



وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

جامعة القادسية

كلية العلوم

قسم علوم الكيمياء

**تحضير وتشخيص ودراسة الفعالية الحيوية
للكاند الازو المحضر من ٢- امينو -٥- نايترو
ثيازول**

بحث تقدمت به الطالبة (شهد جابر محمد)

**إلى مجلس كلية العلوم - قسم علوم الكيمياء وهو جزء من
متطلبات نيل شهادة البكالوريوس - كلية العلوم/علوم
الكيمياء**

بإشراف

م.م. حيدر محمد حسون

بِسْمِ اللّٰهِ الرَّحْمٰنِ الرَّحِیْمِ

((وَقُلْ اَعْمَلُوا فِیْ سَبِیْلِیْ اللّٰهُ عَمَلَکُمْ

وَرَسُوْلَهُ وَالْمُؤْمِنُوْنَ))

صَدَقَ اللّٰهُ الْعَلِیُّ الْعَظِیْمُ

سُوْرَةُ التَّوْبَةِ (الآیة ۱۰۵)

الأهداء

اهداء بحث تخرجي

إلى..... محمد وال بيت محمد (صلوات الله عليهم أجمعين) وإلى حشدنا المقدس.

إلى من جرع الكأس فارغا ليسقيني قطرة حب

إلى من كلت أنامله ليقدّم لنا لحظة سعادة

إلى من حصد الأشواك عن دربي ليمهد لي طريق العلم

إلى القلب الكبير (والدي العزيز)

إلى من أرضعتني الحب والحنان

إلى رمز الحب وبلسم الشفاء

إلى القلب الناصع البياض (والدتي الحبيبة)

إلى القلوب الطاهرة الرقيقة والنفوس البريئة

إلى رياحين حياتي (إخوتي واخواتي)

إلى..... روح صديقتي المرحومة الطالبة ضحى رحيم

إلى..... كل من ساندني في دراستي زملائي وزميلاتي

الشكر والتقدير

الحمد والشكر لله العلي القدير على إتمام هذا البحث والسلام على سيد المرسلين وخاتم الأنبياء محمد (صلى الله عليه وعلى آل بيته الطيبين الطاهرين).

في البدء أود أن أتقدم بجزيل شكري وتقديري الممزوج بخالص احترامي إلى كل من علمني حرفاً وبالأخص الدكتور المحترم (حيدر محمد حسون) لأشرفه على بحثي ولتوجيهاته العلمية القيمة التي مكنتني من إنجاز هذا البحث.

ومن دواعي فخري واعتزازي أن أتقدم بالشكر والتقدير والامتنان إلى أساتذتي الأفاضل في كلية العلوم/ قسم الكيمياء الذين تتلمذت على أيديهم أثناء دراستي.

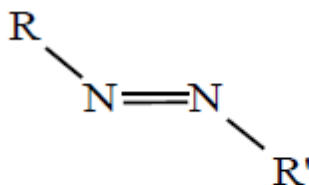
الفهرس

الصفحة	العنوان
١	المقدمة
٤	مركبات الازو
٤	أصناف المجاميع الاروماتية
١٣	تحضير ليكاندات الازو وبعض استعمالاتها
١٥	اهداف البحث
١٦	الجزء العملي
١٨	تحضير الليكاند
١٩	الفعالية الحيوية
٢٠	النتائج والمناقشة
٢٢	الفعالية الحيوية
٢٣	المصادر

المقدمة

يعود الفضل في اكتشاف مركبات الازو سنة ١٨٦٠ الى العالم Greiss وتعرف على انها مركبات عضوية حاوية على ذرتي نيتروجين مرتبطين باصرة مزدوجة (-N=N-) وترتبط على كلا طرفيها مجموعتان عضويتان متجانستان فسميت مركبات الازو المتجانسة او مجموعتين عضويتين احدهما او كلاهما غير متجانسين فسميت مركبات الازو غير المتجانسة الحلقة، حيث من الممكن ان تكون المجموعة اريل او الكيل.

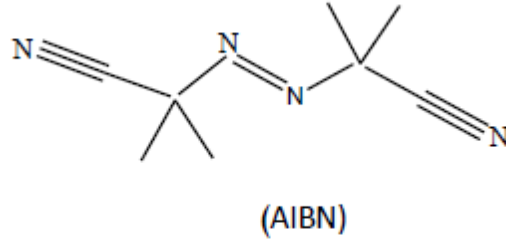
ان التسمية النظامية وفق النظام العالمي (IUPAC) تعرفها كمشتقات للدiazine (diazene) او HN=NH (diimide) حيث تستبدل كلا ذرتي الهيدروجين بمجموعتي فنيل فتسمى عندها diphenyldiazenene او azobenzene واذا كانت المجموعتان العضويتان اليفاتيتين سميت بمركبات الازو الاليفاتية R-N=N-R وهي الأقل شهرة بسبب تفككها السريع الى الهيدروكربونات والنيتروجين. ومثالها المركب diethyl diazene او diethyl azo ET-N=N-ET كما موضح ادناه



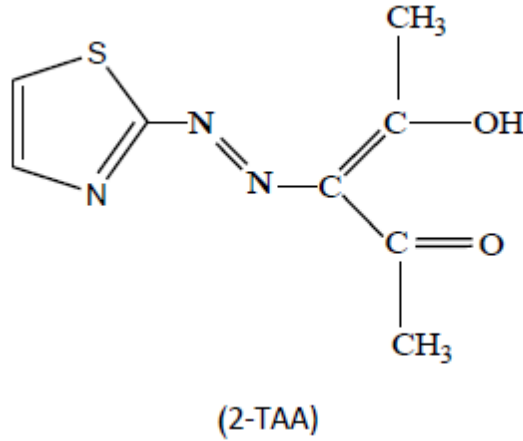
حيث كل من R,R' تمثل مجموعتي اثيل

في درجات الحرارة الملائمة او عند التشعيع فان الاصره (C-N) في مركبات الالكيل ازو تتاصر مع فقدان غاز نيتروجين لتنتج الجذور الحرة وبسبب هذه العملية فان بعض مركبات الازو الالفاتية تستخدم كبادئات في تفاعلات الجذور الحرة مثل المركب azobisis-butylonitrile

(AIBN) المستخدم بشكل واسع في عمليات البلمرة كبادى

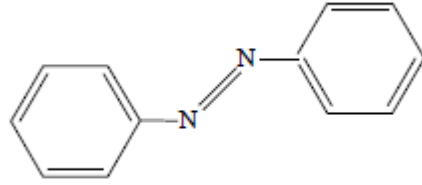


وتزداد استقرارية مركب الازو الالفاتي عندما يحتوي في تركيبه على صيغ رنينية عندها تكون استقرارية عالية كما في صيغة [٣- (٢- ثايوزوليل ازو)] بنتان ٢-٤ دايون (2-TAA) والمبينة صيغتها ادناه.

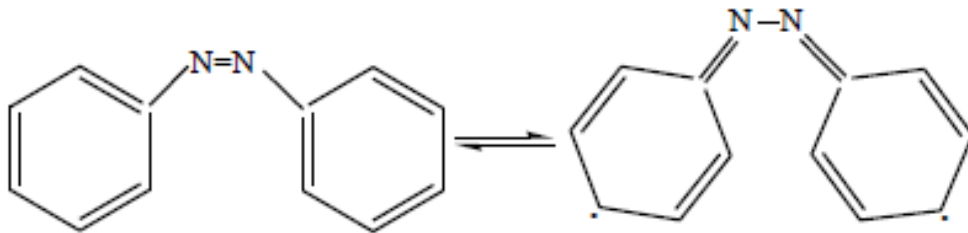


اما اذا كانت المجاميع المرتبطة على طرفي مجموعة الازو الجسرية هي مجاميع اروماتية عندئذ تعرف بمركبات الازو الاروماتية Aryl azo compounds وهي عادة مركبات اكثر انتشارا من مركبات الازو الالفاتية بسبب استقراريتها وسرعة تفاعلها مع الايونات الفلزية واستقرار معقداتها المتكونه لذلك اعتبرت مركبات واسعه الانتشار والاستخدام.

