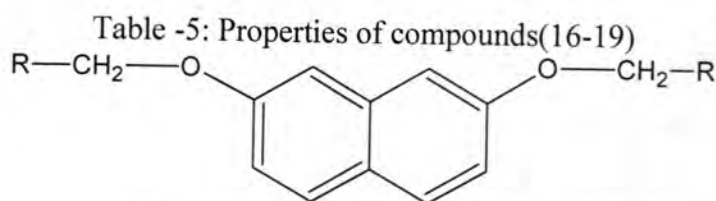


Comp. No.	R	R ₁	M.P. C°	Yield %	Spectra data	IR. cm ⁻¹
					UV. λ _{max} (EtOH)	
8		CH ₃	192-194	54	205,233,277	3240(N-H), 1697,(C=O), 1688(C=O), 3070(C-Hor.), 2970(C-Hal.), 1550(C=Cor.)
9		CH ₃	205-207	42	206,234,279	3270(N-H), 1695(C=O), 1650(C=O), 3070(C-Hor.), 1520(C=Cor.)
10		H	Oily	38	205,244,280	3320(N-H), 1690(C=O), 1650(C=O), 2050(C-Hor.), 1590(C=Cor.)
11		H	17-199	47	208,247,289	3290(N-H), 1680(C=O), 1640(C=O), 3060(C-Hor), 1560(C=Cor.)

Table - 4 : Properties of compounds(12-15)



Comp. No.	R	R ₁	M.P. C°	Yield %	Spectra data	IR. cm ⁻¹
					UV. λ _{max} (EtOH)	
12		CH ₃	250-252	67	206,233,336	3260(N-H), 1680(C=O), 1650(C=O), 760(C-Cl), 1390(NO ₂), 3060(C-H _{ar} .)
13		CH ₃	240-242	55	207,231,338	3260(N-H), 1690(C=O), 1660(C=O), 765(C-Cl), 1395(NO ₂), 3090(C-H _{ar} .)
14		H	170-172	63	204,230,336	3295(N-H), 1695(C=O), 1670(C=O), 780(C-Cl), 1350(NO ₂), 3030(C-H _{ar} .)
15		H	185-187	80	204,236,340	3280(N-H), 1690(C=O), 1660(C=O), 77(C-Cl), 1380(NO ₂), 3080(C-H _{ar} .)



Comp. No.	R	M.P. C°	Yield %	Spectra data	IR. cm ⁻¹
				UV.λ _{max} (EtOH)	
16		227-229	55	207,254,290,332	3180(N-H), 1590(C=N), 3080(C-H _{or.}), 1505(C=Cor.)
18		270-272	43	204,256,297,326	3146(N-H), 1586(C=N), 3060(C-H _{or.}), 1500(C=Cor.)
19		261-263	52	206,253,339	3386,3250,3136(NH ₂ ,NH), 3080(C-H _{or.}), 1605(C=N), 1550(C=Cor.)

REFERENCES

1. Daw Son, J.P., Thayer, W.W. and Desfoges, J.F., (Acute hemolytic anaemia in the newborn infant due to naphthalene poisoning), Blood, Vol.13, pp. 1113-1125, (1987) .
2. Fanbergh, S.J., (Exfoliative dermatitis due to naphthalene), Arch Derm Syph., Vol.43, pp.53-56, (1940) .
3. Sharba, A.K., Al-Bayati R.I., Aouad, M. and Rezki, N., (Synthesis of oxadiazoles, thiadiazoles derived from benzo [b] thiophene), Molecules, Vol.10, pp.1161-1168, (2005) .
4. Al-Rubaay, A.K., (Synthesis and spectroscopic study of benotriazole derivatives), Al-Mustansiriya J.Sci., Vol.19, No.4, pp.33-40, (2008) .
5. Roui, I.H., (Synthesis and Biological Activity of Some New Twin Compounds Containing Heterocyclic Unit), Al-Mustansiriya J. Sci., Vol.19, No.4, pp.41-52, (2008) .
6. Daoud, K.M. and Eisa, M.A., (Synthesis of some substituted 1,3,4-oxadiazoles, thiadiazoles and 1,2,4-triazoles from 4-

- aminobenzoic acid with expected biological activity), National J. of Chemistry, Vol.7, pp.438-445, (2002) .
7. El Tamaty, S.H., Abdel Fattah, M.E. and EL-deen, I.M., (Synthesis and biological activity of some 4-benzyl -(2H)-phthalazinone derivatives), Indian J. Chemistry, Vol. 35B, pp.1067-1072, (1996) .
 8. Al-Bayati, R.I., Thani, M.Z. and Abdullah A.M., (Synthesis of new 4-amino-1,5-dimethyl-2-phenyl-pyrazol-3-one derivatives), Journal of College of Education , Vol.3, pp.79-86, (2008) .
 9. El-Subbagh, H.L., Yousif M., Eman, A.A. and El-Kerdawy, M.M., (Synthesis of 2-substituted 4-thieno [2,3-b] [1] benzothiopyran-4-ones as potential chemotherapeutic Agents), Arch. Pharm. RCS., Vol.12(2), pp.135-137, (1989) .

Corrosion Inhibition of Steel in Cooling Water System by 2- Phosphonobutane-1, 2, 4-Tricarboxylic Acid and Polyvinylpyrrolidone

Nesreen S. Al-Roobaay and Wisam I. Al-Neaaimy
Institute Of Technology / Baghdad/Commission of Technical Education

Received 6/10/2008 – Accepted 25/1/2009

الخلاصة

تم في هذا البحث دراسة حالات مانع التآكل للفولاذ في محلول يحتوي على مثبطات متعددة. استخدم المركب حامض 2- فوسفونبوتان 1، 2، 4 - ثلاثي الكربوكسيل، بمفرده أو في وجود المركب بوليفينيل بيروليدين كمثبط لتآكل الفولاذ الكربوني في أنظمة تبريد الماء. ولدراسة فعالية هذه المثبطات استخدمت طريقة فقد الوزن وطريقة قياس جهد الدائرة المفتوحة بالإضافة الى تقنية الجهد الديناميكية. ووجد بأن كفاءة تثبيط التآكل تزيد مع زيادة تركيز حامض 2 - فوسفونبوتان 1، 2، 4 - ثلاثي الكربوكسيل، وبإضافة مركب البوليفينيل بيروليدين وجد بأن هناك زيادة ملحوظة في كفاءة تثبيط التآكل. وأن خليطاً من هذين المثبتين للتآكل يعطي خاصية المعاضدة أو تنشيط التثبيط، وبأستخدام هذا الخليط زادت كفاءة التثبيط الى 96.7 %.

ABSTRACT

The corrosion properties of steel have been studied in acidic solution containing polymeric inhibitors. 2-Phosphonobutane-1, 2, 4 tricarboxylic acid (PBTCA) was used as a corrosion inhibitor for carbon steel in cooling water either alone or in combination with polyvinylpyrrolidone (PVP). The inhibiting properties of those compounds were investigated with the aid of the weight loss method, open circuit potential measurements and potentiodynamic techniques. The inhibition efficiency at various inhibitor concentrations was found to increase with increasing PBTCA concentration. A considerable improvement in the protection efficiency was achieved by adding polyvinylpyrrolidone to the PBTCA solution. A mixture PBTCA and PVP acts as a synergic inhibitor and found to increase the inhibition efficiency to 96.7%.

INTRODUCTION

The control of corrosion in recirculation cooling systems is primarily achieved by maintaining relatively small quantities of chemical additives (corrosion inhibitors) in the cooling water. Corrosion inhibitors retard the destruction of metals by chemical or electrochemical reactions with their environment. Most of the inhibitors used in cooling water nowadays are based on phosphonates, either alone or in combination with one or more other corrosion inhibitors (1, 2, and 3). Phosphonates give better inhibition efficiencies when used in combination with zinc salts (4). (5) Have also studied the inhibition action of 2-phosphonobutane 1, 2, 4-tricarboxylic acid on carbon steel at room temperature and a pH range of 6.5–8. They have found that the addition of phosphonocarboxylic acids to water has a considerable effect in preventing corrosion as well as scale formation in water recirculation systems (5). Moreover, the efficiency of

phosphonocarboxylic acids as corrosion inhibitors has been found to improve by the addition of zinc salts and/or phosphoric acid. In spite of the advantage of combining zinc salts with certain inhibitors like the phosphonates, they have been found to adversely affect the water released during the cooling process. Therefore, the permissible limit of zinc in water / waste, water has been restricted to a maximum value of 2 mg/l (6). As a result of the adverse effects of the salts of the heavy metals, researchers have decided to employ effective corrosion inhibiting compositions that are free from metal ions. Such types of inhibitors are highly necessary in industry for the protection of metallic equipments. (7) Has described the mechanism of inhibition action of phosphonocarboxylic acid combined with nitrate which was developed to protect ferrous metals used in open evaporative cooling systems. This inhibitor has been found to be as effective as zinc chromate or zinc phosphonate. Moreover, the passive film formed by this inhibitor has been found to be thinner, more protective, and less prone to pitting corrosion than the passive films formed in the presence of nitrate alone. Polymeric compounds consist of large molecules, which can be adsorbed on the surface of a certain metal, hence, these polymers can be considered as corrosion inhibitors. For instance, the potentiality of aliphatic polyamines (8), polyvinylpiperidines and polyvinylpyridines (9) as corrosion inhibitors has been investigated. The effect of polyvinylpyridine as an inhibitor was attributed to the adsorption of this polymer through several points of each of its molecules. Other authors found that the inhibiting properties of phosphonates are enhanced when they are combined with polymers (10, 11). (12) Have described a method for preventing corrosion in water-carrying systems by adding one of the phosphonocarboxylic acids or their salts and other synergistically active substances. They have found that enhanced inhibition action of phosphonocarboxylic acid can be achieved by adding one of the following derivatives: a benzimidazole derivative; polyacrylamide; polyethyleneimine; or lignin sulfonate. These inhibitors were found to be highly effective in preventing the corrosion of carbon steel in water-carrying systems. Other workers have found that the corrosion rate of steel in cooling water systems was decreased by the addition of 10 ppm hydroxyethylidene-1, 1- diphosphonic acid to the corrosion inhibitor mixtures (13). These mixtures consist of 30 ppm gluconate and 30 ppm sodium silicate in the presence of minor acrylic acid-acrylamide copolymer derivatives having a molecular weight of 20000. Recently, organophosphorus compounds have been used as corrosion inhibitors for galvanized steel in water cooling systems (14). Also, polymers based on 1, 6-hexanediamine has shown superior inhibition efficiencies in compare to the corresponding monomer (15).

The present investigation describes the results obtained by using 2-phosphonbutene-1, 2, 4-tricarboxylic acid (PBTCA) as an inhibitor for the protection of carbon steel in cooling water systems. In addition, the inhibition effect of PBTCA in combination with polyvinylpyrrolidone (PVP) was investigated in cooling water systems at various inhibitor concentrations and temperatures.

MATERIALS AND METHODS

Materials

The working electrodes used were made from carbon steel sheet of 0.6 mm thickness. Its composition is 0.05% C, 0.01% P, 0.23% Mn, 0.03% Ni, 0.04% Cu, and 99.66% Fe. Polyvinylpyrrolidone (PVP) was purchased from Aldrich Company and used without further purification. 2-Phosphonbutene-1, 2, 4-tricarboxylic acid (PBTCA) was obtained from Water Technology and Treatment Company-Egypt. Cooling water system was cooling tower at public hospital in Tekreet city / Iraq. The materials were standard and available in Tekreet University at that time, also using the steel because the steel was current for using at that time.

Water Analysis

The chemical composition of the make-up water (raw water) used in the recirculation cooling system units was determined as per standard methods (16). Different samples were collected from an input of one of the cooling system units. Analysis of the raw water was carried out at two different periods of time using Inductively Coupled Plasma (ICP) for metal analysis. Conductivity bridges, pH -meters, titrimetry, and atomic emission all were used for the required analysis.

Electrochemical Measurements Equipments

The exposed area of each electrode was 6.4 cm^2 . The reference electrode used was Ag/AgCl. A platinum electrode was used as a counter electrode. The potentiostat used is EG&G model 273A connected with PC. A water thermostat was used to control the temperatures of the solutions.

Weight Loss Experiments

Weight loss experiments were carried out for a period of five days at 23, 40, and 60 °C as described by (17). The working electrodes were polished using emery papers. Distilled deionized water was used to clean the electrodes which then were degreased with acetone, dried, and weighed. The electrodes were immersed in the solution with and without the inhibitor for five days, cleaned, dried, and weighed to determine the weight difference. Inhibition efficiencies of different

concentrations of the inhibitors were calculated from the weight loss values in the presence and absence of the inhibitors. The results obtained were found to be reproducible.

Open Circuit Potential Measurements

Open circuit potential measurements were performed using a cell assembly consisting of two electrodes. The working electrodes used were made of steel sheets of the same composition and the same area as mentioned earlier. The Ag/AgCl electrode was used as a reference electrode. The potential was measured using the potentiostat EG&G model 273A, and recorded as a function of time until the steady state potential was attained.

Potentiodynamic Polarization Measurements

The potentiodynamic current–potential curves were measured using a cell assembly consisting of three electrodes as described by (18). The working electrode was a steel sheet and a platinum wire was used as counter electrode and an Ag/AgCl electrode as a reference electrode. Polarization experiments were carried out using the same potentiostat EGG model 273A. The potentiodynamic current–potential curves were recorded by changing the electrode potential automatically from -1000 mV to $+1000$ mV (Ag/AgCl) with a scan rate of 100 mV S^{-1} .

RESULTS AND DISCUSSION

Water Analysis

The physicochemical characteristics of make-up water (raw water) used in this study are given in (Table 1). The data show that the water used is slightly alkaline ($\text{pH} = 7.5$). The total hardness of this water was found to be 1300 ppm which is considered to be high. The concentration of chloride was found to be 1420 ppm and the sulfate concentration was 770 ppm. The presence of these ions at high concentrations in water results in severe corrosivity. The chloride ion is strongly adsorbed on the steel surface and it destroys any pre-immersion oxide layer on the metal surface, and hence makes it difficult for the surface to be passive.

Weight Loss Measurements

The weight loss of the carbon steel in the make-up water in absence and presence of different concentrations of PBTCA either alone or in combination with polyvinylpyrrolidone (PVP) were determined. The inhibition efficiencies and the surface coverage Θ of PBTCA at different concentrations were calculated from the weight loss values using the following relation:

$$P \% = \left(1 - \frac{W}{W^0}\right) \times 100 = \Theta \times 100 \quad (1)$$

Where W^0 & W are the weight loss in the absence and presence of inhibitor, respectively. (Figure 1) illustrates the variation of the protection efficiency with the concentration of PBTCA where a value of $P \% = 91.8\%$ has been reached. It was decided to examine the protection efficiencies of mixtures resulting from the addition of PVP to PBTCA. (Figure 2) shows the protection efficiency of a mixture obtained by adding different concentrations of PVP to a solution of 100 ppm of PBTCA (Table 4). A maximum protection efficiency of 96.7% was obtained. The observed improvement in the protection efficiency is attributed to the synergistic effect which results from the combination of the two inhibitors PVP and PBTCA. This is in accordance with the results obtained (12). Variation of protection efficiency with the concentration of PBTCA was investigated at different temperatures using weight loss measurements as shown in Figure 3. As can be seen from (Figure 3), variation of the temperature has no significant effect on the performance of PBTCA. This can be attributed to the fact that this compound has low phosphorus content and it resists hydrolysis and has high thermal stability at high temperature (5). A similar effect was also observed at high temperatures upon combining PVP with PBTCA as shown in (Figure 4). The inhibition action of organic molecules is primarily due to their adsorption on the surface of the metal through the presence of active centers. The results for weight loss were plotted for Temkin's adsorption isotherm depicted in (Figure 5). It is obvious that the combined inhibitor shows higher protection efficiency compared to each single inhibitor. The following is the equation of the Temkin's adsorption isotherm:

$$C_s = K_1 + K_2 \ln C_e$$

C_s is the surface concentration; K_1 and K_2 are sorption constants; C_e is the equilibrium concentration.

Open Circuit Potential Measurements

Open circuit potential measurements were carried out for cooling water in the absence and presence of the PBTCA inhibitor. It is apparent from (Figure 6) that the open circuit potential of pure cooling water in the absence of the inhibitor decreases rapidly with time and finally reaches a steady state value. This variation of open circuit potential with time reveals the corrosivity of the water on the carbon steel. However, in the presence of PBTCA inhibitor the steady state potential is shifted more towards the noble direction by increasing the concentration of the inhibitor (Figure 6). The effect of mixtures of constant concentration of

PBTCA and different concentrations of PVP on the steady state potential was investigated as shown in (Figure 7). It is quite obvious that these mixtures exhibit a slight effect on the steady state towards the noble potential compared to pure PBCTA solution which shows a significant effect on the steady state potential shifted to more positive potential.

Potentiodynamic Polarization Measurements

The anodic and cathodic behavior of carbon steel in cooling water containing PBTCA inhibitor at different concentrations is illustrated in (Figure 8). It was found that an increase in the concentration of PBTCA causes a significant shift in the corrosion potential towards nobler region and the magnitude of the displacement of the Tafel plot is proportional to the concentration of PBTCA inhibitor. The cathodic inhibition of this compound is also quite obvious which means that PBTCA is mainly a cathodic inhibitor. (Table 2) depicts the electrochemical corrosion parameters for cooling water containing different concentrations of PBTCA. These parameters include: current densities ($I_{corr.}$), corrosion potential ($E_{corr.}$), the cathodic Tafel slope (β_c), the anodic Tafel slope (β_a) and the corrosion rate ($C.R.$). It is evident from the values shown in this table that both the corrosion current and the corrosion rate are strongly reduced with an increase in the concentration of PBTCA, which is indicative of the pronounced inhibition effect of this compound. The inhibition effects of mixtures of PVP and PBTCA were also investigated using potentiodynamic polarization measurements. (Figure 9) shows the effect of the addition of different concentrations of PVP to fixed concentration of PBTCA. It is evident from the results obtained that the carbon steel corrosion inhibition has been considerably improved upon using mixtures PVP and PBTCA. The relative electrochemical parameters are shown in (Table 3). The data indicated clearly that the corrosion current and the corrosion rate both decrease on increasing the concentration of PVP in the mixture. A synergistic effect which usually enhances the corrosion inhibition has resulted from a mixture of 100 ppm of PBTCA with 0.01 M PVP. This type of mixture exhibits both anodic and cathodic inhibition effects, however, the latter effect is much more pronounced. It is interesting to note that the potentiodynamic measurements reveal that the mechanism of inhibition is due to the adsorption of the inhibitor species on the surface of the carbon steel. Consequently, the adsorbed species form a film which will protect the metal. These results are in accordance with the results obtained by weight loss measurements and linear polarization measurements and also in agreement with the results noted by other workers (19).

It can be concluded that PVP and PBCTA act as corrosion inhibitors in cooling water for carbon steel. The inhibiting properties were investigated for PBCTA alone and mixed with PVP. The corrosion properties were determined using the weight loss technique, open circuit potential measurements, and potentiodynamic techniques. The inhibition efficiency at different inhibitor concentrations was found to increase with increasing (PBCTA) concentration. A synergic effect was observed and a protection efficiency of 96.7% was achieved when the polymeric compound polyvinylpyrrolidone (PVP) was added to the PBCTA solution.

Figure (2) shows the relationship between the concentration and efficiency, when increased the concentration the efficiency increased until reach to level when increase the concentration the efficiency remain not increased or the increasing very slight, in order to not economic when addition more concentration compare with slight increasing in efficiency. Figure (3) shows the best efficiency at 23 °C.

Table-1: Typical Make-up Water Analysis at PH= 7

Sr. No.	Test	Results In ppm
1	Total Dissolved Solids (T.D.S.)	3320
2	Calcium Hardness as CaCO_3	820
3	Magnesium Hardness as CaCO_3	480
4	Total Hardness as CaCO_3	1300
5	Phenolphthalein Alkalinity as CaCO_3	NIL
6	Methyl Orange Alkalinity as CaCO_3	190
7	Chloride [Cl^-]	1420
8	Sulfate [SO_4^{2-}]	770
9	Silica [SiO_2]	26.7
10	Nitrate [NO_3]	12.3
11	Bicarbonate [HCO_3]	231.8
12	Sodium [Na]	700
13	Calcium [Ca]	328
14	Magnesium [Mg]	115.2
15	Potassium [K]	23.5
16	Total Iron [Fe]	0.02
17	Appearance and Odor	Odorless
18	Color	Colorless

Table -2: Electrochemical Corrosion Parameters for Carbon Steel in Cooling Water in Presence & Absence of PBTCA current densities (I_{corr}), corrosion potential (E_{corr}), the cathodic Tafel slope (β_c), the anodic Tafel slope (β_a) and the corrosion rate (C.R.).

PBTCA concentration (ppm)	E_{corr} (V)	I_{corr} mA / cm ²	β_c (V / decade)	β_a (V / decade)	C.R. mmpy
Blank	- 0.663	0.109	1.11	0.1663	2.54
40	- 0.605	0.048	1.227	0.139	1.14
60	- 0.4772	0.028	0.40	0.1582	1.06
100	- 0.455	0.009	0.14	0.1089	0.20

Table-3 :Electrochemical Corrosion Parameters for Carbon Steel in Cooling Water For Mixture Different Concentrations of (PVP) with 100 ppm of (PBTCA)

PVP concentration (M)	E_{corr} (V)	I_{corr} mA / cm ²	β_c (V / decade)	β_a (V / decade)	C.R. mmpy
Blank	-0.663	0.109	1.11	0.1663	2.54
2×10^{-4}	-0.633	0.053	0.89	0.15	1.26
1×10^{-3}	-0.673	0.041	0.68	0.16	0.68
1×10^{-2}	-0.638	0.034	0.18	0.16	0.15

Table-4: Weight loose of carbon steel at different efficiency & concentration of PVP with 100 ppm BPTCA at 23 °C

Efficiency %	Concentration PVP	Weight Loose
97	0.015	1.5232
97	0.01	1.5211
95	0.005	2.5312

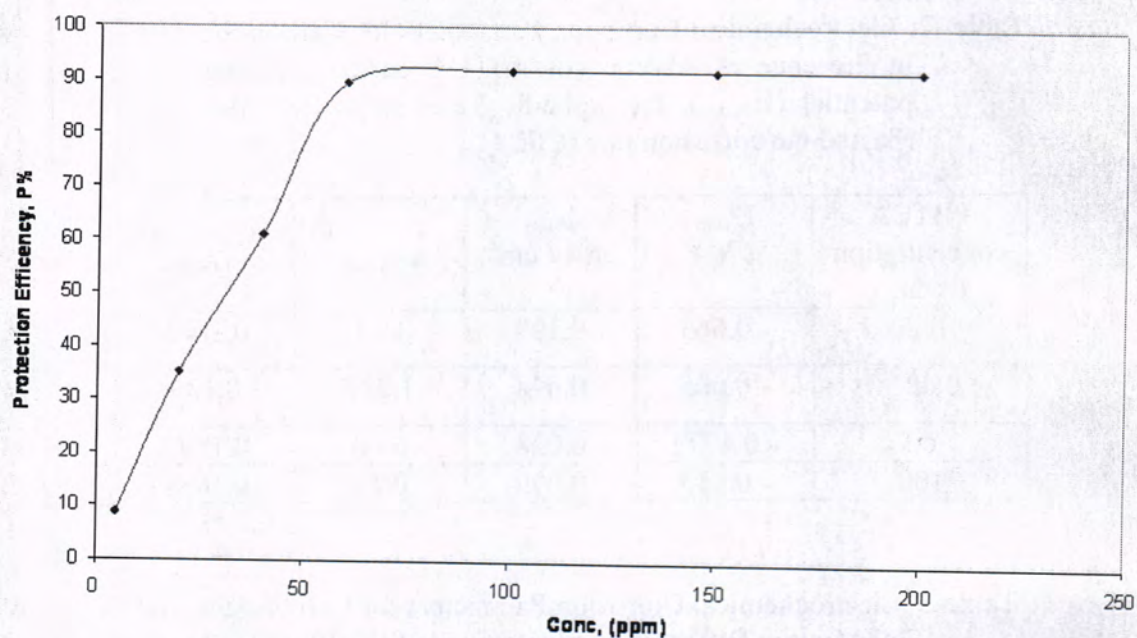


Figure-1. Effect of the concentration of PBTCA on the protection efficiency of carbon steel in cooling water at 23 °C

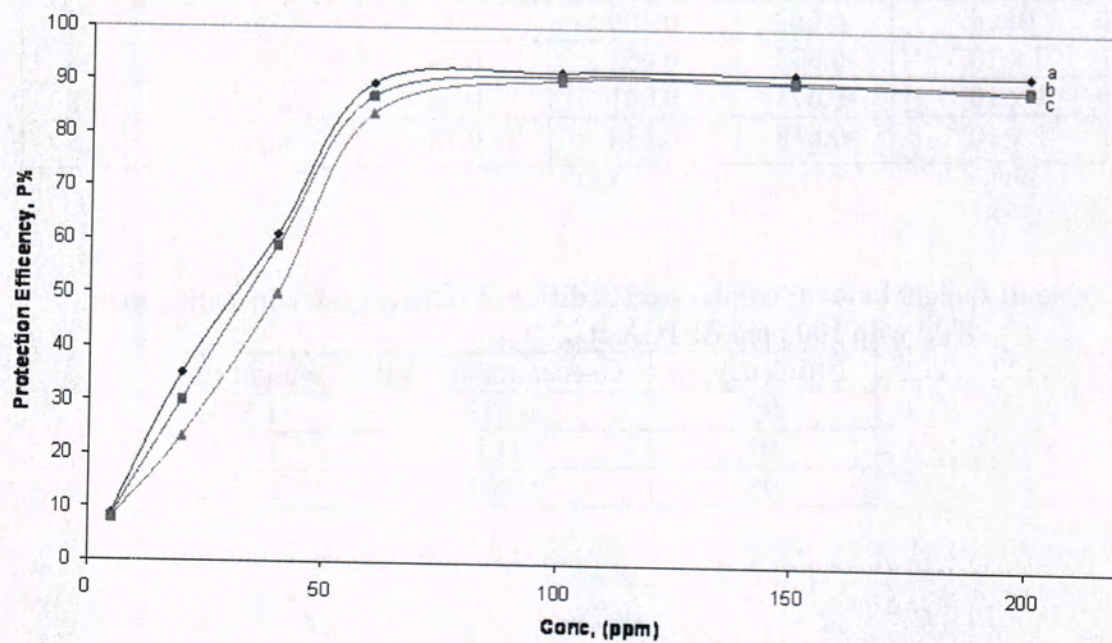


Figure- 2: Variation of the protection efficiency with the concentration of PBTCA for carbon steel in cooling water: (a) 23, (b) 40, and (c) 60 °C

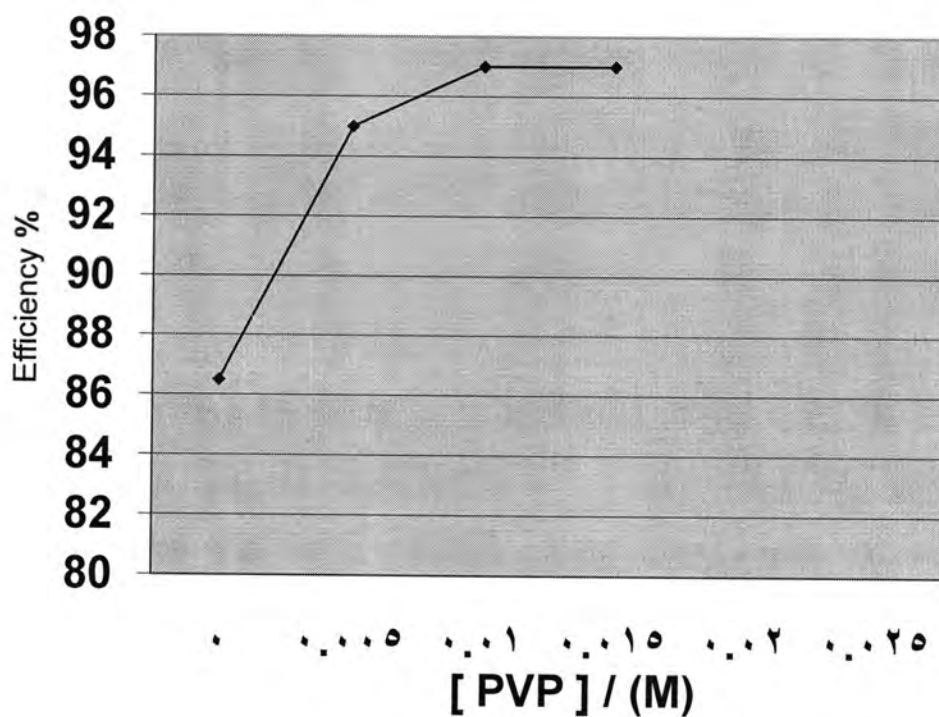


Figure -3: Effect of the concentration of mixture of 0.01 PBTCA with different concentration of PVP on the protection efficiency of carbon steel in cooling water at 23 °C

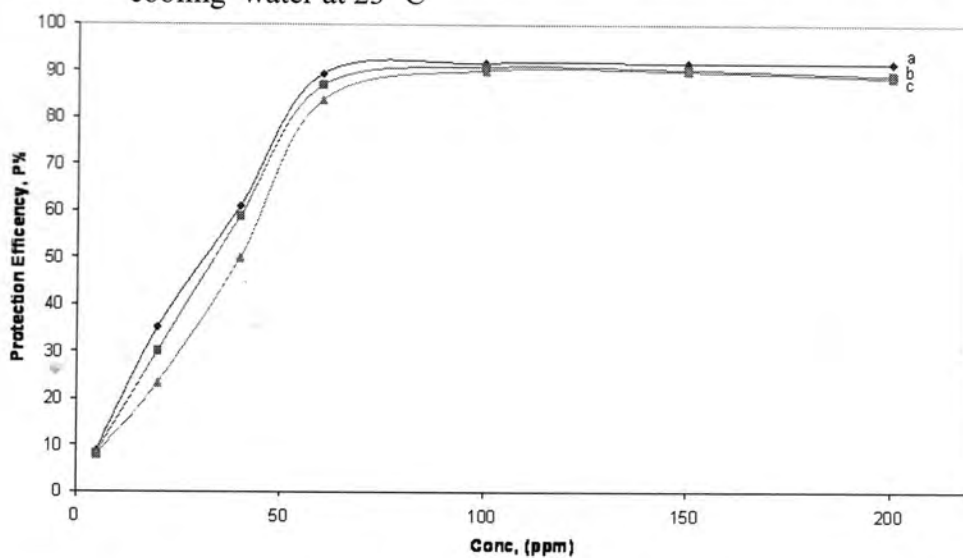


Figure 4. Variation of the protection efficiency with the concentration of PBTCA for carbon steel in cooling water: (a) 23 °C, (b) 40 °C, and (c) 60 °C.

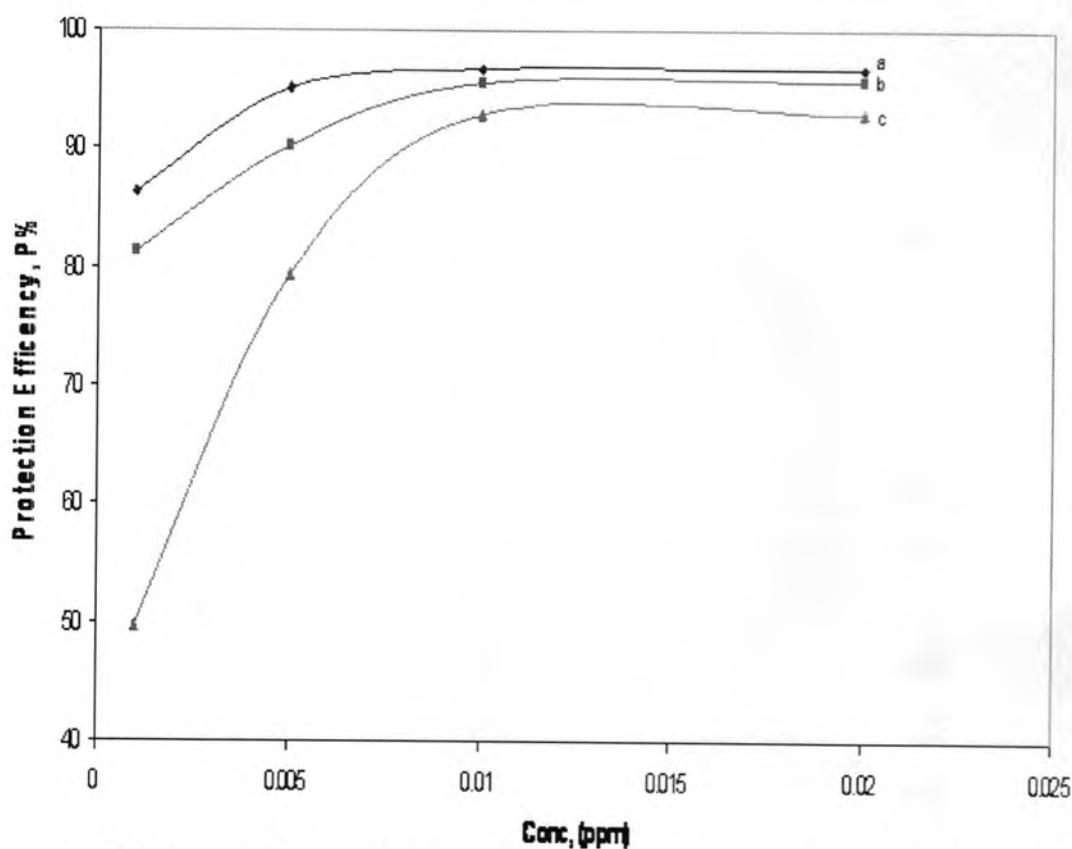


Figure -5: Variation of the protection efficiency with the concentration of mixture of (100 ppm PBTCA with different concentration of PVP) for carbon steel in cooling water at different temperatures: (a) 23, (b) 40, and (c) 60 °C

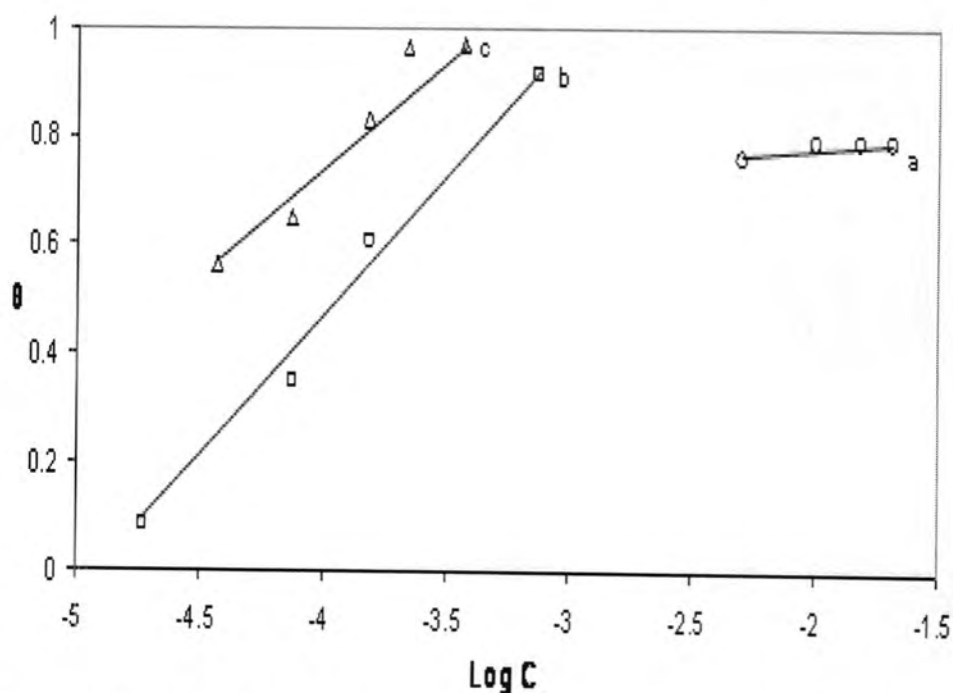


Figure-6: Temkin adsorption isotherm at 23 °C: (a) PVP, (b) PBTCA, (c) Mixture (PBTCA with 0.01 M PVP)

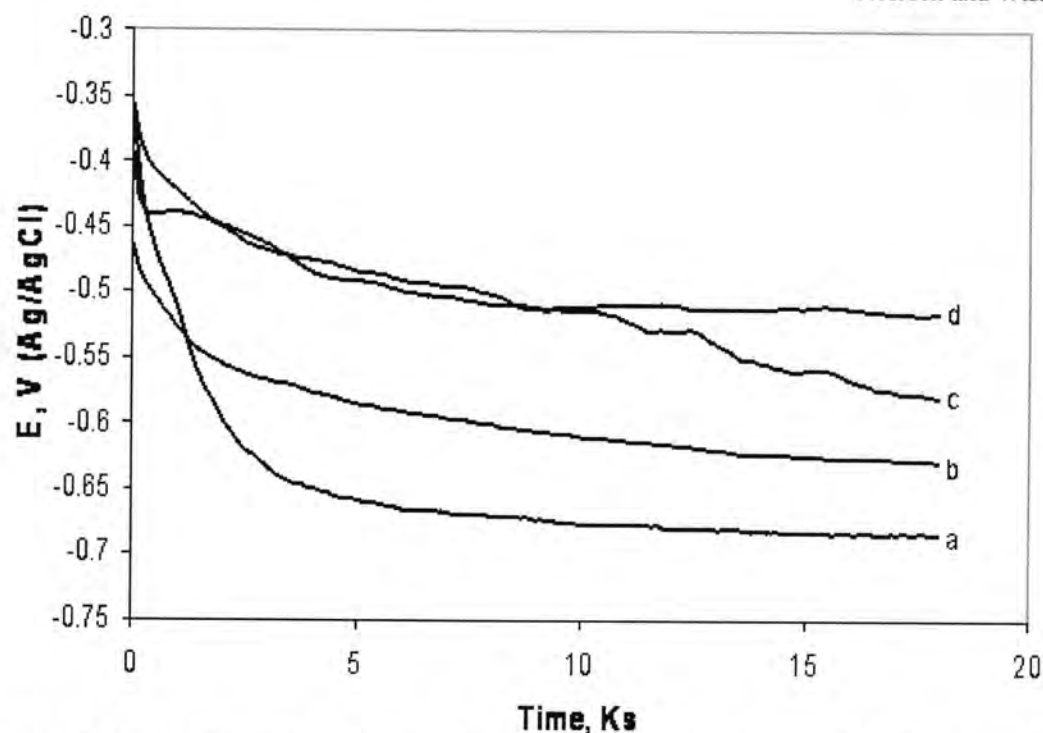


Figure-7: Potential vs time plot for carbon steel in cooling water in the absence and in the presence of different concentrations of PBTCA: (a) Blank, (b) 20 ppm, (c) 60 ppm, and (d) 100 ppm

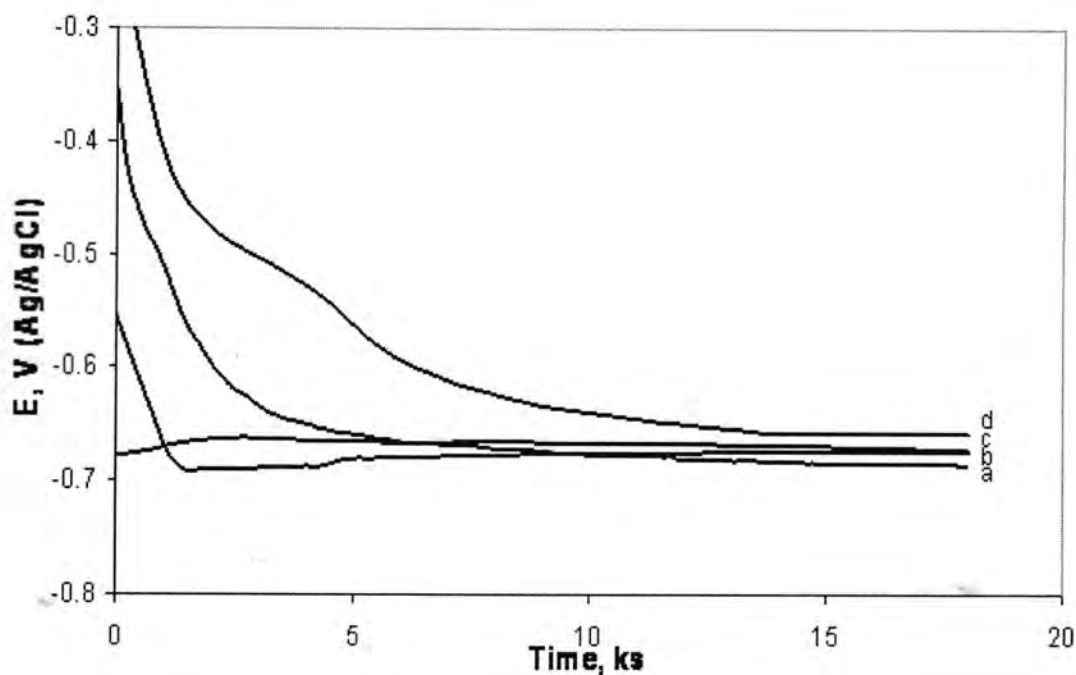


Figure-8: Potential vs time plot for carbon steel in cooling water in the absence and in the presence of mixture of (PVP + PBTCA) with different concentration of (PVP) and 100 ppm of (PBTCA): (a) Blank, (b) 1×10^{-4} M PVP + 100 ppm PBTCA, (c) 1×10^{-3} M PVP + 100 ppm PBTCA, (d) 1×10^{-2} M PVP + 100 ppm PBTCA at 23 °C

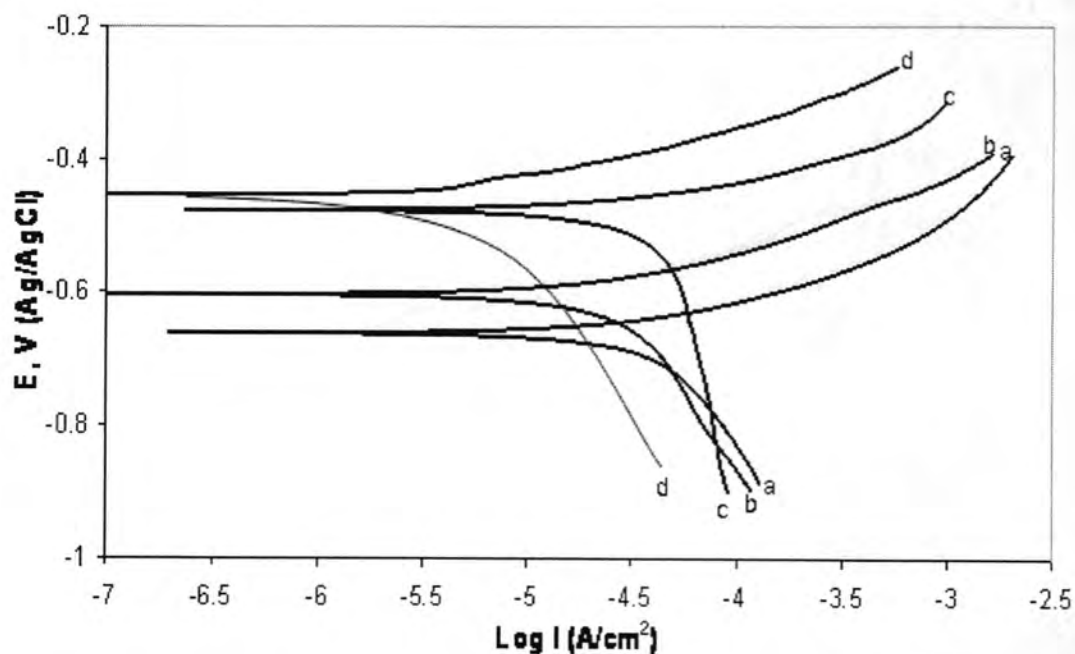


Figure -9: Polarization curves of carbon steel in cooling water in the absence and in the presence of different concentration of (PBTCA): (a) blank, (b) 20 ppm, (c) 60 ppm, and (d) 100 ppm at 23 °C

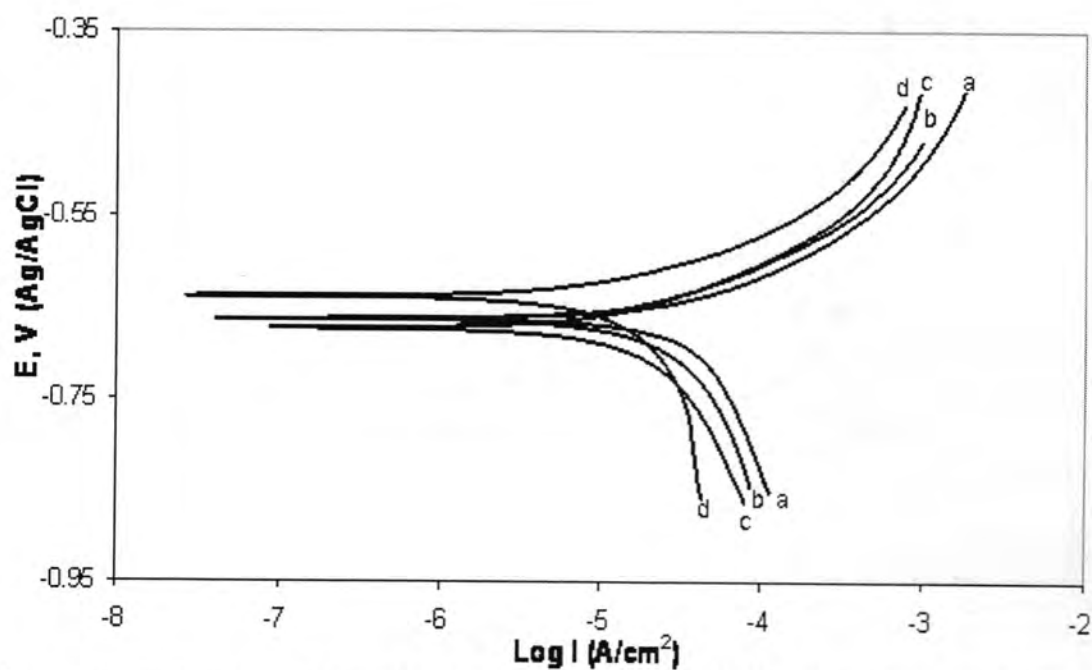


Figure -10: Effect of addition of different concentration PVP with 100 ppm PBTCA on the polarization curves of carbon steel in cooling water: (a) blank, (b) 2×10^{-4} M PVP + 100 ppm (PBTCA), (c) 1×10^{-3} M PVP + 100 ppm PBTCA, (d) 1×10^{-2} M PVP + 100 ppm PBTCA

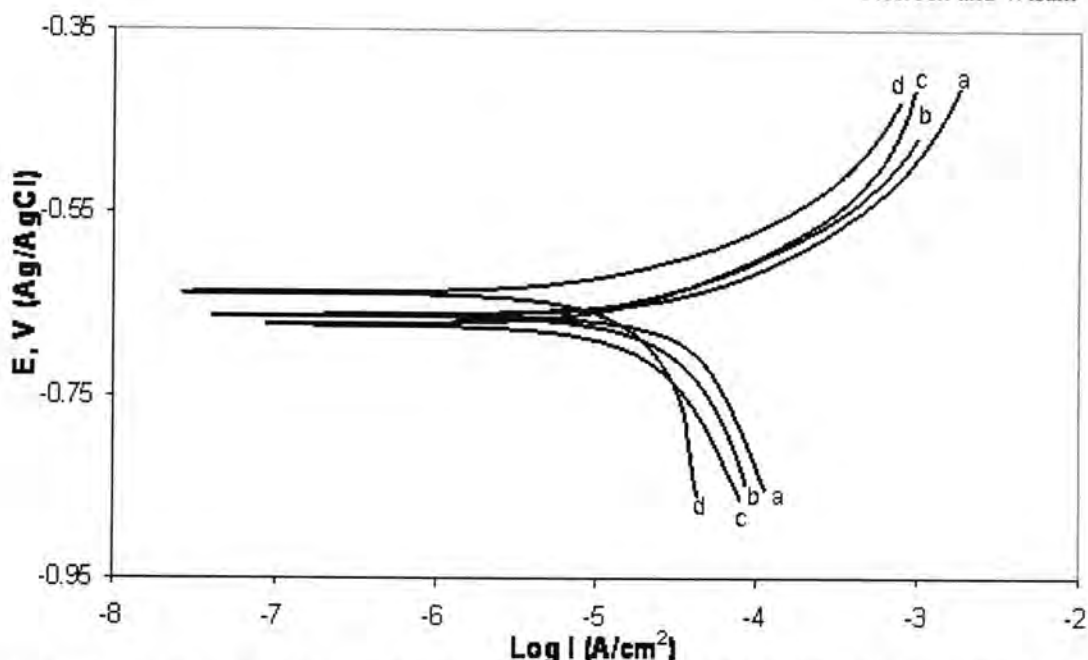


Figure- 11: Effect of addition of different concentration PVP with 100 ppm PBTCa on the polarization curves of carbon steel in cooling water:(a) blank, (b) 2×10^{-4} M PVP + 100 ppm (PBTCa), (c) 1×10^{-3} M PVP + 100 ppm PBTCa, (d) 1×10^{-2} M PVP + 100 ppm PBTCa

REFERENCES

1. Bofardi, B. P. "Cooling Water Treatment for Highly Supersaturated CaCO_3 Environment", Proceedings of 8th SEIC, Ann. Univ. Ferrera (Italy), Pp. 503. (1995).
2. Gonzales, Y., Lafont, M.C., Pebere, N. and Moran, F. "Corrosion Inhibition Study of a Carbon Steel in Chloride Solutions by Electrochemical Techniques and Surface Analysis", Proceedings of 8th SEIC, Ann. University Ferrera, N.S.Sez., V. Suppl., **10**, Pp. 453. (1995).
3. Eswaran, M. S. and Mathur, P. K. "Physico-chemical Evaluation of Corrosion Inhibitors for Carbon Steel Used in the Process Cooling Water Systems", Corrosion Science, **38**, 1783–1790. (1996).
4. Awad, S. A., and Kamel, M. Kh. "Mechanism of Corrosion-Inhibition and Corrosion-Promotion of Zinc by Phosphate Ions", Journal of Electroanalytical Chemistry, **24**, 217–225. (1970).
5. Bohnsack, G., Geffers, H., Kallfass, H. and Radt, W. "Process for Preventing Corrosion and Scale Formation in Water Recirculating Systems by Adding Phosphonocarboxylic Acids or their Salts", U.S.

- Patent 4,057,511, November, (1977). (Assigned to Bayer AG, Germany).
6. Kalman, E. "Inhibitors of Low Toxicity for Aqueous Solution", Proceedings of 7th SEIC, Ann. Univ. Ferrera, N.S., Sez. V. supply, **9**, Pp. 745. (1990).
 7. Marshall, A. "An Effective Corrosion Inhibitor Formulation for Use in Naturally-Soft or Artificially-Softened Waters", Corrosion Prevention and Control, February, Pp. 5. (1983).
 8. Desai, M. N., Thakar, B. C. and Chhaya, P. M. "The Inhibitor Effectiveness of Polyamines and Ethanolamine for Acid Corrosion of Al", Corrosion Science, **19**, Pp. 9. (1979).
 9. Abo El-Khair, B. M. and Ateya, B. G. "Triphenyl Tetrazolium Chloride as Corrosion Inhibitors for Iron in Acid Solutions", Corrosion Prevention and Cont., **28**, Pp. 4. (1981).
 10. Gauup, R. H. and Nygren, Jr. "Polyphosphate-Phosphonic-Polyacrylic Acid Compositions", U.S. Patent 3,992,318, November (1976). (assigned to Drew Chemical Corporation).
 11. Sexsmith, D. R. "Phosphate-Phosphonate-Polymaleic Acid Compositions", U.S. Patent 4, 105, 51976. 81, August (1978). (Assigned to Drew Chemical Corporation).
 12. Kallfass, H., Rasp, C. and Schliebs, R. "Phosphonocarboxylic acid Compositions as an Inhibitor in Water Carrying Systems", U.S Patent 4, 026, 815; May (1977). (assigned to Bayer AG, Germany).
 13. Shim, S.H., Bakailik, D. P., Johnson Donald, A., Yang, B. and Frank, F. "Corrosion Inhibitor Mixtures with a Dispersant and Silicate for Steel Protection in Water Cooling Systems", USA, U.S. Patent 5589106, December (1996). (Assigned for Nalco Chemical Company).
 14. Oldsberg, M. T. and Busch, B. D. "Corrosion Inhibitors with Organophosphorous Compounds for Protection of the Galvanized Steel in Aqueous Systems", U.S. Patent 6,468,470, October (2002).
 15. Ali, S. A. and Saeed, M. T. "Synthesis and Corrosion Inhibition Study of Some 1, 6- Hexanediamine-based *N, N* Diallyl Quaternary

- Ammonium Salts and their Polymers", *Polymer*, **42**, 2785–2794. (2001).
16. Ajmal, M., Mideen, A. S. and Quraishi, M. A. "2-Hydrazono 6 Methylbenzenothiazole as an Effective Corrosion Inhibitor of Mild Steel in Acid Solutions", *Corrosion Science*, **36**, Pp. 79. (1994).
 17. Farooqi, I. H., Qurashi, M. A. and Saini, P. A. "Study of Low Cost Eco-Friendly Compounds as Corrosion Inhibitors for Cooling systems", *Anti-Corrosion Methods and Materials*, **46**, 32–33. (1999).
 18. Amlraj, A., John, S. M., Regis, A., Pascal, P. and Rajendran, S. "Corrosion Inhibition by Polyninylpyrrolidone", 9th European Symposium on Corrosion Inhibitors, vol.1, 407–414. (2000).
 19. Mary, A., Franson, M., Arnold, E., Greenberg, R., Trussell, R. and Lenore, S.: American Public Health Association, 16th edn. Clesceri, Washington, D. C. USA., Pp, 1268. (1985).

Investigation of Magnetic Saturation In Central Iron Plate of Triplet Electron Lens

Abdoun K. Al-Saady¹; Muhssen S.E. Al-Amshani²; Saadi Raheem Abs Al-Saadi³

¹Department of Physics, College of Science, Kerbala University

^{2,3}Department of Physics, College of Education, Al-Mustansiriya University

Received 20/1/2009 – Accepted 16/3/2009

الخلاصة

في هذا البحث تتكون العدسة الالكترونية المغناطيسية المسطوية الثلاثية (تحت الدراسة) من ثلاث عدسات مختلفة في التصميم الهندسي جعلت جنباً إلى جنب بحيث يشكل جمع كل صفيحتين صفيحة حديد مركزية . لقد درس تمغنط صفيحتي الحديد المركزية في نقاط مختلفة بواسطة بعض البرامج الحاسوبية . تكمن أهمية هذا البحث في معرفة فولتية التشغيل المناسبة للحفاظ على أفضل الخواص البصرية وتقليل تسرب الفيض المغناطيسي .

ABSTRACT

In this research , the triplet projector magnetic electron lens under consideration consists of three different geometrical shape lenses mounted back to back , where that the combination of the two back plates of this lens forms the central iron plate . The magnetization of the two central iron plates has been investigated at different points with the aid of some computer programs.

The significance of the present work lies in knowing the proper operating voltage to maintaining the favorable focal properties and reducing any magnetic flux leakage.

INTRODUCTION

A triplet projector magnetic electron lens ^[1,2] consists of three magnetic lenses mounted back to back . The first and second lenses are separated by the central iron plate , and so are the second and third lenses . The three lenses may be identical ^[3] or different ^[4] in the geometric design .

One of the characteristic features of magnetic lenses is the rotation of the image about the optical axis as the imaging electron beam traverses the lens magnetic field ^[5] . The rotation angle θ is given by the following equation ^[6] :

$$\theta = 0.1863 (NI / V_r^{1/2}) \dots\dots\dots(1)$$

where NI is the number of ampere- turns and V_r is the relativistically corrected acceleration voltage . The above equation shows that the direction of rotation depends on the direction of the current in the coil .

The image rotation about the optical axis is undesirable in the transmission electron microscopes , since the image direction changes with the current of the lens , the image rotation makes it difficult to establish a correlation between the image and the object in detail at different magnifications ^[7] .

The magnetic saturation in central iron plate of a triplet projector lens has not been given a fair share of attention in the literature . Hence the present work is mainly concerned with the magnetic saturation at different parts of a test triplet projector lens .

THEORETICAL PART

Figure 1 shows a cross-section of the triplet projector lens reported by Al-Saady and Al-Shummary^[8]. The thickness of the two central iron plates are 20 mm and 32 mm respectively . The two central iron plates and all lens dimensions are supposed to be of soft iron which become magnetically saturated at 1.8 tesla .

The magnetic flux density B at any point of the iron plates is the resultant of the axial and radial components of the magnetic field B_z and B_r respectively^[5]; i.e

$$B = (B_z^2 + B_r^2)^{1/2} \quad \dots\dots\dots(2)$$

The triplet projector lens can be operated at different operational modes .The one mode , when the excitation NI_1 of the first lens of the triplet lens is equal and opposite in direction to the excitation NI_2 of the second lens , i.e $NI_1 = - NI_2$ the flux produced by one lens will be added to the flux produced by the other lens in the central iron plate . In the other mode , $NI_1 = + NI_2$ their fluxes will oppose each other in the central iron plate ; therefore there will be no problem of magnetic saturation in the central iron plate at all excitations provided .

In the present paper , the magnetic saturation in the two central iron plates of the triplet projector lens is computed when this lens is operated with the one mode by the aid of computer program (Lencova)^[9] using the finite element method (Munro)^[10] .

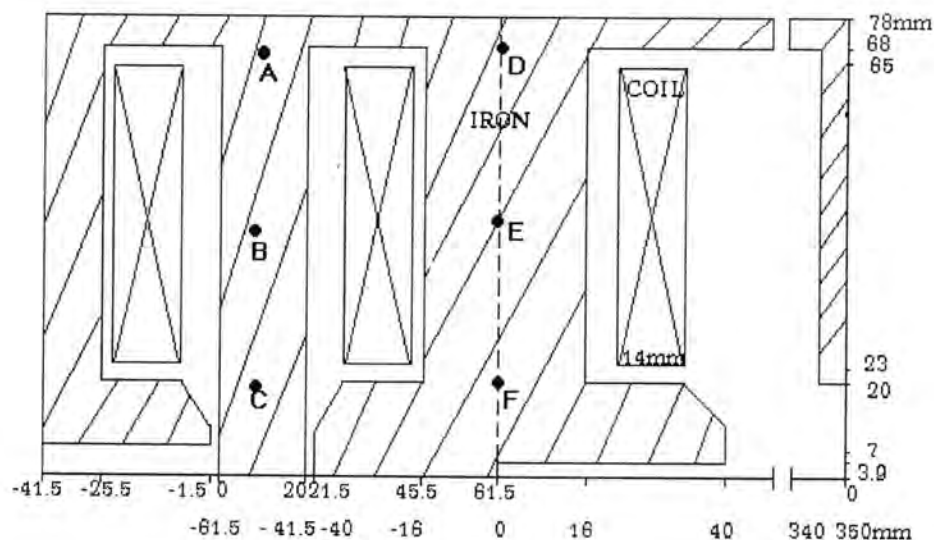


Figure -1: Cross section of the upper half of the triplet projector lens^[8].

RESULTS AND DISCUSSION

Figure 2 shows the variation of magnetic flux density B with the excitation NI in three different regions when the first and second lenses are operated . It is seen that the magnetic flux density in three regions increase with the increase of excitation ; so no magnetic saturation is observed at these points even at high excitations .

The operating voltage V , relativistically corrected accelerating voltage V_r and magnetic flux density B in three positions of the central iron plate when the first and second lenses are operated are illustrated in table 1 . The results have shown that the magnetic saturation does not appear in any region of the central iron plate at all operating voltages

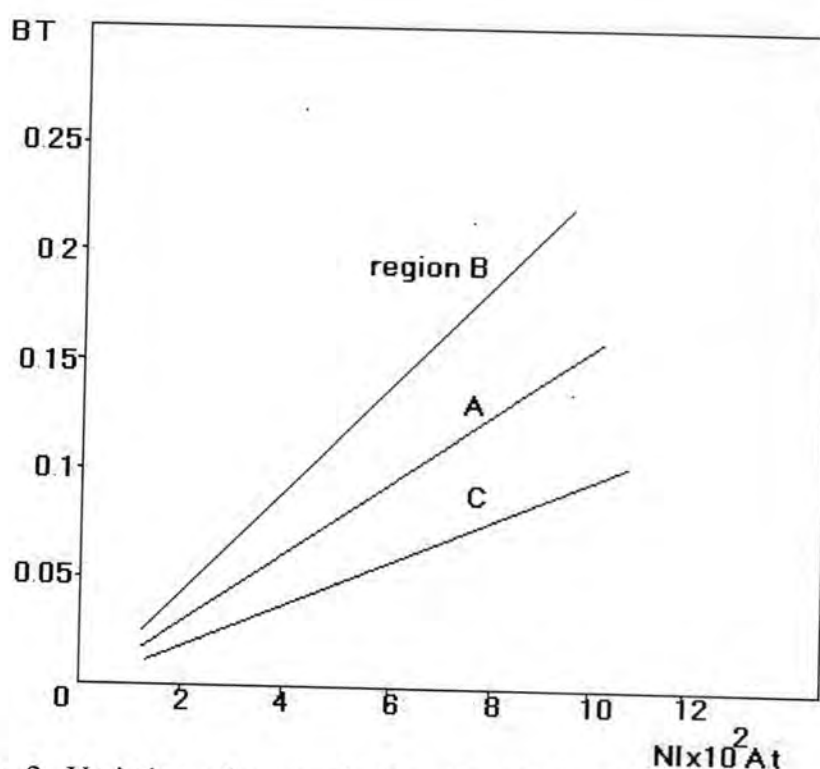


Figure -2: Variation of magnetic flux density B with the excitation NI in three region of the central iron plate when the first and second lenses are operated .

Table-1: Operating voltage V , relativistically corrected accelerating voltage V_r and magnetic flux density B in three regions when the first and second lenses are operated .

V(kV)	V_r (kV)	B (T)		
		A	B	C
100	110	0.0429	0.0522	0.0267
200	240	0.0862	0.1034	0.0622
300	390	0.1056	0.1292	0.0859
400	560	0.1207	0.1432	0.1003
500	750	0.1701	0.2012	0.0125

Figure 3 shows that the magnetic flux density in three different regions when the second and third lenses are operated increases with the increase of excitation. All regions do not reach the magnetic saturation even when there is an increase in excitation.

The results in table 2 have shown that the magnetic saturation does not appear in all regions of the central iron plate at all operating voltages.

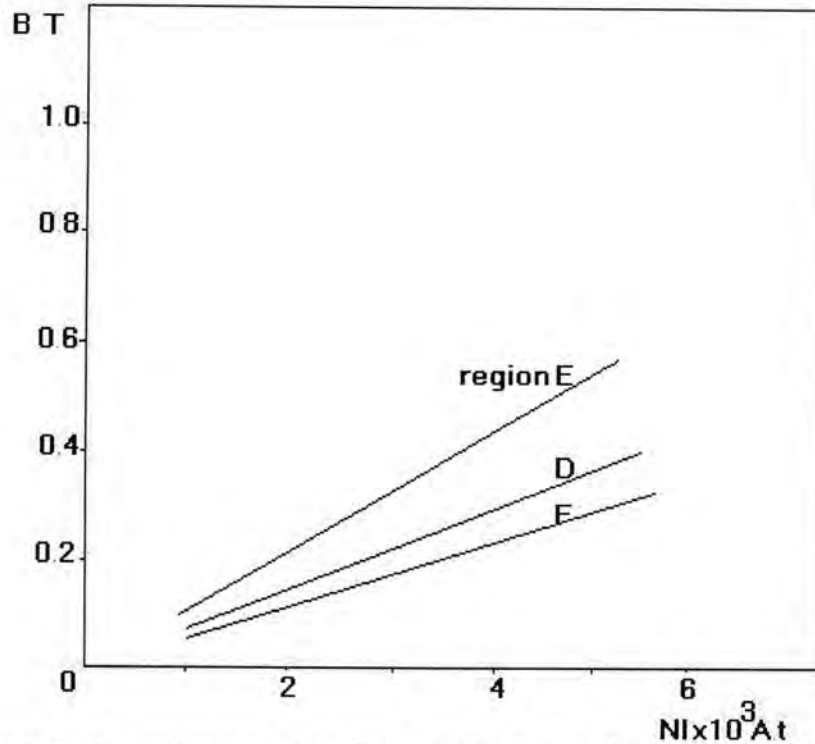


Figure-3: Variation of magnetic flux density B with the excitation NI in three region of the central iron plate when the second and third lenses are operated

Table -2: Operating voltage V , relativistically corrected accelerating voltage V_r and magnetic flux density B in three regions when the second and third lenses are operated.

V(kV)	V_r (kV)	B (T)		
		D	E	F
100	110	0.1207	0.1731	0.0310
200	240	0.1952	0.2159	0.1165
300	390	0.2633	0.3011	0.1792
400	560	0.3064	0.3822	0.2872
500	750	0.3921	0.4488	0.3099

It should be mentioned that the computations of Al-Saady^[11] show that the central iron plate thickness exceeds 10 mm do not reach magnetic saturation condition.

A computations show that the magnetic saturation of the specific thickness of central iron plate must be taken into consideration when the triplet lens is operating at high excitations . Hence , there is no problem when the triplet lens is operating at high voltage electron microscopes .

Therefore , the correct choice of the central iron plate thickness is to be encountered in the design consideration to maintaining the favorable properties of the triplet lens for high voltage electron microscopes .

REFERENCES

1. Al-Saady A.K. A computations of rotation-free and distortion- free triplet projector magnetic lens design , J. Babylon University ,6 , 3 ,589-599 (2001).
2. Al-Abdeen F.S.Z. Rotation and distortion-free with spherical pole pieces triplet projector lens , M.Sc. Thesis , Al-Mustansiriyah University ,Iraq ,(1997).
3. Al-Saady A.K. Optical system design for correction of distortion in the transmission electron microscope , Journal of the University of Karbala , 5 , 1 ,128-135 (2007).
4. Al-Saady A.K. , Al-Shummary B.A.N. , and Al- Shfii T.M.A. A study of projector magnetic lenses properties with different multiple pole pieces designs , Journal of the University of Karbala , 3 , 12 , 30-35,(2005).
5. Al-Nakeshli I.S., Hassan H.S. , and Al-Naimi I.M . Iron magnetization of doublet projector lens , J.Coll.Educ., 4 ,101-111,(1994).
6. Hawkes P.W. Electron optics and electron microscopy (London: Taylor and Francis), (1972).
7. Juma S.M. ,and Mulvey T. Miniature rotation –free magnetic electron lenses for the electron microscope, J. Phys.E: Sci. Instrum. , 11 , 759-764, (1978).
8. Al-Saady A.K. , and Al-Shummary B.A.N. A study of new design for magnetic projector lens without distortion , Journal of the University of Karbala , 2, 7 , 17-23, (2004).
9. Lencova B. Program AMAG for the computation of vector potential distribution in rotationally symmetric magnetic electron lenses by finite element method ,Czechoslovak Acad . Sci . Brno , (1986).
10. Munro E. Computer –aided design electron lenses by the finite element method , Ph.D. Thesis , University of Cambridge , England , UK, (1971).
11. Al-Saady A.K. Magnetization in rotation- free and distortion- free triple projector lenses J. Babylon University, 3, 3, 475-483, (1998).

