وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

جامعة ذي قار – كلية العلوم – قسم الكيمياء

تحضير وتشخيص ودراسة بعض التطبيقات لمنشطات سطوح توأمية جديدة

رسالة مقدمة الى كلية العلوم – جامعة ذي قار

وهي جزء من متطلبات نيل درجة الماجستير في علوم الكيمياء

من قبل

الطالبة – انوار شعلان فجر

بكالوريوس علوم كيمياء

٢٠١٠م

تحت أشراف

ا. د . سماح حسين كاظم

٢٠٢٣م ١٤٤٤هـ

ضوئيا بـ CamScanner

بسم الله الرحمن الرحيم

نَرْفَعُ دَرَجَاتٍ مَّن نَّشَاءُ وَفَوْقَ
كُلِّ ذِي عِلْمٍ عَلِيمٌ

صدق الله العلي العظيم

(سورة يوسف / الآية ٧٦)

ضوئيا بـ CamScanner

Ministry of Higher Education & Scientific Research
University of Thi-Qar
College of science
Deans Office

وزارة التعليم والبحث العلمي
جامعة ذي قار
كلية العلوم
مكتب العميد

NO:
Date: / / 202

العدد ٣٠٣٠/ ٤٥٦
التاريخ ١٨ / ٧ / ٢٠٢٣

سري

الى/ رئاسة قسم علوم الكيمياء /كليتنا

م/ استلال الكتروني

تحية طيبة ...

طبقا لما ورد في كتاب دائرة البحث والتطويروزارتنا ذي العدد ب ت5/5868 بتاريخ 2015/7/17 وكتاب قسم الدراسات العليا دائرة البحث والتطوير وزارتنا ذي العدد ب ت5/3359 بتاريخ 2023/4/30 المبلغ الينا عبر كتاب قسم شؤون الدراسات العليا جامعتنا ذي العدد 6498 بتاريخ 2023/5/9 واشارة الى طلبكم في تاريخ 2023/7/11 نحيل اليكم تقرير الاستلال المعد قبل اطلاع المقوم العلمي لرسالة طالبة الماجستير (انوار شعلان فجر) الموسومة:

Synthesis and characterization and some applications of new Gemini surfactants

والذي بلغت نسبة استلاله (11%) فقط.

... مع خالص التقدير ...

18.7.2023

أ.م.د. هيثم عبدالامير هيناس
العميد

المرفقات:
- تقرير ورقي
- قرص CD

نسخه منه الى:
- مكتب السيد العميد المحترم/للتفضل بالاطلاع.....مع التقدير.
- ملفة الاستلال.
- الصـــــادرة.

web site: http://thiqar-sci.edu.iq/journal/index.php
E-mail:info@thiqar-sci.edu.iq
الناصرية - صوب الشامية - مجاور مقبرة الناصرية

ضوئيا بـ CamScanner

استمارة تدقيق الاقتباس النصي للرسائل و الاطاريح الجامعية

عنوان (الرسالة / الأطروحة)

Synthesis and Characterization and some application of new Gemini surfactants

الاختصاص العام للرسالة/الأطروحة : كيمياء

- الاختصاص الدقيق للرسالة /الأطروحة: كيمياء فيزيائية

ت	المحتويات الخاضعة لتحديد نسب الاقتباس النصي	نسبة الاقتباس النصي (%)
١	عنوان الرسالة / الأطروحة	٪٥
٢	الخلاصة	
٣	النتائج (*)	
٤	الاستنتاجات	
٥	التوصيات	٪٥
٦	طرق البحث	٪٤
٧	الجانب العملي (*)	
٨	بناء المشكلة و تصميمها	
٩	الخوارزميات(*)	٪٤
١٠	المقدمة	
١١	الجانب النظري	
١٢	ادبيات البحث	٪٨
	المجموع الكلي للنسبة الاقتباس (على ان لا يزيد عن (١٥%))	

١- (*) باستثناء العبارات الشائعة الاستخدام في مجال الاختصاص عند هذه المحتويات

٢- استنادا الى كتاب دائرة البحث و التطوير المرقم (ب ت ٥٨٦٨/٥) في ٢٠١٥/٧/٢٧ الفقرة (٨) تعتمد نسبة ١٥% للاقتباس العلمي من اجمالي الرسائل / الاطاريح الجامعية على ان لا تتجاوز (٥%) من مصدر واحد.

٣- في حالة وجود نسبة اقتباس اكثر من (١٥%) تعاد الرسالة / الأطروحة الى الطالب لغرض تقليل نسبة الأقتباس.

٤- في حال وجود انتحال (سرقة) علمية (تذكر بالتفصيل و المصادر التي تم السرقة منها) و يتحمل الطالب و المشرف مسؤوليتها و تعامل على اساسها كحالة غش .

ملاحظة :-
لا تستلم الرسالة/ الأطروحة من قبل (القسم/ الفرع) العلمي في الكلية لأغراض التقويم العلمي و تشكيل لجنة المناقشة مالم تحقق النسب الواردة في اعلاه.

ت	الاسم باللغة العربية	الاسم باللغة العلمية	الاختصاص الدقيق	الدرجة العلمية	التوقيع
١	رئيساً	ا.م.د. محمد سعيد	كيمياء فيزيائية	كلية العلوم	
٢	عضواً	ا.م.د. زينب مجيد	كيمياء لاعضوية	كلية العلوم	
٣	عضواً	ا.م.د. صاحبة مزهر	كيمياء بوليمر	كلية العلوم	

ضوئيا بـ CamScanner

رقم كتاب لجنة الاستلال (إلى القسم):
تاريخه:

الرسالة/ الاطروحة الموسومة:

Synthesis and characterization and some applications of new Gemini surfactants

الاختصاص العـام للرسالة / الاطروحة:

الاختصاص الدقيق للرسالة / الاطروحة:

المحتويات الخاضعة لتحديد نسبة الاستلال	نسبة الاستلال المعتمدة من قبل الوزارة	النسب الواردة في تقرير برنامج الاستلال
1- عنوان الرسالة / الاطروحة 2- الخلاصة 3- النتائج 4- الاستنتاجات 5- التوصيات	(صفر%)	0% فقط
1- طرق البحث	لا تزيد عن (5%) لرسائل الماجستير واطاريح الدكتوراه	0% فقط
1- الجانب العملي 2- بناء المشكلة وتصميمها 3- الفرضيات 4- الخوارزميات	○ (صفر%) لاطاريح الدكتوراه ○ لا تزيد عن (5%) لرسائل الماجيستر	3% فقط
1- المقدمة 2- الجانب النظري 3- ادبيات البحث	لا تزيد عن (10 %)	8% فقط

ملاحظات هامة:

1- التأكد من عدم اقتباس فقرات كاملة نصا الا مع وجود تبرير مثل التعاريف المقرة رسميا او دوليا والا يتوجب إعادة الصياغة.
2- لا تسلم الرسالة / الاطروحة من قبل القسم العلمي لأغراض التقويم العلمي وتشكيل لجنة المناقشة ما لم تحقق النسب الواردة في أعلاه.
3- مصادقة وتوقيع رئيس القسم وأعضاء اللجنة على استمارة التدقيق، حيث يكتب إضافة للقب العلمي امام كل عضو من أعضاء لجنة الاستلال بما فيهم رئيس اللجنة الاتي:
   - الاسم:
   - التخصص العام:
   تخصص الدقيق:

ختم وتوقيع رئيس القسم وأعضاء اللجنة على استمارة تدقيق استلال البحوث والاطاريح الجامعية

نسبة الاستلال الكلي (11%) فقط

18-7-2022

أ.م.د. هيثم عبدالامير عباس
العميد

ضوئيا بـ CamScanner

journal of MOLECULAR LIQUIDS

Print ISSN: 0167-7322
Online ISSN: 1873-3166
VOLUME 392 | December 15 | 2023

Authorship Information:

First Author

Anwar Shalan F.
Department of Chemistry
College of Science
University of Thi-Qar
Thi-Qar,64001, Iraq
anwarshalan112233@gmail.com

Second & Corresponding Author

Samah Hussein Kadhim
Department of Chemistry
College of Science
University of Thi-Qar
Thi-Qar,64001, Iraq
Samah.h_chem_chem@sci.utq.edu.iq

Dear Samah Hussein Kadhim,

We are glad to inform you that ***Journal of Molecular Liquids*** has selected your manuscript "***Synthesis, Characterization, and Biological Effectiveness Study of Some New Cationic Gemini Surfactants***" for the coverage in ***Elsevier B.V.*** We greatly appreciate your efforts on the research and looking forward to work on it.

The board has passed your paper release for *Volume 392, Dec 15 2023*. You can access your published article after release issue through this link: https://www.sciencedirect.com/journal/journal-of-molecular-liquids/vol/392.

The Journal of Molecular Liquids includes papers in the following areas:

Simple organic liquids and mixtures | Ionic liquids and deep eutectic solvents | Surfactant solutions (including micelles and vesicles) and Colloids | Thermotropic and lyotropic liquid crystals and gels | Ferrofluids | Water, aqueous solutions and other hydrogen-bonded liquids | Lubricants, polymer solutions and melts | Molten metals and salts | Phase transitions and critical phenomena in liquids and confined fluids | Self-assembly in complex liquids | Biomolecules in solution | Surface science involving solid-liquid and liquid-liquid interfaces.