فضلا عن كونها ذات حساسية وانتقائية عاليتين ولعل ابسط مثال لها هو الازو بنزين وكما موضح ادناه:



وبذلك نلاحظ ان سبب استقراريتها وجود الصيغ الرنينية للحلقات الاروماتية المرتبطة على طرفي جسر الازو كما هو الحال في مركب الازو بنزين والموضحة صيغته التركيبية ادناه:



2.1. مركبات الآزو

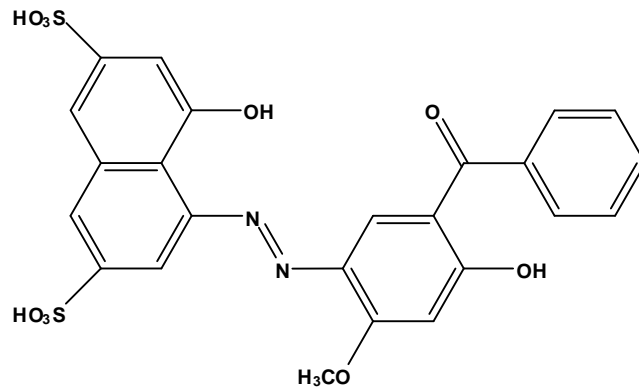
Azo Compounds

تتميز هذه المركبات العضوية بوجود ذرتين النتروجين مرتبطين بأصرة مزدوجة (-N=N-) لتكوين مجموعة الآزو الجسرية. ويعود الفضل إلى العالم كريس (Greiss)⁽¹⁾ حيث تحضير أول صبغة آزو في أوائل النصف الثاني من القرن التاسع عشر وفي العقدين الأخيرين في القرن التاسع عشر حضر العالم كيرتن (Curtins)⁽²⁾ المركبات الآزو الإليفاتية حيث فقدان استقرارها سبب تفككها السريع إلى الهيدروكربون والنيتروجين⁽³⁾، أما مركبات الآزو الأروماتية هي الأوسع في الانتشار والاستقرار والسبب في ذلك الأواصر المزدوجة للمجاميع الأروماتية⁽⁴⁾

وان المجاميع الأروماتية لها أصناف متعددة منها:

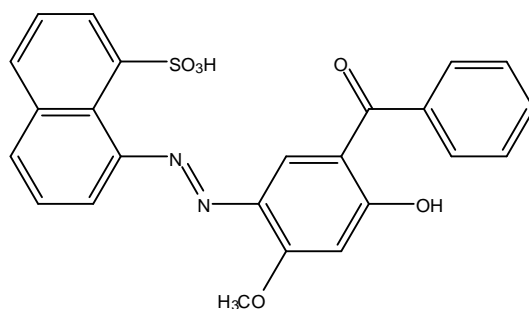
1.2.1. مركبات الآزو المتجانسة الحلقة Homo cyclic Azo Compounds

يندرج من تحت هذا الاسم تلك المركبات الحادية على حلقات أروماتية التي تخلو من الذرات الهجينة (O,S,N) ضمن الحلقة ولكن قد تحتوي على مجاميع فعالة خارج الحلقة مثل (-COOH, -SO₃H, -OH, -SH, -NH₂)⁽⁵⁾. ولو شمل هذه المجاميع موقفاً مراعياً ملائماً مثل الموقع أورثو حيث إلى مجموعة الآزو عندها تهيأ وقع ارتباط جديد مع الأيون الفلزي ويستطيع من خلال تكوين معقد كلابي خماسي أو سداسي الحلقة الفلزية المستقرة ، وعندما تصدق تسميته ووصفه باللكيانت الكلابي⁽³⁾. وفي ادناه بعض الامثلة على تلك الليكاندات⁽⁶⁾.

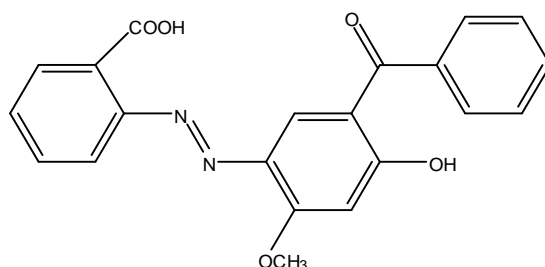


٤-[(٥- بنزويل-٤- هيدروكسي-٢- ميثوكسي فنيل) دياز نيل]-٥- هيدروكسي نفتالين-٢،٧ ثنائي حامض

السلفونيك

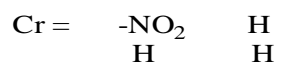
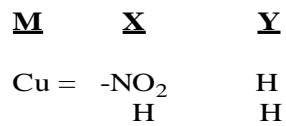
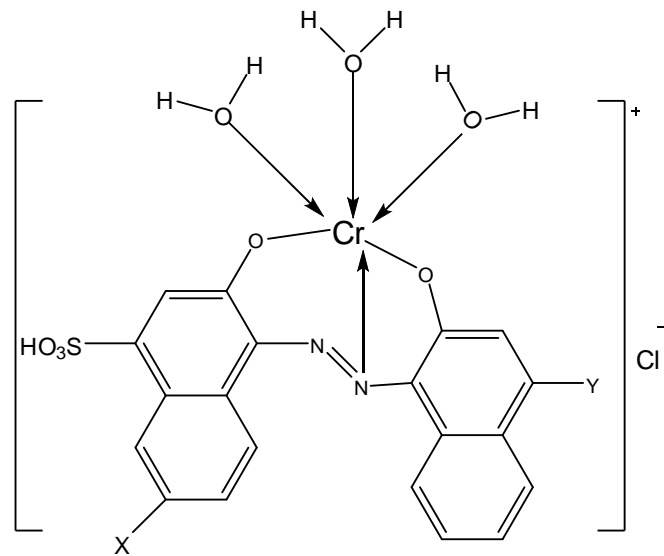
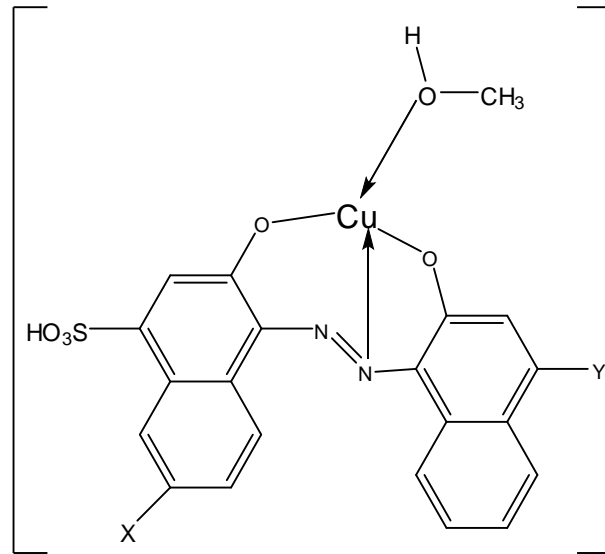


٨- [(٥- بنزويل-٤- هيدروكسي-٢- ميثوكسي فنيل) ديازنييل] نفتالين-١- حامض السلفونيك



٢- [(٥- بنزويل-٤- هيدروكسي-٢- ميثوكسي فنيل) ديازنييل] حامض البنزويك

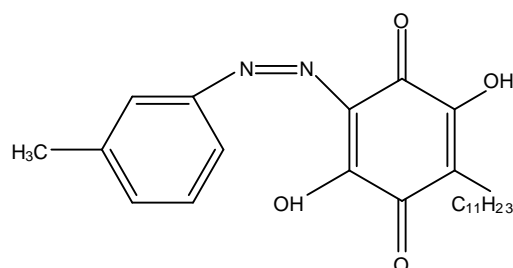
توضح الصيغ التركيبية لليكاندات الأزو الثلاث احتوائها على مجاميع حامضية ، تفقد بروتوناتها عند التناسق مع الايونات الفلزية مسببة اختزال الشحنة الموجبة على الأيون الفلزي عند التناسق ، و توضح الصيغتان التركيبيتان التاليتان عملية ارتباط ليكاندي أزو متجانسي الحلقة مع كل من أيون النحاس (II) و أيون الكروم (III) لتكوين الحلقات الكلابية و اختزال شحنة الايون الفلزي الموجبة⁽⁷⁾.



