

## تحضير وتشخيص بعض مشتقات الفورمازان ودراسة ثباتية الوانها وفعاليتها المضادة

### للبكتريا

فوزي حميد جمعة العبيدي<sup>1</sup> ، عبد الواحد خضر عبد الواحد الجبوري<sup>2</sup>

<sup>1</sup> قسم الكيمياء / كلية التربية للبنات / جامعة تكريت

[f.fawzi16@yahoo.com](mailto:f.fawzi16@yahoo.com)

<sup>2</sup> قسم الكيمياء / كلية التربية للبنات / جامعة تكريت

[Abdulwahed11@yahoo.com](mailto:Abdulwahed11@yahoo.com)

تاريخ قبول البحث: 2015 / 3 / 8

تاريخ استلام البحث: 2014 / 8 / 5

### الملخص

تضمن هذا البحث تحضير بعض مشتقات الفورمازان ابتداء من الترفثالديهايد مع الفنيل هيدرازين مروراً بالهيدرازون وانتهاءاً بمشتقات الفورمازان المقابلة وذلك بتحضير مركب الهيدرازون من خلال تفاعل الترفثالديهايد مع الفنيل هيدرازين لتحضير الهيدرازون (I). ثم تحويل الهيدرازون الى مشتقات الفورمازان المقابلة (2-14) من خلال تفاعله مع مشتقات املاح الدايازونيوم المركبات. تم قياس ثباتية الصبغات المحضرة للمركبات (2-14) باستخدام الصوف والقطن والورق ونشارة الخشب وقد بينت هذه المركبات (الصبغات) ثباتية جيدة ضد الغسل بالماء ومن ثم استخدام محلول القاصر.

شخصت المركبات المحضرة باستخدام التقنيات الطيفية طيف الاشعة فوق البنفسجية UV وطيف الاشعة تحت الحمراء FT-IR وكذلك طيف الرنين النووي المغناطيسي <sup>1</sup>H-NMR والتحليل الكمي للعناصر C.H.N لبعض المركبات المحضرة اضافة الى درجة الانصهار وكرموتوغرافيا الطبقة الرقيقة TLC . كما تضمن هذا البحث دراسة ثباتية الصبغات المحضرة (2-14) والفعالية البايولوجية لجميع المركبات المحضرة (1-14) ضد بكتريا المكورات العنقودية الذهبية (*Staphylococcus auris*) و المكورات العقدية المقيحة (*Streptococcus pyogenes*) وهي موجبة لصبغة كرام ، أما اشريشيا القولون (*Escherichia Coli*) وسيدوموناس ايروجينوزا (*Pseudomonas aeruginosa*) فهي سالبة لصبغة كرام وقد اظهرت المركبات المحضرة فعالية متباينة ضد الانواع المختلفة للبكتريا.

الكلمات الدالة: الهيدرازون، الفورمازان، املاح الدايازونيوم، الفعالية المضادة للبكتريا .

## Synthesis , characterization of some formazane derivatives and study their dyes stability and antibacterial activity

<sup>1</sup>Fawzi H. Jumaa Al-obaigy , <sup>2</sup>Abdul Wahed K. Abdul Wahed Al-jubory

<sup>1</sup>Department of Chemistry/College Education for Women/Tikrit University

<sup>1</sup>f.fawzi16@yahoo.com

<sup>2</sup>Department of Chemistry/College Education for Women/Tikrit University

<sup>2</sup>Abdulwahed11@yahoo.com

Received date: 5 / 8 / 2014

Accepted date: 8 / 3 / 2015

### ABSTRACT

*This research Includes the synthesis of some formazan derivatives from reaction of terephthaldehyd with Phenyl hydrazine through hydrazones (1) and ended with formazan derivatives as follows: Synthesis of hydrazone through reaction of terephthaldehyd with Phenyl hydrazine compounds (1). Convert hydrazone compound number (1) to the formazan derivatives through reaction with diazonium salts the compounds (2-14). Stability of pigments synthesis compounds was measured of (2-14) by using wool, cotton, paper and sawdust have shown that, these compounds (pigments) have good stability against washing with water and then use a bleaching solution .*

*The synthesized compounds have been characterized by Ultraviolet (UV) , Infrared spectrum (FT-IR) , Nuclear Magnetic Resonance (<sup>1</sup>H-NMR) , ( C.H.N) analysis of the elements for some compounds and by their melting point and checked through T.L.C. Study the dyes stability and antibacterial activity of some of the synthesized compounds against Gram positive bacteria (Staphylococcus aureus , Streptococcus pyogenes) and Gram negative bacteria( Escherichia Coli and Pseudomonas aeruginosa )and they were found to exhibit good to moderate antibacterial activity.*

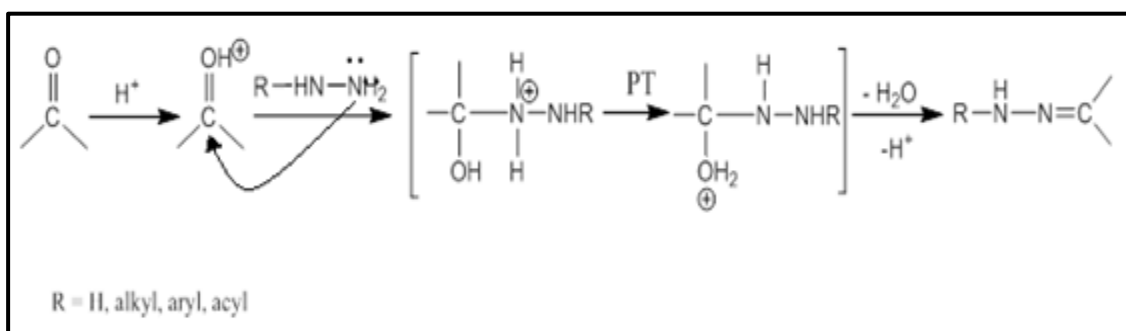
**Keyword:** Hydrazine, Formazane, Diazonium Salts, Antibacterial Activity .

## 1. المقدمة (Introduction)

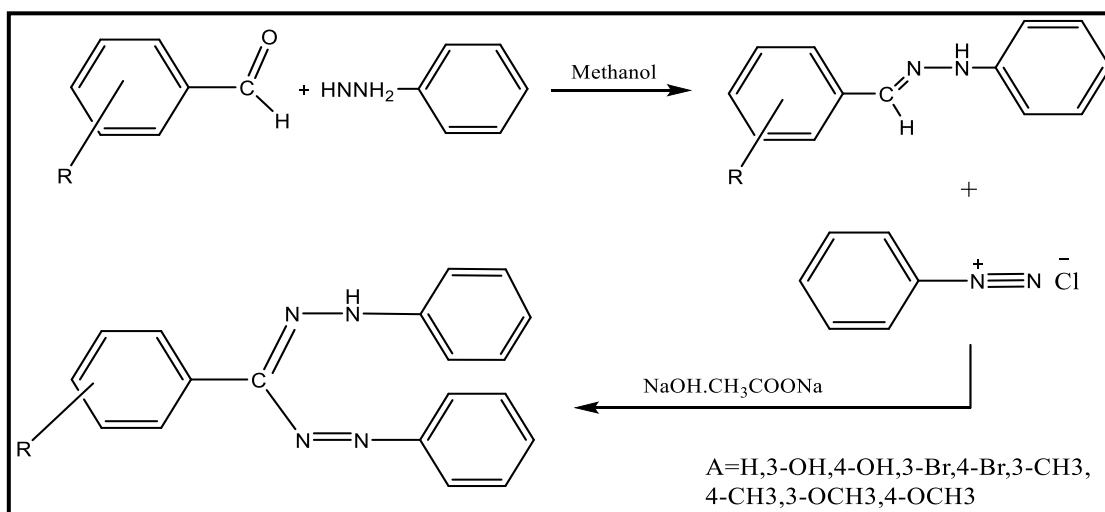
### 2.1. الهيدرازونات (Hydrazones)

تعتبر الهيدرازونات صنفاً من أصناف المركبات العضوية المهمة [1] التي تحتوي جزيئاتها على مجموعة الهيدرازون  $(\text{C}=\text{N}-\text{N})$  وتصنف ضمن مركبات الازوميثاينات  $(\text{C}=\text{N}-\text{X})$  حيث  $(\text{X} = \text{H}, \text{R}, \text{Ar}, \text{OH}, \text{NHR})$  [2].