The emphasis is on the molecular (or microscopic) understanding of particular liquids or liquid systems, especially concerning structure, dynamics and intermolecular forces, and on the solvent roles in structural and dynamical properties, thermodynamic quantities, functions, and reactions at the molecular level. Experimental studies, computer simulations, quantum chemical simulations and analytical theory will be considered for publication. The experimental techniques used may include:

- Conventional spectroscopy (mid-IR and far-IR, Raman, NMR, etc.)
- Non-linear optics and time resolved spectroscopy (psec, fsec, asec, ISRS, etc.)
- Light scattering (Rayleigh, Brillouin, PCS, etc.)
- Dielectric relaxation
- X-ray and neutron scattering and diffraction.

Papers just reporting experimental results that do not contribute to the understanding of the fundamentals of molecular liquids and ionic liquids and solutions will not be accepted. Only papers of a non-routine nature and advancing the field will be considered for publication.

Please do not contact the Editors for a status check of your manuscript as they handle a large number of submissions and unfortunately, they cannot answer all status requests. Please rather contact us at our Office address: 3251 Riverport Lane Maryland Heights, MO 6304, United States of America for all kinds of queries and concerns.

Thank you for working with *Journal of Molecular Liquids*.

Regards,

Toshio Yamaguchi

Toshio Yamaguchi
Editor-in-Chief
Fukuoka University
Department of Chemistry
Nanakuma, Jonan-ku, 814-0180
Fukuoka, Japan

University of Thi-Qar
College of Science
University of Thi-Qar Journal of Science

UTJsci
University of Thi-Qar Journal of Science

جامعة ذي قار
كلية العلوم
مجلة جامعة ذي قار للعلوم

Ref. No.: 91 G

Date: 22/7/2023

To the Author (s)

Anwar Shalan Fajer and Samah Hussein Kadhim

Department of Chemistry/ College of Science/ University of Thi-Qar

We are pleased to inform you that your paper:

" Synthesis,and Characterization of new Gemini Cationic Surfactants and Its Inhibition Behaviour Study on Cell Line Breast Cancer MCF-7"

has been accepted for publication in the University of Thi-Qar Journal of Science.
Your accepted manuscript will be published in Vol. 10, No. 2, December 2023.
Thank you for submitting your work to the University of Thi-Qar Journal of Science.

Kind regards

Editorial Manager

Prof. Dr. Lafy F. Al-Badry

Contact us: Nasiriyah Post Office / Thi-Qar/ Iraq/ P.O. B.# 19
e-mail: journal.th.science@gmail.com, utjsci@utq.edu.iq

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
جامعة ذي قار/ كلية العلوم
شعبة الشؤون العلمية والدراسات العليا

العدد : 3 / 11 / ١٠٦٧
التاريخ: ٢٤/ 8 /2023

أمر إداري

م/ تشكيل لجنة مناقشة ماجستير

استنادا الى كتاب امانة مجلس الجامعة ذي العدد (4 س/142 في 19 /1 /2022 الخاص بتخويل عميد الكلية صلاحية تشكيل لجان مناقشة طلبة الدراسات العليا وطبقا للمادة 14 من تعليمات الدراسات العليا رقم 26 لسنة 1990 وبناءً على مصادقة مجلس الكلية بجلسته الثالثة والعشرون المنعقدة بتاريخ 8/21 /2023 واستنادا للصلاحيات المخولة لنا تقرر تشكيل لجنة مناقشة طالبة الدراسات العليا / الماجستير في قسم الكيمياء بكليتنا (انوار شعلان فجر) عن رسالتها الموسومة:-

(Synthesis and characterization and some applications of new Gemini surfactants).

من الذوات المدرجة اسمائهم أدناه:-

ت	اللقب العلمي	الاســـــم	الشهادة	التخصص الدقيق	محل العمل	نوع التكليف في اللجنة
1	أستاذ مساعد	ليلى جاسم عباس	دكتوراه	الكيمياء الفيزياوية	كلية العلوم – جامعة البصرة	رئيسا
2	استاذ مساعد	ود عبد الكاظم مهدي	دكتوراه	الكيمياء الفيزياوية	كلية الطب الاسنان – جامعة ذي قار	عضوا
3	مدرس	رشا جاسم طعمه	دكتوراه	الكيمياء	كلية العلوم – جامعة ذي قار	عضوا
4	استاذ	سماح حسين كاظم	دكتوراه	الكيمياء الفيزياوية	كلية العلوم – جامعة ذي قار	عضوا مشرفا

علما ان المقوم العلمي الاول للرسالة أ.م.د. خنساء عبد الرزاق علي – كلية العلوم - جامعة البصرة والمقوم الثاني أ.م.د. هدى صالح عبود – كلية الصيدلة – جامعة البصرة ، ولغويا من قبل أ.د. احمد علي حنيحن - كلية الاداب - جامعة ذي قار وستجري المناقشة يوم الاحد الموافق 17 / 9 / 2023 الساعة التاسعة صباحا وعلى قاعة المرحوم الاستاذ الدكتور محسن عريبي التميمي في قسم الكيمياء - كلية العلوم وتكون المناقشة الكترونية في حال التعذر الشامل شريطة توفر وسائل اتصال مناسبة فضلا عن تسجيل المناقشة بالكامل.

23.8.2023

أ.م. د. هيثم عبد الامير مهناس
العميد

نسخه منه الى:

- وزارة التعليم العالي والبحث العلمي / جهاز الإشراف والتقويم العلمي / للتفضل بالاطلاع ..... مع التقدير.
- رئاسة جامعة ذي قار /قسم شؤون الدراسات العليا للتفضل بالاطلاع ..... مع التقدير.
- مكتب السيد العميد / للتفضل بالاطلاع .....مع التقدير.
- مكتب السيد معاون العميد للشؤون العلمية / للتفضل بالاطلاع .....مع التقدير.
- السادة الذوات رئيس وأعضاء اللجنة المحترمون / للتفضل بالاطلاع .....مع التقدير.
- السيد رئيس قسم الكيمياء مذكرتكم بالخصوص بتاريخ 14 /2023/8 للتفضل بالاطلاع ... مع التقدير.
- شعبة الاعلام اعداد اعلان بالخصوص وتغطية وقائع المناقشة في موعدها ..... مع التقدير
- المالية / التدقيق / لاتخاذ ما يلزم وصرف مستحقات لجنة المناقشة والبالغة (75000) لكل واحد منهم و(15000) وخمسة عشر إلف دينار لكل من المقومين العلمي واللغوي والاحصائي.
- الادارية لطفا لا صدار امر اداري بالصرف وارسال نسخة منه للتدقيق والمالية لاتخاذ ما يلزم من قبلهم ... مع التقدير
- شعبة ضمان الجودة والاعتماد للتفضل بالاطلاع .....مع التقدير.
- شعبة الدراسات العليا لإصدار كتب شكر وتقدير لأعضاء لجنة المناقشة وحفظ نسخة في ملفة الطالب ... مع التقدير
- السيد م. البرنامج الحكومي لإدراجه في وقائع البرنامج .... مع التقدير
- الصـــــادرة.

م. محمد خميس البريد الالكتروني لكلية العلوم sci@utq.edu.iq العنوان: العراق/ ذي قار/ الناصرية / قرب متنزه الناصرية

ضوئيا بـ CamScanner

المقومين

المقوم العلمي

ا. م.د. خنساء عبد الرزاق علي

كلية العلوم / جامعة البصرة

طبقا الى الكتاب ذي العدد٣٠س / ٤٧٤ بتاريخ ٢٠٢٣/٧/٢٧والصادر من كلية العلوم /جامعة ذي قار

المقوم العلمي

ا.م.د. هدى صالح عبود

كلية الصيدلة /جامعة البصرة

طبقا الى الكتاب ذي العدد٣٠س / ٤٧٥ بتاريخ ٢٠٢٣/٧/٢٧والصادر من كلية العلوم /جامعة ذي قار

المقوم اللغوي

ا.د. احمد علي حنيحن

كلية الآداب /جامعة ذي قار

طبقا الى الكتاب ذي العدد٣٠س / ٤٧٣ بتاريخ ٢٠٢٣/٧/٢٧والصادر من كلية العلوم /جامعة ذي قار

ضوئيا بـ CamScanner

الاهداء

الى منارة العلم الذي علم المتعلمين الى سيد الخلق رسولنا

محمد (ص) الى من بذلا سنين عمرهما بسخاء وصاغا لي

من عطفهما سلما لا رتقي صهوة المجد (امي وابي)

الى من كان سند لي في كل لحظة وثانية وكان سورا من

المحبة يحيطني بالحب والوفاء (زوجي)

الى رياحين حياتي اخوتي

الى صديقاتي وجميع من وقف بجانبي

الباحثة

Anwar

ضوئيا بـ CamScanner

شكر وعرفان

اول شكر ومنتهاه للمنعم جل علاه الذي احاطني بلطفه وعنايته ويسر لي ما تعسر من امري والهمني العزم والعزيمة على اتمام هذا البحث فلهو من الشكر والحمد على ما انعم وابدى واتم

لا يسعني وانا انهي الكلمات الاخيرة من كتابة رسالتي الا ان اتوجه بجزيل الشكر ومنتهى العرفان الى من كانت مثلا يحتذى به وعونا طوال مدة البحث على تذليل الصعوبات وتخطي العقبات بقلب واسع وبرؤية العالم المتواضع الذي لم تبخل بنصيحة وكانت لي قدوة دعم وتشجيع الدكتورة سماح حسين كاظم