ومن الجدير بالذكر أن جميع مركبات الأزو المذكورة سابقاً قد أحتوت على مجموعة أزو واحدة وقد يحتوي مركب الأزو على الحذف في مجموعة أزو جسرية (8) حيث يمكن تصنيفها الى

1- ليكاندات أحادية الأزو

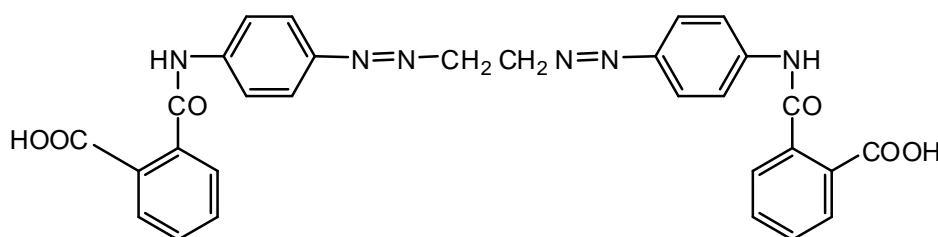
يحتوي هذا الصنف على مجموعة أزو واحدة يمكنها التناسق مع بعض الايونات الفلزية من خلال إحدى ذراتها والنتروجين عندها تعد هذه ليكاندات أحادية الكلابة كمركبات الأزوبنزين (9). أما إذا اعتدت الليكاند على ذرات أخرى أو مجاميع يمكنها التناسق مع أزواجها غير الأصرية عندها يمكن تصنيف الليكاندات احادية الكلاب كما في مركب الازوبنزين اما اذا احتوت اللكانيات على ذرات أخرى او مجاميع يمكنها التناسق مع الأزواج الغير الاصرية وبالتالي يمكنها التنسيق الى ليكاندات ثنائية او ثلاثية الكلاب كما في الشكل الاتي (10).



٢- (٣- مثل فنيل أزو) أمبيلين

2- ليكاندات ثنائية الأزو

يضم هذا النوع من الليكاندات مركبات الأزو في تركيبه على مجموعتين أزو حيث تربط حلقات متجانسة أو غير متجانسة ومن ثم تكلف الليكانات في طبيعة معتمدة على نوع وطبيعة الذرات المانحة مثل ليكاند (EDAL) والذي لم لصيغة التركيبية الاتية(11).

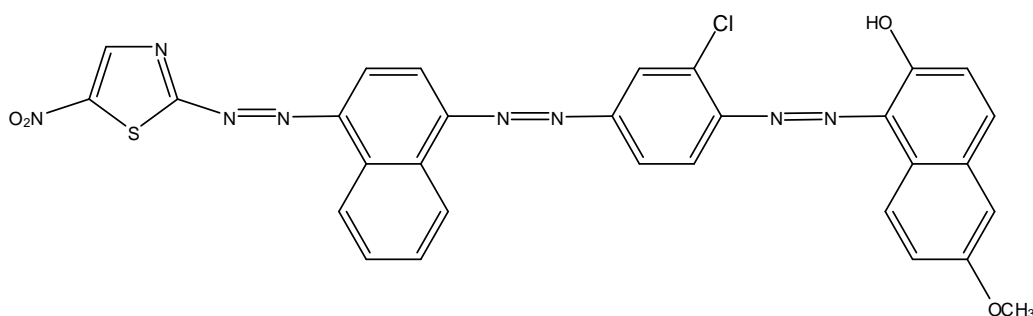


٢،٢- (٤،٤- (ايثن-١،٢- دايل بس (دايزين-١،٢- دايل)) بس (١،٤- فنلين)) بس (أزانيديل) بس (اوكسومثيلين)

داي حامض البنزويك

3- ليكاندات ثلاثية الأزو

يحتوي ليكاندات ثلاثية الأزو مركبات ثلاث مجاميع أزوجسرية تربط فيها بينها حلقات أورماتية مختلفة تحوي على مجاميع معوضة متشابكة في النوع من حيث طبيعتها الكيميائية، الحامضية أو القاعدية كما قد تختلف هذه المجموعات في مواقع تعويضها على الحلقات ولهذه الأسباب قد يصعب تسمية هذه المركبات من أمثلة الليكاندات هي: (12).



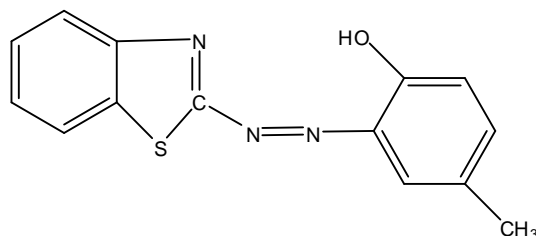
1- [2-كلورو-4-ميتوكسي-5-نايتروثيازول-2-يل]ديازنيل (نفثالين-1-يل)ديازنيل [فنييل ديازنيل-6-ميثوكسي نفثالين-2-أول

كذلك تسمى مركبات بالمركبات رباعية أو خماسية أو متعددة الأزو عند احتواء المركب على أربع أو خمس أو أكثر من مجاميع الأزو في تركيبها (13).

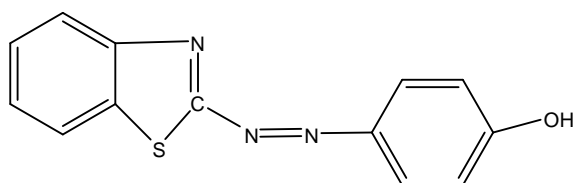
ولاضير في تبين أهمية أنتشار نوع المجاميع المعوضة في تناسق ليكاندات الأزو وحدي أستقرارية مركباتها (14)، وأن لعدد هذه المجاميع المعوضه ونوعيتها وموقعها في الليكاندات و قابليتها على الارتباط بالايون الفلزي و خاصة في الموقع أورثو للحلقة أو الحلقات المرتبطة على جانبي مجموعة الأزو الجسرية لتأثيرها على نوع الحلقات المتكونة، هل كانت خماسية أم سداسية الأضلاع، وتزداد استقرارية المعقدات الناتجة مع زيادة الحلقات الفلزية المتكونة (15)، إضافة الى حجم هذه المجاميع وقاعديتها، و هنالك عوامل أخرى تتعلق بالأيون الفلزي مثل (الشحنة، نصف القطر، الكهروسالبية) (16).

إن وجود مجموعة الهيدروكسيد في الموقع أورثو للحلقة المرتبطة لمجموعة الأزو لم بالغ الأثر إذا تشترك في التناسق مع الايونات الفلزية لتكوين حلقة خماسية، فهي تحذف المجاميع الواهبة للالكترونات لاحتوائها على زوجين من الالكترونات الغير متاصرة التي يمكنها أن ترتبط مع الايونات الفلزية عن طريق أوامر تساهمية أو تناسقية (15-17).