حضرت الهيدرازونات بصورة عامة نتيجة لتفاعل مجموعة الأمين في الهيدرازين  $(\text{RNHNH}_2)$  أو الهيدرازيد  $(\text{R-CONHNH}_2)$  مع مجموعة كاربونيل الالديهيد أو الكيتون إذ يحصل تفاعل إضافة نيوكليوفيلية للزوج الإلكتروني الحر الموجود في ذرة نيتروجين الأمين العائدة للهيدرازين أو الهيدرازيد إلى كاربون مجموعة الكاربونيل العائدة للألديهيد أو الكيتون ليعطي مركب وسطي غير مستقر (كاربينول أمين)، ثم يعقبه حذف جزيئة ماء وتكوين الأصرة الاليمينية [3] و المخطط الاتي يبين ميكانيكية التفاعل :

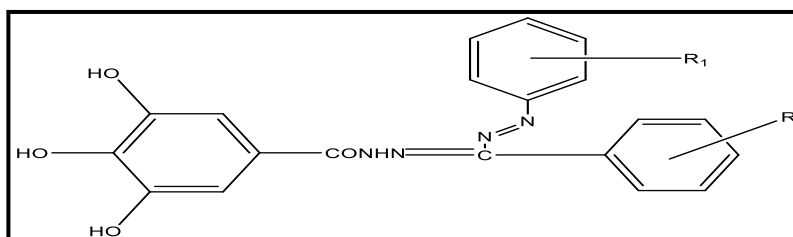


يعتبر الفورمازان من المركبات الملونة والتي تحتوي في تركيبها على المجموعة الفعالة  $(-\text{N}-\text{N}-\text{CN}-\text{NH}-)$  إذ تحتوي هذه المركبات على الانتقالات الإلكترونية وهي المسببة لظهور اللون  $(n \rightarrow \pi^*)$ . [4] وللفورمازان أهمية بالغة في الكيمياء التحليلية [5] وله أهمية صناعية حيث ان الوانة الزاهية تعتبر اصباغا [4]. الا ان اهميتها تكمن في فعاليتها البايولوجية كما اثبتت العديد من التجارب والابحاث حيث تعتبر مركبات الفورمازان مضادات حيوية جيدة للالتهابات والحساسية والملاريا والسرطان [6]. تم تحضير الفورمازان بعدة طرق منها اتحاد الهيدرازون مع املاح الدايزونيوم بعملية الازوتة والافتزان وبظروف مناسبة  $(0-5)^\circ \text{C}$  و  $\text{PH}(6-8)$  وباستخدام مذيب مناسب [7].



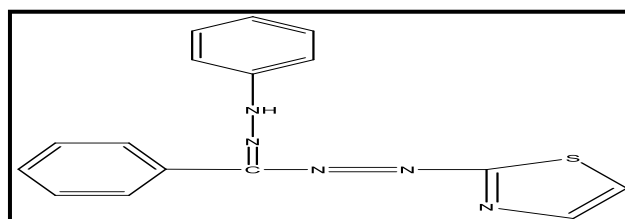
يمتلك الفورمازان تطبيقات دوائية مهمة حيث اشار الباحث Dominic وجماعته [7] الى التأثير التثبيطي الواضح لمركبات

الفورمازان على الخلايا المصابة بالسرطان وكما في المركب الاتي:



وقد اثبت الباحث Kumara وجماعته [6] ان للمركبات الفورمازان فعالية ضد المكورات العنقودية الذهبية ويكتريا القولون

والثابت انه مسكن ومضاد للالتهابات وكما في المركب الاتي:



كما اثبت الباحث Habibe وجماعته [4] عام (2007) استخدام مركبات الفورمازان في المجال الصناعي لصناعة الاصباغ

وتكوين المعقدات الملونة .

## 2. الجزء العملي (Experimental Part)

ان المواد المستخدمة في البحث كانت من الشركات ( Fluke, BDH, Merck ) وقد استخدمت بدون تنقية.

## 1.2. طرائق التحضير (Synthesis of Methods)

### 1.1.2. تحضير الهيدرازون (1): (Synthesis of Hydrazones)

أذيب (1.34 غم ، 0.01 مول ) من الترفثالديهايد في (25) مل من الايثانول المطلق ثم اضيف إليه (0.02 مول) من الفينيل هيدرازين مع إضافة (2-4) قطرات من حامض الخليك الثلجي بوصفه عاملاً مساعداً ، وصعد المزيج لمدة (4) ساعات ، ثم ركز المزيج الناتج ثم ترك ليبرد في درجة حرارة الغرفة رشح الراسب المتكون وأعيدت بلورته باستخدام رباعي هيدرو فيوران [8].

### 2.1. تحضير مشتقات الفورمازان (2-14)

تم تحضير أصباغ الأزو عن طريق أملاح الدايازونيوم بخطوتين رئيسيتين هما [9]: -

#### الخطوة الأولى/ تحضير ملح الدايازونيوم:

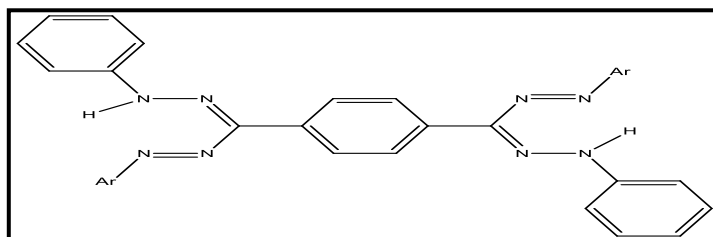
أ- أذيب (0.01 مول ) الانيلين او احدى معوضاته في دورق يحوي محلولاً حامضياً من (1:1) ماء : حامض الهيدروكلوريك المركز 37 % مع الحفاظ على درجة حرارة المحلول عند 0 - 5 °م مع التحريك.

ب- في دورق آخر أذيب ( 0.7 غم ، 0.01 مول ) من نترات الصوديوم في كمية مناسبة من الماء المقطر اقل ما يمكن ، وأضيف إلى ذلك محلول الدورق في ( أ ) بصورة تدريجية مع التحريك والحفاظ على درجة الحرارة بين ( 0 - 5 °م ) .


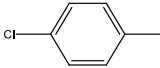
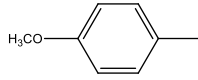
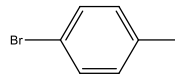
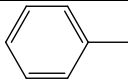
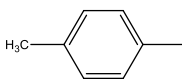
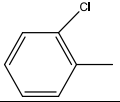
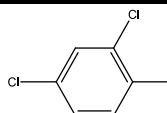
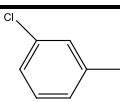
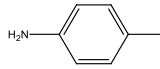
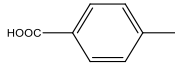
#### الخطوة الثانية / تحضير محلول الاقتران :

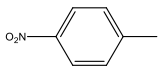
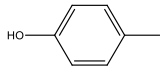
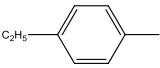
أذيب ( 0.628 غم ، 0.02 مول ) من الهيدرازون المركب (1) في 10 مل من محلول ( 10 % ) هيدروكسيد الصوديوم مع تبريد المحلول عند الإضافة عند ( 0 - 5 °م ) مع استمرار التحريك لمدة ( 10 ) دقائق.

أضيف محلول الدايازونيوم المحضر في الخطوة الأولى إلى المحلول المحضر بالخطوة الثانية تدريجياً مع التحريك بشدة لمدة نصف ساعة عند درجة ( 25 °م )، رشح الراسب الملون وغسل بتنائي اثيل ايثر ثم جُف وأعيدت بلورته باستخدام الايثانول المطلق.



الجدول (1): الخواص الفيزيائية للهيدرازون ومشتقات الفورمازان المحضرة (14-1)

Comp. No.	Ar.	Molecular Formula M.Wt g/mol	Color	M.P °C	Yield%	Rf
1		C <sub>20</sub> H <sub>18</sub> N <sub>4</sub> 314	Yellow	273-275	74	0.919
2		C <sub>32</sub> H <sub>24</sub> N <sub>8</sub> Cl <sub>2</sub> 591	Red Light	193 – 195	77	0.952
3		C <sub>34</sub> H <sub>30</sub> N <sub>8</sub> O <sub>2</sub> 582	Dark Brown	251 – 253	72	0.948
4		C <sub>32</sub> H <sub>24</sub> N <sub>8</sub> Br <sub>2</sub> 680	Dark Red	210 – 212	79	0.954
5		C <sub>32</sub> H <sub>26</sub> N <sub>8</sub> 522	Red Brown	123-125	78	0.928
6		C <sub>34</sub> H <sub>30</sub> N <sub>8</sub> 550	Dark Brown	165 – 167	81	0.934
7		C <sub>32</sub> H <sub>24</sub> N <sub>8</sub> Cl <sub>2</sub> 597	Greenish Black	250 – 253	62	0.965
8		C <sub>32</sub> H <sub>22</sub> N <sub>8</sub> Cl <sub>4</sub> 660	Dark Yellow	255 – 257	73	0.918
9		C <sub>32</sub> H <sub>24</sub> N <sub>8</sub> Cl <sub>2</sub> 591	Brown	340 – 342	60	0.899
10		C <sub>32</sub> H <sub>28</sub> N <sub>10</sub> 552	Green Brown	280*	80	0.925
11		C <sub>34</sub> H <sub>26</sub> N <sub>8</sub> O <sub>4</sub> 610	Yellow Light	284 – 286	67	0.986

12		$C_{32}H_{24}N_{10}O_4$ 612	Greenish Black	253 – 255	69	0.911
13		$C_{32}H_{26}N_8O_2$ 554	Yellow	284 – 286	54	0.958
14		$C_{36}H_{34}N_8$ 578	Dark Brown	168 – 170	81	0.914

**\*Decomposition**

**2.2. عمليات الصباغة (Dyeing Peocesses)**

تمت عمليات الصباغة باستخدام الصبغات المحضرة والمدونة وانها ودرجات انصهارها في الجدول (1) حيث تم استخدام اربع مواد لعمليات الصباغة وهي القطن والصوف والورق ونشارة الخشب كون هذه المواد واسعة الاستخدام في الحياة اليومية.