واقدم الشكر الجزيل الى الاستاذ عباس طالب . وأتوجه بخالص شكري وتقديري وامتناني الى زملائي طلبة الدراسات العليا جميعا والى كل من وقف معي وساندني طوال فترة دراستي

مع خالص وفائي وتقديري لكل يد امتدت لمساعدتي واكف تضرعت بالدعاء لأجلي

ضوئيا بـ CamScanner

المحتويات

الموضوع		الصفحة
فهرس المواضيع		I
قائمة الجداول		IV
قائمة الاشكال		V
قائمة المخططات		VII
قائمة المختصرات		VIII
الخلاصة		IX
الفصل الاول		
المقدمة	1.1	1
تصنيف المواد المنشطة للسطوح	2.1	2
منشطات السطوح السالبة	1.2.1	2
منشطات السطوح الموجبة	2.2.1	2
منشطات السطوح الامفوتيرية	3.2.1	3
منشطات السطوح غير الايونية	4.2.1	3
منشطات السطوح التوأمية	3.1	4
تركيب منشطات السطوح التوأمية	1.3.1	4
خواص منشطات السطوح التوأمية	2.3.1	5
تحضير منشطات السطوح التوأمية	3.3.1	6
التركيز الغروي الحرج	4.1	10
طرق تحديد التركيز الغروي الحرج	1.4.1	11
الشد السطحي	5.1	13
اهمية التوتر السطحي وتطبيقاته الصناعية	1.5.1	14
الطرق المستخدمة لقياس التوتر السطحي	2.5.1	15
التوصيلية الكهربائية	6.1	16
موازنة المجاميع المحبة للماء-المجاميع المحبة للدهون	7.1	18
تطبيقات المواد المنشطة للسطوح	8.1	20
المشتتات	9.1	21
تطبيقات التشتت من خلال المواد المنشطة للسطوح	1.9.1	22
ميكانيكية عمل المشتتات	10.1	23
الدراسات السابقة	11.1	25
الهدف من الدراسة	12.1	28

2	الجزء العملي	29
1.2	الأجهزة المستخدمة	29
2.2	المواد المستخدمة	30
3.2	طرائق تحضير المركبات	31
1.3.2	تحضير المركب 2- (butoxymethyl)oxirane	31
2.3.2	تحضير المركب 1-butoxy-3-(piperidin-1-yl) propan-2- ol	31
3.3.2	تحضير المركب A1	31
4.3.2	تحضير المركب 2-(hexyloxy)methyl)oxirane	32
5.3.2	تحضير المركب 1-(hexyloxy)-3-(piperidin-1-yl) propan-2-ol	32
6.3.2	تحضير المركب A2	33
7.3.2	تحضير المركب 2- (octyloxy)methyl)oxirane	33
8.3.2	تحضير المركب 1-(octyloxy)-3-(piperidin-1-yl)propan-2-ol	34
9.3.2	تحضير المركب A3	34
10.3.2	تحضير المركب 2-(butoxymethyl)oxirane	35
11.3.2	تحضير المركب 1-(3-butoxy-2-hydroxypropyl)indoline-2,3-dione	35
12.3.2	تحضير المركب B1	36
13.3.2	تحضير المركب 2-(hexyloxymethyl)oxirane	37
14.3.2	تحضير المركب 1–(3-(hexyloxy)-2-hydroxypropyl)indoline-2,3-dione	37
15.3.2	تحضير المركب B2	37
16.3.2	تحضير المركب 2- (octyloxy)methyl)oxirane	38
17.3.2	تحضير المركب 1-(2-hydroxy-3-(octyloxy)propyl)indoline-2,3-dione	38
18.3.2	تحضير المركب B3	39
4.2	تحضير المشتتات	42
5.2	حساب التركيز الغروي الحرج لمنشطات السطوح المحضرة بطريقه التوصيلية	42
6.2	قياس الفعالية البيولوجية	42

الصفحة	الفصل الثالث	
44	تشخيص المركبات المحضرة	1.3
44	اطياف الاشعة تحت الحمراء	1.1.3
44	طيف الأشعة تحت الحمراء للمركب A_1	1.1.1.3
44	طيف الأشعة تحت الحمراء للمركب A_2	2.1. 1.3
44	طيف الأشعة تحت الحمراء للمركب A_3	3.1. 1.3
45	طيف الأشعة تحت الحمراء للمركب B1	4.1.1.3
45	طيف الأشعة تحت الحمراء للمركب B2	5.1.1.3
45	طيف الأشعة تحت الحمراء للمركب B3	6.1.1.3
49	اطياف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون ^{1}H-NMR	2.3
49	طيف الرنين النووي المغناطيسي للمركب A_1	1.2.3
50	طيف الرنين النووي المغناطيسي للمركب A_2	2.2.3
50	طيف الرنين النووي المغناطيسي للمركب A_3	3.2.3
51	طيف الرنين النووي المغناطيسي للمركب B_1	4.2.3
51	طيف الرنين النووي المغناطيسي للمركب B3	5.2.3
62	اطياف الرنين النووي المغناطيسي للكاربون ^{13}C-NMR	3.3
62	طيف الرنين النووي المغناطيسي للكاربون للمركب A_1	1.3.3
64	طيف الكتلة	4.3
64	طيف الكتلة للمركب A_1	1.4.3
68	طيف الكتلة للمركب A_2	2.4.3
71	طيف الكتلة للمركب A_3	3.4.3
74	طيف الكتلة للمركب B_1	4.4.3
77	طيف الكتلة للمركب B_2	5.4.3
80	طيف الكتلة للمركبB_3	6.4.3
83	حساب CMC بطريقه التوصيلية	5.3
87	حساب مدى الموازنة HLB	6.3
88	اختبار عمل المشتتات مختبريا	7.3
89	تأثير التركيز وطول السلسلة في التشتت	1.7.3
100	قياس الفعالية البيولوجية	8.3
100	نتائج اختبار السمية الخلوية Cytotoxicity Assay	1.8.3

قائمة الجداول

رقم الجدول	اسم الجدول	الصفحة
1-1	قيم مدى موازنة ومجال التطبيق للمواد المنشطة للسطوح	19
1-2	المواد الكيميائية المستخدمة	30
2-2	الخصائص الفيزيائية للمركبات المحضرة	40
1-3	اهم مواقع الامتصاص لطيف الاشعة تحت الحمراء للمركبات المحضرة	46
2-3	اهم مواقع الامتصاص لطيف ^{1}H-NMR للمركبات المحضرة	52
3-3	قيم التركيز الغروي الحرجCMC للمركبات المحضرة	86
4-3	قيم الموازنة HLB للمواد المحضرة ومجالات استخدامها	88
5-3	التركيز المستخدم وحجم الهالة الموسع للمشتت DA_1	89
6-3	التركيز المستخدم وحجم الهالة الموسع للمشتت DA_2	90
7-3	التركيز المستخدم وحجم الهالة الموسع للمشتت DA_3	90
8-3	التركيز المستخدم وحجم الهالة الموسع للمشتت DB_1	91
9-3	التركيز المستخدم وحجم الهالة الموسع للمشتت DB_2	91
10-3	التركيز المستخدم وحجم الهالة الموسع للمشتت DB_3	91
11-3	تأثير المركب A_1 على خط خلايا سرطان الثدي MCF-7 وخط خلايا الطبيعي WRL68 باستخدام اختبار MTT .	100
12-3	تأثير المركب A_2 على خط خلايا سرطان الثدي MCF-7 وخط خلايا الطبيعي WRL68 باستخدام اختبار MTT .	102
13-3	تأثير المركب A_3 على خط خلايا سرطان الثدي MCF-7 وخط خلايا الطبيعي WRL68 باستخدام اختبار MTT .	103
14-3	تأثير المركب B_1 على خط خلايا سرطان الثدي MCF-7 وخط خلايا الطبيعي WRL68 باستخدام اختبار MTT.	104
15-3	تأثير المركب B_2 على خط خلايا سرطان الثدي MCF-7 وخط خلايا الطبيعي WRL68 باستخدام اختبار MTT.	105
16-3	تأثير المركب B_3 على خط خلايا سرطان الثدي MCF-7 وخط خلايا الطبيعي WRL68 باستخدام اختبار MTT.	107

قائمة الاشكال

رقم الشكل	اسم الشكل	الصفحة
1-1	تركيب Potassium laurate	2
2-1	تركيب Cetylpyridinium chloride	3
3-1	تركيب Sulfobetaines	3
4-1	تركيب Poly(propyleneglycol)	3
5-1	المذيلات المكونة من (a) المواد الخافضة للتوتر السطحي التقليدية و (b) المواد الخافضة للتوتر السطحي التوأمية.	5
6-1	التجمعات الغروية	11
7-1	العلاقة بين التغير في التركيز الغروي الحرج مع بعض الخصائص الفيزيائية	13
8-1	تاثير الشد السطحي على زيادة جزيئات السائل	14
9-1	علاقة تغير تراكيز المادة المنشطة للسطوح والتوصيلية	17
10-1	العلاقة بين تركيز منشط السطوح والتوصيل المولاري والتوصيل النوعي	18
11-1	ميكانيكية عمل المشتتات	24
1-3	طيف الاشعة تحت الحمراء للمركب A1	46
2-3	طيف الاشعة تحت الحمراء للمركب A2	47
3-3	طيف الاشعة تحت الحمراء للمركب A3	47
4-3	طيف الاشعة تحت الحمراء للمركبB1	48
5-3	طيف الاشعة تحت الحمراء للمركبB2	48
6-3	طيف الاشعة تحت الحمراء للمركبB3	49
7-3	طيف ^{1}H-NMR للمركب A_1	55
8-3	طيف ^{1}H-NMR للمركب A_2	57
9-3	طيف ^{1}H-NMR للمركب A_3	58
10-3	طيف ^{1}H-NMR للمركبB1	60
11-3	طيف ^{1}H-NMR للمركبB3	62
12-3	طيف ^{13}C-NMR للمركب A_1	64
13-3	طيف الكتلة للمركب A_1	66
14-3	طيف الكتلة للمركب A_2	69
15-3	طيف الكتلة للمركب A_3	72
16-3	طيف الكتلة للمركب B1	75
17-3	طيف الكتلة للمركب B2	78
18-3	طيف الكتلة للمركب B3	81
19-3	التركيز الغروي الحرج للمركب A_1	84
20-3	التركيز الغروي الحرج للمركب A_2	84
21-3	التركيز الغروي الحرج للمركب A_3	85
22-3	التركيز الغروي الحرج للمركب B1	85
23-3	التركيز الغروي الحرج للمركب B2	86
24-3	التركيز الغروي الحرج للمركب B3	86
25-3	ازدياد التشتيت بزيادة التركيز للمركب A_1	93