ان وجود مجموعة الهيدروكسيد في الموقع باراحسية لمجموعة الأزو في بعض الليكاندات العضوية يؤدي الى تكوين معقدات ذات استقرارية اقل مما هو عليه عندما تكون في الموقع اورثو. لذلك يصنف المركبات المعوضة في الموقع اورثو على أنها ليكاندات ثلاثية الكلاب (Tridentate) بينما المعوضة في الموقع بارامني ثنائية الكلاب (Bidentate) وكما موضح في المثالين: (18)

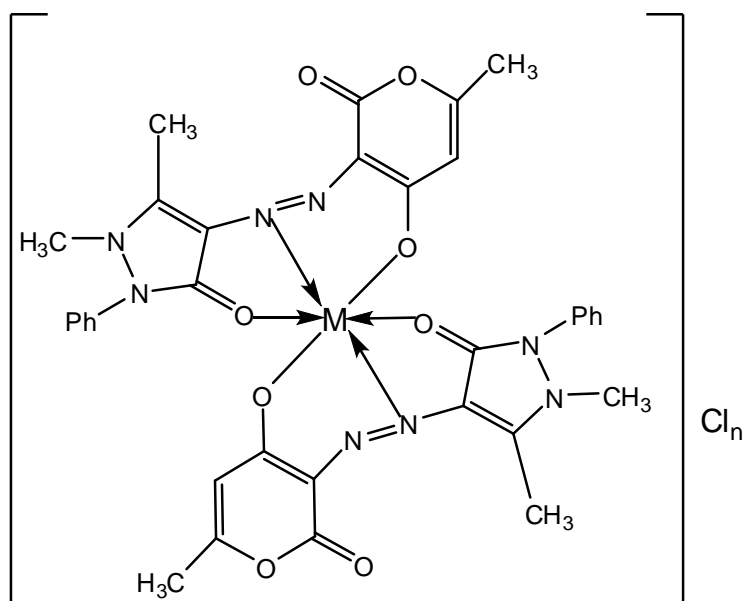


٢-[(٢'-بنزوثيرازوليل آزو)]-٤- مثل فينول



٤-[(٢'-بنزوثيرازوليل آزو)] فينول

إن ارتباط هذه المجموعة المذكورة بعد فقدانها لبروتونها أثناء التناسق يؤدي الى اختزال شحنة المعقد المتكون و كما يضيف من ارتباط ليكاند الأزو المشتق من ٤- أمينو أستبايرين مع أيونات كل من الكروم و الحديد ثلاثية الشحنة الموجبة و الايونات الثنائية (19).



M=Cr(III) and Fe(III) ,n=1

if M=Mn(II), Co(II), Ni(II), or Cu(II) ,n=0

2.2.1.2 مركبات الأزو غير المتجانسة الحلقية cyclic Azo Compounds

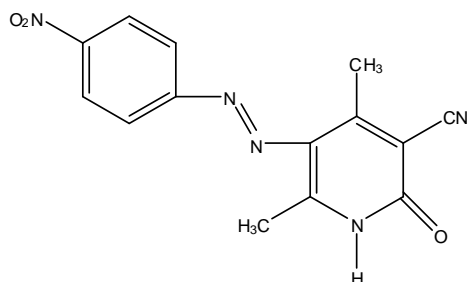
Heter

تكون هذه المركبات الأحدث نسبياً إذا ما قورنت بمركبات الأزو المتجانسة الحلقية، والتي تحتوي حلقاتها الأروماتية على نوعين مختلفين أو الحذف لذرات المغايرة ، وأكثر الأنواع انتشاراً المركبات الحاوية على ذرات مثل (S,O,N) والواهبه للاكترونات⁽²⁰⁾.

حيث شاع أستعمال هذا الصنف من ليكاندات الأزو في كيمياء المعقدات لاحتواء إحدى الحلقات⁽²¹⁾ المرتبط بمجموعة الأزو على ذرة مغايرة واحدة في الأقل يمكنها الدخول في عملية التناسق مع الأيونات الفلزية وتكون ذرة النيتروجين والأوكسجين أو الكبريت من أهم الذرات المغايرة وأكثرها شيوعاً في المركبات الحلقية غير المتجانسة. وقد تحتوي كلا الحلقتين المرتبطتين بمجموعة الأزو على ذرات مغايرة⁽²²⁾ مما يزيد من قابلية الليكاند على التناسق بسبب احتوائها على مواقع تناسق متعددة.

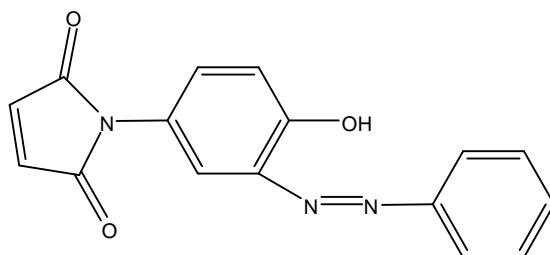
تختلف تسمية هذا النوع من الليكاندات تبعاً لاختلاف الذرات المغايرة وأعدادها في الحلقات غير المتجانسة . حيث تحتوي الحلقة على ذرة نيتروجين واحدة كما في البريسديدات وتسمى المركبات

عندئذ بمركبات البريدايل آزو⁽²³⁾ . ومن أبسط الأمثلة هو ليكاند الأزوبروميل نايتراك ذو الصيغ الآتية.



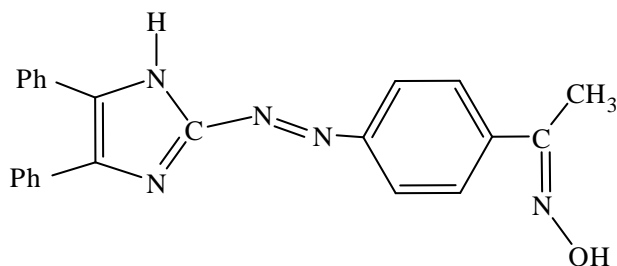
٤،٦- ثنائي مثيل-٥-[[٤-نايتروفنيل) ديازنييل]-٢- أوكسو- ٢،١- ثنائي هيدرو بريدين-٣- كاربونايتريل

أو صيغة الأزو الناتجة من أزواج ملح الدايزونيوم للأتلين مع ٤- هيدروكسيد يمثل مالمايد فقد سحبت باعتبارها أحدث مشتقات البايرونول⁽²⁴⁾ وتدرج في أدناه الاسم العلمي و الصيغ التركيبية للليكاند المذكور .

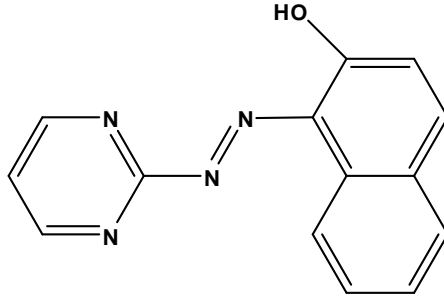


١- [٤-هيدروكسي-٣- (فنيل ديازنييل) فنيل]-١-١-H- بايرونول-٢،٥- دايون

وهناك نوع آخر من ليكاندات الغير متجانسة للحلقة تحتوي احدى حلقاتها الغير متجانسة على ذرة نيتروجين كما في حلقة الاميازول الخماسية والبربسين السداسية تسمى سببه الى ذلك بليكاندات الأزو اميرازول⁽²⁵⁾ أو البرميدين⁽²⁶⁾ كما موضح في المثالين أدناه.