**3.2. طريقة الصباغة (Method of Study)**

اعتمدت طريقة الصباغة على اخذ عينات من القطن الابيض، وتم تجفيفه ثم اذيببت الصبغات (المركبات) من (2-14) في الايثانول، ثم تمت صباغته بالصبغات المحضرة والتي تمت اذابتها بالتراكيز المناسبة ، وبالباغة [13] صبغة، وفي كل مرة صباغة يجفف القطن بعد الصباغة باستخدام فرن ولمدة ساعة عند درجة (50°م) ثم اجريت عملية غسل للعينات المصبوغة بالماء المقطر وجففت العينات بالفرن مرة اخرى ولمدة ساعة ، ثم بعد ذلك اجريت عملية غسل العينات باستخدام محلول القاصر ثم جففت العينات بالفرن مرة اخرى ولمدة ساعة واحدة وقد تم توضيح مستوى الثباتية بالجدول (6) . وقد كررت عمليات الصباغة والغسل بالماء والقاصر والتجفيف باستخدام الفرن على العينات الثلاث الاخرى (الصوف والورق ونشارة الخشب ) وباستخدام جميع الصبغات المحضرة على كل عينة من العينات المذكورة.

**4.2. الدراسة المضادة للبكتيريا ( Anti-bacterial study )**

تم إجراء الدراسة البكتيرية على أربعة أنواع مختلفة من البكتريا حيث درست الفعالية البكتيرية لجميع المركبات المحضرة .

**5.2. اختبار الفعالية المضادة للبكتيريا (طريقة الانتشار بالأقراص) (Inhibition test)**

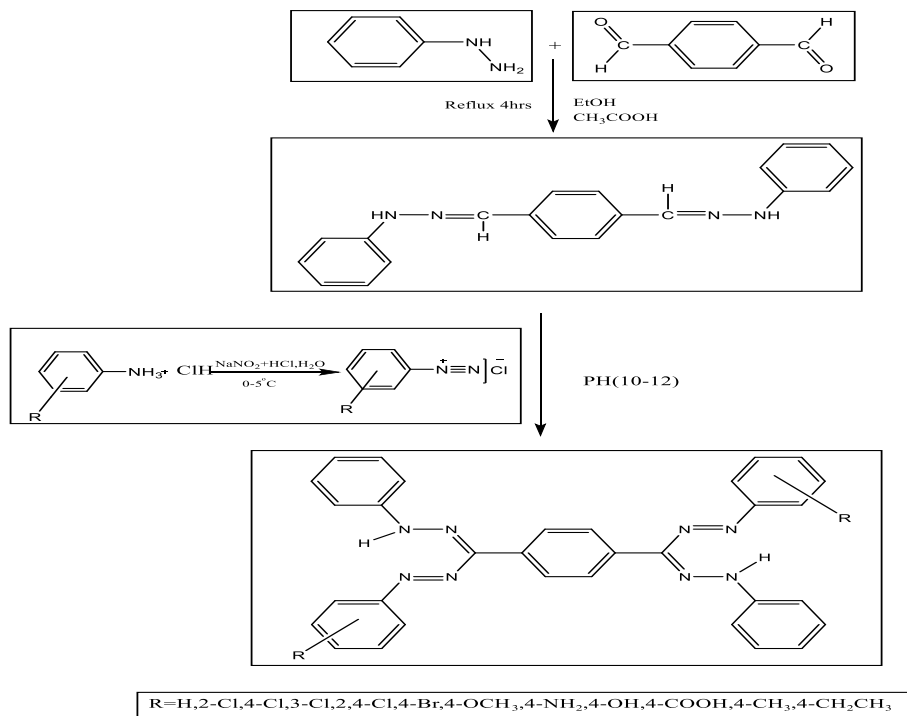
اعتمدت طريقة Bauer وجماعته [10] في اختبار الحساسية اذ نقلت 4 مستعمرات نقيه للأنواع الاربعة من الجراثيم الموجبة والسالبة لصبغة كرام الى الوسط السائل المغذي (Nutrient) agar وخصن الوسط بدرجة حرارة 37°م لمدة 15-16 ساعة . ثم

نقل 0.1 سم<sup>3</sup> من العالق الجرثومي الى الوسط الاكار المغذي الصلب (Nutrient agar) ونشرت على سطح الطبق باستعمال قضيب معدني (Loop) ذي راس حلقي قياسي معقم بمصباح لهبي دقيق وتحت الاشعة فوق البنفسجية وقد تركت الاطباق بدرجة 37°م لمدة 30 دقيقة لحصول عملية التشرب . لقياس التأثير المثبط للمركبات المحضرة في نمو الجراثيم ،فقد حضرت اقراص من ورق الترشيح واتمن-1(Whatman No.1) بقطر 6 ملم المعقمة والمحملة ب3.2 ملغم لكل قرص وباستعمال مذيب الايثانول المطلق ،وبعد التجفيف في 50°م زرعت الاقراص بملقط مناسب ومعقم على سطح الاكار مع قرص السيطرة وحضنت الاطباق عند 37 لمدة 20 ساعة وتم قياس منطقة التثبيط . تم استعمال بعض المضادات الحيوية القياسية مثل الامبسلين Ampicillin وارثرومايسين Erythromycin واموكسلين Amoxicillin كعينات للسيطرة وذلك بالاعتماد على ما يستخدم في مختبرات وزارة الصحة والمعتمدة على فحوصات منظمة الصحة العالمية [11].

### 3. النتائج والمناقشة (Results & Discussion)

تضمن هذا البحث تحضير بعض مشتقات الفورمازان مبتدءا من الفنيل هيدرازين مع الترفثالدهايد مرورا بالهيدرازون وانتهاء

بمشتقات الفورمازان المقابلة وكما في المخطط ادناه:-



مخطط(1): الصيغ التركيبية لمشتقات الفورمازان المحضرة(1-14)

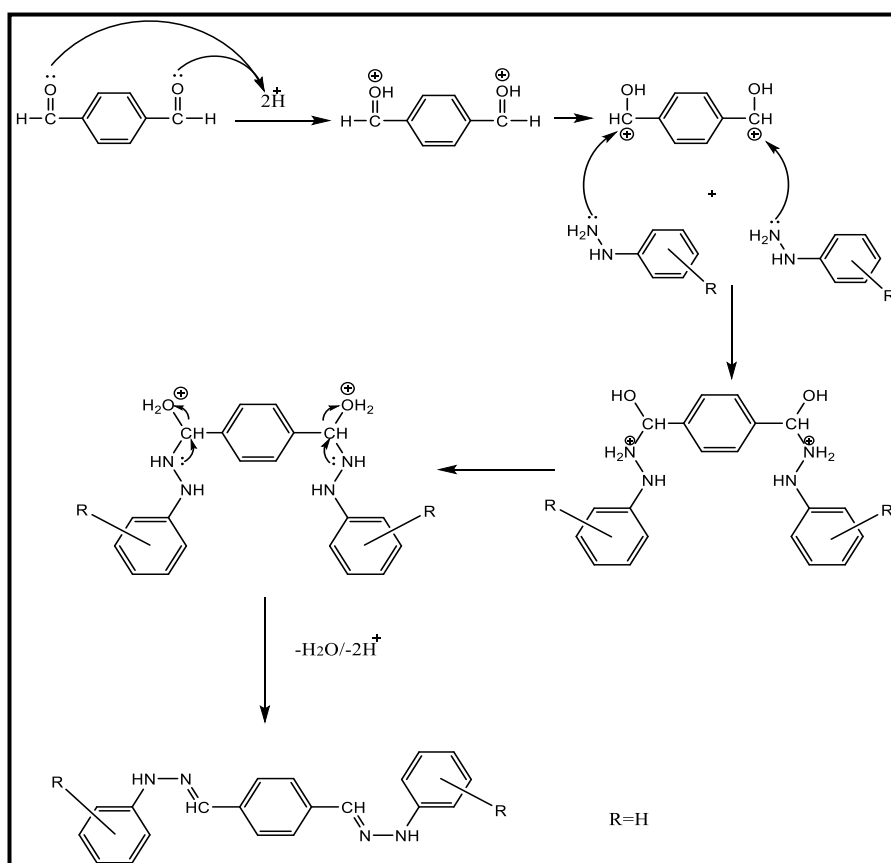


1.3. مناقشة الجزء العضوي (Discussion Organic Part)

1.1.3. تحضير وتشخيص مركب الهيدرازون (1)

تم تحضير مركب الهيدرازون [1] من خلال تفاعل الترفنالددهايد مع الفينيل هيدرازين وذلك حسب الميكانيكية [12,13] المقترحة

الآتية:



مخطط (2): ميكانيكية تحضير الهيدرازون (1)

تم تشخيص المركب (1) بطيف الأشعة فوق البنفسجية-المرئية (UV-Vis) حيث أظهر اطوال موجية قصيرة ( $\lambda_{max}$ ) عند (245) نانوميتر يعود إلى انتقالات ( $\pi \leftarrow \pi^*$ ) مع اطوال موجية طويلة ( $\lambda_{max}$ ) عند المدى (310) نانوميتر تعود للانتقالات الالكترونية من نوع ( $n \leftarrow \pi^*$ ). وعند دراسة طيف الأشعة تحت الحمراء (IR) للمركب المحضر (1) يلاحظ اختفاء حزمة مط مجموعة كاربونيل (C=O) العائدة الترفنالددهايد وظهور حزمة متوسطة عند (1660) سم<sup>-1</sup> تعود لمجموعة (C=N). كما لوحظ ايضا ظهور حزمة امتصاص متوسطة عند (3312) سم<sup>-1</sup> تعود لمجموعة (N-H)، وحزمة امتصاص متوسطة الشدة

عند (1070) سم<sup>1</sup> تعود لحزمة مط الأصرة (N-N) ، فضلاً عن ذلك ظهور حزم امتصاص منخفضة الشدة عند (3070) سم<sup>1</sup> و (3093) سم<sup>1</sup> عائدة لحزمة مط المجموعة (C-H) الأليفينية والأروماتية على التوالي .