26-3	ازدياد التشتيت بزيادة التركيز للمركب A_2	94
27-3	ازدياد التشتيت بزيادة التركيز للمركب A_3	95
28-3	ازدياد التشتيت بزيادة التركيز للمركب B1	96
29-3	ازدياد التشتيت بزيادة التركيز للمركب B2	97
30-3	ازدياد التشتيت بزيادة التركيز للمركب B3	98
31-3	ازدياد التشتيت بزيادة التركيز للمركب DMO41020Q	99
32-3	تأثير المركب A_1 على خط خلايا سرطان الثدي MCF-7 وخط خلايا الطبيعي WRL68 باستخدام اختبار MTT .	101
33-3	تأثير المركب A_2 على خط خلايا سرطان الثدي MCF-7 وخط خلايا الطبيعي WRL68 باستخدام اختبار MTT .	102
34-3	تأثير المركب A_3 على خط خلايا سرطان الثدي MCF-7 وخط خلايا الطبيعي WRL68 باستخدام اختبار MTT .	103
35-3	تأثير المركب B1 على خط خلايا سرطان الثدي MCF-7 وخط خلايا الطبيعي WRL68 باستخدام اختبار MTT	105
36-3	تأثير المركب B2 على خط خلايا سرطان الثدي MCF-7 وخط خلايا الطبيعي WRL68 باستخدام اختبار MTT	106
37-3	تأثير المركب B3 على خط خلايا سرطان الثدي MCF-7 وخط خلايا الطبيعي WRL68 باستخدام اختبار MTT	107

قائمة المخططات

رقم المخطط	اسم المخطط	الصفحة
1-1	تحضير مركب إيميدازوليوم التوأمية	7
2-1	تحضير مركب PMTX	8
1-2	تحضير المركب A_1	32
2-2	تحضير المركب A_2	33
3-2	تحضير المركب A3	35
4-2	تحضير المركب B1	36
5-2	تحضير المركب B2	38
6-2	تحضير المركب B3	39
1-3	الميكانيكية المقترحة لتكسيرات طيف الكتلة للمركبA_1	67
2-3	الميكانيكية المقترحة لتكسيرات طيف الكتلة للمركبA_2	70
3-3	الميكانيكية المقترحة لتكسيرات طيف الكتلة للمركبA_3	73
4-3	الميكانيكية المقترحة لتكسيرات طيف الكتلة للمركبB1	76
5-3	الميكانيكية المقترحة لتكسيرات طيف الكتلة للمركبB2	79
6-3	الميكانيكية المقترحة لتكسيرات طيف الكتلة للمركبB_3	82

قائمة المختصرات

Code	Name
^{13}C-NMR	Carbon Nuclear Magnetic Resonance
G	Conductivity (ohm^{-1})
D	Dispersion
FT-IR	Fourier Transform Infrared Spectrometry
g	Gram
m.p	Gram Melting point
HLB	Hydrophilic Lipophilic Balance
ml	Milliliter
O/W	Oil in water
^{1}H-NMR	Proton Nuclear Magnetic Resonance
ppm	Part per million
R	Resistance
L	Specific Conductivity
CMC	The Critical Micellization Concentration
MTT	Micro culture tetrazolium
MCF	Michigan cancer foundation

الخلاصة

تضمنت الدراسة تحضير ستة انواع من منشطات السطوح التوأمية الجديدة من املاح الامونيوم المتعددة السلاسل الإكليلية ثلاثة منها مشتقة من مركب البايبريدين 1,1-(hexane -1,6-diyl) (A_1))bis(1-(3-butoxy-2-hydroxypropyl)piperidine-1-ium)bromide.

(A_2) 1,1-(hexane -1,6-diyl)bis(1-(3-hexyloxy-2-hydroxypropyl)piperidine-1-ium)bromide

(A_3) 1,1-(hexane -1,6-diyl)bis(1-(3-octyloxy-2-hydroxypropyl)piperidine-1-ium)bromide

وثلاثة منها مشتقة من مركب الايساتين :

(B_1) (1,1-(hexane-1,6-diyl)bis(1-(3-butoxy-2-hydroxypropyl)-2,3-dioxoindolin-1-ium)bromide.

(B_2) 1,1-(hexane-1,6-diyl)bis(1-(3-hexyloxy-2-hydroxypropyl)-2,3-dioxoindolin-1- ium)bromide.

(B_3) 1,1-(hexane-1,6-diyl)bis(1-(3-octyloxy-2-hydroxypropyl)-2,3-dioxoindolin-1-ium)bromide.

واحتوت المركبات المحضرة على سلاسل طرفيه محبة للنفط (كارهه للماء) .
شخصت المركبات المحضرة باستخدام مطيافية (FTIR) وطيف الرنين النووي المغناطيسي (^{1}H-NMR) وطيف الكتلة ،تم تقييم كفاءة المواد المنشطة للسطوح من خلال قياس التركيز الغروي الحرج (CMC) باستخدام طريقة التوصيلية الكهربائية حيث كانت المركبات A_1,A_2,A_3 اكبر من المركبات B_1,B_2,B_3.كما تم حساب قيمة الموازنة بين المجاميع المحبة للماء والمحبة للنفط (HLB) لغرض معرفه مجال تطبيق هذه المركبات صناعيا مثل صناعة المنظفات ومستحضرات التجميل والطلاء والصيدلة . حيث تم استخدامها كمشتتات للبقع النفطية وبتراكيز مختلفة (50,100,150 ppm) اذ لوحظ حجم الهالة الموسع للنفط الخام

تزداد بزيادة التركيز وبزيادة طول السلسلة للجزء المحب للنفط حيث كان المركبان A_3,B_3 اكثر فعالية في تشتت البقعة النفطية. كما تم دراسة الفعالية البيولوجية للمركبات المحضرة باستخدام قياس السمية الخلوية MTT لتحديد التأثير السام للمركبات على سرطان الثديMCF-7 وكان المركبان A_3 وB_1 اكثر فعالية في تثبيط الخلايا السرطانية بنسبة(5.4-27.28%) و(4.3-26.8%) عند التراكيز من($25-400\mu mL^{-1}$) على التوالي.

الفصل الاول

المقدمة

Introduction

1.1 المقـــــدمة Introduction

المواد المنشطة للسطوح أو المواد الخافضة للتوتر السطحي هي مركبات كيمياوية تقلل من التوتر السطحي بين سائلين ، أو بين الغاز والسائل ، أو بين السائل والصلب ، ويتم استخدامها في مجموعة واسعة من التطبيقات ، بما في ذلك المنظفات ومستحضرات التجميل والعمليات الصناعية. هناك نوعان من المواد المنشطة للسطوح تشمل منشطات السطوح التوأمية Gemini Surfactants ومنشطات السطوح التقليدية Conventional Surfactants ولكل منهما خواصه الكيمياوية المميزة. تبدأ قصة المواد الخافضة للتوتر السطحي ، أو العوامل النشطة السطحية ، منذ آلاف السنين ، على الرغم من أن استكشافها العلمي هو مسعى أحدث بكثير. وهي من المواد الكيميائية المستخدمة عبر تاريخ طويل يمتد الى زمن الحضارات البابلية والمصرية القديمة حيث كانت تصنع من الزيوت النباتية والشحوم الحيوانية. ان أقدم مادة خافضة للتوتر السطحي هي الصابون التي تم صناعتها على يد البابليين القدماء حوالي 2800 قبل الميلاد ، حيث قاموا بغلي الدهون الحيوانية بالرماد ، منتجين مادة قادرة على تقليل التوتر السطحي للماء ، مما يسهل تنظيف الأسطح. كذلك صنع المصريون القدماء ، على غرار البابليين ، شكلاً من أشكال الصابون عن طريق الجمع بين الدهون النباتية والحيوانية والأملاح القلوية. خلقت هذه العملية مادة تشبه الصابون يمكن استخدامها لأغراض التنظيف. من المهم أن نلاحظ أن فعالية وخواص هذه المواد ليست تمامًا مثل عمليات صنع الصابون الحديثة ، لكنها تعمل وفقًا لمبدأ مماثل لعملها تقريبا [1].