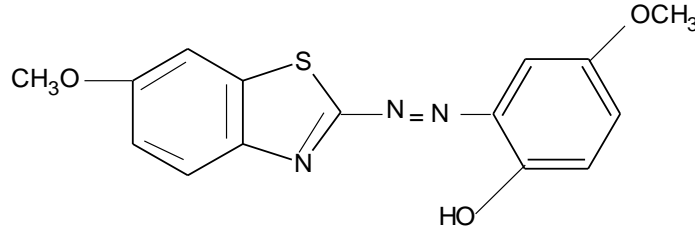


١- [٤- (٥،٤) داي مثيل-١-H- أميدازول-٢- يل) ديازنييل) فنيل]ايتانول



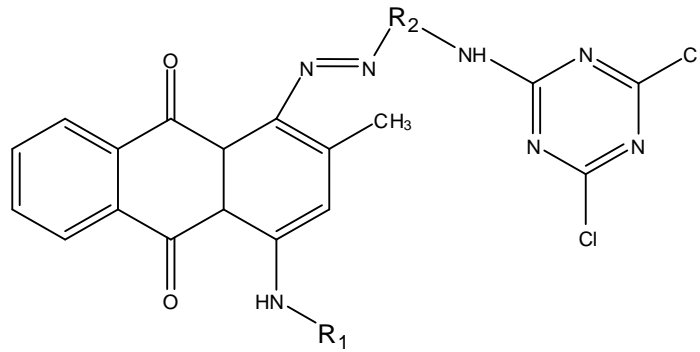
1-(2-برميديل آزو)-2-نفثول

وأما ليكاندات الأزو غير متجانسة الحلقة الحاوية على جزيئة الثيازول أو أحد مشتقاتها فقد سحبت بمركبات الثانوليل آزو ومن أمثلتها البسيطة الليكاند ٢-[٦-ميثوكسي-٢-بنزوثيرازوليل (أزو)]-٤-ميثوكسين فينول (6-MBTAMP) والموضحة صيغتها التركيبية الآتية⁽²⁷⁾.



(6-MBTAMP)

وهذه الحلقة الغير متجانسة تضم أكثر من ذرتين مغايرتين مثل حلقة الثرايزول عندها تطلق تسمية ليكاندات الزايدول آزو⁽²⁸⁾ على ناتج أزواج ملح الديازونيوم مع مكونات الأزواج الملحية المحتوية على الثرايزل وكما في الأمثلة البسيطة لهذه الأنواع من ليكاندات المركب التالي.



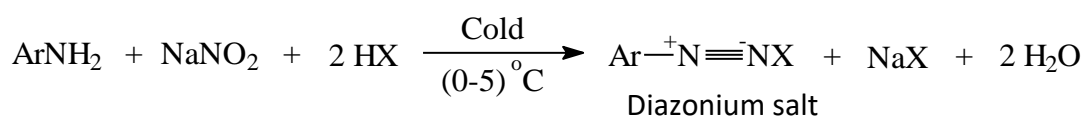
$R_1 = \text{PhSO}_2 \text{CH}_2 \text{CH}_2 \text{OSO}_3\text{H}$

R₂=PhSO₃H

3.2.1. تحضير ليكاندات الأزو و بعض أستعمالاتها

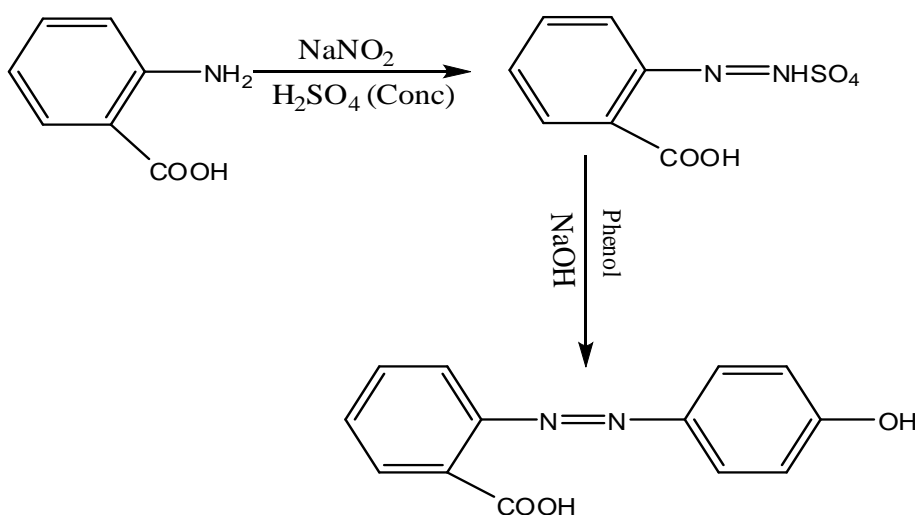
Preparation and some uses of Azo Ligands

لقد تبيّن من خلال التصفّح في الأوليات أن هنالك العديد من الطرائق التحضير الشائعة على سبيل المثال طريقة التحضير التقليدية لملاح الديازونيوم وهدف المواد المهمة للتحضر عدد كبير من المركبات والمواد العضوية النقية، وبسبب امتلاك املاح الديكنيوم وخواص الكترولومثيلية⁽²⁹⁾ إن لها القابلية على الاقتران مع الكثير من المركبات ذات الكثافة الالكترونية العالية ولذا فأن لها فائدة تحليلية لتغير تلك المركبات، وان املاح الدايزونيوم لها دور فعالا في كيمياء الاصباغ اذا انها ترتبط مع الفينولات، النفثولات والنفثيل امين، معطية انواع عديدة من الالوان. وتتكون املاح الدايزونيوم⁽³⁰⁾ من معاملة الامين الاوروماتي الاولي مع النتريت في محيط حامض (باستعمال حامض معدي عادة) عند درجة (0-5)°م ويسمى هذا التفاعل بالازونة ويمكن تمثيله بالمعادلة:



X = Cl⁻, Br⁻, NO₃⁻, HSO₄⁻

يعقب عملية الازونة أزواج الملح الناتج مع مكونة الأزواج التي تمثّل غالباً حلقة فينول أو أمين أورماتي أو مشتقاتها المختلفة⁽³¹⁾ كما في المثال أدناه.



٤-[(٢-كاربوكسي فنيل أزو)] فينول

من أستعمالات المهمة لمركبات الأزو هو استعمالها كاصباغ (*Dyes*)⁽³²⁾. وهي مواد ملونة تستطيع أن ترتبط بطريقة ما بالمواد المراد صبغها وتكسبها ألواناً زاهية بحيث لا تتأثر بالغسل والضوء والأكسجين والحوامض والقواعد⁽³³⁾. وان هذه الاصباغ تمتاز باعطائها امتصاصات شديدة في المنطقة المرئية لكي توفر الانظمة الافتراضية و عدم تمرکز الألكترونات في تراكيبها الكيميائية.

وان اصباغ الأزو اكبر مجموعة من الاصباغ المحضرة صناعياً⁽³⁴⁾. وان اصباغ الأزو لا توجد حرة في الطبيعة، وتختلف ألوانها باختلاف تراكيبها من حيث عدد مجاميع الأزو وطبيعة المجاميع المعوضة عليها⁽³⁵⁾. وأن المجاميع الكروموفورية (الحاملة للون) تزداد بزيادة الوزن الجزيئي تؤدي إلى زيادة شدة اللون ، المجاميع المعوضة تؤثر على حلقة البنزين بالشدة اللونية للصيغة وتسمى هذه المجاميع المجاميع الاكسو كروفية، وتعنى مقويات اللون وهي مجاميع واهبة للالكترونات وترتب حسب قوة تأثيرها كما يأتي:



وان مجاميع جزيئة الصيغة تمنح صفات الحامضية أو القاعدية وبذلك تزيد من قدرتها على اكثر صفة الاصباغ المتعملة هي الأزو اصباغ تمثل الاتصال بالمواد المراد صبغها⁽³⁶⁾. منها في مجال التخليق العضوي وكواشف في قياس مدة الوقت الحاضر وهي تستخدم في مجالات حث التسميح كذلك تستخدم بوضعها دلائل في عمليات اللاعضوية الشدة الضوئية في عملية التحليل في استخدامات كمار الأحمر وغيرها قاعدة مثل صيغ المثل البرتقالي والمثل بنوع (حامض مثل مثبت مواد استعمال وفي صنع القطن اما مباشرة او صياغة الصوف والحريير والخشب والطلاء).