Conventional Polarization Effects On the Propagated Pulses in Optical Fibers Systems

Hassan A. Yasser
Thi-qar University, Science College

Received 8/9/2008 – Accepted 25/1/2009

الخلاصة

ان ظاهرة تشتت نمط الاستقطاب في النظام البصري تسبب إزاحة مركز النبضة المنتشرة وتعريضها وتغير حالة الاستقطاب الخارجة بالاعتماد على متجه تشتت نمط الاستقطاب العشوائي وحالة الاستقطاب الداخلة. في حين ان ظاهرة الخسارة معتمدة الاستقطاب تسبب تغير قيمة القدرة بالاعتماد على متجه الخسارة معتمدة الاستقطاب العشوائي وحالة الاستقطاب الداخلة. في هذا البحث، تم اقتراح نموذج مطور لجمع الظاهرتين، حيث تضمن النموذج وضع تعبير رياضي للقدرة الناتجة يرتبط بحالة الاستقطاب الداخلة وتوجه المتجهات العشوائية للظاهرتين. أظهرت الدراسة ان قدرة النبضة الناتجة تتذبذب بحدود $\pm 20\%$ وان مركز النبضة يتزحزح بحدود $\pm 3 ps$ لنبضات ذات عرض أولي $5 ps$. كما بينت الدراسة ان حالة الاستقطاب الخارجة تتغير عشوائيا بسبب تلك الظاهرتين.

ABSTRACT

The polarization mode dispersion phenomena in the optical system causes shift of the center of the propagated pulse, pulse broadening, and changing the output state of polarization relying on random polarization mode dispersion vector and the input state of polarization. While, the polarization dependent loss phenomena causes a change of the power value relying on random polarization dependent loss vector and the input state of polarization.

In this paper, an alternative model to combine the two phenomenon has been proposed, also an alternative formula of the output power that is linked to the input state of polarization and orientations of the random vectors of these two phenomenon is presented. The study showed that the output power fluctuates at limits $\pm 20\%$ and pulse center shifts at limits $\pm 3 ps$ for input normalized Gaussian pulse with initial width $5 ps$. Also, the study presented that the output SOP changes randomly due to these phenomenon.

Keywords: PDL, PMD, SOP, PSP, Stokes and Jones spaces.

INTRODUCTION

Polarization mode dispersion (PMD) arises in single mode fiber and fiber optic components due to a small difference in refractive index (birefringence) for a particular pair of orthogonal polarization states [1,2]. This index difference results in a difference in the propagation time called differential group delay (DGD) for waves traveling in these two polarization modes [3]. The propagation of a pulse through a long fiber is very complicated since the birefringence varies randomly along the fiber. However, there are two special orthogonal polarization states, called principal states of polarization (PSP's), at the fiber input for which the output pulse is undistorted to first order, in spite of random changes in fiber birefringence [4,5]. An optical pulse polarized along a

PSP does not split into two parts and maintains its shape. In practice, the launched pulses are rarely polarized along one of PSP's, each pulse then splits into two parts that are delayed with respect to each other by a random amount [6]. PMD induced pulse broadening can move bits outside of their allocated time slots, resulting in errors and system failure in an unpredictable manner [1,5].

The discussion of PMD is based on the assumption that losses of the fiber link do not depend on the state of polarization (SOP) of the signal propagating through it [3]. In practice, this is rarely the case, and all fiber links exhibit some polarization-dependent loss (PDL) [4]. Even though silica fibers themselves have relatively little PDL, the signal passes through a variety of optical components such as isolators, modulators, amplifiers, filters, and couplers, most of which exhibit loss whose magnitude depends on the SOP of the signal [6,7]. Even though the amount of PDL is relatively small for each component, the cumulative effect of all components can produce an output signal whose power may fluctuate depending on its input SOP [8]. For this reason, considerable attention has been paid to studying the PDL effects [9-12]. The polarization dependent loss (PDL) on a linear scale is defined as the ratio between the maximum and minimum attenuation coefficient over all polarization states [1]. PDL describes the polarization dependence of the optical attenuation for different SOP's and can occur concurrently with PMD in fibers [2].

Apart from individual PMD and PDL effects, the combined PMD-PDL interaction can further degrade the system performance [4]. Due to the interference between the fast and slow modes, the combined PMD-PDL interaction makes an optical system more complicated than PMD or PDL alone [10]. It may result in anomalous dispersion and causes additional signal distortion [9]. When PMD and PDL are both present, they interact and must be considered together. It is known that this interaction causes the fast and slow PSP direction to become non-orthogonal [11,12].

In this paper, we increase the level of complexity by investigating how a pulse is affected in a system with both PMD and PDL by considering the effects of the random orientations of the PDL and PMD vectors with respect to the input SOP. Due to the difficulty of the mathematical analysis, we assume that the pulse is Gaussian in form. However, the aim is to study the combined effects of PMD and PDL phenomenon, focusing on its role as a power fluctuation mechanism and SOP variation in fiber optic system.

THEORY

In frequency domain, the action of an optical component exhibiting PMD on an optical field at frequency w can be described in the Jones space as [3]

$$|A_{out}(w)\rangle = T_{PMD}(w) |A_{in}(w)\rangle \quad (1)$$

where $T_{PMD}(w) = \exp(-i \frac{w}{2} \vec{\beta} \cdot \vec{\sigma})$ is the transfer matrix, $\vec{\beta}(w) = [\beta_1(w), \beta_2(w), \beta_3(w)]$ is PMD vector of the optical component in the Stokes space, and $\vec{\sigma} = [\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3]$ is the Pauli spin vector with components [1]

$$\sigma_1 = \begin{bmatrix} 1 & 0 \\ 0 & -1 \end{bmatrix}, \quad \sigma_2 = \begin{bmatrix} 0 & 1 \\ 1 & 0 \end{bmatrix}, \quad \sigma_3 = \begin{bmatrix} 0 & -i \\ i & 0 \end{bmatrix} \quad (2)$$

Note that $\vec{\beta} \cdot \vec{\sigma} = \beta_1 \sigma_1 + \beta_2 \sigma_2 + \beta_3 \sigma_3$ is a 2×2 matrix. The PMD vector $\vec{\beta}(w)$ is, in general, frequency dependent; the first term in the expansion of $\vec{\beta}(w)$ is conventionally referred to as the first order PMD. The PMD vector points in the direction of the fast axis in the Stokes space. Its magnitude, $|\vec{\beta}(w)| = \Delta\tau$, provides the relative delay between the polarization components of the field that are parallel and antiparallel to the PMD vector.

The transfer matrix T_{PDL} of a component exhibiting PDL is not unitary. (Not that, the unitary matrix has the properties: First, $A^\dagger A = A A^\dagger = I$, where the dagger denotes the Hermitian conjugate. Second, the eigenvalues of A must be of unite magnitude and their product must be unity [3]). The optical field after passing through such a component can be written as [4]

$$|A_{out}(w)\rangle = T_{PDL} |A_{in}(w)\rangle \quad (3)$$

where $T_{PDL} = \exp(\frac{\vec{\alpha} \cdot \vec{\sigma}}{2})$, $\vec{\alpha}$ is the PDL vector with magnitude α . In this representation of the PDL matrix, the polarization component of a field that is parallel to $\vec{\alpha}$ experiences a gain ($e^{\alpha/2}$), but the antiparallel component is attenuated by ($e^{-\alpha/2}$). Such a PDL component is said to have a PDL of $[20|\alpha|\log_{10}(e)]$ in decibel units. In general, the PDL vector $\vec{\alpha}$ may be frequency dependent [12]. This will influence the PDL induced waveform distortion effect in an optic link [2]. Considering that such frequency dependent waveform distortion is not so important in a system with realistic parameters [9], we approximate $\vec{\alpha}$ as a frequency independent vector.

Generally, an optical component may exhibit some degree of PMD and PDL at the same time. Calculating the total transfer matrix of

a large number of such components becomes quite complicated. However, noting that any matrix (A) can be decomposed into a unitary matrix and a positive Hermitian matrix in the form $A = T_{PDL} T_{PMD}$ [7], the modeling of a such system can be simplified without loss of generality. More specifically, we can assume that the signal passes through only two components, the first one having only PMD with a transfer matrix $T_{PMD}(w)$ and the second one having only PDL with a transfer matrix T_{PDL} . Therefore, the optical field after passing through such components can be written as

The normalized Gaussian pulse before entering the PMD and PDL components has the form [2]

$$|A_{in}(t)\rangle = e^{-\frac{t^2}{2t_o^2}} |s\rangle \quad (5)$$

where t_o is the initial pulse width, and $|s\rangle$ is the unit Jones vector of the signal. Clearly, the input power can be found using Eq.(5) as $\bar{P}_{in}(t) = \langle A_{in}(t) | \bar{\sigma} | A_{in}(t) \rangle = e^{-t^2/t_o^2} \hat{S}$, where $\hat{S} = \langle s | \bar{\sigma} | s \rangle$ is the input SOP in Stokes space.

The Fourier transform of Eq.(5) takes the form

$$|A_{in}(w)\rangle = \mathfrak{F}\{|A_{in}(t)\rangle\} = \frac{t_o}{\sqrt{2\pi}} e^{-\frac{w^2 t_o^2}{2}} |s\rangle \quad (6)$$

Substituting Eq.(6) into (4) yields

$$|A_{out}(w)\rangle = T_{PDL} T_{PMD}(w) \frac{t_o}{\sqrt{2\pi}} e^{-w^2 t_o^2/2} |s\rangle \quad (7)$$

The output field $|A_{out}(t)\rangle$ can be illustrated using the inverse Fourier transform of Eq.(7) as follows

$$|A_{out}(t)\rangle = \frac{t_o}{\sqrt{2\pi}} T_{PDL} \mathfrak{F}^{-1}\{e^{-i w \bar{\beta} \cdot \bar{\sigma}/2} e^{-w^2 t_o^2/2}\} |s\rangle = e^{-\frac{t^2 + (\Delta\tau/2)^2}{2t_o^2}} e^{\bar{\alpha} \cdot \bar{\sigma}/2} e^{-i \bar{\beta} \cdot \bar{\sigma}/2 t_o^2} |s\rangle \quad (8)$$

Eq.(8) contain the three vectors $\bar{\alpha}$, $\bar{\beta}$, and \hat{S} . Power changes induced on the pulse depend not only on the amounts of PDL and PMD but on the relative orientations of the PDL and PMD vectors with respect to the input SOP. In general, the directions of the vectors $\bar{\alpha}$, and $\bar{\beta}$ do not remain fixed in time and rotate randomly on a slow time scale.

In order to compute the output power and SOP from Eq.(8), we are adopted the following transformation to simplify the mathematical complexity

$$\bar{M} = \frac{1}{2} [\bar{\alpha} - \frac{t}{t_o^2} \bar{\beta}] \quad (9)$$

Note that, the new vector \vec{M} is a random in magnitude and direction. Its value is $M = \frac{1}{2} \sqrt{\vec{\alpha} \cdot \vec{\alpha} + \frac{t^2}{t_o^4} \vec{\beta} \cdot \vec{\beta} - \frac{2t}{t_o^2} |\vec{\alpha}| |\vec{\beta}| \cos \theta}$, where θ is the angle between $\vec{\beta}$ and $\vec{\alpha}$.

The direction of \vec{M} is defined by the unit vector \hat{M} as

$$\hat{M} = \frac{\vec{M}}{M} = \frac{\vec{\alpha} - \frac{t}{t_o^2} \vec{\beta}}{\sqrt{\vec{\alpha} \cdot \vec{\alpha} + \frac{t^2}{t_o^4} \vec{\beta} \cdot \vec{\beta} - \frac{2t}{t_o^2} |\vec{\alpha}| |\vec{\beta}| \cos \theta}} \quad (10)$$

The output power is defined as [12]

$$\vec{P}_{out}(t) = \langle A_{out}(t) | \vec{\sigma} | A_{out}(t) \rangle \quad (11)$$

Substituting Eq.(8) into (11), using (9), and remember that $(e^{\vec{M} \cdot \vec{\sigma}})^\dagger = e^{\vec{M} \cdot \vec{\sigma}}$, yields

$$\vec{P}_{out}(t) = e^{-\frac{t^2 + (\Delta\tau/2)^2}{t_o^2}} \langle s | e^{\vec{M} \cdot \vec{\sigma}} \vec{\sigma} e^{\vec{M} \cdot \vec{\sigma}} | s \rangle \quad (12)$$

With the help of the fact $e^{\vec{M} \cdot \vec{\sigma}} = \cosh(M) + \hat{M} \cdot \vec{\sigma} \sinh(M)$, we can express Eq.(12) as

$$\vec{P}_{out}(t) = e^{-\frac{t^2 + (\Delta\tau/2)^2}{t_o^2}} \langle s | [\cosh(M) + \hat{M} \cdot \vec{\sigma} \sinh(M)] \vec{\sigma} [\cosh(M) + \hat{M} \cdot \vec{\sigma} \sinh(M)] | s \rangle \quad (13)$$

Using the facts [3]

$$\vec{\sigma}(\hat{a} \cdot \vec{\sigma}) = \hat{a} + i\hat{a} \times \vec{\sigma} \quad (14)$$

$$(\hat{a} \cdot \vec{\sigma})\vec{\sigma} = \hat{a} - i\hat{a} \times \vec{\sigma} \quad (15)$$

$$(\hat{a} \cdot \vec{\sigma})\vec{\sigma}(\hat{a} \cdot \vec{\sigma}) = 2\hat{a}(\hat{a} \cdot \vec{\sigma}) - \vec{\sigma} \quad (16)$$

$$\hat{S} = \langle s | \vec{\sigma} | s \rangle \quad (17)$$

$$\langle s | \hat{a} \cdot \vec{\sigma} | s \rangle = \hat{a} \cdot \hat{S} \quad (18)$$

Eq.(13) may be simplified as

$$\vec{P}_{out}(t) = e^{-\frac{t^2 + (\Delta\tau/2)^2}{t_o^2}} [\hat{S} + 2\hat{M} \sinh(M) \cosh(M) + 2\hat{M} \cos \phi_1 \sinh^2(M)] \quad (19)$$

where ϕ_1 is angle between the random vector \hat{M} and the input SOP \hat{S} . It is clear that the terms inside the square brackets are functions of time, DGD, and PDL. To picture the situation more easily, we may write Eq.(19) as

$$\vec{P}_{out}(t) = f(t, \alpha, \Delta\tau) e^{-\frac{t^2 + (\Delta\tau/2)^2}{t_o^2}} \hat{S}_{out} \quad (20)$$

where \hat{S}_{out} and $f(t, \alpha, \Delta\tau)$ are the direction and value of the mathematical expression inside the square brackets.

Eq.(19) represents the general description of the output power and SOP in presence of PMD and PDL. The presence of the parameter α in Eq.(19) represents the effect of PDL on the output power and SOP. Introducing this effect is considered as the main contribution of this paper, because it is a phenomenon that can not be neglected in the study of the evolution of pulses through the optical fibers. It is clear that, when $\alpha = 0$, Eq.(19) must reduce to their PDL free form. This simplest case has been studied in many scientific researchers using different approaches [3,5,6,8].

PMD ONLY

In this case, $\vec{M} = -\frac{t}{2t_o^2} \vec{\beta}$, $|\vec{M}| = \frac{t \Delta\tau}{2t_o^2}$, and $\hat{M} = -\hat{\beta}$, hence, Eq.(19) will be reduced to

$$\begin{aligned} \vec{P}_{out}(t) &= e^{-\frac{t^2 + (\Delta\tau/2)^2}{t_o^2}} [\hat{S} - 2\hat{\beta} \sinh\left(\frac{t \Delta\tau}{2t_o^2}\right) \cosh\left(\frac{t \Delta\tau}{2t_o^2}\right) + 2\hat{\beta} \cos\phi_2 \sinh^2\left(\frac{t \Delta\tau}{2t_o^2}\right)] \\ &= f(t, \Delta\tau) e^{-\frac{t^2 + (\Delta\tau/2)^2}{t_o^2}} \hat{S}_{out} \end{aligned} \quad (21)$$

where ϕ_2 is the angle between the PMD vector $\hat{\beta}$ and the input SOP \hat{S} . If $\vec{\beta} = 0$ then $\vec{P}_{out}(t) = \vec{P}_{in}(t)$, that is; the power and SOP will not be affected in absence of PMD. The output power and SOP are determined by the input SOP, and the direction of PMD and its value $|\vec{\beta}| = \Delta\tau$. The PSP's are the states that are parallel or antiparallel to $\hat{\beta}$, so Eq.(21) takes the form

$$\vec{P}_{out}(t) = e^{-\frac{(t \pm \Delta\tau/2)^2}{t_o^2}} \hat{S} \quad (22)$$

Typically, the input SOP that is parallel or antiparallel to $\hat{\beta}$ will not be changed through the propagation inside optical fiber, but the position of the parallel component will be shifted by $\Delta\tau/2$ and the position of the antiparallel component will be shifted by $-\Delta\tau/2$.

PDL ONLY

In this case, $\vec{M} = \vec{\alpha} / 2$, $|\vec{M}| = \alpha / 2$, and $\hat{M} = \hat{\alpha}$, hence, Eq.(19) will be reduced to

$$\vec{P}_{out}(t) = e^{\frac{t^2}{t_0^2}} [\hat{S} + 2\hat{\alpha} \sinh(\frac{\alpha}{2}) \cosh(\frac{\alpha}{2}) + 2\hat{\alpha} \cos \phi_3 \sinh^2(\frac{\alpha}{2})] = f(\alpha) e^{\frac{t^2}{t_0^2}} \hat{S}_{out} \quad (23)$$

where ϕ_3 is the angle between the PDL vector $\hat{\alpha}$ and the input SOP \hat{S} . The output power and SOP are determined by the input SOP, and the direction of PDL vector and its value α . If $\vec{\alpha} = 0$ then $\vec{P}_{out}(t) = \vec{P}_{in}(t)$, that is; the power and SOP will not be affected in the absence of PDL. Note that, there are two important SOP's which are parallel or antiparallel to the PDL vector $\vec{\alpha}$. For these SOP's, Eq.(23) will be reduced to

$$\vec{P}_{out}(t) = e^{\pm\alpha} e^{\frac{t^2}{t_0^2}} \hat{S} \quad (24)$$

This means that, the power will be affected by the factor $e^{\pm\alpha}$ but the pulse shape and the SOP will not change.

SIMULATION RESULTS AND DISCUSSIONS

The simulation of the transmission has been performed by utilizing the normalized Gaussian pulse, which has initial width 5 ps, the input SOP $\hat{S} = [1 \ 0 \ 0]$, and the vectors $\vec{\beta}, \vec{\alpha}$ are generated randomly. The holding accounts multiple times give different results; this actually describes the physical reality of the optical system because of the randomness.

Fig.(1)-1st column- represents the relationship between the DGD and both peak power and time of peak, whereas the 2nd column refers to the relationship between the angle ϕ_2 and both peak power and time of peak. With increment in DGD, in this case the peak power will be reduced and pulse position may be shifted to left or to right relying on ϕ_2 . Making $\phi_2 = \pi/2$, this implies that the original position will remain constant, but the peak power might suffer a decrease relying on the value of DGD. If $\phi_2 > \pi/2$, this implies that the pulse will advance and conversely if $\phi_2 < \pi/2$. In any way, peak power does not exceed 1 because PMD does not cause an increase in the power.

Fig.(2)-1st column- refers to the relationship between PDL and both the peak power and time of peak, whereas the 2nd column represents the relationship between ϕ_3 and both the peak power and time of peak. Its clear now, the increasing in PDL implies to fluctuate peak power, but the peak position will not be affected. The amount of changing in peak power is controlled by the angle ϕ_3 . Making $\phi_3 = \pi/2$

leads to no power change, but making $\phi_3 > \pi/2$ will decrease the peak power and conversely if $\phi_3 < \pi/2$.

Fig.(3) illustrates peak power as a function of time of peak. The exclusion of the effects of PMD and PDL implies to firm the peak power and its position. The impact of PMD leads to change peak power and its location at random manner with the survival of the peak does not exceed the value 1. The impact of PDL leads to change the peak power only at random manner. The impact of PDL and PMD together lead to change peak power about 20% and change the time of peak about $\pm 3ps$. Briefly, the addition of PDL effect causes to increase peak power randomness but not the peak position.

Fig.(4) represents the resulting pulses: continuous, discrete, discrete-dotted, and dotted lines represent original pulse, the impact of PMD, the impact of PDL, and the impact of PMD and PDL, respectively. In Fig.(4), nine random cases are calculated, with each one the random angles, DGD, PDL, and the output SOP are declared. It is clear from the figure that the pulse under the influence of PMD controlled by two factors, namely ϕ_2 and DGD. And that controls under the influence of PDL are ϕ_3 and PDL value. The presence of PMD and PDL make the pulse and output SOP subject to the random factors: ϕ_2 , DGD, ϕ_3 , and PDL. The governing all operations are the angles ϕ_2 and ϕ_3 only since the angles ϕ_1 and θ are related with ϕ_2 and ϕ_3 . The $\vec{\beta}$, $\vec{\alpha}$, and \hat{S} are vectors in 3-D Stokes space, which are related with each other through the angles ϕ_2 and ϕ_3 . Table (1) shows the effects of ϕ_2 and ϕ_3 on the peak power and position.

Finally, the effects of PMD are finished if DGD is very small and the fact that $\phi_2 = \pi/2$, and the effects of PDL are finished if PDL is very small and the fact that $\phi_3 = \pi/2$. The broadening of the resulting pulse can be greatest when the growing impacts of PMD and PDL and vice versa. On the other hand, we did not include the chart change of SOP so long as: it can be changed randomly, it can not be develop any useful observations.

CONCLUSIONS

The theory is proved that the impact of PDL causes to attenuate or raise the input pulse relying on PDL value and the angle between \hat{S} , and $\vec{\alpha}$. The impact of PMD is to broaden and shift the pulse depends DGD and the angle between $\vec{\beta}$, \hat{S} . The impact of PMD and PDL together leads to more random in pulse width and position. The best case is obtained by making the vectors $\vec{\beta}$, $\vec{\alpha}$, and \hat{S} orthogonal. we can not fail to mention that the virtual orthogonality is not possible

because the vectors $\vec{\beta}$, and $\vec{\alpha}$ are randomly changing in value and direction. In general, we found that the change limits of the power is $\pm 20\%$ and change limits of displacement is $\pm 3ps$.

Table-1: variation of peak position and power due to ϕ_2 and ϕ_3 .

ϕ_2	ϕ_3	peak position	peak power
$\pi/2$	$\pi/2$	no shift	no change
$\pi/2$	$> \pi/2$	no shift	attenuation
$\pi/2$	$< \pi/2$	no shift	amplification
$> \pi/2$	$\pi/2$	shift to left	no change
$> \pi/2$	$> \pi/2$	shift to left	attenuation
$> \pi/2$	$< \pi/2$	shift to left	amplification
$< \pi/2$	$\pi/2$	shift to right	no change
$< \pi/2$	$> \pi/2$	shift to right	attenuation
$< \pi/2$	$< \pi/2$	shift to right	amplification

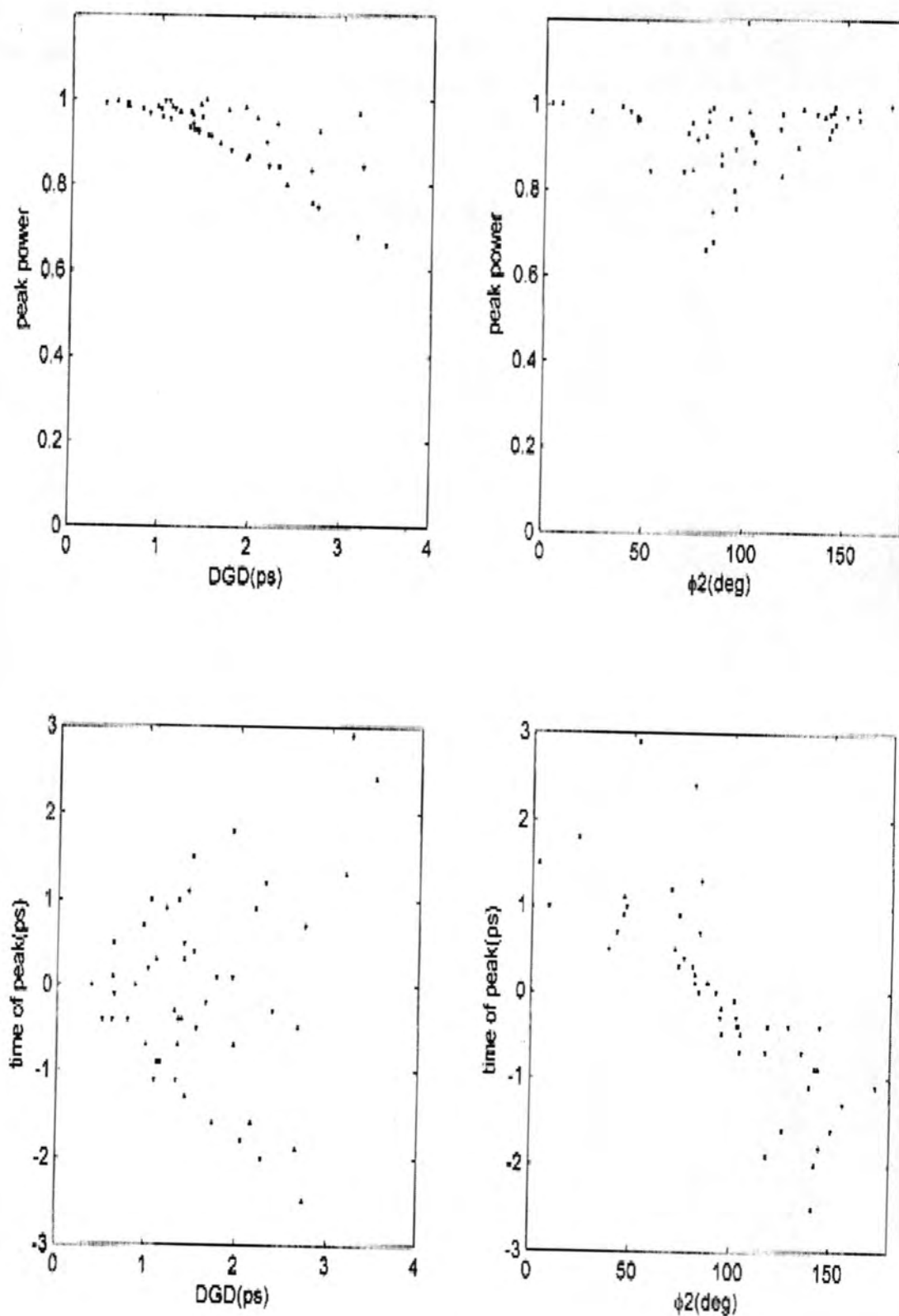


Fig.-1: Top-left: peak power as a function of DGD. Bottom-left: time of peak as a function of DGD. Top-right: peak power as a function of ϕ_2 . Bottom-right: time of peak as a function of ϕ_2 .

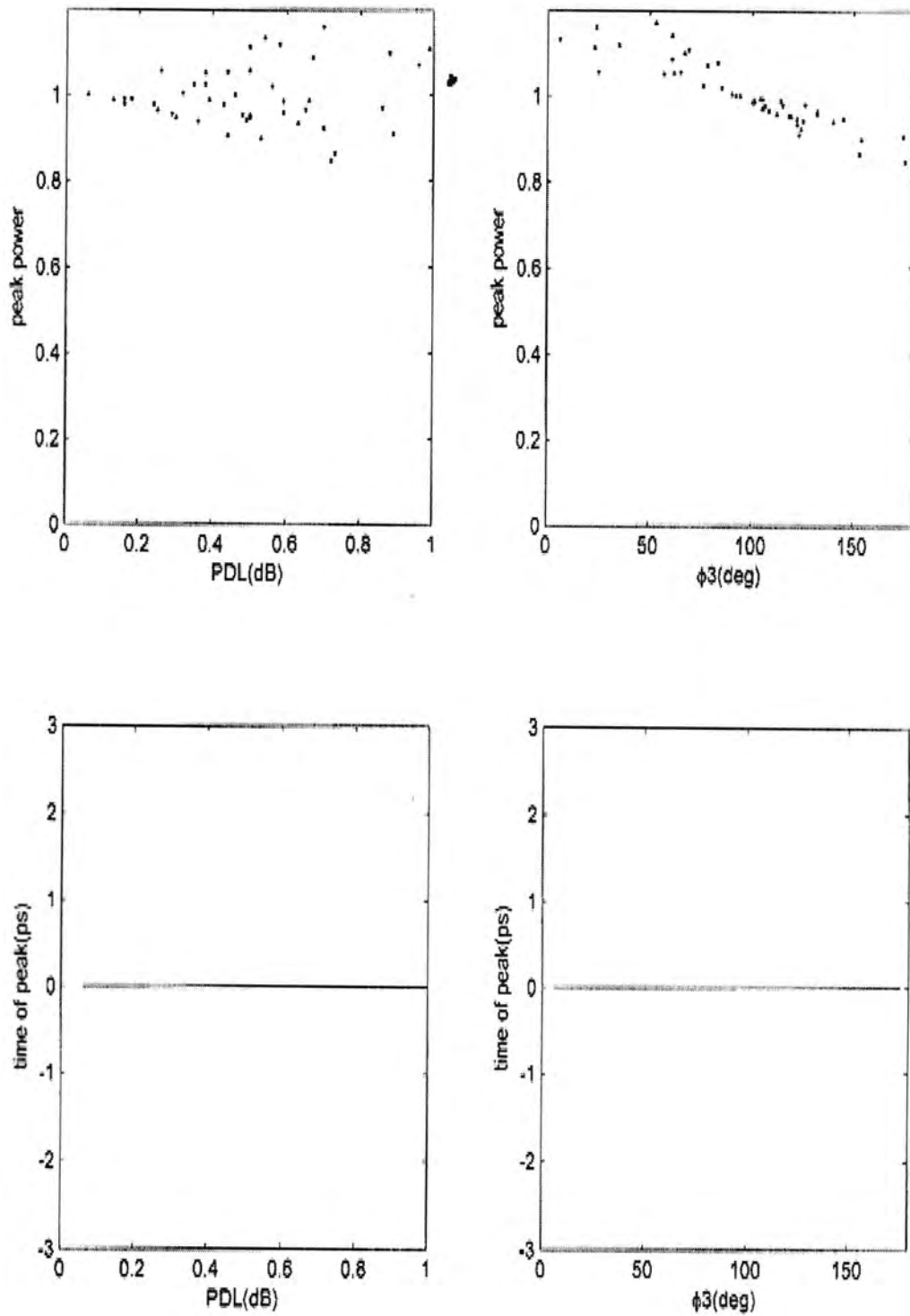


Fig.-2: Top-left: peak power as a function of PDL. Bottom- left: time of peak as a function of PDL. Top-right: peak power as a function of ϕ_3 . Bottom-right: time of peak as a function of ϕ_3 .

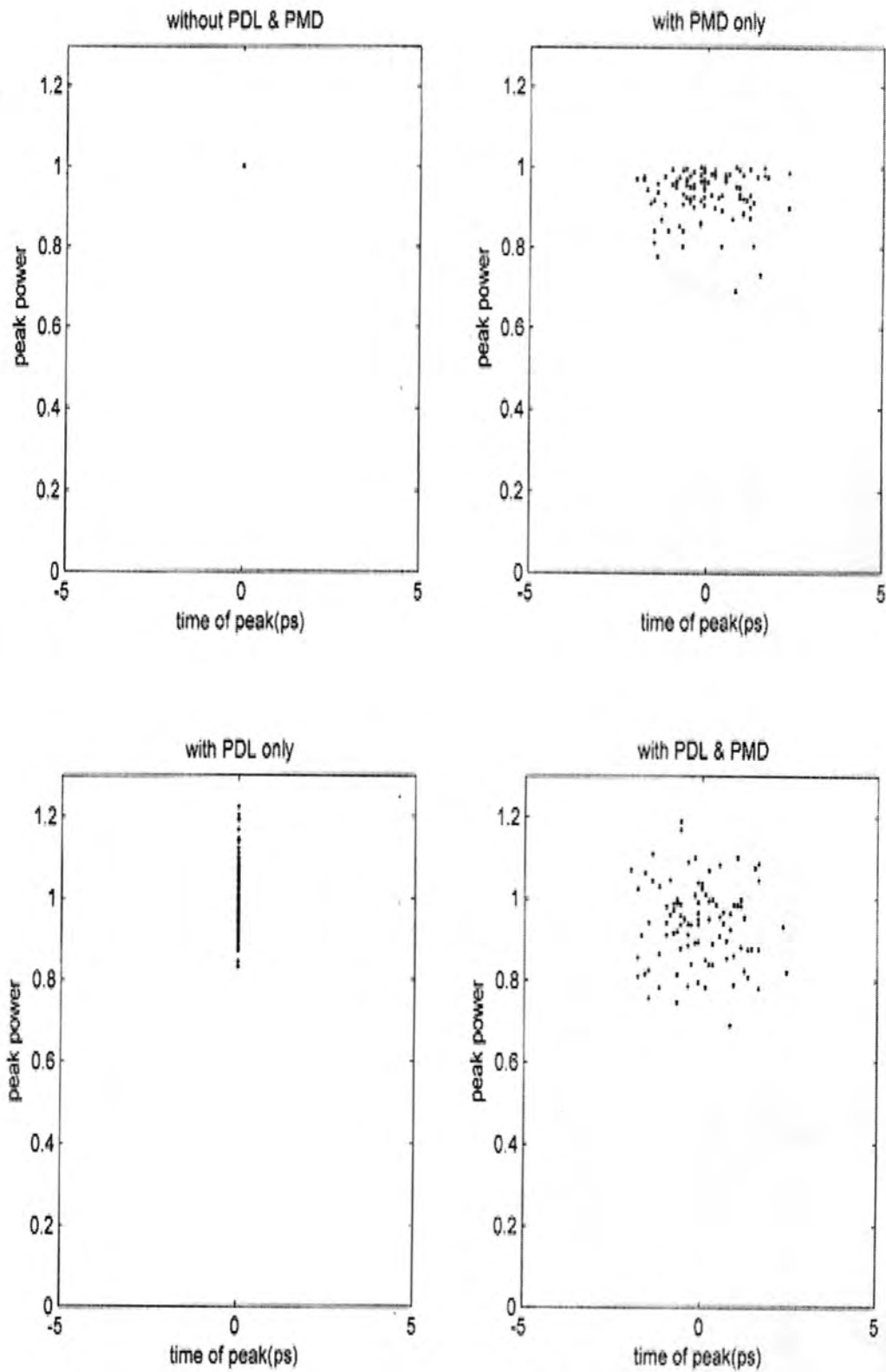


Fig.-3: Peak power as a function of time of peak. Top-left: without PMD and PDL. Top-right: with PMD only. Bottom- left: with PDL only. Bottom-right: with PMD and PDL.

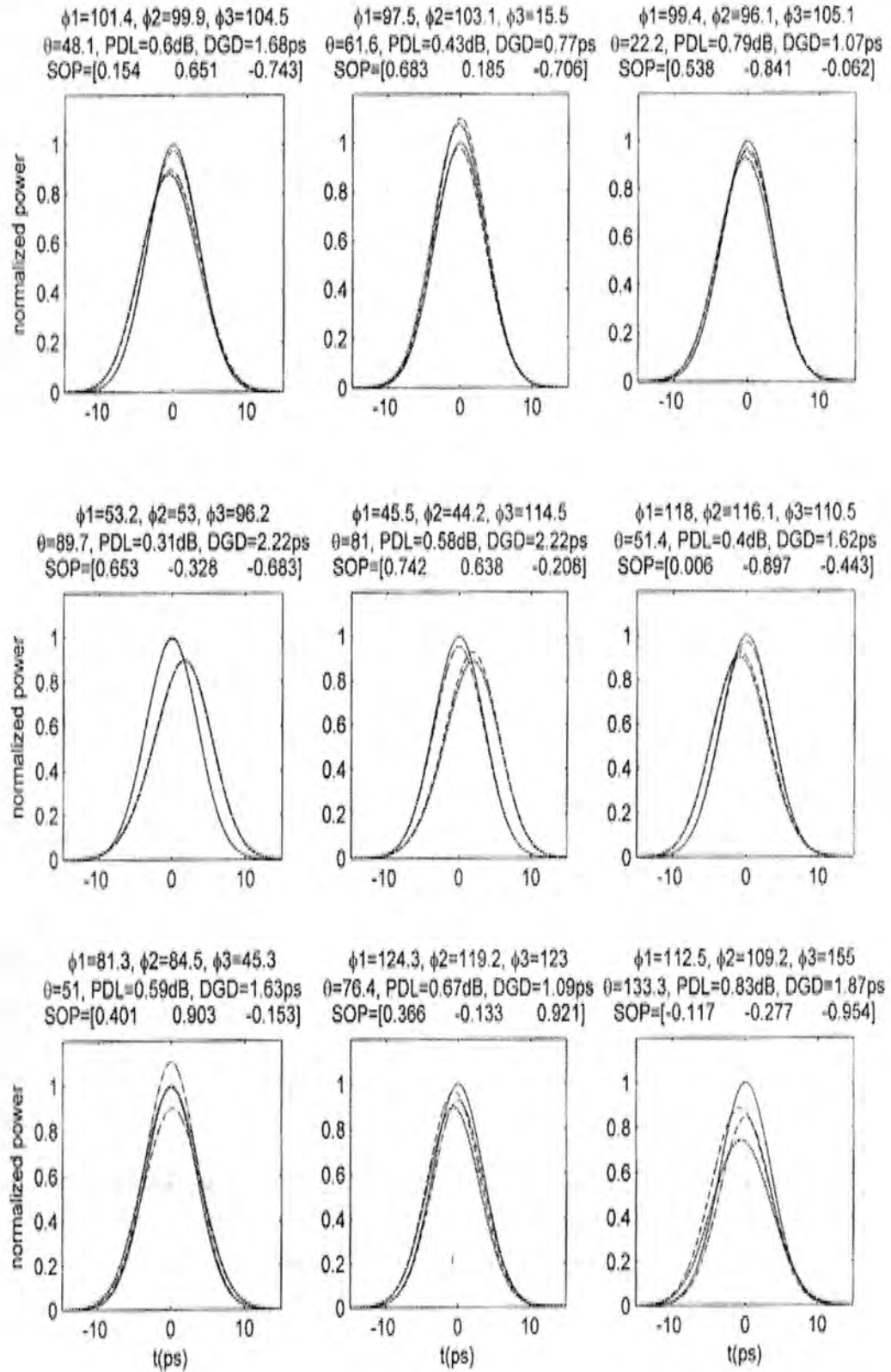


Fig.-4: Normalized power as a function of time. Continuous, discrete, dotted-discrete, and dotted lines refer to original pulse, PMD effect, PDL effect, and PMD & PDL effects, respectively.

REFERENCES

1. Agrawal G. P., "Lightwave Technology: Telecommunication Systems", Wiley Interscience, **(2005)**.
2. Agrawal G. P., "Fiber-Optic Communication Systems", 3rd Edition, Wiley Interscience, **(2002)**.
3. Gordon J. and Kogelnik H., "PMD Fundamentals: Polarization Mode Dispersion in Optical Fibers", Proc. Natl. Acad. Sci., Vol.97, No.9, pp.4541-4550, **(2000)**.
4. Jiao H., "Investigation of the Combined Effect of Polarization Mode Dispersion and Polarization Dependent Loss on System Performance", Ph.D. Thesis, Maryland University, **(2007)**.
5. Kogelnik H. and Jopson R. M., "Polarization Mode Dispersion", in Optical Fiber Telecomm-unications volume: IV B, I. P. Kaminov and T. Li, Eds. San Diego: Academic, pp.725-861, **(2002)**.
6. Wang D. and Menyuk C.R., "Calculation of Penalties Due to Polarization Effects in Long-Haul WDM System Using a Stokes Parameter Mode", J. Lightwave Tech., Vol.19, No. 4, pp.487-494, **(2001)**.
7. Phua P., and Ippen E., "A Deterministic Broad Band Polarization Dependent Loss Compensator", J. Lightwave Tech., Vol.23, No. 2, pp.771-780, **(2005)**.
8. Menyuk C.R., Wang D., and Pilipetskii A., "Re-polarization of Polarization Scrambled Optical Signals Due to PDL", IEEE Pho. Tech. Let., Vol.9, No.9, pp.1247-1249, **(1997)**.
9. Shtaif M. and Rosenberg O., "Polarization Dependent Loss as a Waveform Distortion Mechanism and Its Effect on Fiber Optic Systems", J. Lightwave Tech., Vol.23, No. 2, pp.923-930, **(2005)**.

10. I. Yoon and B. Lee, "Change in PMD Due to the Combined Effects of PMD and PDL for a Chirped Gaussian Pulse", *Optics Express*, Vol.12, No.3, pp.492-501, **(2004)**.
11. Chen L., Hadjifaradji S., Waddy D., and Baw X., "Effect of Local PMD and PDL Directional on the SOP Vector Autocorrelation", *Optics Express*, Vol.11, No.23, pp.3141-3146, **(2003)**.
12. Chen L., Zhang Z., and Bao X., "Combined PMD-PDL Effects on BERs in Simplified Optical System: an Analytical Approach", *Optics Express*, Vol.15, No.5, pp.2106-2119, **(2007)**.

Study of Impact of the Radioactive Sources on Human Body

Basim A. Al-Mayahi

Dept. Physics -Faculty of Science - University of Kufa

Received 11/6/2008 – Accepted 11/2/2009

الخلاصة

تم خلال هذا البحث دراسة تأثير شدة المصادر المشعة على البيئة المحيطة بالإنسان باستخدام المصدرين المشعنين السيزيوم-137 بفعالية إشعاعية $6.01\mu\text{Ci}$ وبطاقة 0.662MeV والكوبالت-60 بفعالية إشعاعية $0.23\mu\text{Ci}$ وبمعدل طاقة 1.25MeV وقد تم دراسة التوزيعات الإحصائية مثل التوزيع التكراري والتوزيع التكراري النسبي والتوزيع التكراري المتجمع النسبي المنوي . كما تم تمثيل التوزيعات التكرارية بيانياً .

إن المصادر المشعة موضع البحث لها قوة بحيث تستطيع تأين الهواء حولها إلى مسافة 25 سم و 75 سم عند استخدام المصدرين المشعنين الكوبالت-60 و السيزيوم-137 على التوالي وهي مسافة كبيرة حيث يتطلب التعامل مع هذه المصادر بدقة إضافة إلى ذلك فإن هذه المصادر تصدر أشعة كاما المؤينة وهي تخترق الجلد أو تضرب الأعضاء الحساسة لجسم الإنسان كذلك تخترق جدران المباني . إن المصادر المشعة المنتجة صناعياً لها فوائد كبيرة على جميع الأصعدة ، ولكن التعامل معها مهما كان صغيراً له مضر كبيرة ويجب أن يعرف كيفية التعامل معها من قبل الطلبة والعاملين داخل المختبرات . حيث أن الدراسة الإحصائية التي أجريناها تؤكد أن المحيط حول المصادر المشعة أصبح مؤيناً وناقلاً للكهربائية وملوثاً .

لذلك تم عرض البيانات التي حصلنا عليها بطرق مختلفة وهي :

1- الجداول

2- المدرج التكراري

3- المضلع التكراري

4- الخط المنكسر

5- الخط المنحني

ووجد من خلال هذا العرض أن شكل التوزيعات التكرارية الممثلة بالمنحني التكراري هي توزيعات غير متماثلة وتسمى بالتوزيعات الملتوية . ومن المضلع التكراري والمنحني التكراري لاحظنا وجود مجموعتين طبيعيتين لأن الخط الذي يمثل التكرار المتجمع النسبي المنوي مع الفئات يؤكد وجود مجموعتين وذلك لأن الخط منكسر إلى مجموعتين حيث تم فصل فئات المجموعتين ورسم الخط مرة ثانية إذ حصلنا على مجموعة أولى تمثل مجموعة الخلفية الإشعاعية الطبيعية والمجموعة الثانية تمثل مجموعة أعلى من الخلفية الإشعاعية . وتم حساب المعدل من البيانات وكان مساوياً إلى $0.43\mu\text{S/h}$ من مجموعة بيانات 90 قراءة في حالة استخدام المصدر المشع الكوبالت-60 إما في حالة استخدام المصدر المشع السيزيوم-137 تم حساب المعدل من البيانات وكان مساوياً إلى $0.54\mu\text{S/h}$ من مجموعة بيانات 108 قراءة .

ABSTRACT

In this research, we studied the impact intensity of radioactive sources on the environment and human by using the two radioactive sources (Cs-137 and Co-60).

These sources have ionization power of the air to distance 75cm and 25 cm for Cs-137 and Co-60, respectively, these sources have dangerous effect on the body, so we used carefully, and the radioactive sources are emitted ionization gamma ray.

Gamma ray penetrate the human body, also penetrate the walls of the building and different bodies, these sources use in medicine to the cancer patients, in the agriculture, in the industry and author field, but even small radioactive sources have big damage, therefore must knowledge how to deal with it by workers and students inside laboratories, our surveys confirm that the ocean around radioactive sources becomes ionization and carrier of the electric and polluted.

The statistical distributions such as frequency distribution, relative frequency distribution, percentage relative cumulative frequency distribution were studied, we represented it graphically.

The data were presented by different methods:

- 1-The tables
- 2-The frequency histogram
- 3-The frequency polygon
- 4-The broken line
- 5-The curve line

We have found from this presentation that the frequency distributions are not identical, called the crooked distributions, we have found two natural groups because the broken line into two groups.

The first and second groups were represent a natural background radiation and higher than the background radiation, respectively. The average of data were equal to 0.43 $\mu\text{Sv/h}$ from a 90 reading and 0.54 $\mu\text{Sv/h}$ from a108 reading for Cs-137and Co-60, respectively.

INTRODUCTION

Since the discovery of the phenomenon of radiation till today, many died from workers in this field because simple exposure or the errors in the jobs [1].

However, there are attempts by some the global centers to increase use of this phenomenon but the most important experiences in this field at the global level are failed because of the damages at the environment and humans [2].

There are traces of radiation appear either immediately or after the exposure for short time allege acute effects such as anemia and loss of immunity against bacteria , or effects appear after long periods could extend to many years called the subsequent effects or late such as genetic mutations, cancer [3].

All the ionizing radiation are harmful to the human body and even very small quantities of radioactive sources and must be deal it by great caution [4].

The human exposure for the radiation can't limit it by range because the damage can't be zero, so the max allowed limits from the radiation of the dose are reducibly to the protection of individual [5-7]. The excessive exposures of the some natural sources occur the devastating effects [1].A lot of people is exposure of low radiation level caused the cancer cases [4, 8].

MATERIALS AND METHODS

The data were collected about the two radioactive sources (Cs-137and Co-60 have activity 6.01 μCi , 0.23 μCi ,respectively and energy 0.662 MeV, 1.25MeV ,respectively ,we have calibrated Geiger-Muller (G.M.) Meter (see the fig.1) was manufactured in Japan from Riken Keiki Co.,

LTD.

The readings were taken at the different distances, where the intensity of radiation was proportional directly with the distance between the radioactive sources and the detector .

Classes, frequencies, classes centre, relative frequencies, actual boundaries of classes, the cumulative frequency, and the percentage relative cumulative frequency were calculated by use the statistic [9, 10].

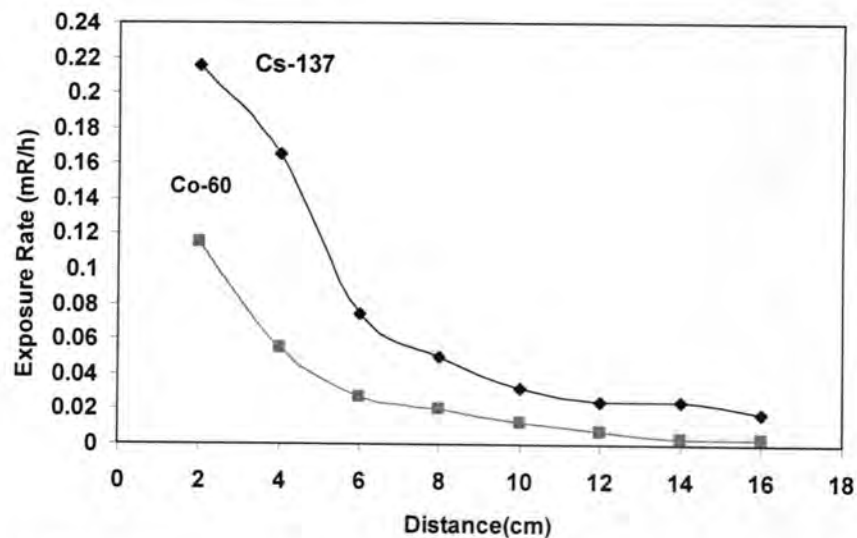


Figure -1: The calibration curves for Geiger Muller meter by using the two radioactive sources (Cs-137 and Co-60)

RESULTS AND DISCUSSION

- 1-The values of radiation around the two sources were collected (see the two tables 1, 2) by using ($\mu\text{S/h}$) units, this units are use in the health physics and the pollution measure.
- 2-The statistical values which represent the classes, the relative frequency and percentage relative cumulative frequency , the classes centre and the actual boundaries of categories were calculated from the radiation values around the two sources (see the two tables 3,4),and the values were divided into classes each class $0.06 \mu\text{S/h}$ [1, 2].
- 3-We have charted the frequency polygon and so the frequency curve which consider non-uniform called the crooked distribution, which represent two natural groups , for confirm that groups are a one group not divided because this a curve is equivalent to the two curves therefore we have charted the classes with the percentage relative cumulative frequency and result Henry's line ,if this the line is the straight line means one group or the broken line into the two pieces or more means two groups or more [8](see the figs.2-5).

- 4-We have charted the line which represents the percentage relative cumulative frequency with classes where the results are confirm the existence of two groups because the line was broken to two groups (see the two figs. 6,7).
- 5-The two groups classes were separated and drawing the line again where it's give line pass in all the points (see the figures 8-11) by using the two radioactive sources, the first and the second groups are represent the background radiation group and the highest from the background radiation group, respectively.
- 6-The average was calculated from the data's which equal to $0.43 \mu\text{S/h}$ from a 90 reading of Co-60 source and $0.54 \mu\text{S/h}$ from 108 reading of Cs-137 source.

Table -1: The values of radiation around Co-60 source ($\mu\text{S/h}$)

Locat.No.	A	B	C	D	E	F	average
1	2.74	3.21	3.3	3.21	2.82	2.61	2.95
2	1.21	1.17	1.08	1.3	1.21	1.3	1.39
3	0.69	0.78	0.78	0.56	0.52	0.47	0.63
4	0.27	0.22	0.29	0.26	0.3	0.22	0.26
5	0.23	0.18	0.15	0.16	0.13	0.23	0.18
6	0.17	0.11	0.13	0.11	0.15	0.15	0.13
7	0.25	0.13	0.26	0.24	0.23	0.17	0.21
8	0.21	0.17	0.13	0.12	0.14	0.13	0.15
9	0.25	0.14	0.15	0.14	0.12	0.21	0.16
10	0.16	0.17	0.15	0.08	0.16	0.10	0.13
11	0.16	0.14	0.08	0.13	0.13	0.11	0.12
12	0.13	0.06	0.06	0.11	0.13	0.06	0.09
13	0.13	0.06	0.06	0.07	0.06	0.07	0.07
14	0.07	0.08	0.13	0.1	0.15	0.06	0.09
15	0.09	0.06	0.07	0.06	0.09	0.09	0.07

Table -2: The values of radiation around Cs-137 source ($\mu\text{S/h}$)

Locat.No.	A	B	C	D	E	F	average
1	1.91	1.47	1.47	1.65	1.39	1.39	1.54
2	1.21	1.39	1.65	1.30	1.30	1.30	1.35
3	1.82	1.74	1.82	1.56	1.56	1.65	1.69
4	1.13	1.21	1.04	0.95	1.13	1.13	1.09
5	1.04	0.87	0.65	0.65	0.31	1.08	1.23
6	0.60	0.78	0.65	0.56	0.696	0.73	0.66
7	0.53	0.40	0.36	0.54	0.36	0.47	0.44
8	0.32	0.31	0.39	0.40	0.31	0.36	0.34
9	0.36	0.36	0.32	0.26	0.27	0.26	0.30
10	0.27	0.20	0.23	0.20	0.34	0.21	0.24
11	0.26	0.24	0.25	0.19	0.25	0.3	0.24
12	0.15	0.20	0.24	0.20	0.36	0.32	0.24
13	0.13	0.13	0.08	0.21	0.15	0.20	0.15
14	0.19	0.21	0.23	0.14	0.14	0.18	0.18
15	0.14	0.09	0.17	0.21	0.17	0.13	0.15
16	0.10	0.15	0.20	0.15	0.07	0.06	0.12
17	0.14	0.16	0.14	0.15	0.11	0.10	0.13
18	0.09	0.10	0.07	0.08	0.06	0.11	0.08

A,B,C,D,E,F=Readings of G.M. meter in different locations.

Table -3: The statistical table of values of the radiation around Co-60 source

NO.	Classes	Freq.	Relative Freq.	actual categories boundaries	cumulative freq.	relative cumulative freq. %
1	0.06-0.12	25	0.28	0.055	0	0
2	0.12-0.18	31	0.34	0.125	25	0.66
3	0.18-0.24	8	0.09	0.185	56	1.47
4	0.24-0.3	7	0.08	0.245	64	1.68
5	0.3-0.36	1	0.01	0.35	71	1.87
6	0.36-0.42	0	0	0.365	72	1.89
7	0.42-0.48	1	0.01	0.425	72	1.89
8	0.48-0.96	5	0.06	0.485	73	1.92
9	0.96-1.02	0	0	0.965	78	2.05
10	1.02-1.08	0	0	1.025	78	2.05
11	1.08-1.14	1	0.01	1.085	78	2.05
12	1.14-1.2	1	0.01	1.145	79	2.07
13	1.2-1.26	2	0.02	1.205	80	2.1
14	1.26-1.32	2	0.02	1.265	82	2.16
15	1.32-1.38	0	0	1.325	84	2.2
16	1.38-1.44	0	0	1.385	84	2.2
17	1.44-1.5	0	0	1.445	84	2.2
18	1.5-1.56	0	0	1.505	84	2.2
19	1.56-1.62	0	0	1.565	84	2.2
20	1.62-1.68	0	0	1.625	84	2.2
21	1.68-1.74	0	0	1.685	84	2.2
22	1.74-1.8	0	0	1.745	84	2.2
23	1.8-1.86	0	0	1.805	84	2.2
24	1.86-1.92	0	0	1.865	84	2.2
25	1.92-1.98	0	0	1.925	84	2.2
26	1.98-2.04	0	0	1.985	84	2.2
27	2.04-2.1	0	0	2.045	84	2.2
28	2.1-2.16	0	0	2.105	84	2.2
29	2.16-2.22	0	0	2.165	84	2.2
30	2.22-2.28	0	0	2.225	84	2.2
31	2.28-2.34	0	0	2.285	84	2.2
32	2.34-2.4	0	0	2.345	84	2.2
33	2.4-2.46	0	0	2.405	84	2.2
34	2.46-2.52	0	0	2.465	84	2.2
35	2.52-2.58	0	0	2.525	84	2.2
36	2.58-2.64	1	0.01	2.585	84	2.2
37	2.64-2.7	0	0	2.645	85	2.23
38	2.7-2.76	1	0.01	2.755	85	2.23
39	2.76-2.82	0	0	2.765	86	2.26
40	2.82-2.88	1	0.01	2.825	86	2.26
41	2.88-2.94	0	0	2.885	87	2.29
42	2.94-3	0	0	2.945	87	2.29
43	3-3.06	1	0.01	3.005	87	2.29
44	3.06-3.12	0	0	3.065	88	2.31
45	3.12-3.18	0	0	3.125	88	2.31
46	3.18-3.24	1	0.01	3.185	88	2.31
47	3.24-3.3	1	0.01	3.245	89	2.34
				3.305	90	2.37

Table -4: The statistical table of values of the radiation around Cs-137 source

NO.	Classes	Freq.	Relative Freq.	actual categories boundaries	cumulative freq.	relative cumulative freq. %
1	0.06-0.12	13	0.12	0.055	0	0
2	0.12-0.18	16	0.148	0.125	13	0.688
3	0.18-0.24	14	0.129	0.185	29	1.536
4	0.24-0.3	10	0.092	0.245	43	2.27
5	0.3-0.36	8	0.074	0.305	53	2.8
6	0.36-0.42	9	0.083	0.365	61	3.23
7	0.42-0.48	2	0.018	0.425	70	3.7
8	0.48-0.96	12	0.111	0.485	72	3.81
9	0.96-1.02	0	0	0.965	84	4.44
10	1.02-1.08	1	0.009	1.025	84	4.44
11	1.08-1.14	4	0.037	1.085	85	4.5
12	1.14-1.2	0	0	1.145	89	4.71
13	1.2-1.26	2	0.018	1.205	89	4.71
14	1.26-1.32	3	0.027	1.265	91	4.81
15	1.32-1.38	0	0	1.325	94	4.97
16	1.38-1.44	3	0.027	1.385	94	4.97
17	1.44-1.5	2	0.018	1.445	97	5.13
18	1.5-1.56	2	0.018	1.505	99	5.24
19	1.56-1.62	0	0	1.565	101	5.34
20	1.62-1.68	3	0.027	1.625	101	5.34
21	1.68-1.74	0	0	1.685	104	5.5
22	1.74-1.8	1	0.009	1.745	104	5.5
23	1.8-1.86	2	0.018	1.805	105	5.56
24	1.86-1.92	1	0.009	1.865	107	5.66
				1.925	108	5.72

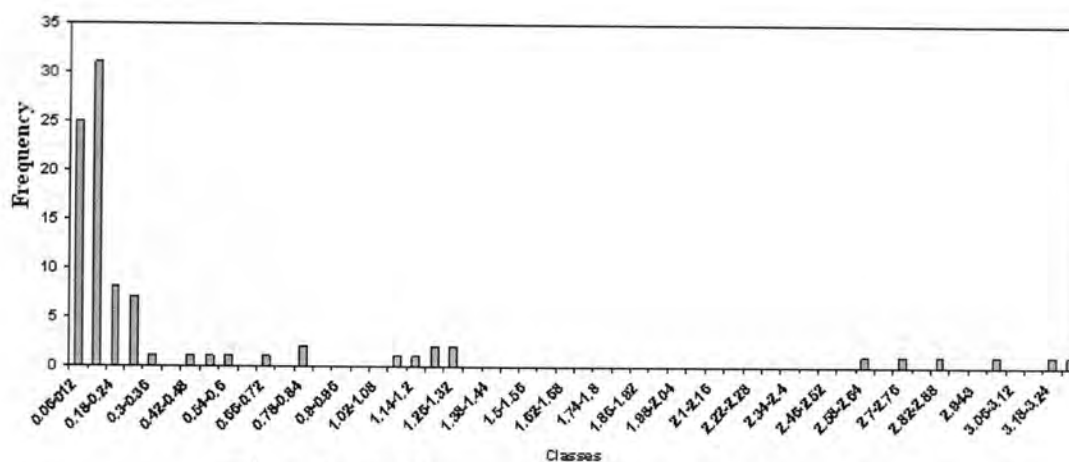


Figure :2- The frequency polygon of Co-60 source

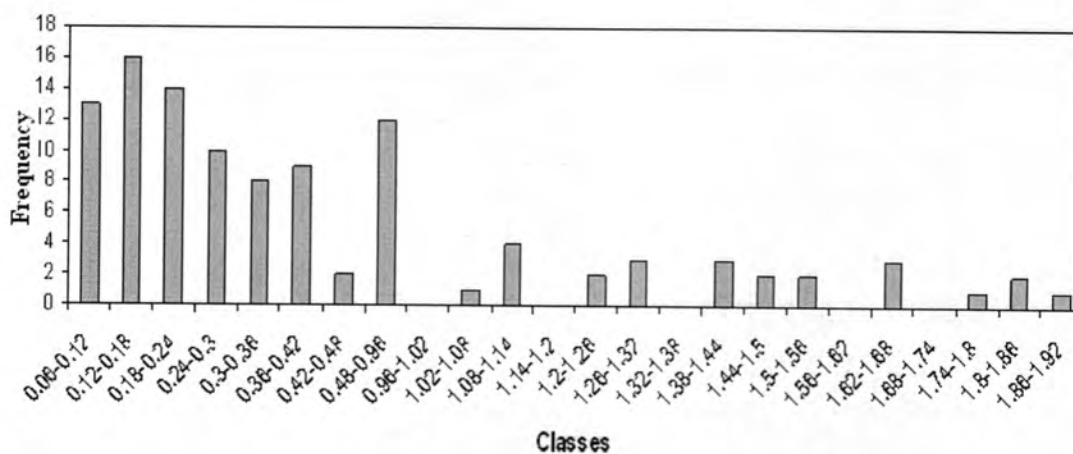


Figure -3: The frequency polygon of Cs-137 source

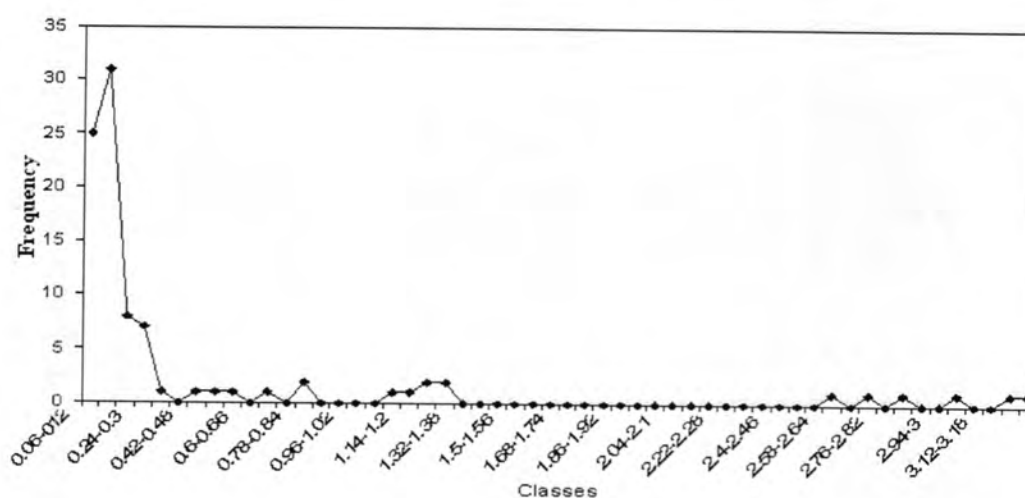


Figure -4: The frequency curve of the values of radiation Co-60

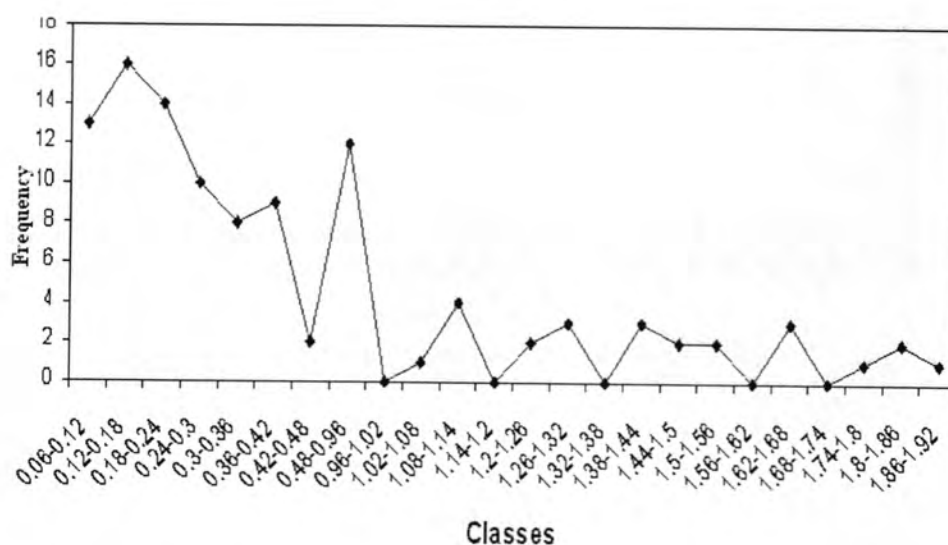


Figure -5: The frequency curve of the values of radiation Cs-137

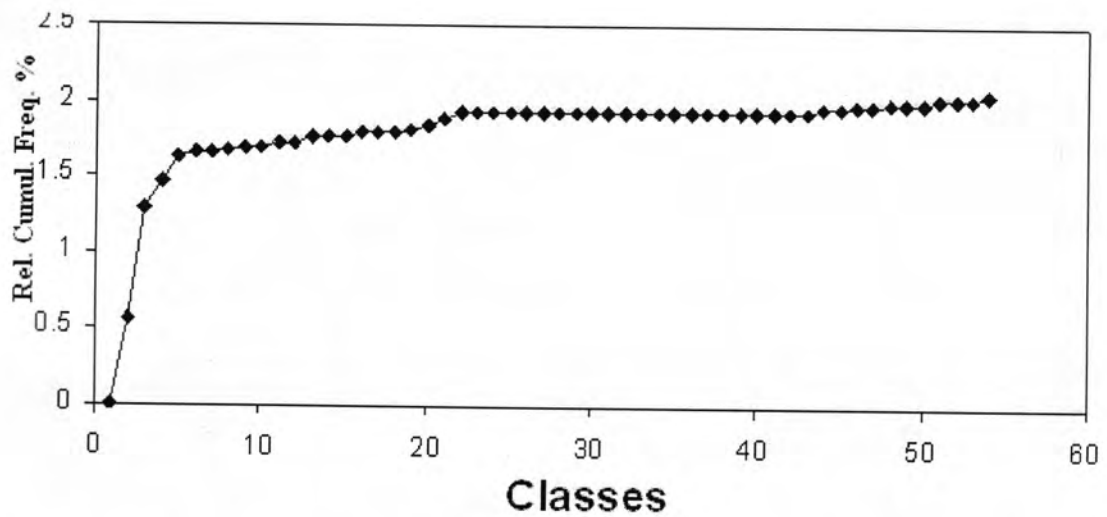


Figure -6: The broken line between the percentage relative cumulative frequency and classes for Co-60 source

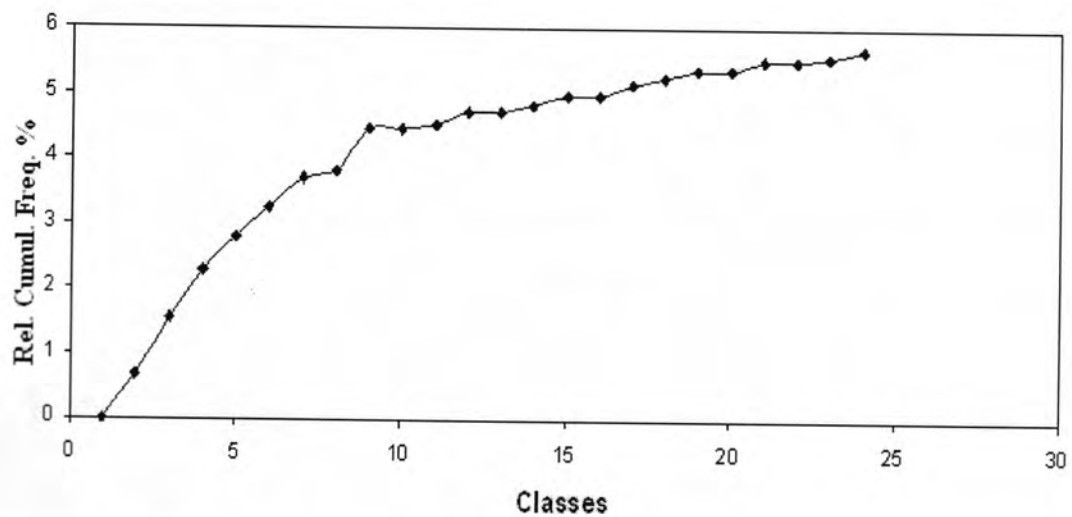


Figure -7: The broken line between the percentage relative cumulative frequency and classes for Cs-137 source

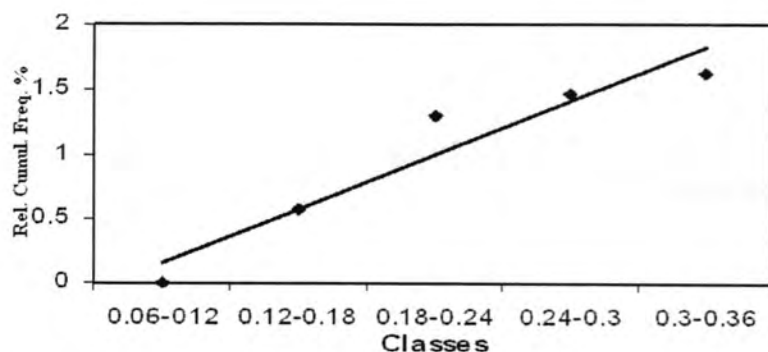


Figure -8: The percentage relative cumulative frequency as a function of the classes of Co-60 source

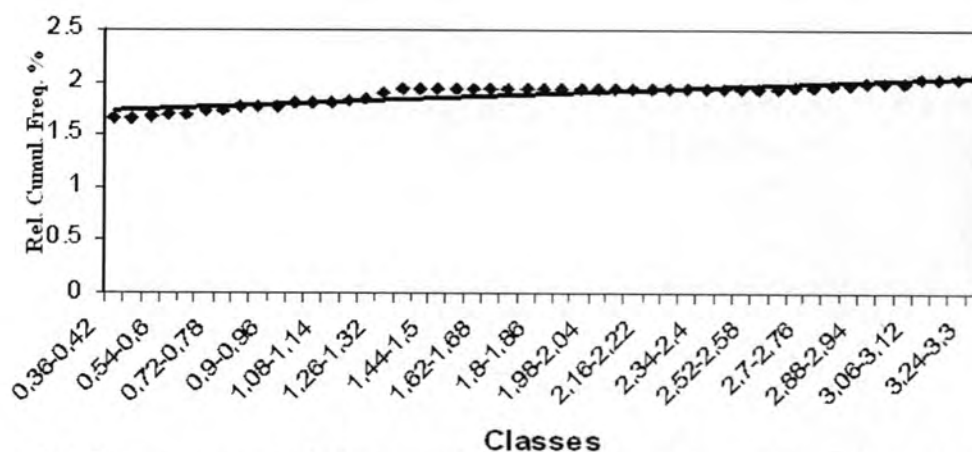


Figure -9: The percentage relative cumulative frequency as a function of the classes of Co-60 source

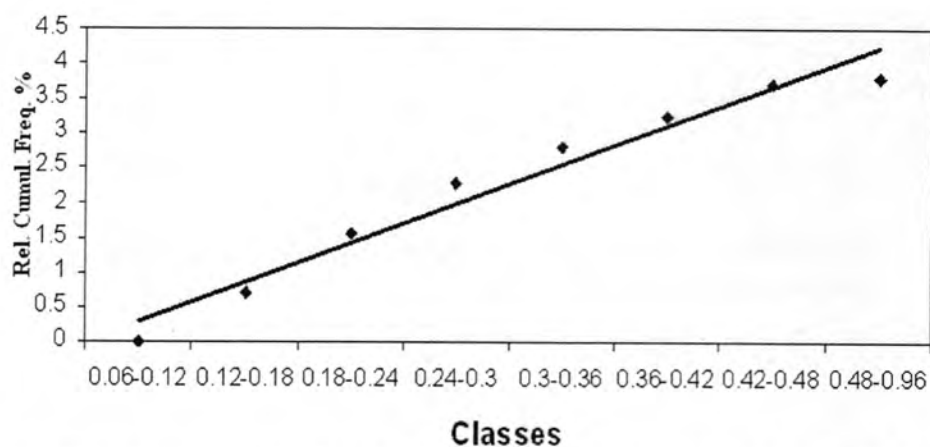


Figure -10: The percentage relative cumulative frequency as a function of the classes of Cs-137 source

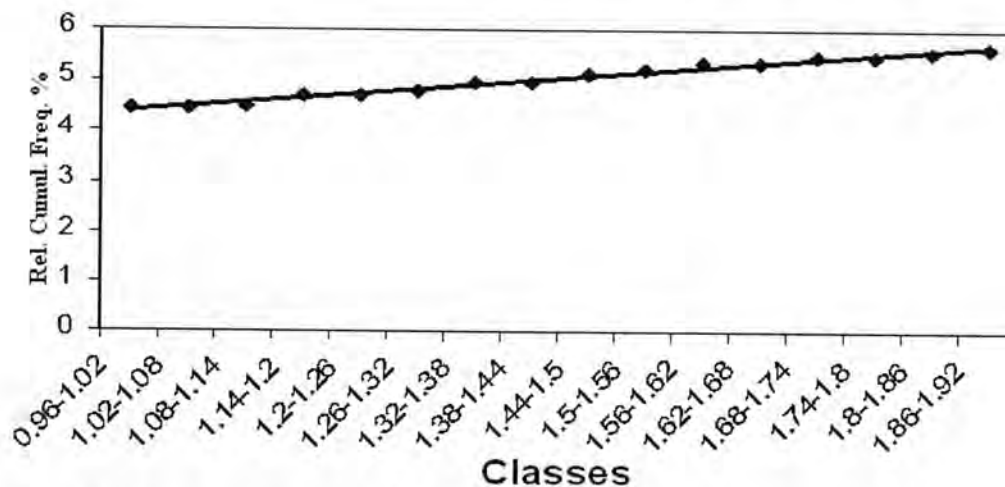


Figure -11: The percentage relative cumulative as a frequency function of the classes of Cs-137 source

We have found three groups (see 1, 2):

- 1 –The low group (the radiation background of the air group and here a large number of readings equal to $0.06 \mu\text{S/h}$).
- 2 – The high group (radiation intensity group, which emitted from the radioactive sources where the distance is zero , also a large number of readings, and the values of readings are more than $0.48 \mu\text{S/h}$ and reading reach to $3.3 \mu\text{S/h}$).
- 3 – The median group is task , which will be the subject of the study(it's values between the radiation background and the radioactive source group, what are these values?