بدأ الفهم العلمي للمواد الخافضة للتوتر السطحي في الظهور خلال القرن التاسع عشر. حيث بدأ العلماء مثل توماس غراهام Thomas Graham الكيميائي الاسكتلندي في عام 1860 في دراسة الغرويات ، مما وضع الحجر الأساس لفهم المواد المنشطة للسطوح. بحلول أوائل القرن العشرين، كان الكيميائيون يصنعون خافضات التوتر السطحي الاصطناعية. كان أهم تطور هو إنتاج Sulfonated oil في ألمانيا خلال الحرب العالمية الأولى 1914–1918 بسبب نقص الدهون لإنتاج الصابون في تلك الفترة. جاءت الطفرة الحقيقية في تطوير المواد المنشطة للسطوح خلال فترة الحرب العالمية الثانية 1939-1945، حيث واجهت الولايات المتحدة نقصًا كبيرا في الزيوت الطبيعية ، مما حفز العلماء للقيام بالبحث العلمي في البدائل الاصطناعية. أدى ذلك إلى إنتاج سلفونات ألكيل بنزين Alkylbenzene Sulfonates (ABS)، وهي مواد خافضة للتوتر السطحي غير قابلة للتحلل وتستخدم بشكل أساسي في منظفات الغسيل. شهدت فترة ما بعد الحرب نموًا هائلاً في إنتاج واستخدام المواد الخافضة للتوتر السطحي الاصطناعية. ومع ذلك ، فإن المشاكل البيئية المرتبطة بتقاسم المنافع ، وخاصة في فترة الستينيات ، دفعت العلماء إلى تطوير سلفونات الكيل بنزين الخطي Linear Alkyl benzene Sulfonates (LAS) ، وهو بديل قابل للتحلل البيولوجي [2].

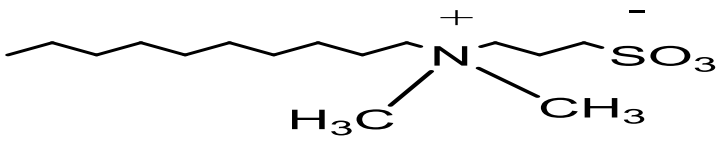
تحولت أبحاث المواد المنشطة للسطوح الحديثة بعد ذلك إلى تصميم مواد صديقة للبيئة وذات وظيفة محددة. يتضمن ذلك تطوير المواد الخافضة للتوتر السطحي "الخضراء" من مصادر متجددة ، فضلا عن تصميم خافضات للتوتر السطحي مثل المواد الخافضة للتوتر السطحي التوأمية ، مع خصائص محسنة لتطبيقات محددة. بشكل عام ، انتقلت المواد الخافضة للتوتر السطحي من المواد البسيطة المشتقة بـشكل طبيعي إلى الجزيئات الاصطناعية المعقدة مع العديد من التطبيقات الصناعية والمنزلية. يمثل تطور هذه المواد رحلة رائعة للاكتشاف العلمي والابتكار التكنولوجي ، وتحقيق التوازن بين الكفاءة والتكلفة والاعتبارات البيئية[3].

2.1 تصنيف المواد المنشطة للسطوح Classification of Surfactants

تصنف المواد النشطة للسطوح الى عدة انواع اعتمادا على الشحنة الموجودة في المجموعة الرأسية [4]. منها المنشطات السالبة والموجبة والامفوتيرية وغير الايونية.

1.2.1 منشطات السطوح السالبة Anionic surfactants

وهي المركبات التي يكون فيها الرأس المحب للماء مشحون بشحنة سالبة وتميل للارتباط مع المواد الحاوية على شحنة موجبة في المحلول ويعد هذا النوع الاكثر استخداما وذات كلفة اقتصادية واطئة ويستخدم في صناعة المنظفات والصابون وله تطبيقات واسعة في الصناعة والزراعة وفي الوقت الحاضر تستخدم على نطاق واسع في مجال النفط [5-7] . ان منشطات السطوح السالبة احتلت حوالي50% من حصة السوق العالمي لمنشطات السطوح [8] وعادة ما تكون هذه المجموعة كبريتات او كاربوكسيلات او سلفونات او فوسفات [9] يرافقها ايون موجب ومثالها موضح في الـــــشكل (1-1) .

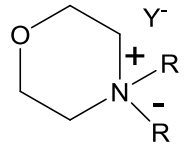


الشكل (1-1):يمثل تركيب Potassium laurate

2.2.1 منشطات السطوح الموجبة Cationic surfactant

هي مركبات تكون فيها المجموعة الرأسية موجبة الشحنة وعادة ما تكون املاح الامونيوم وتختلف في طبيعة ذرة النتروجين المتصلة على الاقل بطرف كاره للماء مع ذرة او اكثر من ذرات الهيدروجين

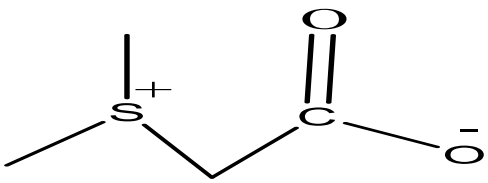
او امونيوم رابعي حلت مجموعة عضوية محل كل ذرات الهيدروجين وكما توجد بشكل حلقات غير متجانسة كالمورفولين ،يرافقها ايون سالب وهي اكثر كلفة بالتصنيع ولهذا تستخدم بمجالات خاصة كمثبطات تآكل وكمطهرات وفي معالجة النفط الخام [10] ومثالها موضح في الشكل (1-2) .



الشكل (1-2):يمثل تركيب المورفولين

3.2.1 منشطات السطوح الامفوتيرية Amphoteric surfactant

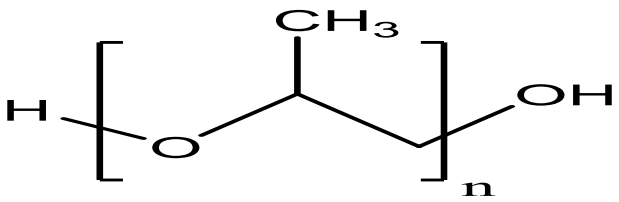
وهي مركبات تحتوي على المجموعة الموجبة والمجموعة السالبة بنفس الجزيئة كما لها دالة حامضية PH وتوصيلية كهربائية مقاربة للمواد غير الأيونية كذلك لا تمتلك ايونا مرافقا وتسلك سلوك المنشطات الموجبة بالمحاليل الحامضية وسلوك المنشطات السالبة بالمحاليل القاعدية[11] ومثالها موضح في الشكل (1-3)



الشكل (1-3):يمثل تركيب Sulfobetaines

4.2.1 منشطات السطوح غير الايونية Nonionic surfactant

عادة ما يتم إنشاء هذه المواد الخافضة للتوتر السطحي من سلسلتين ألكيل طويلتين ، كل منهما متصلة بمجموعة رأس لا تحتوي على شحنة. غالبًا ما تكون مجموعات الرأس عبارة عن سلاسل من البولي أوكسي إيثيلين ومتصلة بفاصل spacer[12] ومثالها موضح في الشكل (1-4) .



الشكل (1-4): يمثل تركيب Poly(propylene glycol)

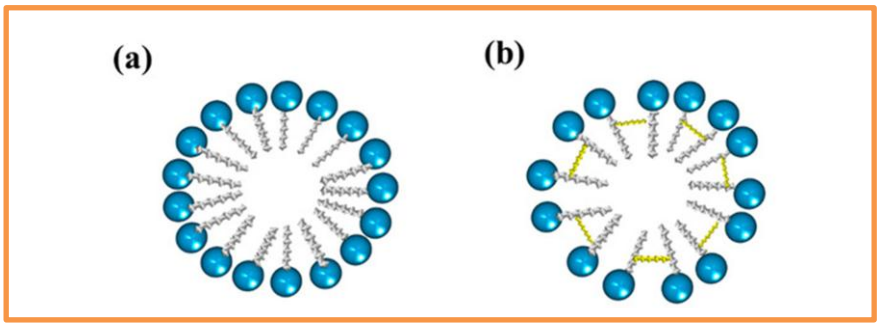
1. 3 منشطات السطوح التوأمية Gemini surfactants

تعتبر منشطات السطوح التوأمية Gemini surfactants جيل جديد من منشطات السطوح وبشكل عام تتكون من مجموعتين رأسية قطبية محبة للماء ومجموعتين من السلاسل الذيلية الكاره للماء وترتبط تساهميا بأنواع مختلفة من الروابط تسمى spacers وقد تكون الرابطة صلده او مرنة [13،14].

ان لمنشطات السطوح التوأمية سلسله من المزايا مقارنة مع منشطات السطوح التقليدية واهمها انخفاض قيم الشد السطحي والنشاط السطحي العالي والذوبانية العالية في الماء والقدرة على الترطيب وانخفاض قيم التركيز الغروي الحرج CMC وبالتالي تكون تراكيب منشطات السطوح التوأمية اكثر فعالية مقارنة بنظائرها الأحادية ،حيث تم معرفة منشطات السطوح التوأمية بواسطه العالم Benton وجماعته وتم تسميتها بالتوأمية من قبل العالمان Menger و Littau [15] وتطور هذا الموضوع سريعا حيث تم تحضير اول منشطات توأمية مرتبط برابط صلد rigid spacer وهو حلقه بنزين [16] في عام 1991. ولا يقتصر مصطلح التوأم على Gemini بل يتعداه ليشمل bis surfactant او جزيئة المادة المنشطة للسطوح المضاعفة double surfactant [17].ان خصائص منشطات السطوح التوأمية تتأثر بشكل كبير في طبيعة وهيكل الرابط spacer باعتبار هذه العوامل تميز منشطات السطوح التوأمية عن منشطات السطوح الأحادية المقابلة ويمكن ان يكون هذا الرابط طويل او قصير او صلد او مرن او قطبي او غير قطبي [18].