وان معقدات الاصباغ وجدت دورا مهما في تكنولوجيا صناعة الاصباغ منها ما توقف بسبب استعمالها الى لان: وكذلك استخدمت في بعض الاصباغ في الصناعات الغذائية من (مستحضرات التجميل، البلاستين) وكذلك ان لبعضها فعالية ضد بعض أنواع البكتريا والفطريات والميكروبات والاورام والاسلاك) في التقنية.

اهداف البحث

ثبتت ان الأهمية الكبيرة لمركبات الازو المشتقة من البنزاميدازول في المجالات الصناعية والحيوية.

لذا تتلخص اهداف البحث بالاتي:

١- تحضير ليكاند ازو جديد غيرب متجانس الحلقة مشتق من مشتقات ثيازول مع دراسة الخصائص الطيفية له.

٢- تشخيص الليكاند المحضر بالوسائل التحليلية والطيفية لدينا (FT_ IR) واطياف (UV_Vis).

٣- دراسة التأثير الحيوي بالليكاند المحضر قيد الدراسة لمعرفة إمكانية استعماله في الجانب الطيفي في تثبيط نمو أصناف مستوى من البكتريا (Escherichia)(Streptococcus).

وتثبيط نمو الفطريات النموية من نوع (Aspergillus Niger) و (penicillium up) المسببة للكثير من الامراض الشائعة.

استعمل الماء المقطر (Distilled Water) لغسل الأدوات الزجاجية .

الأجهزة المستعملة

Appartus

تم استعمال الأجهزة الآتية في إنجاز القياسات الفيزيائية والتحليلية والطيفية لليكند التي تم تحظيره ومعداتها الفلزية:-

1- الميزان الكهربائي

Electrical Balance

تم ضبط الأوزان المطلوبة من الليكندان وأملاح الأيونات الفلزية والمواد الأخرى المستعملة بواسطة الميزان الكهربائي الحساس ذي المراتب العشرية الرابع , من نوع GMBH لشركة Sartorius الألمانية في قسم الكيمياء/كلية العلوم/جامعة القادسية.

2- قياس درجة الانصهار

Melting Point Measurements

قيست درجات انصهار المركبات المحضرة الصلبة باستعمال الجهاز Electrothermal 9300 M.P في قسم الكيمياء/كلية العلوم/جامعة القادسية.

3- جهاز طيف الأشعة فوق البنفسجية -المرئية UV-visb Spectrophotometer

سُجّلت أطياف الأشعة فوق البنفسجية - المرئية لمحاليل الليكند ومعداتها الفلزية الصلبة باستعمال الجهاز T80-PG- Spectrophotometer في قسم الكيمياء/كلية التربية/جامعة القادسية.

4- جهاز مطيافية الأشعة تحت الحمراء Infrared Spectrophotometer

سجلت اطياف الاشعة تحت الحمراء باستخدام جهاز Shimadzu. FT-IR. 8400S Spectrophotometer في جامعة المثني\كلية العلوم \ قسم الكيمياء

5-المسخن والمحرك الكهربائي

Hot plate & magnatic.stirrer

استخدم جهاز المسخن الكهربائي والمحرك المغناطيسي لتحضير الليكاند والمعقد الفلزي الصلب وهو من نوع LabTech كوري المنشأ في قسم الكيمياء/كلية العلوم/ جامعة القادسية

Oven

6-الفرن الكهربائي

تم تجفيف الليكاند والمعقد الفلزي باستخدام فرن من نوع LabTech كوري المنشأ في قسم الكيمياء/كلية العلوم/جامعة القادسية

Autoclave

7-جهاز التعقيم

تم تعقيم الاساط الزرعية والاطباق من البكتريا والفطريات باستخدام جهاز من نوع

Hirayama-HVE-50

Incubater

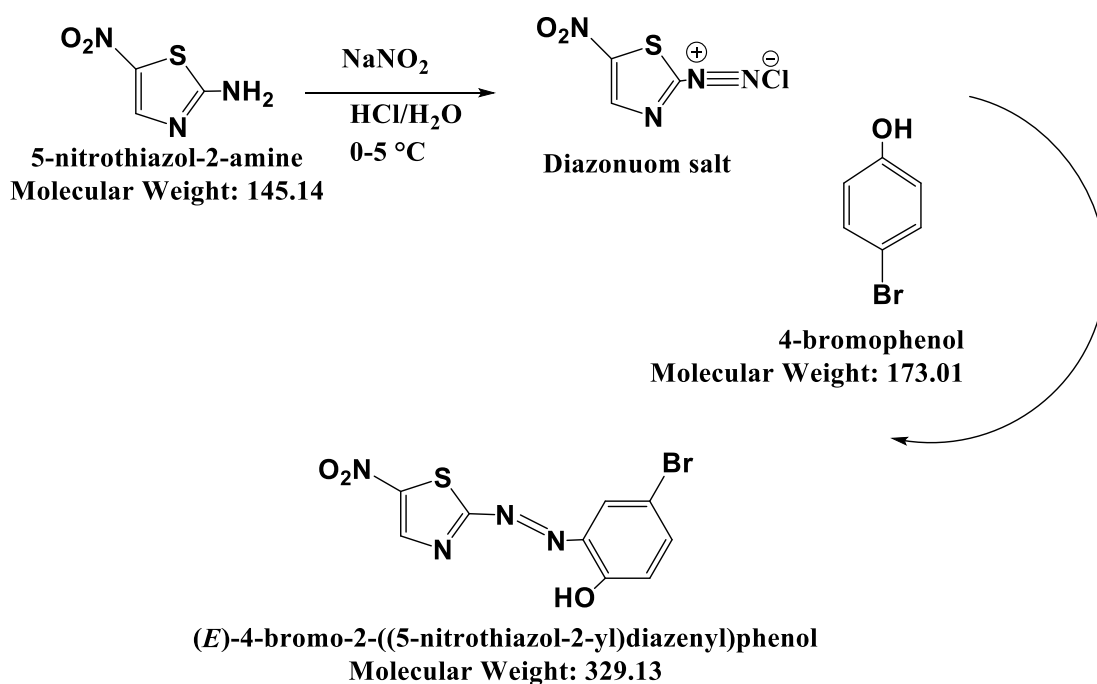
8-الحاضنة

استخدمت الحاضنة لنمو البكتريا والفطريات من نوع (Fisher) امريكي

المنشأ

تحضير الليكاند:-

حُضِر الليكاند أعلاه بالاعتماد على الطريقة المقترحة من قبل الباحث خالد العادلي وجماعته^(١,٢) مع إجراء بعض التحويلات على طريقة العمل حيث أذيب 1.45 غرام (0.01) مول من 2-أمينو 5-نايترو ثيازول في مزيج مكون من ٥ مل من حامض الهيدروكلوريك المركز و 30 مل من الماء مقطر، ثم برد المزيج إلى درجة حرارة (0-5) م° وأضيف له محلول 0.69 غرام (0.01) مول من نترت الصوديوم المذابة في ٣٠ مل ماء مقطر وعلى شكل قطرة فقطرة مع التحريك والتبريد المستمر ولمدة 30 دقيقة مع ملاحظة عدم ارتفاع درجة الحرارة فوق 5 م°، يترك المحلول ليستقر لمدة 20 دقيقة لإتمام عملية الأزوتة ، بعدها أضيف محلول كلوريد الديازونيوم هذا قطرة فقطرة مع التحريك والتبريد المستمر إلى محلول 1.73 غرام (0.01) مول من 4- برومو فينول المذاب في مزيج من 5٠ مل إيثانول و 15 مل من محلول هيدروكسيد الصوديوم ٧% المبرد إلى درجة ٠ م° وبعد إتمام عملية الاضافة ترك المزيج لمدة ساعتين رُشِح الراسب وغسل مرات عدة بالماء المقطر البارد وأعيدت بلورته باستعمال الإيثانول المطلق لوحظ تكون راسب () وضع الراسب في فرن حراري عند درجة حرارة 60 م° لمدة ٢٤ ساعة، ونوضح في أدناه مخطط التفاعل الكيميائي لتحضير الليكاند في خطوتي الأزوتة (Diazotization) والازدواج (Coupling) الموضحتين في المخطط (1-2) في أدناه :-



الفعالية الحيوية

Biological Activity

تم دراسة الفعالية البايولوجية لليكاند التي تضمن استعمال صنفين من البكتريا المرضية, الموجبة لصبغة كرام *Streptococcus* والسالبة لصبغة كرام *Escherichia coli* وصنفين من الفطريات *Aspergillus Niger* و *penicillium sp.* المسببات لكثير من الامراض الشائعة التي تم الحصول عليها من وحدة ابحاث البيئة في كلية العلوم جامعة القادسية.