The answer is explain by the frequency curve and the frequency polygon, which is represent clearly the two natural groups(see the two figures 1,2) ,we have charted the line which represents the percentage relative cumulative frequency with classes where results were confirmed of the existence of two groups because the line was broken of two groups (see the figures 5, 6), the two groups' were separated and drawing the line again where it's give line passing in all the points(see figures 7-10). the first and the second groups are represent the background radiation group and the highest from the background radiation group ,respectively .

In fact, this research was showed the importance of the statistical studies to the guide scientific explanations by direction or another.

The median group is the group of interaction between the radiation of radioactive source and the air, where the air is convert to the air contaminated by radiation, or ionizing by the strong gamma ray ,the gamma ray is product electrons pair (negative and positive),also the gamma ray is product X-ray[11].

The impact of gamma ray on the human body is known, where affect the eye or penetrate the skin, in all the cases cause the effects known to the specialists (12, 13, 14).

CONCLUSIONS

The two radioactive sources are effect on the surrounding air to distance 75cm and 25 cm for Cs-137 and Co-60, respectively, these distance is big and dangerous, and Gamma rays penetrate the humane body, where it is cause the cancer diseases ,therefore must knowledge how to deal with it by workers and students inside laboratories.

We have concluded that there are the median group, between the radiation background and the source groups (the group of interaction between radioactive source and air), where convert the air to air contamination.

REFERENCES

1. Al-Fadhal, J.I., the Human and the Environment, 1, 39, Arif Company for Publications, Beirut-Lebanon (2004).
2. Marouf, B.A., Al-Hadad, I.K., Al-Jubouri, S.S., and Jomma, N.A., The Measurement of Radionuclide Activity in Some Foods into Iraq, *Inter.J.Envir.Studi.* 42, 137, (1992).
3. Al-Ahmed, K.O., Introduction to Health Physics, 1, 182, Daar Al-Kutoob Publications, Mousel-Iraq (1993).
4. Lubin, L.M. and Boice, I.F., Lung Cancer Risk from Residential Radioactivity Meta Analysis of Eight Epidemiologic Studies, *J. Nation. Vancer Insti.* 89, 1, (1997).
5. Littlefield, T.A., and Thorley, N.k., Atomic and Nuclear Physics, 1, 408, (1989).
6. Turhan, S.T. and Gunduz, L.L., Determination of Specific Activity of Ra-226, Th-232, K-40 for Assessment of Radiation Hazards from Turkish Pumice Samples, *J.Envir.Radio.* 99, 332, (2008).
7. Abdul Abbas, K.H, Atomic Energy and It Uses of Peacefully, 1, 274, Iraqi Atomic Energy Publications, Baghdad-Iraq (1984).
8. UNSCEAR, Ionizing Radiation: Sources and Biological Effects, Report United Nations, New York, USA (1982).
9. Alabbosi, M. M., A Statistical Study and Mineral for Layers of The High Radiation in The Al-Debs-Iraq, *J. Scient. Tikrit Unive.* 2, 2, 11, (1999).
10. Daijiro, Y.G., Statistical Physics, 1, 187, Springer Publications, Berlin, German (2007).
11. CROPPER, W.H., Great Physicists, 1, 299, Oxford University Press, Inc., New York, USA (2001).

12. Brice, S.R., & Alexandra, A.G., the Environmental Transport of Radium and Plutonium: A Review, 1, Institute for Energy and Environmental Research, Maryland, USA (2006).
13. Sutherland, R.A., De Jong, E., Statistical Analysis of Gamma Emitting Radionuclide Concentration for Three Fields in Southern Saskatchewan, Canada. Health Phys. 58, 417, (1990).
14. Sood, D.J., Nuclear Materials, 1, 24, IAN CAS Publications, India (2005).

Preparation of the Shape Memory Alloy NiTi using Vacuum Plasma spraying system VPS

Sabah M. Ahmed¹ and Safaa F. Madlul²

¹Duhok University

²Al-Mustansiryah Univ.

Received 13/7/2008 – Accepted 31/12/2009

الخلاصة

في هذا البحث تم و بنجاح تحضير سبيكة متعددة انماط التبلور من نوع السبائك ذاتية التشكل باستخدام نظام الرش الحراري بالبلازما وعلى شكل سلك بقطر 3 ملم في قالب صب كرافيتي وبثلاث نسب وزنية مختلفة من النيكل Ni و التيتانيوم Ti (50:50, 50.5:49.5, and, 51:49). كما اختبر تركيبها البلوري بتفسير انماط الحيود للأشعة السينية التي بينت ان تركيب هذه السبائك هو مزيج من طور الأوستنايت و طور المارتنسايت. كما تبين انه بزيادة نسبة النيكل بأكثر من 50% الى التيتانيوم يزداد تكون طور المارتنسايت.

ABSTRACT

In this work polycrystalline alloys from shape memory alloy have been prepared successfully by thermal plasma spraying system, in wire form of 3 mm diameter in graphite cast with three different ratios Ni₅₀Ti₅₀, Ni_{50.5}Ti_{49.5}, and Ni₅₁Ti₄₉. Its structure has been tested by means of XRD technique; the patterns of x-ray have showed that its structure is a mixture of Austenite and Martensite phases. It has also been noticed that increasing Ni proportion more than 50% to Ti in the alloy increases the Martensite phases.

INTRODUCTION

Shape memory alloys (SMAs) exhibit peculiar thermo mechanical and thermo electrical behavior under different mechanical and thermal working and environmental conditions [1].

The shape memory effect is based on this temperature dependent Austenite to martensite phase transformation on an atomic scale [2]. This unique macroscopic behavior has attracted an increasing scientific and commercial interest since it can be exploited in innovative applications, ranging from orthodontic wires for correction of the tooth malposition to micro structure used in the treatment of blood vessel occlusions [3].

THEORETICAL REVIEW

NiTi shape memory metal alloy can exist in two different temperature dependent crystal structure (phases) called martensite (lower temperature) and austenite (higher temperature or parent phase). Several properties of austenite NiTi and martensite NiTi are notably different. [4]

When martensite NiTi is heated without external stress, it begins to change into austenite fig (1). The temperature at which this

phenomenon starts is called austenite start temperature (A_s). The temperature at which this phenomenon is complete is called austenite finish temperature (A_f). When austenite NiTi is cooled, it begins to change onto martensite. The temperature at which this phenomenon starts is called martensite starts temperature (M_s). The temperature at which martensite is again completely reverted is called martensite finish temperature (M_f).

Shape memory alloys (SMAs) have been used in a wide variety of applications because of their unique thermo mechanical characteristics make them the perfect choice (and sometimes the only choice) for many application. Most commercial application applications of shape memory alloys can be grouped into three broad categories: Super Elastic Devices, Shape Memory Actuation Devices and Martensitic Devices. Since the discovery of shape memory in Titanium-Nickel, a number of inventions have been made having applications in medicine, automotive and consumer products. These devices range in size from meter to micrometers.[5]

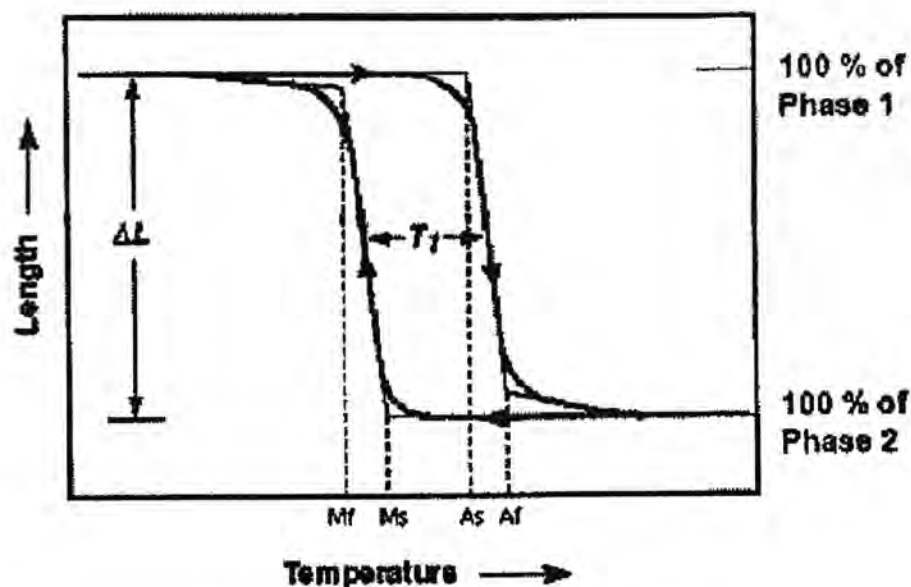


Fig.-1: Martensite transformation. [5]

MATERIALS AND METHODS

The first step in this work was to prepare the alloy, we used highly pure metals of purity (99.99%) and according to the phase diagram of NiTi shape memory alloy fig (2), the melting temperature of the equiatomic and near equiatomic of NiTi was 1310 °C.[6]

Because of the reactivity of the Titanium in these alloys, all melting of the alloy must be done in a vacuum or an inert atmosphere. So, to

examine the possibility a method have been suggested and Performed to melt metals through thermal plasma spray¹. This method succeeded in melting NiTi alloys. The plasma generated for spraying generally incorporates one or a mixture of the following gases: Argon, Hydrogen, Nitrogen, and Helium. Plasma flames can produce temperature above 15000°C [7].

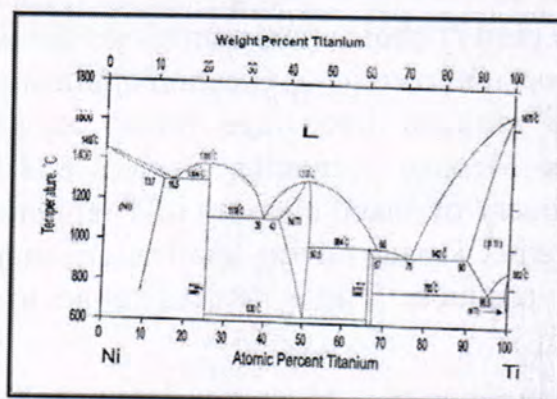


Fig -2: Phase diagram of NiTi shape memory alloys [6]

The graphite has been chosen to make the crucible. In addition to its ability to stand high temperature, it can easily work mechanically [8]. Melting process is done by two stages:-

- The first stage is the primary melting of the pellet. It is done in a cylinder cast fig (3) with an inner diameter (11 mm) and a total length (120 mm). The length of the hole is (100 mm) and the thickness is (2-3 mm).
- The second stage which compromise of one block and two connected cylinder parts .The melting process is done in the first part of the fig (4) .Its dimensions are (11 mm) inner diameter, the thickness is (2-3 mm) and the length (60 mm) .Then the cast which is melted is narrowed into a cast with an inside diameter (3 mm) to (3.25 mm) and (50-60 mm) length and (2-3 mm) thickness with a base (30 mm) length,(20 mm) diameter. Two holes in this cast .Each one is (1 mm) diameter. The first at the beginning of the melting part and the second is at the bottom. These holes are necessary to exit the gases and to prevent babbles.

¹ Plasma tech A3000 VPS system.

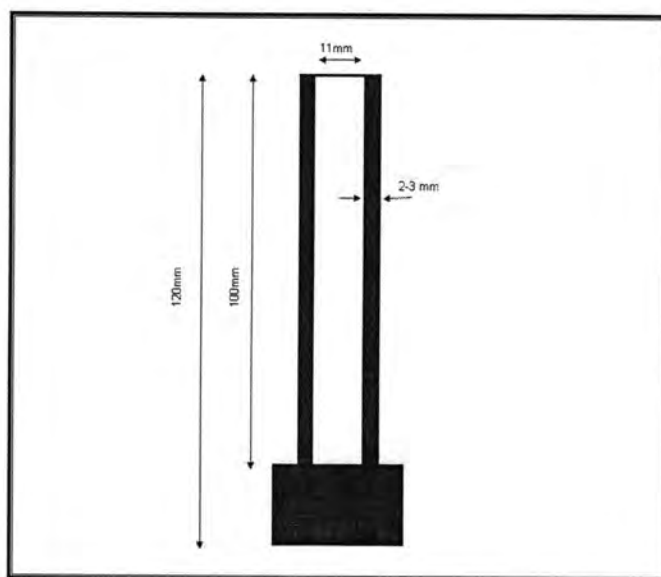


Fig -3: Schematic diagram of graphite cast for melting NiTi.

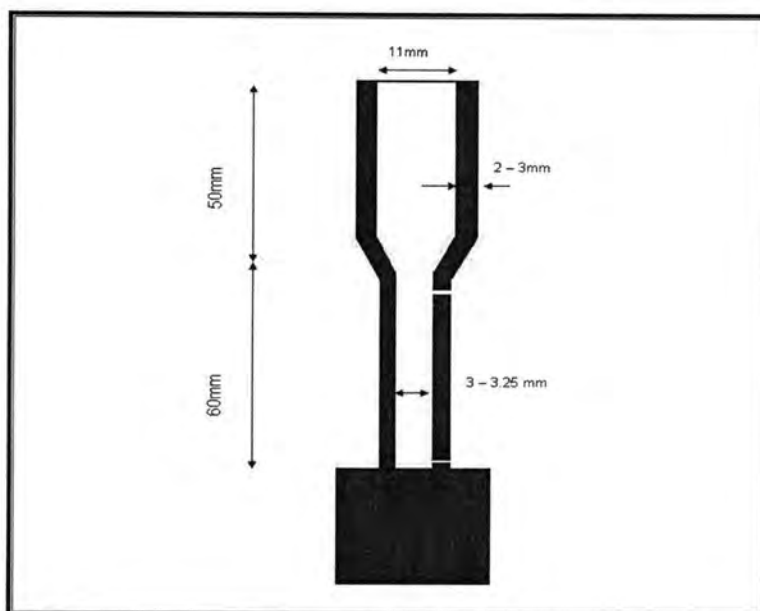


Fig -4: Schematic diagram of graphite cast NiTi wire.

Many experiments were performed until some useful plasma parameters were obtained as shown in table (1).

Table -1 : plasma parameters

ITEMS	VALUES
Current	550 amp
Power	43 Kw
Ar	50 L/s
H ₂	5 L/s

The distance between the plasma jet and the cast is (15 cm), melting time (4 min) and the vacuum atmosphere is (70 mbar).

Material characterization and results

The polycrystalline structure of the prepared alloy is examined by x-ray diffraction² patterns and confirmed the structure by comparing them with American Standard for Testing Materials (ASTM) cards and as follows ,fig(5) represents the x-ray diffraction patterns for NiTi (50:50%) alloy as prepared .

Obviously is has polycrystalline structured, it is observed that characteristic diffraction peaks in the 2θ rang of 20° - 65° corresponding to the (111) and (110) reflection at Bragg angles (2θ) , 41.3° and 42.3° respectively, the figure shows two specific phases of NiTi which identify the characterization Austenite at peak (110) and Martensite at peak (111).

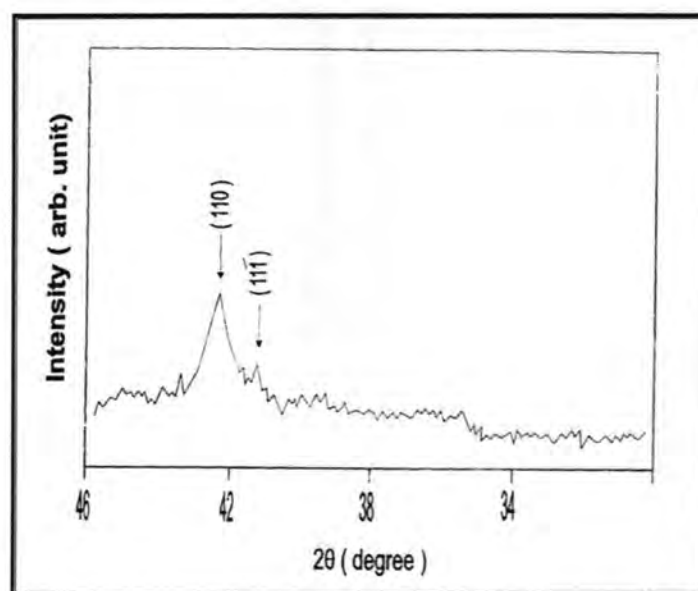


Fig -5: x-ray diffraction pattern for Ni₅₀Ti₅₀ alloy

Fig (6) represents x-ray diffraction patterns for NiTi (50.5:49.5%). It can be observed that there are three characteristic peaks corresponding to the (110), (020), and (111) reflection at Bragg angles (2θ) 42.5°, 43.8° and 44.8°.

As seen from the figure, the peak (110) is clear and sharp representing Austenite phase alongside the peaks (111) and (020) which are less clearly representing Martensite phase.

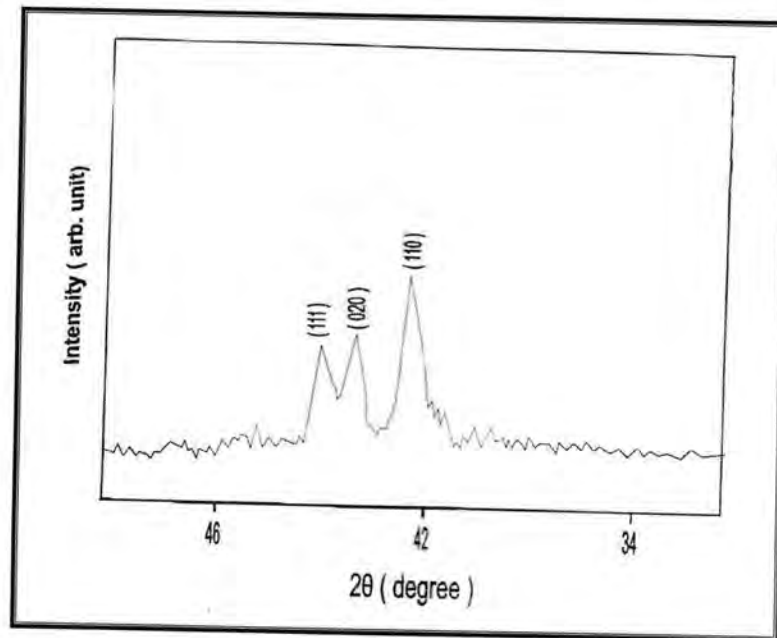
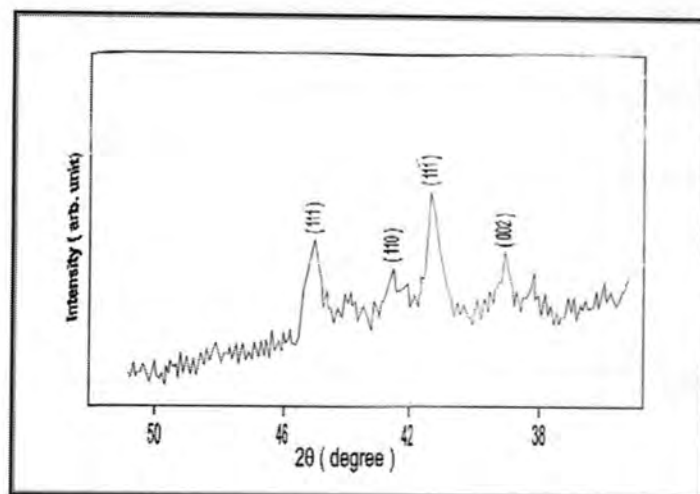


Fig -6: x-ray diffraction pattern for Ni_{50.5} Ti_{49.5} alloy

The fig (7) represents x-ray diffraction pattern for NiTi (51:49%), having four diffraction peaks corresponding to the (002), (111), 9110), and (111) reflection at Bragg angles (2θ) 38.9, 41.1, 42.4, and 44.9 respectively.

As it is shown from diagram that the intensity of the Austenite has reduced in comparison with other peaks which represent the Martensite phase.

Fig -7: x-ray diffraction pattern for $\text{Ni}_{51}\text{Ti}_{49}$ alloy

It can be concluded that when the atomic ratio of Ni slightly increases more than 50% with respect to Ti in the alloy the volume fraction of the Martensite in the structure increases. And from table (2) we can see that the diffracting families of planes for martensite are increases, and only those families of planes satisfying condition h, k and l are all odd or all even will cause diffraction in martensite crystals(fcc).

Table -2: diffracting families of planes

Austenite			Martensite				
<i>Ni:Ti = 50%:50%</i>							
2θ	42.3	hkl	110	2θ	41.3	hkl	111'
<i>Ni:Ti= 50.5%:49.5%</i>							
2θ	42.5	hkl	110	2θ	43.8	hkl	111'
2θ	-	hkl	-	2θ	44.8	hkl	020
<i>Ni:Ti= 51%:49%</i>							
2θ	42.4	hkl	110	2θ	3809	hkl	002
2θ	-	hkl	-	2θ	41.1	hkl	111'
2θ	-	hkl	-	2θ	44.9	hkl	111

In the other hand, the condition $h+k+l=\text{even}$ is satisfy for austenite crystals (bcc) as shown in table (3).

Table -3:Indices of diffracting planes in simple, face-centered, and body-centered cubic lattices. [9]

$h^2+k^2+l^2$			
hkl	Simple	Face-centered	Body-centered
100	1	-	-
110	2	-	2
111	3	3	-
200	4	4	4
210	5	-	-
211	6	-	6
220	8	8	8
300	9	-	-
321	-	-	-
310	10	-	10
311	11	11	-

Acknowledgment

We should like to acknowledgment the cooperation from Mr.Khalid Mahdi and Mr.Qais Hadi for providing the necessary facilities and help during this work.

REFERENCES

1. Al-Jeboori S.M., Investigation of Plasma Sprayed Aluminum on Graphite, PhD thesis, University of Baghdad, (2002).
2. Auricchio F. and Sacco E., Thermo Mechanical modeling of a super elastic shape memory wire under cyclic stretching bending loading, International J. of Solid and Structures, vol.38, p. 6123-6145, (2001).
3. Shimizuk & Tadaki T., Shape Memory Effect: Mechanism in: Funaubo H., Shape Memory Alloy, Gordon and Breach Science, New York.(1987).
4. Mihales I., Fundamental characteristics and design method for Nickel-Titanium shape memory alloy, periodica polytechnica SER. Mech. Eng., vol. 45, no. 1, pp. 75-80, (2001).
5. Huang W., Shape Memory Alloys and Their Application to Actuators for Deployable Structure, Ph.D. thesis, University of Cambridge, Department of engineering, (1998).
6. Hanson M. and Anderko K., Constitution of Binary Alloys, Mc Graw-Hill, New York, (1958).
7. Miyazaki S., Kimava S., Otsuka K. and Suzuki Y., The habit plane and Transformation strains associated with the Martensitic

- transformation in Ti-Ni single crystals, Scripta Met, p.883-888, (1984).
8. Richard J. Lewis, Hawley's Condensed Chemical Dictionary, Fourteenth Edition, p. 547, John Wiley & Sons, Inc, (2002).
 9. Melvin M. Eisenstadt, Introduction to Mechanical properties of Materials, p.143, Macmillan Publishing Co., Inc., New York, (2003).

Effect of Thermal Annealing On the Optical and Structure Properties of ZnSe Thin Films

Raad S. Sabry , Usama A. A. Dakhel and Murtadha F. Sultan
Physics Department, College of Science, Al-Mustansiriyah University

Received 12/8/2008 – Accepted 31/12/2008

الخلاصة

حضرت اغشية ZnSe الرقيقة على ارضيات زجاجية باستخدام التبخير الحراري وتم دراسة تأثير درجة حرارة التلدين على خواص حيود الاشعة السينية والخواص البصرية. اظهرت قياسات الاشعة السينية ان جميع الاغشية المحضرة والملدنة تمتلك تركيب متعدد التبلور بتوجيهه حول المستوي [111] من نوع المكعب (Zinc blend)، وتبين ان ثابت الشبكة لاغشية ZnSe يقل بزيادة درجة حرارة التلدين ثم يعود إلى الزيادة. أما القياسات البصرية فاظهرت ان فجوة الطاقة تسلك سلوك غير منتظم مع درجة حرارة التلدين في حين ان معامل الامتصاص يزداد بزيادة درجة حرارة التلدين.

ABSTRACT

Thin films of ZnSe were deposited on glass substrate by thermal evaporation, effect of annealing temperature on the X-ray diffraction and optical properties of the films have been investigated. X-ray diffraction shows that prepared films are polycrystalline with preferred [111] orientation and having a zinc blend cubic structure.

The lattice constant has been evaluated for ZnSe, it's value was found to be decreasing with annealing temperature and then after returns to increases. From optical measurement, it found that optical band gap have unstable changes with annealing temperature while the absorption coefficient increase with annealing temperature.

INTRODUCTION

Binary semiconductors are considered as important technological materials because of their potential applications in optoelectronic devices, solar cells, IR detector's and lasers[1-3]. Binary compounds of group II and group VI elements, commonly referred to as II-IV compounds, have technologically important applications. Among these compounds, only cadmium telluride (CdTe) and zinc selenide (ZnSe) can prepared in both n- and p- type forms[4].

Thin films of these compounds are usually prepared by chemical vapor deposition, sputtering, spray pyrolysis and vacuum evaporation [5-7].

Many efforts are currently directed to a new generation of photodiodes based on wide band gap and is capable of emitting light in the blue-green region.

Many parameters were effected on the properties of (ZnSe) films such as film thickness, morphology and stoichiometry of films, it can be

control on this properties by adjusting the deposition parameters or annealing the thin films.

In this paper, ZnSe thin films deposited at room temperature on glass substrate in two thickness (2000 and 4000Å) and annealing temperature (150°C, 200°C, and 300°C) was studied by X-ray diffraction and optical properties.

MATERIALS AND METHODS

ZnSe thin films were deposited on glass substrate. Substrates used for film deposition were cleaned properly by first cleaning them with a detergent and then with de-ionized water. Then they were treated with methanol, after than they were cleaned ultrasonically by dipping them in acetone.

ZnSe deposited in a vacuum more than (10^{-5} torr) using thermal evaporation method (Edwards) System. Pure ZnSe (1:1) powder (99.99%) produced from Koch Light Lab. UK. was used for deposition. Thin films were deposited at R.T substrate with rate of deposition was (5Å/s) and source to substrate distance was kept at (12cm).

Crystal structure were determined by taking (XRD) patterns of the deposited films were recorded at Philips CPW1830). X-Ray diffractometer using CuK_α radiation the (XRD) patterns of all films were taken from (20° to 60°) optical transmission and absorption in the range (300-800nm) were taken using (Shimadzu UV-210A) double beam spectrophotometer. During scanning a blank glass slides was placed in one of the beams direction and another glass slide with film deposited was in the other beam's direction.

To study the effect of annealing on the various film properties, films were annealed in evacuated oven at (150 °C, 200 °C, 300°C) for (1 hour) because the previous studies deals with these annealing temperature were a few.

RESULTS AND DISCUSSION

1. X-ray diffraction analysis

The crystalline structure of the film was determined from X-ray diffraction pattern. The 2θ values of diffraction pattern confirmed that the vacuum evaporation (ZnSe) thin films possess (f.c.c) cubic zinc blend structure irrespective of their annealing temperature and thickness. Fig.(1a) shows intensity of peak versus diffraction angle (2θ) for two different thickness (2000 and 4000Å). While Fig. (1b) shows diffraction pattern for (2000Å) films at (150°C, 200°C, and 300°C) annealing temperature, from this figure it is clear that all films have

preferred[111] orientation but at 300°C annealing temperature in addition to this peak here are also [220] and [311] prominent reflections and the lattice constant (a) first decrease and stable then shows increasing tendency with annealing temperature.

The crystallinity of the vacuum evaporation films can be improved by annealing them at high temperature it is found that annealing films at (300°C) in air increased the intensity of the diffraction peaks also enhanced the crystallinity of the film and it is found to be in good agreement with earlier studies [1,8].

2. Optical characterization

The optical absorption coefficient of ZnSe thin films were investigated using the optical transmittance (T) and absorbance (A) spectra in the range (300-800nm). It was found that films are highly transparent (more than 70%). The absorption coefficient (α) at different photon energy has been calculated using the relation[9]:

$$T = A \exp(-\alpha t)$$

Where T is the transmittance, t is the thickness of the films and A is a constant equal $(1-R)^2$, R is the normal reflectivity and this value is very small in group (II-VI) compound can be neglected. The variation of absorption coefficient (α) with photon energy of the films as deposited with two different thickness (2000, 4000Å) and annealed temperature for (2000Å) thickness as shown in Fig. (2).

It is observed from the figure (2) that(α) increases exponentially with photon energy, it is clearly seen from this figure that there's some tailing in the band gap below the absorption edge, this indicates that there is high concentration of impurity states in thin films which can cause a perturbation in the band structure with the result that the parabolic distribution of the states will be disturbed by a prolonged tail into the energy gap[10]. Fig. (2) also shows that the absorption edge is very sharp for film without annealing but as annealing increase the absorption edge become less sharp in first and its become sharp in (300°C) annealing temperature.

The optical absorption coefficient in a semiconductor can be given by a simple relation[11]

$$\alpha = \frac{A(h\nu - E_g)^m}{h\nu}$$

where A is a constant and E_g is the optical band gap in fundamental absorption region of the spectra the qualitative nature of optical transition is determined by the value of (m) considering ($m=1/2$) for direct and allowed transition of carriers across the gap (because of the high value of absorption coefficient) a few plots of $(\alpha h\nu)^2$ as a function of (h ν) for ZnSe as shown in Fig. (3).

The observed linear dependence of $(\alpha h\nu)^2$ as a function of $(h\nu)$ for ZnSe as shown in Fig. (3a,b).

The observed linear dependence of $(\alpha h\nu)^2$ on $(h\nu)$ in the higher absorption side of the spectra, as shown in this figure, confirms that ZnSe has a direct band gap (since $\alpha > 10^4$ also according the shape of the experimental curve of $(\alpha h\nu)^2$ against photon energy) .

The values of (E_g) have been calculated by extrapolating the linear region of the curves to $(\alpha h\nu)^2 = 0$. The band gap (E_g) value is calculated from the linear fit of the $(\alpha h\nu)^2$ vs. $h\nu$ plot giving the value of (2.66,2.64 eV) for Zne films as deposited for (200,4000Å) thickness and it is found to be in good agreement with earlier studies[12,13]. It was blue shift from the normal bulk value (2.7eV)[8,14]. This may be due to the deposition condition employed and nature of ZnSe thin films, which results in a decrease in band gap, a band gap shift has been reported in some other compounds[1].

The band gap of the annealed ZnSe thin films were found to be (2.6eV) at (150°C), (2.58eV) at (200°C) and (2.7eV) at (300°C), the decrease in band gap with annealing temperature may be due to the decrease in a lattice constant at first and grain size of the annealed films. The density of film is therefore expected to change in accordance with the change of lattice constant and grain size, it was observed for (300°C) annealing temperature that the band gap increase to (2.7eV).

This is an indication that the crystal is becoming more ordered at (300°C) annealing temperature due to decrease of the tails in the band gap therefore it is increase with height annealing temperature. Estrada et al[4] reported that ZnSe films posses optical band gap nearly equal to (2.63eV) while the deposited ZnSe films are reported by Lokhad et al[5] to be amorphous Zn rich with optical band gap equal to (2.9eV). Ortase et al [14] reported values that range between (2.63 and 2.71 eV) for both as-deposited and annealed thin films. These results and the estimated value of optical band gap are illustrated in table (1) for a comparison. The reason for variations with other reported values are attributed to the morphological nature and deposition conditions for the films.

Table-1: Comparison between estimated value of E_g with other studies

Study	Optical band gap(eV)
Estrada et al[4]	2.63
Lokhad et al[5]	2.9
Ortase et al[14]	2.63 and 2.71
Present study	2.7

ZnSe thin films deposited by thermal evaporation at room temperature, it found to be polycrystalline having cubic zinc blende structure with [111] preferred orientation, optical band gap decreases at (150, 200°C) annealing temperature from (2.66eV) to (2.6, 2.5eV), then the energy gap increase to (2.7eV) at (300°C) annealing temperature.

Hence, they could be used as solar cells with other suitable thin film materials for photovoltaic generation of electricity.

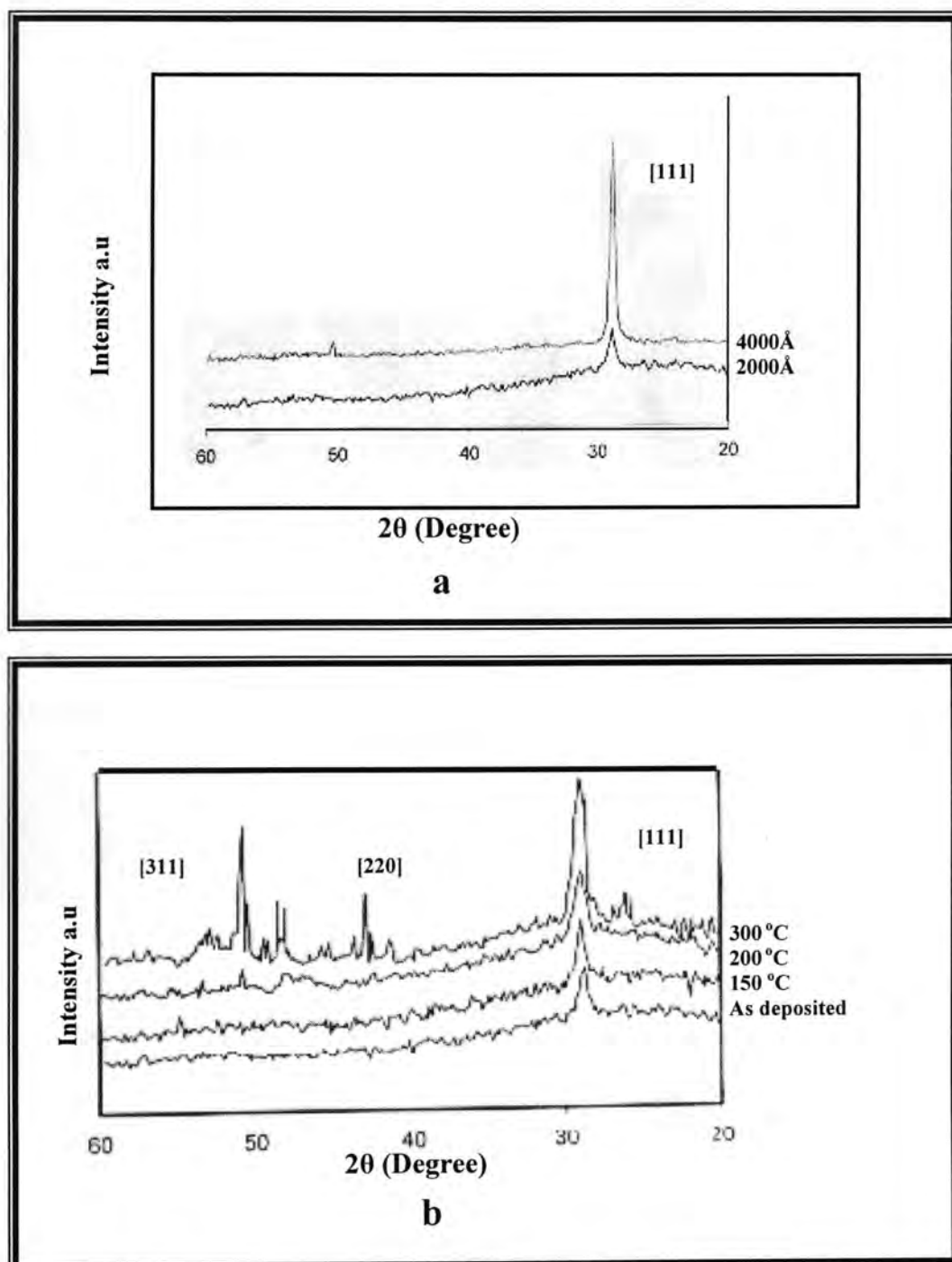


Fig.-1: X-ray diffraction spectra for ZnSe thin films a. different thickness b. different annealing temperature.

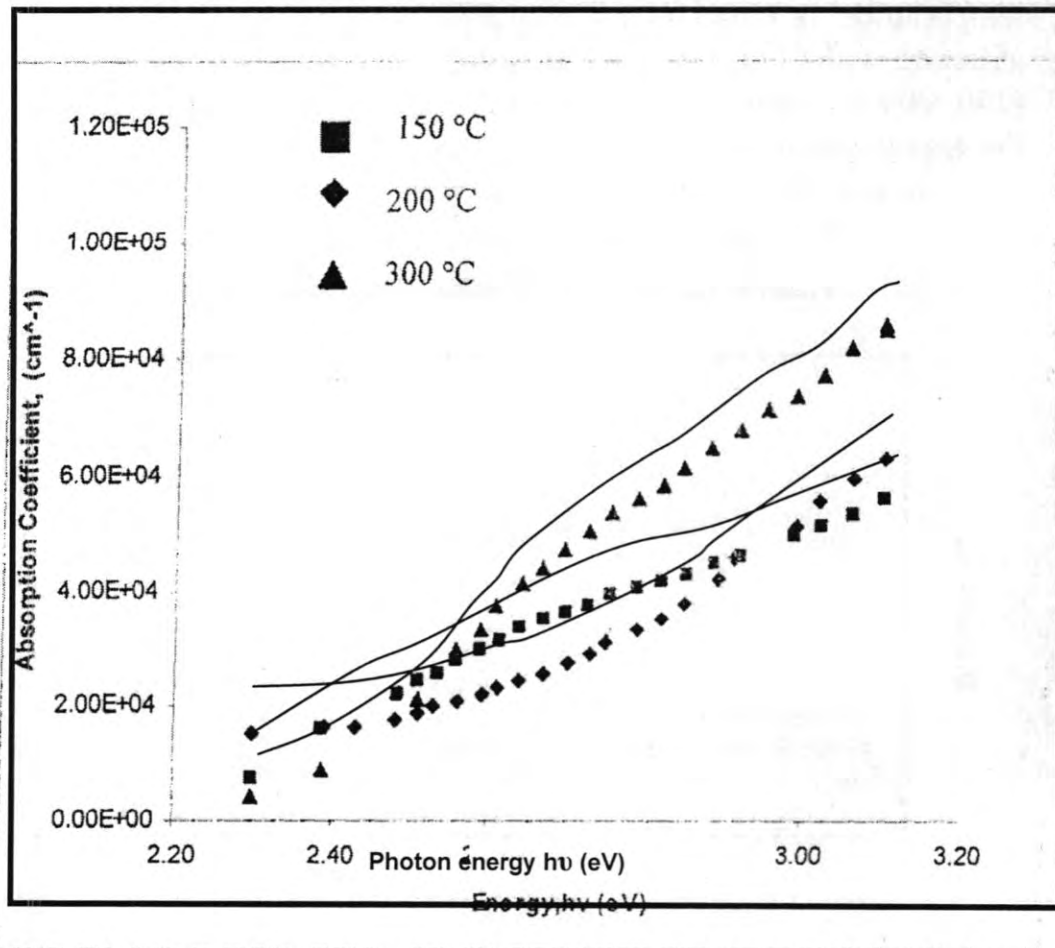
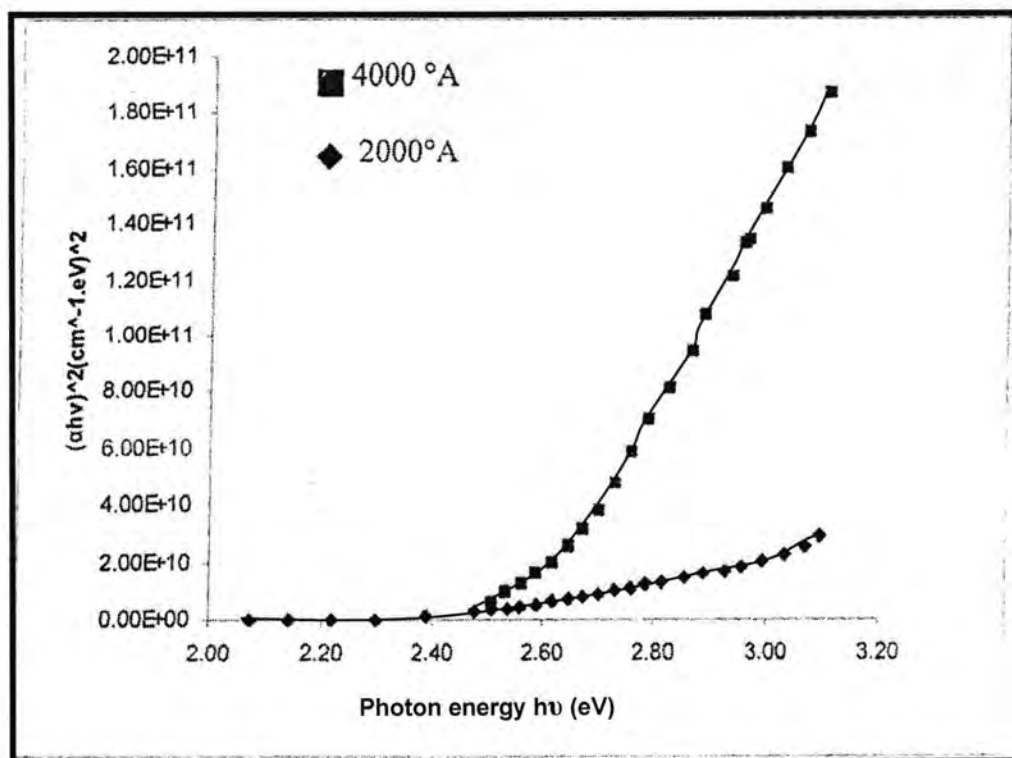
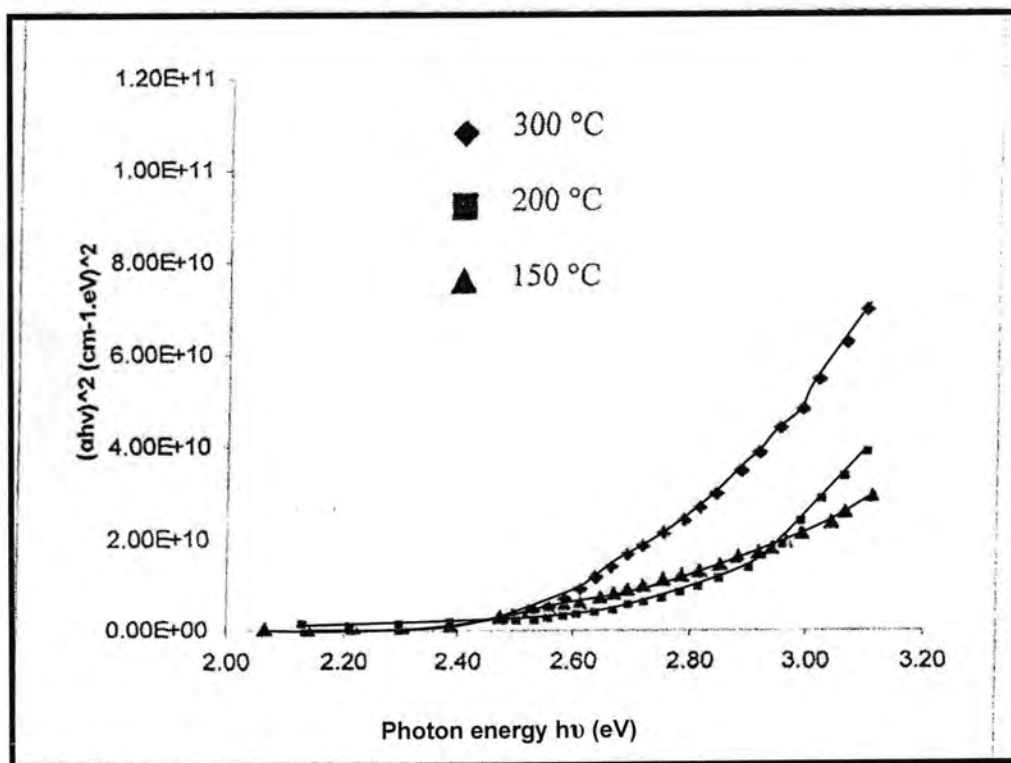


Fig.-2: Variation of absorption coefficient with photon energy for ZnSe thin films at different annealing temperature.



(a)



(b)

Fig-3: Plot of $(\alpha h\nu)^2$ versus photon energy for ZnSe thin films a. different thickness b. different annealing temperature for film thickness of (2000) Å.

REFERENCES

1. Mahalingam, T.; Kathalingam, A.; Lee,S.: "Studies of Electro-synthesized zinc selenide thin films".Sunghwan moon and Young Deak Kim, J. New-Electrochem. Systems 10.PP.15-19, (2007).
2. Samantilleke, A.P.; Dharamadasa, I.M.; Prior, K.A.; Choy, K.L.; Mei, J.; Bacewicz, R. and Wolska, A.: "Effect of thermal annealing on properties of zinc selenide thin films deposited by chemical both deposition". J. Mater. Sci. Mater. Electron, 12, P.661 (2001).
3. Riveros, G.; Gomez, H.; Henriguez, R.; Schrebler, R.; Maratti, R.E.; Dalchiele; Sol, E.A.: "Electrodeposition and charcterizaion of ZnSe semiconductor thi films". Energy Mater.Sol.Cells,70,P.255 (2001).
4. Ting Chu, L.; Shirley, S.C.: "Thin film II-VI photovoltaics". Solid State Electron 38. P.533, (1995).
5. Su, B.; Choy, K.L.: "Electrostatic assisted aerosol jet deposition of CdS, CdSe and ZnS thin films".Thin Solid Films, 102-106. (2000).
6. Huanyoug Li and Wang, Jie: "Growth and characterizations of bulk ZnSe single crystal by chemical vapor transport". J. Cryst. Growth, 257, 110 (2003).
7. Rizzo,X.; Taligente, E.A.; Caneve, M.A.; and Scaglione, L. S.: "The influence of the momentum transfer on the structural ad optical properties of ZnSe thin films prepared by Y.F.magnetron sputtering". Thin Solid Films, 368, P.8 (2000).
8. Oztas, M.; Bedir, M.; Bakk Alogu, O.F. and Ormanci, R.: "Effect of Zn:Se ratio on the properties of sprayed ZnSe thin films".Acta physics Polonica No.3, Vol.107, PP: 525-534,(2005).
9. Ipankove, J.: "Optical processes in semiconductors" Dover Publications, Inc. New York. (1975).
- 10.Nkum, R.K.; Adimado, A.A.; Totoe, A.: "Band gap energies of semiconducting sulphides and selenides". Mater. Sci. Eng. B55, P.102 (1998) .
- 11.Moott, N.F. and Davis, E.A.: "Electronic processes in Non-crystalline Materials". Clarendon Press Oxford, (1971).
- 12.Wang, C.; Qian, X.F.; Zhang, W.X.; Zhang, X.M.; Xie, Y.; and Qian, Y.T.: "Preparation of ZnSe films through chemical solution reduction process". Mater. Research Bull, 34, 1637. (1999).
- 13.Lokhande, C.D.; Patil, P.S.; Tributsch, H. and Ennaoui, A.: "ZnSe thin films by chemical both deposition method". Sol. Energy Mater. Sol. Cells., 55, 379 (1998).
- 14.Kumar, V.; Sharma, T.P.: "Structural and optical properties of sintered $\text{ZnS}_x\text{S}_{1-x}$ films". Opt. Mater. 10,253 (1998).

Earliness Penalties on A Single Machine Subject To No Tardy Jobs

Tariq S. Abdul-Razaq and Manal G. Ahmed Al-Ayoubi
Mathematic Dept College of science Al- Mustansiriyah University

Received 6/10/2008 – Accepted 31/12/2008

الخلاصة

في هذه الدراسة ، ناقشنا مسألة جدولة n من الأعمال المستقلة على ماكينة واحدة. هدفنا هو إيجاد الحل الأمثل والحلول التقريبية لتصغير جزاءات التبكير الكلية، بحيث لا يكون هنالك أعمال متأخرة.

(To minimize total earliness penalties subject to no tardy jobs)

لقد اقترحنا أنواع مختلفة من القيود الدنيا (LB) للمسألة احدها جديد وهو القيد الأدنى الأحسن واستخدم في خوارزمية التفرع والتقييد (BAB) لغرض إيجاد الجدولة المثلى . وهذا القيد الأدنى الجديد اشتقاقه يعتمد على أرشاء دالة الهدف (الكلفة المبكرة) للجدولة والتي نحصل عليها من استخدام طريقة سمث التراجعية.

لقد برهنا بعض الحالات الخاصة للمسألة والتي تؤدي إلى الحل الأمثل ، بما إن مسألتنا هي من النوع الصعب (NP-hard)، قمنا باستخدام طرائق تقريبية مثل (DM, APIM, TTHM) وطريقة جديدة تربط (DM) مع (APIM) لإيجاد حل قريب من الحل الأمثل . وعند تقييم أداء هذه الطرق على مجموعة كبيرة من المسائل الاختيارية وجدنا إن (TTHM) أكثر كفاءة ثم (APIM) وأخيرا (DM) .
لقد قدمنا أربع طرق تقريبية لإيجاد حلول قريبة من الحل الأمثل لجزاء التبكير في الماكينة الواحدة للمسألة.

ABSTRACT

This study discusses the problem of scheduling n independent jobs on a single machine. The aim of the study is to find the optimal and near optimal schedules that minimizes the total earliness penalties subject to no tardy jobs.

The study proposes different lower bounds; the new one which is the best lower bound (LB) for the problem is based on a relaxation on earliness cost to be used in a branch and bound algorithm in order to find an optimal schedule. The derivation of this new LB depends on the earliness cost (which is relaxed) for the sequence obtained by using Smith's backward procedure. We proved some special cases which led to optimal solution, since our problem is NP-hard, some local search methods are also applied such as: Descent method (DM), adjacent pairwise interchange method (APIM), tree type heuristic method (TTHM) and proposed a new method that linking descent method with adjacent pairwise interchange method. We evaluate the performance of these methods on a large set of test problems. The results, show that (TTH) method is the best, followed by (API) and (DM) methods. Also we present four simple heuristic methods to find near optimal solutions for earliness penalties on a single machine subject to no tardy jobs.

Key words : Single machine , Earliness , No tardy job , Lower bound , Near optimal solution

INTRODUCTION

In this paper we are studying the earliness penalties on a single machine subject to no tardy jobs. This kind of scheduling problems found in situations where tardiness cost is extremely high compared to earliness cost or when tardy jobs are prohibited. This class of problems is also found in production situations that involve many customers and the customers generally operation in a JIT (just in time) environment where there is no tolerance for tardiness. In this problem, if a job is completed earlier than its due date, then the earliness cost is incurred for holding the job until its delivery time. A job can not be delivered to a customer before or after its due dates. It must be shipped to the customer exactly on its prespecified due date [1]. Ideally, the production is shipped to the customers on its time in this case, there is no earliness cost and if it is completed before its due date then a holding cost (penalty) w_i per unit time is incurred while a job i wait for shipment at time d_i . The aim of this problem is that, the jobs are completed on their due dates or near their due dates in order to make the earliness amounts suitable enough to reduce the holding cost (earliness penalties) of the jobs.

There are few studies of earliness penalties on a single machine, (i.e., $1 / \sum_{i=1}^n W_i E_i$ problem), because this problem is equivalent to tardiness penalties on a single machine

(i.e., $1 / \sum_{i=1}^n W_i E_i \approx 1 / \sum_{i=1}^n W_i T_i$). It is well-known that $1 / \sum_{i=1}^n W_i T_i$ is NP-hard problem and most researches have studies the tardiness penalties on a single machine, for more details (see [2], [3]).

The other types of studies are about the sum of earliness and tardiness penalties on a single machine, the inclusion of both earliness and tardiness costs in the objective function is compatible with the philosophy of just in time production, which emphasizes producing goods only when they are needed [4], for more details (see [5], [6]).

For the above mentioned reasons we have been urged to study the total earliness penalties.

The Mathematical Model of the Problem and the Structure of Optimal Solution

Our scheduling problem can be states as follows:

Let $N = \{1, 2, \dots, n\}$ be the set of independent jobs (i.e., no precedence constraint are on jobs) which are processed on a single machine. The jobs have to be scheduled without preemption on the machine, where the machine can process one job at a time (i.e., the machine cannot

process two jobs at the same time). The machine and the jobs are assumed to be available from time zero and the machine idle time is not allowed, the assumption that no machine idle time is allowed reflects a production setting where the cost of machine idleness is higher than the early cost incurred by completing any job before its due date, or the capacity of the machine is limited when compared with its demand, so that the machine must indeed be kept running [4].

Each job has processing time P_i , weight W_i and due date d_i (the ideal time that the job be completed on it) and they are all known in advance.

Given a schedule $\sigma = (\sigma(1), \dots, \sigma(n))$, then for each job i we calculate the completion time $C_{\sigma(i)} = \sum_{j=1}^i P_{\sigma(j)}$, where $\sigma(i)$ denote the position of job i in the schedule σ .

Let S be denote the set of all feasible sequence where $\sigma \in S$. The objective is to find the processing order of the jobs that minimizes the total earliness penalties in the following problem (P).

$$\left. \begin{array}{ll} \text{Min} \sum_{\sigma \in S} \sum_{i=1}^n w_{\sigma(i)} E_{\sigma(i)} \\ \text{s.t.} \\ C_{\sigma(i)} \leq d_{\sigma(i)} & \forall i=1,2,\dots,n \\ E_{\sigma(i)} = d_{\sigma(i)} - C_{\sigma(i)}, & i=1,2,\dots,n \\ E_{\sigma(i)} \geq 0 & \forall i=1,2,\dots,n \end{array} \right\} \quad (P)$$

Using the three field classification suggested by Graham et al. [7], the problem (P) is denoted by $1 / C_i \leq d_i / \sum_{i=1}^n W_i E_i$. In this type of arbitrary due dates the problem of minimizing total earliness with no tardy jobs is proved to be NP-hard [8].

We first present these definitions:

Definitions and Some Results

A sequence usually corresponds to a permutation of the job set or the order in which jobs are to be processed on a given machine.

A schedule refers to an allocation of jobs within a more complicated setting of machines, which could allow for preemptions of jobs by other jobs that are released at later points in time and start / completion time [9].

It should be noted that in this study there is no difference between a sequence and a schedule.

A schedule is called **feasible schedule**, in this study, if no tardy jobs exists in this schedule (i.e, $C_i \leq d_i \quad \forall i=1,2,\dots,n$).

It is clear from the definition of feasible schedule, in all feasible schedules of

1 / $C_i \leq d_i / \sum_{i=1}^n W_i E_i$ problem, we have

$$1- T_{\max} = \max_i \{T_i\} = 0, \text{ where } T_i = \max_i \{C_i - d_i, 0\}$$

2- The total weighted number of late jobs is zero.

Theorem (1) LWPT rule (i.e., sorting the jobs in non- increasing order of the ratio P_i/w_i) gives the minimum $\sum_{i=1}^n w_i E_i$ for the problem 1 / $C_i \leq d_i / \sum_{i=1}^n w_i E_i$.

Proof:

Let $N = \{1, 2, \dots, n\}$ be the set of jobs to be scheduled. After we scheduled the jobs of N , we have feasible sequences and non-feasible.

Let $S = \{s_1, s_2, \dots, s_r\}$, $r \leq n!$ be the set of feasible sequences to

1 / $C_i \leq d_i / \sum_{i=1}^n w_i E_i$ problem, after we omit the non-feasible sequences.

Among all feasible sequences we shall show that the feasible sequence which is ordered by LWPT rule minimizes $\sum_{i=1}^n w_i E_i$.

Let $\sigma = (\sigma(1), \sigma(2), \dots, \sigma(n))$ be the sequence obtained by LWPT rule.

$$\begin{aligned} \text{Since } \min_{\sigma \in S} \sum_{i=1}^n w_{\sigma(i)} E_{\sigma(i)} &= \min_{\sigma \in S} \sum_{i=1}^n \{w_{\sigma(i)} (d_{\sigma(i)} - C_{\sigma(i)})\} \\ &= \min_{\sigma \in S} \left\{ \sum_{i=1}^n w_{\sigma(i)} d_{\sigma(i)} - \sum_{i=1}^n w_{\sigma(i)} C_{\sigma(i)} \right\} \end{aligned}$$

It is clear that **R.H.S.** is minimized by LWPT rule, since the first term is constant and the second term $\sum_{i=1}^n w_{\sigma(i)} C_{\sigma(i)}$ is maximized by LWPT rule.

Corollary (1)

For the 1 / $C_i \leq d_i / \sum_{i=1}^n w_i E_i$ problem SWPT rule gives the maximum $\sum_{i=1}^n w_i E_i$.

Proof:-

It is clear from theorem (1), since LWPT rule gives the minimum $\sum_{i=1}^n w_i E_i$, and SWPT rule is the inverse of LWPT rule.

Hence, the SWPT rule gives the maximum $\sum_{i=1}^n w_i E_i$.

The following result shows the structure of optimal schedules of our scheduling problem (P).

Theorem (2)

For the $1 / C_i \leq d_i / \sum_{i=1}^n w_i E_i$ problem, if LWPT rule is not feasible, then there exists at least one feasible schedule with $\sum_{i=1}^n w_i C_i$ as large as possible is optimal.

Proof:

After we scheduled the jobs of N , we get feasible schedules with $C_i \leq d_i$, $i = 1, 2, \dots, n$ and non-feasible schedules with $C_i > d_i$ for at least one job i ($i=1, 2, \dots, n$).

Let $S = \{s_1, s_2, \dots, s_r\}$, $r \leq n!$ be the set of feasible schedules, our aim is to minimize $\sum_{i=1}^n w_i E_i = \min_{i \in S_j} \{ \sum w_i (d_i - C_i) \}$, where $s_j \in S$ ($j=1, 2, \dots, r$). We look for a schedule which maximizes $\sum_{i=1}^n w_i C_i$, because $\sum_{i=1}^n w_i d_i$ is constant.

From theorem (1) LWPT schedule maximize $\sum_{i=1}^n w_i C_i$, but this schedule is not feasible. Hence, the first feasible schedule $s_j \in S$ ($j=1, 2, \dots, r$) after LWPT schedule that maximizes $\sum_{i=1}^n w_i C_i$ is optimal for $\sum_{i=1}^n w_i E_i$ problem.

The following result, determines the lower and the upper bounds for the total weighted earliness.

Theorem (3)

If $E^* = \min \{ \sum_{i=1}^n w_i E_i \}$, then

$$\sum_{i=1}^n w_i (d_i - c_i) \leq E^* \leq \sum_{i=1}^n w_i (d_i - c'_i)$$

where

$\sum_{i=1}^n w_i c_i$ and $\sum_{i=1}^n w_i c'_i$ are obtained by LWPT and SWPT rules respectively.

Proof:

Suppose the jobs are order $(1,2,\dots,n)$. In LWPT schedule, if this schedule is feasible then it is optimal and exact lower bound on E^* (obtained by using theorem (1) and $E^* = \sum_{i=1}^n w_i (d_i - c_i)$).

If LWPT schedule is not feasible, then a lower bound on E^* is obtained by using theorem (2).

For upper bound, suppose the SWPT schedule $(1,2,\dots,n)$ gives $\sum_{i=1}^n w_i E_i = \sum_{i=1}^n w_i (d_i - c'_i)$ which yield the upper bound if SWPT is feasible.

$$E^* \leq \sum_{i=1}^n w_i E_i = \sum_{i=1}^n w_i (d_i - c'_i)$$

If SWPT schedule is not feasible schedule, then the first feasible schedule which minimizes $\sum_{i=1}^n w_i c'_i$ yields the upper bound for E^* .

It is clear that theorem (3) is used to derive lower and upper bounds on the minimum total weighted earliness.

Remark (1): For the special case of unit weights, (i.e., $w_i = 1$ for $i = 1, 2, \dots, n$) then the resulting problem becomes $1 / C_i \leq d_i / \sum_{i=1}^n E_i$ and all the results above are true for it.

Lemma (1):-

In an optimal schedule for $1/C_i \leq d_i / \sum_{i=1}^n w_i E_i$ problem, the last job i with $d_i \geq T = \sum_{j=1}^n p_j$ and with smallest P_i / w_i , $i = 1, 2, \dots, n$.

Proof:-

1. If LWPT schedule is feasible schedule, then the last job i with $d_i \geq T = \sum_{j=1}^n p_j$ with smallest P_i / w_i $i = 1, 2, \dots, n$ by theorem (1).
2. If LWPT schedule is not feasible schedule, then by theorem (2) the first feasible schedule after LWPT schedule is optimal. In this schedule, if there exists more than one job with $d_i \geq T = \sum_{j=1}^n p_j$, then the job with smallest P_i / w_i should be the last job. \square

Remark (2): We notice that in general when the LWPT schedule is not feasible schedule, the optimal schedule consists of subschedules each of which is ordered by LWPT rule .

A special Case

In this section, we introduce three special cases for $1/C_i \leq d_i$ / $\sum_{i=1}^n w_i E_i$ problem. In the first case the due date is common for all jobs, but in the second case the processing time is common for all jobs and the $w_i = w$. In the third case we present the ideal solution. Now we are going to present these cases.

1- If $d_i = d = \sum_{j=1}^n p_j$ (i.e., the due dates of all jobs are constant and equal to the sum of processing times of all jobs), then the $1/C_i \leq d_i = d / \sum_{i=1}^n w_i E_i$ problem has optimal solution obtained by theorem (1). Notice that, in this case we have: -

- All sequences are feasible sequences.
- In all feasible sequences, the last job completed on its time and the other (n -1) jobs completed before their due dates, this means that all jobs in all feasible sequences are early.

2- If $P_i = P, (w_i = w), \forall i = 1, 2, \dots, n$.

Then the first feasible sequence is optimal for $1/c_i \leq d_i / \sum_{i=1}^n w E_i$ problem. This is clear, since $\sum_{i=1}^n w E_i$ is constant and is the same for all feasible schedules.

3- **The ideal solution**, if all the jobs completed exactly on their due dates (i.e., $C_i = d_i \forall i = 1, \dots, n$), then for this case there exists no earlier cost (i.e., $w_i E_i = 0 \forall i = 1, \dots, n$ and $\sum_{i=1}^n w_i E_i = 0$)

Derivation of Lower Bounds

In this section, we are going to show the methods of derivation the lower bound for $1/c_i \leq d_i / \sum_{i=1}^n w_i E_i$ problem.

Relaxation of Object

We can calculate a lower bound for earliness penalties on a single machine, by using a relaxation of object as follows:

- Sequencing the jobs of the set $N = \{1, 2, \dots, n\}$ to get a feasible schedule $(1, 2, \dots, n)$.
- Let $u_i \leq w_i \quad \forall i=1, \dots, n$

Then

$$LB(u) = \text{Min} \left\{ \sum_{i=1}^n u_i (d_i - C_i) \right\} \leq \text{Min} \left\{ \sum_{i=1}^n w_i E_i \right\}$$

where $u = (u_1, \dots, u_n)$.

Dynamic Programming State Space Relaxation (DPSSR)

This method was developed by Christfides et al. for various routing problem and applied first in scheduling by Abdul-Razaq and Potts [10].