1.3.1 تركيب منشطات السطوح التوأمية structure of Gemini surfactant

استحوذت منشطات السطوح التوأمية على انتباه الباحثين عبر مجموعة واسعة من التطبيقات ، نظرًا لخصائصها المتفوقة مثل التركيز الغروي الحرج CMC الأقل بشكل ملحوظ ، وتحسين القدرة على الذوبان وتحسين صفات الترطيب والرغوة مقارنة بنظرائهم من سلسلة واحدة [19]. تتميز هذه المواد الخافضة للتوتر السطحي بسلوكها متعدد الأشكال والقدرة على التجميع الذاتي في مجموعة متنوعة من الهياكل. يمكن أن تظهر هذه الركام على شكل مذيلات ، أو طبقات ثنائية ، أو حويصلات ، وهذا يتوقف على عوامل مثل مجموعات الرأس ، وطول الاطراف الكارهة للماء ، وخصائص الفاصل spacer [20].الشكل (1-5) يمثل تكوين المذيلات القياسية المشتقة من كل من المواد الخافضة للتوتر السطحي التقليدية والتوأمية [21].



الشكل (1- 5): مثل المذيلات المكونة من (a) المواد الخافضة للتوتر السطحي التقليدية و (b) المواد الخافضة للتوتر السطحي التوأمية[21].

يتضمن تحضير منشطات السطوح التوأمية خطوتين أساسيتين:

الخطوة الأولى: تصنيع مادة مونومير منشط السطوح (monomer surfactant): يمكن أن تختلف هذه العملية اعتمادًا على النوع المحدد من منشطات السطوح التوأمية المراد تصنيعة

. وهنا يمكن أن يكون الفاعل بالسطح المونومير كاتيونيًا موجب الشحنة (Cataionic) أو أنيونيًا سالبة الشحنة (anionic) أو غير أيوني عديم الشحنة (non-ionic) ، أو يكون بهيئة جزيئات ثنائية الشحنة سالبة وموجبة . على سبيل المثال ، قد يتضمن تركيب مونومير كاتيوني تفاعلا رباعيا ، حيث يتفاعل أمين ثلاثي مع هاليد ألكيل لتكوين ملح أمونيوم رباعي.

(المونومير هو جزيء يمكن ربطه بجزيئات متطابقة أخرى لتكوين بوليمر)[22].

الخطوة الثانية: هي ربط اثنين من هذه المونوميرات معًا. يتم تحقيق ذلك عادةً عن طريق الفاصل Spacer ، والتي يمكن أن تكون إما محبة للماء أو كارهة للماء ، اعتمادًا على الخصائص المرغوبة للمنتج النهائي. الفواصل الأكثر شيوعًا هي سلاسل الألكيل أو سلاسل بولي أوكسي إيثيلين أو الإسترات Esters أو الأميدات Amides. قد تشتمل عملية الربط على تفاعل تكثيف بسيط ، أو تفاعل أسترة Esterification أو إضافة مجموعة الأميد amidation ، أو تفاعل ألكلة alkylation، أي إضافة مجموعة ألكيل Alkyl .

2.3.1 خواص منشطات السطوح التوأمية Gemini surfactant properties

تُظهر المواد الخافضة للتوتر السطحي التوأمية العديد من السمات المميزة: كانخفاض قيم التركيز الغروي الحرج Critical Micelle Concentration (CMC) المستخدم لقياس ميلها لتكوين الغرويات او المذيلات ، لديها ترتيب متقارب لمجموعاتها الكارهة للماء، و تدخل في تفاعلات أقوى مع

المواد الخافضة للتوتر السطحي ذات الشحنات المتعارضة عند واجهة التماس الهوائي-المائي . فضلا عن قدراتها المحسنة للذوبان في الماء ، بعض العوامل الخافضة للتوتر السطحي التوأمية تمتلك خصائص انسيابية مميزة. علاوة على ذلك ، تُظهر المواد الخافضة للتوتر السطحي التوأمية نشاطًا فائقًا للسطح ، وتتحمل الأجواء البيئية بشكل أفضل ، وخصائص رغوة محسنة ، إضافة الى انها تتميز بتحسين الأداء العام للمحاليل ، وغالبًا ما تعمل هذه المواد الخافضة للتوتر السطحي بشكل فعال بتراكيز أقل بكثير بالمقارنة مع المواد الخافضة للتوتر السطحي التقليدية[23].

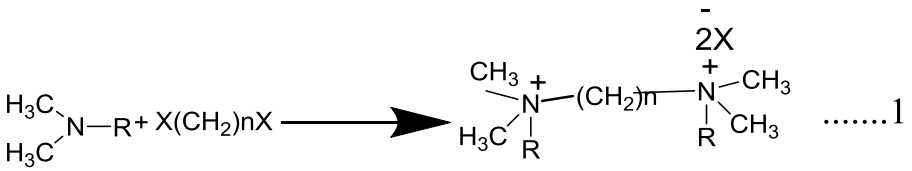
3.3.1 تحضير منشطات السطوح التوأمية

preparation of Gemini surfactant

منشطات السطوح التوأمية الأروماتية هي مركبات كيميائية تستخدم لتعديل وتنشيط سطوح المواد الصلبة، مثل الزجاج والسيليكون والمواد البلاستيكية. تعمل هذه المنشطات على تحسين قابلية الالتصاق والترطيب، وتعزيز التفاعلات الكيميائية بين المواد السطحية والمركبات الأخرى. يمكن استخدام منشطات السطوح التوأمية الأروماتية في مجالات متنوعة مثل صناعة الطلاء، والصناعات الإلكترونية، والطب ، والبحث العلمي ، والاستخراج المحسَّن للبترول ، والتطبيقات الدوائية ، والمنظفات ، ومستحضرات التجميل ، فضلا عن إمكانية استخدامها كمستحلبات في مختلف الصناعات نظرًا لخصائصها الفريدة والمتفوقة في الذوبان. عادةً ما يشتمل تركيب منشطات السطوح التوأمية الأروماتية على خطوتين رئيسيتين: تحضير مادة الفاعل بالسطح المونومير monomer surfactant وربط اثنين من هذه المونوميرات عبر فاصل مناسب

هناك ثلاث طرق رئيسية لتحضير منشطات السطوح التوأمية المتماثلة[25,24].

1. تفاعل الأمينات الثلاثية ذات السلسلة الطويلة مع مركبات مهلجنة ثنائية مثل بروميدات عضوية ثنائية (dibromides) أو ثنائي كلوريد (dichloride) كما في المعادلة التالية .



.....1

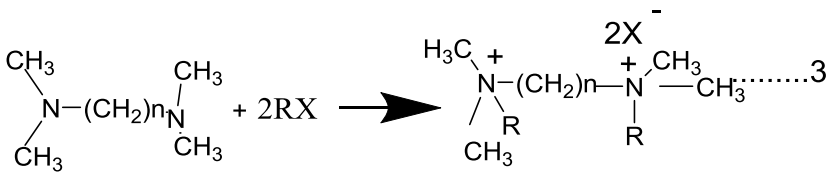
وكذلك تم تحضير المركب بروميد دوديسيل ترايميثيل الأمونيوم (Dodecyltrimethylammonium bromide) من خلال تفاعل دوديسيلامين (أمين ثلاثي طويل

السلسلة) مع ثنائي بروميد الإيثيلين (ثنائي بروميد عضوي). حيث يتم تحويل الأمين الثلاثي طويل السلسلة إلى رباعي بواسطة أيون البروميد. كما في المعادلة التالية .

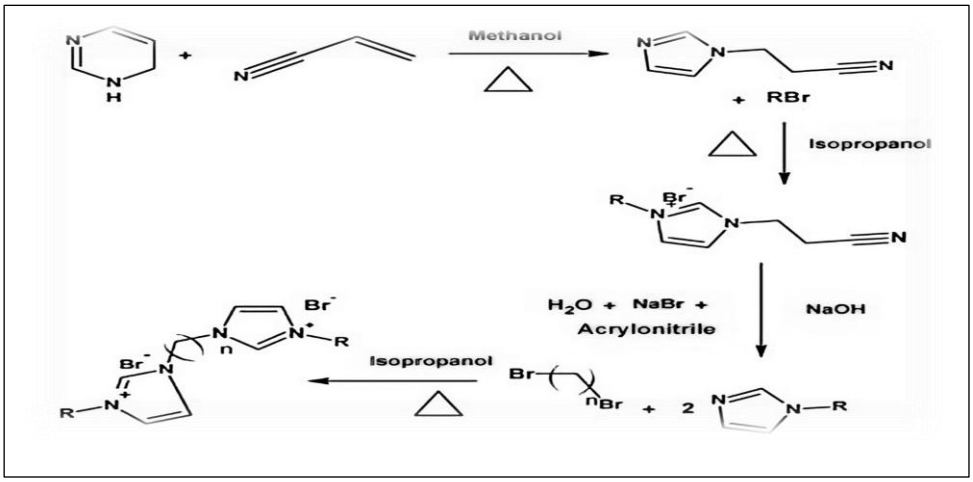
$$R_3N + (CH_2Br)_2 \rightarrow [R_3N(CH_2)12Br]+ Br- \text{.....2}$$

ينتج عن تفاعل الأمينات الثلاثية طويلة السلسلة مع مركبات مختلفة الهالوجين مثل ثنائي بروميدات أو ثنائي كلوريد لتشكيل مواد خافضة للتوتر السطحي توأمية ، والتي تحتوي على مجموعتين رأس محبة للماء ومجموعة فاصلة . نظرًا لنشاطها السطحي المحسن ، فإنها تجد تطبيقات عملية في مجموعة متنوعة من الصناعات بما في ذلك إنتاج المنظفات ، ومستحضرات التجميل ، والمستحضرات الصيدلانية ، وفي إجراءات استخراج البترول المحسّنة ، حيث تساعد في الاستخراج عن طريق تقليل التوتر المتقابل بين سطحين.