تحضير المحاليل

Preparation of solutions

حضر محلول الليكاند باذابة 0.01 غرام منه في ٥مل من مذيب (DMSO) .

تحضير الوسط الزراعي للبكتريا وحساب منطقة التثبيط

Preparation of the plant's bacterial medium and calculation of the inhibition zone

حُضِر الوسط الزراعي باضافة (38) غم من الوسط المحضر الزراعي في (١) لتر من الماء المقطر، ثم وضع الوسط في جهاز (Autoclave) بدرجة (121 م) وبضغط 15 باوند/ أنج^٢ ولمدة خمس عشر دقيقة، ثم صُبت في اطباق معقمة (اطباق يتري)، وتركت لتبرد، و استعمل لوب (loop) من اجل زرع البكتريا في الأطباق داخل الهود Hood وحفرت ثقب في الأطباق بالثاقب الفليني، (Cork- borer) المعقم مع ترك مسافة بين ثقب واخر من اجل تلافي التداخل بين مناطق التثبيط بعد ذلك أضيفت المحلول المحضر إلى الحفر بمقدار (0.1 مل) ثم تم وضع الاطباق لمدة 24 ساعة في الحاضنة بدرجة 37م°. بعد ذلك تم قياس المقدار المثبت لتلك الليكاند باستعمال مسطرة ملمترية.

٢- ١٤ - ٣ :- تحضير الوسط الزراعي للفطريات وحساب منطقة التثبيط

Preparation of the artificial center of fungi and calculation of the inhibition zone

تم تحضير الوسط الغذائي بالطريقة المثبتة على العبوة التي تخص بنموالفطريات حيث استعمل وسط زرع (أكار) من نوع السابرويد (Sabouraud Agar Medium) بواسطة اذابة 62 غرام منه في 1 لتر من الماء المقطر، وعقم بواسطة جهاز (Autoclave) بعدها تم صب الاطباق واطراف المحلول (المادة الكيمياوية المراد قياس قدرة تثبيطها على الفطريات) ثم تركت الاطباق من اجل ان تبرد وتم زراعة الفطريات على الوسط .

تم حضن الاطباق بدرجة حرارة 25±2 مؤي لمدة ٧ ايام بعدها قيس قطر المستعمرة التابعة للنمو بواسطة مسطرة .

النتائج والمناقشة

قياس درجة الانصهار

لقد تم قياس درجة الانصهار الليكند التي تم تحظيره فوجد انه ينصهر عند درجة

183C°

الطيف الالكتروني لليكاند

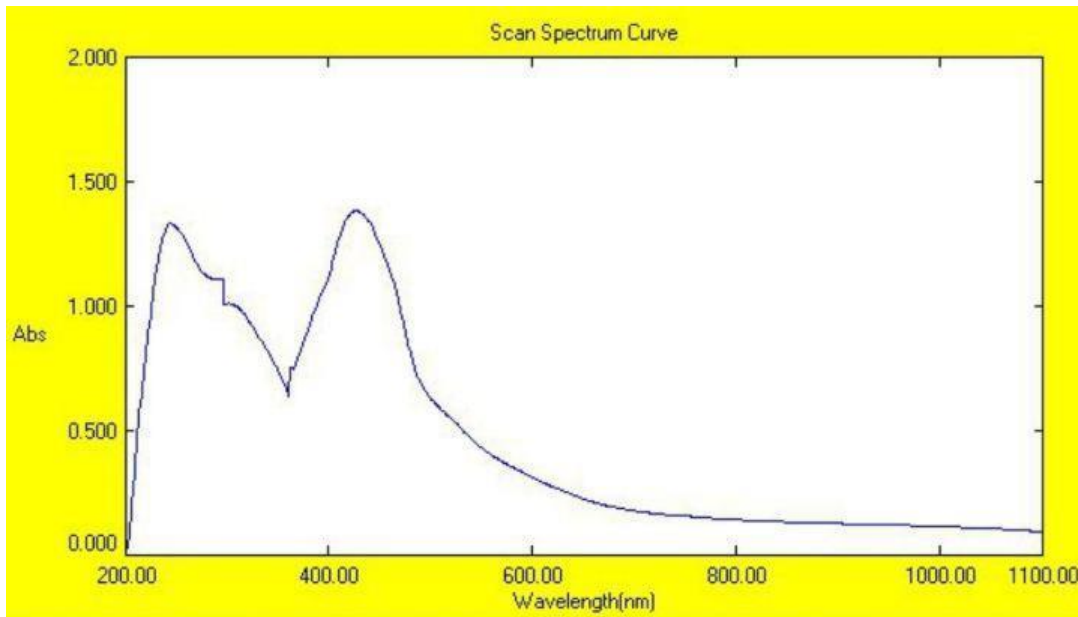
اعطى طيف الليكاند قمتين

الاولى : 411nm تابعة الى ($n \rightarrow \pi$) ومجموعة الازو (N=N) و (C=N)

الثانية: 245nm: تابعة الى ($\pi \rightarrow \pi^*$) الاصرة (C=C) للحلقة الاورماتية

وكما في الشكل الموضح (3 - 1)