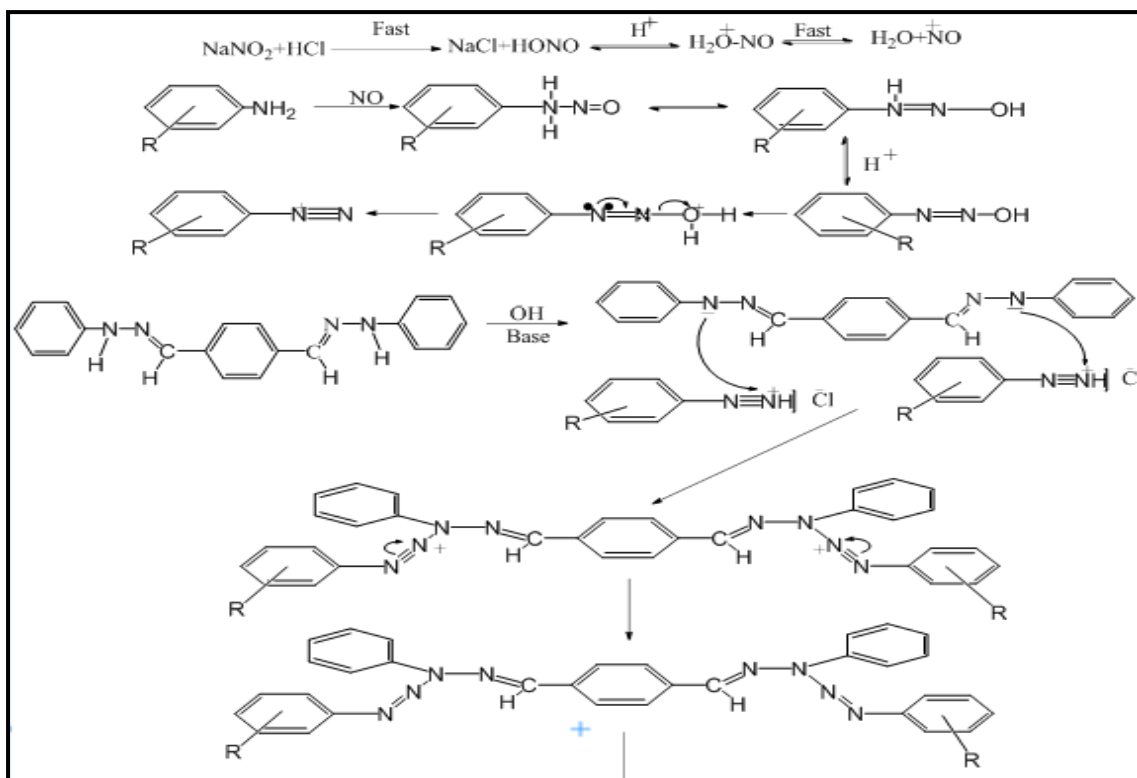
كما ظهرت حزم مط الأصرة (C=C) العائدة للحلقة الأروماتية التي تظهر عادة كحزمة حادة وقوية الى متوسطة الشدة عند

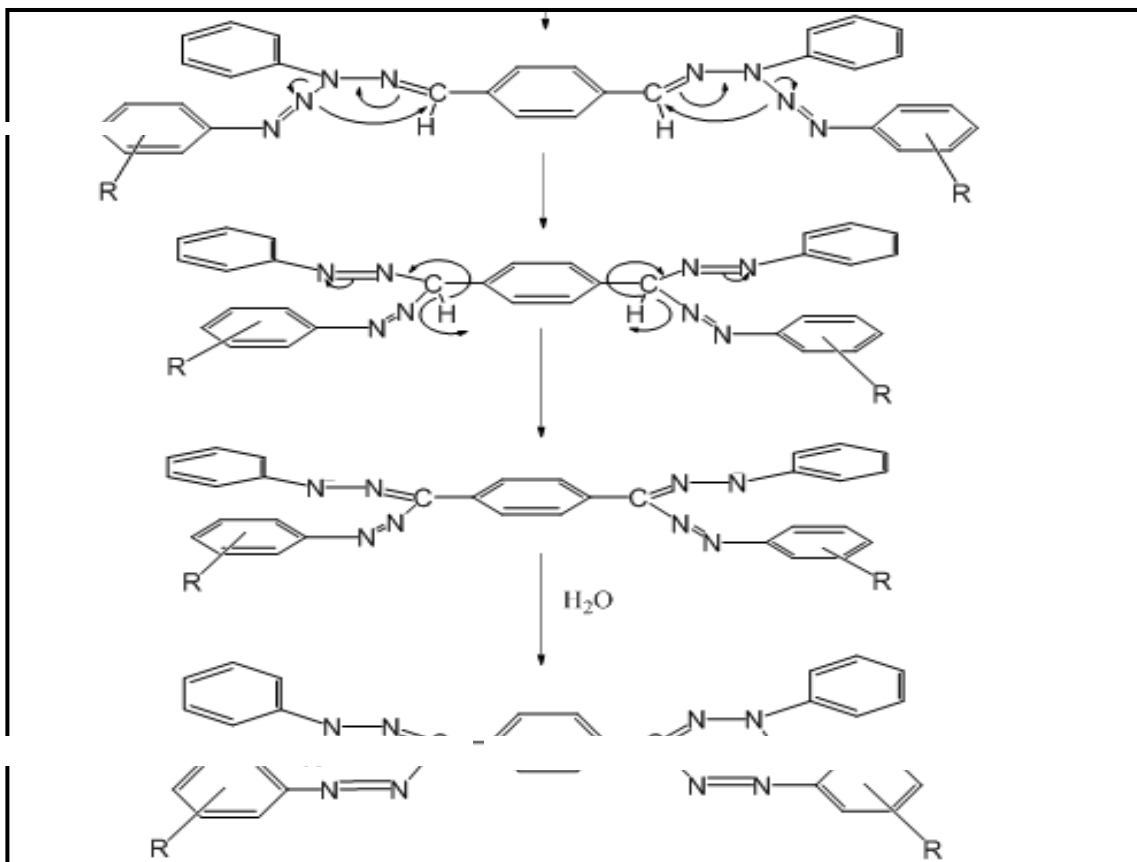
(1445) سم<sup>1</sup> والثانية (1558) سم<sup>1</sup>.. والشكل (2) يبين طيف الأشعة تحت الحمراء للمركب (1).

### 2.1.3. تحضير وتشخيص مركبات الفورمازان (2- 14)

تم تحضير مركبات الفورمازان وذلك بإضافة املاح الدايزونيوم إلى الهيدروزون المحضر [1]

وحسب والميكانيكية المقترحة لتحضير مشتقات الفورمازان [15,14] .





R=H,2-Cl,4-Cl,3-Cl,2,4-Cl,4-Br,4-OCH<sub>3</sub>,4-NH<sub>2</sub>,4-OH,4-COOH,4-CH<sub>3</sub>,4-CH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>

### مخطط (3): ميكانيكية تحضير مشتقات الفورمازان (14-2)

وعند دراسة أطياف الأشعة فوق البنفسجية- المرئية- المرئية (UV-Vis) للمركبات المحضرة ظهرت حزم امتصاص عند (252-237) نانوميتر تعود إلى انتقالات ( $\pi \leftarrow \pi^*$ ) وحزم امتصاص عند (397-303) نانوميتر تعود للانتقالات الإلكترونية من نوع ( $n \leftarrow \pi^*$ ) **والجدول (2)**: يبين قيم أهم امتصاصات الأشعة فوق البنفسجية للمركبات (14-2) المحضرة .

وعند دراسة طيف الأشعة تحت الحمراء (IR) لمشتقات الفورمازان المحضرة (14-2) لوحظ اختفاء حزمة (C-H) الأليفينية عند (3070) سم<sup>-1</sup> وظهور حزمة قوية للأصرة (N=N) عند (1452-1442) سم<sup>-1</sup> إضافة إلى ظهور حزمة مط للمجموعة (N-H) (H) للامين الثانوي عند مدى (3300-3296) سم<sup>-1</sup>، **والجدول (5)** نتائج امتصاص أطياف الأشعة تحت الحمراء والأشعة فوق البنفسجية للمركبات (14-2) ، **والأشكال (3,4,5)** تبين أطياف الأشعة تحت الحمراء للمركبات (14,11,2).

### 3.1.3. دراسة أطياف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون ( $^1\text{H-NMR}$ )

تم دراسة أطياف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون ( $^1\text{H-NMR}$ ) باستخدام المذيب ( $\text{d}^6\text{-DMSO}$ ) باستخدام رباعي مثيل سيلان (TMS) (Tetra methyl silane) كمرجع داخلي وقد تم القياس بوحدات ( $\delta$ ) القياسية المعتمدة والتي يعبر عنها جزء من المليون (ppm) وكانت النتائج هي:

#### 1. المركب رقم (1):

اظهر طيف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون ( $^1\text{H-NMR}$ ) ظهور اشارة متعددة ppm (7.81-6.73) تعود للبروتونات الحلقة الارماتية وتقابل (14H) كما أشار التكامل الى ذلك ، وظهرت اشارة مفردة عند المنطقة 7.83ppm تعود لمجموعة (C-H) الاليفاتية وتقابل (2H) كما أشار التكامل الى ذلك، وظهرت اشارة مفردة عند 10.38ppm تعود لمجموعة (N-H) وتقابل (2H) كما أشار التكامل الى ذلك وظهرت اشارة مفردة عند المنطقة 2.48ppm تعود للمذيب ( $\text{d}^6\text{-DMSO}$ ) وظهرت اشارة عند المنطقة 3.30ppm تعود لجزيئة الماء وكما مبين في الشكل (5).