2- تفاعل رباعي ميثيل بولي ميثيلين ثنائي الأمين (N,N,N′,N′-tetramethylpolymethylene diamines) مع هاليدات الألكيل (alkyl halides) كما في المعادلة التالية .



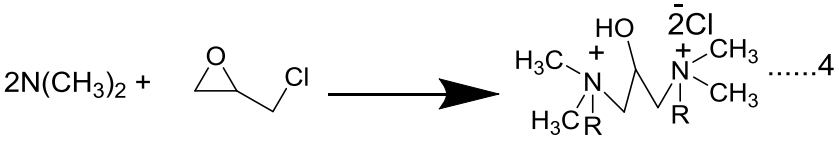
كذلك تم تحضير المركب إيميدازوليوم من تفاعل رباعي ميثيل بولي ميثيلين ثنائي الأمين (N,N,N′,N′-tetramethylpolymethylene diamines) مع هاليدات الألكيل (alkyl halides) كما في المخطط (1-1).



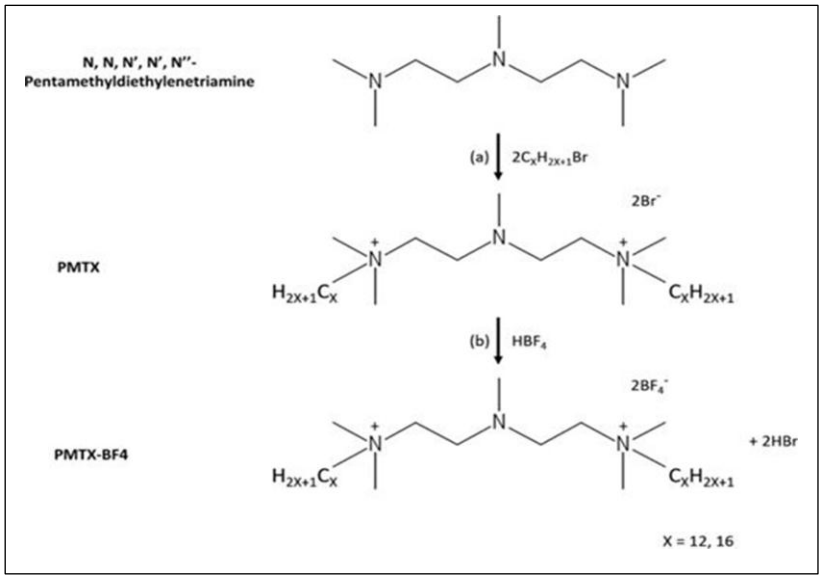
المخطط (1-1) : تحضير مركب إيميدازوليوم التوأمية

رباعي ميثيل بولي ميثيلين ثنائي الأمين (N,N,N′,N′-tetramethylpolymethylene diamines) مع هاليدات الألكيل alkyl halides ينتج عنه تشكيل خافضات التوتر السطحي التوأمية الكاتيونية. تتصل هذه المواد الخافضة للتوتر السطحي ، المكونة من أملاح أمونيوم رباعي بواسطة سلسلة بولي إيثيلين ، تعرض سطحًا ونشاطًا بينيًا متفوقًا. لذلك ونظرًا لخصائصها الفريدة ، فهي تستخدم على نطاق واسع في الصناعات مثل المنظفات ومنتجات العناية الشخصية والمستحضرات الصيدلانية. كما يجعل خصائصها المحتملة المضادة للميكروبات مرشحين للتطبيقات في مجال الطب الحيوي ، بما في ذلك أنظمة اعطاء الأدوية والعوامل المضادة للميكروبات.

3- تفاعل الأمينات الثلاثية طويلة السلسلة مع أوكسيد هالو ألكلين (haloalkylene oxide substrate.)كما في المعادلة التالية .



والمركب 1, 5-bis(dodecyl)−1, 1, 3, 5, 5-pentamethyl-3-aza-1, 5- (pentanediammonium ditetrafluoroborate (PMT12-BF4) ويسمى اختصارا (PMTX) . الذي تم تحضيره بواسطة ألكلة N، N، N ′، N ′ - N ′ Pentamethyldiethylenetriamine مع بروميد ألكيل كما في المخطط (1-2) .



المخطط (1- 2): تحضير المركب PMTX .

تتفاعل الأمينات الثلاثية طويلة السلسلة مع أوكسيد هالو ألكلين لتصنيع المواد الخافضة للتوتر السطحي التوأمية ، وتحتوي المنتجات الناتجة على مجموعتين من رؤوس النيتروجين موجبة الشحنة متصلة بواسطة فاصل كاره للماء hydrophobic spacer ، مما يعزز الخصائص النشطة على السطح. تُستخدم هذه المركبات على نطاق واسع في صناعات مثل التنظيف وتصنيع منتجات العناية الشخصية بسبب قدرتها التنظيفية الفائقة وقابليتها على تشكيل الرغوة. علاوة على ذلك ، يمكن ان تستخدم في الاستخراج المحسن للنفط ومعالجة مياه الصرف الصحي ، نظرًا لقدرتها على تقليل التوتر المتقابل بين سطحين ، واندماج الجسيمات العالقة.

بشكل عام ، يعتمد تركيب منتجات المواد الخافضة للتوتر السطحي التوأمية إلى حد كبير على تفاعل dihalogenoalkanes ، بالإضافة إلى القطبية والطابع الأولي للمذيب المستخدم . وقد لوحظت أفضل النتائج في المذيبات غير البروتينية والقطبية. بالإضافة إلى ذلك ، يمكن إجراء بعض هذه التفاعلات في ظل ظروف معتدلة بدون مذيب ، مما ينتج عنه عوائد عالية جدًا[26].

يمكن أن يواجه تركيب منشطات السطوح التوأمية الأروماتية العديد من التحديات. حيث يمكن أن تحدث تفاعلات جانبية ، خاصةً إذا لم يتم التحكم بظروف التفاعل بشكل دقيق . على سبيل المثال ، يمكن أن يؤدي التسخين الزائد أو التسخين المنخفض إلى تفاعلات غير كاملة أو تكوين منتجات ثانوية غير مرغوب فيها. بالإضافة إلى ذلك ، إذا لم يتم الحفاظ على الرقم الهيدروجيني بدقة ، فقد يتسبب ذلك في حدوث مشكلات مثل الترسيب أو التغيرات الكيميائية غير المرغوب فيها. إن اختيار مذيب مناسب يعد أمرًا بالغ الأهمية أيضًا، حيث قد تتداخل بعض المذيبات مع التفاعل أو تسبب مشكلات في الذوبان. كذلك تعد صعوبة فصل المنتج النهائي وتنقيته مشكلة شائعة أخرى. حيث إنه في كثير من الأحيان ، يتم إنتاج خليط من الفاعل بالسطح الأحادي ومنشطات السطوح التوأمية ، الأمر الذي يتطلب فصلًا دقيقًا. أخيرًا ، قد يكون التحقق من البنية الدقيقة للمنتج المركب معقدًا بسبب وجود أيزوميرات isomers أو تراكيب مماثلة. يمكن أن تساعد تقنيات مثل NMR في حل هذه المشكلات ، ولكنها تتطلب مهارة وفهمًا لتفسير النتائج بشكل صحيح. على الرغم من هذه التحديات ، من خلال التخطيط الدقيق والتحكم الدقيق في ظروف التفاعل ، يمكن تحقيق تركيب منشطات السطوح التوأمية الأروماتية بنجاح[27].

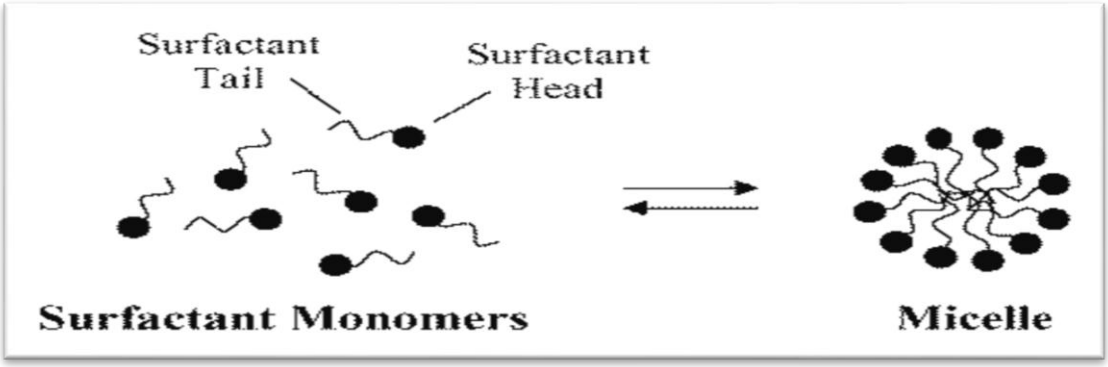
4. 1 التركيز الغروي الحرج Critical micelles concentration (CMC)

التركيز الغروي الحرج أو تركيز ألمذيل الحرج CMC هو عتبة التركيز التي فوقها تتجمع جزيئات الفاعل بالسطح بشكل ذاتي في مذيلات micelles عندما تتواجد في محلول ما . تحت عتبة هذا التركيز CMC ، توجد المواد الخافضة للتوتر السطحي بشكل أساسي كجزيئات فردية ، بينما تشكل فوقها هياكل منظمة تسمى المذيلات . يؤثر التركيز الغروي الحرج على سلوك الفاعل بالسطح وفعاليته. لقد وجد بأنه تحت عتبة هذا التركيز الغروي الحرج تقوم منشطات السطوح التوأمية بتقليل التوتر السطحي بشكل أساسي، بينما تقوم بتشكيل مذيلات فوقها بحيث تتمكن من إذابة المواد الكارهة للماء. وبالتالي ، يؤثر CMC على تطبيقات متعددة مثل مستحضرات التنظيف والاستحلاب والتطبيقات الدوائية ، الخ.