We can use this method to get a lower bound (LB) for the problem of scheduling jobs on a single machine to minimize total cost, for example to get a lower bound for $1/c_i \leq d_i / \sum_{i=1}^n w_i E_i$ problem.

Let $S \subseteq N$ be an arbitrary subset of jobs. Let $f(S)$ be the minimum total cost when the jobs of S are sequenced in the first $|S|$ positions in the sequence. The objective is to find $f(N)$ by solving the recursion equations.

$$f(S) = \text{Min} \{ f(S - \{i\}) + g_i(\sum_{j \in S} p_j) \} \dots\dots(1)$$

where $f(\phi) = 0$ and $g_i(t)$ is the cost of job i if it completed at time t , $g_i(t) = \infty$ if $t > d_i$ (i.e., the schedule is not feasible).

Solving recursion equations (1) is equivalent to find the shortest path in the state space graph G in which vertices correspond to subsets S and the length of an arc directed from vertex $S - \{i\}$ to vertex S is $g_i(\sum_{j \in S} p_j)$, $i \in S$. Clearly there are 2^n vertices in G . Let $T = \sum_{i=1}^n p_i$ and $g_i(t) = \text{Min} \{ w_i (d_i - t) \}$.

To find lower bound by DPSSR, our object to find $f_0(T)$ from the recursion equations

$$f_0(t) = \text{Min} \{ f_0(t - p_i) + g_i(t) \} \dots\dots(2)$$

where $f_0(t) = \infty$ if $t < 0$, $g_i(t) = \infty$ if $t > d_i$ (i.e., the schedule is not feasible).

The state space graph for recursion (2) has vertices $0, 1, \dots, T$ and for each job i ($i \in N$) has an arc directed from vertex $t - p_i$ to vertex t for $t = p_i, p_{i+1}, \dots, T$. Then we may regard $f_0(t)$ the minimum cost of scheduling jobs in the time interval $[0, t]$. The computation of $f_0(T)$ requires $O(nT)$ time [10].

The above equation (2) gives a tight lower bound (LB), but the disadvantage of this method is that, it is suitable for small number of jobs but as the number of jobs becomes larger (i.e., for 20 jobs and more), this method lasts much more time and this reason makes this method unpractical and unusable for large number of jobs.

A Simple Lower Bound

The suitable, simple and efficient lower bound (LB) with respect to the previous lower bounds is obtained by theorem (1) or (3). It is clear that for the special case $w_i = 1$ for each i , the lower bound can be obtained for the unweighted case.

Derivation of the Best Lower Bound

In this section, we shall be interested in deriving a new lower bound on the optimal solution.

Let S be the set of unsequenced jobs, σ be an initial partial sequence of jobs.

Suppose we have the problem (P1)

$$\left. \begin{array}{l} \text{Max } \sum C_i \\ \text{s.t. } C_i \leq d_i \quad \text{for all } i \end{array} \right\} \quad (P1)$$

Then at least one feasible solution to (P1), can be relaxed to be a lower bound for $1/\sum E_i$ problem. We derive our new lower bound by using modified Smith backward procedure to solve (P1), as follows

Step 1 Set $T = \sum_{i=1}^n P_i$, $N = \{1, 2, \dots, n\}$, $k = n$.

Step 2 Find a job j^* : $P_{j^*} \leq P_j$, $d_{j^*}, d_j \geq T$, $j, j^* \in N$, (break ties by selecting the job j^* with largest due date) assign job j^* to position k .

Step 3 Set $T = T - P_{j^*}$, $N = N - \{j^*\}$, $k = k - 1$, if $k = 0$ stop, else go to (2).

It is clear that this procedure gives a feasible schedule. Suppose this feasible schedule is $(1, 2, \dots, n)$. Then we calculate the earliness E'_i , ($i = 1, 2, \dots, n$) for this feasible schedule and relax this E'_i in this schedule by:

$$E_i = \min\{E'_i, P_i\} \text{ for each } i \text{ in this relaxed problem to obtain LB}$$

$$= \sum_{i=1}^n E_i \text{ which is less than the optimal solution.}$$

Hence, the lower bound $LB(S)$ is given by:

$$LB(S) = \sum_{i \in \sigma} E_i + \sum_{i \in S} E_i, \text{ where } S \text{ is the set of unsequence jobs.}$$

It is clear that for the special case when σ is empty, we have the initial lower bound $LB(S) = \sum_{i \in S} E_i$.

Branch and Bound Algorithm

In this section, we shall describe our branch and bound algorithm which is widely used in scheduling problems.

Derivation of an Upper Bound

The first method to derive the upper bound by modification of Smith backward procedure as follows:

Step 1 Set $T = \sum_{i=1}^n P_i$, $N = \{1, 2, \dots, n\}$, $k = n$.

Step 2 Find a job j^* : $P_{j^*} \geq P_j, d_{j^*} \geq d_j \geq T, j, j^* \in N$ then assign job j^* to position k .

Step 3 Set $T = T - P_{j^*}$, $N = N - \{j^*\}$, $k = k - 1$, if $k = 0$ stop, else go to (2). Order the jobs according to the procedure above, let the schedule is $(1, 2, \dots, n)$ and calculate $\sum_{i=1}^n E_i$ for this feasible schedule, then set $UB1 =$

$$\sum_{i=1}^n E_i.$$

The second method to derive the upper bound by EDD rule (i.e., $d_1 \leq d_2 \leq \dots \leq d_n$) and calculate

$$\sum_{i=1}^n E_i \text{ for this feasible schedule, then } UB2 = \sum_{i=1}^n E_i.$$

$UB = \min \{UB1, UB2\}$ which is the initial upper bound at the root node of the search tree.

Derivation of Lower Bound

The lower bound which is used in branch and bound (BAB) is the same as in section (5-4).

The Forward Branching

At any level, we calculate the lower bound $LB(S)$ given in section (5-4) for each node (by calculate the cost of sequence jobs and the cost of unsequence jobs in a set S). If a node has a lower bound greater than or equal the current upper bound already computed, then this node is discarded, and we chose the active node (a node with smallest lower bound) to branch from it. The BAB method continuous in the same way by using a forward branching rule.

Whenever a complete sequence is obtained, this sequence is evaluated and the upper bound (UB) is altered if the new value is less than the old one. The procedure is repeated until all nodes have been considered.

The Use Of Local Search Method

In this section, we are going to describe the methods of local search that we have used in this study.

Adjacent Pairwise Interchange Method (APIM)

This method defined by a pair interchange operators which interchange elements (jobs) at positions (i) and (i+1) for a given sequence $(i=1,2,\dots,n-1)$ [11].

Now we are going to describe the steps of (APIM).

- **Initialization**

The initial current solution is obtained from the derivation of upper bound that we use in (BAB) algorithm to be the initial upper bound with its current sequence $\sigma = (\sigma(1), \dots, \sigma(n))$.

- **Neighbor generation**

We are going to improve the sequence σ by chosen job i arbitrary and interchange the two adjacent jobs i, i+1 ($1 \leq i \leq n-1$) (i.e., the positions of two adjacent jobs $\sigma(i)$, $\sigma(i+1)$, $1 \leq i \leq n-1$ are transposed).

The new sequence σ^* that will be obtained with its objective function value AUB.

The second API2 by improving σ by chosen arbitrary the pair (i, i+1), ($1 \leq i \leq n-3$) and interchange with (j, j+1), ($i+2 \leq j \leq n-1$). The new sequence σ^* that will be obtained with its objective function value A2UB.

- **Evaluation**

If $AUB < UB$ then the two adjacent jobs are left in their new positions in σ^* , otherwise the two adjacent jobs are replaced in their original positions.

After that the procedure repeated from step (Neighbor generation).

The evaluation step for the second improving is the same as the above evaluation but instead of AUB we use A2UB.

- **Termination step**

This method is terminated after (1500) iterations.

Descent Method (DM)

We are going to use this method in both cases (Insert neighbor and Swap neighbor) as follows:

- **Initialization**

This step is the same as initialization of (APIM).

- **Neighbor generation**

In this step, the first neighbor is insert neighbor then $\sigma' = (\sigma'(1), \dots, \sigma'(n))$ is a feasible neighbor (if $C_i \leq d_i \forall i$) of the current solution generated by chosen randomly job i ($1 \leq i \leq n$) from σ and, this job i shift arbitrary to the left. The objective function value of insert neighbor is (IUB).

The second neighbor is swap neighbor, the feasible neighbor (if $C_i \leq d_i \forall i$) $\sigma' = (\sigma'(1), \dots, \sigma'(n))$ of the current solution generated by chosen randomly two jobs $\sigma(i), \sigma(j), (i \neq j), (1 \leq i, j \leq n)$ from σ (not necessary adjacent) and interchange them. The objective function value of swap neighbor is (SUB).

The third neighbor is insert-swap neighbor, at each step the current solution is improving by insert neighbor and this sequence is then improved by swap neighbor. The objective function value of insert-swap neighbor is (In_SwUB).

The forth neighbor is swap2 neighbor, the feasible neighbor (if $C_i \leq d_i \forall i$)

$\sigma'1 = (\sigma'1(1), \dots, \sigma'1(n))$ of the current solution generated by chosen randomly two jobs $i, j, (i \neq j \& i < j), (1 \leq i \leq n-3 \& 3 \leq j \leq n-1)$ from σ (not necessary adjacent) and interchange $(i, i+1)$ with $(j, j+1)$.

The objective function value of swap neighbor is (Swap2UB).

- **Acceptance test**

In this step, we are going to test whether to accept σ' or retain to σ for the previous neighbors, as follows:

a- If $(IUB < UB)$ then σ' replace σ as the current solution and we set $UB = IUB$ then we go to step (Neighbor generation).

b- Otherwise (i.e., $IUB \geq UB$) then σ retain as the current solution, and we return to step (Neighbor generation).

The substeps (a), (b) for swap neighbor are the same for insert neighbor but instead of (IUB) we put (SUB).

The substeps (a), (b) for insert-swap neighbor are the same for insert neighbor but instead of (IUB) we put (In_SwUB).

The substeps (a), (b) for swap2 neighbor are the same for insert neighbor but instead of (IUB) we put (Swap2UB).

- **Termination test**

After (1500) iterations, we terminate this algorithm for insert, swap, insert-swap and swap2 at local minimum.

Another neighbor is linking API2 with swap, the steps are the same as the previous steps but Neighbor generation is at each step we improving the current solution by API2 and the resulting sequence improving by swap neighbor, the objective function value of this neighbor is AP-Sw. The last neighbor is linking API2 with swap2 which is the same as API2 with swap but the improving sequence obtained from API2 is improving by swap2 neighbor, the objective function value of this neighbor is AP-Sw2.

The Use of Tree Type Heuristic Method (TTHM)

In a branch and bound procedure (BAB), a near optimal solution is obtained if some of the possible optimum partial schedules have not been explored. This method is defined as the tree type heuristic (TTH).

We start with this method as we have started with branch and bound (BAB) to use the upper bound at the top of the search tree in the same way as we used in section (6-1) in BAB.

At each level, we calculate the (LB) for the feasible nodes in order to specify from which node to branch in according to lowest value of the lower bound among the lower bounds of all nodes. We continue in the same way until we reach the final level by using a forward branching without backtracking. We evaluate the complete sequence which is obtained. The upper bound is changed if the new value (TUB) is less than the old one. (i.e., $TUB < UB$, then set $UB = TUB$).

Heuristics for $1/C_i \leq d_i / \sum w_i E_i$

Heuristic (1)

Step 1

Order the jobs by LWPT rule, if it is feasible then it is optimal. If LWPT schedule is not feasible (i.e., there exists at least one job s.t. $c_i > d_i$ for some i), then find a job j such that $d_j \geq T = \sum_{i=1}^n p_i$ if there is a tie choose j with smallest P_j / w_j (by lemma 1) and schedule j in the last position.

Step 2

Order (n-1) jobs by LWPT rule, if it is feasible then it is optimal.

Step 3

Otherwise (i.e., (n-1) jobs are not feasible by LWPT), then the first tardy job i interchange with one of the early jobs j that precedes i such that:

$$d_j \geq T = \sum_{k=1}^i p_k \text{ and with smallest } P_j / w_j \dots\dots\dots (3)$$

as well as that job i and job j are early. Repeat this process until interchange all the tardy jobs with the early jobs and reach the corresponding feasible schedule, then calculate $UB1 = \sum_{i=1}^n w_i E_i$ for this schedule.

Step 4

If there exists a tardy job i such that step (3) is not satisfied, then find an early job j with $d_i \leq d_j$ and with smallest p_j / w_j , then set i precedes j , such that the both jobs i and j are early.

Note

For the LWPT schedule if there exists two jobs i and j such that:

- If p_i / w_i (for tardy job) $\geq p_j / w_j$ (for early job) and
- $d_i \leq d_j$, then job i precedes job j such that job i and job j are early.

If only the condition ($d_i \leq d_j$) is satisfied then job i precedes job j such that job i and job j are early.

Heuristic (2)

Step 1

If LWPT schedule is not feasible then for this LWPT schedule find the set J_1 of early jobs

$J_1 = \{i \in N: d_i \geq T, \text{ where } T = \sum_{j=1}^i p_j, i = 1, 2, \dots, n\}$, sequence the jobs of J_1 in LWPT.

Step 2

Find $J_2 = \{i \in N, i \notin J_1\}$, sequence the jobs of J_2 in LWPT rule, if J_2 is feasible and (J_2, J_1) is feasible then calculate $UB2 = \sum_{i=1}^n W_i E_i$ for (J_2, J_1) .

Step 3

If J_2 is not feasible or (J_2, J_1) is not feasible then find the tardy job $j \in J_2$ with $C_j > d_j$ and compare with the early jobs that precede it and make use of the note above until we find the first feasible schedule then calculate $UB2 = \sum_{i=1}^n W_i E_i$ for this feasible schedule.

Heuristic (3)

Step 1

Calculate $T = \sum_{j=1}^n p_j$ and find the job i such that $d_i \geq T$ with smallest p_i / w_i then set job i in position n (i.e., $i = n$).

Step 2

Set $T = T - p_i, n = n - 1$ and find a job i with $d_i \geq T$ and with

smallest p_i / w_i then set $i=n$. Repeat this process until the first early job, when $i = 1$ and Calculate $UB3 = \sum_{i=1}^n W_i E_i$ for this feasible schedule.

Heuristic (4)

Step 1

Order the jobs in LWPT, if the resulting schedules is feasible, then it

is optimal schedules. Otherwise go to step 2.

Step 2

Let $T = \sum_{i=1}^n p_i$, $N = \{1, 2, \dots, n\}$.

Step 3

Find the set $J_1 = \{i \in N: d_i \geq T\}$ then order the jobs of J_1 in LWPT order (in the last unfilled positions) to construct the

final sequence J_2 . Let $TJ_1 = \sum_{i \in J_1} p_i$, set $T = T - TJ_1$, $N = N - J_1$.

If $N \neq \{\emptyset\}$ repeat step (3), otherwise go to step (4).

Step 4

$UB4 = \sum_{i \in J_2} w_i E_i$, where J_2 is the sequence obtained from the subsequences of J_1 .

Computational Experience

Tests Problems

The (BAB) algorithms and (TTHM) were tested by coding them in Microsoft Fortran Power station and the local search was tested by coding it in Math lab 6.5 and running on a Pentium IV at 1700 Mhz, with Ram 128 MB computer.

Thirty-six random test problems were generated for each value of n . The size of the test problems used are $n = 10, 15, 20, 25, 30, 40, 50, 75, 100, 150$. The processing times P_i for $i \in N = \{1, 2, \dots, n\}$ is generated by randomly selecting integers from the uniform distribution $[1, 10]$. Due dates are generated based on different values ($D \in \{0.3, 0.6, 0.9\}$ and $E \in \{D+0.3, D+0.6, D+0.9\}$). The due dates d_i ($i=1, 2, \dots, n$) are uniformly distributed integers from the interval $[DT, ET]$ where $T = \sum_{i=1}^n P_i$.

We use (BAB) algorithm that described in section (6) to find the optimal solutions of all 10-jobs, 15-jobs, 20-jobs, 25-jobs, 30-jobs and 40-jobs, which are obtained with reasonable limits on computation

time. Problems that are not solved to optimality because their nodes were more than (10000000) nodes and lasted very long time, the best solution for these unsolved problems found by any of our local search methods were used instead, of the BAB algorithm.

The local search methods that are described in section (7) were applied and compared to all test problems.

Comparative Computation Results for BAB Method.

In this section, we are going to compare the results which we have reached in BAB method. In table (1) we compare the optimal solution with the upper bound (UB), the lower bound (LB) and we show the number of nodes for $n = 30$ jobs.

In table (2) we compare the number of nodes for the solved problems in BAB for $n = 10, 15, 20, 25, 30, 40$. Where NS1 is the number of problems solved that require not more than (200) nodes, NS2 is the number of problems solved that require over (200) nodes and not more than (2000) nodes, NS3 is the number of problems solved that require (2000) nodes and not more than (20000) nodes, NS4 is the number of problems solved that require over (20000) nodes. Finally, NU explains the number of unsolved problems (that require more than 10000000) nodes.

Table-1: comparative computation results for n=30 for BAB

.No	LB	.Opt	UB	NOD
1	126	173	212	67009
2	115	141	243	14198
3	123	181	228	152641
4	115	148	185	22483
5	110	143	208	18593
6	95	135	162	279865
7	142	183	217	119904
8	102	148	196	70076
9	122	167	194	150499
10	112	151	192	156808
11	127	178	215	88776
12	117	156	206	29638
13	152	192	237	44573
14	114	146	169	30491
15	146	198	237	152318
16	118	167	193	240255
17	151	195	231	36672
18	133	183	257	190062
19	122	159	194	90254
20	100	154	162	121324
21	105	169	202	575149
22	123	157	195	25962
23	126	162	231	34167
24	112	152	203	68666
25	111	143	202	13123
26	122	162	193	78311
27	132	167	214	150241
28	124	176	211	210743
29	128	175	200	230380
30	140	176	237	37801
31	91	111	161	11625
32	130	177	246	155437
33	116	159	225	13279
34	119	172	211	104063
35	146	197	228	177564
36	132	168	242	43018

No : Test problem number.

LB : Lower bound.

Opt. : Optimal solution.

UB : Upper bound.

NOD: Number of nodes in branch and bound method.

Table -2: comparative results for number of nodes for BAB Method

n	NS1	NS2	NS3	NS4	NU
10	34	2	-	-	-
15	2	33	1	-	-
20	-	12	22	2	-
25	-	-	20	16	-
30	-	-	5	31	-
40	-	-	-	28	8

NS1: Number of problems solved that require not more than (200) nodes.

NS2: Number of problems solved that require over (200) nodes and not more than (2000) nodes.

NS3: Number of problems solved that require over (2000) nodes and not more than (20000) nodes.

NS4: Number of problems solved that require over (20000) nodes.

NU: number of unsolved problems (require more than 10000000) nodes.

Comparison between the Optimal Solution and the Solutions Obtained By the Local Search Methods.

This section shows the efficiency of local search methods such as (API, API2, DM with all its neighbors (insert, swap, swap2, insert-swap), API2-swap, API2-swap2) and TTHM, we compare their values with the optimal solution (obtained by our (BAB) algorithm). Thirty-six test problems for $n = 10, 20, 30, 40$ are tested and the results are given in table (3). It is clear from table (3) that the best results as measured by the number of optimal solutions generated and the maximum deviation is obtained by (TTHM), followed by (API), (DM-swap), (DM-insert), (DM-in-sw), (DM-swap2), (API2-sw), and then (API2-sw2).

Table -3: comparative computation results

n		10	20	30	40
API	NT	10	14	6	12
	MD	30	30	35	28
API2	NT	-	-	-	-
	MD	33	56	68	102
DM- insert	NT	8	9	8	-
	MD	36	39	38	37
DM – swap	NT	10	14	7	-
	MD	29	14	12	36
DM – swap2	NT	-	-	-	-
	MD	38	44	69	102
DM – in-sw	NT	3	6	3	-
	MD	35	32	34	36
API2 – sw	NT	1	-	-	-
	MD	31	37	78	98
API2- sw2	NT	-	-	-	-
	MD	38	52	88	102
TTHM	NT	34	33	30	31
	MD	13	6	10	7
OPT	NU	-	-	-	8
	AND	121.166	5321.888	111526.888	3653667.194

NT : Number of times out of 36 that an optimal solution is found or number of the best solutions for the unsolved problem.

MD : The maximum deviation.

NU : The number of unsolved problems.

AND: Average number of nodes.

OPT : Optimal solution by using BAB method.

Comparative Results for Local Search and Heuristic Method

Table (4) shows the comparative of local search methods that described in section (7) which are (API) and (DM-in-sw) with the heuristic (TTHM) that described in section (8). These methods are compared by listing for each value of n the number (NO) of times out of 36 that an optimal solution is found or the number the best solutions for the unsolved problems, and the maximum deviation (MD).

The results in table (4) show that (TTHM) has good performance and efficient results, followed by (API) and (DM-in-sw) methods which give reasonable results. It should be noted that in case of time, the local search methods (API), (DM-in-sw) is better than (TTHM).

Table -4: comparative computation results: $50 \leq n \leq 150$ for local search methods

Method	API		DM – in – sw		TTHM	
n	NO	MD	NO	MD	NO	MD
50	12	32	-	68	30	7
75	7	39	-	107	34	6
100	4	48	-	145	34	2
150	5	34	-	254	34	5

Conclusions and Future Work

This study presents optimal and near optimal schedules for the problem of scheduling independent jobs on a single machine to minimize the total earliness penalties subject to no tardy jobs. This problem is considered to be NP-hard.

The study proposes a branch and bound algorithm (BAB) to solve our problem that employ a new lower bound scheme. This new lower bound is derive by using a relaxation on the earliness cost to be used in (BAB) to find optimal schedule, up to 40 jobs in reasonable time. Some special cases of our problem which leads to optimal solution are proved. Also, we report on the results of extensive computations tests of the following methods: Tree type heuristic method (TTHM), descent method (DM), adjacent pairwise interchange method (APIM) and a new method that linking descent method with adjacent pairwise interchange method. The main conclusion to be drawn from our computation results is that (TTHM) is more effective method for our problem, followed by (API) and (DM) methods. This study presents four heuristic methods for the problem.

An interesting future research topic would involve experimentation with same problem without the condition, subject to no tardy jobs.

REFERENCES

1. Supachai Pathumnakul , Pius J. Egbelu , Algorithm for minimizing weighted earliness penalty in single-machine problem .European Journal of Operational Research 161 780-796 (2005)
2. Alidaee, B., & Rosa, D. Scheduling parallel machines to minimize total weighted and unweighted tardiness . Computers and Operations Research , 24(8) , 775 – 788 (1997).
3. Du J. and Leung , Minimizing total tardiness on one processor is NP-hard , Mathematics of Operations Research 15 , 483-495 (1990).
4. Jorge M. S. Valente and Rui A. F. S. Alves , Improved lower bounds for the early /tardy scheduling problem with no idle time . Working paper , Faculdade de Economia do Porto , Portugal (2003).
5. Baker, K. R., And Scudder, G. D. Sequencing with earliness and tardiness penalties : A review . Operations Research 38 , 22-36 (1990).
6. LI, G. Single machine earliness and tardiness scheduling. European Journal of Operational Research 96 , 546-558(1997)
7. Graham R.L. , Lawler E.L. , Lenstra J.K. , Rinnooy kan A.H.G. " Optimization and approximation in deterministic sequencing and scheduling " . a survey . Ann Discrete Math , 287- 326(1979)
8. Chand S , Schneebergerh. Single machine scheduling to minimize weighted earliness subject to no tardy jobs .European Journal of Operational Research ; 34: 221-30(1988).
9. Abdul-Razaq T. S., " Machine scheduling problem, a branch and bound approach " Ph. Thesis, University of Keele,UK (1987).
10. Abdul-Razaq T. S. , and Potts C. N. , Dynamic programming state space relaxation for single machine scheduling , Journal of the Operational Research Society 39, 141-152(1988) .
11. Hurink J. An exponential neighborhood for a one-machine batching problem , University of Twente , The Netherlands ,July (1998) .

Connection Between Painlevé Property and Hirota's Bilinearization

Inaam A. Malloki Imad A. Barzinjy

Department of Mathematics, University of Al-Mustansiriya, Baghdad, Iraq

Department of Mathematics, University of Arbil, Arbil, Iraq

Received 13/1/2009 – Accepted 16/3/2009

الخلاصة

ان الهدف الأساسي من هذا البحث هو دراسة العلاقة بين طريقة هيروتا وخاصية بينلفيه وتعديل النتيجة الموضوعية من قبل جيبون وجماعته في عام 1985 لمعادلة KdV لقد بينا ان تحويل باكلاوند المشتق من خاصية بينلفيه يمكن ايجاده بطريقة نظامية من طريقة هيروتا وان الطريقة المعدلة يمكن ان تطبق على عدة معادلات منها معادلة B, KP, CDG. في هذا البحث قمنا ايضا باشتقاق خواص مساعدة في برهنة نتائجنا الرئيسية

ABSTRACT

The main goal of this paper is to consider the connection between Hirota's method and Painlevé property based on a result obtained by Gibbon et al. in 1985 to KdV equation. Our contribution is a modification to their work, so that Bäcklund transformation derived from Painlevé property can be obtained in a systematic way from Hirota's bilinear form.

We find that the modified procedure can be applied to many equations. Among these are Boussinesq (B), KP and CDG equations.

Also in this paper, some useful properties for the bilinear operators are derived to prove our main results.

INTRODUCTION

There is no rigid definition determined yet considering (integrability) of nonlinear partial differential equations, but the following properties are well accepted:

- 1- The PDE possess the Painlevé property.[1,2,3,4,5]
- 2- Existence of bilinear form.[3,4]
- 3- Solvability by IST.[2,3,4]
- 4- The ability to linearize the nonlinear PDEs by an explicit transformation.[1,5]
- 5- Existence of N-soliton solution, i.e, the equation possesses solitary waves, an infinite number of conservation laws.[1,3,4,5]
- 6- The equation satisfies the Ablowitz–Ramani–Segur (ARS) conjecture.[2,5]

In particular, we concentrate on Painlevé property and Hirota's bilinear form.

In 1983 Weiss proposed a new test of the complete integrability of nonlinear partial differential equations which was based on the generalization of the Painlevé property known formerly only for

ordinary differential equations (ODEs) in 1941. The connection between ODEs of the painleve□□ type and the completely integrability PDEs has been pointed out by Ablowitz and Segur in 1977 [6].

Let us discuss the Painleve□ property for some special nonlinear partial differential equations like KdV, KP, B and CDG equations.

A partial differential equation has Painleve□ property when its solution is single-valued about the movable, singularity manifold. To be precise, if the singularity manifold is determined by

$$\phi(z_1, z_2, \dots, z_n) = 0 \quad (1.1)$$

and $u = u(z_1, z_2, \dots, z_n)$ is a solution of the PDE, then the assumption

$$u = \phi^\alpha \sum_{j=0}^{\infty} u_j \phi^j \quad u_0 \neq 0, \quad (1.2)$$

where

$$\phi = \phi(z_1, z_2, \dots, z_n), \quad u_j = u_j(z_1, z_2, \dots, z_n), \quad j = 0, 1, 2, \dots$$

are analytic functions of (z_j) in a neighborhood of the manifold (1.1)

and α is an integer. The derivation of Painleve property is illustrated through the known KdV equations,

$$u_t + 12uu_x + u_{xxx} = 0, \quad (1.3)$$

To find the Painleve property for this equation we substitute (1.2) in (1.3) then we find that,

$$\alpha = -2$$

and

$$u = \phi^{-2} \sum_{j=0}^{\infty} u_j \phi^j. \quad (1.4)$$

The recursion relations for the u_j 's are presented in [7]. It is found that the "resonances" occur at $j = -1, 4, 6$.

The compatibility conditions at $j = 4, 6$ are satisfied identically and the KdV equation possesses the Painleve□ property. For instance, when

$$\begin{aligned} j = 0: & \quad u_0 = -\phi_x^2, \\ j = 1: & \quad u_1 = \phi_{xx}, \\ j = 2: & \quad \phi_x \phi_t + 12\phi_x^2 u_2 + 4\phi_x \phi_{xxx} - 3\phi_{xx}^2 = 0, \\ j = 3: & \quad \phi_{xt} + 12\phi_{xx} u_2 - \phi_x^2 u_3 + \phi_{xxx} = 0, \end{aligned} \quad (1.5)$$

$j = 4$: compatibility condition :

$$\frac{\partial}{\partial x}(\phi_{xt} + \phi_{xxxx} + 12\phi_{xx}u_2 - \phi_x^2u_3) = 0 \quad (1.6)$$

By (1.5), the compatibility condition (1.6) at $j = 4$ is satisfied identically.

The compatibility condition at $j = 6$ involves extensive calculation and is also satisfied identically [8]. We now specialize (1.4) by setting the "resonance" functions

$$u_4 = u_6 = 0.$$

Furthermore, by requiring

$$u_3 = 0,$$

u_2 must satisfy (1.3) and consequently it is easily demonstrated that

$$u_j = 0, \quad j \geq 3,$$

Thus we obtain the following Bäcklund transforms

$$u = \frac{\partial^2}{\partial x^2} \ln \phi + u_2, \quad (1.7)$$

and

$$B_1(u_2, \phi) = \phi_x \phi_t + 12\phi_x^2 u_2 + 4\phi_x \phi_{xxx} - 3\phi_{xx}^2 = 0 \quad (1.8)$$

$$B_2(u_2, \phi) = \phi_{xt} + 12\phi_{xx}u_2 + \phi_{xxxx} = 0. \quad (1.9)$$

For Boussinesq (B) equation,

$$u_{tt} + 2uu_{xx} + 2u_x^2 + \frac{1}{3}u_{xxxx} = 0. \quad (1.10)$$

The associated Bäcklund transformations are

$$u = 2 \frac{\partial^2}{\partial x^2} \ln \phi + u_2, \quad (1.11)$$

and

$$B_1(u_2, \phi) = \phi_t^2 - \phi_{xx}^2 + \frac{4}{3}\phi_x \phi_{xxx} + 2u_2 \phi_x^2 = 0 \quad (1.12)$$

$$B_2(u_2, \phi) = \phi_{tt} + \frac{1}{3} \phi_{xxxx} + 2\phi_{xx} u_2 = 0. \quad (1.13)$$

Bäcklund transformation for KP equation,

$$u_{tx} + 6u_x^2 + 6uu_{xx} + u_{xxx} + u_{yy} = 0 \quad (1.14)$$

are

$$u = 2 \frac{\partial^2}{\partial x^2} \ln \phi + u_2, \quad (1.15)$$

and

$$B_1(u_2, \phi) = \phi_t \phi_x + 4\phi_x \phi_{xxx} - 3\phi_{xx}^2 + \phi_y^2 + 6u_2 \phi_x^2 = 0, \quad (1.16)$$

$$B_2(u_2, \phi) = \phi_{xt} + \phi_{xxxx} + \phi_{yy} + 6\phi_{xx} u_2 = 0. \quad (1.17)$$

while for the CDG equation,

$$u_t + \frac{\partial}{\partial x} (u_{xxxx} + 30uu_{xx} + 60u^3) = 0 \quad (1.18)$$

are

$$u = \frac{\partial^2}{\partial x^2} \ln \phi + u_2, \quad (1.19)$$

and

$$B_1(u_2, \phi) = \phi_t \phi_x + 6\phi_{xxxx} \phi_x - 15\phi_{xx} \phi_{xxxx} + 10\phi_{xxx}^2 + 30(\phi_x^2 u_{2,xx} + 6\phi_x^2 u_2^2 + u_2(4\phi_x \phi_{xxx} - 3\phi_{xx}^2)) = 0 \quad (1.20)$$

$$B_2(u_2, \phi) = \phi_{xt} + \phi_{xxxxx} + 30(\phi_{xx} u_{2,xx} + 6\phi_{xx} u_2^2 + \phi_{xxxx} u_2) = 0 \quad (1.21)$$

where u and u_2 satisfy (1.18)

An important contribution, which we shall discuss next, has been made by Hirota who invented a novel means of calculating N-soliton solutions with its attendant implication of integrability without having to resort to other method [3]. It is very powerful method of simplifying algebraic calculations [9].

The Hirota's bilinear formalism has been instrumental in derivation of the multisoliton solution of (integrable) nonlinear evolution equations

[10]. Using the bilinear operator D_s which acts on a pair of functions (the so-called “dot product) antisymmetrically as:

$$D_s(f.g)(s) = \left(\frac{\partial}{\partial s} - \frac{\partial}{\partial s'} \right) f(s)g(s') \Big|_{s'=s}$$

where s denotes x, t or y .

The main steps of Hirota’s method are:

First: The selection of a suitable substitution instead of the dependent variable that allows obtaining the bilinear form of the equation.

Second: The consideration of the formal series of perturbation theory for this bilinear equation. In the case of soliton solutions these series are terminated [11].

In this paper, the procedure as described in the first step of Hirota’s method is applied to the equations investigated previously. If we use the transformation

$$u = \frac{\partial^2}{\partial x^2} \ln f(x, t) = \frac{f_{xx}f - f_x^2}{f^2} \quad (1.22)$$

then Hirota’s bilinear form for KdV eq.(1.3) is

$$(D_x^4 + D_x D_t)(f.f) = 0 \quad (1.23)$$

and for B eq.(1.10) is

$$(3D_t^2 + D_x^4)(f.f) = 0 \quad (1.24)$$

for KP eq.(1.14) is

$$(D_x^4 + D_x D_t + D_y^2)(f.f) = 0 \quad (1.25)$$

and finally for CDG eq. (1.18) is

$$(D_x D_t + D_x^6)(f.f) = 0. \quad (1.26)$$

An equation $K[u] = 0$ is defined as the KdV–type equation by Peterson [12] if there exist two nontrivial Hirota’s polynomials $P = P(\mu, v, \omega)$ and $N = N(\mu, v, \omega)$ such that

$$P(D_x)\theta \cdot \theta = 0 \Rightarrow K[\theta^{-2}N(D_x)\theta \cdot \theta] = 0$$

holds for all nontrivial positive function $\theta = \theta(x)$.

It can be easily seen that our equations (KdV, Boussinesq, KP and CDG) are of KdV-type according to Peterson's definition.

Note that if $N = D_x(f \cdot f)$ then we say that f satisfies Hirota's bilinear form.

For the KdV equation, Hirota's method and Painlevé property are connected [3] in the following way: We can think of u and u_2 , in the Bäcklund transformation (1.7), as an adjacent pair of solution in a set $\{u_n\}$ which are related to Hirota's f -function f_n by

$$u_n = (\ln f_n)_{xx} \quad (1.27)$$

Relabelling the u , u_2 and ϕ in (1.7) as u_n , u_{n-1} and ϕ_{n-1} respectively, then the following theorem can be proved [3]

Theorem: If the functions f_n ($n=1,2,3,\dots$) satisfy the Hirota's equation (1.23), for every n , and if

$$f_n = \phi_{n-1} f_{n-1} \quad (1.28)$$

then the resulting equation in ϕ_{n-1} and u_{n-1} is satisfied by the painlevé result (1.8) and (1.9). Furthermore

$$f_n = \prod_{i=0}^{n-1} \phi_i$$

Gibbon et al. also claimed that similar theorem for NLS and mKdV equation can be proved.

Note that Gibbon's et al. connection is restricted to KdV equation. In this paper we consider some equations in the class of KdV-type equations (in the sense of Peterson) in which the dependent variable transformation used is

$$u = (\ln f)_{xx} \quad (1.29)$$

to obtain some Hirota's polynomials,

$$P(D_x, D_t, D_y, \dots)(f \cdot f) = 0 \quad (1.30)$$

Our modification is to obtain Bäcklund transformation for each equation.

USEFUL PROPERTIES OF HIROTA'S OPERATOR

For each equation which will be investigated in this paper the following properties are satisfied.

Note:

In the following derivations we put f instead of $f(x, t)$, f' instead of $f(x', t')$ and so as to ϕ and ϕ' .

For the functions ϕ and f , It can be easily proved that

1. $D_x^2(\phi f \cdot \phi f) = \phi^2 D_x^2(f \cdot f) + f^2 D_x^2(\phi \cdot \phi)$.
2. $D_x^4(\phi f \cdot \phi f) = \phi^2 D_x^4(f \cdot f) + 6 D_x^2(f \cdot f) D_x^2(\phi \cdot \phi) + f^2 D_x^4(\phi \cdot \phi)$
3. $D_x^6(\phi f \cdot \phi f) = \phi^2 D_x^6(f \cdot f) + 15 D_x^4(f \cdot f) D_x^2(\phi \cdot \phi) + 15 D_x^2(f \cdot f) D_x^4(\phi \cdot \phi) + f^2 D_x^6(\phi \cdot \phi)$
4. $D_x D_t(\phi f \cdot \phi f) = \phi^2 D_x D_t(f \cdot f) + f^2 D_x D_t(\phi \cdot \phi)$.
5. (a) If $u = a(\ln f)_{xx}$ then $\frac{2}{a} \cdot u f^2 = D_x^2(f \cdot f)$ where a is non zero constant.
- (b) If $u = (\ln f)_{xx}$ then $2(u_{xx} + u^2) f^2 = D_x^4(f \cdot f)$

THE MAIN RESULTS

In this section, we present the connection between Painlevé property and Hirota's bilinear form for KdV, KP, B and CDG equations.

Theorem 1:

If each function f, f_2 satisfies the Hirota's bilinear form for KdV equation (1.3) and if there exists a function ϕ such that

$$f = \phi f_2 \quad (3.1)$$

then

$$\phi B_2(u_2, \phi) - B_1(u_2, \phi) = 0$$

where $B_1(u_2, \phi) = 0$ and $B_2(u_2, \phi) = 0$ are the Bäcklund transformation (1.8) and (1.9) respectively.

Proof: Since f satisfies Hirota's bilinear form for KdV then we have

$$(D_x^4 + D_x D_t)(f \cdot f) = 0 \quad (3.2)$$

substituting the transformation (3.1) in (3.2) gives,

$$(D_x^4 + D_x D_t)(\phi f_2 \cdot \phi f_2) = 0$$

and by linearity,

$$D_x^4(\phi f_2 \cdot \phi f_2) + D_x D_t(\phi f_2 \cdot \phi f_2) = 0$$

Now using properties (2 and 4) we get

$$\begin{aligned} \phi^2 D_x^4(f_2 \cdot f_2) + 6D_x^2(f_2 \cdot f_2) D_x^2(\phi \cdot \phi) + f_2^2 D_x^4(\phi \cdot \phi) + \\ + \phi^2 D_x D_t(f_2 \cdot f_2) + f_2^2 D_x D_t(\phi \cdot \phi) = 0 \end{aligned}$$

or,

$$\begin{aligned} \phi^2 [D_x^4(f_2 \cdot f_2) + D_x D_t(f_2 \cdot f_2)] + f_2^2 D_x^4(\phi \cdot \phi) + 6D_x^2(f_2 \cdot f_2) D_x^2(\phi \cdot \phi) \\ + f_2^2 D_x D_t(\phi \cdot \phi) = 0 \end{aligned}$$

Since f_2 satisfies Hirota's bilinear form for KdV then we have

$$(D_x^4 + D_x D_t)(f_2 \cdot f_2) = 0$$

which implies (by property (5(a)) that $2u_2 f_2^2 = D_x^2(f_2 \cdot f_2)$

then

$$f_2^2 D_x^4(\phi \cdot \phi) + 12u_2 f_2^2 D_x^2(\phi \cdot \phi) + f_2^2 D_x D_t(\phi \cdot \phi) = 0$$

or,

$$D_x^4(\phi \cdot \phi) + 12u_2 D_x^2(\phi \cdot \phi) + D_x D_t(\phi \cdot \phi) = 0$$

Now using properties (1), (2) and (4) we get

$$2(\phi \phi_{4x} - 4\phi_x \phi_{xxx} + 3\phi_{xx}^2) + 12u_2 [2(\phi \phi_{xx} - \phi_x^2)] + 2(\phi \phi_{xt} - \phi_x \phi_t) = 0$$

This can be written as

$$\phi(\phi_{xt} + 12u_2 \phi_{xx} + \phi_{xxxx}) - (\phi_x \phi_t + 12u_2 \phi_x^2 + 4\phi_x \phi_{xxx} - 3\phi_{xx}^2) = 0$$

This identity can be considered as a polynomial in ϕ , which gives, the Bäcklund transformation,

$$B_1(u_2, \phi) = \phi_x \phi_t + 12u_2 \phi_x^2 + 4\phi_x \phi_{xxx} - 3\phi_{xx}^2 = 0$$

and,

$$B_2(u_2, \phi) = \phi_{xt} + 12u_2\phi_{xx} + \phi_{xxxx} = 0$$

for KdV equation.

Theorem 2:

If each function f, f_2 satisfies the Hirota's bilinear form for Boussinesq equation (1.10) and if there exists a function ϕ such that

$$f = \phi f_2 \quad (3.3)$$

then

$$\phi B_2(u_2, \phi) - B_1(u_2, \phi) = 0$$

where $B_1(u_2, \phi) = 0$ and $B_2(u_2, \phi) = 0$ are the Bäcklund transformation (1.12) and (1.13) respectively.

Theorem 3:

If each function f, f_2 satisfies the Hirota's bilinear form for KP equation (1.14) and if there exists a function ϕ such that

$$f = \phi f_2 \quad (3.4)$$

then

$$\phi B_2(u_2, \phi) - B_1(u_2, \phi) = 0$$

where $B_1(u_2, \phi) = 0$ and $B_2(u_2, \phi) = 0$ are the Bäcklund transformation (1.16) and (1.17) respectively

Theorem 4:

If each function f, f_2 satisfies the Hirota's bilinear form for CDG equation (1.18) and if there exists a function ϕ such that

$$f = \phi f_2 \quad (3.5)$$

then

$$\phi B_2(u_2, \phi) - B_1(u_2, \phi) = 0$$

where $B_1(u_2, \phi) = 0$ and $B_2(u_2, \phi) = 0$ are the Bäcklund transformation (1.20) and (1.21) respectively.

The Proof of each theorem 2, 3 or 4 is similar to the proof of theorem 1.

CONCLUDING REMARKS

In this work, we established a connection between the two concepts of integrability of nonlinear PDEs, the Painlevé property and Hirota's bilinear form through Gibbon's et al. result which needs to be modified in order:

- a. To find algorithmically their associated Bäcklund transformation. In Gibbon's et al theorem for KdV equation there is infinite number of functions satisfying Hirota's bilinear form. In fact, there is no need to use all of them. It is sufficient to use the last u (in the expansion) whose value is not arbitrary for the resulting equation of Painlevé property.
- b. To consider Hirota's bilinearization as an alternative technique to Painlevé property to obtain the Bäcklund transformation.
- c. To apply Gibbon's et al. result to many equations, not only KdV equation. For this purpose, we adopt Peterson's definition and the procedure as described for KdV has been modified to be applied to many equations like B, KP and CDG equations.

REFERENCES

1. Costakis, S. and Leach, P. G. L., Symmetries, Singularities and Integrability in Nonlinear Mathematical Physics and Cosmology, Proceedings of Institute of Math. of NAS of Ukraine, 2002, V. 43, Part 1, 128–135.
2. Estevez, P. G., Conde, E. and Gordoa, P. R., Unified Approach to Miura, Bäcklund and Darboux Transformations for Nonlinear Partial Differential Equations, J. Math. Phys., Vol. 5, N1, 1998, 82-114.
3. Carstea, A. S., Extension of the Bilinear Formalism to Supersymmetric KdV-Type Equation, solv-int/9812022 v1, 1998.
4. Kondo, K., Studies on Integrability for Nonlinear Dynamical Systems and its Applications, Osaka Univ., Toyonaka, Osaka 560–8531, Japan, 2001.
5. Muestte, M., Painlevé□ Analysis for Nonlinear Partial Differential Equations, The Painlevé□ property , one century later, ed. R. Conte, CRM series in mathematical physics, Springer-Verlag, Berlin, 1998.
6. Doktorov, E. V. and Sakovich, S. Yu., Painlevé□ Test and Integrability of Nonlinear Klein-Fock-Gordon Equation, J. Phys. A: Math. Gen. 18, 1985, 3327-3334
7. Weiss, J., The Painlevé□ Property for Partial Differential Equations. II BäcklundTransformation, Lax Pairs, and the Schwarzian Derivative, J. Math. Phys. 24, 1983, 1405-1413.
8. Weiss, J., The Painlevé□ Property for Partial Differential Equations, La Jolla Institute Report LJI-R-82-186, 1982.

9. Ramani, A., Inverse Scattering, Ordinary Differential Equation of Painlevé Type and Hirota's Bilinear Formalism, Thesis, Univ. of Paris-Sud, 1981.
10. Gibbon, J. D. and Tabor M., Hirota's Method and Painlevé Property, Imperial College, London and Columbia University, New York, 1985
11. Hietarinta, J., Introduction to Hirota Bilinear Method, Lecture Notes in Physics, Springer Berlin/ Heidelberg vol 495/ 1997.
12. Peterson P., Multi-Soliton Interactions and the Inverse Problem of Wave Crests, Ph.D Thesis Tallin Technical University, Estonia, 2001.

مجلة علوم المستنصرية

تصدر عن كلية العلوم الجامعة المستنصرية

رئيس التحرير
أ. د. رضا ابراهيم البياتي

مدير التحرير
أ. د. اقبال خضر الجوفي

هيئة التحرير

عضو
عضو
عضو
عضو
عضو
عضو

أ. ج. د. رمزي رشيد الماني
أ. ج. د. قيس جميل لطيف
أ. ج. د. إيمان طارق العلوي
أ. ج. د. ماجد محمد محمود
أ. ج. د. إنعام عبد الرحمن ملوكي
أ. ج. د. علاء الدين مجيد

الهيئة الاستشارية

عضو
عضو
عضو
عضو
عضو
عضو
عضو

د. مهدي صادق عباس
د. كاظم حسن حسين
د. نعمة محسن الفللاوي
د. يوسف كاظم عبد الامير
د. حسين اسماعيل عبد الله
د. عامر صديق الملاحي
د. نزار ادور ناصر



تعليمات النشر لمجلة علوم المستنصرية

1. تقوم المجلة بنشر البحوث الرصينة التي لم يسبق نشرها في مكان آخر بعد إخضاعها للتقويم العلمي من قبل مختصين وبأني من اللغتين العربية أو الإنكليزية .
2. يقدم الباحث طلبا تحريريا لنشر البحث في المجلة على أن يكون مرفقا بأربع نسخ من البحث مطبوعة على الحاسوب ومسحوب بطابعة ليزيرية وعلى ورق ابيض قياس (A4) مع قرص مرص (Disk) محمل بأصل البحث ويكون عدد صفحات البحث 10 صفحات وبضمنها الأشكال والجداول على أن لا يكون الحرف اصغر من قياس 12 .
3. يطبع عنوان البحث واسماء الباحثين (كاملة) وعناوينهم باللغتين العربية والإنكليزية على ورقة منفصلة شرط أن لا تكتب اسماء الباحثين وعناوينهم في أي مكان آخر من البحث ، وتعاد كتابة عنوان البحث فقط على الصفحة الأولى من البحث .
4. تكتب اسماء الباحثين كاملة بحروف كبيرة وفي حالة استخدام اللغة الإنكليزية وكذلك الحروف الأولى فقط من الكلمات (عدا حروف الجر والإضافة) المكونة لعنوان البحث ، وتكتب عناوين الباحثين بحروف اعتيادية صغيرة .
5. تقدم خلاصتان وافيتان لكل بحث ، احدهما بالعربية والاخرى بالإنكليزية وتطبع على ورقتين منفصلتين بما لا يزيد على (250) كلمة لكل خلاصة.
6. يشار الى المصدر برقم يوضح بير قوسين بمستوى السطر نفسه بعد الجملة مباشرة وتطبع المصادر على ورقة منفصلة ، ويستخدم الأسلوب الدولي المتعارف عليه عند ذكر مختصرات اسماء المجلات .
7. يفضل قدر الإمكان تسلسل البحث ليتضمن العناوين الرئيسة الآتية : المقدمة ، طرائق العمل ، النتائج والمناقشة و الاستنتاجات ، المصادر ، وتوضع هذه العناوين دون ترقيم في وسط الصفحة ولا يوضع تحتها خط وتكتب بحروف كبيرة عندما تكون بالإنكليزية .
8. يتبع الأسلوب الآتي عند كتابة المصادر على الصفحة الخاصة بالمصادر : ترقيم المصادر حسب تسلسل ورودها في البحث ، يكتب الاسم الأخير (اللقب) للباحث او الباحثين ثم مختصر الاسمين الأولين فعنوان البحث ، مختصر اسم المجلة ، المجلد او الحجم ، العدد ، الصفحات ، (السنة) . وفي حالة كون المصدر كتابا يكتب بعد اسم المؤلف او المؤلفين عنوان الكتاب ، الطبعة ، الصفحات ، (السنة) الشركة الناشرة ، مكان الطبع .
9. بخصوص اجور النشر يتم دفع مبلغ (25000) عشرون ألف دينار عند تقديم البحث للنشر وهي غير قابلة للرد ومن ثم يدفع الباحث (25000) عشرون ألف دينار اخرى عند قبول البحث للنشر وبهذا يصبح المبلغ الكلي للنشر خمسون ألف دينار .

المحتويات

رقم الصفحة	الموضوع
9-1	دراسة انتاجية بعض عوامل الضراوة لبعض البكتريا المعزولة من ردهات الاطفال الخدج رعد خليل الحسيني و رعد عبداللطيف واقبال خضر الجوفي
21-10	تأثير المستخلص الخام لأوراق نبات لسان الحمل الكبير <i>Plantago major</i> في التشوهات الكروموسومية وتبادل الكروماتيدات الشقيقة للخلايا اللمفاوية للدم المحيطي للإنسان رعد ضياء عبد الجليل
29-22	إنضاج ، إخصاب والتطور الجنيني المبكر لبويضات الأغنام المحلية مختبريا باستعمال تقنيات جمع مختلفة للبويضات محمد عبد الكريم الطائي
37-30	التحري عن انتشار البكتريا الهوائية السالبة لصبغة كرام المسببة لالتهاب الجروح منعم رضوان على و مها مخلف كاظم و مزيد صالح حسين
50-38	تأثير الليزر على الخواص البصرية للزجاج بتول درعم بلاوة ومنى مهدي صالح
62-51	فحص تباين صورة اختبارية لشدات اضاءة وترددات مكانية مختلفة علي عبد داود الزكي
70-63	تأثير التبريد المفاجئ على الخواص الفيزيائية للحالة الحجمية و الأغشية الرقيقة لمادة استينات الكادميوم Cd_2SnO_4 صلاح عبد الوهاب و نوال فتاح و داليا عبد علي
86-71	دراسة ميزات التوزيعات الهندسية المختلطة مع تقديراتها شروق احمد كريم و هبة غسان فريد

دراسة انتاجية بعض عوامل الضراوة لبعض البكتريا المعزولة من ردهات الاطفال الخدج

رعد خليل الحسيني و رعد عبداللطيف واقبال خضر الجوفي
الجامعة المستنصرية / كلية العلوم / قسم علوم الحياة

تاريخ تقديم البحث 2008/2/10 - تاريخ قبول البحث 2009/3/16

ABSTRACT

Eight hundred swabs were collected from environment of neonatal intensive care units during september2004- may2005 from different locations which include sucker system, neonatal incubators, baby mobilization systems, balances, oxygen masks, empirical cutting tools, floor and walls, laborers hands and medical staff, and air samples

Morphological and biochemical tests were employed to diagnose bacterial species, the isolated bacteria were reprinted as follows: gram positive bacteria, 88 isolates, includes *Staphylococcus aureus* 62 (70.5%) and *Staphylococcus epidermidis* 26(29.5%), and gram-negative bacteria (170 isolated) includes: *Escherichia coli* 51(30%), *proteus mirabilis* 35(20.6%), *Citrobacter spp* 8(4.1%), *Acinetobacter spp*.24 (14.2%), *Pseudomonas aeruginosa* 20(11.8%), *Klebsiella spp*.15(8.8%), *Enterobacter spp*.10(5.8%), and *serratia spp*7(.4.1%).sucker conformation more contam with isolate (21.7%)56 ,while imbirical cutting tools less contamination 12 isolates (4.6%)from(258).The virulence factor were detected for only *E.coli*, *P. mirabilis* and *S. aureus* which constitutes the predominant isolated bacteria the production of *B.Lactomase* were about 55% of all the isolates, 24(57%) of the *S.aureus*, 20(52.6%) of the *P.mirabilis* and it was 11(55%) in *E.coli* where as (61%) had the ability of hemolysin production, AB, Blood group give the best result among the groups of blood and for all bacterial isolates. While(40%) were able to produce protease (38%) 16 *S.aureus*.(45%) 9 *P.mirabilis* .(39.5%) 15 *E .coli*.and(47%) were able to produce urease (64.2%) 27 *S.aureus* .(100%) 20 *P.mirabilis*.

الخلاصة

شملت الدراسة جمع 800 مسحة مختلفة من بيئة ردهة الاطفال الخدج للفترة من ايلول 2004 الى مايس 2005 ومن مصادر مختلفة شملت اجهزة سحب السوائل Suckers وحاضنات الاطفال الخدج واجهزة انعاش الطفل واقنعة الاوكسجين وادوات قص الحبل السري والمغاسل وايايدي الكادر الطبي والعاملين وعينات الهواء. زرعت المسحات مباشرة على وسطي اكار الدم والمكونكي وشخصت العزلات البكتيرية النامية مبدئياً بالاعتماد على صفاتها الزرعية على الاوساط المختبرية واكد التشخيص النهائي باستخدام عدة التشخيص Api 20E للبكتريا السالبة لملون غرام وعدة Api staph للعنقودية الموجبة لملون غرام. شخصت على هذا الاساس 88 عزلة تعود للبكتريا لملون غرام شملت *Satphylococcus aureus* وبواقع 62 عزلة(70.5%) و *Staphylococcus epidermidis* وبواقع 26 عزلة(29.5%) كذلك تم عزل 170 عزلة تعود للبكتريا السالبة لملون غرام شملت 51 عزلة لبكتريا *Escherichia coli* (30%) و 35 عزلة للنوع *Proteus mirabilis* (20.6%) و 8 عزلات للنوع *Citrobacter* (14.7%) و 24 عزلة للنوع *Acinetobaster spp* (14.2%) و 20 عزلة للنوع *Pseudomonas aeruginosa* (11.8%) و 15 عزلة للنوع *Klebsiella spp* (8.8%) و 10 عزلات للنوع *Enterobacter* (5.8%) و 7 عزلات للنوع *Serratia spp* (4.1%). شكل جهاز سحب لسوائل اعلى نسبة تلوث 21.7%

56 عزلة فيما شكلنا ادوات قص الحبل السري اقل نسبة تلوث (4.6%) 12 عزلة من مجموع 258 درست بعض عوامل الضراوة لبكتريا *S. aureus* و *P. mirabilis* و *E. coli* فقط لكونها الاكثر نسبة عزل. كانت انتاجيتها لانزيم البيتا لاكتاميز (55%) وكما يلي (57%) 24 لك *S. aureus* و (52.6%) 20 لك *P. mirabilis* و (55%) 11 لك *E. coli* بينما كانت قابلية انتاجها للهيمولايسين (61%). وكان صنف الدم AB هو الافضل بالانتاجية من بين جميع اصناف الدم ولجميع انواع البكتريا. شكلت البكتريا نسبة انتاج (40%) للبروتيز وكما يلي (38%) 16 *S. aureus* و (45%) 9 *P. mirabilis* و (39.5%) 15 *E. coli* بينما كان نسبة انتاجها لليوريز (47%) وكما يلي (64.2%) 27 *S. aureus* و (100%) 20 *p. mirabilis*.

المقدمة

يتعرض الاطفال حديثي الولادة للعديد من الخمجات نتيجة الاكتساب العرضي للممرضات من البيئة الخارجية وذلك بسبب ما تحمله البيئة من جراثيم مختلفة تشمل البكتريا السالبة والموجبة لملون غرام. يعد العاملان والكادر الطبي في ردهات الاطفال الخدج من اهم ملوثات هذه الردهات بسبب الاهمال وعدم تعقيم الايدي عند الانتقال من مريض إلى آخر وكذلك استعمال الادوات الملوثة وبالاخص الانبوب القصبي وقسطة الحبل السري [1].

شكلت البكتريا الموجبة لملون غرام اعلى نسبة تلوث في ردهات العناية المركزة متمثلة بالمكورات العنقودية الذهبية (*Staphylococcus aureus*)، تلتها بكتريا ايشريكية القولون (*Escherichia coli*) ثم (*Proteus mirabilis*). ومما زاد من مشكلة خمج المستشفيات هي امتلاك البكتريا للعديد من عوامل الضراوة المتمثلة بانتاج البكتريا لانزيم البيتا لاكتاميز والهيمولايسين والبروتيز واليوريز [2، 3].

تعتبر عملية انتاج انزيم البيتا لاكتاميز من اليات البكتريا لمقاومة مضادات البيتا لاكتام يعمل علن تحطيم حلقة البيتا لاكتام المضمنة بتركيب مضادات بيتا لاكتام من خلال تكسير اصرة الامايد الواقعة ضمن هذه الحلقة وطال فعالية هذه المضادات لذا يلعب هذا الانزيم دوراً مهماً في مقاومة البكتريا لهذه المضادات [3].

اما الهيمولايسين فهو عبارة عن بروتين خارج خلوي ذو فعالية سمية تحدث ضرراً بالغشاء الخلوي لكريات الدم الحمراء مما يسبب تحللها عن طريق الانغراس بسطح الكرية وتكوين ثقب فيها مسبباً خروج الهيموغلوبين وفقدان الحديد. في حين اشار (4) الى ان وظيفته تتمثل بتوفير عنصر الحديد من اجل نمو البكتريا تحت ظروف قلة الحديد.

تطرح اليوريا في ادرار جميع اللبائن كناتج لازالة السمية، وهي تتحلل بوساطة انزيم اليوريز لتنتج حامض الكاربونيك وجزيئة امونيا اخرى وهو يلعب دوراً مهماً في تكوين حصى الكلية والتهاب حويض الكلية وله علاقة بتسمم الدم [5].

تنتج البكتريا انزيمات محللة للبروتينات وهي بنوعين الاول هو Proteinase وهذا ينتشر بالوسط الزراعي ويشطر البروتين الموجود به إلى اجزاء متعددة الببتيدات وان هذه الاجزاء ممكن ان تعبر خلال غشاء الخلية وبداخل الخلية تحلل بوساطة المجموعة الثانية من الانزيمات المحللة للبروتينات والمسماة Peptidase إلى مكوناتها من الاحماض الامينية. يقوم انزيم البروتيز بشطر موقع محدد من السلسلة الثقيلة للامينوكلوبيولينات نوع IgG و IgA₁ و IgA₂ إلى اجزاء صغيرة ذات فعالية مناعية ناقصة لذلك تكون الاستجابة المناعية المفعلة ضد الاحياء المجهرية محدودة [2، 6]. لذا استهدفت هذه الدراسة تحديد بعض اوجه النشاط الانزيمي للبكتريا المعزولة من ردهات الاطفال الخدج.

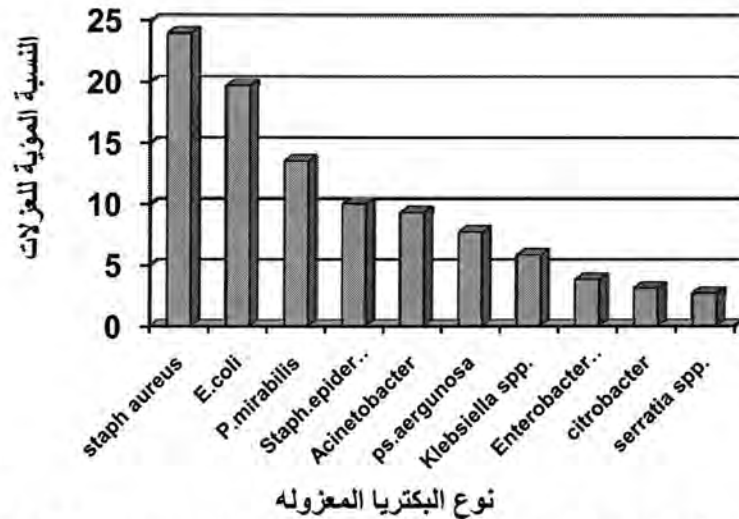
المواد وطرائق العمل

اجريت الدراسة من بداية شهر ايلول 2004 ولغاية نهاية شهر مايس 2005، تم خلالها جمع 800 مسحة من اماكن مختلفة من بينات ردهات الاطفال الخدج (من جهاز سحب السوائل والحاضنات والارضية والجدران واقنعة الاوكسجين واجهزة انعاش الاطفال والموازين وادوات قص الحبل السري والمغاسل وايادي الكادر الطبي والعاملين وعينات من هواء

الردّهات). اخذت المسحات من عدة مستشفيات في بغداد وهي مستشفى ابن البلدي ومستشفى حماية الاطفال ومستشفى بغداد التعليمي ومستشفى القادسية ومختبرات مدينة الطب التعليمية. زرعت المسحات مباشرة على وسطي اكار الدم والمكوني وحضنت هوائياً بدرجة حرارة 37°م لمدة 18-24 ساعة. بالنسبة لعينات الهواء استخدمت طريقة فتح اطباق اكار الدم والمكوني في هواء الردهة لمدة نصف ساعة ثم نقلت إلى المختبر لغرض حضنها مباشرة. شخصت العزلات البكتيرية النامية مبدئياً بالاعتماد على صفاتها الزرعية على الاوساط المختبرية والاختبارات الكيموحيوية واستخدام عدة التشخيص API20E للبكتيريا السالبة لملون غرام وللانواع *E. coli* و *P. mirabilis* فقط وعدة *APIstaph* للبكتيريا الموجبة لملون غرام. اخضعت جميع العزلات لدراسة فحص انتاج فحص البيتاالاكتام باستخدام طريقة اليود السريعة (7). تم التحري عن قابلية العزلات علنانتاج انزيم الهيمولايسين باستخدام الدم البشري باصنافه الاربعه A وB وO لتحضير اوساط الدم التي استخدمت لزراع البكتيريا وملاحظه قابليتها على التحلل (10). اجري فحص انتاج انزيم اليوريز باستخدام وسط اليوريا السائل ولجميع العزلات (8) وكذلك فحص انتاج انزيم البروتيز الذي اجري على وسط اكار الحليب الفرز (9).

النتائج والمناقشة

اظهرت النتائج ان 258 مسحة (32.3%) من مجموع 800 مسحة كانت موجبة من حيث الزرع البكتيريولوجي. تم عزل 62 عزلة (24%) تعود لبكتيريا *Staphylococcus aureus* و 26 عزلة (10%) تعود *Staphylococcus ebidermidis*، كذلك تم عزل البكتيريا السالبة لملون لصبغه غرام والتي تضمنت البكتيريا *E. coli* بواقع 51 عزلة (19.7%) و 35 *P. mirabilis* عزلة (13.5%) و *Acinetobacter Spp.* 24 عزلة (9.3%) و 20 *Ps. aeruginosa* عزلة (7.7%) و *Klebsiella Spp* 15 عزلة (5.8%) و 10 *Enterobacter Spp.* عزلات (3.8%) و 8 *Citrobacter Spp* عزلات (3.1%) و 7 *Serratia Spp* عزلات (2.7%) كما في الشكل رقم (1). اظهرت 50 مسحة (6.2%) نمواً مشتركاً للعديد من الانواع البكتيرية (تلوث) لذلك تعذر تشخيصها و 10 مسحات (1.2%) اظهرت نمواً فطرياً. في حين لم تظهر 482 مسحة (60.2%) نمواً بكتيرياً وقد تفسر هذه الحالة على اساس خلو المسحات من التلوث الجرثومي أو قد تكون حاوية على بكتيريا لا يمكن عزلها على الاوساط الزرعية المستخدمة في هذه الدراسة.



شكل 1: النسبة المئوية للعزلات البكتيرية المسببة للتلوث في ردهة الخدج

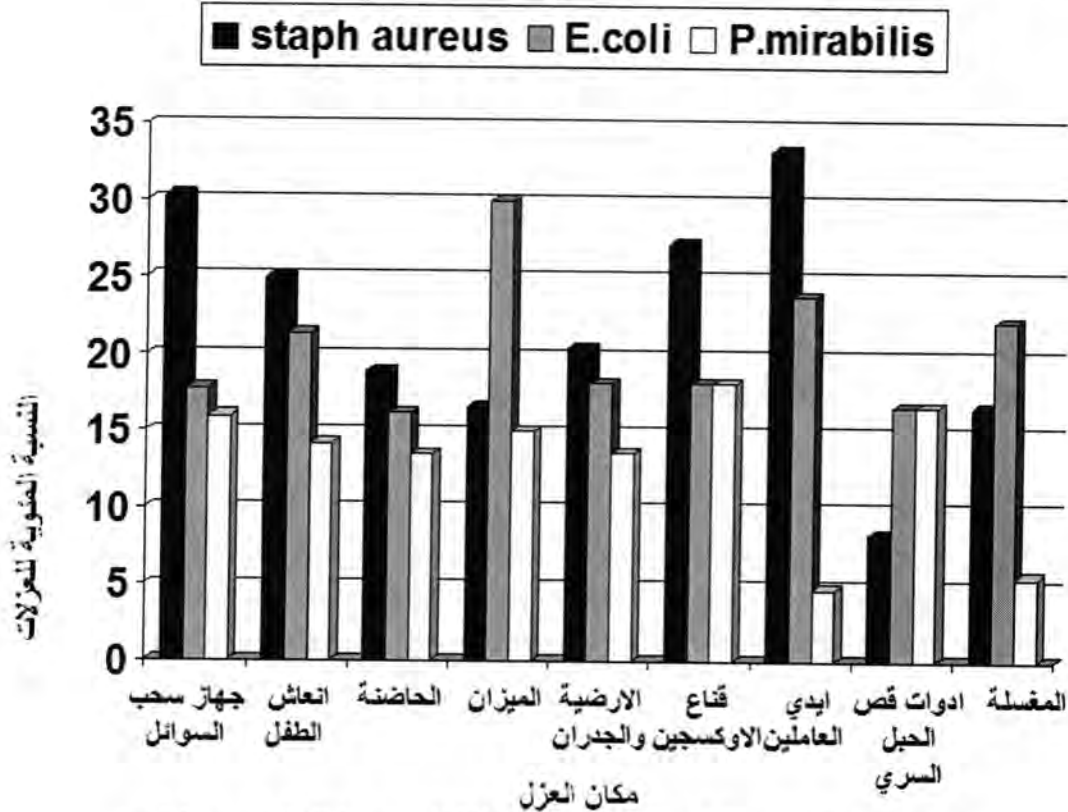
يتضح من الجدول رقم 1 الانواع البكتيرية الموجبة والسالبة لملون غرام واماكن عزلها من ردهات الاطفال الخدج. ويتبين منه ان اعلى نسبة تلوث جرثومي كان في جهاز سحب السوائل 56 عزلة واقل تلوث هو في ادوات قص الحبل السري (12 عزلة) وذلك من مجموع 256 عزلة.

جدول 1: انواع البكتيريا المعزولة من مصادر مختلفة في ردهات الخدج

البكتيريا السالبة لملون غرام								البكتيريا الموجبة لملون غرام		العدد الكلي	مصدر العينات
E.coli	Staph. Epidermidis	E.coli	Staph. Epidermidis	E.coli	Staph. Epidermidis	E.coli	Staph. Epidermidis	E.coli	Staph. Epidermidis		
1	1	2	4	4	3	9	10	5	17	56	جهاز سحب السوائل
2	3	2	3	4	3	6	8	4	9	44	الارضية والجدران
2	1	2	3	3	5	5	6	3	7	37	الحاضنات
0	1	1	1	3	3	4	6	2	7	28	اجهزة انتعاش الاطفال
1	0	0	1	2	2	4	4	2	6	22	قناع الاوكسجين
0	0	2	0	0	3	1	5	3	7	21	ايدي العاملين
0	0	0	1	1	2	3	6	2	5	20	الميزان
1	1	1	1	1	2	1	4	3	3	18	امغسلة
0	1	0	1	2	1	2	2	2	1	12	ادوات قص الحبل السري
(2.7%)7	(3.1%)8	(3.8%)10	(3.8%)15	(5.8%)20	(9.3%)24	(13.5%)35	(19.7%)51	(10%)26	(24%)62	258	المجموع (%)

اشارت احدى الدراسات [11] إلى أنه تم عزل البكتريا السالبة لملون غرام 61% البكتريا الموجبة لملون غرام بنسبة (39%) صالات العمليات وقد استطاع [12] عزل *E.col* بنسبة (76%) و *Staph.aureus* بنسبة (2.5%) ديثي الولادة بعد اجراء عمليات فتح القلب من وحدات العناية المركزة.