#### 2. المركب رقم (2)

اظهر طيف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون ( $^1\text{H-NMR}$ ) ظهور اشارة متعددة ppm (7.85-6.75) تعود للبروتونات الحلقة الارماتية وتقابل (22H) كما أشار التكامل الى ذلك ، وظهرت اشارة مفردة عند 10.40ppm تعود لمجموعة (N-H) وتقابل (2H) كما أشار التكامل الى ذلك وكما مبين في الشكل (6).

#### 3. المركب رقم (3)

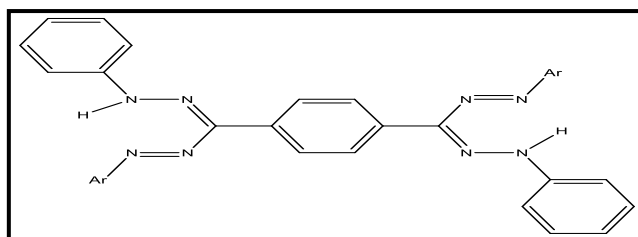
اظهر طيف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون ( $^1\text{H-NMR}$ ) ظهور اشارة متعددة ppm (7.86-6.75) تعود للبروتونات الحلقة الارماتية وتقابل (22H) كما أشار التكامل الى ذلك ، وظهرت اشارة عند المنطقة 3.78ppm تعود لمجموعة ( $\text{CH}_3$ ) الاليفاتية وتقابل (6H) كما أشار التكامل الى ذلك، وظهرت اشارة مفردة عند 10.42ppm تعود لمجموعة (N-H) وتقابل (2H) كما أشار التكامل الى ذلك وكما مبين في الشكل (7).

#### 4. المركب رقم (4)

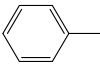
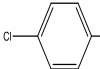
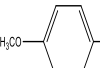
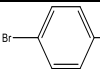
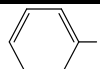
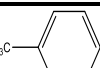
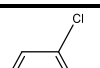
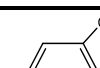

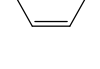
اظهر طيف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون ( $^1\text{H-NMR}$ ) ظهور اشارة متعددة ppm (7.86-6.74) تعود للبروتونات الحلقة الارماتية وتقابل (2H) كما أشار التكامل الى ذلك ، وظهرت اشارة مفردة عند 10.41ppm تعود لمجموعة (N-H) وتقابل (2H) كما أشار التكامل الى ذلك وكما مبين في الشكل(8).

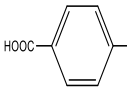
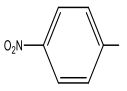
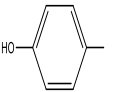
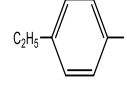
#### 5. المركب رقم (5)

اظهر طيف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون ( $^1\text{H-NMR}$ ) ظهور اشارة متعددة ppm (7.85-6.74) تعود للبروتونات الحلقة الارماتية وتقابل (2H) كما أشار التكامل الى ذلك ، وظهرت اشارة عند المنطقة 1.16ppm تعود لمجموعة(CH<sub>3</sub>)الالفاتية وتقابل (6H) كما أشار التكامل الى ذلك، وظهرت اشارة عند المنطقة 2.56ppm تعود لمجموعة(CH<sub>2</sub>)الالفاتية وتقابل (4H) كما أشار التكامل الى ذلك، وظهرت اشارة مفردة عند 10.41ppm تعود لمجموعة (N-H) وتقابل (2H) كما أشار التكامل الى ذلك وكما مبين في الشكل(9).



جدول(2): نتائج امتصاص أطيف الأشعة تحت الحمراء والأشعة فوق البنفسجية للمركبات (2-14)

Comp. No.	Ar.	$\lambda_{\max 1}$ $\lambda_{\max 2}$ EtOH	IR(KBr), cm <sup>-1</sup>						
			V=C-H Ar.	V C=C Ar.	V C-N	V N-H	V C=N	V N=N	Others
1		245	3070	1660	1445	3312	1254	752	-----
		310						1558	
2		250	3047	1491	1252	3302	1668	1450	VC-Cl (1092)
		390						1591	
3		251	3045	1496	1251	3296	1691	1452	(C-H)alph. Vas(2945), Vs(2838) VC-O-C (1101)
		393						1586	
4		246	3055	1489	1250	3296	1685	1446	VC-Cl (912)
		371						1585	
5		230	3024	1495	1242	3294	1672	1452	-----
		355						1593	
6		235	3030	1495	1248	3300	1674	1442	(C-H) alph. Vas(2922), Vs(2855)
		361						1585	
7		240	3035	1491	1250	3298	1672	1442	VC-Cl (1092)
		358						1583	
8		248	3040	1489	1250	3296	1702	1444	VC-Cl (1099)
		303						1577	
9		294	3035	1491	1252	3296	1684	1448	VC-Cl (1099)
		360						1581	
10		250	3045	1496	1254	3298	1671	1445	V N-H (3410)
		396						1585	

11		252 397	3043	1496 1581	1252	3296	1649	1446	V C=O (1695) V O-H (3411)
12		250 394	3035	1498 1583	1254	3298	1645	1450	(NO <sub>2</sub> ) Vasy(1565) Vsy(1367)
13		252 396	3030	1498 1581	1252	3298	1651	1442	O-H(3379) V
14		237 357	3040	1500 1579	1250	3296	1660	1448	C-H Alph. Vas(2922) Vs(2864) V C-C (744)

جدول(3): نتائج التحليل الدقيق للعناصر (C.H.N) للمركبات (14,4,3,2,1)

Comp. NO.	Molecular Formula	Found			Calculated		
		C%	H%	N%	C%	H%	N%
1	C <sub>20</sub> H <sub>18</sub> N <sub>4</sub>	75.98	5.73	17.40	76.41	5.77	17.82
2	C <sub>32</sub> H <sub>24</sub> N <sub>8</sub> Cl <sub>2</sub>	64.67	4.02	18.65	64.98	4.09	18.94
3	C <sub>34</sub> H <sub>30</sub> N <sub>8</sub> O <sub>2</sub>	69.97	5.11	19.14	70.09	5.19	19.23
4	C <sub>32</sub> H <sub>24</sub> N <sub>8</sub> Br <sub>2</sub>	56.23	3.42	16.37	56.49	3.56	16.47
14	C <sub>36</sub> H <sub>34</sub> N <sub>8</sub>	74.45	5.78	19.13	74.72	5.92	19.36

### 2.3. الفعالية المضادة للبكتيريا (Anti-bacterial activity)

#### 3.3 اختبار الفعالية التثبيطية (طريقة الانتشار بالأقراص): (Inhibition Test)

لقياس التأثير المثبط للمركبات المحضرة في نمو الجراثيم ، فقد حضرت اقراص من ورق الترشيح واتمن-1 (Whatman No.1) بقطر 6 ملم المعقمة والمحملة بـ3.2 ملغم لكل قرص وباستعمال مذيب الايثانول المطلق ،وبعد التجفيف في 50°م وزرعت الاقراص بملقط مناسب ومعقم على سطح الاكار مع قرص السيطرة وحضنت الاطباق عند 37 لمدة 20 ساعة وتم قياس منطقة التثبيط . حيث أظهرت المركبات (3,5,6,7,14) المحضرة مختبريا فعالية تثبيطية تجاه البكتريا السالبة *Eschershia coli* وكانت قيمها التثبيطية مقارنة لمعاملات السيطرة (Erythromycin ,Amoxicillin ،Ampicillin) كما هو موضح في الجدول(4) . والشكل(12) يوضح صور البكتريا اشريشيا القولون *Eschershia coli* .

كما أظهرت المركبات المحضرة (1,5,6,7,9,10,12,14) فعالية تثبيطية تجاه البكتريا السالبة *Pseudomonas aeruginosa* وكانت قيمها التثبيطية مقارنة لمعاملات السيطرة وكما هو موضح في الجدول(4) ، والشكل (13) يوضح صور بكتريا سيدوموناس ايروجينوزا *Pseudomonas aeruginosa* .

وأظهرت المركبات المحضرة (6,14) قيمة تثبيطية تجاه البكتريا الموجبة *Staphylococci aurues* مقارنة لمعاملات السيطرة وكما هو موضح في الجدول(4) . والشكل(10) صور بكتريا المكورات العنقودية الذهبية *Staphylococci aurues* .

وأظهر المركب المحضر (15) قيمة تثبيطية تجاه البكتريا الموجبة *Streptococcus pyogenes* مقارنة لمعاملات السيطرة وكما هو موضح في الجدول(4) . والشكل(11) صور بكتريا المكورات العنقودية المقيحة *Streptococcus pyogenes* .