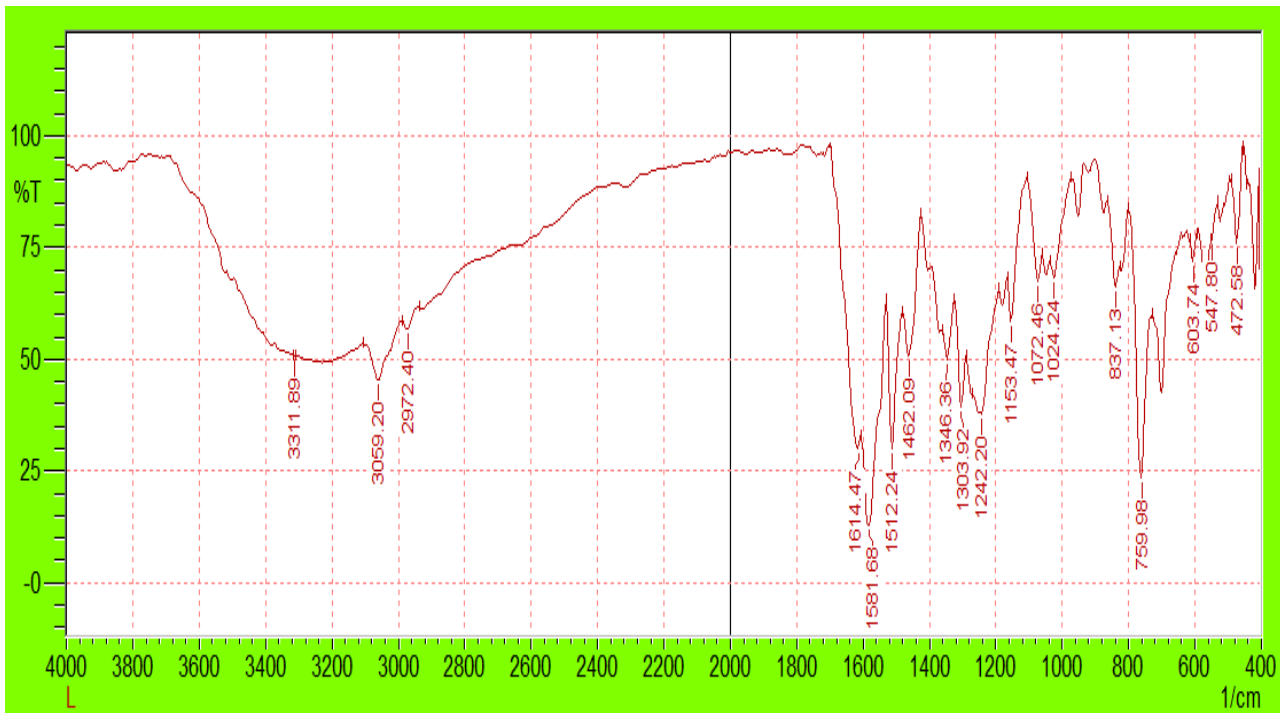
أطياف الاشعة تحت الحمراء



تم تشخيص مواقع الحزم في طيف الليكاند قيد الدراسة من حيث مواقع الحزم وشدتها
المبينة في الجدول (1-3) والشكل (2-3)

جدول (1-3)

Group	Ligand
ν - (OH)	3311.89 m.br
ν (C-H)Ar-ring	3059.20 M.
ν -(C=N)	1581.68 M.
ν -(N=N)	1512.24 M
ν (C=C) Ph	1462.09 W 603.74 M..
ν -(C-S) Thia.	1242.20 W.
ν -(C-N) Thia.	1153.47 W



الفعالية الحيوية Biological activity

امتاز المركب المحضر لفعاليته في تثبيط الفطريات والبكتريا قيد الدراسة وذلك لقدرة محاليل الليكاند في عملية اذابة الجدار الخارجي للخلية مما يؤدي الى خروج ونضوح السوائل في خارج الخلية وقتلها حيث نظمت الدراسة استعمال صنفين من البكتريا وصنف من الفطريات وذلك لمعرفة التأثير التثبيطي لهم والجدول يوضح التأثير الحيوي لمحلول الليكاند والشكل.

Anti-bocterial activity		Anti-fungal activity
Streptooeens	Escheri A coli	penicillitum
+	+	+++



(+++) Higactive in hibition > 12



(+) Stightly active

1. S. Ikeda, Y. Murakami and K. Akatsua; *Chem. Lett*; **1981**,363.
3. Y. M. Issa, N. Y. M. Issa, N. T. Abdel–Gheni and M. O. Aboudan; *J. Indian chem. Soc. ,Lx*,**1983**, 24.
4. J .E . Huheey ;"Inorganic chemistry" principles of structure and Reactirity.4th Ed.,USA., Harper Collins College Publishers, 547-548,(1993).
5. G. R. Miessler and D. A. Tarr ;"Inorganic Chemistry"., 3rd Ed. Pearson, (2004).
6. V . Mkpeni,G. Ebong and I.Bobot ;*J.ofchemistry. ,(2008), 5*,434.
7. N. A. Fokri,and S.B.Derkran;*J.of.Educ. univerty of Salahddin. , (1990),2*,233.
8. H. Nishihara;*Bull of the chemical soc.of japan. ,(2004),77(3)*,407.
9. H. Teranishi,and K.Takagawa;*J.Occup.Health. ,(2002),44*,60.
10. K. Kumar,J. Keshhavayya,Rajesh and K. Peethambar; *Int J Pharm Sci. ,(2013), Vol 5, Suppl 1, 296-301*.
11. I. R. Parrey and A. A. Hashmi; *Canadian Chemical Tnsaction ,(2015), Volume 3 | Issue 1 | Page 65-71*.
12. F. Khan, S. Khan, A. Athar, W. Ahmed, Z.Haq and Z. Khan; *American-Eurasian J. Agric. & Environ. Sci. ,(2015) 15 (2): 216-219*.
13. C. K. Bhkakh and J. S. Hadi; *Research Journal of Chemical Sciences. ,(2015), Vol. 5(1), 64-70*.
14. M. Kose , G. Ceyhan , M. Tumer ,I. Demirtas,I. Gonul and V. Mckee ; *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy. ,(2015),137, 477–485*.
15. B. Priya and S. Lakshmi ; *Int.J. ChemTech Res. ,(2014),6(1)*,pp 87-94.
16. M. Raghunath and C. L. Viswanathan; *Int J Pharm Pharm*

- Sci.*,(2014),Vol 6, Issue 5, 17-25.
17. R. A. Ahmadi and S. Amani; *Molecules.*,(2012), 17, 6434-6448.
18. F. I. Abdullah, M.M. Elajaily, R. A. Ockasha, M. S. Suliman and A. A. Maihub; *IJAPBC.*,(2014) Vol. 3(2), 256-265.
19. A. A. S. AL-Hamdani and S. Shaker; *Orient. J. Chem.*, (2011) Vol. 27(3), 835-845 .
20. Z. J. Mohammed, A. H. Al-Khafagy and A. M. Ali; *International Journal of Current Research.*,(2013), Vol. 5, Issue, 12, pp.3705-3710.
21. H. H. Eissa; *Int. J. Curr.Res.Chem.Pharma.Sci.*, (2015),2(1),84–94.
22. H. Zollinger; "*Diazochemistry Aromatic and Heteroaromatic Compounds*", VCH: Weinheim., (1994).
23. S. Patal; "*The Chemistry of Hydrrazo, Azo and Azoxy Group*", John Wiley, and Sons., London, Newyork, P. 1, (1975),pp.33-35
24. YM. B. Halli, K. Mallikarjun and S. Suryakant S; *J. Chem. Pharm. Res.*, 2015, 7(3),1797-1804.
25. T. A.Helal, G. J. Abbas and F. H. Mohammed; Internat ional Journal of Mul tidisc iplinar y Research and Development., (2014), 1(1),41-45.:
- 26) k.isshiki of E nakayama ; anal chem. 59 (1987) 291.
- 27) V.Parikh: "Absorption Spectroscopy of Organic Molecules"
John Willy , (1984) .
- 28) G.Bonder and H.pardu ;"Chemical and Expermental science"
John willy (1984).
- 29) B.shunlichiro and D.carter and Q.fernand;Chem.Comun .,(1967)
1301 .
- 30) K.Grudpan;Talanta36(1988)293
- 31) B.T. Thaker, j.B.kanojiya and R.S Tandel ;Mol.Cryst.Liq.Cryst.(2010)

- 32) R.Kuroda , M.Kurosakki and S.I shimaru; Talanta ,37 (1990)
- 33) K.Hariprasath , and I.S. Babu;Inter .J .of pharm . Res . and Life sci
. ,
- 34) M.K. Agarwal , M. kawshki , And A. singhal; J .of pure and Applied sci
and teach 2012
- 35) H. H, Eissa:Int j. Curr.Res.pharma .Sci (2015
- 36- Khalid J. AL-Adilee, Ahmed K. Abass and Ali M. Taher; ***J. Molecular Structure***, (2016) ,1108, 378-397.
- 37-Khalid J.AL-Adilee and Dunya Yo.Fanfou; ***J.Chem.Chem.Eng.***, (2012)
, 6 , 1016-1028.
- 38- N.S.gorove.;***AntibioticsScientificproach.Mirpublishers.Moscow.***, (1985).
- 39- الاء فاهم عباس و هيفاء عباس و طيف مظهر, ***مجلة جامعة القدس للعلوم الصرفة***, (٢٠٠٨) مجلد ١٣
العدد ١