شكلت المكورات العنقودية الذهبية اعلى نسبة تلوث في المسحات المرزوعة وخاصة من جهاز سحب السوائل وقد يعود ذلك إلى ان انبوبة هذا الجهاز تكون معلقة مع الجهاز ومعرضة لهواء و اترية الردهة مما يؤدي إلى تجمع الجراثيم في الانبوبة [13]. كذلك استطاع [14] عزل هذه البكتريا بنسبة 18.2% من اجهزة التنفس الاصطناعي.



شكل 2- النسبة المئوية للعزلات البكتيرية المشكلة لاعلى نسبة تلوث في ردهة الخدج

تم اختيار ثلاث انواع من البكتريا التي كانت اكثر الملوثات عزلاً والتي يحتويها الشكل رقم 2 الذي يمثل النسب المئوية لتوزيع عزلات البكتريا المشكلة لاعلى نسبة تلوث إذ شكلت المكورات العنقودية الذهبية نسبة تلوث 24% وعزلت من جهاز سحب السوائل (30.3%) والحاضنات (18.9%) وانعاش الطفل (25%) واقنعة الاوكسجين (27.2%) وايدي العاملين (33.3%) وادوات قص الحبل السري (8.3%) والمغاسل (16.6%) والارضية والجدران (20.4%) والموازين (16.6%). بينما كانت نسبة التلوث باشريكي القولون (19.7%) إذ عزلت من اجهزة سحب السوائل (17.8%) وانعاش الاطفال (21.4%) والحاضنات (16.2%) والموازين (30%) والارضيات والجدران (18.1%) والمغاسل (22.2%) وادوات قص الحبل السري (16.6%) واقنعة الاوكسجين (18.1%) وايادي العاملين (23.8%).

أكد [15] على ان بكتريا ايشريكي القولون كانت السبب الرئيسي في تلوث المستشفيات وقد تم عزلها من وحدات العناية المركزة. شكلت بكتريا *P.mirabilis* نسبة تلوث 13.5% وقد تم عزلها من اجهزة سحب السوائل (16%) وانعاش الاطفال (14.2%) والحاضنات

(13.5%) والموازين (15%) والأراضي والجدران (13.6%) واقتعة الأوكسجين (18.1%) وإيادي العاملين (4.7%) وأدوات قص الحبل السري (16.6%) والمغاسل (5.5%).
أظهرت الندايوي [11] أن نسبة التلوث بأشيركيا القولون و *Proteus mirabilis* هي 15% و 10% حسب التعاقب في صالات العمليات. تعمل انزيمات البييتالاكتاميز على تثبيط عمل المضادات وتم الكشف عن هذا الانزيم بطريقة اليود السريعة إذ يدل تغير لون اليود من القاتم إلى عديم اللون على ايجابية الفحص. الجدول (2) يوضح قابلية العزلات على انتاج انزيم البييتالاكتاميز إذ يتبين منه ان 24 عزلة من المكورات العنقودية الذهبية (57%) منتجة للانزيم أما عزلات اشيركيا القولون فقد اعطت 20 عزلة نتيجة موجبة للفحص وبنسبة 52% وهي متفقة مع ما وجدته [16]، إذ كانت عزلاته منتجة وبنسبة 49.5%. أما عزلات *Proteus mirabilis* فقد كانت منتجة وبنسبة 55% وهي تتفق مع ما توصلت اليه [17] إذ كانت عزلاته منتجة وبنسبة 50%.

جدول 2- : قابلية عزلات البكتريا على انتاج انزيمات البييتالاكتاميز

اسم البكتريا	العدد	عدد العزلات المنتجة لانزيم البييتالاكتاميز (%)
<i>Staph.aureus</i>	42	24 (57.1)
<i>E.coli</i>	38	20 (52.6)
<i>P.mirabilis</i>	20	11 (55)
المجموع	100	55 (55)

تعتمد قابلية البكتريا على انتاج الهيمولايسين على عدة عوامل منها مصل الدم وطريقة الاختبار ونوع الهيمولايسين. بينت النتائج الموضحة في الجدول (3) ان 29 عزلة من بكتريا *staphy.aureus* (69%) كانت منتجة للهيمولايسين وهي مقاربة لما توصل اليه [10] إذ كانت عزلاته منتجة وبنسبة (71.4%). أما بخصوص *E. coli* فقد كانت 23 عزلة (60.5%) منتجة للهيمولايسين بينما اشار [18] ان (85.1%) من عزلاته منتجة للهيمولايسين. أما *P. mirabilis* فقد كانت منتجة وبنسبة 45% ولا تتفق مع ما توصلت اليه [19] إذ كانت عزلاتها منتجة وبنسبة 78.5% وبالرجوع إلى الجدول (3) نلاحظ ان صنف الدم AB قد اعطى افضل نسبة تحلل من بين فصائل الدم ولجميع الانواع البكتيرية إذ اعطى نسبة تحلل 75.4%.

جدول 3- : قابلية العزلات البكتيرية على انتاج انزيم الهيمولايسين على اوساط الدم المختلفة

اسم البكتريا	عدد العزلات الكلي	عدد العزلات المحللة للدم	العدد والنسبة المئوية للعزلات المنتجة للهيمولايسين على اوساط الدم المختلفة			
			B	O	A	AB
<i>Staph.aureus</i>	42	29 (69)	18 (62)	18 (62)	20 (9.68)	22 (75.8)
<i>E.coli</i>	38	23 (60.5)	11 (47.8)	12 (52.1)	15 (65.2)	15 (65.2)
<i>P. mirabilis</i>	20	9 (45)	8 (88.1)	9 (100)	7 (77.7)	9 (100)
المجموع والمعدل	100	61 (61)	37 (60.6)	39 (63.9)	42 (68.8)	46 (75.4)
المعدل العام			(67.1)			

بعد البروتين من الانزيمات المهمة التي لها القابلية على تكسير الاجسام المضادة نوع IgG و IgA وبالتالي افقادها القدرة المناعية وتحديد الاستجابة المناعية [20]. ثم التحري عن هذا الانزيم على وسط الحليب الفرز إذ يحوي على بروتين الكازئين كمادة اساس لعمل الانزيم. يبين الجدول (4) اعداد ونسب العزلات المنتجة للانزيم إذ تظهر النتائج ان 16 عزلة من *Staph.aureus* منتجة للانزيم (38%). بينما كانت *E.coli* منتجة ونسبة 72% و *P. mirabilis* منتجة ونسبة 45%.

يعمل انزيم اليوريز على تحليل اليوريا وتحرير الامونيا القاعدية التي تعمل على رفع الاس الهيدروجيني للوسط مما يغير من لون الكاشف احمر الفينول إلى اللون الوردي في حالة انتاج البكتريا للانزيم [21]. تختلف قابلية البكتريا في انتاجها لهذا الانزيم إذ وجد ان *Staph.aureus* و *P. mirabilis* لها القابلية على انتاج هذا الانزيم في حين لم تنتج *E.coli* هذا الانزيم. يوضح الجدول (4) قابلية العزلات على انتاج الانزيم إذ نلاحظ ان 27 عزلة (38%) من *Staph.aureus* منتجة للانزيم و 20 عزلة من *P. mirabilis* (100%) منتجة للانزيم.

جدول 4: اعداد ونسب العزلات المنتجة لانزيم البروتين على وسط الحليب الفرز

اسم البكتريا	العدد	عدد العزلات المنتجة لانزيم البروتين (%)
<i>Staph.aureus</i>	42	16 (38)
<i>E.coli</i>	38	15 (39.4)
<i>P. mirabilis</i>	20	9 (45)
المجموع	100	40 (40)

جدول 5: اعداد ونسب العزلات المنتجة لانزيم اليوريز

اسم البكتريا	العدد	عدد العزلات المنتجة لانزيم اليوريز (%)
<i>Staph.aureus</i>	42	27 (64.2)
<i>E.coli</i>	38	-
<i>P. mirabilis</i>	20	20 (100)
المجموع	100	47 (47)

المصادر

1. Hered, R.W. Use of nonsterile instruments for examination for retinopathy of prematurity in the neonate. J. Pediatric, 145(3): 308-11(2004).
2. Parson, H.K.; Vitouski, S. and Sagers, J.R. Immunoglobulin Alproteases, a structure-Function update. Biochemical Society Transaction, 32(6):1130-32. (2004).
3. Katzung, B.G. Chemotherapeutic drug. Basic and clinical pharmacology. 9th ed: 733-81(2004).
4. Richard, M.J.; Edwards, J.P.; Calver, D.H. and Gaynes, R.P. Nosocomial infection surveillance system. Pediatrics, 103(4):39 (1999).

5. Li,X.; Lockatel, C.V.; Jonson, D.E.; Lane,M.C.; Warren, J.W. and Mobley, H.L.T. Development of intra nasal vaccine top event urinary tract infection by proteus mirabilis.Immune.Jan.72(1):66-75,(2004).
6. Parson, H.K.; Vitoski, S. and Sayers, J.R. Immunoglobulin Alproteases: a structure function update. Biochemical Society Transaction. 32(6):1130-32.(2004).
7. Word health organization /W.H.O. Technique for the detection of beta lactamase production strain of Neisseria gonorrhoeae.616:137-43.(1987).
8. Atlas, R.A.; Parks, L.C. and Brown, A.E. Laboratory Manual experimental microbiology, (1st ed).Mosby Year Book.312.(1995).
9. Benson, H.J. Microbiological applications: Laboratory Manual in general microbiology. (8thed), Complete version McGraw-Hill.U.S.A.(2002).
10. الحسيني، رعد خليل. عزل وتشخيص بكتريا التهابات الجهاز البولي وقابليتها على انتاج الهيمولايسين ومقاومتها للمضادات الحيوية. اطروحة دكتوراه، كلية العلوم، الجامعة المستنصرية. (1996).
11. الندوي، تحرير هادي. دراسة تاثير بعض المطهرات على بعض انواع البكتريا المعزولة من مرضى وصالات العملية الجراحية. رسالة ماجستير، كلية العلوم، الجامعة المستنصرية (2005).
- 12.Tan, L.; Sun, X.; Zhang, Z.; Li, J.; Shu, O. Epidemiology of nonsocomial pneumonia in infant after cardiac surgery. Medicine, Zhejiahg University. 25(2) 410-7 (2004).
- 13.Wilson, G. Bacterial resistance disinfection and sterilization: 70-96 in Topley and Wilson's principle of bacteriology, virology and immunity. 1,7th ed. Edward Arnold. (1983b).
- 14.Esen, S.; Leblebi Cioglu, H. Prevalence of nasocomial infection at intensive care unit in Turkey. Scand. J. Infect. Dis. 36(2): 144-8. (2004).
- 15.Cur, D.; Kanra, G.; Ceyhan, M.; Secmeer, G.S. Kanra, B. and Kaymakoglu, 1.Epidemiology and antibiotic resistance of gram negative urinary pathogens in pediatric patients. J. of Pediatric. 41: 37-42. (1999).
- 16.Papa, A.J.Gioula, G.; Autoniadis, A. and Dalaria, V.K.CTX-M.B. Lactamase producing *Escherichia coli* in long term care facilities, France. Emerging infections Diseases..10(0).(2004).
17. النعيمي، اسماء عزت سليم. دراسة التأثير التآزري لبعض مثبطات البتالاكتاميز مع مضادات البيتالاكتام على بعض انواع البكتريا السالبة لصبغة كرام والمنتجة لانزيم البيتالاكتاميز. رسالة ماجستير، كلية العلوم، الجامعة المستنصرية (2001).
- 18.Beutin, Li; Ktane, G.; Zimmer mn, S.Kaulfuss, S. and Gleier, K. Characterization of shigatoxin producing *Escherichia coli* strain

- isolated from human patients in Germany over 39-year period. J. of clinical microbiology.42(3):1099-108 (2004).
19. الجميلي، بان عباس فاضل. دراسة الفعالية الانزيمية للبروتيس المعزولة من مختلف الاصابات وعلاقتها بمضادات الحياة. رسالة ماجستير، كلية العلوم، الجامعة المستنصرية. (2001)
20. Naidu, K.S.B. and Devi, K.L. Optimization of thermostable alkaline protease production from species of bacillus using rice bran. Africanj, of Biotechnology.4(7):724-6.(2005).
21. Friedrich, A.W.; Koch, R.; Bielaszewska, M.; Zhang, W.J. Karch, H. and Mathys, W. Distribution of urease gencluster among and urea activity of enterohemorrhagic *Escherichia coli* O157 isolated from humans. J. of clinical microbiology, 43(2): 546-50 (2005).

تأثير المستخلص الخام لأوراق نبات لسان الحمل الكبير *Plantago major* في التشوهات الكروموسومية وتبادل الكروماتيدات الشقيقة للخلايا اللمفاوية للدم المحيطي للإنسان

رغد ضياء عبد الجليل
قسم علوم الحياة/كلية العلوم /الجامعة المستنصرية

تاريخ تقديم البحث 2008/11/3 - تاريخ قبول البحث 2009/3/16

ABSTRACT

Dry leaves of *Plantago major* were extracted by methanol. The cytotoxic assay of this crude extraction on chromosomal aberrations and Sister chromatid exchanges in human peripheral blood Lymphocyte was studied in different exposure time.

Different Chromosomal aberrations showed that there were time- and concentration- dependent cytotoxic effects of extract on human lymphocyte. There were no significance changes in Chromosomal aberration by all concentrations within (1 hr.) exposure time but it was increased after (48, 72 hr.) exposure time. Chromosomal aberrations were structural in 48 hr. exposure time. These include: deletion and break chromosomes. In 72 hr. exposure time, there were clear numerical aberrations in 100µg/ml concentration and structural aberrations in all of lower concentrations. These include: chromosomal deletion, ring chromosomes, break chromatid and break chromosomes.

Positive effects were found in cell cycle progression (CCP) by different concentrations of crude extraction within different exposure time and replicative index (RI) was arising.

All concentrations of extraction showed none significantly decreased of sister chromatid exchanges (SCE).

الخلاصة

تم استخلاص الأوراق الجافة لنبات لسان الحمل الكبير بشكل خام بواسطة الكحول الميثيلي، ودرس التأثير السمي لتراكيز مختلفة منه من خلال دراسة التشوهات الكروموسومية وتبادل الكروماتيدات الشقيقة للخلايا اللمفاوية للدم المحيطي للإنسان وذلك عند حضنها مع المستخلص لفترات مختلفة.

تباين الضرر الذي أحدثه المستخلص الميثيلي الخام في التركيب الكروموسومي للخلايا اللمفاوية لدم الإنسان وبشكل يعتمد على مدة تعريض الخلايا للمستخلص. فمثلاً لم يرافق الخلل الذي ظهر في التركيب الكروموسومي Chromosomal Aberrations C.A لجميع التراكيز المستخدمة في هذا الفحص تغيراً معنوياً عند الحضان لمدة ساعة واحدة بالمقارنة مع السيطرة السالبة غير المستحثة بأي مادة مطفرة قابلة للمقارنة، ولكن لوحظ زيادة معدل التغيرات الكروموسومية CA بزيادة مدة التعريض إلى 48 و 72 ساعة وللتراكيز المستخدمة ذاتها. كانت التشوهات الكروموسومية تركيبية عند التعريض إلى 48 ساعة من الحضان تمثلت بوجود حذف كروموسومي وكسور كروموسومية. أما عند الحضان لمدة 72 ساعة فكانت التشوهات عددية في التركيز العالي 100µg/ml وتركيبية في التراكيز الأدنى منه، وظهر تكرار عالي لحالات الحذف الكروموسومي والكروموسومات الحلقية، بالإضافة إلى وجود كسور كروماتيدية وكروموسومية.

أدت جميع التراكيز المستخدمة إلى تسريع دورة توالي الخلية (CCP) cell cycle progression وتقدمها وذلك عند حضن المستخلص مع الخلايا لمدة مختلفة (1، 48، 72) ساعة.

وآزادت قيم معامل التضاعف Replicative Index (RI) وبشكل معنوي بالمقارنة مع السيطرة وفي الوقت ذاته حصل انخفاض غير معنوي في معدلات تبادل الكروماتيدات الشقيقة Sister Chromatid SCE Exchanges ولجميع التراكيز والمعاملات قيد الدراسة.

المقدمة

يعتبر نبات لسان الحمل الكبير *Plantago major* احد النباتات الطبية التي تمتلك العديد من الاستطبابات كمواد مضادة للالتهابات وكمعدلات مناعية، مضادة للتأكسد، وهي فعالة كمضادات حيوية لعدد من البكتريا (1)، وأستفيد من مستخلصات الأوراق الجافة لشفاء الجروح والحروق والتقرحات ولعلاج عدد كبير من الأورام السرطانية وهو مفيد لأضطرابات الجهاز الهضمي وأمراض الجهاز التنفسي والقصبات الهوائية بالإضافة الى تأثيراته المسكنة للألام وبالأخص الألام الجهاز العصبي ، كما أستخدم أيضا لعلاج الأدمان على التدخين(2). إضافة إلى ما أثبتته الدراسات الحديثة في علاج لمدى واسع من الأورام السرطانية. أذ أظهرت المستخلصات المثيلية الخام لعدة أنواع تابعة لجنس نبات لسان الحمل ومنها لسان الحمل الكبير *Plantago major* فاعلية تثبيطية عالية لخط HepG2 لسرطان الكبد (3). كما ظهر أن المستخلصات المائية الخام لأوراق نوعين من لسان الحمل وهما *P. major* و *P. osiatico* فعالية مضادة لعدة خطوط سرطانية كسرطان أبيضاض الدم ، سرطان العقد اللمفاوية البشري ، سرطان الخلايا الحشوية للمثانة والكلية والمعدة والرئة ، بالإضافة الى فعاليتها المضادة للفيروسات كفايروس HSV-2 ، ADV-11 كما أن لها تأثيرات محفزة مناعية(4). وقد عزل الباحثون عدة مركبات فعالة من المستخلصات الخام لأوراق نبات لسان الحمل الكبير وعزي إليها فعالية النبات المضادة للالتهابات والسرطان ولعمل المسرطنات ومنها: luteolin, nepetin, noscapine. يعود نبات لسان الحمل الكبير *Plantago major* لعائلة plantaginaceae فصيلة الحمليات. يتركب كيميائيا من ثلاثة أنواع من الفلافونويدات flavonoid وهي المركبات الفعالة الرئيسية في النبات : luteolin, nepetin, noscapine وكلايكوسيد الـ aucubin بنسبة 2.5% و captalpol بنسبة 0.5-1.1 % ، كما يحتوي النبات على سكريات عديدة : saccharose, fructose, sorbitol و عدة أنواع من الحوامض العضوية : oleic, linoleic (seed), salicylic, caffaic, citric, ferulic, planteolitic, fumaric (leaf), وبعض أنواع القلويدات النباتية : plantagoninie, indicaine (5). وعزلت مركبات أخرى من النبات مثل : plantago couari acid, vanillic acid, oleanolic acid, linalool, ursolic acid, baiculein, baicalin بالإضافة الى الحامض apigenin وفيتامين c واليوتاسيوم (6). ولهذا النبات تأثيرات محفزة ومعدلة للمناعة (4).

فقد ذكر (7) أن أستخدام المستخلص المثيلي الخام لأوراق نبات لسان الحمل الكبير بتركيزات تراوحت بين (500-50µg/ml) أدت الى زيادة أنتاج الخلايا للمفاوية للدم الإنسان كما أنه يزيد من أنتاج con-A وبشكل يعتمد على التركيز ومدة الحضان. كما أن كلاً من المستخلصات المائية الخام لنوعين من نبات لسان الحمل وهي نبات لسان الحمل الكبير ونبات *plantago asiatica* فعالية محفزة للمناعة ومعززة للأنقسام الخلوي للخلايا للمفاوية للدم الإنسان عند أستخدامها بتركيز أصغر من 50µg/ml وبالعكس حدث تثبيط للأنقسام الخلوي عند أستخدامها بتركيز أكبر ، وبذلك تعمل هذه المستخلصات كمركبات مغيرة للمناعة (8). وأكد (1) أن إضافة 0.4mg/ml و 0.2mg/ml الى مزارع نقي عظم الفئران الخلوية أدت الى زيادة تراكيز الخلايا بشكل معنوي . وقيم (9) فعالية خمسة مركبات نقية عزلت من المستخلصات الخام لنبات لسان الحمل الكبير في الأنقسام الخلوي لخلايا وحيدة النوى mononuclear cells كالخلايا للمفاوية والخلايا البلازمية للدم الإنسان ، وأظهرت النتائج فعالية المركبات : chlorogenic acid, aucubin, ferulic acid, plantago coumaric, acid, vanillic acid, في زيادة أنقسام الخلايا للمفاوية، كمل أبدت المركبات غير الذائبة بالماء مثل الـ baiculein, baicalin النتيجة ذاتها وتعد هذه المركبات محفزات مناعية والتي ربما يعزى إليها فعالية النبات في الطب الشعبي لمعالجة الالتهابات والأصابات البكتيرية والفايروسية وكمضادات للسرطان. وذكر الباحث ذاته أنه لم تؤدي مركبات أخرى معزولة من النبات ذاته مثل: oleanolic acid, ursolic acid, linalool الى زيادة معنوية في الأنقسام الخلوي.

المواد وطرائق العمل

جمع النبات وتحضير المستخلص النباتية

تم الحصول على الأوراق الجافة لنبات لسان الحمل الكبير من المعشب العراقي للنباتات والاعشاب الطبية / وزارة الصحة. طحنت الأوراق الجافة طحناً خشناً بواسطة جهاز الطحن ، حفظت الأجزاء المطحونة في حاويات بلاستيكية نظيفة بعيداً عن الضوء والحرارة والرطوبة لحين الاستعمال . جرى تحضير المستخلصات الخام باستخدام جهاز السكسوليت Soxhlet ، وحسب الطريقة المتبعة في (11). وباستخدام المذيب (70 % methanol) . بعد وزن المستخلص قسم الى عدة أقسام وحفظ في قناني زجاجية معتمة ومحكمة السد تحت درجة حرارة 4°C ، أستعمل المستخلص خلال مدة لاتزيد عن ثلاثة أشهر ، وعند الحاجة اليه يتم تذويب 1 g من المستخلص الجاف في 10 ml من محلول داريء الفوسفات القاعدي P.B.S ، وخفف باستخدام المحلول نفسه وعقم من خلال ترشيحه بورق ترشيح Whatman 1 ، ثم أعيد ترشيحه بورق ترشيح nalgen filter ذات ثقوب بسعة 0.45µm ثم بورق ترشيح nalgen filter ذات ثقوب بسعة 0.22µm .

تأثير المستخلص الخام لنبات لسان الحمل الكبير في الوراثة الخلوية للخلايا اللمفاوية لدم الإنسان.

أولاً: دراسة تأثير تراكيز مختلفة من المستخلص الخام في التشوهات الكروموسومية أجريت جميع التجارب في المركز العراقي لبحوث السرطان والوراثة الطبية. جُهزت المحاليل وأجريت طرائق العمل وفقاً لـ (12) وكالاتي :
تمت الخطوات اللاحقة جميعها ابتداءً من عملية الزرع والحضان والحصاد والتقطير بعيداً عن الضوء.

• سحب العينات والزرع

1. تم سحب عينات الدم بشكل عشوائي من اشخاص أصحاء تراوحت أعمارهم بين 20-30 عام بواسطة محقنة طبية حاوية على محلول الهيبارين وبمقدار 5 ml من كل شخص وأستخدمت في التجارب حالاً، (جمعت العينات من عشرة أفراد) . وذلك بإضافة 0.1ml من مادة PHA (المجهزة من شركة Sigma U.S.A) والمحضرة بتركيز 10 µg / ml الى أنابيب حاوية على 5ml من الوسط الزرع RPMI (المجهزة من شركة Sigma U.S.A) والمضاف اليه البلازما (المجهزة من عينات دم AB+) من مصرف الدم (بغداد).

2. أضيف 0.5 مل من الدم الى محتويات كل انبوبة، ثم أضيف 0.1 ml من مادة 5-Brud (المجهزة من شركة Serva (Germany)) والمحضرة بتركيز 10 µg/ml الى الأنابيب المزروعة.

3. ثم أضيف الى عدد من الانابيب تراكيز مختلفة من المستخلصات النباتية المحضرة ، تم حساب تراكيز المستخلص النباتي بعد اضافتها الى الوسط الزرع وكانت التراكيز المستخدمة كالاتي :

4. 10mg/ml, 1mg/ml, 100µg/ml, 10µg/ml, 1µg/ml

5. تركت مجموعة اخرى من الأنابيب دون اضافة المستخلص النباتي ، وذلك لأجراء بقية المعاملات ، وحضنت جميع الأنابيب في درجة حرارة 37 درجة مئوية.

6. أضيفت التراكيز المحضرة نفسها من المستخلصات النباتية الى مجموعة ثانية من الأنابيب بعد مرور 24 ساعة من الزرع . ثم تركت في الحاضنة لمدة ساعة واحدة فقط بعد ذلك أخرجت هذه الأنابيب من الحاضنة في الساعة 25 من الزرع ونقلت الى جهاز الطرد المركزي بسرعة 2000 دورة في الدقيقة لمدة 10 دقائق ، تم التخلص من الرائق وأبداله

رغد

بوسط زرعي جديد ، أعيدت الأنابيب الى الحاضنة لأكمال فترة الحضان لمدة 72 ساعة. وبذلك تكون مدة تعريض الخلايا للمستخلصات النباتية هو ساعة واحدة.

7. أضيفت التراكيز المحضرة من المستخلصات النباتية الى مجموعة ثالثة من الأنابيب المزروعة وذلك بعد مرور 24 من وقت الزرع الأصلي ، ثم أعيدت الى الحاضنة لأكمال مدة الحضان البالغة 72 ساعة وبذلك تكون مدة تعريض الخلايا للمستخلصات النباتية هو 48 ساعة. وتركت مجموعة من الأنابيب دون اضافة أي مستخلص نباتي ، وعدت هذه المعاملة كسيطرة سالبة ، وأضيف الى مجموعة أخرى من الأنابيب المطفر مايتومايسين C (المجهزة من شركة Kogyo) وحضر بتركيز نهائي مقداره 50 ng/ml وعدت هذه المعاملة كسيطرة موجبة ، مع مراعاة أن يثبت لكل تركيز نباتي 3 مكررات.

• حصاد الخلايا

تمت اضافة 0.1 ml من مادة الكولجسين المحضر بتركيز 0.05 mg/ml (شركة Sigma U.S.A) الى جميع الأنابيب وذلك قبل ساعتين من انتهاء وقت الزرع الاصل ، ثم أعيدت الأنابيب الى الحاضنة. وطردت العينات في جهاز الطرد المركزي لمدة 10 دقائق وبسرعة 2000 دورة في الدقيقة ثم تخلصنا من الرائق لتترك الخلايا المترسبة مع قليل من الوسط الزرعي في قعر الانبوبة ، ثم تم رجّ الراسب جيدا ، وأضافة 10 - 5 ml من كلوريد البوتاسيوم (0.075 M) الدافئ اليه تدريجيا وبهدوء مع الرجّ المستمر. حضنت العينات في حمام مائي هزاز لمدة 25 دقيقة وبدرجة 37 مئوية. نقلت العينات الى جهاز الطرد المركزي لمدة 10 دقائق وبسرعة 2000 دورة في الدقيقة وتم التخلص من الرائق.

• التثبيت fixation و الغسل washing و التقطير dropping

رجّ الراسب جيدا وأضيف اليه بضعة قطرات من المثبت fixative المحضر أنيا من مزج ثلاثة حجوم من الميثانول methanol المطلق مع حجم واحد من حامض الخليك الثلجي glacial acetic acid (شركة BDH (England) على جدار الانبوبة مع الرجّ المستمر وأكمل الى حجم 5ml. خلطت العينات بوساطة الرجّ vortex ثم وضعت الانابيب في الثلجة لمدة 90 دقيقة. ثم طردت العينات في جهاز الطرد المركزي لمدة 10 دقائق وبسرعة 2000 دورة في الدقيقة، تم التخلص من الرائق لتترك الخلايا المترسبة. أعيدت عملية التثبيت عدة مرات لحين ظهور اللون الرائق للعالق، وكمحلة أخيرة أضيف المثبت بمقدار 1 ml بعد آخر غسل. ثم حضرت شرائح جديدة ونظيفة وخالية من الدهون بوضعها في chromic acid لمدة ثلاثة ايام، اخرجت وغسلت بتيار من الماء الحار وبشكل جيد ثم بماء بارد وحفظت في الماء المقطر البارد غير المجمد. مزجت الخلايا جيدا قطرت الخلايا على الشرائح الباردة باستخدام ماصة Pasteur pipette من مسافة 1 - 0.5 ml وتركت لتجف.

• التصبغ والفحص المجهرى

التصبغ بطريقة Trypsin : استخدمت هذه الطريقة لغرض الحصول على الكروموسومات بشكل G-Banding وذلك بوضع الشرائح المقطرة القديمة التي بعمر 1-2 اسبوع في الفرن بدرجة حرارة 65 لمدة ساعة واحدة فقط. حضر التريسين بتركيز 2.5 µg / ml (شركة Gibco (Canada) وأضيف وهو دافئ على طول الشريحة وبسرعة تصل الى 10 ثواني ثم غسلت بمحلول PBS الدافئ . وصبغت بصبغة كمزا لمدة دقيقتين. وتم احتساب التشوهات الكروموسومية Chromosomal aberration (C.A) وذلك بأحتسابها في (50) خلية منتشرة بشكل جيد على الشريحة الزجاجية وهي في طور metaphase ، (12).

ثانياً: اختبار تأثير المستخلص الخام في تبادل الكروماتيدات الشقيقة **Sister Chromatid Exchanges (SCE)** ودالة معامل التضاعف **Replicative Index (RI)** وحساب

دورة توالي الخلية **Cell cycle progression (CCP)**

تم اختيار التراكيز التالية من المستخلص الخام: 1 µg/ml, 0.1 µg/ml, 0.01 µg/ml للمستخلص الخام لأضافتها الى أنابيب الزرع ، وتركت مجموعة أخرى من الأنابيب دون معاملة وعدت كسيطرة، أضيف عقار المايتومايسين C المطفر بتركيز نهائي مقداره 5 µg/ml وأستخدم للمقارنة ، مع مراعاة وجود 3 مكررات لكل معاملة . أتبعنا الطريقة الواردة في الفقرة ثانياً مع الاختلافات الآتية :

- في الفقرة أولاً من النقطة 6 يضاف 0.1 ml من مادة Brud (المجهزة من شركة Serva (Germany)) والمحضرة بتركيز 10 µg/ml الى الوسط الزرع الجديد وذلك عند استبدال الوسط القديم.
- في الفقرة أولاً وأثناء حصاد الخلايا، تمت اضافة 0.1 ml من مادة الكولجسين المحضر بتركيز 0.05 mg/ml (شركة Sigma U.S.A) الى جميع الأنابيب وذلك قبل ساعتين من انتهاء وقت الزرع الاصلى ، ثم اعيدت الأنابيب الى الحاضنة وأكملت الخطوات كما هو موضح في الفقرات السابقة .
- صبغت باستخدام صبغة دابي Dapi stain المحضرة من اذابة 5g من صبغة دابي في نصف لتر من داريء الفوسفات ، وحفظ في (-20) م 5 لحين الاستعمال بعد تعقيمها خلال اوراق ترشيح ذات ثقوب بقطر 0.22 Mm) وعند الاستخدام غمرت الشريحة بالصبغة وتركت لمدة (10) دقائق لتغسل بعدها بمحلول الفوسفات القاعدي المحضر بأذابة (28.2) غم من فوسفات الصوديوم احادية الهيدروجين و(31.2g) من فوسفات الصوديوم ثنائية الهيدروجين و (76.05g) من فوسفات الصوديوم في لتر من الماء و ضبط الاس الهيدروجيني الى (11) . تم تغطيتها باغطية الشريحة و فحصها تحت مجه متفلور (Fluorescence microscope) على طول موجي تراوح بين (360 – 390) نانوميتر. تم احتساب التحليلات الوراثية الآتية:

• حساب دورة توالي الخلية **Cell cycle progression (CCP)**

تم حساب 100 خلية وحددت النسبة المئوية للخلايا المارة في الاطوار الانقسامية $M1, M2, M3$ (13) .

• حساب دالة معامل التضاعف **Replicative Index (RI)**

تم حساب 100 خلية مارة في الاطوار الانقسامية $M1, M2, M3$ وحسب معامل التضاعف وفق ما ذكره (14) كما في المعادلة الآتية:

$$RI = 1(M1) + 2(M2) + 3(M3) / 100$$

• تبادل الكروماتيدات الشقيقة **Sister chromatid exchanges**

تم حسابه في (50) خلية منتشرة بشكل جيد على الشريحة الزجاجية وهي في طور الانقسام $M2$ (15) .

التحليل الاحصائي **Statistical analysis**

حللت النتائج احصائياً " باستخدام برنامج الحقيبة الاحصائية للعلوم الاجتماعية (SPSS) Statistical package social sciences V.(11.5) بتطبيق تحليل التباين احادي الاتجاه (ANOVA) باستخدام اختبار أقل فرق معنوي (Least Significant (L.S.D) Differences بمستوى احتمالية ($P \leq 0.05$) و ($P \leq 0.01$) واستخدم اختبار T (T test) .

النتائج والمناقشة

تأثير المستخلص الخام لأوراق نبات لسان الحمل الكبير في الوراثة الخلوية للخلايا المفاوية لدم الإنسان.

أولاً: تأثير المستخلص المثلي الخام على التغيرات الكروموسومية C. A.
تباين الضرر الذي أحدثه المستخلص المثلي في التركيب الكروموسومي للخلايا المفاوية لدم الإنسان وبشكل يعتمد على مدة تعريض الخلايا للمستخلص ، فليحظ من الجداول (1-3) زيادة معدل التغيرات الكروموسومية CA بزيادة مدة التعريض الى 48 و 72 ساعة وللتراكيز المستخدمة ذاتها.

• التعريض لمدة ساعة واحدة

لم يرافق الخلل الذي ظهر في التركيب الكروموسومي C.A لجميع التراكيز المستخدمة في هذا الفحص تغيراً معنوياً ($P \leq 0.01$) بالمقارنة مع السيطرة السالبة غير المستحثة ، جدول (1) .

جدول 1- تأثير تراكيز مختلفة من المستخلص المثلي الخام لأوراق نبات لسان الحمل الكبير في التغيرات الكروموسومية C. A ولمدة تعريض 1 ساعة.

C. A/ B	C. A/ A	مجموع التغيرات الكروموسومية C. A						عدد الخلايا المتضررة B	عدد الخلايا المفحوصة A	التركيز
		Dicent.	Del.	Add.	Break Chrom.	Break Chrt.	Num. Chrom.			
1.125	0.18	2	2	1	3	1	0	8	50	10mg/ml
1.333	0.08	0	1	0	2	1	0	3	50	1mg/ml
1	0.04	1	0	1	0	0	0	2	50	100µg/ml
1	0.04	0	1	0	1	0	0	2	50	10µg/ml
1	0.02	0	0	0	1	0	0	1	50	1µg/ml
1	0.16	0	8	0	0	0	0	8	50	-C
* 2.2	0.44	2	11	1	3	5	0	10	50	+C

Num. Chrom. تعني تغيرات عددية في الكروموسوم. Break Chrt. تعني كسر كروماتيدي. Break Chrom. تعني كسر كروموسومي. Add. تعني أضافة. Del. تعني حذف. Dicent. تعني ثنائي السنترومير.
والأشارة C⁺ تعني السيطرة الموجبة المضاف إليها مادة المايتومايسين c المطفرة. و الإشارة C⁻ تعني السيطرة السالبة.
* معنوي عند مستوى احتمالية ($P \leq 0.01$) بالمقارنة مع السيطرة السالبة.

• التعريض لمدة 48 ساعة

لم يظهر أي أنقسام خلوي عند زيادة مدة تعريض الخلايا للمستخلص لمدة 48 عند استخدام التراكيز العالية منه (10mg/ml و 1mg/ml). في حين أدت التراكيز (100µg/ml و 10µg/ml) الى ظهور خلل في التركيب الكروموسومي بحدوث تكرار عالي في التغيرات الكروموسومية C.A وبشكل معنوي بالمقارنة مع السيطرة السالبة، كانت التشوهات الكروموسومية تركيبية تمثلت بوجود حذف كروموسومي وكسور كروموسومية . ولم تؤدي الجرعة الواطئة الى حدوث تغيرات مهمة أحصائياً بالمقارنة مع السيطرة السالبة، جدول (2).

جدول 2: تأثير تراكيز مختلفة من المستخلص المثلي الخام لأوراق نبات نبات لسان الحمل الكبير في التغيرات الكروموسومية C. A ولمدة تعريض 48 ساعة.

C. A/B	C. A/A	مجموع التغيرات الكروموسومية C. A						عدد الخلايا المتضررة B	عدد الخلايا المفحوصة A	التركيز
		Dicent.	Del.	Add.	Break Chrom.	Break Chrt.	Num. Chrom.			
*2.2	0.22	0	5.9	0	5.1	0	0	5	50	100µg/ml
*2	0.214	0	5.5357	0	0	5.355	0	5.357	50	10µg/ml
1	0.091	0	4.545	0	0	0	0	4.545	50	1µg/ml
1	0.16	0	8	0	0	0	0	8	50	C ⁻
*2.2	0.44	2	11	1	3	5	0	10	50	C ⁺

Num. Chrom. تعني تغيرات عديدة في الكروموسوم. Break Chrt. تعني كسر كروماتيدي. Break Chrom. تعني كسر كروموسومي. Add. تعني إضافة. Del. تعني حذف. Dicent. تعني ثنائي السنترومير. والأشارة C⁺ تعني السيطرة الموجبة المضاف إليها مادة المايثومايسين c المطفرة. و الإشارة C⁻ تعني السيطرة السالبة. * معنوي عند مستوى احتمالية ($P \leq 0.01$) بالمقارنة مع السيطرة السالبة.

• التعريض لمدة 72 ساعة

دلت نتائج الجدول (3) الى عدم ظهور أي أنقسام خلوي عند تعريض الخلايا للمستخلص لمدة 72 عند استخدام التراكيز العالية منه (10mg/ml و 1mg/ml). وأدت جميع التركيزات الأدنى منها الى ظهور تكرار عالي من التشوهات الكروموسومية وبشكل معنوي بمستوى احتمالية ($P \leq 0.01$) بالمقارنة مع السيطرة السالبة، وكانت هذه التشوهات عديدة في التركيزات العالي 100µg/ml وتركيبية في التراكيز الأدنى منه، فظهر تكرار عالي لحالات الحذف الكروموسومي والكروموسومات الحلقية، بالإضافة الى وجود كسور كروماتيدية وكروموسومية. أدت معاملة الخلايا بعقار المايثومايسين c الى ظهور خللاً في التركيب الكروموسومي بظهور تكرار عالي في التغيرات الكروموسومية CA بشكل معنوي عند مستوى احتمالية ($P \leq 0.01$) بالمقارنة مع السيطرة السالبة، تمثلت بوجود كسور كروماتيدية وكروموسومية فضلاً عن حدوث تكرار عالي من حالات الحذف الكروموسومي، بالإضافة الى وجود كروموسومات حلقية، جدول (3).

جدو-3: تأثير تراكيز مختلفة من المستخلص المثلي الخام لأوراق نبات نبات لسان الحمل الكبير في التغيرات الكروموسومية C. A ولمدة تعريض 72 ساعة.

C. A/B	C. A/A	مجموع التغيرات الكروموسومية C. A						عدد الخلايا المتضررة B	عدد الخلايا المفحوصة A	التركيز
		Dicent.	Del	Add.	Break Chrom.	Break Chrt.	Num. Chrom.			
* 2	1	0	0	0	0	0	50	25	50	100µg/ml
* 4	0.267	6.668	0	0	3.333	3.333	0	3.333	50	10µg/ml
* 3	0.3	0	15	0	0	0	0	5	50	1µg/ml
1	0.16	0	8	0	0	0	0	8	50	C ⁻
* 2.2	0.44	2	11	1	3	5	0	10	50	C ⁺

رغد

Num. Chrom. تعني تغيرات عددية في الكروموسوم. Break Chrt. تعني كسر كروماتيدي. Break Chrom. تعني كسر كروموسومي. Add. تعني إضافة. Del. تعني حذف. Dicent. تعني ثنائي السنتروميير. والأشارة C^+ تعني السيطرة الموجبة المضاف إليها مادة المايتومايسين c المطفرة. و الإشارة C^- تعني السيطرة السالبة. * معنوي عند مستوى احتمالية ($P \leq 0.01$) بالمقارنة مع السيطرة السالبة.

ثانياً: تأثير المستخلص المثلي الخام في تبادل الكروماتيدات الشقيقة Sister Chromatid Exchange و دالة معامل التضاعف Replicative Index RI ودورة توالي الخلية

أشارت النتائج الموضحة في الجدول (4) الى أن جميع التراكيز المستخدمة من المستخلص الخام قد أدت الى تسريع دورة الخلية وتقدمها وذلك عند حضن المستخلص مع الخلايا لمدة مختلفة (1، 48، 72) ساعة، حيث يلحظ أن عدد الخلايا المتوقفة في مرحلة M_3 أكثر من خلايا السيطرة المتوقفة في المرحلة نفسها . كما ازدادت قيم معامل التضاعف RI وبشكل معنوي بالمقارنة مع السيطرة. وكان الانخفاض الحاصل في معدلات SCE كانت غير معنوية بمستوى دلالة ($P \leq 0.01$) بالمقارنة مع السيطرة ولجميع التراكيز والمعاملات قيد الدراسة. ومن الجدير بالذكر أن استخدام عقار المايتومايسين c أدى الى حدوث زيادة معنوية في معدل SCE وبطيء في دورة الخلية وانخفاض معامل التضاعف RI بالمقارنة مع السيطرة.

جدول 4- يمثل تأثير المستخلص الخام للنبات في تبادل الكروماتيدات الشقيقة SCE و دالة معامل التضاعف RI ودورة توالي الخلية (CCP) للخلايا المفاوية لدم الأنسان.

R.I	CCP			SCE/cell	التركيز	وقت الحضانة
	M3	M2	M1			
*2.202 ± 0.23	40.02	40.02	20.05	3.667 ± 0.99	100µ/ml	72 ساعة
*2.002 ± 0.804	38.5	23.1	38.45	3.333 ± 0.6	10µ/ml	
*2.202 ± 0.61	40.02	40.02	20.05	3.167 ± 1.56	1µ/ml	
*2.192 ± 0.56	39.02	41.02	20.05	3.87 ± 0.982	100µ/ml	48 ساعة
*1.955 ± 0.32	28.680	38.050	33.345	3.433 ± 0.598	10µ/ml	
*1.935 ± 0.487	26.680	40.050	33.345	3.830 ± 0.883	1µ/ml	
*2.201 ± 0.604	46.69	26.68	26.63	3.775 ± 0.52	100µ/ml	1 ساعة
*1.994 ± 0.71	33.35	26.68	40.015	3.225 ± 1.26	10µ/ml	
*2.002 ± 0.77	38.5	23.1	38.45	4.000 ± 0.6	1µ/ml	
1.834 ± 0.6	20.010	43.355	36.635	4.298 ± 0.995	0	C^-
*1.51 ± 0.057	10.7	30.2	59.1	*12.93 ± 0.6	5 µg/ml	C^+

* معنوي عند مستوى احتمالية ($P \leq 0.01$) بالمقارنة مع السيطرة. $\sqrt{}$ كل قراءة تمثل الوسط الحسابي \pm الانحراف المعياري لثلاث مكررات. C^+ تعني السيطرة الموجبة المضاف إليها مادة المايتومايسين c المطفرة. و الإشارة C^- تعني السيطرة السالبة.

أكدت النتائج تبين الضرر الذي أحدثه المستخلص المثلي في التركيب الكروموسومي للخلايا المفاوية لدم الأنسان وبشكل يعتمد على مدة تعريض الخلايا للمستخلص. فمثلاً لم يرافق الخلل الذي ظهر في التركيب الكروموسومي C.A لجميع التراكيز المستخدمة في هذا الفحص تغيراً معنوياً عند الحضانة لمدة ساعة واحدة بالمقارنة مع السيطرة السالبة غير المستحثة، ولكن لوحظ زيادة معدل التغيرات الكروموسومية CA بزيادة مدة التعريض الى

48 و 72 ساعة وللتركيز المستخدمة ذاتها. دلت أبحاث عديدة فاعلية المستخلصات الخام لأوراق لسان الحمل الكبير كمضادات لمدى واسع من الأورام السرطانية(16). فقد أظهرت المستخلصات المثيلية الخام لعدة أنواع تابعة لجنس نبات لسان الحمل ومنها لسان الحمل الكبير *Plantago major* فاعلية تثبيطية عالية لخط HepG2 لسرطان الكبد (3) كما ظهر أن المستخلصات المائية الخام لأوراق نوعين من لسان الحمل وهما *P. asiatico* و *P. major* فاعلية مضادة لعدة خطوط سرطانية كسرطان أبيضاض الدم ، سرطان العقد اللمفاوية البشري ، سرطان الخلايا الحشوية للمثانة والكلية والمعدة والرئة ، بالإضافة الى فعاليتها المضادة للفيروسات كفيروس HSV-2 ، ADV-11 بالإضافة الى تأثيراته المحفزة مناعيا (4). وقد عزل الباحثون عدة مركبات فعالة من المستخلصات الخام لأوراق نبات لسان الحمل الكبير وعزي إليها فعالية النبات المضادة للالتهابات وللسرطان ولعمل المسرطنات والمغيرة للمناعة ومنها: luteolin, nepetin, noscapine, linulool, , ursolic acid, oleanolic acid (17)، (18)، (19).

تحتوي المستخلصات الخام على خليط من المركبات الفعالة والتي قد يؤدي استخدام التراكيز العالية الى تعطيل نفاذية الخلية من خلال تعطيل الفعالية المحفزة لأنزيم NaKATPase مما يعطل من عمل مضخة صوديوم بوتاسيوم (20)، الأمر الذي يؤدي الى فقدان نفاذية الغشاء البلازمي وهذا ما تفعله أغلب الكلايكوسيدات والتي أكدت اغلب الأبحاث على احتواء هذا النبات عليها منها كلايكوسيد الـ aucubin الذي يوجد بنسبة 2.5% و captalpol بنسبة 0.5-1.1% ، الأمر الذي يؤدي الى السماح للمركبات الأخرى الى للدخول الى داخل الخلية والعمل على أحداث التشوهات في تسلسل القواعد النايتروجينية مما يحدث زيادة في التشوهات الكروموسومية C.A. . ومما يؤكد هذا المعنى أن مركب aucubin الكلايكوسيدي أحد المركبات المضادة للالتهابات الموجود في لسان الحمل الكبير يتحلل مائيا ليعطي مركب H-AU وهذا الأخير يعمل على تثبيط أنزيم Na/K-ATPase في الغشاء البلازمي مؤديا الى زيادة تركيز أيون الكالسيوم والصوديوم الخلوي ونقصان لأيون البوتاسيوم مما يسبب تحرير للساييتوكروم cytochrome c من الماييتوكونديريا وبذلك تتعطل نفاذية الغشاء الخلوي(21). كما ذكر(22) احتواء هذا النبات على الفوربول أستريز phorbol esters الذي يتفاعل مع غشاء الخلية ويغير من نفاذيتها مما قد يؤثر على دخول وخروج الأحماض الأمينية ومركبات أخرى والمنظمة لميتابولزم الخلية. أما عند استخدام التراكيز الواطنة من المستخلص الخام فإن المركبات الفعالة المسؤولة عن تعطيل نفاذية الخلية لم تصل الى التركيز المطلوب بسبب ضالتها وبذلك يتحدد دخولها الى داخل الخلية وقد تسمح بدخول مركبات أخرى مثل luteolin, nepetin, noscapine وهي المركبات الفعالة الرئيسية في النبات وغيرها والتي قد يكون لها الفعل المؤثر على زيادة معدل التغيرات الكروموسومية CA . وعلى الرغم من ذلك فقد أشارت النتائج الى أن جميع التراكيز المستخدمة من المستخلص الخام أدت الى حدوث انخفاض غير معنوي في معدلات SCE بالمقارنة مع السيطرة السالبة ولجميع التراكيز والمعاملات قيد الدراسة. ومن الجدير بالذكر أن اختبار SCE يعد مؤشر حساس جدا "لمدى تأثير المادة الوراثية للمطفرات المباشرة وغير المباشرة والتي قد تظهر بعد الخضوع للعلاج الكيميائي أو الفيزيائي مثل عقار MMC (المستخدم لعلاج سرطان الثدي) الذي يسبب زيادة في معدل تكرار SCE عند استخدامه بتركيز (3) نانوغرام/مل في خلايا الدم اللمفاوية والذي أثبت البحث الحالي حدوث زيادة معنوية في معدل SCE وبطيء في دورة الخلية وانخفاض معامل التضاعف RI بالمقارنة مع السيطرة. وهذا الاختبار ذو حساسية عالية فهي اكبر 100 مرة من اختبار الزيف الكروموسومي Chromosomal aberration الحاصل نتيجة المعاملة بالمطفرات (23). وتكمن اهميته من انه اختبار قصير الامل لبيان قابلية المواد (فيزيائية كانت ام كيميائية) في احداث اضرار في الـ

رغد

DNA على مستوى الكروماتيد وليس على مستوى الكروموسوم كما هو الحال مع فحص C.A كما أنه اعلى حساسية من اختبار Ames في الكشف عن المسرطنات والمطفرات (24). ويمكن أن نستنتج من نتائج التحليل الكروموسومي وجود تباين في التشوهات الكروموسومية عند استخدام المستخلص الخام على الخلايا المفاوية البشرية وأعتقاداً على التركيز المستخدم ووقت الحضانة. إذ كان التركيز الواطيء غير سام خلويًا بينما كانت التراكيز العالية سامة. وأن التشوهات الكروموسومية تزداد بازدياد فترة الحضانة مع المستخلص، وذلك على الرغم من التحسن الحاصل في دورة توالي الخلية (CCP) والذي ترافق مع ازدياد قيم معامل التضاعف (RI). ومن الممكن القول أن التشوهات الحاصلة في البحث الحالي والتي ترافقت مع استخدام التراكيز العالية من المستخلص الخام قد حصلت على مستوى الكروموسوم ولم تحصل تشوهات على مستوى الكروماتيد وذلك لحدوث انخفاض في معدلات SCE ولجميع التراكيز والمعاملات قيد الدراسة. ونوصي بأجراء دراسة لتأثير هذا المستخلص في الوراثة الخلوية داخل جسم الكائن الحي والتأكد من سلامة هذا العشب في الاستخدام في الطب الشعبي.

شكر وتقدير

يطيب لي أن أتقدم بالشكر الجزيل والأمتنان العميق للأستاذ الدكتور ناهي يوسف ياسين الذي له عظيم الأثر في إنجاح هذا العمل. وخالص شكري وتقديري أقدمه لجميع الخبيرين من منتسبي المركز العراقي لبحوث السرطان والوراثة الطبية التي كانت رفقتهم عوناً لي لإتمام هذا العمل فخالص شكري وتقديري لهم أجمعين.

المصادر

1. Velasco-lezama, R.; Tapia-Aquilar, R.; Roman-Romos, R.; Vega-Avila, E. and peroz-Gutierrez, M.S. effect of *plantago major* on cell proliferation in vitro. J. Ethnopharmacol. 3; 103(1): 36-42. (2006).
2. Samuelsen, A. B. The traditional uses, chemical constituents and biological activities of *Plantago major* L. A review. J. Ethnopharmacol. 71:1-21. (2000).
3. Ruffa, M. J.; Ferraro, G.; Wagner, M. L.; Calcagno, M. L.; Campos, R. H. and Cavallaro, L. Cytotoxic effect of Argentine medicinal plant extracts on human hepatocellular carcinoma cell line. J. Ethnopharmacol. 79:335-9. (2002).
4. Chiang, L. C.; Chiang, W.; Chang, M. Y. and Lin, C.C. In vitro cytotoxic, antiviral and immunomodulatory effects of *Plantago major* and *Plantago asiatica*. Am. J. Chin. Med. 31:225-34. (2003).
5. Rahn, K. A phylogenetic study of the Plantaginaceae. Bota. J. of the Linnean Society 120: 145-198. (1996).
6. Chiang, L. C.; Chiang, W.; Chang, M. Y.; Ng, L. T. and Lin, C. C. Antileukemic of selected natural products in Taiwan. Am. J. Chin. Med. 31:37-46. (2003).
7. Gomez-Flores, R.; Calderon, C.L.; Scheibel, L.W.; Tamez-Guerra, P.; Rodriguez-Padilla, C.; Tamez-Guerra, R. and Weber, R.J. Immunoenhancing properties of *Plantago major* leaf extract. Phytother Res. 14:617-22. (2000).

8. Chiang, L.C.; Chiang W.; Chang, M.Y. and Lin, C.C. In vitro cytotoxic, antiviral and immunomodulatory effects of *Plantago major* and *Plantago asiatica*. Am. J. Chin. Med.; 31:225-34. (2003).
9. Chiang, L.C.; Ng, L.T.; Chiang, W.; Chang, M.Y. and Lin, C.C. Immunomodulatory activities of flavonoids, monoterpenoids, triterpenoids, iridoid glycosides and phenolic compounds of *Plantago species*. Planta Med. 69:600-4. (2003).
10. Yaseen, N.Y. Cytogenetic study of human colorectal cancer cell. Ph.D. Thesis, Univ. Sheffield. (1990).
11. Simandi, B.; Kery, A.; Kristo, S. T.; Andras, C.; Prechi, A. and Fekete, J. Supercritical fluid extraction of non-volatile terpenoids from medicinal plants. Acta. Pharm. Hung., 71: 318-324. (2001).
12. Verma, R.S. and Babu, A.. Human chromosomes manual of basic techniques. pp. 240. (1989). Pergamon. Press.
13. Schnieder, E. and Lewiss, J. Comparison of *in vivo* and *in vitro* sister chromatid exchange induction. Mutat. Res., 114: 183-187. (1982).
14. Yadav, J. S.; Seth, N. Effect of NO_x on the Somatic Chromosomes of Goldsmiths. Environ. Health Perspec. 10: 33-39. (1998).
15. Militao, G. C.; Albuquerque, M. R.; Pessoa, O. D.; Pessoa, C.; Moraes, M. E.; Moraes, M. O.; Costa-Lotufo, L. V. Cytotoxic activity of nepetin, a flavonoid from *Eupatorium ballotaefolium* HBK. Pharmazie. 59:965-6. (2004).
16. Ozaslan, M.; Didem, K. I.; Kalender, M.E.; Kilic, I.H.; Sari, I. and Karagöz, A. In vivo antitumoral effect of *Plantago major* L. extract on Balb/C mouse with Ehrlich ascites tumor. Am. J. Chin. Med. 35:841-51. (2007)
17. Aneja, R.; Zhou, J.; Zhou, B.; Chandra, R.; Joshi, H. C. Treatment of hormone-refractory breast cancer: apoptosis and regression of human tumors implanted in mice. Mol. Cancer Ther. 5:2366-77. (2006).
18. Selvendiran, K.; Koga, H.; Ueno, T.; Yoshida, T.; Maeyama, M.; Torimura, T.; Yano, H.; Kojiro, M.; Sata, M. Luteolin promotes degradation in signal transducer and activator of transcription 3 in human hepatoma cells: an implication for the antitumor potential of flavonoids. Cancer Res. 66: 4826-34. (2006).
19. Lim, D.Y.; Jeong, Y.; Tyner, A.; Park, J. H. Induction of Cell Cycle Arrest and Apoptosis in HT-29 Human Colon Cancer Cells by the Dietary Compound Luteolin. Am. J. Physiol. Gastrointest. Liver Physiol. 10: Epub ahead of print.(2006).
20. Mccoukey, D. J.; Lin, Y.; Nutt, L. K.; Huseyin, Z.; Ozel, A.; Newman, R. A. Cardiac Glycosid stimulate Ca⁺² increases and apoptosis in androgen-independent, metastatic human prostate

رغد

- adenocarcenoma cell. Amer. Assoc. Cancer Res. 60: 3807-3812. (2000).
21. Rizk, A. F. M. The chemical constituents and economic plants of the Euphorbiaceae. In: Jury. S. L.; Reynolds, T.; Cutler, T.D.F.; Evans, F.J.; editors. (1987).
22. Latt, S.; Allen, J.; Bloom, S.; Carrono, A.; Falko, E.; Kram, D.; Schneider, E.; Schreck, R.; Tice, R.; Whifield, B. and Wolf, S. SCE. Areport of genotoxic program. Mutat. Res. 87: 17-72. (1981).
23. Hollestein, M.; Mc Cann, J.; Agelosaton, F. and Nichols, W. In Vivo sister charomatid exchange: Asensitive measure of DNA damage. Mutat. Res. 65: 133-226. (1979).
24. Keqiang, Y.; Yong, K.; Keshava, N.; Shanks, J.; Kapp, J. A.; Tekmal, R. R.; Petros, J. and Joshi, H. C. Opium alkaloid noscapine is an antitumor agent that arrests metaphase and induces apoptosis in dividing cells. Proc. Natl. Acad. Sci. U S A. 17; 95: 1601-1606. (1998).

إنضاج ، إخصاب والتطور الجنيني المبكر لبويضات الأغنام المحلية مختبريا باستعمال تقنيات جمع مختلفة للبويضات

محمد عبد الكريم الطائي
كلية التربية الاساسية/ الجامعة المستنصرية/ قسم العلوم

تاريخ تقديم البحث 2008/11/9 - تاريخ قبول البحث 2009/2/11

ABSTRACT

The aim of this research was to study the influence of collection technique (aspiration, dissecting and slicing) on their capacity for maturation, fertilization and early embryonic development *in vitro*. local sheep's oocyte were recovered using the three techniques , were selected for culture and classified according to the no. of cumulus cells layers , the oocytes surrounded by 3-6 layers were used and rejected the others . The observed significant difference s at ($P < 0.05$) between the oocytes collection techniques and maturation (71.4,72 and 53.5%) of oocytes obtained by aspiration , dissecting and slicing respectively , and no significantly differed was found ($P < 0.05$) on fertilized oocyte collected by Aspiration ,Dissecting and Slicing technique . The higher fertilizer percentage 32% to oocyte obtained by Aspiration technique and the lower percentage 20% when we use slicing technique to collection oocytes , no differed significantly ($p < 0.05$) among the three oocyte collection technique on early embryonic development , the oocyte obtained from dissecting technique failed to division after the fertilization

الخلاصة

أن الهدف من إجراء هذا البحث هو لدراسة تأثير التقنية المستخدمة للحصول على بويضات الأغنام المحلية على إنضاج ، إخصاب و التطور الجنيني المبكر ، حيث استخدمت ثلاثة تقنيات هي السحب Aspiration ، التشريح Dissecting و الشرائح Slicing ، وبعد الحصول على البويضات بحسب الطرق السابقة تم عزل البويضات المحاطة بـ 3-6 طبقة من الخلايا الركامية بالكامل مع استبعاد البويضات المحاطة بـ 1-2 طبقة من الخلايا الركامية والعارية ، حيث لوحظ وجود فروق معنوية عند مستوى ($P < 0.05$) بين التقنيات المستخدمة وقابلية البويضات على الإنضاج 71.4 ، 72 و 53.5 % حسب تقنية الجمع السحب ، التشريح و الشرائح على التوالي ، بينما لم يلاحظ وجود فروق معنوية بين تقنية الجمع وقابلية البويضات على الإخصاب حيث كانت أعلى نسبة إخصاب 32 % للبويضات المجموعة بتقنية السحب ، وأقل نسبة إخصاب كانت 20 % عند استخدام تقنية الشرائح لجمع البويضات وعند متابعة التطور الجنيني المبكر لم يلاحظ وجود فروق معنوية عند مستوى ($P < 0.05$) بين التقنيات الثلاثة المستخدمة ، مع فشل البويضات المجموعة بتقنية التشريح من تتابع الانقسام بعد الإخصاب .

المقدمة

أن تقنية إنتاج الأجنة مختبريا (*In Vitro Embryo Production* (IVEP) مكنت الباحثين من الحصول على أعداد كبيرة من الأجنة وبكلف واطنة يمكن أن تحفظ لفترات طويلة بطرق يمكن الاستفادة منها مستقبلا (1 ، 2) ، حيث تعتبر المجازر مصدرا مهما ورخيص أيضا للحصول على المبايض التي يتم سحب البويضات منها واستخدامها في تطور تقنيات إنضاج (*In Vitro Maturation* (IVM) ، إخصاب (*In Vitro Fertilization* (IVF) والتطور الجنيني المبكر مختبريا في الأبقار (3 ، 4 ، 5 ، 6) ، الماعز (7 ، 8) ، الجاموس (9) ، الخنازير (10) والأغنام (11 ، 12) .

استخدمت تقنية الإخصاب خارج الجسم (IVF) في مجال الطب البشري لعلاج حالات العقم التي تعاني منها النساء والناجمة عن أسباب عديدة منها تلف أو انسداد الأنابيب الرحمية أو عدم كفاية الحركة الهدبية لقمع فالوب لالتقاط البويضة مما يؤدي إلى سقوطها في لتجويف

البطني أو في حالة ضعف الأنابيب الرحمية ذاتها وكذلك تستخدم في حالة العقم الذكري والناجمة عن قلة عدد النطف Oligospermia أو ضعفها Asthenospermia وعوامل أخرى ، وتعتبر عمليات الإخصاب خارج الجسم علاجا للعقم الذكري والأنثوي معا (13) . وعند استعمال تقنية إنتاج الأجنة مختبريا (IVP) أمكن التخلص من تأثيرات الإجهاد الحراري الذي يقلل نسبة الحمل لأبقار الحليب عن طريق تأثيرها على الأجنة بمراحل الانقسام المتقدمة بعد أنتاجها مختبريا (14).

أن مظهر البيوض العام له أهمية في تحسين الاكتمال التطوري للبويضات المراد إنضاجها مختبريا (IVM) ، لذا فإن طرق جمع البويضات كان له أثر مهم على مظهرها لاسيما من ناحية عدد طبقات الخلايا الركامية Cumulus Cells المحيطة بها للأبقار والخنازير (15) ، والأغنام (7 ، 16) . فالهدف من إجراء هذا البحث هو لمعرفة تأثير التقنيات المستخدمة في جمع البويضات (السحب ، التشريح والشرائح) على إنضاج ، إخصاب والتطور الجنيني المبكر مختبريا لبويضات الأغنام المحلية .

المواد و طرائق العمل

جمع البويضات

جمعت 68 مبيض من 34 نعجة محلية بعد 20-30 دقيقة من الذبح في الأماكن المخصصة لذبح الحيوانات (المجزرة) في جانب الكرخ من بغداد في اب 2005 ، واستعملت حاويات بلاستيكية خاصة للحفاظ على درجة الحرارة لحين الوصول إلى مختبرات مركز التقانات الإحيائية /جامعة النهرين ، وضعت المبايض في المحلول الفسيولوجي NaCl بتركيز 0.9 % مضاف إليه البنسلين والستربتومايسين داخل الحاوية البلاستيكية للحفاظ على درجة الحرارة بحدود 30-33 م° ونقلت المبايض خلال 1-2 ساعة بعد الذبح (7 ، 17). غسلت المبايض 5 مرات في محلول دارى الفوسفات الملحي Phosphate Buffered Saline (PBS) مضاف إليه البنسلين والستربتومايسين ، وقسمت إلى ثلاثة مجاميع عشوائية حسب تقنية الجمع (سحب ، تشريح ، وشرايح) 23 ، 26 و 19 مبيض لكل تقنية على التوالي للحصول على البويضات .

عند جمع البويضات باستخدام تقنية السحب Aspiration استعملت إبرة قياس G21 مثبتة بمحفنة 5مل تحوي على 0.1سم³ من الوسط الزرعى - Tissue Culture Media 199 (TCM199) مضافا إليه المضادات الحيوية والهيبارين، وبعد أن يتم سحب محتويات الجريبة ينقل السائل الحاوي على البويضات إلى طبق بتري لغرض عزل البويضات المحاطة بأكثر من ثلاثة طبقات من الخلايا الركامية مع تحبب سايتوبلازمي متساو (18). أما عملية تشريح الجربيات تضمنت تقطيع كل الجربيات التي تتراوح أقطارها 2.5 - 6 ملم تحت المجهر التشريحي (Dissecting Microscope) حيث يتم فتح الجريبة ضمن الوسط ألزري (TCM199) مع 4mM NaHco₃ مضافا إليه البنسلين مع الستربتومايسين ونظم الـ (PH) عند 7.35 باستخدام 20mM Hepes ، لتصل البويضات إلى الطبق الحاوي على وسط الجمع .

وللحصول على البويضات باستخدام تقنية الشرائح Slicing تضمنت تقطيع المبايض باستخدام شفرة جراحية في وسط زرعى TCM199 وهذا يتيح الحصول على البويضات من مختلف أحجام الجربيات .

إنضاج البويضات مختبريا

تم انتخاب البويضات المحاطة ب 3- 6 طبقات من الخلايا الركامية بالكامل مع تحبب سايتوبلازمي متجانس ، أما البويضات المحاطة ب 1-2 طبقة من الخلايا الركامية والعارية (غير المحاطة) وصغيرة الحجم فقد تم عدها فقط واستبعدت .
ينقل معقد البويضة الركامية Cumulus Oocyte Complex (COCs) إلى طبق بتري الحاوي على 0.5 مل من الوسط الزراعي TCM 199 مضافا إليه 10% مصل الجنين البقري (Fetal Calf Serum (FCS ، 10% من مصل الأغنام 4mM sheep serum من NaHCO_3 وعدل الـ PH إلى (7.35) بإضافة 20mM HEPES مع 1ug/ml استراديول و 10ug/ml من كل من الهرمون المحفز للجريبات (Follicle Stimulating Hormone (FSH و هرمون الاباضة (Lutinizng Hormone (LH) مع إضافة 100 IU/ml من البنسلين والستربتومايسين توضع كل 10-15 بويضة في كل قطرة من الوسط الزراعي ثم تغطى بزيت البارافين وتنقل إلى حاضنة CO_2 بتركيز 5% ودرجة حرارة 39 م° ورطوبة 95% ولمدة 24 ساعة (19) .

تكيف النطف

جمعت النطف لاثنتين من الاكباش المحلية باستخدام طريقة المهبل الاصطناعي وجرى تقييم السائل المنوي لاختبار كفاءته وتم اخذ السائل المنوي الأكفاء واستبعد الرديء الصفات ، بعدها خفف السائل المنوي مع 10 مل من وسط (mTALP) Modified TALP (3 ، 7) ، بعد ذلك غسلت النطف حيث يعمل لها طرد مركزي بقوة 1200 دورة / دقيقة لمدة 9 دقائق وبدرجة حرارة 37 م° ، وعند انتهاء الغسل تم التخلص من السائل وبقيت النطف المتمركزة في قعر الأنبوبة بشكل أقراص (pellet) ، خففت النطف بإضافة 2 مل من (mTALP) وتركت النطف لتسيح إلى الأعلى (Swim-up) لمدة 1.5 ساعة بدرجة حرارة 37.5 م° في حمام مائي ، تم سحب 0.5 مل من الجزء العلوي للسائل الحاوي على النطف وخففت إلى إن يصبح التركيز 10×10^6 نطفة / مل (20) .