جدول(4): الفعالية المضادة للبكتريا للمركبات المحضرة في نمو عدد من الجراثيم السالبة والموجبة لصبغة كرام

Comp. No.	<i>Eschershia Coli</i>	<i>Pseudomonas Aeruginosa</i>	<i>Staphylococci Aurues</i>	<i>Streptococcus Pyogenes</i>
1	-	-	-	-
2	-	-	-	-
3	0.7	-	-	-
4	-	-	-	-
5	1	1	-	-
6	1.9	1.2	2.3	-
7	0.6	0.7	-	-
8	-	-	-	-
9	-	1.4	-	-
10	-	0.5	-	-
11	-	-	-	-
12	-	0.9	-	-
13	-	-	-	-
14	2.7	2	2	1.1

جدول(5): الفعالية المضادة للبكتريا لعدد من معاملات السيطرة (المضادات الحيوية) في نمو عدد من الجراثيم السالبة والموجبة

<i>Comp. No.</i>	<i>Name</i>	<i>E. Coli</i>	<i>Pseudomonas Aeruginosa</i>	<i>Staphylococcus Aureus</i>	<i>Klebisalla Pneumojae</i>
1	Ampicillin	3.6	2.5	2.5	2
2	Amoxicillin	2.6	2.7	2.9	2.5
3	Erythromycin	3.1	1.5	2.5	2.1

\* (قطر دائرة التثبيط مقاسة بـ سم)

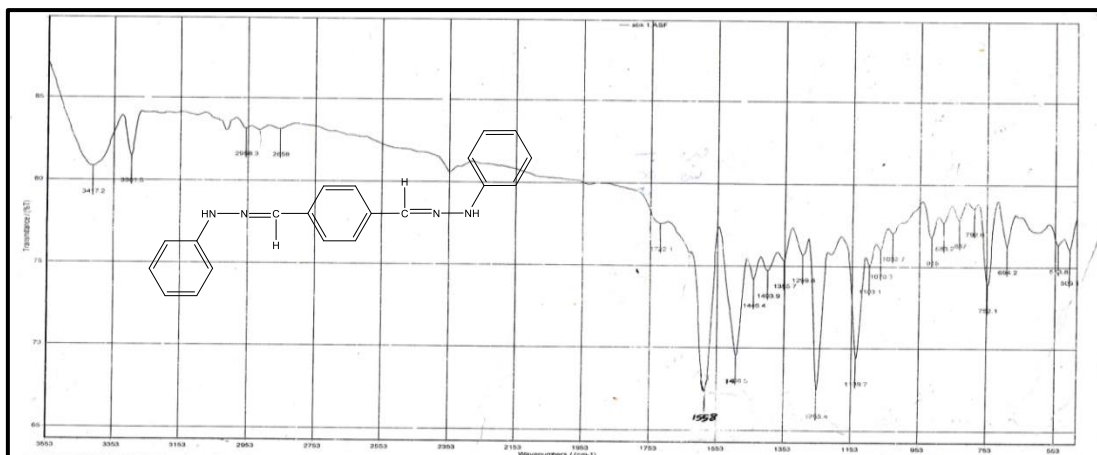
#### 4.3. عمليات الصباغة

استخدمت الصبغات المحضرة والمدونة ألوانها ودرجات انصهارها في الجدول(1) في عملية الصباغة كما مبين في الجدول(6) ان الأصباغ الجديدة الناتجة كانت ذات ألوان وثبوتية عالية ، إذ كان لهذه الأصباغ ثبات حراري تجاوزت فيه درجات الحرارة أكثر من 100م اذ سخنت لمدة ساعة في فرن التجفيف وامتازت بألوان زاهية وأظهرت ثباتاً واضحاً عند غسلها بالماء وتجفيفها ثم غسلها باستخدام محلول القاصر وكانت ذات ثباتية جيدة ، وحافظت على ثباتية ألوانها ويرجع السبب في ذلك الى طول سلسلة تعاقب الأواصر المزوجة والناتجة من التركيب الفراغي الكبير للمركبات المحضرة.

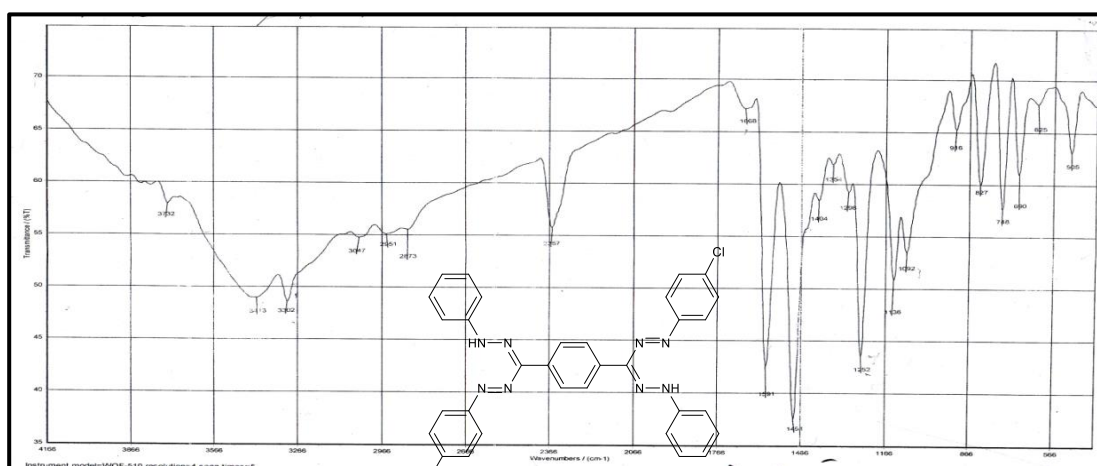
جدول(6): ثباتية ألوان المركبات المحضرة (2- 14)

رقم المركب	القطن		الصفوف		الورق		نشارة الخشب	
	بعد الغسل بالماء	بعد الغسل بالقاصر	بعد الغسل بالماء	بعد الغسل بالقاصر	بعد الغسل بالماء	بعد الغسل بالقاصر	بعد الغسل بالماء	بعد الغسل بالقاصر
2	+++	+++	+++	+++	+++	+++	+++	+++
3	+++	+++	+++	+++	+++	+++	+++	+++
4	+++	+++	+++	+++	+++	+++	++	+
5	+++	+++	+++	+++	+++	+++	++	+
6	+++	+++	+++	+++	+++	+++	+++	+++
7	+++	+++	+++	+++	+++	+++	+++	+++
8	+++	+++	+++	+++	+++	+++	+	-
9	+++	+	+++	+	+++	+	+++	+
10	+++	++	+++	+++	+++	+++	+++	+++
11	+++	+	+++	+	+++	+	+++	+
12	+++	+++	+	-	+++	+++	+++	+++
13	+++	+++	++	+	+++	+++	+++	+++
14	+++	+++	+++	+++	+++	+++	+++	+++

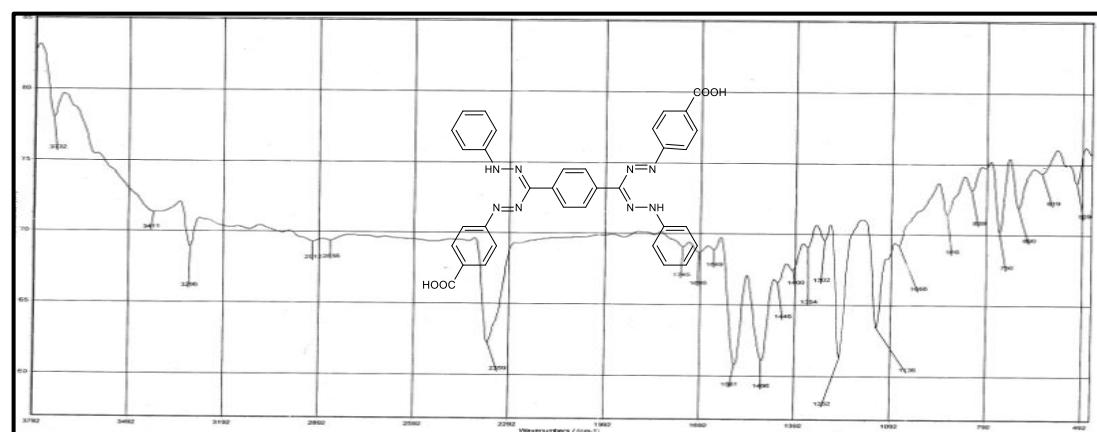
\* (++) = ثباتية عالية ، (++) = ثباتية متوسطة ، (+) = ثباتية قليلة ، (-) = عدم الثباتية



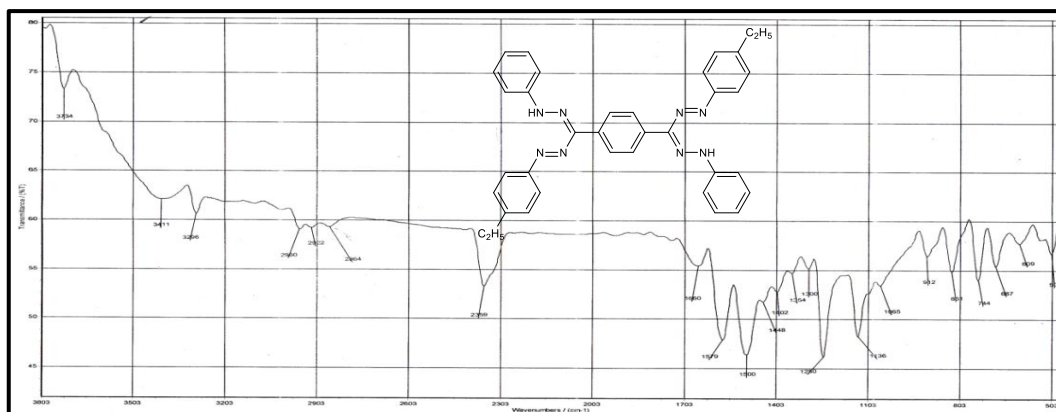
شكل(1): طيف الأشعة تحت الحمراء (IR) للمركب رقم (1)



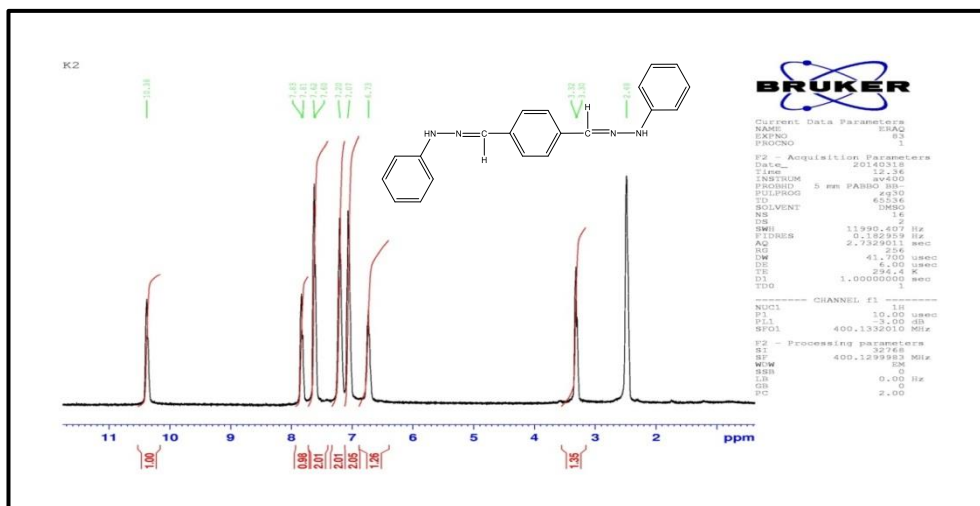
شكل(2): طيف الأشعة تحت الحمراء (IR) للمركب رقم (2)



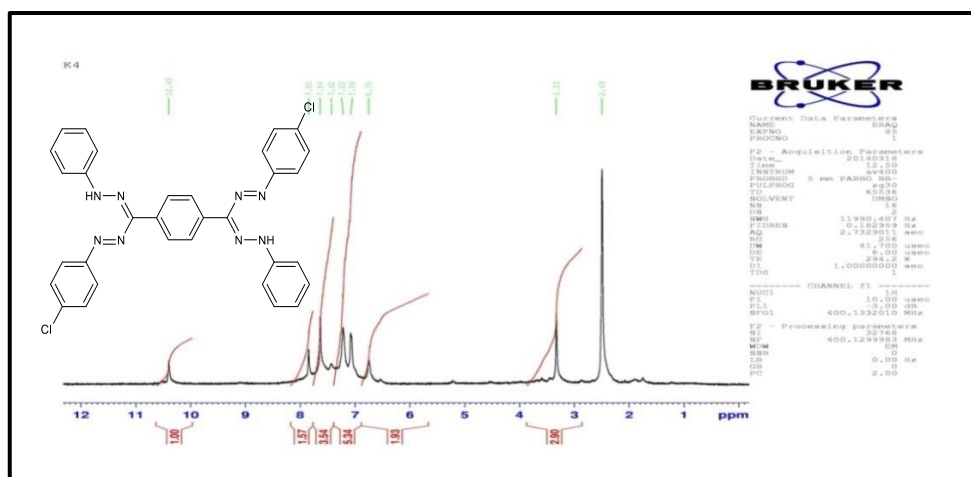
شكل(3): طيف الأشعة تحت الحمراء (IR) للمركب رقم (11)



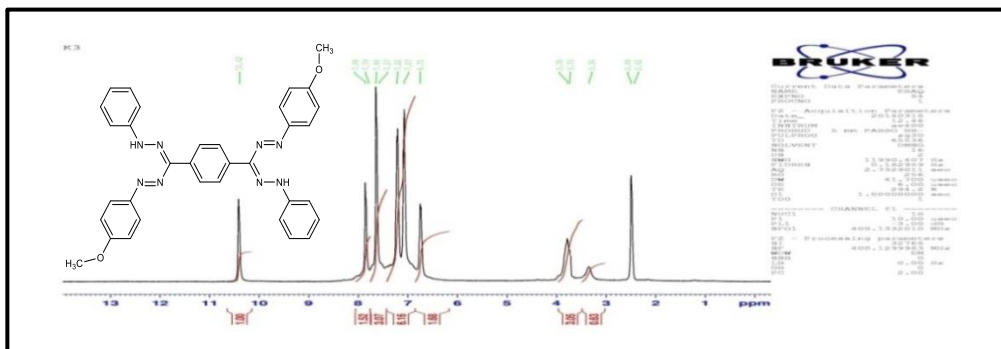
شكل(4): طيف الأشعة تحت الحمراء (IR) للمركب رقم (14)



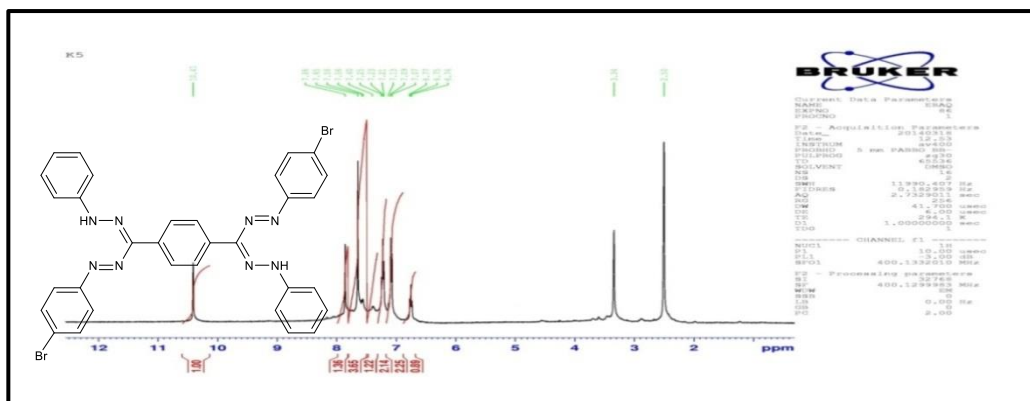
شكل(5): طيف الرنين النووي المغناطيسي (<sup>1</sup>H N.M.R) للمركب رقم (1)



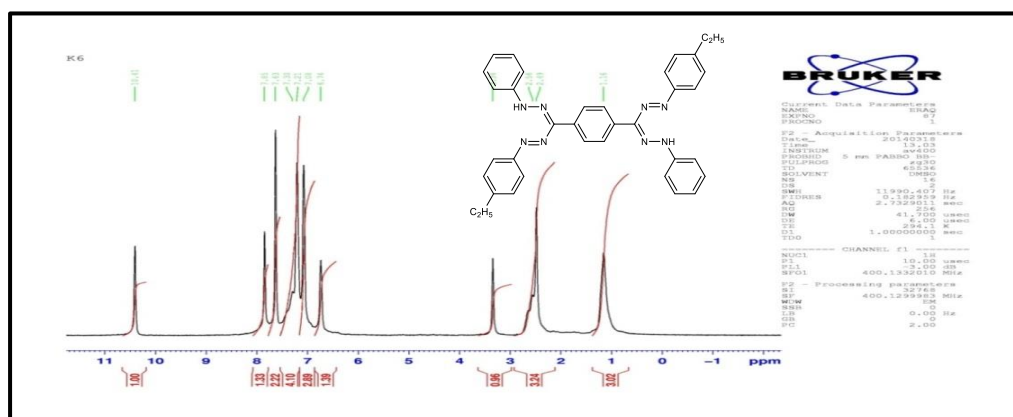
شكل(6): طيف الرنين النووي المغناطيسي (<sup>1</sup>H N.M.R) للمركب رقم (2)



شكل(7): طيف الرنين النووي المغناطيسي ( $^1\text{H N.M.R}$ ) للمركب رقم (3)

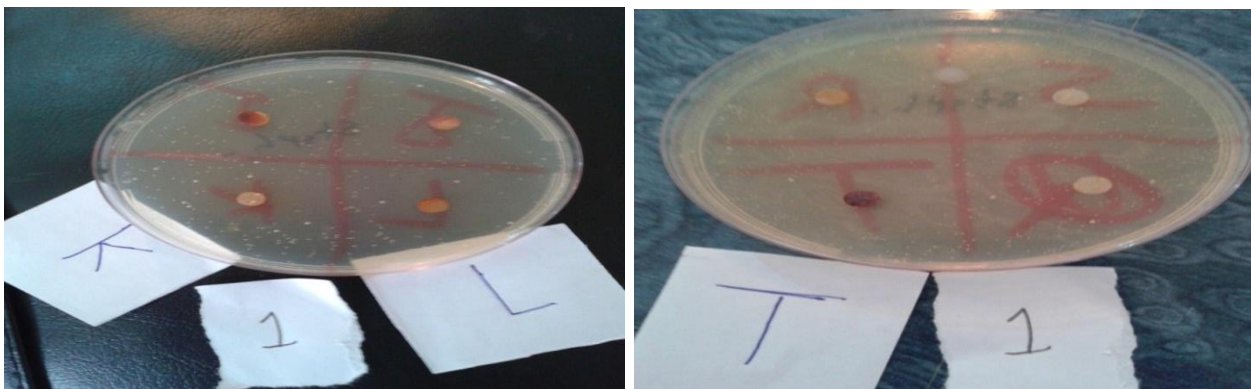


شكل(8): طيف الرنين النووي المغناطيسي ( $^1\text{H N.M.R}$ ) للمركب رقم (4)