إخصاب البويضات مختبريا

أزيلت الخلايا الركامية المحيطة بالبويضات بعد استخراجها من الحاضنة وعزلت البويضات التي يلاحظ فيها ظهور الجسم القطبي الأول كمؤشر على حصول الإنضاج المختبري ، تم إضافة البويضات الناضجة إلى النطف المتكيفة بمعدل 10 - 12 بويضة لكل 1 مل من وسط الإخصاب ، نقلت بعدها إلى حاضنة CO_2 بتركيز 5% ورطوبة عالية ودرجة حرارة 39 م° ولمدة 16 ساعة ، بعدها غسلت البويضات بمحلول الـ (PBS) للتخلص من بقايا النطف المتعلقة ، تم فحص البويضات تحت المجهر العاكس لملاحظة عملية استحداث الإخصاب من خلال ظهور الجسم القطبي الثاني (7) .

انقسام البويضات المخصبة

نقلت البويضات المخصبة إلى وسط TCM199 وحضنت لمدة 24 ساعة عند درجة حرارة 39 م° في حاضنة CO_2 بتركيز 5% ورطوبة عالية، فحصت بعدها تحت المجهر العاكس لملاحظة درجة الانقسام والنمو الذي حدث لها.

التحليل الإحصائي

استخدمت طريقة مربع كاي (Chi-square) لتحليل النتائج المتعلقة بالبحث (21).

النتائج و المناقشة

بلغ عدد البويضات الكلي 78 ، 67 ، 209 بويضة مجموعة عن طريق تقنية السحب ، التشريح، والشرائح على التوالي ، و متوسط عدد البويضات لكل مبيض 2.21 ، 1.76 ، 4.36 لتقنيات السحب ، التشريح والشرائح على التوالي وان عدد البويضات المحاطة بـ 3-6 طبقة كانت 35 ، 25 و 28 بويضة عند استخدام تقنيات السحب ، التشريح والشرائح على التوالي بينما البويضات المحاطة بـ 1-2 طبقة من الخلايا الركامية 16 ، 21 ، 55 بويضة للتقنيات الثلاث على التوالي أما البويضات التي تم إهمالها العارية وبويضات صغيرة الحجم لتقنيات السحب ، التشريح والشرائح 27 ، 21 و 126 بويضة على التوالي جدول (1) .

جدول 1-: عدد المبايض المستعملة في البحث مع أعداد الجريبات والبويضات المستحصل عليها وأنواعها حسب التقنية المتبعة للحصول على البويضات

تقنية الجمع	عدد المبايض	عدد الجريبات الكلي	عدد البويضات الكلي	عدد ونسبة البويضات السليمة المحاطة	عدد البويضات السليمة المحاطة لكل مبيض	لبويضات العارية والنبد	البويضات المحاطة بـ 2-1 من الخلايا الركامية	البويضات المحاطة بـ 3-6 من الخلايا الركامية
السحب	23	126	78	51 (65.38)	2.21	27 (34.61)	16 (31.37)	35 (68.63)
التقطيع	26	73	67	46 (68.65)	1.76	21 (31.34)	21 (45.65)	25 (54.35)
الشرائح	19	-	209	83 (39.71)	4.36	126 (60.28)	55 (66.26)	28 (33.73)

بينت نتائج استخدام تقنيات السحب ، التقطيع والشرائح وتأثيرها على إنضاج البويضات مختبريا وجود فروق معنوية عند مستوى ($P < 0.05$) حيث كانت نسبة إنضاج البويضات 71.4% ($25/35 \times 100$) ، 72% ($18/25 \times 100$) و 53.5% ($15/28 \times 100$) لتقنيات السحب ، التشريح والشرائح على التوالي بينما لم يلاحظ وجود فروق معنوية عند مستوى $P < 0.05$ بين التقنيات الثلاث وقابلية البويضات على إتمام عملية الإخصاب حيث كانت 32.2% ($8/25 \times 100$) ، 23.2% ($4/18 \times 100$) و 20% ($3/15 \times 100$) لتقنيات السحب ، التشريح والشرائح على التوالي جدول (2) .

كذلك لم يلاحظ وجود فروق معنوية عند مستوى $P < 0.05$ بين التقنيات الثلاث وقابلية البويضات المخصبة على الانقسام حيث كانت 37.5% ($3/8 \times 100$) عند استخدام تقنية الشرائح مع فشل البويضات المخصبة المجموعة بتقنية التشريح من استئناف التطور الجنيني المبكر بعد الإخصاب.

جدول -2: تأثير تقنية جمع البويضات على إنضاج وإخصاب وانقسام بويضات الأغنام المحلية مختبريا

التقنية المستخدمة	عدد البويضات	اعداد ونسبة البويضات الناضجة من عدد البويضات		اعداد ونسبة البويضات المخصبة من البويضات الناضجة		اعداد ونسبة البويضات المنقسمة من البويضات المخصبة	
		(no.)	(%)	(no.)	(%)	(no.)	(%)
السحب	35	25	71.4	8	32	3	37.5
التقطيع	25	18	72	4	23.2	-	-
الشرائح	28	15	53.5	3	20	1	33.3
قيمة مربع كاي		$X^2=12.000^{**}$		$X^2=3.334^{NS}$		$X^2=2.951^{NS}$	

* (P<0.05) ، NS = غير معنوي

بينت الدراسة ازدياد عدد البويضات التي يتم الحصول عليها من المبايض عند استخدام تقنية الشرائح 209 بويضة بالمقارنة مع ما يتم الحصول عليه من بويضات باستعمال تقنية السحب والتشريح 78 و 67 بويضة على التوالي وهذا يتفق مع ماتوصل إليه (22) .

لوحظ وجود فروق معنوية عند مستوى $P < 0.05$ بين البويضات المجموعة من التقنيات الثلاث (السحب ، التشريح والشرائح) عند إنضاج بويضات الأغنام المحلية مختبريا حيث كانت 71.4 و 72% عند استخدام تقنيتي السحب والتقطيع على التوالي ، فالبويضات التي تم جمعها بتقنية (السحب و التشريح) كانت من جريبات ذات أقطار أكبر من 2 ملم بالمقارنة مع البويضات التي يحصل يتم عليها بتقنية الشرائح (53.5%) حيث كانت البويضات لمجموعة من جريبات ذات أقطار مختلفة بالنتيجة فالبويضات التي مصدرها جريبات ذات أقطار أكبر من 2 ملم انعكست على حيوية البويضة وقابليتها التطورية بالإضافة إلى بلوغ السايوتوبلازم ونواة البويضة إلى درجة من التكامل فعندما نقلت إلى الأوساط الزراعية الخاصة بالإنضاج استأنفت تطورها وبلغت مرحلة الإنضاج المتكامل بظهور

الجسم القطبي الأول أي اكتمال نضوج النواة والسايوتوبلازم وهذا يتفق مع ماتوصل إليه (23) في الأبقار حيث أشار إلى أن البويضات الحاصلين عليها من جريبات ذات أقطار صغيرة فشلت في تتابع انقسامها وتطورها مختبريا بالمقارنة مع البويضات التي مصدرها جريبات ذات أقطار أكبر ، وتتفق نتائج الدراسة في طريقة السحب مع ماتوصل إليه (13) ، كذلك أوضح (24) أن بويضات الخنازير المستحصل عليها من جريبات ذات أقطار صغيرة أدت إلى انخفاض نسبة تكوين الانوية الذكرية بعد الإخصاب .

كما اتفقت نتائج الدراسة مع ماتوصل إليه (25) حيث استخدمت طريقة مشابهة لتقنية الشرائح لوحظ فيها انخفاض نسبة الإخصاب بالمقارنة مع بويضات الأبقار التي يتم الحصول عليها بطريقة السحب ، كذلك لوحظ انخفاض في قابلية التطور الجنيني المبكر (26).

أن نتائج البحث لم تلاحظ وجود فروق معنوية عند مستوى ($P < 0.05$) بين تقنية الجمع المستخدمة وقابلية البويضات على أتمام الإخصاب (بظهور الجسم القطبي الثاني) وتتابع انقسام البويضات المخصبة ، حيث كانت 32 ، 23.2 ، 20% لتقنيات السحب ، التشريح والشرائح على التوالي ، واختلفت نتائج الدراسة فيما يخص تقنية السحب مع ما توصل إليه (13) ، أما البويضات التي أظهرت علامات الإخصاب وخاصة المجموعة بتقنية التشريح فلم تستطيع أن تستأنف الانقسام وهذا يرجع إلى احتمال حصول إخصاب غير متكامل أو غير طبيعي نتيجة لحصول ظاهرة تعدد النطف فكانت نسبة انقسام البويضات التي مصدرها تقنية

التشريح هي الاوطأ بينما كانت نسبة انقسام البويضات التي مصدرها تقنية السحب والشرائح الأعلى حيث كانت 37.5 و 33.3 على التوالي .
وعليه يمكن القول أن استخدام تقنية السحب للحصول على بويضات الأغنام المحلية هي الأفضل من حيث نتائج الإنضاج ، الإخصاب والتطور الجنيني المبكر ، لكن مع ذلك فهي تحتاج إلى مهارة ووقت أطول مع عدد بويضات أقل وعند استخدام تقنية التشريح فأننا سوف نحتاج إلى وقت أطول من أجل الحصول على بويضات أغنام محلية لكن ذات جودة أقل .
أما إذا أردنا الحصول على أعداد كبيرة من البويضات وبأقل وقت ممكن فيمكن ان نتبع طريقة الشرائح فهي تعطي أعداد كبيرة من البويضات ولكن بنسبة إنضاج ، إخصاب وتطور جنيني مبكر أقل بالمقارنة مع تقنية السحب

المصادر

1. Hwang, W.; Jo, C.; Lee, B.; Shin, T.; Roh, S.; Kim, S.; Chun, B.; Lee, K.; Shin, O. and Yim, H. .Successful Calving following transfer of bovine embryos produced by *in vitro* fertilization in Korea . J. Reprod. Dev. 41:175-179(1995)
2. Foote, R.H. Development of reproductive biotechnologies in domestic animals from artificial insemination to cloning: A perspective. Cloning 1: 133-142.(1999) .
3. السامرائي ، محمد طارق عبد الله . إنتاج أجنة الأبقار مختبريا وبعض العوامل المؤثرة عليها ، رسالة ماجستير - كلية الزراعة - جامعة بغداد (2002)
4. Hunter, R. H. F.; Lawson, R .A. S.; Rowson, L. E. A. Maturation, transplantation and fertilization of ovarian oocytes in cattle. J. Reprod. Fert.; 178:325-328. (1970).
5. Hasler, J. F. Current status and potential of transfer and reproductive technology in dairy cattle. J. Dairy Sci; 75:2857-2879(1992)
6. Wei. H., Fukui. Y. .Births of calves derived from embryos produced by intracytoplasmic sperm injection without exogenous oocyte activation .Zygote 10 (5): 149-153(2002).
7. الأحمد ، حازم إسماعيل عبد الباري ، استخدامات هرمونية مبرمجة لتوحيد الشبق ، فرط الاباضة ، جمع البويضات والأجنة ، التخصيب خارج الرحم لدى المعز المحلي ، رسالة ماجستير - كلية الطب البيطري - جامعة بغداد (2002)
8. العبيدي ، غسان حسين جعفر ، الإخصاب الخارجي في الأغنام ، رسالة ماجستير - كلية الطب البيطري - جامعة بغداد (1989).
9. Song, J. B. and Iritani, A. Studies on *in vitro* maturation of follicular oocytes in the immature goat's .Korean J. Anim Sci; 29:303-309. (1987)
10. Yadav , P.S. ;Saini , A. ; Solanki ,V.S. ;Hooda ,O.K. and Jindal ,S.K. . Comparison of follicular fluid estrus serum on *in vitro* maturation,

- fertilization and development of buffalo embryos. Inter. J. Anim. sci., 12: 193-196(1997).
11. Cabot, R.A. ; Kuhholzer ,B. ; Chan ,A.W.S. ; Lai, L. ; Park, K.-W ; Chong, Y. ; Schatten, G. ; Murphy, C. N. ; Abeydeera ,L.R. ; Day, B.N.; and Prather, R.S..Transgenic pigs produced using *in vitro* matured oocytes infected with a retroviral vector. Animal Biotechnology , 12(2), 205-214(2001)
 12. Guler, A. ; Poulin, N. ; Mermillod ,P.; Terqui ,M. and Cognie ,Y..Effect of growth factors, EGF, IGF-I and estradiol on *in vitro* maturation of sheep oocytes .Theriogenology; 54:209-218. (2002).
 13. الجلي ، صلاح مهدي محسن ، التأثير الفسيولوجي للهرمونات الموجهة للقتل في استحداث إفراط الاباضة وإنضاج البويضات وإخصابها خارج الجسم في الفئران ، رسالة ماجستير -كلية العلوم _ جامعة بغداد (2003)
 14. Rutledge, J.J. Use of embryo transfer and IVF to bypass effect of heat stress. Theriogenology 55(1): 105-111. (2001).
 15. Nagai, J.. The improvement of *in vitro* maturation system for bovine and porcine oocytes .Theriogenology 55 (6): 1291-1301(2001).
 16. Crosby, I.M.; Osborn, J.C. AND Moor, R.M.. Follicle cell regulation of protein synthesis and development competence in sheep oocytes. J .Reprod. Fert.62; 562-582(1981) .
 17. Gandolfi, F. and Moor R. M.. Stimulation of early embryonic development in the sheep by co-culture with oviduct epithelial cell. J. Reprod. Fert. 81:23-28. (1987) .
 18. Hamano, S. and Kuwayama, M.. In vitro fertilization and development of bovine oocyte recovered from the ovaries of individual donors: a comparison between the cutting and aspiration method. Theriogenology, 39:703-712. (1993).
 19. Fukui, Y.; Glew, A. M.; Gandolfi, F. and Moor, R. M. Ram specific effects on in vitro fertilization and cleavage of sheep oocytes matured in vitro. J. Reprod Fert. 82:337-340. (1988).
 20. Alofi, A. A. and Alhimaidi, A. R.. *In vitro* Maturation (IVM) and Fertilization (IVF) of Sheep Ova Cultured in Two Different Media. J. King Saud Univ. 16(1): 15-24. (2004).
 21. المحمد ، نعيم ثاني ؛ الراوي ، خاشع محمود ؛ يونس ، مؤيد احمد و المراني ؛ وليد خضير . مبادئ الإحصاء ، مديرية الكتب للطباعة والنشر -جامعة الموصل- (1986)
 22. Tan, S.J. and Lu, K.h. Effect of different estrous stages of ovaries

- and sizes of follicles on generation of bovine embryos *in vitro* .Theriogenology .33:335(Abstr) (1990).
- 23.Ding, J. And Foxcroft, G.R. Follicular heterogeneity and oocyte maturation *in vitro* in pigs. Biol. Reprod. 47:648-655. (1992).
- 24.Iwasaki, S.; Kono, T.; Nakahara, T.; Shion, Y.; Fukushima, M.; Hanada, A. New method for the recovery of oocytes from bovine ovarian tissue in relation to *in vitro* maturation and fertilization . Jpn. J. Anim. Reprod; 33:188 (Abstr.) (1987).
- 25.Takagi, Y.; Mori, k.; Takahashi, T.; Sugawara, S.; Masaki, J.Differences in development of bovine oocytes recovered by aspiration or by mincing. J. Anim Sci; 70:1923-1927 (1992).

التحري عن انتشار البكتريا الهوائية السالبة لصبغة كرام المسببة لالتهاب الجروح

منعم رضوان على و مها مخلف كاظم و مؤيد صالح حسين
الجامعة المستنصرية /كلية العلوم /قسم علوم الحياة

تاريخ تقديم البحث 2008/7/30 - تاريخ قبول البحث 2009/1/25

ABSTRACT

This study have been included the isolation and diagnosis of the aerobic gram negative, pathogenic bacteria which causes wound infections from patients that visited some Baghdad hospitals and its sensitivity to some antibiotics was tested. (200) Swabs have been collected from the various wounds and streaked on different media to detect the presence of the previously mentioned bacteria depending on some cultural colonies and microscopical characteristics of bacterial cells, biochemical tests have taken in consideration. The diagnosis of (65 isolates) at frequency (32.5%) referred to gram aerobic negative bacteria from the total number of swabs distributed into 47 isolates (23.5%) of the species *Pseudomonas aeruginosa*, 9 isolates (13.84 %) of *Escherichia coli*, 4 isolates (6.15%) referred to both *Klebsiella pneumonia* and *Proteus mirabilis*, and one isolate (1.53) of *Acinetobacter baumannii*. Antibiotic sensitivity test have been done towards commonly used antibiotics showed that there is big differences in its ability to resist the effect of that antibiotics, so beta lactam antibiotics as so as Ciprofloxacin showed a clear activity against all isolated bacterial species which appeared resistance against all other antibiotic types, the isolates have been showed multiple antibiotics resistance against between (9-4). This study pointed to the pathologic role of gram negative bacteria especially *Pseudomonas aeruginosa* in wound infections since it had been isolated in a high percent among other species which had been isolated and because it showed multiple antibiotic resistance.

الخلاصة

تضمنت الدراسة الحالية عزل وتشخيص البكتريا الهوائية السالبة لصبغة كرام المرضية المسببة لالتهاب الجروح من المرضى المراجعين لبعض مستشفيات بغداد واختبرت حساسيتها لعدد من مضادات الحياة. تم جمع (200) مسحة من الجروح المختلفة ونميت على أوساط زرعية مختلفة للتحري عن وجود البكتريا الهوائية السالبة لصبغة كرام المرضية، إذ اعتمدت الصفات الزرعية والمجهرية للمستعمرات وخلايا البكتريا والاختبارات الكيموحيوية، وأمكن تشخيص (65 عزلة) بنسبة (32.5 %) تعود للبكتريا الهوائية السالبة لصبغة كرام المرضية. توزعت العزلات الى 47 عزلة (23.5%) لبكتريا *Pseudomonas aeruginosa* و 9 عزلات (13.84 %) لبكتريا *Escherichia coli* و 4 عزلات (6.15) تعود لكل من بكتريا *Klebsiella pneumonia* و *Proteus mirabilis* وعزلة واحدة (1.53 %) لبكتريا *Acinetobacter baumannii*. أجريت دراسة لحساسية العزلات تجاه المضادات الحيوية الشائعة الاستعمال وقد تبين وجو اختلاف واضح في قابليتها على مقاومة تأثير تلك المضادات الحيوية إذ أظهرت مضادات البيتا لاكتام فضلاً عن مضاد الـ Ciprofloxacin فعالية واضحة ضد جميع الأجناس البكتيرية المعزولة التي أظهرت مقاومه متعددة تجاه المضادات الحيوية، وقد أظهرت العزلات مقاومه متعددة تجاه المضادات الحيوية ما بين (9-4) مضاداً حيوياً. وقد أشارت هذه الدراسة الى الدور المرضي للبكتريا السالبة لصبغة كرام وخاصة بكتريا *Pseudomonas aeruginosa* في التهاب الجروح كونها الأعلى في نسبة العزل من بقية الأجناس وإظهارها لصفة المقاومه المتعدده للمضادات الحيوية.

المقدمة

يعد الجلد من الاعضاء المهمة في الجسم، وذلك لدوره الفعال في صيانة الاعضاء الداخلية من ظروف المحيط الخارجي فضلا عن كونه حاجزا فيزيائيا يمنع دخول الاحياء المجهرية والاجسام الغريبة للجسم (6) لذلك يكون هذا الجزء من الجسم هو الاكثر عرضة لغزو الاحياء المجهرية (2).

تحدث الاصابات الجلدية بعد حدوث خدوش سطحية في المنطقة ثم تلوثها بالبكتريا من البيئة المحيطة (3). وقد اشار (12) الى ان البكتريا الهوائية السالبة لصبغة كرام هي الاكثر احداثا لاصابات الحروق والجروح اذ تشكل نسبة قد تصل الى ثلاثة اضعاف البكتريا الموجبة. تكون الاصابات المكتسبة من المستشفيات واسعة الانتشار بسبب طول فترة الرقود اخل المستشفى، فضلا عن دخول الأطعمة والجزيئات المحمولة بالغبار الى داخل المستشفى لتشكل مستودعا لنقل البكتريا عن طريق الهواء والتلامس بين المرضى والكادر الطبي (14) أشار العديد من الباحثين الى الدور المرضي للبكتريا الهوائية السالبة لصبغة كرام، فقد اشار (10) الى الانتشار الواسع لبكتريا *Ps aeruginosa* في التربة والبيئة المائية، حيث تعد من البكتريا الانتهازية فضلا عن قابليتها لاصابة اجزاء عديدة من الجسم، في حين اشار (2) الى قدرة بكتريا *E.coli* على الانتقال من موقعها الطبيعي في جسم الانسان واحداث اصابات انتهازية في اماكن اخرى من الجسم، وقد اوضح بهذا الصدد (8) الى العلاقة الوثيقة بين بكتريا *K. pneumonia* وإصابات المستشفيات الوبائية. ووضح (15) إلى الدور المرضي المهم لبكتريا *Pr. mirabilis* باحداث التهابات الحروق والجروح. وقد جاءت هذه الدراسة لتوضيح الدور المرضي للبكتريا الهوائية السالبة لصبغة كرام باحداث الجروح ومقاومتها للعديد من المضادات الحيوية.

المواد وطرائق العمل

جمع العينات: جمعت 200 مسحة من اصابات الجروح باستعمال المسحات القطنية المعقمة من عدد من مستشفيات بغداد (الكندي، اليرموك التعليمي، الكرامة التعليمي، الكرخ العام و مدينة الطب) للفترة من تشرين الاول لعام 2007 ولغاية حزيران لعام 2008.

عزل البكتريا: زرعت المسحات القطنية الملوثة باصابات الجروح مباشرة على وسطي اكار الدم واكار الماكونكي. حضنت الاطباق بدرجة 37 م° ولمدة 24 ساعة. ولغرض العزل الاول للبكتريا اخذت مستعمرة نقية واحدة بعد ظهور النمو الموجود على الاوساط الزرعية وتشخيصها مبدئيا اعتماداً على الصفات الشكلية للمستعمرات ولونها وارتفاعها وقوامها وفحصت مجهرياً لغرض وصف اشكال الخلايا بعد معاملتها بصبغة كرام

تشخيص العزلات البكتيرية: بعد ان تم تنقية العزلات بتكرار الزرع لها اجريت الاختبارات الكيموحيوية بتحضير مستنبت العزلات على وسط الاكار المغذي واخرى على وسط المرق المغذي بعمر 24 ساعة ليكون كمستنبت اصلي. اجريت الاختبارات الكيموحيوية واعتمادا على ما ورد في (7) ولتأكيد الاختبارات استخدمت عدة التشخيص *api20 E* لضمان التشخيص النهائي للعزلات.

اختبار انتاج انزيم البيتا لاكتاميز: استعملت طريقة الانابيب الشعرية المباشرة Direct Capillary tube method للكشف عن قابلية العزلات على انتاج انزيم البيتا لاكتاميز وحسب ما ورد في (11)

فحص الحساسية للمضادات الحيوية: درست حساسية العزلات البكتيرية تجاه (14) مضادا حيويًا مختلفاً *Vancomycin, Rifampicin, Azteronam, Meropenem, Amoxicillin, Tetracycline, Amikacin, Erythromycin, Penicillin, Cephalexin, Cephalexin, Imipenem, Ciprofloxacin, Gentamicin* واستخدمت طريقة Kirby-Bauer لاجراء الاختبار وكما ذكرت من قبل (13).

النتائج والمناقشة

عزل وتشخيص البكتيريا الملوثة للجروح

بينت النتائج ان (85) عينة اظهرت نتيجة موجبة للزرع البكتريولوجي وبنسبة 42.5% فيما كانت 115 عينة سالبة للزرع البكتريولوجي وبنسبة 57.5% تم جمعها من المستشفيات التالية (الكندي، اليرموك التعليمي، الكرامة التعليمي، الكرخ العام مدينة الطب) وكما موضح في الجدول (1)

جدول -1: النسبة المئوية للعينات المأخوذة من إصابات الحروق للتلوث البكتيري

عينات إصابات الحروق	عدد العينات	النسبة المئوية %
العينات الموجبة للزرع البكتريولوجي	85	42.5
العينات السالبة للزرع البكتريولوجي	115	57.5
المجموع	200	

شخصت العزلات البكتيرية للعينات المأخوذة وبلغت نسبة الموجبة منها للزرع البكتريولوجي لبكتريا *Ps aeruginosa* 23.5% وبواقع 47 عذلة مرضية ، أذ تميزت مستعمراتها على وسط اكار المكونكي باللون الشاحب المائل الى الاخضر لانتاجها لصبغة البايوسيانين (جدول 2) تليها من حيث الاهمية بكتريا *E.coli* بنسبة 4.3% وبواقع 9 عزلات. فضلاً عن عزل بكتريا *K. pneumonia* و *Pr. mirabilis* بنسبة 2% اما بكتريا *A. baumannii* فقد كانت نسبة الاصابة بها 0.5%.

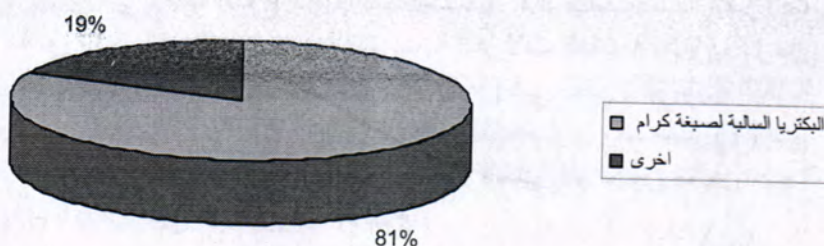
ان ظهور هذه النسبة العالية من الاصابة ببكتريا *Ps aeruginosa* من مجموع العينات الموجبة للزرع البكتريولوجي يؤيد ضعف الاليات الدفاعية لدى الاشخاص المصابين بالحروق مما يهيئ الإصابة بالمرضات الانتهازية والذي عبرت عنه هذه البكتريا في اصابتها ، وقد جاءت هذه النتيجة متفقة مع (8) وذلك لكون هذه البكتريا من الممرضات الانتهازية الاوسع انتشاراً في البيئة حيث تلوث الارضية ومغاسل المستشفيات ، فضلاً عن تلويثها لفراش المرضى وايدي الكوادر الطبية (3) .

تبعثها بكتريا *E.coli* بنسبة 4.5% من مجموع العينات و 13.84% من مجموع العزلات السالبة لصبغة كرام وبكتريا *K. pneumonia* و *Pr. mirabilis* بنسبة 2% من مجموع العينات و 6.15% على التوالي وهذا مخالف عن ما توصل اليه (9) في سيادة بكتريا *E.coli* على بقية الأنواع البكتيرية المسببة لالتهاب الجروح . فيما كانت اقل نسبة عزل بكتريا *A. baumannii* بنسبة 1% من مجموع العينات و 0.5% من مجموع العزلات وهذه النتيجة جاءت متفقة مع (17) الذين استطاعوا عزل هذه البكتريا من تلوث الجروح الناتجة عن العمليات الجراحية والحوادث.

جدول-2: انواع البكتريا المعزولة من المصابين بالجروح

نوع الإصابة	% من مجموع العزلات	% من مجموع العينات	عدد العزلات	نوع البكتريا المعزولة
إصابة مختلطة لعزلة واحدة <i>Serratia marcescens</i> وعزلتين مع <i>E.coli</i>	72.30	23.5	47	<i>Ps aeruginosa</i>
	13.84	4.5	9	<i>E.coli</i>
إصابة مختلطة لعزلة واحدة <i>Proteus mirabilis</i>	6.15	2	4	<i>K. pneumoniae</i>
	6.15	2	4	<i>Pr. mirabilis</i>
	1.53	0.5	1	<i>A. baumannii</i>
			65	المجموع

ويوضح الشكل (1) ان اعلى نسبة عزل من البكتريا الملوثة لاصابات الحروق كانت للبكتريا السالبة لصبغة كرام والتي بلغت 81.25% وبذلك فهي تشكل اربعة اضعاف البكتريا الأخرى.



شكل -1: نسب عزل البكتريا الملوثة لاصابات الحروق

التحري عن إنتاج أنزيم البيبتالاكتاميز
استخدمت طريقة الانابيب الشعرية في التحري عن نشاط هذا الانزيم ، اذ تعد من الطرائق السريعة وغير المكلفة فضلاً عن سهولة تطبيقها . اظهرت النتائج ان 23.69% من عزلات الدراسة كانت منتجة لانزيم البيبتالاكتاميز وموزعة بواقع 74.46% *Ps.* , *Ps. aeruginosa* 77.77% , *E.coli* 75% , *K. pneumoniae* في حين لم تظهر اي من عزلات *Pr.mirailis* , *A.baumannii* القدرة على إنتاج الانزيم . وكما موضح في (جدول 3).

جدول -3: قابلية الأنواع البكتيرية المختلفة المعزولة من عينات الجروح على إنتاج أنزيم البيبتالاكتاميز

نوع البكتريا المعزولة	العدد الكلي	عدد العزلات المنتجة	% للعزلات المنتجة
<i>Ps. aeruginosa</i>	47	35	74.46
<i>E.coli</i>	9	7	77.77
<i>K. pneumoniae</i>	4	3	75
<i>Pr. mirabilis</i>	4	-	-
<i>A. baumannii</i>	1	-	-
المجموع	65	45	69.23

يتبين من الجدول 3 ان صفة انتاج انزيم البييتالاكتاميز لم تكن موجودة في جميع العزلات المدروسة . اذ ان بعض العزلات كانت غير منتجة للانزيم بالرغم من مقاومتها لمضادات

جدول -4: الزمن اللازم لانتاج انزيم البييتالاكتاميز من قبل الانواع البكتيرية المعزولة من الحروق

انتاج انزيم البييتالاكتاميز					
<i>K.pneumonia</i>	<i>E.coli</i>	<i>Ps.aeruginosa</i>	عدد العزلات المنتجة	% للعزلات المنتجة	زمن النتائج بالدقائق
العدد	العدد	العدد			
2	3	22	27	41.53	+++ (5)
-	3	10	13	20	++ (15-5)
1	1	4	6	9.23	+ (30-15)
3	7	36	20	30.76	-

البييتالاكتام ، مما يدل على امتلاك هذه العزلات انماط اخرى للمقاومة مثل تغيير موقع الهدف او تغيير حاجز النفاذية او نتيجة امتلاكها لأنظمة الدفع (4).
يوضح الجدول 4 وجود تباين في وقت انتاج انزيم البييتالاكتاميز ، اذ بلغت نسبة العزلات المنتجة بزمن اقل من 5 دقائق (41.53%) في حين كانت نسبة العزلات المنتجة للانزيم بزمن 5-15 دقيقة كانت (20%) بينما انخفضت النسبة الى (9.23%) في الفترة الزمنية الثالثة والبالغة 15-30 دقيقة . في حين اظهرت (30.76%) نتائج سالبة للاختبار . وقد اشار (1) الى ان اختلاف كمية الانزيم المنتج يعود لاختلاف طبيعة انتاجه داخل الخلية فقد تكون مشفر عنها كروموسومياً او بلازميدياً مما يؤثر على كمية ووقت الانتاج .

فحص الحساسية للمضادات الحيوية

نمط المقاومة للمضادات الحيوية تجاه جميع انواع البكتريا المعزولة (65 عزلة) يوضحه الجدول (5) . اذ اظهرت جميع العزلات نسبة مقاومة عالية تجاه مضادات Vancomycin, Rifampicin, Amoxicillin, Tetracycline, Amikacin, Erythromycin, Penicillin, Cephotoxine, Cephalothin, Imipenem, Ciprofloxacin, Gentamicin وقد جاءت هذه النتائج موافقة تقريباً لنتائج (5) عند اجرائهم فحص الحساسية لعدد من مضادات الحياة تجاه السلالات البكتيرية المعزولة من الجروح .

جدول-5: النسبة المئوية لمقاومة العزلات البكتيرية لعدد من المضادات الحيوية المستخدمة في فحص الحساسية بطريقة Kirby-Bauer

Antibiotic	Concentration/ disk(μ /l)	<i>Ps.aeruginosa</i>	<i>E.coli</i>	<i>K.pneumonia</i>	<i>Pr.mirabilis</i>	<i>A.baumannii</i>
Vancomycin	30	4.2	77.7	25	100	100
Rifampicin	30	65.9	66.6	100	100	100
Amoxacillin	10	100	88.8	75	100	100
Tetracyclin	30	76.5	33.3	100	100	100
Erythromycin	15	70.2	33.3	25	75	100
Penicillin	10	100	100	100	100	100
Cephataxine	30	89.3	33.3	25	25	100
Cephalothin	30	95.7	77.7	100	100	100
Imipenem	10	0	0	0	0	0
Meropenem	10	0	0	0	0	0
Azteronam	30	0	0	0	0	0
Gentamicin	10	89.3	22.2	75	75	100
Amikacin	30	93.6	33.3	75	50	100
Ciprofloxacin	5	11.5	22.2	50	25	0

أن المقاومة لهذه المضادات قد تكون كروموسومية الموقع ولكن غالباً ما تكون محمولة على بلازميدات اقترانية او على العناصر القافزة والذي يزيد من فرصة انتشار المقاومة ولاسيما ضمن اجناس العائلة المعوية (16,18)

أما النتائج التي أظهرت حساسية العزلات تجاه مضادات Azteronam , Meropenem , Imipenem فقد جاءت على خلاف ما تشير إليه عدد من الدراسات وقد يعزى سبب التباين في نسب المقاومة للمضادات الحيوية بين دول العالم الى طبيعة النظام الصحي المعمول به ونوع المضادات الحيوية المتوافرة وطريقة الاستعمال وعدد سنوات استعمالها.

وقد اظهرت النتائج شيوع مقاومة متعددة تجاه المضادات الحيوية تتراوح من (4-10) مضادات حيوية لجميع العزلات البكتيرية وهذا مشابه لما ذكره (5) Ekrami & Kalantar من شيوع مقاومة متعددة للمضادات الحيوية في العزلات البكتيرية المعزولة من الجروح ، مما يزيد من تعقيدات الإصابة واحداث مشاكل عند المعالجة.

نستنتج من ما سبق أن أكثر البكتريا المعزولة من الجروح الملوثة كنت تعود للبكتريا السالبة لصبغة كرام وخاصة بكتريا *Ps. aeruginosa* والتي أظهرت فعالية واضحة في قابليتها على مقاومة تأثير معظم المضادات الحيوية المستخدمة. لذلك توصي الدراسة بضرورة الزرع المختبري للجروح الملوثة والتأكيد على البكتريا السالبة لصبغة كرام ، ومن المؤمل إجراء دراسة مسحية شاملة للوقوف على أسباب زيادة نسبة انتشار البكتريا السالبة لصبغة كرام الملوثة للجروح ودراسة السبل للحد منها.

المصادر

- 1- Alekshun, M.N. and Levy, S.B. Mini review, regulation of chromosomally mediated multiple antibiotic resistances: The mar regulon. *antimicrob. agents. chemother.* 41:2067-2075. (1997).
- 2- Brooks, G.F.; Butel, J.S. and Mores, S.A. Jawetz Melnick and Adelberg's, *Medical Microbiology*. 22 editions, Lange Medical Books/McGraw Hill. U.S.A. (2001).
- 3- Chirstie, A.B. Hospital infection. A word wide problem. *Post graduate doctor.* 4 (1):10-12. (1987).
- 4- Chuanchuen, R.; Beinlinch, K.; Hoang, T.T.; Beecher, A. and hweizer, R.K. Cross-resistance between Triclosan and antibiotics in *pseudomonas aeruginosa* is mediated by multidrug efflux pumps: Exposure of susceptible mutant strain to Triclosan selects *nfx* mutants over expressing *mex* Cd - Opr J. *ntimicrob. Agents. Chemother.*, 45(2):428-432. (2001).
- 5- Ekrami, A. and Kalantar, E. Bacterial infections in burn patients at a burn hospital in Iran. *Indian J. Med. Res.* 126: 541-544. (2007).
- 6- Fox, L. *Human physiology* (7th) ed. McGraw-Hill companies. (2002).
- 7- Gibbons, N.E. and Buchanan, R.C. *Beregys manual of determinative bacteriology*. (8th) ed. The William and Wilkins. Co. Baltimore. USA. (1974).
- 8- Kaushik, R.; Kumar, S. and Lal, P. Bacteriology of burns wounds- The first three years a new burn unit at the medical collage Chandigarh. *J. burns.*, 27(6):595-597. (2003).
- 9- Kehinde, A.O.; Ademola, S.A; Okesola, A.O.; Oluwatosin, O.M. and Bakare, R.A. Pattern of bacterial pathogens in burn wound infection in Ibadan, Nigeria. *Annals of burn and fire disasters*, 17(1):12-16. (2004).
- 10- Knhol, Y.A. Polysaccharide antigens of *pseudomonas aeruginosa* critical reviews in microbiology, 17(4):273-304. (1990).
- 11- Koneman, E.W.; Schreckenberger, P.C.; Allen, S.D.; Winn, W.C. and Janda, W.M. *Color atlas and textbook of diagnostic microbiology*. (4th) ed. J.B. Lippincott Company. Philadelphia. (1992).
- 12- Oni, A.A.; Bakare, R.A.; Okesola, A.O. and Ogunlow, H.A. Pattern of bacterial pathogen in surgical wound infection. *Afr. J. Med. Med. Sci.* 26:139-140. (1997).
- 13- Prescott, L.M.; Harley, T.P. and Klein, D.A. *Microbiology* (1st) ed. W.M.C. Brown Publisher, New York. (1990).
- 14- Sandusky, W.R. Spread of infection in hospitals. *Surgery*, 67:372-373. Cited by Al-Musawy. (2000)

- 15- Senior, B.W. Media and tests of simplify the recognition and identification of members of the proteae .J.Med.Microbiol. 46:39-44. (1997).
- 16- Thomson, C. and Amye, S. Molecular epidemiology of plasmid-encoded TEM-1 beta-lactamase. Epidemiol Infection, 110:117-125. (1993).
- 17- Villers, D.; Espaze, E.; Coste-Burel, M.; Giauffret, F.; Ninin, E.; Nicolas, F.; and Richet, H. Nosocomial *Acinetobacter baumannii* Infections: Microbiological and Clinical Epidemiology. Ann. Int. Med.129 (3):182-189. (1998).
- 18- Woodford, N. and Johnson, A.P. Molecular bacteriology: Protocol and clinical applications(Ed). Central public Health Laboratory, London, U.K., pp. 64-642. (1998).

تأثير الليزر على الخواص البصرية للزجاج

بتول درعم بلاوة ومنى مهدي صالح
جامعة بغداد – كلية العلوم للبنات – قسم الفيزياء

تاريخ تقديم البحث 2008/8/24 - تاريخ قبول البحث 2009/3/16

ABSTRACT

Effect of irradiation of CO₂ laser at the wave length (10.6μm), (3J) energy and power density ($7.5 \times 10^{10} \text{ w/m}^2$) on the optical properties and optical constants (α, n, k) had been studied for three kinds of glasses, K6, BK7 and ordinary soda-lime glass by studying the transmittance and absorbance before and after the irradiation.

Decreasing transmittance was appeared after irradiation because of surface freezing and peeling structure formation, which its surface has ability of reflectance and dispersion after irradiation with CO₂ laser.

We note that the optical constants (n, α, k) has been changed for the all kinds of the glass after irradiation.

الخلاصة

تم دراسة تأثير التشعيع بليزر CO₂ عند الطول الموجي (10.6μm) وبطاقة 3J وقدره $7.5 \times 10^{10} \text{ w/m}^2$ على الخواص البصرية والثوابت البصرية التي تشمل معامل الامتصاص (α)، معامل الانكسار (n) ومعامل الخمود (k) لثلاثة انواع من الزجاج K6, BK7 و الزجاج العادي (Soda-lime) من خلال دراسة النفاذية والامتصاصية لهذه الانواع قبل وبعد التشعيع حيث ظهر انخفاض في النفاذية بعد التشعيع بسبب انجماد السطح ووجود تراكيب قشرية Peeling structure التي يملك سطحها قابلية انعكاسية وتشئت بعد تشعيعها بالليزر. كما لاحظنا تغير الثوابت البصرية (n, α, k) للأنواع الثلاثة للزجاج.

المقدمة

منذ اكتشاف ظاهرة توليد الضوء المنبعث بواسطة التحفيز (الليزر) سنة 1960 دخل الليزر في عدة تطبيقات صناعية وتمت دراسة تأثيره على المواد وتطبيقاتها في مختلف مجالات الحياة. فقد درس الباحث J.Battch [1] توليد العدد الكبير من الشقوق المايكروية على سطح الزجاج نتيجة التباين الحراري الكبير بين المنطقة المشعة والمنطقة المجاورة والتي تؤثر على نفاذية وامتصاص الزجاج. كما درس الباحث D. Dimitrov وجماعته [2] التغيرات الظاهرة في التركيب المجهرى للزجاج وتأثير الانصهار السطحي عند تعرضه لاشعة ليزر CO₂ وتكوين تراكيب قشرية (Peeling structure) التي يمتلك سطحها قابلية انعكاسية وتشئت مما يؤدي الى انخفاض النفاذية. اما الباحث Pilletteri وجماعته [3] فقد درسوا تأثير اشعة الليزر في مسامية المادة بفعل حرارة الليزر وهذا التغير سوف يؤدي الى وجود فقاعات في المنطقة المعرضة للاشعة تؤثر على نفاذيتها.

كما درست الباحثة M.M.Saleh [4] التأثيرات المتولدة من خلال تعريض عينات من الزجاج لاشعة الليزر ودراسة طوبوغرافية سطوح العينات المشعة بالليزر وكيفية تغير التركيب المجهرى لها باختلاف نوع الليزر وتركيب المادة. وبينت الدراسة التي قام بها H.J.Batteh [5] للاجهادات الحرارية اعتماد الاجهادات السطحية على معامل الامتصاص للزجاج وعلى الطول الموجي والفترة الزمنية لنبضة الشعاع الليزري. والزجاج من المواد التي تمتلك خصائص كيميائية وفيزيائية تتأثر بالليزر وهناك تطبيقات صناعية كثيرة لتفاعل ليزر CO₂ مع الزجاج [6].

لذلك فان دراسة الخواص البصرية للزجاج له اهمية من الناحية النظرية والتطبيقية. فالكثير من التطبيقات العملية في صناعة الزجاج تستند الى المفاهيم النظرية لانتاج ارقى

واحسن انواع المنتجات الزجاجية ذات الخواص الجيدة من الناحية الضوئية وخصوصاً في صناعة زجاج البصريات لعمل العدسات والمواشير والمرشحات البصرية، كما يستخدم باضافة بعض المواد اليه كزجاج شمسي (Solar glass) بحيث تكون نفاذيته لاشعة IR تصل الى 93% ويستعمل في المجمعات الشمسية لتسخين الماء.

كذلك فان دخول الزجاج في صناعة الاجهزة البصرية الحديثة كالليزر مثلاً فضلاً عن استخداماته في صناعة الالياف البصرية يتطلب المزيد من الدراسات والاختبارات للخواص البصرية التي تشمل الانعكاسية والامتصاصية والنفاذية وغيرها وهذا هو الهدف من بحثنا.

النظرية Theory

• الانعكاسية Reflectance

الانعكاس في الضوء هو ارتداد موجات الضوء الساقط على سطح يفصل بين وسطين يختلفان في الكثافة الضوئية وتسمى النسبة بين شدة الضوء المنعكس والضوء الساقط بالانعكاسية وان قابلية الضوء على الانعكاس عند سقوطه عمودياً على سطح الزجاج تعطى بالعلاقة [7].

$$R = \left(\frac{n-1}{n+1} \right)^2 \quad \dots(1)$$

حيث ان R تمثل انعكاسية سطح المادة و n معامل انكسار المادة. ان دراسة خاصية الانعكاسية والنفاذية مهمة لدراسة التركيب الداخلي للزجاج وذلك لان قياس الانعكاسية كدالة للطول الموجي للضوء الساقط يلعب دوراً مهماً في اعطاء معلومات عن الاواصر بين الجزيئات ونوع هذه الاواصر.

يختلف الزجاج البصري عن انواع الزجاج العادي في طريقة انعطاف وقوة انكسار الضوء لذلك فان العملية التصنيعية للزجاج البصري تعطي معامل الانكسار للزجاج المنتج لاطوال موجية مختلفة وخصوصاً في الاطوال الموجية 6563 Å، 4861 Å، 5893 Å [9،8].

• الامتصاصية Absorbance

عند مرور الضوء خلال لوح زجاجي فان شدته تقل تدريجياً وان هذا الخفوت يكون على شكل دالة اسية حسب معادلة بير-لمبرت [11، 10]:

$$I = I_0 e^{-\alpha d} \quad \dots(2)$$

حيث I و I₀ تمثلان شدة الضوء النافذ والساقط على التوالي، d سمك المادة، و α معامل امتصاص المادة. تعزى ظاهرة الامتصاص الى الانتقالات الالكترونية التي تحدث بين مستويات الطاقة، وبما ان الزجاج من المواد العازلة كهربائياً فان هذه الفجوة واسعة بحيث لا تستطيع الطاقة الضوئية التي يحملها الضوء المرئي من استثارة الالكترونات ونقلها من حزمة التكافؤ الى حزمة التوصيل والداخلية في تركيب الزجاج. ويحدث الامتصاص بشكل واضح وقوي في المنطقة البنفسجية (uv) بسبب انتقال الشحنات حيث تكون طاقة الاشعاع اكبر من 3.5eV مما يمكنها اثارة ونقل الالكترونات بين المستويات التي تحيط الذرة. اما الامتصاص في المنطقة المرئية (visible) فهو قليل في الزجاج النقي وحدوثه يُعزى الى وجود عناصر الاثرية النادرة او ايونات العناصر الانتقالية.

وفي المنطقة تحت الحمراء (IR) فيحدث الامتصاص بسبب الاهتزازات في المجاميع الذرية [12].

ويعد الزجاج العادي العديم اللون من المواد الاقل امتصاصاً للضوء المرئي حيث تصل سعة النفاذية بحدود 90% [13].

• النفاذية Transmittance

ان اهم ما يتصف به الزجاج هو الشفافية وقابليته على امرار الضوء ، وتمثل النفاذية النسبة بين شدة الشعاع الضوئي النافذ الى شدة الشعاع الساقط. ان الفقدان الحاصل في شدة الضوء الساقط هو نتيجة الانعكاسية والامتصاصية للوح الزجاجي [9].
النفاذية لعينة زجاجية سمكها d ومعامل امتصاصها α يعبر عنها بالعلاقة التالية [13]:

$$T = \frac{I}{I_0} = (1 - R_o^2) e^{-\alpha d} \quad \dots(3)$$

نلاحظ من المعادلة (3) ان نفاذية الضوء تعتمد على سمك الزجاج حيث تقل لو غارتميا مع زيادة سمك الزجاج وفقاً للمعادلة الاتية.

$$\log \frac{T_2}{K} = \frac{d_2}{d_1} \log \frac{T_1}{K} \quad \dots(4)$$

حيث ان K مقدار ثابت

تمتلك بعض انواع الزجاج نفاذية جيدة بين (450-1000)nm الا ان هذه النفاذية تكون ذات قيمة منخفضة جداً للأشعة فوق البنفسجية الا في بعض انواع الزجاج الذي له القابلية على تمرير الأشعة فوق البنفسجية مثل (Fused-Silica) ويعزى سبب ذلك الى نقاوته وحالتها التأكسدية (State of oxidation) والى طريقة صنعها [14]. ان امتصاص طاقة الليزر الساقطة من قبل سطح المادة يؤدي الى ارتفاع درجة حرارة السطح سريعاً الى درجة التبخر مما يؤدي الى توليد اجهادات موضعية (Substantial stresses) في المادة اذ ان تسخن سطح المادة سوف يولد تمداً متبايناً للطبقة السطحية وبالتالي تتكون اجهادات حرارية كبيرة [15، 16]

• الثوابت البصرية Optical Constant

1. معامل الامتصاص (Absorption Coefficient) (α)

ويعرف بأنه النسبة بين النقصان في فيض طاقة الاشعاع الساقط بالنسبة لوحدة المسافة باتجاه انتشار الموجة داخل الوسط ويعتمد معامل الامتصاص على طاقة الفوتون الساقط (hv) وعلى خواص شبه الموصل وطول مسار الوسط الممتص.
ولحساب α تستخدم بيانات النفاذية والامتصاصية (A) لكل طول موجي ويحسب وفق المعادلة [17]

$$\alpha = 2.303 \frac{A}{t} \quad \dots(5)$$

حيث ان t يمثل السمك

2. معامل الخمود (Extinction Coefficient) (K)

يعرف بأنه كمية ما تمتصه الكثرونات المادة من طاقات فوتونات الاشعاع الساقط عليها ويرتبط معامل الخمود بمعامل الامتصاص بالعلاقة التالية [18]
حيث ان λ يمثل الطول الموجي للأشعة

$$K = \frac{\alpha \lambda}{4\pi} \quad \dots(6)$$

الساقطة (nm).

• تفاعل اشعة الليزر مع المواد

من الخواص التي يمتاز بها شعاع الليزر هو امكانية تركيز حزمته على مساحة ضيقة جداً تقترب من الطول الموجي لشعاعه وهذا يتم عن طريق استخدام عدسة او مرآيا مناسبة وبالتالي يتم الحصول على كثافة قدرة عالية تؤثر في المادة الممتصة. فعندما تكون طاقة الليزر اقل من قيمة عتبة محدد (Threshold value) يمر الشعاع خلال المادة الشفافة دون اي تأثير مثل ازالة المادة السطحية، تكوين الفجوات الداخلية، الانصهار، التبخر او تكوين البلازما [12، 13، 14].

المواد و طرائق العمل

تم استخدام منظومة ليزر CO_2 وتعير المنظومة لمعرفة طاقة شعاع الليزر الخارجة مقاسة بال جول، حيث ان المنظومة مجهزة بمقياس يعطي جهد شحن المنظومة بالكيلو فولت والتي تكون طاقة اشعة الليزر الخارجة دالة له وتزداد بزيادة جهد الشحن وتقل بنقصانه. تُثبت عينات الزجاج امام العدسة اللامة للمنظومة وتم معاملتها بعمل ضربات متعددة وبطاقة ثابتة لاشعة الليزر ولمسافة ثابتة عن العدسة والشكل (1) يوضح مخطط المنظومة المستخدمة.

استخدم المجهر الضوئي لدراسة التركيب المجهرى للعينات ومن ثم استخدام المجهر الالكتروني الماسح Scanning Electromicroscope (SEM) للحصول على قوة تكبير عالية مما اتاح دراسة التركيب المجهرى الدقيق للعينات قبل وبعد عملية التعرض لاشعة الليزر وتم ذلك بأخذ جزء من العينة بمساحة $(1cm^2)$ ولصقها على حامل من النحاس باستعمال معجون الفضة (Silver pest) وطلانها بطبقة رقيقة من الذهب (500\AA) باستعمال جهاز الطلاء الرقيق بطريقة الترذيز الايوني نوع (JEOLJEC-1100-Ion Sputter fin coat). اما الامتصاصية والنفاذية فيتم قياسها بواسطة جهاز المطياف (CARY 100 Conc UV-Visible Spectrophotometer) وللطول الموجي $(200-110nm)$ من شركة (Varian) اليابانية وحسبت المعاملات البصرية باستخدام الحاسبة وبرنامج Excel بادخال المعادلة الخاصة بكل معامل.

النتائج والمناقشة

الشكل (2) يوضح النفاذية لزجاج K6 كدالة للطول الموجي حيث نلاحظ انخفاض النفاذية بعد التشعيع وخاصة عند الطول الموجي $(320nm)$ حيث يكون الفرق واضح وكبير. ان سبب هذا الانخفاض يعود الى تجمد سطح الزجاج (Frosting Surface) وتكوين تراكيب قشرية (Peeling Structure) التي يمتلك سطحها قابلية انعكاسية وتشئت بعد تشعيها بالليزر [2] كما ان اشعة الليزر تؤثر على مسامية المادة بفعل حرارة الليزر [3] وهذا التغير سوف يؤدي الى وجود فقاعات في المنطقة المعرضة للاشعة تؤثر على نفاذيتها، كما يحدث تكسرات وتشققات مايكروية نتيجة الاجهاد الحراري المتكون وقد يسبب ذلك كسراً موضعياً وشقوق مايكروية داخل العينة الزجاجية كما في الشكل (3) مما يؤثر على نفاذية الزجاج اما الامتصاصية لهذا الزجاج فنلاحظ من الشكل (4) زيادتها بعد التشعيع لان العلاقة بين النفاذية والامتصاصية علاقة عكسية.

كذلك تنخفض النفاذية لزجاج BK7 والزجاج العادي كما موضح بالشكل (5، 6، 7) لنفس الاسباب السابقة والشكل (8) يوضح الصورة المجهرية لسطح هذين النوعين من الزجاج بعد تشعيها بالليزر.

ان الزجاج يمتاز بمعامل مرونة ومعامل توصيل حراري صغيرين لذلك فعند سقوط اشعة الليزر على سطح هذه المواد سوف يظهر تباين حراري كبير بين المنطقة المشعة والمنطقة المجاورة مما يؤدي الى تولد عدد كبير من الشقوق المايكروية وعند وصول درجة حرارة السطح الى درجة الانصهار فان التبريد السريع لهذه الطبقة المنصهرة يؤدي الى تولد اجهادات اضافية تعزز من ظهور الشقوق وبالتالي يزداد التشئت ويؤدي الى خفض النفاذية. [1]

نلاحظ من الشكل (9) انخفاض معامل الامتصاص بعد التشعيع لكل من زجاج Bk7 والزجاج العادي وزيادته لزجاج K6.

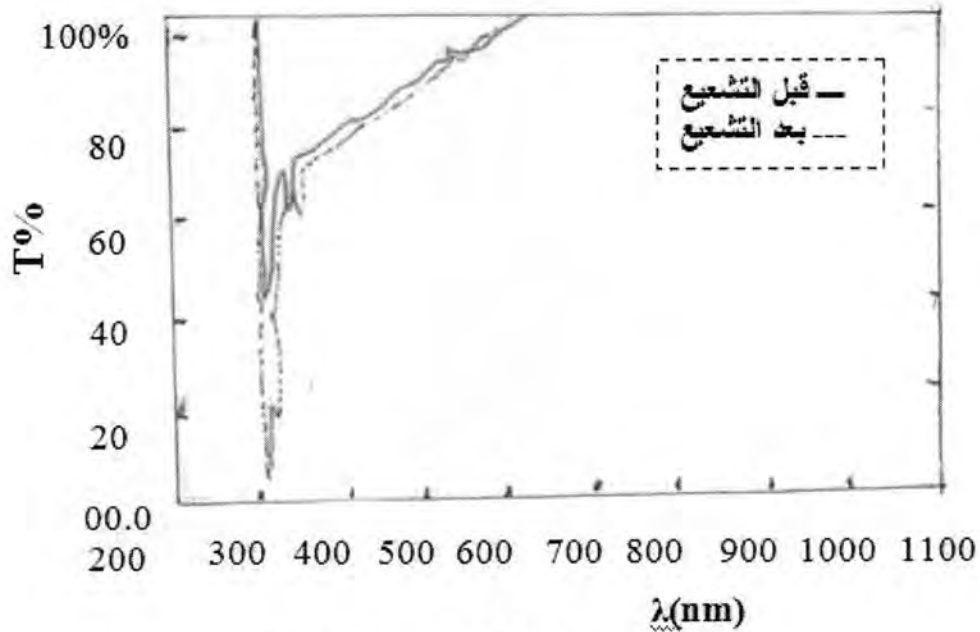
ومعامل الخمود يأخذ نفس الشكل معامل الامتصاص للأنواع الثلاثة من الزجاج كما موضح بالشكل (10) وذلك لارتباطهما بالعلاقة (5). اما معامل الانكسار فالشكل (11) يوضح

علاقته بالطول الموجي للأنواع الثلاثة من الزجاج حيث نلاحظ نقصان n بزيادة λ لزجاج K6 والزجاج العادي وزيادته لزجاج BK7 بعد التشعيع.

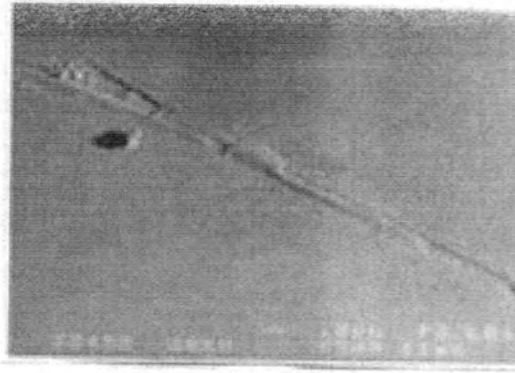
ان سبب هذا الاختلاف في الثوابت البصرية يعزى الى اختلاف المواد الداخلة في تركيب هذه الأنواع الثلاثة في الزجاج، كما ان التأثير الحراري الذي أحدثه الاشعاع الليزري على الزجاج البصري قيد البحث يختلف من زجاج الى آخر ويعتمد على تركيب المادة نفسها اضافة الى الشوائب والعيوب الموجودة فيها والتي قد تساعد على زيادة التأثير او اعاقته بفعل الحرارة فضلاً على اعتمادها على معلمات حزمة الليزر الساقط مثل الطول الموجي لليزر والقدرة المستخدمة وزمن التعرض.

نستنتج من ذلك

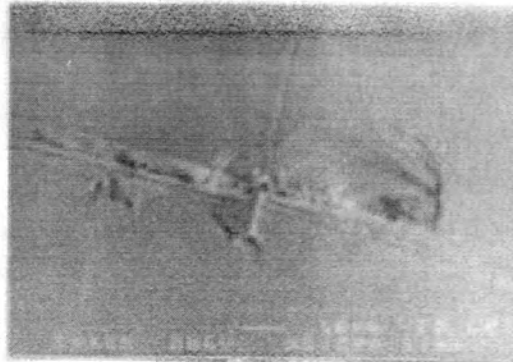
- انخفاض النفاذية لأنواع الزجاج الثلاثة عند التشعيع بليزر CO_2 بسبب تأثير حرارة الليزر على سطح الزجاج.
- تتغير الثوابت البصرية (n, α, k) بنسب متفاوتة في الزيادة والنقصان بعد تشعيها بليزر CO_2 باختلاف المواد الداخلة في تركيب كل منها.



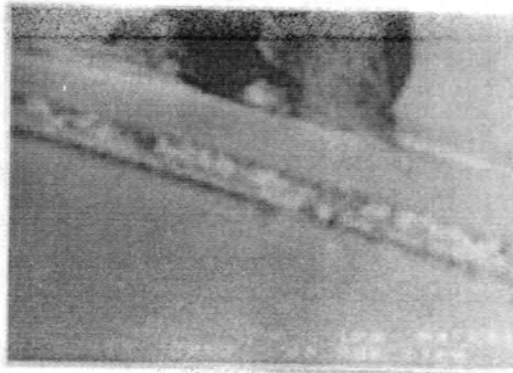
شكل -2: النفاذية كدالة للطول الموجي لزجاج K6



(a) X500,
(K6) CO_2 -Laser

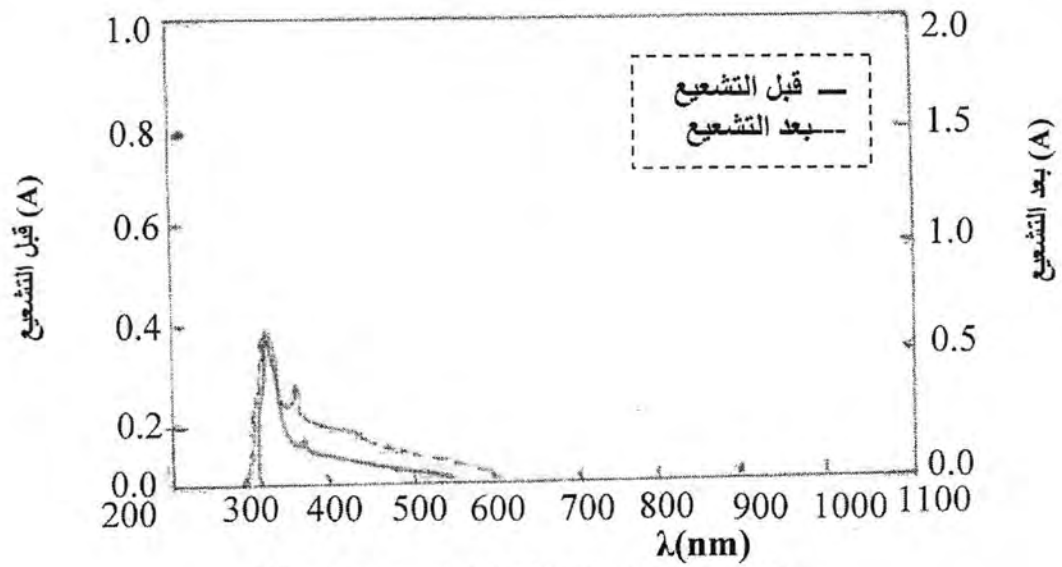


(b) X1000,
(K6) CO_2 -Laser

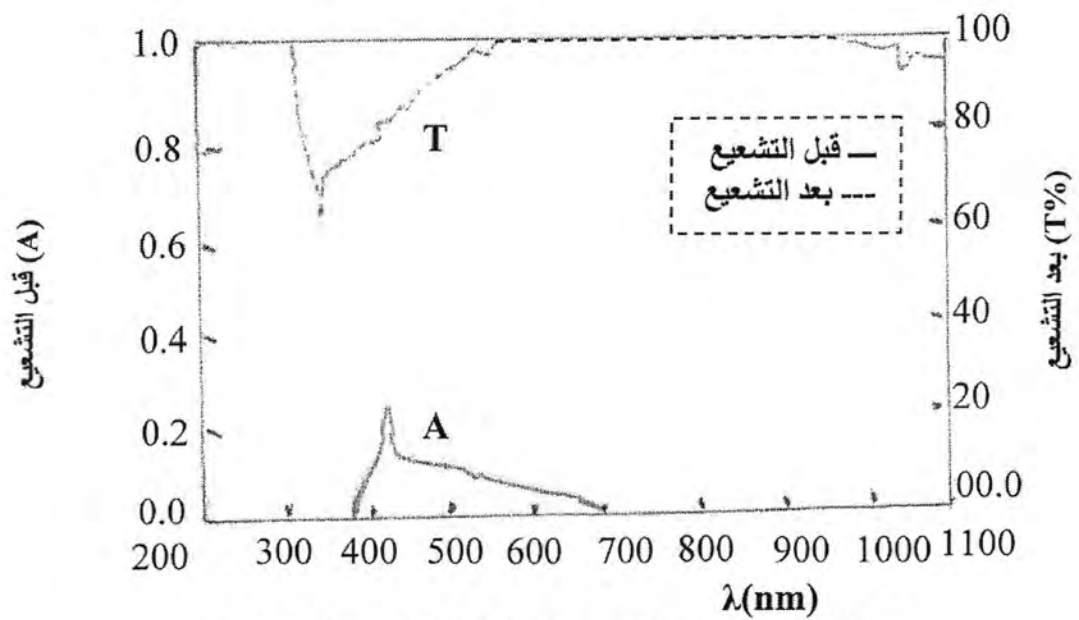


(c) X4000,
(K6) CO_2 -Laser

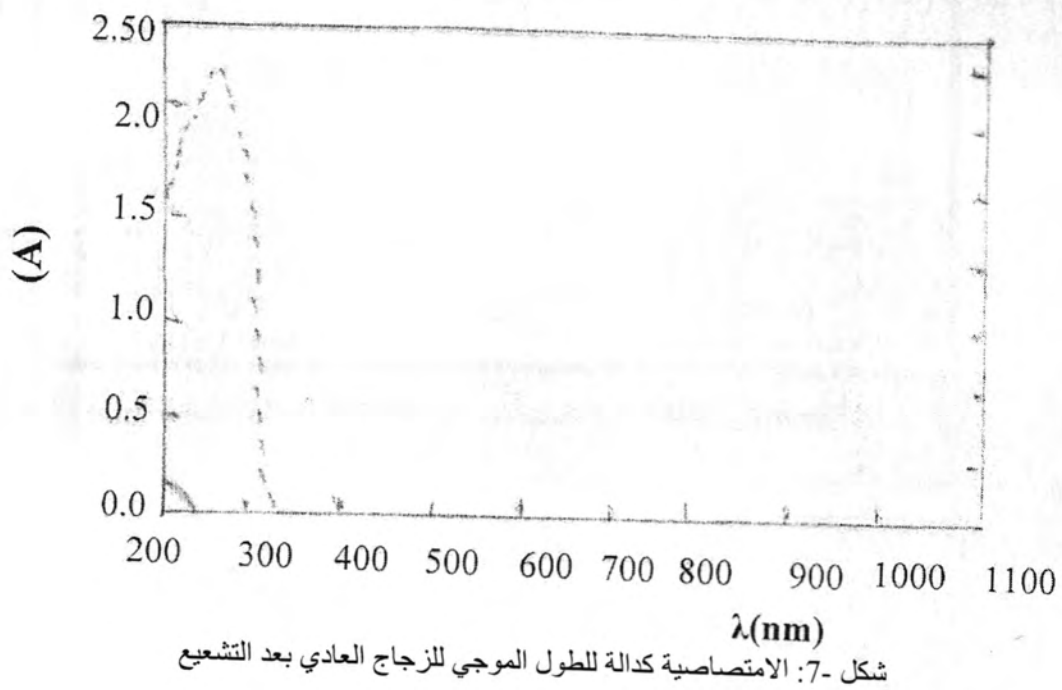
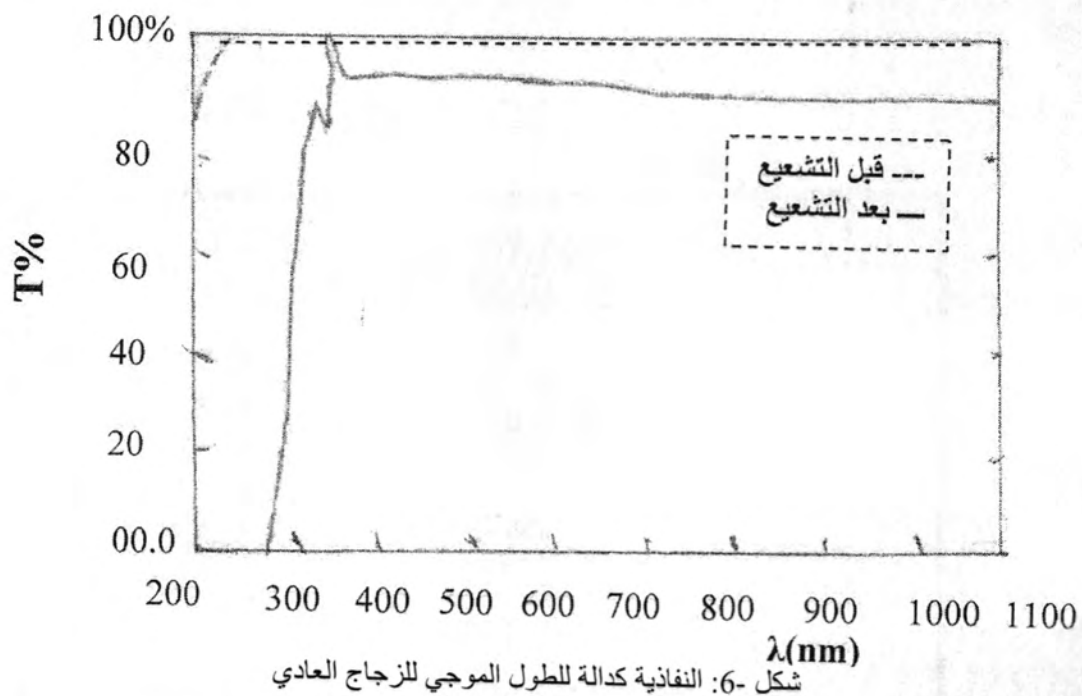
شكل 3- الشقوق المايكروية المتكونة في الزجاج (K6)

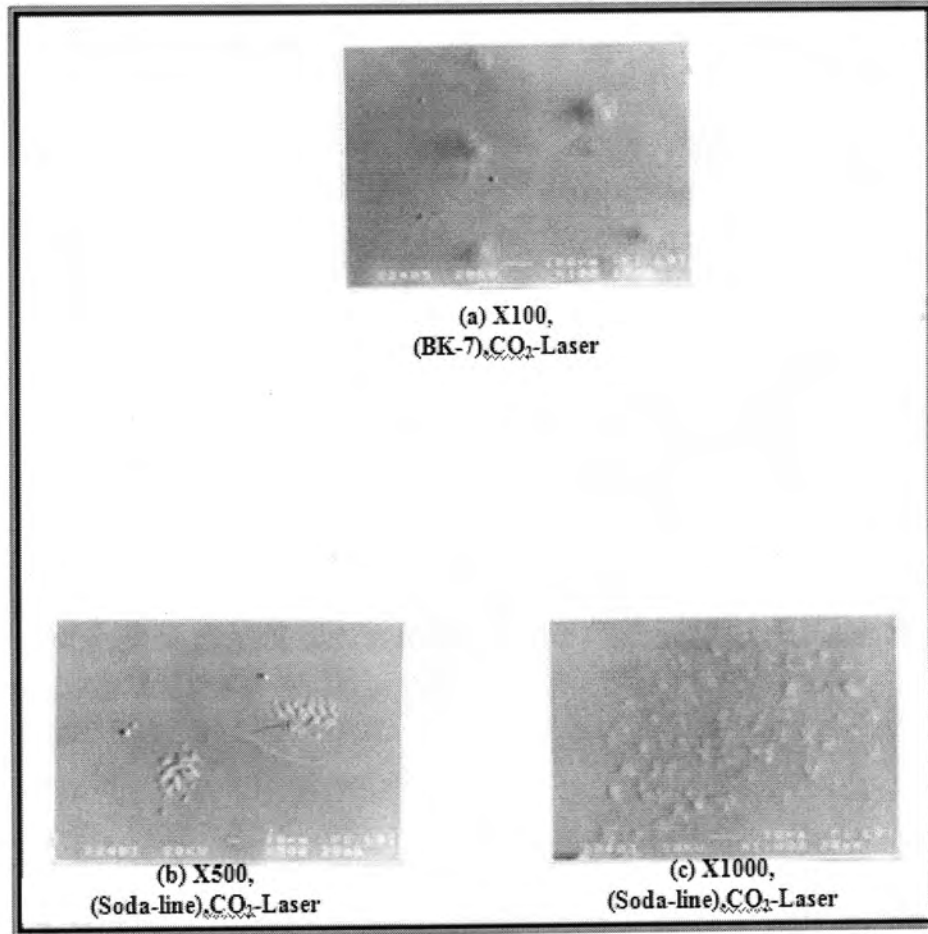


شكل 4: الامتصاصية كدالة للطول الموجي لزجاج K6

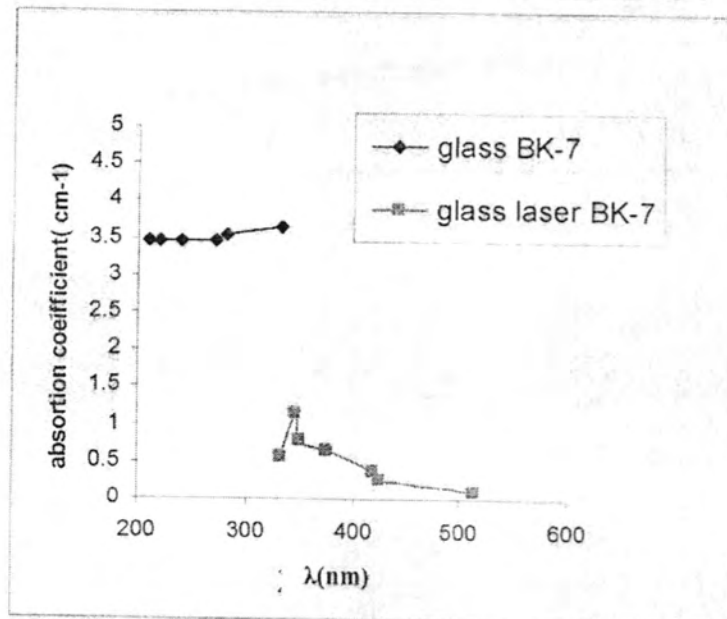
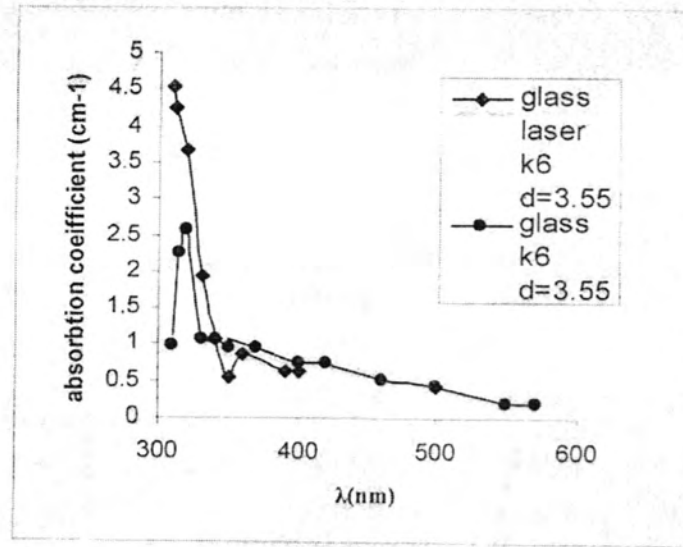
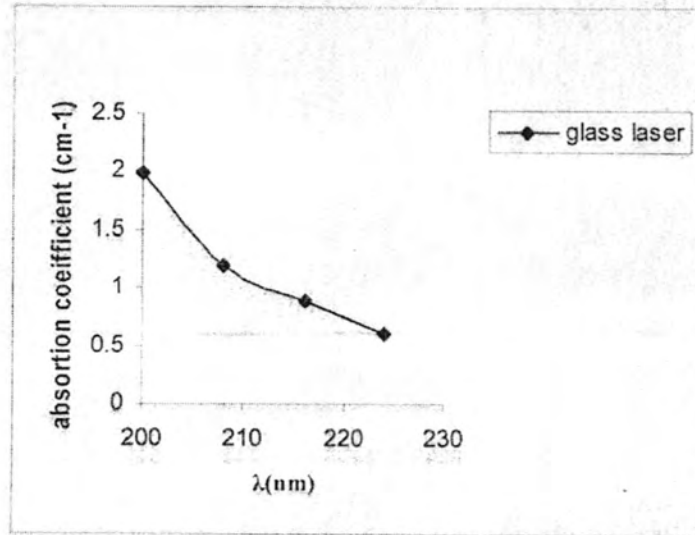


شكل 5: النفاذية والامتصاصية كدالة للطول الموجي لزجاج BK7

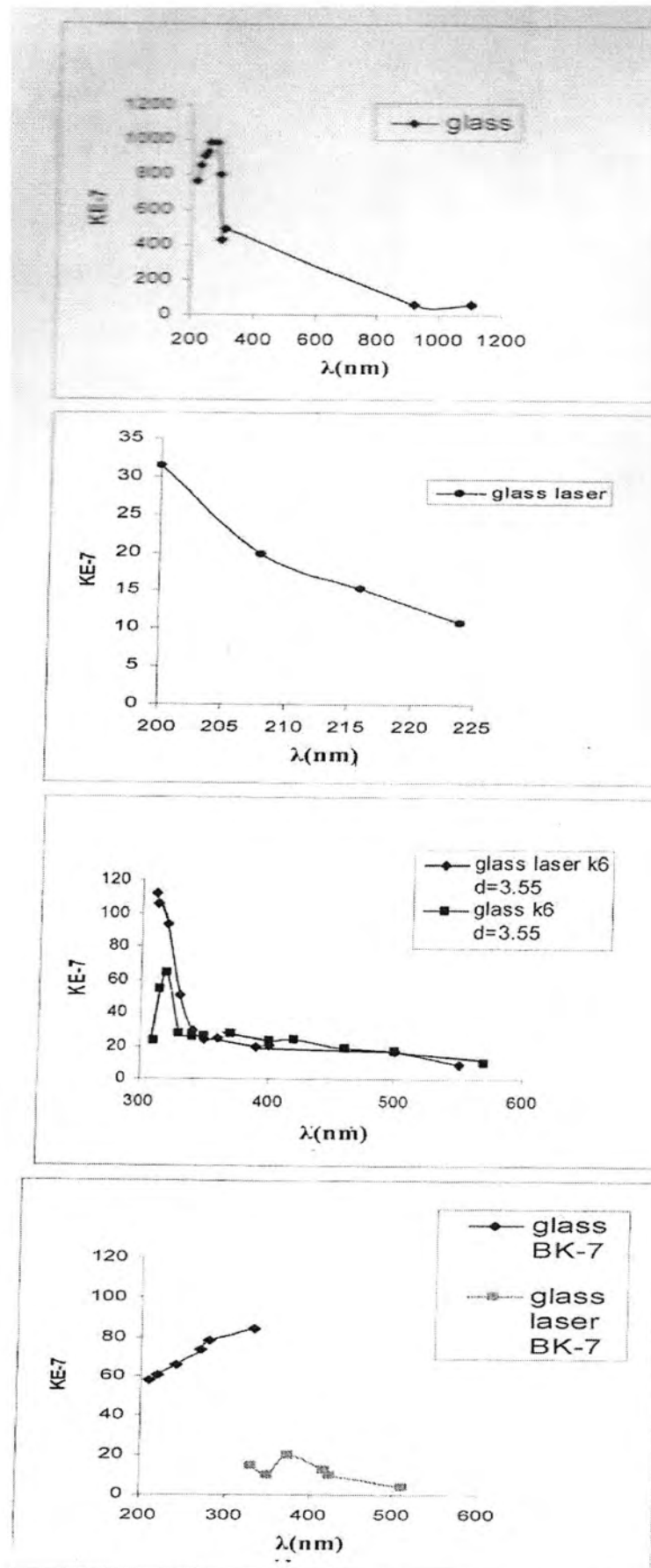




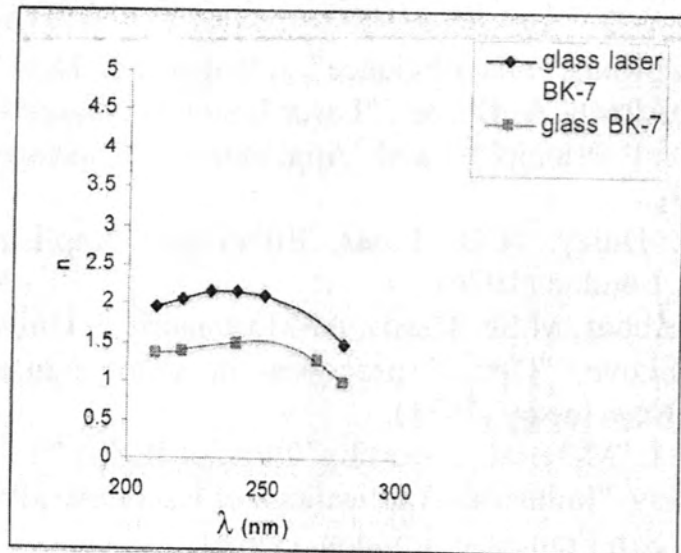
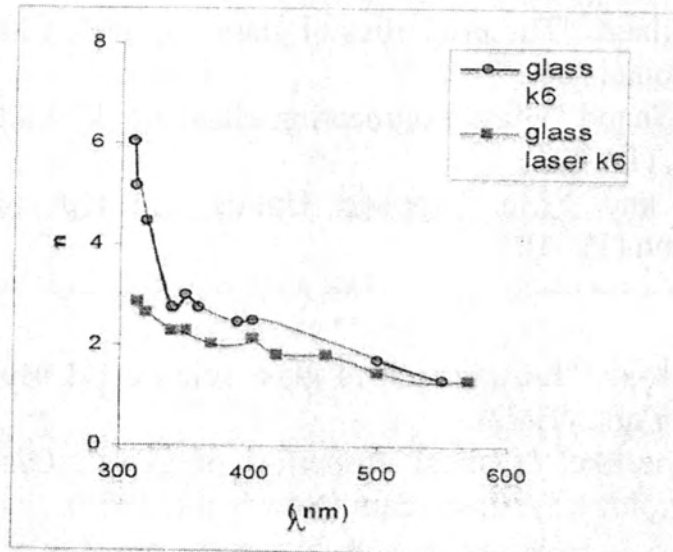
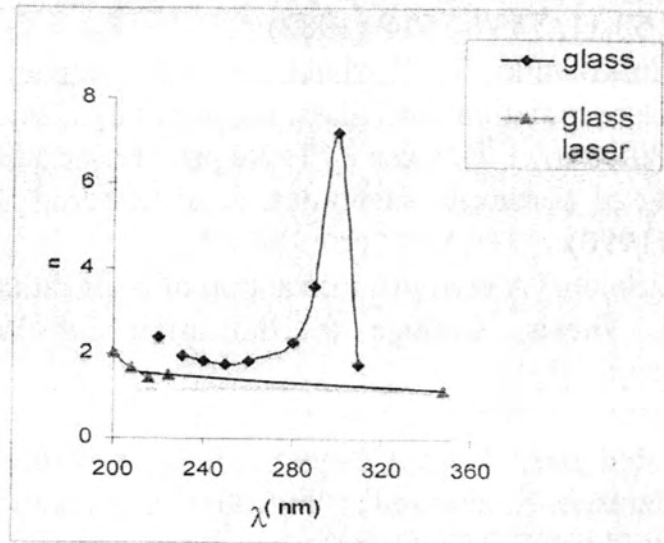
شكل 8- التراكيب الشجرية في المنطقة المتأثرة حرارياً في زجاج (BK-7) و (Soda-line)



شكل 9: معامل الامتصاص كدالة للطول الموجي لأنواع الزجاج الثلاثة



شكل-10: معامل الخمود كدالة للطول الموجي لأنواع الزجاج الثلاثة



شكل -11: معامل الانكسار كدالة للطول الموجي لأنواع الزجاج الثلاثة

المصادر

1. H.J. Batteh, "Damage threshold in laser-irradiated glass., J. Appl. Phys. 53,11, 7537-7544, (1982).
2. D. Dimitrovand, V. Kozhukharov, D. Toncher", Interaction of CO₂ laser radiation with glass, Infrared Phys. 24,2,415(1989).
3. V.J. Pilletteri, E.D. Case & T. Negas, "Laser surface melting and cutting of cordierite substrates, J. of Material Sci. lett., 9, 133-136, (1990).
4. M.M. Saleh, "A study of interaction of laser radiation with glass". M.Sc. Thesis, College of Education for Women-Univ. of Baghdad (2001).
5. H.J.Batteh,"Effect of surface relaxation on stress failure in laser-irradiated glass, J. Appl. Phys.54, 7, 3769-3776, (1983).
6. M. Matušek, S. âkeramik, "Industrial application of CO₂ lasers", J.Appl.Phys.33, 177, (1983).
7. L Holland, "The properties of glass Surface", Chapman and Hall, London (1966).
8. E.B. Shand "Glass Engineering Hand Book" McGraw-Hill, New York, (1958).
9. J.W. and R,Sh "Applied Optics and Optical Engineering", London (1973).
10. الخلايا الشمسية، تاليف مارتن أ. كرين، ترجمة الدكتور يوسف مولود حسن (1989).
- 11.J.L. Road, "Introduction to glass science Ed. By Pye and other, New York. (1972).
- 12.I. Fanerlike, "Optical properties of glass", Glass Science and Technology,5, Amsterdam (New York, 1980).
13. أ. ج. بيرسون - تكنولوجيا الزجاج \ ترجمة أمل فاضل سرحد \ منشورات وزارة الثقافة والاعلام (1982).
- 14.R.H.Dormus, "Glass Science", J. Wiley Inc., New York (1973).
- 15.M.V. Almen, A. Blattes, "Laser Beam Interactions with Materials Physical Principles and Applications", Springer, Heidelberg, (1995).
- 16.W.W. Duley, "CO₂ Laser, Effect and Application Academic Press, London (1976).
- 17.M.S. Abbas, M.Sc. Thesis, Al-Mustansiriyah University, (2002).
- 18.J.I.Pankove, "Optical processes in semiconductors", Prentice-Hall, New Jersey (1971).
- 19.J. Read, "Material processing" Proc. of IEEE, 70,6, (1982) 533.
- 20.J. Ready, "Industrial Applications of lasers, Academic Press, New York, San Francisco, London, (1978).
- 21.D.E.Hastings, "Bubble Growth in laser irradiated glass", J. Appl. Phys. 54,5,2223,(1983).

فحص تباين صورة اختبارية لشدة اضاءة وترددات مكانية مختلفة

علي عبد داود الزكي
الجامعة المستنصرية - كلية العلوم - قسم الفيزياء

تاريخ تقديم البحث 2008/7/15 - تاريخ قبول البحث 2009/3/16

الخلاصة

ان اهم تفاصيل ومعلومات الصورة تكون محتواة في مناطق الحافات لكن اغلب معايير تقييم تباين الصورة لا تعتمد على تحديد جودة الحافات في الصورة وقياس حدتها وانما تعتمد التقييم التباين العام او تقييم مناطق الصورة المتجانسة . لذا توجهنا في بحثنا الى تقييم الصورة بالاعتماد على حساب التباين لمناطق الحافات في الصورة. كما تم دراسة تأثير شدة الإضاءة أثناء التصوير على نصوعية الصورة لمناطقها المختلفة . اظهرت النتائج بان التباين لمواقع الحافات ينخفض بشكل واضح مع انخفاض شدة الإضاءة ومع زيادة الترددات المكانية

ABSTRACT

The most important details of the image and information to be contained in the edges, but most of the criteria for evaluating the image contrast doesn't depend on the quality of edges in the image and measuring the sharpness .It relies assessment general variation or homogenous regions of the image evaluation.

So, guide us in our research to evaluate the image based on the calculation of the contrast in the edge image regions. Also, study the impact of intensity of the lighting during filming, the quality of the image to their different regions .Results showed that the contrast of the image edges decrease with illumination decreases and with increasing in image spatial frequency.

Key words: Contrast , Image Quality , Spatial Frequency

المقدمة

بحثت كفاءة المنظومات البصرية في تكوين الصور بشكل كبير منذ بدايات القرن الماضي، وهذه الدراسات سواء كانت نظرية او عملية هدفت الى تخمين كفاءة المنظومات البصرية في التصوير والتحسس للأجسام وتحديد قدرة التحليل لهذه المنظومات وكفاءتها. كما درست وضوحية الصور ووضعت معايير لفحص جودة الصور، وهذه الجودة تعتمد على الوضوحية المكانية Spatial Resolution والوضوحية الاشعاعية Radiometric Resolution والوضوحية الطيفية Spectral Resolution^[1,2] . ان المعالجات الرقمية تتضمن تحليل الصور وتقييم وضوحيتها لغرض استنتاج وتمييز الاهداف فيها وتحسينها . كما تتضمن المعالجات الرقمية تحسين الصور (Image enhancement) باستخدام المرشحات المختلفة والتي تعتمد على مرشحات التنعيم (smooth filters) ومرشحات الكشف الحافي (Edge detection filters) والتي من خلالها يمكن بناء خوارزميات معالجة كفوءة في ازالة الضوضاء وتحسين تباين الصور وتقليل الغواشية في الصور^[3,4] . اهم الدراسات التي تناولت الموضوع وبحثت تأثير الإضاءة والتباين على جودة الصورة هي كما يلي

- عام 1990 استخدم الباحث Johnson طريقة التباين contrast في الكشف عن الحافات الموجودة في الصور ذات الإضاءة غير المتساوية والقليلة حيث استخدم الباحث نوافذ حيزية ذات عوامل التدرج وبأبعاد (5 * 5) للكشف عن الحافات [5] .

- عام 1996 أجرى الباحث Peli دراسة حول تأثير الإضاءة والتردد المكاني على تحسس التباين ما فوق العتبة باستعمال انماط اختبارية مختلفة الإضاءة والتردد المكاني لغرض مقارنة التباين [6].
- اعتمد الباحثون Kaiyu et.al. 2001 ثلاث طرق في التكميم وهي التشوه الاصغر Minimum Distortion وتقنية تمديد (نشر) المعلومات Information Expansive وتقنية الانتروبي الاعظم Maximum entropy وتطبيقها على صور التشاكه البصري (Optical Coherence Tomography(OCT)). ان نتائج التكميم باستخدام هذه الطرق مقارنة مع الطرق المعتمدة على اللوغاريتم اظهرت النتائج زيادة في التباين ونسبة الإشارة الى الضوضاء إضافة الى تقليل خطأ التكميم [7].
- اقترح العالم Thompos 2003 خوارزمية لتحسين صور المناظر الليلية، حيث تمكن من جعل الصور المأخوذة في ضوء النهار وكأنها مأخوذة ليلاً حيث تعمل الخوارزمية على تقليل التباين وتقليل اضاءة الصورة، وشملت دراستهم المناظر الحقيقية المشاهدة ليلاً والضوضاء المرافقة لها ومقدار التشوه فيها [8].

الإضاءة Lightness

ان تصميم آلات التصوير الرقمي يعتمد على المبادئ الصحيحة لقياس الشدة اللونية وتشكل التباين الوقائية المختلفة أمراً ضروريا لضمان أفضل دقة لونية لالتقاط الصورة. ومن هذه التباين الوقائية توفير إضاءة ثابتة وكافية لعملية التصوير. لهذا يتم صنع صندوق الإضاءة Lighting enclosure يوضع في داخله مصدر ضوئي، تطلّى جدران صندوق الإضاءة باللون الرمادي بنسبة انعكاس مقدارها 50% تقريبا لغرض نشر الضوء والتحكم بالتأثير اللوني للانعكاسات المضاعفة. ان تنظيم شدة الإضاءة لجسم متحرك يراد تصويره يعد عملاً صعباً، حيث ان الجهاز البصري البشري يقوم بالتعويض عن الحركة بشكل يتناسب مع الإضاءة لكن الكاميرا لا تستطيع التعويض ولذلك يظهر تغير واضح في قيم عناصر الصورة. ولتحقيق تنظيم إضاءة مقبول يجب ان يكون مصدر الضوء كبير مقارنة بالجسم الخاضع للدراسة على سبيل المثال يستخدم صف من مجموعة من مصابيح الفلورسنت بقطر 1.2 mm لكل مصباح لإضاءة ورقة بحجم A4 [9,10].

التباين Contrast

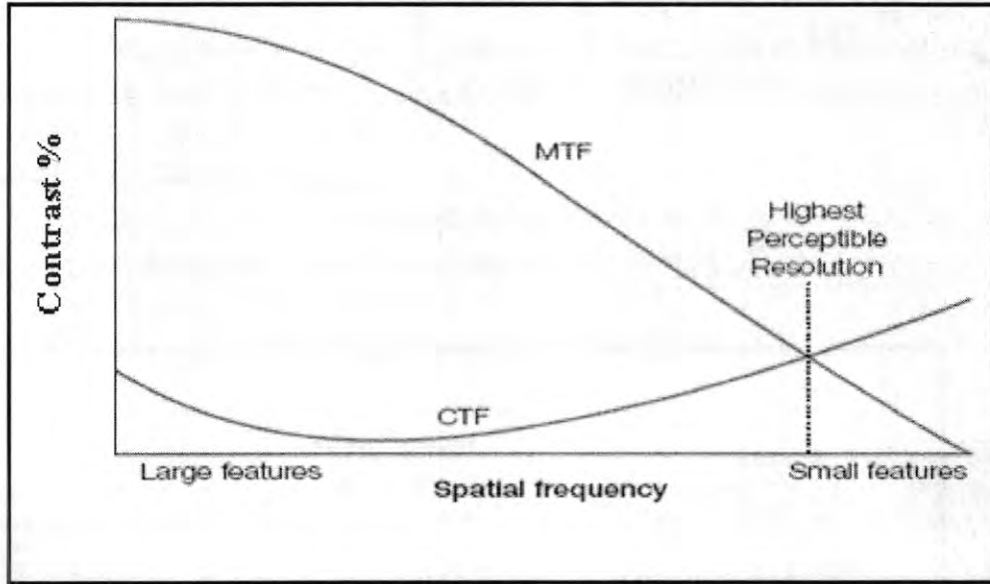
لمعالجة الصور الرقمية وتحسين وضوحية الصور يتم التحكم بالتباين والاضائية Contrast and illumination للحصول على صور جيدة الحدة والتباين [1,15].

يعرف التباين عادة بأنه النسبة بين البقعة الأكثر نصوعاً Brightest (I_{max}) والبقعة الأكثر دكنه darkest (I_{min}) في الصورة كما موضح في المعادلة التالية [6,12]:

$$C = \frac{I_{max} - I_{min}}{I_{max} + I_{min}} \quad (1)$$

ان تغير نسبة التباين مع التردد المكاني تتوضح من خلال دالة نقل التضمين Modulation Transfer Function (MTF). ان بعض حالات الزيغ الصغيرة في ادوات التصوير والعناصر البصرية تؤدي الى تقليل (MTF) مع زيادة التردد المكاني. ان دالة نقل التضمين MTF لها محددات عديدة في منظومات التصوير اضافة الى المحددات الرؤية بالعين البشرية حيث تتباين قدرتنا على معرفة وتحسس الأجسام المختلفة الأشكال والأحجام وتحت شروط الإضاءة المختلفة. ان دالة عتبة التباين Contrast Threshold

(CTF) Function هي مقياس لأدنى حد من التباين المطلوب للصور لكي تصبح قابلة للتمييز ، تجتمع كل من دالة نقل التضمين لمنظومة التصوير ودالة عتبة التباين للرؤية البشرية لتحديد أعلى وضوحية قابلة للتحسس كما موضح في الشكل (1) . ان نقطة تقاطع MTF مع CTF تحدد أعلى وضوحية ممكن تحسسها من قبل المنظومة البصرية [13,14].



شكل -1: العلاقة بين التردد المكاني ودالة نقل التضمين (MTF) [15]

ان اصغر فرق في الشدة الضوئية ممكنة تحسسه بين جسمين متجاورين في الصورة يدعى وضوحية التباين contrast resolution لذا يمكن قياس هذا التباين باخذ الفرق في الشدة لعناصر الصورة المتجاورة وهذا يعتبر مقياسا مهما لقياس جودة الصورة كليا [1,2].

الوضوحية Resolution

الوضوحية هي مقياس لقدرة النظام البصري على التمييز بين اشارتين متقاربتين مكانياً أو طيفياً أو متقاربتين زمانياً فكلما زادت التحليلية (الوضوحية) في الصورة زاد مقدار المعلومات المحتواة فيها . هنالك ثلاث أنواع للوضوحية في الصور هي [8,16] :

- الوضوحية الحيزية
- الوضوحية الطيفية
- الوضوحية الأشعاعية لشدة النصوع .

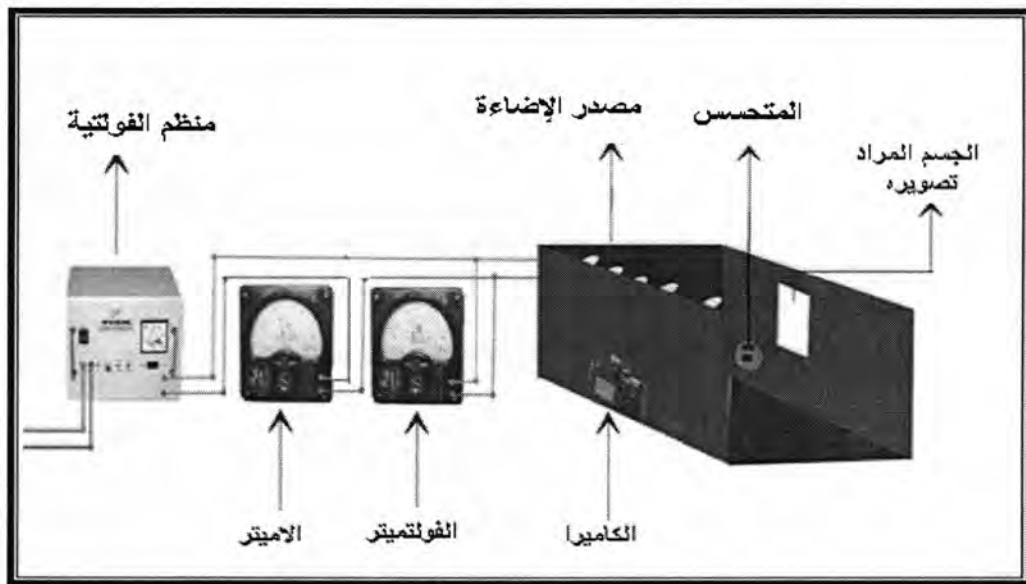
تعرف الوضوحية الحيزية بأنها أبعاد مساقط المشهد على منظومة المتحسس وذلك خلال لحظة زمنية قصيرة جداً (زمن التقاط الصورة) . هذه الوضوحية يمكن أن تقاس بأحدى الطريقتين بتحديد الزاوية أو المسافة على الأرض للمشهد المصور . أبعاد المساقط للمشهد تعتمد على الارتفاع وعلى زاوية الرؤية للكاميرا . أما الطرق الأخرى في قياس الوضوحية الحيزية للمنظومات تعتمد على قدرة (قابلية) المنظومة على التمييز بين أجسام محددة مشابهة لصور فحص البصر أو مخططات المخصصة لأجهزة العرض التلفزيوني . وبتعريف آخر فإن الوضوحية الحيزية هي مقياس لأصغر أنفصال زاوي أو خطي بين الجسمين يمكن أن يحللها المتحسس حيث الوضوحية العالية للصورة تشير الى أن وحدة تحليل الصورة (عناصر الصورة البكسل pixel) عددها كبير وأحجامها صغيرة والتفاصيل الدقيقة ممكن أن تشاهد في هذه الصورة . بينما الوضوحية الواطئة للصورة تشير لصور التي عدد عناصرها قليل

وحجم عنصر الصورة كبير . وبشكل عام الوضوحية الحيزية العالية تعطي أعظم تحليل لمنظومة التصوير [16] .

أما التحليلية الإشعاعية تعرف أنها المتحسس لكشف الفروق في الإشارة المسجلة عن الأشعاع المنعكس أو المنبعث من الجسم (الهدف) حيث تشير إلى عدد المستويات الرقمية المستعملة لتمثيل البيانات التي تمثل الإشارة المتحسسة بواسطة الكاشف [16] . التحليلية الطيفية تعني عدد الحزم الطيفية المستخدمة في التصوير مثلا الصورة الملونة غالبا ما تستخدم ثلاث حزم لونية وهي الحمراء والخضراء والزرقاء RGB – band [16] .

منظومة العمل (لدراسة التباين)

تم دراسة التباين لصورة اختبارية لترددات فضائية مختلفة التوهين أو غشاوة مختلفة حيث اجريت هذه الدراسة باستخدام المنظومة البصرية الموضحة في الشكل (2)



شكل -2: المنظومة البصرية

مكونات المنظومة البصرية :-

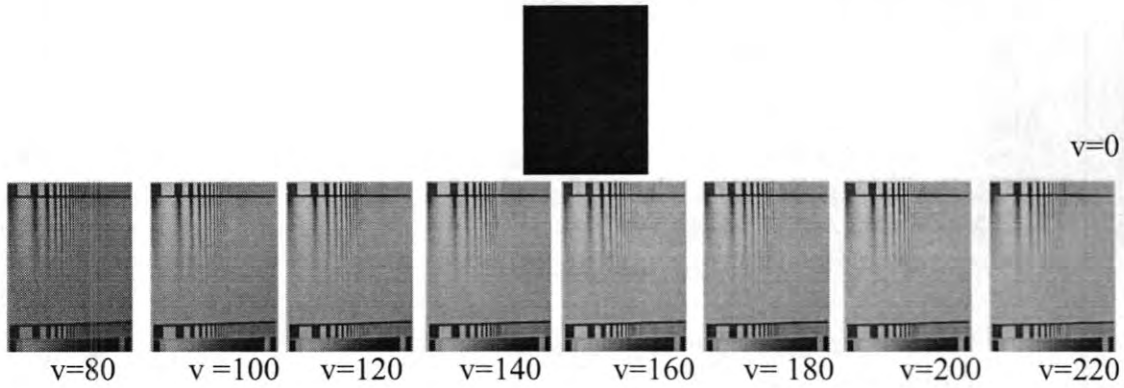
- 1- الكاميرا الرقمية (Sony Video Lens / Optical 20) .
- 2- المتحسس (لقياس شدة الإضاءة) وتكون وحدة قياس شدة الإضاءة (Lux) .
- 3- يتم استخدام جهاز الاميتر لقياس التيار المار بالمصابيح وجهاز الفولتميتر لقياس الفولتية المسطرة على المصابيح وذلك لغرض إيجاد القدرة الكهربائية عند كل شدة إضاءة مستخدمة في التصوير .
- 4- مصابيح لقياس شدة الإضاءة وفي هذه المنظومة تم استخدام نوعين من المصابيح :
 * مصباح التتكستن وخصائص هذا المصباح :-
 أ - القدرة (100 W) .
 ب- الفولتية (0 – 250) V .
 ج - متحسس ترددات الطيف المرئي .
 * مصباح الفلورسنت وخصائص هذا المصباح هي :-
 أ- القدرة (18 W) .

ب - الفولتية $V(0 - 220)$.

ج - متحسس ترددات الطيف المرئي .

حيث تم التقاط عدة صور بشدات اضاءة مختلفة ، ونقلت الى الحاسوب باستخدام كيبيل (Cable) ربط بين الكاميرا الرقمية والحاسوب باستخدام كارت T.V card بعد عملية نقل المقاطع الفديوية الى الحاسبة يتم تقطيعها وترتيبها وفقا الى قيمة الفولتية المسلطة على منظومة التصوير بوساطة برنامج تطبيق يعمّل تحت بيئة (Windows) يعرف باسم (Ulead Video Studio 9) وخرنها كصور ثابتة منفصلة وبصيغة Bit map .

الصور الناتجة من المنظومة البصرية باستخدام مصباح الفلورسنت وفولتيات (0 ، 80 ، 100 ، 120 ، 140 ، 160 ، 180 ، 200 ، 220) موضحة بالشكل (3) ، اما الصور في حالة الفولتية (20 ، 40 ، 60) تكون متطابقة للصورة في حالة الفولتية $v=0$.



شكل-3: الصور ذات إضاءة مختلفة الشدة

ولإيجاد أفضل صورة من الصور الناتجة من المنظومة البصرية بالاعتماد على تقنية حساب التباين لمنطقة الحافات فقط حيث حسب التباين في منطقة الحافات بعد تحديد الحافات باستخدام مرشح سوبل ثم تحديد التباين باخذ نافذة بحجم (3×3) حول كل عنصر حافة ثم حساب اعلى واطأ قيمة عنصر شدة في النافذة ثم يحسب التباين لهذه النافذة من استخدام معادلة (1) وخطوات عمل هذه التقنية كالآتي :

ثم () eimg للحصول على صورة الحافات th بعتبة محددة () cimg -1- نطبق مؤثر سوبل على الصورة ، (3.4.2) ، وخطوات هذه العملية موضحة في الفقرة N_{edg} نحسب عدد نقاط الحافات .
2- نحسب مقلوب عدد نقاط الحافات في الصورة

$$iv_e = \frac{1}{N_{edg}}$$

حيث N_{edg} عدد نقاط الحافات

3 - نحسب التباين لكل نقطة حافة كما يلي :-

i. نفتح دورتي مسح للصورة

For i = 1 To I_h

For j = 1 To I_w

ii اذا كانت تمثل حافة (i , j) - نختبر كل نقطة من نقاط الصورة

if eimg (i , j) represent edge point

• نضع

Max = cimg (i , j)

Min = Max

• كما يلي () cimg لمصفوفة الصورة (i , j) حول النقطة (3 × 3) نفتح نافذة ثلاثية

For $i_1 = i - 1$ To $i + 1$

For $j_1 = j - 1$ To $j + 1$

• نحسب اصغر واكبر عنصر في النافذة كما يلي

if $Min > cimg(i_1, j_1)$ Then $Min = cimg(i_1, j_1)$

if $Max < cimg(i_1, j_1)$ Then $Max = cimg(i_1, j_1)$

• Next : Next ننهي دورتي النافذة الثلاثية

• نجري الاختبار الآتي لحساب التباين

if $Min \geq Max$ Then

فاذا كانت المنطقة متجانسة فان التباين يساوي صفر

$C = 0$

والا فيحسب التباين

Else

نحسب التباين من العلاقة الآتية

$$C = \left(\frac{Max - Min}{Max + Min} \right)$$

iii - end if - ننهي الشرط .

كما يأتي :- (0 - 255) إلى (0 - 1) توسيع مدى التباين من iv -

$ct = Round - integer (C \times 255)$

v باستخدام الصيغة الآتية :- (ct) - نحسب احتماليات (تكراريات) التباين لكل نقطة حافة

$hist(ct) = hist(ct) + iv_e$

vi -ii. End if ننهي الشرط الخطوة

-vii

Next : Next ننهي دورتي مسح الصورة .

للصورة باستعمال احتماليات (تكراريات) التباين وكما يلي σ_{ct} والانحراف المعياري $4\mu_{ct}$ - نحسب معدل التباين

• كقيم ابتدائية لمعدل التباين ومربع معدل التباين $SCM = 0$ و $CM = 0$ نضع

• SCM و CM نفتح حلقة تكرار لحساب

For $ct = 0$ To 255

- نحسب معدل التباين ومربع معدل التباين كالآتي

$$CM = CM + \frac{Ct}{255} \times hist(ct)$$

$$SCM = SCM + \left(\frac{ct}{255}\right)^2 \times hist(ct)$$

- ct ننهى حلقة التكرار

- $\mu_{ct} = CM$ معدل التباين

- $\sigma_{ct} = \sqrt{SCM - CM^2}$ الانحراف المعياري للتباين

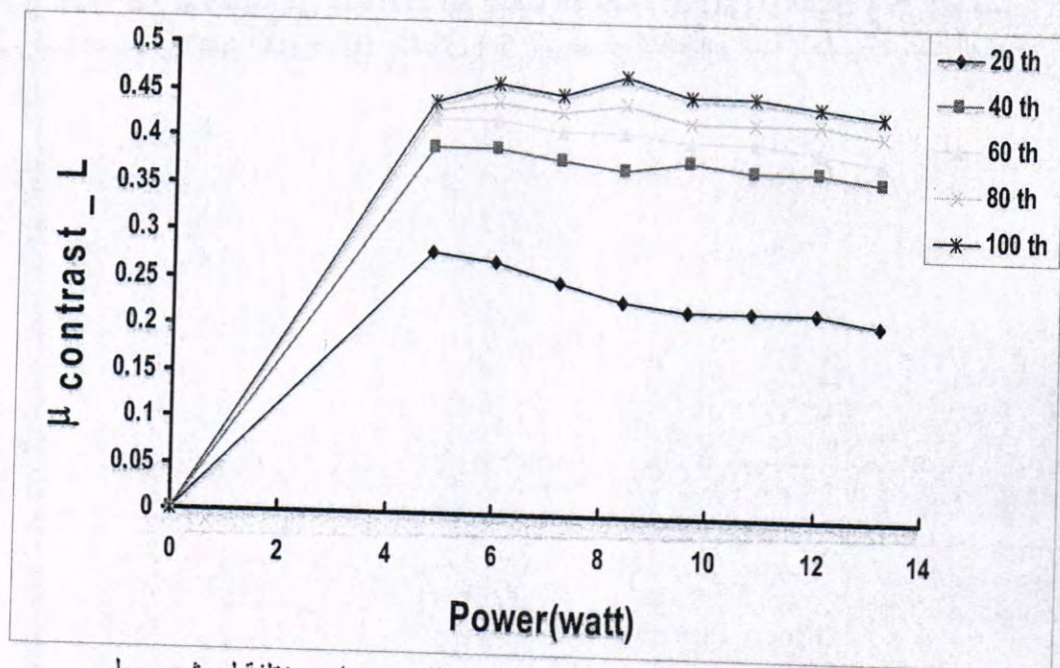
.ct Next

ومركبة 5RGB - نطبق الخطوات السابقة لإيجاد معدل التباين والانحراف المعياري للتباين للمركبات اللونية L، الإضاءة

6 - ننهى الخوارزمية .

تم حساب معدل التباين لكل صورة ملتقطة والقدرة للمصباح ايضا ثم ترسم العلاقة بين معدل التباين لمركبة الإضاءة ($\mu_{contrast_L}$) مع القدرة (Power) بوحدة W كما موضح بالشكل (4) .

حيث طبقت تقنية حساب التباين بعتبات مختلفة لمرشح الكشف الحافي سوبل وهي (20 - 100) ، حيث رسمت على الاحداثي (y) معدل التباين والاحداثي (x) يمثل القدرة الناتجة من حاصل ضرب الفولتية المجهزة الى المصدر الضوئي والتيار المار . حيث يتضح من الشكل (4) ان افضل تباين للصورة عندما تكون القدرة (4.8W) .



شكل-4: يوضح العلاقة بين معدل التباين والقدرة بعتبات مختلفة لمرشح سوبل

ان الصورة المستخدمة في الدراسة تحتوي على مناطق مختلفة في الوضوحية المكانية ولدراسة تأثير الوضوحية المكانية مع التردد والتباين تم اخذ خط افقي من المناطق المختلفة في الصورة ودراسة خواص شدة الاضاءة لهذه الخطوط وخطوات عمل هذه الخوارزمية موضحة كالاتي :

- i. تحديد موقع الخط المستقطع من منتصف ارتفاع الصورة لغرض الدراسة كما يأتي :

$$y = \text{int} \left(\frac{I_h}{2} \right)$$
- ii. نجعل $S_x = 0$ و $SS_x = 0$ كقيم ابتدائية لمجموع ومجموع مربعات قيم عناصر الشدة للخط المستقطع من منتصف ارتفاع الصورة الاحداثي y .
- iii. نبدأ بفتح دورة مسح لعناصر عرض الصورة الاحداثي x .
 For $x = 1$ To I_w
- iv. نراكم قيم عناصر الشدة على S_x ومربع قيم عناصر الشدة على SS_x كما يأتي :

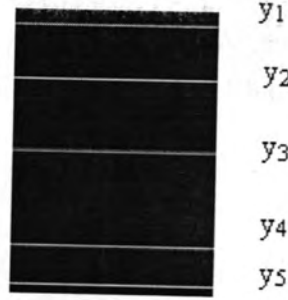
$$S_x = S_x + \text{cimg}(y, x)$$

$$SS_x = SS_x + \text{cimg}(y, x)^2$$
 NEXT
- v. ننهي دورة المسح .
- vi. نحسب المعدل μ_x ومعدل المربع $S\mu_x$ كما يأتي :

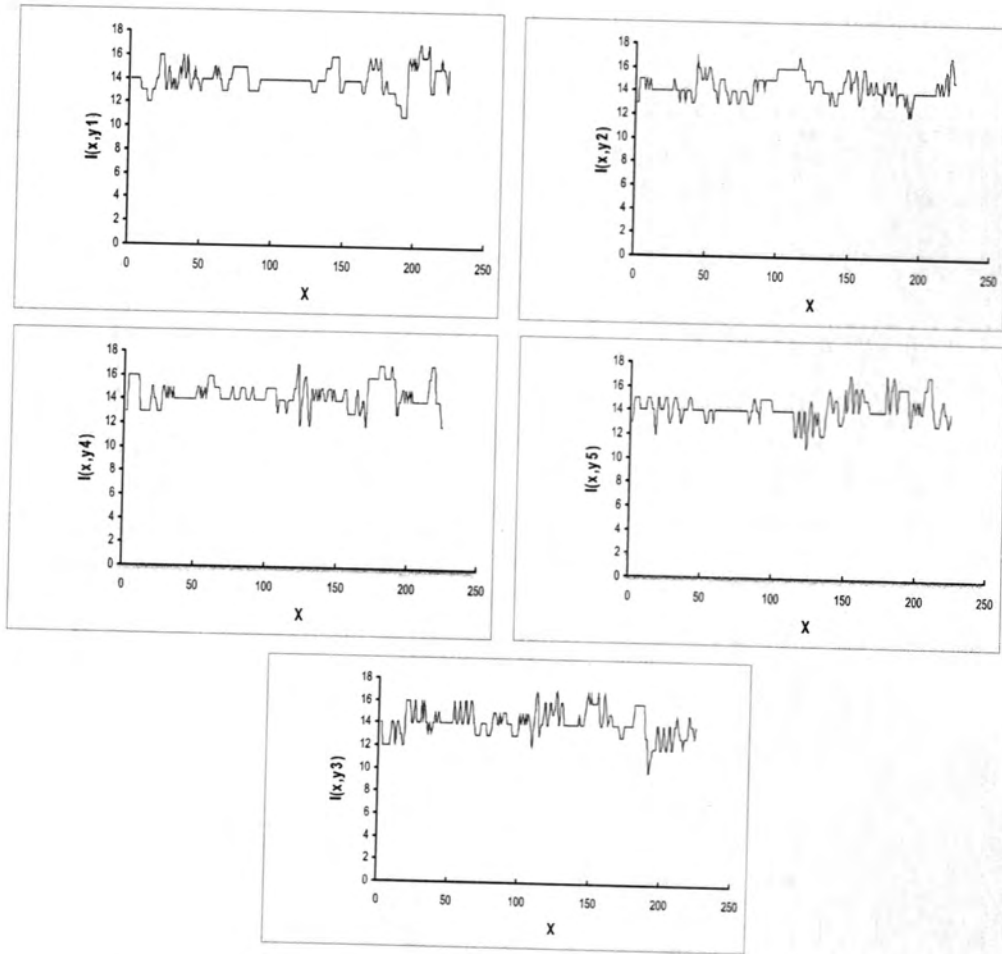
$$\mu_x = \frac{S_x}{I_w}$$
- vii. نحسب الانحراف المعياري σ_x

$$\sigma_x = \sqrt{S\mu_x - \mu_x^2}$$
- viii. تطبق الخطوات السابقة على المركبات اللونية الثلاثة RGB ومركبة الإضاءة L ويحسب المعدل والانحراف المعياري لكل منها .
- ix. نطبع قيم المعدل والانحراف المعياري .
- x. نرسم العلاقة بين $\text{cimg}(y, x)$ مع المحور x لملاحظة شكل توزيع الشدة .
- xi. ننهي الخوارزمية .

تم اختيار لصورتين مختلفتين في شدة الاضاءة عندما الفولتية (0، 80) والشكل (5) يوضح نتائج دراسة الصورة عند القدرة (0). الشكل (5) يوضح نتائج دراسة الصورة عند القدرة صفر .



a



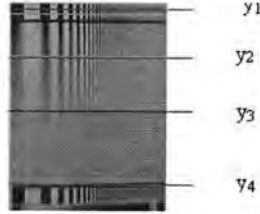
b

شكل 5:

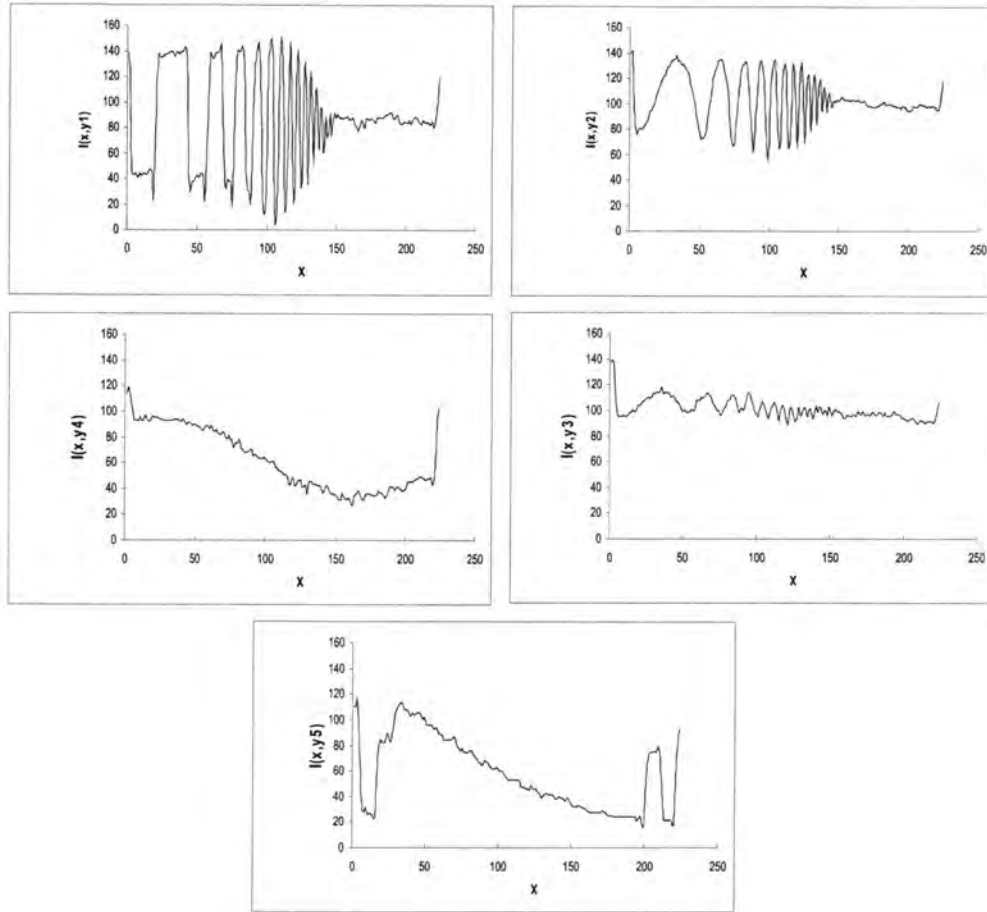
- a- الصورة الناتجة عند القدرة (P=0 W)
 b- يمثل الرسوم لتوزيع دالة الإضاءة لخطوط مختارة من الصورة

علي

حيث رسمت $I(x,y)$ على الاحداثي y حيث تمثل دالة توزيع الاضائية للشدة وكانت نتائج الخطوط كما موضحة في الشكل اعلاه نلاحظ ما يلي بما ان شدة الاضاءة تكون قليلة فان هذه المخططات عبارة عن ضوضاء ولا يمكن معرفة تفاصيل (تباين ووضوحية) الصورة .
الشكل (6) يوضح النتائج دراسة الصورة عند القدرة تساوي 4.8watt أي الفولتية تساوي 80 volt



a



b

شكل -6:

a - الصورة الناتجة عند القدرة (P=4.8 W)

b - يمثل الرسوم لتوزيع دالة الاضاءة لخطوط مختارة من الصورة

نلاحظ من الشكل اعلاه ان نتائج الصورة للخط المستقطع الاول ($y1$) والثاني ($y2$) بانه كلما زاد التردد المكاني قلت الوضوحية المكانية وقل التباين الى ان وصل الى فقدان المعلومات . اما بالنسبة للخط المستقطع الثالث ($y3$) لا يوجد فرق في المناطق المختلفة حيث ان المنطقة لها تباين واحد أي القدرة التحليلية قليلة وذات توهين عالي . وبالنسبة للخط المستقطع الرابع (

(y4) تبين ان التباين في المنطقة بدا بتباين عالي ثم بدا التباين بالانخفاض الى ان يصل الى اقل قيمة ثم يبدأ بالتزايد في نهاية الخط لكن القدرة التحليلية تكون قليلة بسبب تقارب الترددات المكانية للخط المستقطع .

اما نتائج الخط الخامس (y5) هي عبارة عن خط متدرج يحتوي على تدرجات رمادية حيث في بداية الخط نلاحظ ان التباين قليل وبعد ذلك يكون التباين بشكل متدرج والوضوحية المكانية تكون قليلة وفي نهاية الخط يكون ارتفاع في قيمة التباين لان نهاية الخط المتدرج هو الابيض .

نستنتج مما سبق ما يلي

- 1- ان الإضاءة لها دور مهم في تحديد وضوحية المشهد الذي تراه العين او يتم تصويره . كما ان في الترددات العالية تبدأ الخطوط المزدوجة (اسود ابيض) تتداخل فيما بينها ويقل عندها التباين وهذا يزداد بشكل ملحوظ كلما زادت الغشاوة في الصورة .
- 2- ان الوضوحية المكانية تضعف بشكل تدريجي عند زيادة الفولتية في المدى $V (180 - 220)$ بسبب انخفاض ملحوظ في تغاير الصورة في مناطق الحافات .

المصادر

- 1- Gounzalez R.C., Woods R.C., Eddins R.C., “ Digital Image Processing using matlab “ , Parson Prentice – Hall , (2004).
- 2- Gounzalez R.C., Woods R.C., “ Digital Image Processing “ , 3rd edition , (2008).
- 3- Mather R.C., “ Computer Processing of Remote Sensed Image “ , John Wiley and Sons , (1987).
- 4- Gomes J.J. and Velho L.I., Translated by Silviolery , “ Image Processing for Computer Graphics “ , Springer – Verlag (1997).
- 5- Johnson R.P., “ Contrast Based edge Detection “ , Pattern Recognition , Vol .23 , No.3/4 , (1990).
- 6- Peli E.L, Arend E.L., Labianca A.L., “ Contrast Perception Cross Change in Luminance and Spatial Frequency “ opt.Soc.AmA, Vol.10/October , (1996).
- 7- Kai K.Y , and Liang J.I , “ How Optimize OCT Image “ , Optic Express 24, Vol.9 , n- 1 , (2001).
- 8- Thompson A. P., and Ferwerda J.A ., “ A Spatial Post Processing Algorithm for Image of Night Scenes “ , Anthers Address Univ. of Utah and Cornell Univ. , (2003).
- 9- Sangwine J.A ., and Novne R.W., “ The Color Image Processing Hand book , Chapman and Hall “ , (1998).
- 10- Tao L.T. and Asari V.A. , “ Integrate neighborhood dependent approach for nonlinear enhancement of color image “ , Department of electrical and Computer engineering Old Dominion University , Norfolk , VA 235529 , (2004).
- 11- Fischer R.E. and Galeb B. T., “ Optical System Design “ , Mc – Graw – Hill , (2000).

- 12- Collier R.J., Burck C.B., Lin C.B., “ Optical Holography “ , Academic Press Inc. , London LTD, 1971 .
- 13- Hecht E.E., “ Optics “ , 3rd ed , Addison – Wesley Longman – Inc ., (1998).
- 14- Barhydt H.H., “ Effect of Number and other on FLIR Performance In Nearly BLIP System “ , SPIE Vol . 17 ,P.2 , (1977).
- 15- Clarity Visual System , “ Image Quality Perception “ , [http : // www.clarity visual .com](http://www.clarityvisual.com) , (2002).
- 16- Jensen J.R., “ Introductory Digital Image Processing A Remote sensing Perspective “ , Prentice – Hall , Englewood Clifs , New 07632 , (1986).

تأثير التبريد المفاجئ على الخواص الفيزيائية للحالة الحجمية والأغشية الرقيقة لمادة استينات الكاديوم Cd_2SnO_4

صلاح عبد الوهاب و نوال فتاح و داليا عبد علي
كلية طب الكندي

تاريخ تقديم البحث 2008/5/16 - تاريخ قبول البحث 2009/2/11

ABSTRACT

Cadmium stannate powder was prepared by mixing cadmium oxide with tin oxide at molar ratio of 2:1 respectively, the mixture was passed as disc form then fired at 1000 °C for six hours, some of these discs cooled in furnace and others quenched in air.

Thin films were prepared by thermal evaporation in vacuum on glass substrates at room temperature.

Structural analysis were performed using XRD technique which shows that films prepared from sample one (which cooled in furnace) have a micro crystalline structure and films prepared from sample two were of single crystal structure.

Optical properties were studied and showed that the absorption coefficient and extinction coefficient of the films which prepared from the second type sample were less than that of the first type sample, while the optical energy gap increases from 2.8eV to 3.1eV for films prepared from sample one and two respectively, DC conductivity was measured also for both bulk and thin films samples.

الخلاصة

تم تحضير مسحوق استينات الكاديوم بخلط اوكسيد الكاديوم مع اوكسيد القصدير بنسبة مولارية مقدارها 1:2 على التوالي وبعدها يكبس الخليط بشكل اقراص ويحرق بدرجة حرارة مقدارها 1000°C وبوجود الهواء لمدة ست ساعات ويترك بعدها يبرد تدريجيا في الفرن وأجريت عملية الحرق لنماذج اخرى ولكن تم اخراجها مباشرة من الفرن بعد انتهاء مدة الحرق.

تم تحضير اغشية رقيقة من المسحوقين المحضرين بطريقة التبخير الحراري واستخدام تقنية التبخير الوميضي في الفراغ على قواعد ترسيب زجاجية.

أجريت فحوصات تركيبية باستخدام تقنية حيود الاشعة السينية حيث ظهر ان المسحوق في كلا الحالتين يمتلك تركيب متعدد البلورات وان الاغشية المحضرة من المسحوق الاول تكون ذات تركيب بلوري دقيق بينما تكون احادية البلورة للاغشية المحضرة من المسحوق الثاني (المبرد فجائيا) اظهرت الفحوصات البصرية ان قيمة معامل الخمود والامتصاص للاغشية المحضرة من المسحوق الثاني تكون اقل من تلك المحضرة من المسحوق الاول بينما ازدادت قيمة فجوة الطاقة من 2.8eV الى 3.1eV للاغشية المحضرة من المسحوق الاول والثاني على التوالي. أجريت كذلك قياسات التوصيلية المستمرة للمادة لحالتها الحجمية والاغشية المحضرة منها.

المقدمة

يحتاج التطور السريع في مجال اشباه الموصلات الى مواد تمتاز بخواص فيزيائية وكيميائية جديدة ليتم استخدامها في التطبيقات المختلفة. وقد توجه الاهتمام خلال الفترة الماضية الى اشباه الموصلات التي تمتلك ذرة اوكسجين مثل SnO_2 , ZnO , $CdSnO_4$ لغرض استخدامها في مجالات واسعة خصوصا في مجالي الالكترونيات والالكترونيات الدقيقة⁽¹⁾ مثل انتاج الترانزستور transistors المقومات resistors المتسعات ذات الطبقات الرقيقة

Thin layer capacitor والثرموستات Thermostats واستخدمت بعض الأكاسيد بشكل واسع في أجهزة الليزر Laser والميزر Maser .

ان التعامل مع أشباه الموصلات (بهيئة أكاسيد) Oxide semiconductors يواجه نوعين من الصعوبات تتمثل الأولى بالصعوبات التقنية في تحضير أكسيد احادي البلور وبقاوة عالية والثانية امتلاك الأكاسيد لتركيب معقد بالمقارنة مع أشباه الموصلات الأخرى حيث ترتبط جزيئات أكاسيد أشباه الموصلات بأواصر أيونية مما يجعل انتقال حاملات الشحنة أكثر تعقيدا .

تمتلك أكاسيد أشباه الموصلات خاصية كيميائية متميزة ناتجة عن ميلها لتشكيل عيوب نقطية عند تحضيرها ويعتمد تركيز هذه العيوب على ظروف التحضير من درجة الحرارة والضغط وطريقة التبريد كما انها تمتلك فجوة طاقة ممنوعة كبيرة نسبيا وهي رغم ذلك تعد من أشباه الموصلات بسبب وجود عيوب في الشبكة ناتجة عن وجود فجوات أو شوائب تعمل كمراكز مانحة Donars .

تعد مادة استينات الكاديوم شبه موصل من نوع n حيث تشكل فجوات الاوكسجين مستويات مانحة ⁽²⁾ وهي من أشباه الموصلات الواعدة بسبب امتلاكها خواص كيميائية وفيزيائية متميزة ⁽³⁾ وتوجد أنواع عدة من استينات الكاديوم غير ان أكثرها استقرارا هو Cd_2SnO_4 ذو اللون الأصفر و Cd_2SnO_4 ذو اللون الأخضر ⁽⁴⁾ وتمتلك الأنواع المختلفة فروقات تركيبية ضعيفة حيث ان نسبة Cd الى Sn تكون نفسها حين يكون محتوى الاوكسجين مختلفا وهذه صفة عامة للأكاسيد (non stoichiometric) ان اول من حضر هذه المادة كان Smith سنة 1960 م ⁽⁵⁾ وقد بين ان هذه المادة تكون صفراء وذات تركيب بلوري معين ويتم تحضير مسحوق Cd_2SnO_4 بتسخين ثاني اوكسيد القصدير SnO_2 مع اوكسيد الكاديوم CdO الى درجة حرارة اعلى من $900^\circ C$ بقليل وعندها سوف يتشكل الطور المعيني ⁽²⁾ ويمكن تحضير Cd_2SnO_4 الأصفر بدرجة حرارة منخفضة نسبيا $800^\circ C$ ولكن لمدة تسخين أطول تمتد إلى (40) ساعة ⁽⁶⁾ وفي هذه الحالة يتم الحصول على مسحوق احادي الطور اما تسخين الأكاسيد لدرجة حرارة $1100^\circ C$ لمدة قصيرة فانه سوف يحصل نقصان في الوزن ناتج عن تطاير القليل من أكاسيد الكاديوم وفي درجات الحرارة العالية يحدث تبدل جوهري في التركيب البلوري للمنتج فعند تسخين خليط الأكاسيد لمدة ساعة واحدة لدرجة حرارة $1240^\circ C$ فان المزيج سوف يفقد كل ما يحتويه من اوكسيد الكاديوم ويكون الناتج عبارة عن SnO_2 حيث انها لا تتطاير الا في حالة استمرار التسخين لغاية $1500-1600^\circ C$ ⁽⁴⁾ .

يمكن تحضير استينات الكاديوم الخضراء Cd_2SnO_4 بوضع الأكاسيد السابقة بدرجة حرارة $800^\circ C$ في حيز مفرغ من الهواء وتكون مشابهة للنوع الأصفر من الناحية البلورية ولكنها تمتلك خواص الكترونية وطيفية مختلفة ⁽⁶⁾ ويوجد طور آخر لهذه المادة يمتاز بلونه الأزرق وهو يحضر بدرجة حرارة $1500^\circ C$ وبضغط 65kbar ⁽⁷⁾ ويعزى اللون الأزرق الى النقصان في الاوكسجين .

تمتاز أغشية استينات الكاديوم بشفافية عالية للترددات المنظورة حوالي 80% الى 90 وبتوصيلية كهربائية جيدة (المقاومة السطحية $1-50 \Omega/cm^2$) بالإضافة الى الاستقرار الكيميائية لذلك فان هذه المادة دخلت مجالات واسعة من التطبيقات فهي تستخدم في الالكترونيات البصرية ⁽²⁾ وفي معدات تحويل الطاقة الشمسية وتشمل المرايا الحرارية Heat (mirrors)، والأقطاب الشفافة (Transparent electrodes) ،والأنودات الضوئية (Photo anodes) ومتحسسات الغازات (Gas sensors) ومقاومات الأغشية الرقيقة Thin film resistors ^(3,4) .

المواد و طرائق العمل

تم تحضير مسحوق استينيات الكاديوم Cd_2SnO_4 بخلط اوكسيد الكاديوم CdO بنقاوة 99,99% من شركة المنصور مع اوكسيد القصديريك SnO_2 بنقاوة 99,99% من الشركة نفسها وبنسبة مولية مقدارها 1:2 على التوالي وذلك بعد سبق القيام بتسخين اوكسيد الكاديوم الى درجة حرارة $500^\circ C$ لمدة نصف ساعة لازالة شوائب الهيدروكسيد والكاربونات منه.

و يمزج الاوكسيدان جيدا ويطحنان ناعما في طاحونة يدوية ومن ثم يكبس الخليط بضغط مقداره $4 \times 10^3 \text{ kg/cm}^2$ لعمل اقراص قطرها 10mm وذلك باستخدام مكبس من نوع HERZOG من صنع شركة GMBH الالمانية حيث يكون سمك القرص الناتج mm^2 (12).

وضعت هذه الاقراص في حاوية من الالومينا داخل فرن من نوع Carbolite وبدرجة حرارة $(1000^\circ C)$ لمدة 6 ساعات وتركبت بعدها لتبرد تدريجيا داخل الفرن لقد اعيدت العملية السابقة على نماذج جديدة ولكن في هذه المرة تم اخراج النماذج من الفرن مباشرة بعد انتهاء فترة الحرق أي ان عملية التبريد كانت مفاجئة وبالهواء .

استخدمت منظومة طلاء فراغية من نوع Blazer والمجهزة بمنظومة تفريغ أولي (Rotary pump) حتى تصل بالفراغ داخل الحجرة الى (10^{-2} Torr) ويعقبها التفريغ بواسطة المضخة الانتشارية Oil diffusion pump والتي تصل بالضغط الى (10^{-2} Torr) والمنظومة مجهزة ايضا بمقياس بيراني (Perini) gauge الذي يعمل في المرحلة الثانية (أي بعد تشغيل المضخة الانتشارية) تحوي المنظومة كذلك على محرك دوار يستخدم في تدوير حامل العينات ومقياس لسمك الغشاء من نوع بلورة الكوارتز quartz crystal ان عملية التبخير للمادة تمت باستخدام تقنية التبخير الومضي علما ان التفريغ للمنظومتين يعطي نفس القيمة للضغط. (5)

النتائج والمناقشة

أظهرت فحوصات الاشعة السينية لمسحوق استينيات الكاديوم المبرد بشكل تدريجي داخل فرن امتلاكه لتركيب متعدد البلورات مع ملاحظة وجود اطوار ثانوية مثل CdO في حين كانت فحوصات المسحوق المبرد فجائيا بالهواء تشير الى ان التركيب البلوري هو من نوع متعدد البلورات ولنفس مواقع القمم تقريبا ولكن بشدة اقل كما موضح بالشكل (1a) و (1b) . يظهر الشكل (c1) مخطط حيود الاشعة السينية لغشاء رقيق محضر بطريقة التبخير الحراري من المسحوق المبرد تدريجيا ويلاحظ منه كون الغشاء يمتلك تركيب بلوري دقيق microcrystalline اما الشكل (d1) فيوضح التركيب البلوري للغشاء المحضر من المسحوق المبرد فجائيا وكونه احادي التبلور single crystal ربما يعود السبب الى ان الغشاء المحضر من المسحوق الثاني (مبرد فجائيا) تكون طاقة الاواصر فيه اقل من تلك التي في الغشاء المحضر من المسحوق (المبرد تدريجيا) هذه الحالة تجعل الزمن اللازم لتبخير النموذج من المسحوق الثاني اقل منه في حالة المسحوق الاول .

كما تمت دراسة الخواص البصرية لاغشية استينيات الكاديوم لغرض حساب فجوة الطاقة البصرية E_{opt} وبعض الثوابت البصرية حيث فحصت الاغشية باستخدام جهاز UV-visible recording spectrophotometer UV-160 من انتاج شركة شيمادزو اليابانية الذي يعمل ضمن مدى الاطوال الموجية (200-1100 nm) ويعطي امكانية قياس الامتصاص البصري للغشاء الرقيق دون القاعدة (الشريحة الزجاجية) .

يوضح الشكل (2) تغير (Transmission & Wavelength) للأغشية المحضرة من المسحوق الأول (المبرد تدريجياً) وكذلك المسحوق الثاني (المبرد فجائياً) في الهواء ويلاحظ فيه أن قيمة النفاذية تكون متقاربة نوع ما مع اختلاف في حافة الامتصاص التي تنحرف نحو أطوال موجية أقل ويعزى هذا الاختلاف إلى التغير في تركيب الأغشية من الحالة البلورية الدقيقة إلى حالة أحادي البلورة والذي يعني زيادة في الحجم الحبيبي للأغشية المرسبة.

يبين الشكل (3) تغير (Extinction coefficient & Wavelength) ويعرف معامل الخمود بأنه مقدار الفقدان في الطاقة بسبب تفاعل الضوء وشحنات الوسط وهو يمثل الجزء الخيالي لمعامل الانكسار المركب. لقد تم حساب معامل الخمود من المعادلة الآتية⁽¹⁾:

$$K = \dots \lambda \alpha / 4\pi \dots$$

ويلاحظ من الشكل انخفاض قيمة معامل الخمود وذلك يعود إلى انخفاض المستويات الموضعية داخل فجوة الطاقة للأغشية المحضرة من المسحوق الثاني كما وأن انخفاض معامل الخمود يرافقه نقصان واضح في قيمة معامل الامتصاص كما موضح في الشكل (4).