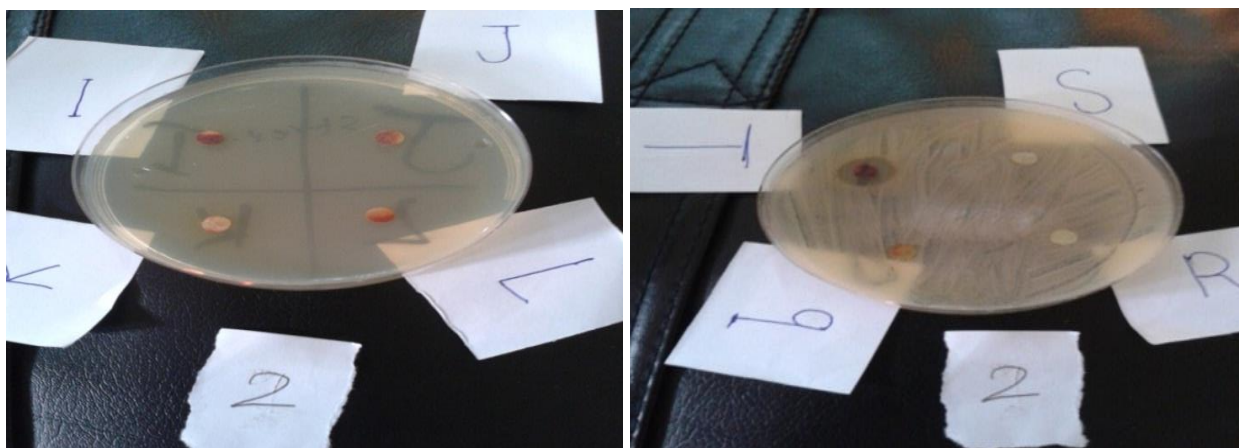


شكل(9): طيف الرنين النووي المغناطيسي ( $^1\text{H N.M.R}$ ) للمركب رقم (14)

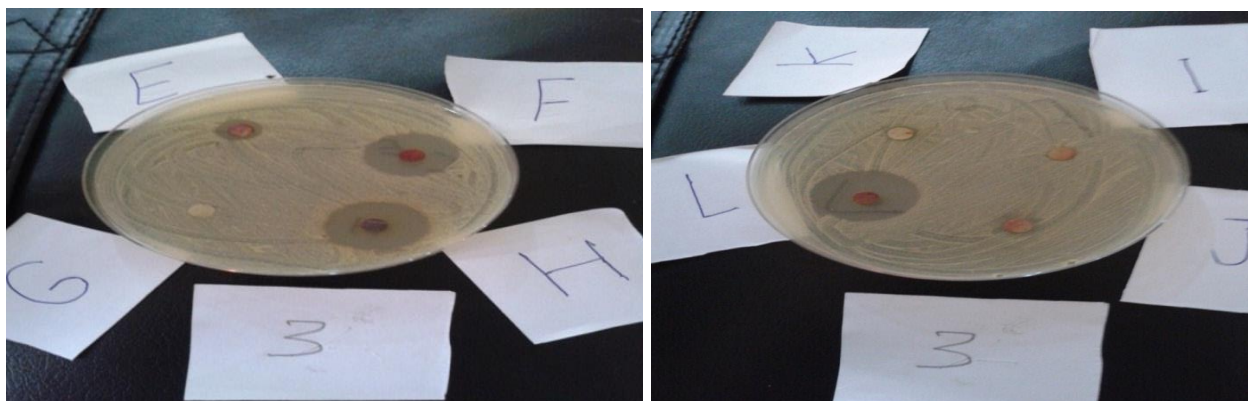




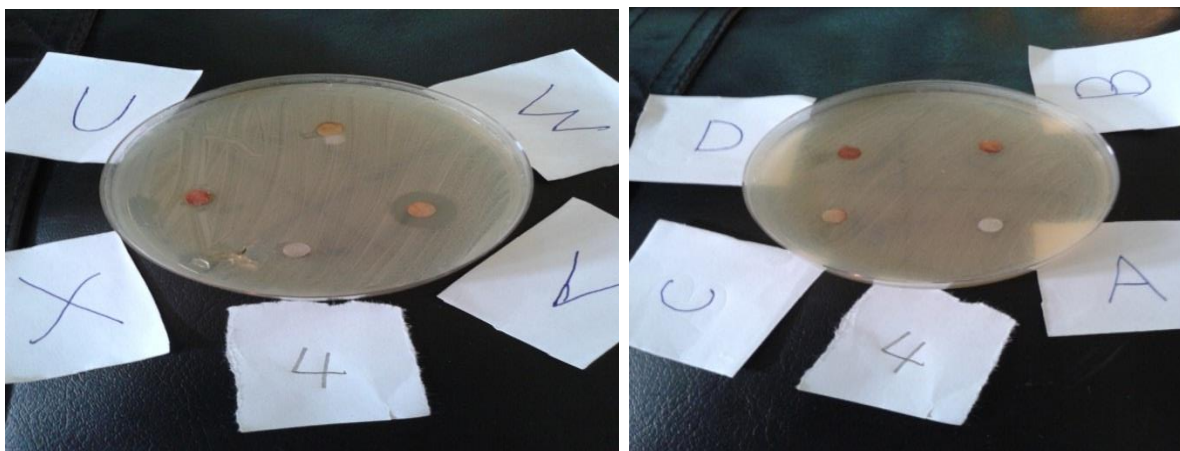
شكل(10): صور بكتريا المكورات العنقودية الذهبية *Staphylococci aureus*



شكل(11): صور البكتريا المكورات العنقودية المقيحة *Streptococcus pyogenicus*



شكل(12): صور بكتريا اشريشيا القولون *Escherichia coli*



شكل(13): صور بكتريا سيدوموناس ايروجينوزا *Pseudomonas aeruginosa*

#### المصادر ( References )

- [1] J. A. March . "*Advanced Organic Chemistry: Reactions, Mechanisms and Structure*", 4<sup>th</sup> Ed., Wiley, New York, (1992).
- [2] Y. P. Kitaev, B. I. Buzykin, T. V. Troepol. *Russ. Chem. Rev.*, 39(6), 441 (1970).
- [3] G. M. Loudon, "*Organic Chemistry*", 4<sup>th</sup> ed., Addison– Wesley, California, 874 (2002).
- [4] H. Tezcan, E.Uzluk, M. L. Aksu. *Spectrochemical Acta Part A* 70 973–982(2008).
- [5] H.Tezcan , G.Ekmekei.*Acta Chim. Slov.*57,189–197,(2010).
- [6] K.Prasad, E.V.Subrahmanyam, A.R.Shabaraya,*World Journal of Pharmaceutical Research*, 3,2,2741–2752,(2014).
- [7] D.A.Scudiero,R.H.Shoemaker,K.D.Paull,etl, *Cancer Res.* ,48,4827–4833,(1988).
- [8] R. B. Singh., P. Jain, R. P. Singh, *Talanta*, 29(2), 77 (1982).



- [9] Vogel , " *Textbook of Practical Organic Chemistry* " , 3rd ed. , Longmans, Green and Co. Ltd., London, 622 – 623 , (1964).
- [10] A.W.Bauer,W.A.M.Kirby,J.S.Shrris.andM.Turk."*Antibiotic Susceptibility Testing by a Standrized Single Dusk Method*Am.J.Clin. Pathol.,45,493(1966).
- [11] J. Vandeppte,K.Emgback,P.Pito and G.Ueuk,"*Basic Laboratory Procedure in Clinical Bacteriology*",Word Health Organization,Geneva, 78–85(1991).
- [12] L.P.Hammett, "*Phy. Org. Chem.*" , Megraw–Hill book Co. , Ino. , New York , New York P. 333(1940).
- [13] P.Sykes"*Aguidebook to Mechanism in Organic Chemistry*" John Wiely and Sons,Inc.New York (1986).
- [14] H.Tezcan,N.Ozkan."*Dyes and Pigments* ,56, 196–166 (2003).
- [15] R. M. Silverstein and G. C. Basser , "*Spectrometric Identification of Organic Compounds*", 2<sup>nd</sup> Ed. , John Wiley and Sonc Ltd., 118 (1979).

#### المؤلف

فوزي حميد جمعة: حصل على شهادة البكالوريوس في علوم الكيمياء من كلية العلوم – جامعة الموصل 1988، حصل على شهادة الماجستير في الكيمياء العضوية من كلية التربية- جامعة تكريت 2001 ، حصل على شهادة الدكتوراه في الكيمياء العضوية من كلية التربية- جامعة تكريت 2008 .  
نشر (12) بحثاً " علمياً" في المجلات العلمية العراقية ،استاذ مساعد، اشرف على (3) طلبة لدراسة الماجستير، شارك في (5) مؤتمرات علمية داخل العراق، قام بتقويم العديد من البحوث العلمية ورسائل الماجستير المرسله اليه من قبل الجامعات العراقية، قام بتدريس العديد من المواد العلمية لطلبة الدراسات العليا.