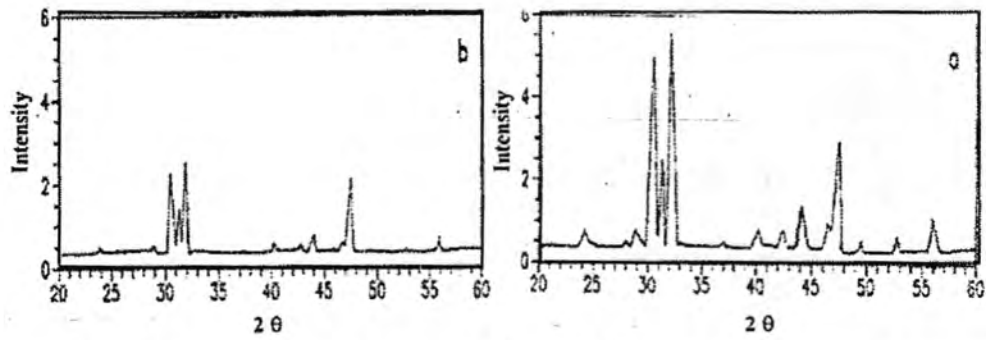
يبين الشكل (5) تغير ($\dots \alpha h\nu$) مع طاقة الفوتون ومنه نلاحظ زيادة قيمة فجوة الطاقة البصرية من (2.8 eV ← 3. eV) للأغشية المحضرة من المسحوق الأول والثاني على التوالي وتعزى هذه الزيادة إلى تحسن الحالة البلورية وانخفاض المستويات الموضعية في فجوة الطاقة ويلاحظ من الشكل (5) أن الانتقال الحاصل هو من نوع الانتقال المباشر المسموح.

أجريت القياسات التوصيلية المستمرة لمسحوق استينات الكاديوم المصنوعة بشكل أقراص وكذلك للأغشية الرقيقة المحضرة منها ويوضح الشكل (6) أن المسحوق يمتلك توصيلية جيدة وأن هذه التوصيلية تزداد للمسحوق المبرد فجائياً ويعود السبب إلى زيادة عدد حاملات الشحنة وكذلك زيادة المستويات الموضعية بسبب عدم تمكن المادة من الوصول إلى حالة الاستقرار الترموديناميكي. ويبين الشكل ذاته تغير توصيلية الأغشية مع درجة الحرارة حيث تزداد للأغشية المحضرة من المسحوق الثاني نسبة للتوصيلية للأغشية المحضرة من المسحوق الأول ويمكن كذلك ملاحظة كون الغشاء الثاني يسلك سلوك معدن وتدعى هذه الظاهرة (Degeneration).

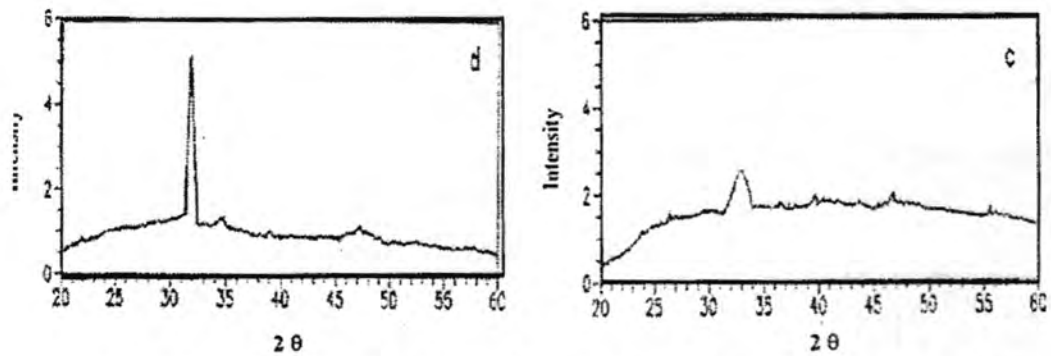
أظهرت فحوصات الأشعة السينية أن مسحوق استينات الكاديوم المحضر بالتبريد المفاجئ في الهواء يمتلك تركيب متعدد البلورات وهو مشابه لتركيب المسحوق الذي يبرد بتركه في الفرن ولكن بشدة أقل⁽⁶⁾.

أظهرت نتائج الفحوصات البصرية انخفاض كل من معامل الخمود ومعامل الامتصاص للأغشية المحضرة من المسحوق الثاني في حين أن قيمة E_g كانت 2.8 eV و 3.1 eV للأغشية المحضرة من المسحوق الأول والثاني على التوالي.

أظهرت الفحوصات الكهربائية أن التوصيلية المستمرة لمسحوق وأغشية استينات الكاديوم تزداد بفعل التبريد المفاجئ⁽²⁾.

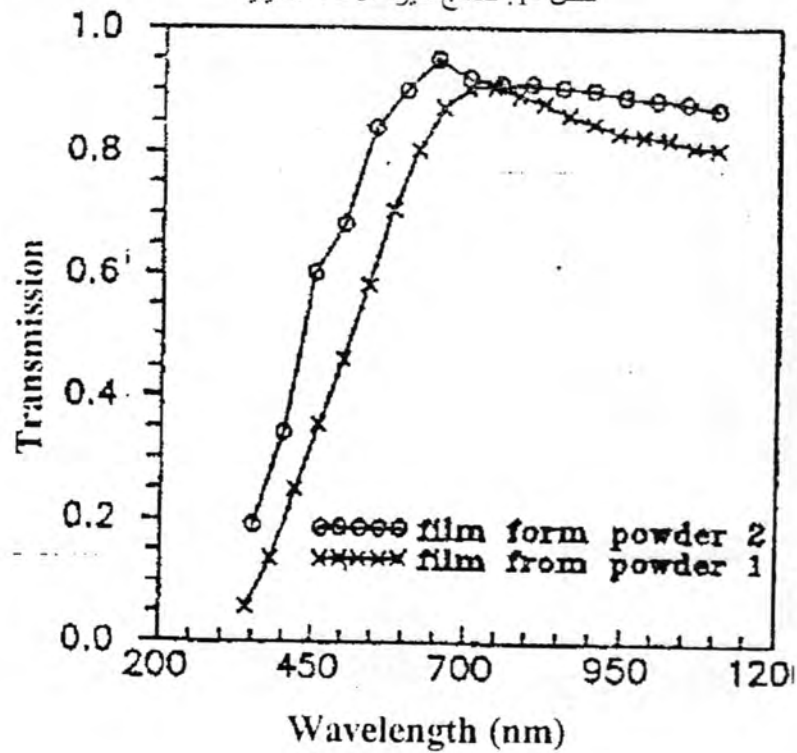


(a) مسحوق أستينات الكاديوم ترك يبرد داخل الفرن (b) مسحوق أستينات الكاديوم تعرض الى تبريد مفاجئ

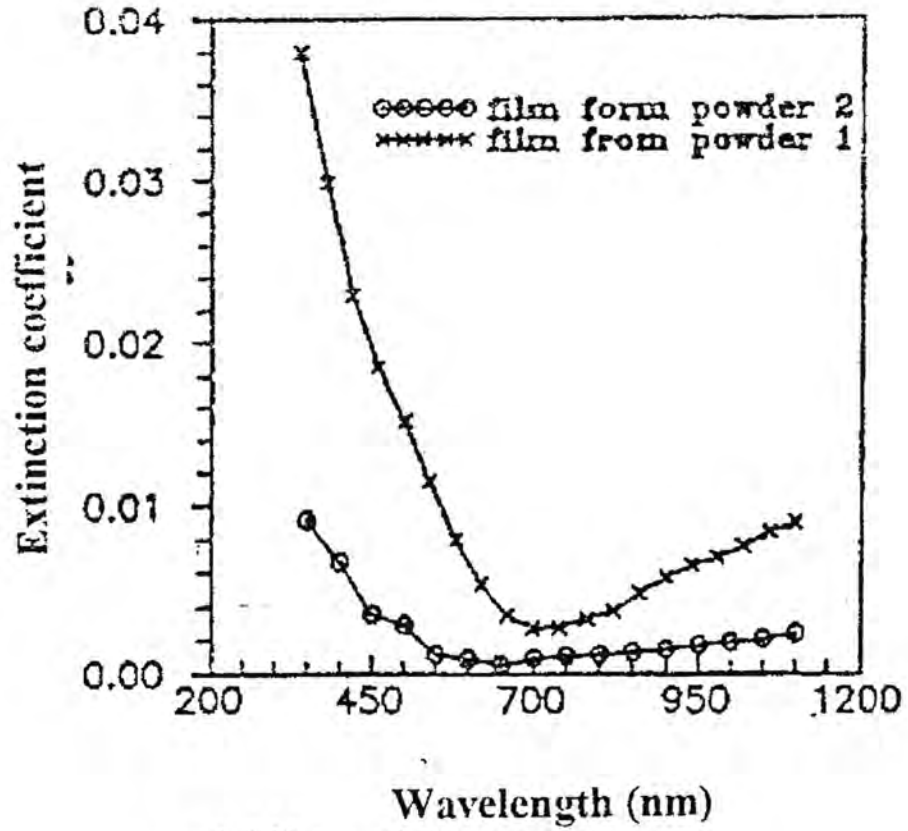


(c) غشاء استينات الكاديوم محضر من المسحوق الأول (d) غشاء استينات الكاديوم محضر من المسحوق الثاني

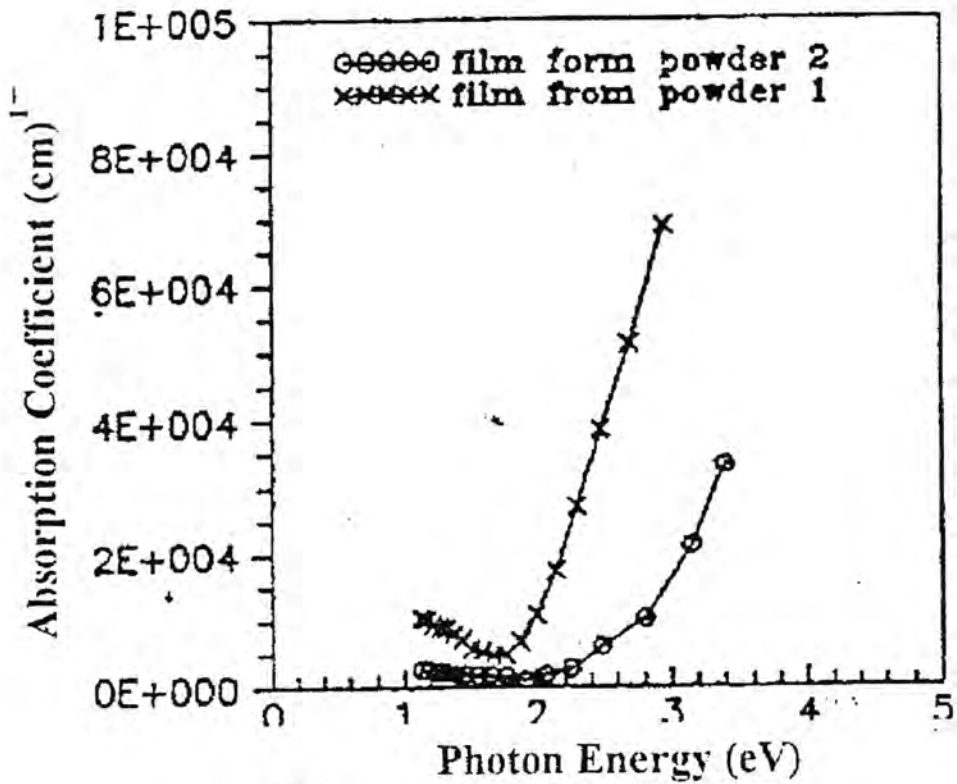
شكل - 1: نماذج حيود الاشعة السينية



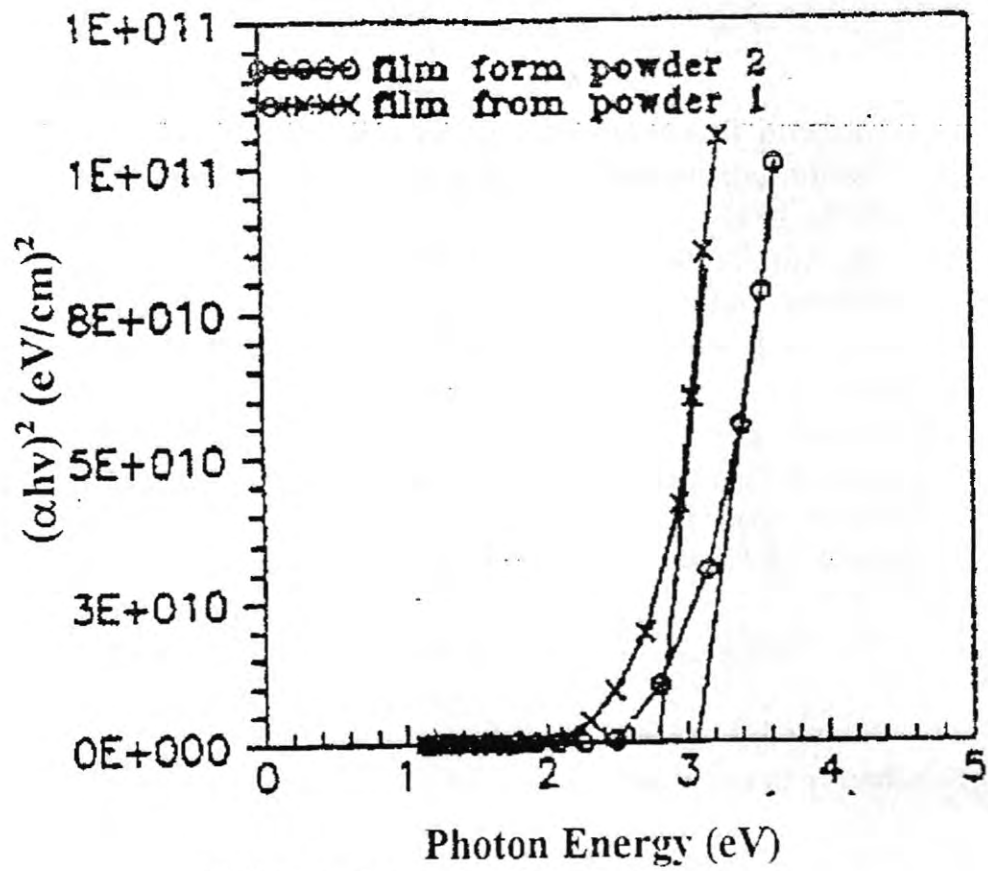
شكل-2: اطياف النفاذية



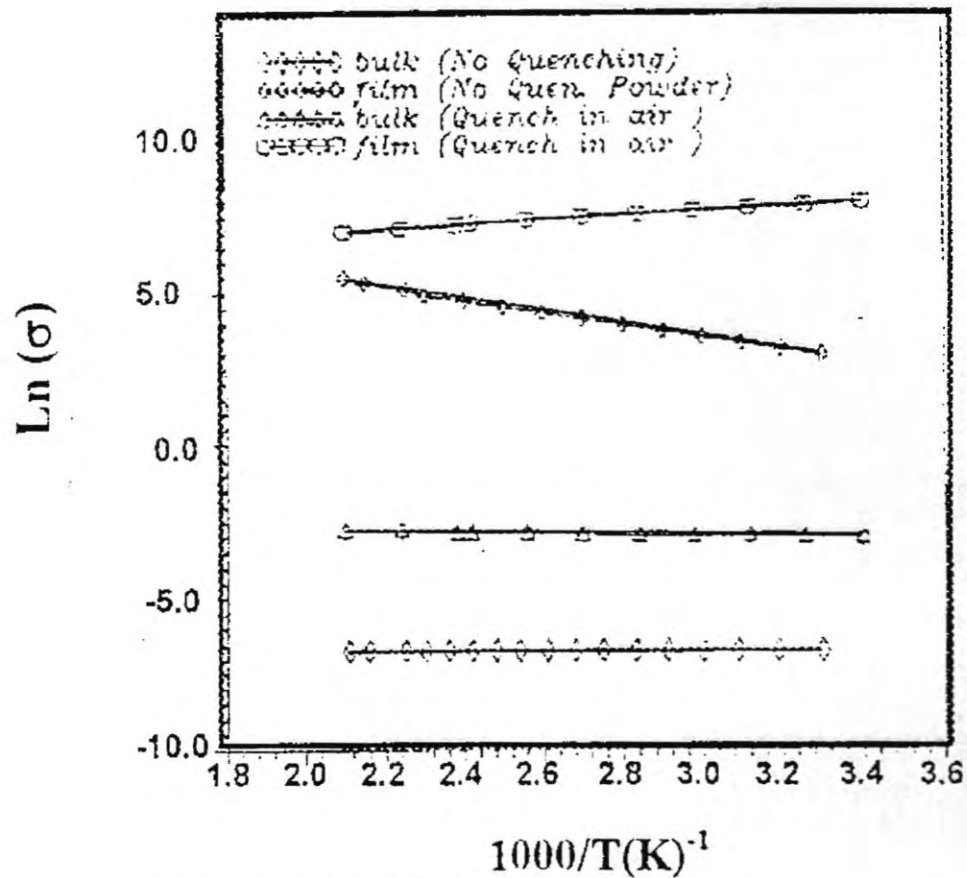
شكل-3: تغير عامل الخمود مع الطول الموجي



شكل-4: تغير معامل الامتصاص مع طاقة الفوتون



شكل-5: تأثير المعاملة الحرارية على قيمة فجوة الطاقة



شكل-6: اعتماد التوصيلية المستمرة على درجة الحرارة

المصادر

- 1- Hashemi T. (characterization of electrochemically reduced dicadmium stannate), American Ceramic Society, VoL. 23, No.5, P.85, (1991).
- 2- AL-Ani S. K.R., Tawfiq S.A and Aalwan E. H. (the preparation and the study of D.C. electrical conductivity of the cadmium stannate), Materials Chemistry and Physics, VoL.88, No.3, 203, (2003).
- 3- Cardile C.M. and Meinhold R. H. (the properties of cadmium stannate investigated), American Ceramic Society, VoL.6, No.10, P.115, (2003).
- 4- د. سعيد بن سالم (الأغشية الرقيقة لشبه الموصل في تطبيقات الخلايا الشمسية) جامعة الملك سعود، 51 (2004)
- 5- د. سعيد بابكير (أنواع التوتر العصبي والنزف وعلاقتها بالمعادن والأغشية الرقيقة) موسوعة أمراض المرأة، جامعة الملك سعود، 78 (2006).
- 6- Mather J.W. (Methods of Experimental Physics), The electrochemical ociety, Vol.9B, P. 55, (2003).

دراسة ميزات التوزيعات الهندسية المختلطة مع تقديراتها

شروق احمد كريم وهبة غسان فريد
الجامعة المستنصرية كلية العلوم/قسم علوم الرياضيات

تاريخ تقديم البحث 2008/10/7 - تاريخ قبول البحث 2009/2/11

ABSTRACT

The aim of this paper is to study mixture Geometric distributions through their characteristics functions and some results. The most important of these characteristics are (moments of order statistics, absolute differences, and conditional expectations), and also estimate the parameters of these distributions.

الخلاصة

الهدف من هذا البحث هو دراسة التوزيعات الهندسية المختلطة من خلال مَيزاتها وخصائصها ومن خلال بعض النتائج. ان أهم وابرز هذه الميزات هي (العزوم للإحصاءات المرتبة، التوقعات الشرطية، الفروق المطلقة) وكذلك سيتم تقدير معلمات هذه التوزيعات.

المقدمة

تعد النظريات المميزة من النظريات التي تحدد او تميز توزيع معين ويمكن اعتبارها كخاصية لهذا التوزيع وتوجد طرائق مختلفة في البحث لاستخدام النظريات المميزة كاستخدام العزوم للإحصاءات المرتبة، أو التوقع الشرطي أو الفروق المطلقة وغيرها من الطرائق المختلفة التي تميز التوزيع في ذلك المجال من الدراسة. فقد اخذ العديد من الباحثين الاهتمام بموضوع النظريات المميزة وعلى سبيل المثال البياتي [1]، Kagan , Linnik , Rao [3]، لكن النقاشات الجديدة للميزات والاتجاه الاغلبية كانت لـ Govindarajul [4]. المختصون بالإحصاء اهتموا بتعديل النظريات المميزة لمسائل لاسيما عندما يكون المجتمع تحت الدراسة مكون من عدة مجتمعات فرعية (subpopulations) مختلطة بنسب بحيث ان نسبة كل مجتمع فرعي هو p_j حيث ان $j=1, \dots, k$ ، وان توزيع كل مجتمع فرعي يكون معروفاً.

في دراستنا هذه تم افتراض ان المجتمع الفرعي خاضع للتوزيع الهندسي. فاذا كان المجتمع الفرعي يخضع للتوزيع الهندسي بمعلمة مقدارها θ_j حيث $j=1, \dots, k$ وان $p_1 + \dots + p_k = 1$ يمكن تقدير معلمات التوزيع المختلط الذي تكون معالمه عبارة عن θ_j و p_j باستخدام اكثر من طريقة وقد تم استخدام هذه المعلمات عندما $k=2$.

تنشأ التوزيعات المختلطة اكثر الاحيان في اختبارات الحياة والمعمولية والعلوم الحياتية والفيزيائية وهي اكثر عمومية من التوزيعات البسيطة (المفردة) حيث تُعَدُّ التوزيعات البسيطة حالة خاصة من التوزيعات المختلطة عندما $k=1$ ، وان اساس فكرة التوزيع المختلط هو اننا في بعض الاحيان قد لايمكن تحديد وحدة ما الى مجتمع فرعي معين لذا سنهتم في هذا البحث بدراسة هذه الحالة.

بعض المصطلحات و التعاريف

Order statistics distribution
Order statistics for discrete

توزيع الإحصاءات المرتبة
 الإحصائية المرتبة للتوزيع المتقطع
distribution

لايجاد الاحصائية المرتبة للتوزيع المتقطع لابد من دراسة علاقة beta - Binomial
 [6][5] Relation

Beta - Binomial Relation
 علاقة بيتا- ثنائية الحدود
 اذا كان المتغير العشوائي X يتبع توزيع بيتا بالمعلمتين α و β فان دالة كثافة الاحتمال لـ x هي

$$f(x) = \begin{cases} \frac{\Gamma(\alpha + \beta)}{\Gamma(\alpha)\Gamma(\beta)} x^{\alpha-1} (1-x)^{\beta-1} & , \quad 0 < x < 1, \alpha > 0, \beta > 0 \\ 0 & otherwise \end{cases} \quad (1)$$

ودالة التوزيع لـ x هي

$$F(x) = p(X \leq x) = \frac{(\alpha + \beta - 1)!}{(\alpha - 1)!(\beta - 1)!} \int_0^x y^{\alpha-1} (1-y)^{\beta-1} dy$$

التكامل في دالة التوزيع $F(x)$ تسمى دالة بيتا غير الكاملة "incomplete beta function" تلك الدالة مجدولة لسبع مراتب عشرية في جداول دالة بيتا غير الكاملة ونشرت من قبل Karl Pearson في عام 1934. حيث α و β اعداد صحيحة من الممكن التعبير عن $F(x)$ كمجموع مشترك لاحتمالات ثنائي الحدود. والتي يمكن تمثيلها باعادة اجراء التكامل بالتجزئة للمقدار

$$I = \int_0^x y^{\alpha-1} (1-y)^{\beta-1} dy$$

ف نحصل على

$$I = \frac{1}{\alpha} y^{\alpha} (1-y)^{\beta-1} + \frac{\beta-1}{\alpha(\alpha+1)} y^{\alpha+1} (1-y)^{\beta-2} + \frac{(\beta-1)(\beta-2)}{\alpha(\alpha+1)(\alpha+2)} y^{\alpha+2} (1-y)^{\beta-3} \\ + \frac{(\beta-1)(\beta-2)(\beta-3)}{\alpha(\alpha+1)(\alpha+2)(\alpha+3)} y^{\alpha+3} (1-y)^{\beta-4} + \dots + \frac{(\beta-1)\dots 3 \times 2 \times 1}{\alpha(\alpha+1)\dots(\alpha+\beta-1)} y^{\alpha+\beta-1} \Bigg|_0^x$$

$$I = \frac{1}{\alpha} x^{\alpha} (1-x)^{\beta-1} + \frac{\beta-1}{\alpha(\alpha+1)} x^{\alpha+1} (1-x)^{\beta-2} + \frac{(\beta-1)(\beta-2)}{\alpha(\alpha+1)(\alpha+2)} x^{\alpha+2} (1-x)^{\beta-3} \\ + \frac{(\beta-1)(\beta-2)(\beta-3)}{\alpha(\alpha+1)(\alpha+2)(\alpha+3)} x^{\alpha+3} (1-x)^{\beta-4} + \dots + \frac{(\beta-1)!}{\alpha(\alpha+1)\dots(\alpha+\beta-1)} x^{\alpha+\beta-1}$$

أذن

$$F(x) = \frac{(\alpha + \beta - 1)!}{(\alpha - 1)!(\beta - 1)!} I$$

وبتعويض قيمة I وتبسيط دالة التوزيع نحصل على

$$F(x) = C_{\alpha}^{\alpha+\beta-1} x^{\alpha} (1-x)^{\beta-1} + C_{\alpha+1}^{\alpha+\beta-1} x^{\alpha+1} (1-x)^{\beta-2} + C_{\alpha+2}^{\alpha+\beta-1} x^{\alpha+2} (1-x)^{\beta-3} + \dots +$$

$$C_{\alpha+\beta-1}^{\alpha+\beta-1} x^{\alpha+\beta-1} (1-x)^{\beta-\beta}$$

أذن

$$F(x) = \sum_{j=\alpha}^{\alpha+\beta-1} C_j^{\alpha+\beta-1} x^j (1-x)^{\alpha+\beta-1-j} \quad (2)$$

بعد إيجاد دالة التوزيع لدالة بيتا سيتم استخدامها لإيجاد الاحصائية المرتبة للتوزيع المتقطع وبالشكل الآتي.

لتكن x_1, x_2, \dots, x_n عينة عشوائية من الحجم n للتوزيع الذي له دالة كتلة احتمالية $f(x)$ ودالة توزيع $F(x)$ فإن دالة التوزيع للاحصائية المرتبة Y_j يكون

$$F_j(x) = p_r(Y_j \leq x) \quad \forall j = 1, 2, \dots, n$$

وبوساطة تطبيقها على دالة كثافة الاحتمال لثنائي الحدود نحصل على

$$p_r[\text{exactly } j \text{ of the set } \{x_i\} \leq x] = C_j^n [F(x)]^j [1 - F(x)]^{n-j}, \quad j = 0, \dots, n$$

$$F_i(x) = p_r(X_i \leq x) = \sum_{j=i}^n C_j^n [F(x)]^j [1 - F(x)]^{n-j} \quad (3)$$

دالة التوزيع الناتجة ستستخدم لإيجاد دالة كتلة الاحتمال للاحصائية المرتبة للتوزيعات المتقطعة

Mixture Distribution

التوزيعات المختلطة

تعدّ التوزيعات المختلطة من التوزيعات الإحصائية المهمة في مجالات البايولوجية والفيزيائية وفي اختبارات الحياة، حيث تم افتراض ان المجتمع موضوع الدراسة متجانس يمتلك دالة توزيع $F(x, \theta)$ إذ ان الصيغة F معلومة لكن المعلمة θ غير معلومة.

في أكثر الأحيان يكون المجتمع تحت الدراسة غير متجانس. أي انه يحتوي على مجموعة من المجتمعات الجزئية وهي sp_1, sp_2, \dots, sp_k مختلفة بنسب هي p_1, p_2, \dots, p_k على التوالي إذ ان دالة التوزيع في كل مجتمع جزئي هي $F_j(x, \theta_j)$ وان دالة الكثافة الاحتمالية p.d.f. هي $f_j(x, \theta_j)$ [2].

فإذا سحبت عينة عشوائية x_1, x_2, \dots, x_n بحجم n من مجتمع مختلط موزعة على مجتمعات جزئية يمكن تحديد العينة بنوعين من الاختلاط هما:

الحالة الأولى : في هذه الحالة من الممكن تحديد انتماء كل وحدة من وحدات العينة إلى أي مجتمع جزئي sp_j ، أي ان البيانات في هذه الحالة سوف تحتوي على n من المتغيرات العشوائية مجمعة كما يأتي :

$$\{(X_{11}, X_{12}, \dots, X_{1n_1}), (X_{21}, X_{22}, \dots, X_{2n_2}), \dots, (X_{k1}, X_{k2}, \dots, X_{kn_k})\}$$

اذ ان (n_k, \dots, n_2, n_1) حجوم العينات الجزئية للوحدات التي تنتمي إلى المجتمعات الجزئية $s_{p_k}, \dots, s_{p_2}, s_{p_1}$ على التوالي. وان دالة الامكان الأعظم في هذه الحالة هي

$$L(x, n | \theta, p) = \frac{n!}{n_1! \dots n_k!} p_1^{n_1} p_2^{n_2} \dots p_k^{n_k} \prod_{j=1}^k \left\{ \prod_{i=1}^{n_j} f(x_{ji}, \theta_j) \right\} \quad (4)$$

حيث $p_1 + p_2 + \dots + p_k = 1$ و $n = n_1 + n_2 + \dots + n_k$

الحالة الثانية : في هذه الحالة لا نستطيع تحديد انتماء المفردة إلى أي مجتمع جزئي لذلك فان دالة التوزيع تعطى بالصيغة الآتية:

$$G(x) = p_r[X \leq x] = \sum_{j=1}^k p_j F(x, \theta_j) \quad (5)$$

هذا يؤدي إلى ان تكون دالة كثافة الاحتمال p.d.f كالآتي:

$$g(x | \theta, p) = \sum_{j=1}^k p_j f(x, \theta_j) \quad (6)$$

وان دالة الامكان الأعظم للعينة هي :

$$L(x_1, x_2, \dots, x_n | \theta, p) = \prod_{i=1}^n g(x_i, \theta, p) = \prod_{i=1}^n \left\{ \sum_{j=1}^k p_j f(x_i, \theta_j) \right\} \quad (7)$$

التوزيعات الهندسية المختلطة Mixture of geometric distributions

التوزيع الهندسي هو احد التوزيعات المتقطعة وبصورة عامة يقال للمتغير العشوائي X انه يتبع التوزيع الهندسي إذا كانت دالة كثافة الاحتمال [7] .

$$p(x) = \begin{cases} \theta(1-\theta)^x & , x = 0, 1, 2, \dots, 0 < \theta < 1 \\ 0 & , \text{otherwise} \end{cases} \quad (8)$$

ودالة التوزيع

$$F(x) = \sum_{x=0}^x p(x) = 1 - (1-\theta)^{x+1}$$

ويفضل تعريف هذا التوزيع عندما $x=1, 2, 3, \dots$ حيث يكون شكل التوزيع [11].

$$p(x) = \begin{cases} \theta(1-\theta)^{x-1} & , x = 1, 2, \dots, 0 < \theta < 1 \\ 0 & , \text{otherwise} \end{cases} \quad (9)$$

حيث تعد التوزيعات الهندسية هي إحدى التوزيعات الهندسية المختلطة وعندما $k=1$ إما إذا كان المجتمع المتجانس يحتوي على مجتمعين جزئيين أي عندما $k=2$ وكانت دالة التوزيع لكل مجتمع جزئي هي :

$$F_j(x_i, \theta_j) = 1 - (1-\theta_j)^{x_i}, x_i = 1, 2, 3, \dots, i = 1, 2, 3, \dots, n \quad 0 < \theta_j < 1, j = 1, \dots, k$$

فان دالة الامكان للتوزيع الهندسي المختلط وباستخدام الصيغة (4) تكون بالشكل الاتي :

$$L(x_1, \dots, x_n, n | \theta_j, p_j) = \frac{n!}{n_1! n_2!} p_1^{n_1} p_2^{n_2} \theta_1^{n_1} \theta_2^{n_2} (1-\theta_1)^{\sum_{i=1}^{n_1} (x_{1i}-1)} (1-\theta_2)^{\sum_{i=1}^{n_2} (x_{2i}-1)} \quad (10)$$

دالة كثافة الاحتمال الحدية للمتغير العشوائي X للتوزيع الهندسي المختلط وعندما $k=2$ ومن المعادلة (6)

$$p(x, \theta_j, p_j) = p_1 (\theta_1 (1-\theta_1)^{x-1}) + (1-p_1) (\theta_2 (1-\theta_2)^{x-1}) \quad (11)$$

$$x = 1, 2, \dots, 0 < p < 1, 0 < \theta_1, \theta_2 < 1$$

وبما ان العزم k للتوزيع الهندسي المختلط وباستخدام الدالة المولدة للعزوم

$$M_x(t) = \sum_{x=1}^{\infty} e^{xt} p(x, \theta_j, p_j) \quad (12)$$

وبعد اشتقاقها عدة مرات وتعويض $t=0$ يكون عندئذ العزم الأول حول نقطة الأصل للمتغير العشوائي X [8]

$$M_1 = \frac{p_1}{\theta_1} + \frac{(1-p_1)}{\theta_2} \quad (13)$$

والعزم الثاني حول نقطة الأصل للمتغير العشوائي X

$$M_2 = \frac{p_1(2-\theta_1)}{\theta_1^2} + \frac{(1-p_1)(2-\theta_2)}{\theta_2^2} \quad (14)$$

مميزات التوزيعات الهندسية المختلطة

Characterizations of Mixture of Geometric distributions

سيتم استعراض بعض المميزات للتوزيعات الهندسية المختلطة وكناتج لبعض المميزات في التوزيعات الاسية المختلطة [9].

مميزات بوساطة العزوم للإحصائيات المرتبة

Characterizations by moments of order statistics

نتيجة (1)

لكل $i=0, 1, \dots, n=i+1, i+2, \dots$ فان

$$M_{i+1,n}^{(2)} - M_{i,n}^{(2)} = M_{i+1,n} - M_{i,n} - 2 \sum_{k=0}^i C_i^n C_k^i (-1)^{i-k-1} \sum_{x_i=0}^{\infty} x_i \left[p_1 (1-\theta_1)^{x_i} + (1-p_1) (1-\theta_2)^{x_i} \right]^{n-k}$$

إذا كان $F(x)$ هو خليط من توزيعين هندسيين بمعدلين $\frac{1}{\theta_1}$ و $\frac{1}{\theta_2}$.

البرهان:- بما إن

$$F(x) = p_1 [1 - (1-\theta_1)^x] + (1-p_1) [1 - (1-\theta_2)^x]$$

$$= 1 - p_1(1 - \theta_1)^x - (1 - p_1)(1 - \theta_2)^x, x = 1, 2, \dots, \\ 0 < \theta_1, \theta_2 \leq 1, 0 < p_1 < 1 \quad (15)$$

$$M_{i,n} = E\{X_{i,n}\} = \sum_{x_i=1}^{\infty} x_i p(x_i)$$

$$p(x_i) = F_i(x_i) - F_i(x_i - 1), x_{i=1,2,3,\dots}$$

وممكن إيجاد دالة التوزيع من (3)

$$F_i(X_i) = \sum_{j=i}^n C_j^n [F(X_i)]^j [1 - F(X_i)]^{n-j}$$

بإضافة وطرح (1) للمقدار $[F(X_i)]^j$ واستخدام مفكوك ذي الحدين

$$F_i(X_i) = \sum_{j=i}^n \sum_{k=0}^j C_j^n C_k^j (-1)^{j-k} [1 - F(X_i)]^{j-k} [1 - F(x_i)]^{n-j} \quad (16)$$

$$F_i(X_{i-1}) = \sum_{j=i}^n \sum_{k=0}^j C_j^n C_k^j (-1)^{j-k} [1 - F_i(X_{i-1})]^{n-k} \quad (17)$$

وبتعويض (16) و (17) في $p_i(x_i)$ نجد

$$M_{i,n} = \sum_{j=i}^n \sum_{k=0}^j C_j^n C_k^j (-1)^{j-k} \left\{ \sum_{x_i=1}^{\infty} x_i [1 - F(X_i)]^{n-k} - [1 - F(X_i - 1)]^{n-k} \right\}$$

وبفك حدود المتسلسلة

$$M_{i,n} = \sum_{j=i}^n \sum_{k=0}^j C_j^n C_k^j (-1)^{j-k+1} \sum_{x_i=1}^{\infty} [1 - F(X_i)]^{n-k} \quad (18)$$

و بالطريقة نفسها نستخرج

$$M_{i,n}^{(2)} = \sum_{j=i}^n \sum_{k=0}^j C_j^n C_k^j (-1)^{j-k+1} \sum_{x_i=0}^{\infty} (2x_i + 1) [1 - F(X_i)]^{n-k} \quad (19)$$

$$(M_{i+1,n}^{(2)} - M_{i,n}^{(2)}) = \sum_{j=i+1}^n \sum_{k=0}^j C_j^n C_k^j (-1)^{j-k+1} \sum_{x_{i+1}=0}^{\infty} (2x_{i+1} + 1) [1 - F(X_{i+1})]^{n-k}$$

$$- \sum_{j=i}^n \sum_{k=0}^j C_j^n C_k^j (-1)^{j-k+1} \sum_{x_i=0}^{\infty} (2x_i + 1) [1 - F(X_i)]^{n-k}$$

وبتوزيع المتسلسلة وحذف الحدود المتشابهة نحصل على

$$(M_{i+1,n}^{(2)} - M_{i,n}^{(2)}) = M_{i+1,n} - M_{i,n} - 2 \sum_{k=0}^i C_i^n C_k^i (-1)^{i-k+1} \sum_{x_i=1}^{\infty} x_i [1 - F(X_i)]^{n-k}$$

$$(M_{i+1,n}^{(2)} - M_{i,n}^{(2)}) = M_{i+1,n} - M_{i,n}$$

$$- 2 \sum_{k=0}^i C_i^n C_k^i (-1)^{i-k+1} \sum_{x_i=1}^{\infty} x_i [p_1(1 - \theta_1)^{x_i} + (1 - p_1)(1 - \theta_2)^{x_i}]^{n-k}$$

نتيجة (2)

إذا كان $F(x)$ هو خليط من توزيعين هندسيين بمعدلين $\frac{1}{\theta_1}$ و $\frac{1}{\theta_2}$ فإن لكل $i=1,2,\dots,n=i,i+1,i+2,\dots$

$$M_{i,n}^{(2)} - M_{i-1,n-1}^{(2)} = M_{i,n} - M_{i-1,n-1} - 2 \sum_{j=i-1}^{n-1} \sum_{k=0}^i C_i^{n-1} C_k^i (-1)^{i-k+1} \sum_{x_i=0}^{\infty} x_i [P_1(1-\theta_1)^{x_i} + (1-p_1)(1-\theta_2)^{x_i}]^{n-k} \\ + 2 \sum_{j=i}^n \sum_{k=0}^i C_i^n C_k^i (-1)^{i-k+1} \sum_{x_i=0}^{\infty} x_i [P_1(1-\theta_1)^{x_i} + (1-p_1)(1-\theta_2)^{x_i}]^{n-k}$$

البرهان : باستخدام الأسلوب نفسه لنتيجة (1) نستطيع تحقيق هذه المبرهنة.

مميزات بوساطة التوقعات الشرطية Characterizations by conditional Expectation

سيتم استعراض المميزات بوساطة التوقعات الشرطية للتوزيع الهندسي ومن ثم تعميمه للتوزيعات الهندسية المختلطة.

مبرهنة (1) [10]

المتغير العشوائي غير السالب X يتبع التوزيع الهندسي أي

$$P_i = \begin{cases} c & \text{if } i = 0 \\ (1-c)\theta(1-\theta)^{i-1} & \text{if } i = 1,2,\dots \end{cases} \quad 0 < \theta \leq 1, \quad 0 \leq c < 1$$

إذا وفقط إذا $E\{X|X > y\} = [y] + \frac{E(x)}{1-p(x=0)} \forall y$ حيث $[y]$ يمثل الجزء الصحيح من Y .
البرهان : ليكن $P(x=0) = 0$ وبالتالي المبرهنة (1) تصبح

$$E\{X|X > y\} = [y] + E(x) \forall Y$$

إذا وفقط إذا X يتوزع توزيعاً هندسياً. وبما إن

$$E\{X|X > y\} = E\{X|X > [y]\}$$

لكل Y عدد صحيح. لان

$$p([y] < X < y) = p(X < y) - p(X < [y]) = 0$$

ولتكن $\rho_\ell = p(X = \ell)$ تمثل دالة كثافة الاحتمال حيث $\ell = 0,1,2,\dots$ لذلك يمكن صياغة المبرهنة بالشكل : X متغير عشوائي صحيح غير سالب يعود إلى التوزيع الهندسي إذا وفقط إذا

$$E\{X|X > [y]\} = [y] + E(x)$$

$$\sum_{\ell=i+1}^{\infty} \ell \frac{\rho_{\ell}}{1-F(i)} = [i] + E(x)$$

$$\begin{aligned} \sum_{\ell=i+1}^{\infty} \ell \rho_{\ell} &= ([i] + E(x)) [1 - F(i)] \\ &= (i + E(x)) \left(1 - \sum_{\ell=0}^i \rho_{\ell}\right) \end{aligned}$$

إذن

$$\sum_{\ell=i+1}^{\infty} \ell \rho_{\ell} = (i + E(x)) \left(\sum_{\ell=i+1}^{\infty} \rho_{\ell} \right), \quad i = 0, 1, 2, \dots \quad (20)$$

$$\sum_{\ell=i+1}^{\infty} \ell \rho_{\ell} - \sum_{\ell=i+2}^{\infty} \ell \rho_{\ell} = (i + E(x)) \sum_{\ell=i+1}^{\infty} \rho_{\ell} - (i+1 + E(x)) \left(\sum_{\ell=i+2}^{\infty} \rho_{\ell} \right)$$

وبفتح الحدود

$$(i+1)p_{i+1} = (i + E(x)) \sum_{\ell=i+1}^{\infty} \rho_{\ell} - (i + E(x)) \sum_{\ell=i+2}^{\infty} \rho_{\ell} - \sum_{\ell=i+2}^{\infty} \rho_{\ell}$$

وبحذف الحدود المتشابهة

$$(i+1)p_{i+1} = (i + E(x)) p_{i+1} - \sum_{\ell=i+2}^{\infty} \rho_{\ell}, \quad i = 0, 1, 2, \dots \quad (21)$$

ثم

$$(E(x) - 1) p_{i+1} = \sum_{\ell=i+2}^{\infty} \rho_{\ell} \quad (22)$$

وبتعويض i بدل كل من i+1

$$(E(x) - 1) p_i = \sum_{\ell=i+1}^{\infty} \rho_{\ell}$$

$$= p_{i+1} + \sum_{\ell=i+2}^{\infty} \rho_{\ell}$$

(22) وتعويض

$$(E(x) - 1) p_i = p_{i+1} + (E(x) - 1) p_{i+1}$$

إذن

$$(E(x) - 1) p_i = E(x) p_{i+1}, \quad i = 1, 2, \dots$$

$$p_{i+1} = \left(\frac{E(x) - 1}{E(x)} \right) p_i, \quad i = 1, 2, \dots$$

$$p_{i+1} = \left(\frac{E(x) - 1}{E(x)} \right)^i p_1, \quad i = 0, 1, 2, \dots \quad (23)$$

وبما إن $E(x)$ يمثل المعدل $\rho_1 = \rho(T=1) = \theta = (E(x))^{-1}$ فمن الواضح إن (23) يحقق (21) ولتعميم مبرهنة (1) للتوزيعات الهندسية المختلطة التي يمكن صياغتها بالنتيجة الآتية

نتيجة (3) [11]

إذا كان المتغير العشوائي غير السالب له دالة توزيع وله دالة كثافة احتمال $F(x)$ و $f(x)$ على التوالي توزيعه يكون خليط من توزيعين هندسيين بمعدلات $\frac{1}{\theta_1}$ و $\frac{1}{\theta_2}$ فإن

$$E\{X|X > y\} = y + \left(\frac{1}{\theta_1} + \frac{1}{\theta_2}\right) - \frac{1}{\theta_1 \theta_2} \left(\frac{p_1 \theta_1 (1 - \theta_1)^y + (1 - p_1) \theta_2 (1 - \theta_2)^y}{1 - F(y)} \right)$$

لكل $y = 1, 2, 3, \dots$

البرهان: بما إن دالة كثافة الاحتمال لـ X معرفة في (11) فإن

$$E\{X|X > y\} = \sum_{x=y+1}^{\infty} \frac{xp(x)}{1 - F(y)}$$

حيث $[y]$ يمثل الجزء الصحيح من Y .

$$E\{X|X > y\} = \frac{1}{1 - F(y)} \sum_{x=y+1}^{\infty} x [p_1 \theta_1 (1 - \theta_1)^{x-1} + (1 - p_1) \theta_2 (1 - \theta_2)^{x-1}]$$

وبفك حدود المتسلسلة وتوزيع الأقواس

$$E\{X|X > y\} = \frac{1}{1 - F(y)} \left[p_1 \theta_1 y (1 - \theta_1)^y \sum_{k=1}^{\infty} (1 - \theta_1)^{k-1} + p_1 (1 - \theta_1)^y \sum_{k=1}^{\infty} \theta_1 k (1 - \theta_1)^{k-1} \right. \\ \left. + (1 - p_1) \theta_2 y (1 - \theta_2)^y \sum_{k=1}^{\infty} (1 - \theta_2)^{k-1} + (1 - p_1) (1 - \theta_2)^y \sum_{k=1}^{\infty} \theta_2 k (1 - \theta_2)^{k-1} \right]$$

وبما إن

$$E(x) = \sum_{x=1}^{\infty} x \theta_1 (1 - \theta_1)^{x-1} = \frac{1}{\theta_1}$$

وباستخدام العلاقة إذا كانت $\sum_{n=1}^{\infty} ar^{n-1}$ متسلسلة هندسية و $|r| < 1$ فإن

$$\sum_{n=1}^{\infty} ar^{n-1} = \frac{a}{1 - r} \quad (24)$$

$$E\{X|X > y\} = \frac{1}{1 - F(y)} \left[y(p_1 (1 - \theta_1)^y + (1 - p_1) (1 - \theta_2)^y) + \frac{p_1}{\theta_1} (1 - \theta_1)^y + \frac{(1 - p_1)}{\theta_2} (1 - \theta_2)^y \right]$$

بإضافة وطرح المقدار $\frac{p_1}{\theta_1} (1 - \theta_1)^y$ و $\frac{(1 - p_1)}{\theta_2} (1 - \theta_2)^y$ وباستخدام (15) نجد

$$E\{X|X > y\} = y + \left(\frac{1}{\theta_1} + \frac{1}{\theta_2}\right) - \left(\frac{p_1 \theta_1 (1 - \theta_1)^y + (1 - p_1) \theta_2 (1 - \theta_2)^y}{\theta_1 \theta_2 [1 - F(y)]} \right), y = 1, 2, 3, \dots$$

بعض طرائق تقدير معالم التوزيع الهندسي المختلط

Some Methods Estimation Parameters Mixture of Geometric Distribution

سيتم التطرق إلى بعض طرائق تقدير معالم التوزيع الهندسي المختلط وللحالتين ففي الحالة الأولى سنأخذ طريقة الامكان الأعظم وللحالة الثانية طريقة العزوم.

طريقة الامكان الأعظم Maximum Likelihood Method

للحالة الأولى أي إن مقدر الامكان الأعظم (MLE) لمعالم ولتوزيع الهندسي المختلط وعندما $K=2$ وكما معرفة في الصيغة (10) يمكن الحصول عليه باشتقاق لوغاريتم دالة الامكان ومساواة الناتج بالصفر لذا

$$\log L = \log k + n_1 \log p_1 + (n - n_1) \log(1 - p_1) + n_1 \log \theta_1 + (n - n_1) \log \theta_2 + \sum_{i=1}^{n_1} (x_{1i} - 1) \log(1 - \theta_1) + \sum_{i=1}^{n_2} (x_{2i} - 1) \log(1 - \theta_2)$$

$$k = \frac{n!}{n_1! n_2!} \text{ حيث}$$

$$\frac{\partial \log L}{\partial p_1} = \frac{n_1}{p_1} - \frac{(n - n_1)}{1 - p_1} = 0 \quad (25)$$

$$\frac{\partial \log L}{\partial \theta_1} = \frac{n_1}{\theta_1} - \frac{\sum_{i=1}^{n_1} x_{1i} - n_1}{1 - \theta_1} = 0 \quad (26)$$

$$\frac{\partial \log L}{\partial \theta_2} = \frac{(n - n_1)}{\theta_2} - \frac{\sum_{i=1}^{n_2} x_{2i} - n_2}{1 - \theta_2} = 0 \quad (27)$$

وبحل المعادلات الأنفة نحصل على مقدر الامكان الأعظم للمعالم θ_1 و θ_2 و p_1

$$\hat{p}_1 = \frac{n_1}{n}$$

$$\hat{\theta}_1 = \frac{1}{\bar{x}_1}$$

$$\hat{\theta}_2 = \frac{1}{\bar{x}_2}$$

$$\bar{x}_2 = \frac{\sum_{i=1}^{n_2} x_{2i}}{n_2} \text{ و } \bar{x}_1 = \frac{\sum_{i=1}^{n_1} x_{1i}}{n_1} \text{ حيث}$$

Moment method

طريقة العزوم

عندما تكون دالة التوزيع الهندسي المختلط لمجتمعين معرفة كما في (11) وبحل المعادلات (13) و (14) والمعادلة (28) وباستخدام طريقة العزوم في تقدير المعلمات كما اوجدها Rider في عام (1961) [12] يمكن تقدير المعالم.

$$M_3 = p_1 \left(\frac{6 - 6\theta_1 + \theta_1^2}{\theta_1^3} \right) + (1 - p_1) \left(\frac{6 - 6\theta_2 + \theta_2^2}{\theta_2^3} \right) \quad (28)$$

$$\begin{vmatrix} M_1 & \frac{1}{\theta_1} - \frac{1}{\theta_2} & \frac{1}{\theta_2} \\ M_2 & \frac{2 - \theta_1}{\theta_1^2} - \frac{2 - \theta_2}{\theta_2^2} & \frac{2 - \theta_2}{\theta_2^2} \\ M_3 & \frac{6 - 6\theta_1 + \theta_1^2}{\theta_1^3} - \frac{6 - 6\theta_2 + \theta_2^2}{\theta_2^3} & \frac{6 - 6\theta_2 + \theta_2^2}{\theta_2^3} \end{vmatrix} = 0$$

بضرب العمود الثاني بـ $\frac{\theta_1 \theta_2}{\theta_2 - \theta_1}$ والعمود الثالث بـ $-\theta_2$ وإضافته للعمود الثاني

$$\begin{vmatrix} M_1 & 0 & \frac{1}{\theta_2} \\ M_2 & \frac{2}{\theta_1} & \frac{2 - \theta_2}{\theta_2^2} \\ M_3 & \frac{6(\theta_1 + \theta_2 - \theta_1 \theta_2)}{\theta_1^2 \theta_2} & \frac{6 - 6\theta_2 + \theta_2^2}{\theta_2^3} \end{vmatrix} = 0$$

بضرب العمود الثاني بـ $\frac{\theta_1}{2}$ ، ثم نقوم بضرب العمود الثالث بـ θ_2^2 وضرب العمود الثاني بـ (-2) وإضافته للعمود الثالث

$$\begin{vmatrix} M_1 & 0 & \theta_2 \\ M_2 & 1 & -\theta_2 \\ M_3 & \frac{3(\theta_1 + \theta_2 - \theta_1 \theta_2)}{\theta_1 \theta_2} & \frac{\theta_1 \theta_2 - 6}{\theta_1} \end{vmatrix} = 0$$

وبحساب المحدد ينتج

$$0 = -2M_1\theta_1\theta_2 - 6M_1 + 3M_1\theta_1 + 3\theta_2M_1 + 3M_2\theta_1 + 3\theta_2M_2 - 3\theta_1\theta_2M_2 - \theta_1\theta_2M_3 \quad (29)$$

$$\theta_1 = \frac{6M_1 - 3\theta_2M_1 - 3M_2\theta_2}{3M_1 - 2\theta_2M_1 + 3M_2 - 3\theta_2M_2 - \theta_2M_3} \quad (30)$$

ومن المعادلات (13) و (14) نجد

$$\theta_1 = \frac{2\theta_2(M_1 - \frac{1}{\theta_2})}{(\theta_2 - 2)M_1 + \theta_2 M_2} \quad (31)$$

ومن المساواة بين (30) و (31)

$$[-M_1^2 + 3M_2^2 - 2M_1M_3]\theta_2^2 + [-6M_1^2 - 6M_1M_2 + 4M_1 + 6M_2 + 2M_3]\theta_2 + 12M_1^2 - 6M_1 - 6M_2 = 0 \quad (32)$$

وبمساواة عزوم المجتمع M_1, M_2, M_3 المقدر مع عزوم العينة m_1, m_2, m_3 في المعادلة

(32) نحصل على $\hat{\theta}_{22}, \hat{\theta}_{22}^*$ كجذرين للمعادلة [13]

$$[-m_1^2 + 3m_2^2 - 2m_1m_3]\theta_2^2 + [-6m_1^2 - 6m_1m_2 + 4m_1 + 6m_2 + 2m_3]\theta_2 + 12m_1^2 - 6m_1 - 6m_2 = 0$$

يمكن كتابتها بالشكل

$$a\theta_2^2 + b\theta_2 + c = 0$$

حيث

$$a = -m_1^2 + 3m_2^2 - 2m_1m_3$$

$$b = -6m_1^2 - 6m_1m_2 + 4m_1 + 6m_2 + 2m_3$$

$$c = 12m_1^2 - 6m_1 - 6m_2$$

وبوضع $\hat{\theta}_{22}$ في المعادلة (30) أو (31) نحصل على $\hat{\theta}_{12}$

$$\hat{\theta}_{12} = \frac{6m_1 - 3\hat{\theta}_{22}m_1 - 3m_2\hat{\theta}_{22}}{3m_1 - 2\hat{\theta}_{22}m_1 + 3m_2 - 3\hat{\theta}_{22}m_2 - \hat{\theta}_{22}m_3} \quad \text{أو}$$

$$\hat{\theta}_{12} = \frac{2\hat{\theta}_{22}(m_1 - \frac{1}{\hat{\theta}_{22}})}{(\hat{\theta}_{22} - 2)m_1 + \hat{\theta}_{22}m_2}$$

ومن (13) نجد

$$\hat{p}_1 = \frac{m_1\hat{\theta}_{12}\hat{\theta}_{22} - \hat{\theta}_{12}}{\hat{\theta}_{22} - \hat{\theta}_{12}}$$

الجانب التجريبي

يعرض هذا الجانب من البحث مقارنة مقدرات المعالم التي توصلنا اليها لكل من طريقة الامكان الاعظم وطريقة العزوم في تقدير معالم التوزيع الهندسي المختلط ولدالة الامكان في الحالة الثانية باستخدام طريقة البحث المباشر (Direct search). اذ اشتمل هذا الجانب على عرض بعض المفاهيم العامة عن المحاكاة لتكون مقدمة لوصف مراحل تجارب المحاكاة، كما تضمن عرضاً لنتائج المحاكاة وتحليلها.

Simulation

المحاكاة

هو عملية تمثيل او تقليد للواقع الحقيقي باستخدام نماذج معينة. ومن مزايا طريقة المحاكاة انها تختصر وقت تنفيذ العملية التي تحتاج الى فترات زمنية طويلة الى بضع دقائق في الحاسب الالى. وكذلك السيطرة على التجربة فقد تكون تجربة المحاكاة هي التنفيذ لعدة مرات للتجربة ، وذلك بتغيير المعالم لاختبار سلوك النظام تحت مختلف الشروط والمواقع.

ولكن من عيوبها صعوبة تحديد القيم الأولية لمعاملات النموذج. ومن الأمور الأساسية للمحاكاة باستخدام الحاسبة الالكترونية هو وضع برنامج يمثل سلوك العملية الحسابية بشكل مقارب للواقع الحقيقي. وان اول مراحل استخدام المحاكاة هو توليد المتغير العشوائي قيد الدراسة.

مراحل تجارب المحاكاة Stages of Simulation Experiments

تتضمن بناء تجارب المحاكاة اربع مراحل مهمة وهي على النحو الاتي :

المرحلة الاولى / اختبار حجم العينة n

لقد تم اختيار حجوم عينة لكل مجتمع جزئي وهي $(n_1=30,30,70)$ يمثل حجم العينة للمجتمع الجزئي الاول و $(n_2=30,70,200)$ يمثل حجم العينة للمجتمع الجزئي الثاني اما $(n=n_1+n_2)$ يمثل حجم العينة ، كذلك تم تحديد قيم افتراضية لمعالم القياس θ_1 و θ_2 حيث θ_1 تمثل معلمة القياس للمجتمع الجزئي الاول و θ_2 تمثل معلمة القياس للمجتمع الجزئي الثاني، وتم اجراء اربع تجارب، حيث كانت قيم المعالم مبينة ازاء كل تجربة وكما موضح في الجدول ادناه:

التجربة \ المعلمة	1	2	3	4
θ_1	0.2	0.2	0.3	0.3
θ_2	0.2	0.7	0.4	0.7

القيمة الافتراضية للنسبة P يتم تحديدها من خلال العلاقة $P = \frac{n_1}{n}$

المرحلة الثانية / توليد البيانات

يتم في هذه المرحلة توليد ارقام عشوائية ذات توزيع هندسي مختلط وذلك من خلال استخدام اسلوب التوزيع المعكوس (inverse transform method).

المرحلة الثالثة / ايجاد المقدرات

في هذه المرحلة تم تقدير معالم القياس θ_1 و θ_2 والنسبة P لمجمعتين جزئيتين في التوزيع الهندسي المختلط وبحسب طرائق التقدير التي تطرقنا اليها و الموجودة في الصيغ السابقة.

المرحلة الرابعة / المقارنة

تم المقارنة بين طرائق تقدير معالم القياس والنسبة لتوزيع الهندسي المختلط ، وباستخدام المقياس الاحصائي (متوسط مربعات الخطا mean square error) لاجراء المقارنة بين طرائق تقدير معالم القياس والنسبة والذي يكون بالصيغة الاتية :

$$MSE(\hat{\theta}) = \frac{1}{L} \sum_{i=1}^L (\hat{\theta}_i - \theta)^2$$

اذ ان

$\hat{\theta}_i$: تمثل تقدير معالم القياس او النسبة حسب الطرائق المستخدمة

L : تمثل عدد المكررات لكل تجربة حيث كانت $L = 1000$

ومن الملاحظ ان افضل مقدر هو المقدر الذي يكون له اقل قيمة لمتوسط مربعات الخطا

جدول -1: قيم تقدير المعالم لمختلف أحجام العينات الجزئية وقيم المعالم الافتراضية بطريقة العزوم وطريقة الأماكن الأعظم

الحجوم	قيم المعالم الافتراضية			M.O.M.			M.L.M.		
	P	θ_1	θ_2	p	θ_1	θ_2	p	θ_1	θ_2
$n_1=30$ $n_2=30$	0.500	0.200	0.200	0.272	0.712	0.342	0.291	0.203	0.203
	0.500	0.200	0.700	0.558	0.397	0.715	0.421	0.187	0.739
	0.500	0.300	0.400	0.350	0.595	0.697	0.280	0.256	0.418
	0.500	0.300	0.700	0.300	0.483	0.628	0.318	0.293	0.673
$n_1=30$ $n_2=70$	0.300	0.200	0.200	0.317	0.329	0.372	0.300	0.165	0.250
	0.300	0.200	0.700	0.349	0.431	0.716	0.286	0.214	0.708
	0.300	0.300	0.400	0.237	0.664	0.572	0.318	0.295	0.435
	0.300	0.300	0.700	0.227	0.674	0.654	0.294	0.310	0.733
$n_1=30$ $n_2=200$	0.130	0.200	0.200	0.200	0.421	0.274	0.251	0.165	0.239
	0.130	0.200	0.700	0.261	0.471	0.649	0.247	0.308	0.785
	0.130	0.300	0.400	0.228	0.777	0.668	0.374	0.312	0.453
	0.130	0.300	0.700	0.252	0.673	0.725	0.239	0.387	0.776
$n_1=70$ $n_2=70$	0.500	0.200	0.200	0.549	0.415	0.397	0.276	0.169	0.243
	0.500	0.200	0.700	0.699	0.333	0.660	0.405	0.177	0.686
	0.500	0.300	0.400	0.202	0.773	0.545	0.317	0.268	0.435
	0.500	0.300	0.700	0.675	0.684	0.728	0.352	0.258	0.708

جدول-2: قيم متوسط مربعات الخطا لمختلف أحجام العينات الجزئية وقيم المعالم الافتراضية بطريقة العزوم وطريقة الأماكن الأعظم

الحجوم	قيم المعالم الافتراضية			MSE M.O.M.			MSE M.L.M.		
	P	θ_1	θ_2	p	θ_1	θ_2	p	θ_1	θ_2
$n_1=30$ $n_2=30$	0.500	0.200	0.200	0.137	0.196	0.108	0.115	0.003	0.010
	0.500	0.200	0.700	0.103	0.171	0.183	0.123	0.010	0.049
	0.500	0.300	0.400	0.100	0.195	0.076	0.120	0.014	0.0025
	0.500	0.300	0.700	0.103	0.167	0.035	0.111	0.039	0.206
$n_1=30$ $n_2=70$	0.300	0.200	0.200	0.120	0.027	0.187	0.110	0.004	0.014
	0.300	0.200	0.700	0.111	0.122	0.109	0.043	0.019	0.048
	0.300	0.300	0.400	0.101	0.206	0.155	0.088	0.013	0.026
	0.300	0.300	0.700	0.106	0.127	0.013	0.068	0.032	0.075
$n_1=30$ $n_2=200$	0.130	0.200	0.200	0.188	0.111	0.051	0.103	0.003	0.012
	0.130	0.200	0.700	0.169	0.137	0.037	0.086	0.056	0.082
	0.130	0.300	0.400	0.179	0.263	0.133	0.159	0.012	0.027
	0.130	0.300	0.700	0.172	0.178	1.597	0.092	0.061	0.097
$n_1=70$ $n_2=70$	0.500	0.200	0.200	0.101	0.159	0.117	0.147	0.003	0.014
	0.500	0.200	0.700	0.072	0.112	0.058	0.052	0.006	0.047
	0.500	0.300	0.400	0.085	0.101	0.039	0.1266	0.012	0.047
	0.500	0.300	0.700	0.090	0.114	0.030	0.100	0.019	0.086

تحليل النتائج

أولاً: معالم القياس والنسبة

من ملاحظة نتائج المحاكاة الموضحة بالجدول (1) الخاصة بمعالم القياس والنسبة المختلفة نجد أنه:

- (أ) عند حجم العينة الصغيرة ($n=60$)
نلاحظ أن مقدرات الامكان الاعظم لاغلب المعالم افضل من مقدرات العزوم لان قيمها اقرب نوعاً ما الى القيم الافتراضية للمعالم
- (ب) عند حجوم العينة المتوسطة
1- عندما ($n=100$) نلاحظ ان مقدرات الامكان الاعظم للمعالم افضل من مقدرات العزوم في كل المعالم.
2- عندما ($n=140$) تكون مقدرات الامكان الاعظم للمعالم افضل من مقدرات العزوم لاغلب المعالم.
- (ج) عند حجم العينة الكبيرة ($n=230$)
نلاحظ ان مقدرات الامكان الاعظم افضل من مقدرات العزوم لبعض المعالم. وبصورة عامة ومن ملاحظة الجدول (1) ولاغلبية حجوم العينة، فان مقدر الامكان الاعظم للمعالم هو الافضل والسبب في ذلك يعود الى انه تعطي قيم تقديرية اقرب للمعالم.
- ثانياً: متوسط مربعات الخطأ

ومن ملاحظة نتائج تجارب المحاكاة في الجدول (2) نجد أنه:

- (أ) عند حجم العينة الصغيرة ($n=60$)
نلاحظ ان مقدرات الامكان الاعظم للمعالم وبالاغتماد على مقياس متوسط مربعات الخطأ كان افضل من مقدرات العزوم ولكن عندما تكون القيمة الافتراضية لـ $\theta_2 = 0.7$ ، $\theta_1 = 0.3$ ، $p = 0.5$ يكون مقدر العزوم θ_2 هو الافضل من مقدر الامكان الاعظم.
- (ب) عند حجوم العينة المتوسطة
1. عندما ($n=100$) نلاحظ ان مقدرات الامكان الاعظم للمعالم وبالاغتماد على مقياس متوسط مربعات الخطأ كان افضل من مقدرات العزوم ولكن عندما تكون القيمة الافتراضية لـ $\theta_2 = 0.7$ ، $\theta_1 = 0.3$ ، $p = 0.3$ يكون مقدر العزوم θ_2 افضل من مقدر الامكان الاعظم.
2. عندما ($n=140$) نلاحظ ان مقدرات الامكان الاعظم للمعالم وبالاغتماد على مقياس متوسط مربعات الخطأ كان افضل من مقدرات العزوم في بعض المعالم.
- (ج) عند حجم العينة الكبيرة ($n=230$)
نلاحظ ان مقدر الامكان الاعظم لمتوسط مربعات الخطأ هو الافضل من مقدر العزوم ومن خلال المقارنة بين مقدرات الامكان الاعظم لمتوسط مربعات الخطأ ومقدرات العزوم وبالاغتماد على مقياس متوسط مربعات الخطأ.

الاستنتاجات

1. يفضل اعتماد الحالة الثانية للتوزيع المختلط لانه لا يمكن دائماً تحديد المفردة الى مجتمع جزئي معين.
2. يمكن تعميم بعض النظريات للتوزيع المختلط الذي يمتلك مجتمع جزئي واحد الى مجتمعين جزئيين او اكثر.
3. يمكن اعتبار أي توزيع (مستمر، متقطع) هو توزيع مختلط يمتلك مجتمع جزئي واحد.

4. في الجانب التجريبي وجد ان مقدار الامكان الاعظم للجدول (2) ولجميع حجوم العينات الجزئية كان هو الافضل والسبب في ذلك يعود الى انه يمتلك اقل قيمة لمتوسط مربعات الخطأ.

التوصيات

1. اعتماد الحالة الثانية للتوزيعات المختلطة حيث لا يمكن تحديد المفردة للمجتمع الجزئي
2. التوسع باستخدام طرائق اخرى في التقدير للمعاملات والمقارنة بينهم باستخدام جانب المحاكاة

المصادر

- 1 البياتي، حسام ناجي، "مقارنة طرائق تقدير أنموذج ويبل للفشل"، أطروحة دكتوراة- كلية الإدارة والاقتصاد- جامعة بغداد (2002).
- 2 البدراني، لمياء محمد علي، "مقارنة بعض طرائق التقدير لمعاملات الانموذج المختلط من الرتبة الاولى باستخدام المحاكاة"، رسالة ماجستير - كلية الإدارة والاقتصاد- جامعة بغداد (2007).
- 3 Kagan, L. and R. "Characterization Problem in Mathematical statistics", John Wiley and Sons, (1978).
- 4 Govindarajulu, Z. "Characterizations of the Exponential Distributions use lower moments of order statistics", D. Reidel Publishing Company. Dordrecht. Holland, vol.3, PP.117-129, (1975).
- 5 Hogg R.V. and Craig A.T. "Introduction to mathematical Statistics", McGraw-Hill international book Company (1978).
- 6 Lindgren B.W. "statistical Theory", Collier Macmillan (1976).
- 7 Weisstein E. "geometric Distribution," From math world", series C FL: CRC. Press LLC, PP.1-4 (1999).
- 8 Zwillinger D. (Ed.), CRC "Standard mathematical tables and formulae", 31st ed. Boca Raton, FL: CRC. Press LLC, PP.630-631 (2003).
- 9 Nassar M.M. and Mahmoud M.R. "On Characterizations Of a mixture of Exponential Distributions", IEEE, vol.R-34, No.5, PP. 484-488 (1985).
- 10 Shanbhag D.N. "the Characterization for exponential and geometries Distribution", J.A.S.A., vol.65, PP.1256-1259 (1970).
- 11 Elsevier B.V. "On an extension of the exponential-geometric distribution", journal of statistic and probability letters, vol.73, PP.259 – 269 (2005).
- 12 Rider P.R. "The method of moment applied to a mixture of two Exponential Distributions", Ann. Math. Statist, 32, PP.143-147 (1961).
- 13 Kotz S. "Characterizations of statistical distributions: A Supplement to recent surveys", International Statist review, vol. 42, pp.39-65 (1974).