في مجال علم الأحياء ، يعد CMC أمرًا بالغ الأهمية لوظيفة العامل السطحي الطبيعي ، مثل الأملاح الصفراوية التي تساعد على هضم الدهون في جسم الانسان والحيوان. بالإضافة إلى ذلك ، يمكن أن تشكل المواد الخافضة للتوتر السطحي الاصطناعية فوق تركيز الغروي الحرج CMC الخاصة بها مذيلات تحاكي الأغشية البيولوجية ، مما يتيح تطبيقات دوائية متعددة أو العمل كنماذج لدراسة ديناميكيات الأغشية. علاوة على ذلك، يعد التركيز الغروي الحرج CMC للمنظفات مهمًا لاستخراج البروتين وتنقيته ، حيث وجد بأن فوق هذا التركيز يمكن لهذه المواد إذابة البروتينات عن طريق تكوين مذيلات حول المناطق الكارهة للماء. يمكن كذلك أن تؤثر التحويرات الممكنة في التركيز الغروي الحرج CMC على تفاعلات غشاء الخلية ، مما قد يؤثر على عمليات إشارات الخلية و (endocytosis) الذي هو عبارة عن تناول المواد من قبل الخلايا الحية [28].

المذيلات أو الميسيلات ، هي عبارة عن مجاميع كروية ذاتية التجميع من جزيئات الفاعل بالسطح في سائل معين ، وتتشكل عادةً عندما يتجاوز تركيز الفاعل بالسطح تركيز الميسيل الحرج CMC. في الميسيل هذا ، تكون "الرؤوس" المحبة للماء لجزيئات الفاعل بالسطح على اتصال مع المذيب المحيط ، بينما توجد "الذيول" الكارهة للماء في لب أو مركز الميسيل ، محمية من المذيب. يعود ظهور مفهوم المذيلات أو الميسيلات إلى أوائل القرن العشرين ، عندما أجرى الكيميائي الكندي جيمس ويليام ماكبين James William McBain, 1882-1953 في جامعة بريستول ، بريطانيا ، بحثًا حول الغرويات وكيمياء السطح في عام 1913 ، حيث قام بصياغة مصطلح "micelle" لوصف هذه المجاميع مما يوفر فهمًا أساسيًا لسلوك الفاعل بالسطح ويضع الأساس الأمثل لمجال واسع من علم المواد المنشطة للسطوح . اكتشف جيمس ويليام ماكبين مفهوم المذيلات وشرح تكوينها فوق تركيز الميسيل الحرج. لقد

أوضح كيف تتجمع المواد الخافضة للتوتر السطحي في المحاليل ، وتشكل المذيلات ، مما يؤدي إلى تقدم كبير في علم الكيمياء الغروية والسطوح. أظهر عمل ماكبين أيضًا كيف يؤثر تكوين الميسيل على خصائص المواد المنشطة للسطوح مثل تقليل التوتر السطحي. وبذلك مهدت أفكاره الطريق لتطبيقات متنوعة من المواد الخافضة للتوتر السطحي في صناعات مثل المنظفات والأدوية واستخراج النفط[29] كما في الشكل (1-6).



الشكل (1-6) :يوضح التجمعات الغروية[29]

اقترح ماكبين McBain مفهوم "الأيونات الغروية" لتوضيح الموصلات الكهربائية العالية التي لوحظت في محاليل حامض النخليك (palmitic acid) وهو من أكثر الأحماض المشبعة شيوعا في جسم الحيوان والنبات. كانت هذه المجموعات المتكونة ديناميكيًا ، والمعروفة باسم micelles ، جزءًا مهمًا من تفسيره. تم اعتماد مصطلح "micelle" من العلوم البيولوجية والذي أشاعه في حينها العالم البريطاني المعروف G.S. Hartley في عمله الأساسي "أملاح سلسلة البارافين: دراسة في تكوين الميسيل 1936"[30].

1.4.1 طرق تحديد التركيز الغروي الحرج (CMC)

Methods for determining critical micelles concentration

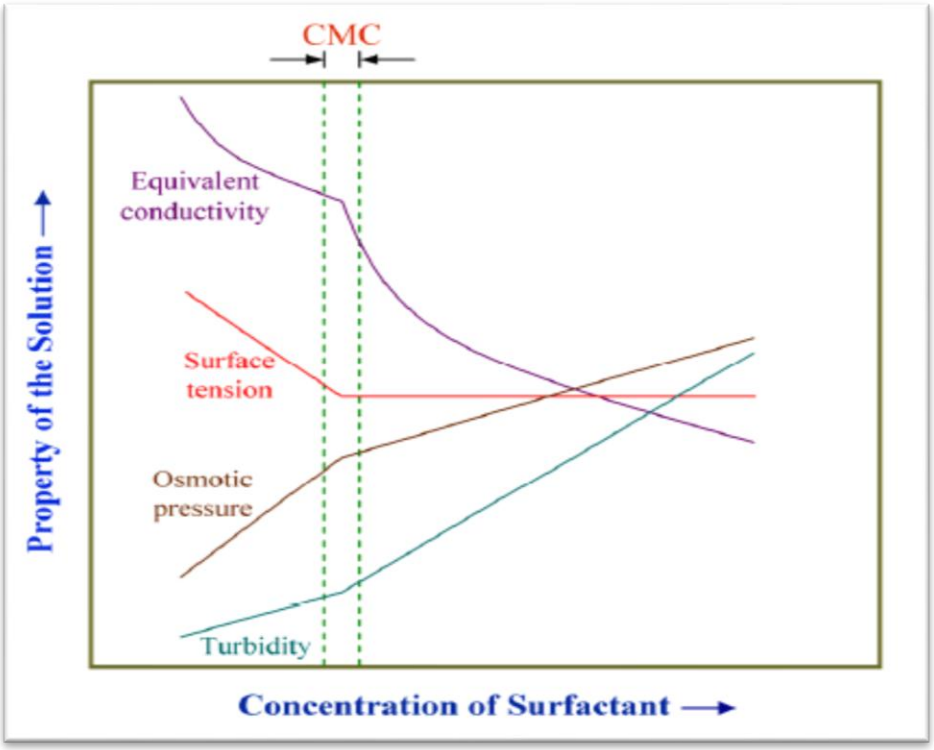
هناك عدة طرق لتحديد التركيز الغروي الحرج (CMC) للمواد الخافضة للتوتر السطحي. إحدى الطرق الشائعة هي طريقة قياس الموصلية ، حيث تقاس موصلية محلول الفاعل بالسطح كدالة لتركيزه وهنا يلاحظ تغيير حاد في الموصلية مقابل الرسم البياني للتركيز. طريقة أخرى هي من خلال قياسات التوتر السطحي ، حيث يتم رسم التوتر السطحي مقابل تركيز المادة الفاعلة بالسطوح ، ويكون التركيز الغروي الحرج CMC هي النقطة التي يحدث فيها كسر في الرسم البياني. يمكن أيضًا استخدام تقنيات

التحليل الطيفي مثل التحليل الطيفي الفلوري (fluorescence spectroscopy) ، حيث يتم مراقبة سلوك جزيء المسبار للكشف عن تكوين الميسيل. يمكن أن يختلف الإجراء الدقيق اعتمادًا على طبيعة المادة الخافضة للتوتر السطحي والظروف التجريبية المستخدمة لقياس التركيز.

يعتبر تركيز الميسيل الحرج CMC خاصية مميزة لكل مادة خافضة للتوتر السطحي ولا يمكن حسابها مباشرة من معادلة قياسية كما قد تجدها في مجالات أخرى من الكيمياء الفيزيائية. بدلاً من ذلك ، إنها معلمة تجريبية يجب قياسها تجريبياً في ظل ظروف محددة (مثل درجة الحرارة ، ودرجة الحموضة أو الأس الهيدروجيني pH).

يمكن أن تختلف التراكيز الغروية الحرجة CMC اختلافًا كبيرًا بين المواد الخافضة للتوتر السطحي المختلفة. على سبيل المثال ، يبلغ تركيز الميسيل الحرج CMC لكبريتات دوديسيل الصوديوم (SDS) في الماء عند درجة حرارة الغرفة تقريبا 8 ملي مولار والمستخدمة في المنظفات ومنتجات التنظيف وكمطهرات مختبرية لتغير طبيعة البروتينات ، في حين أن تركيز الميسيل الحرج CMC لـ Triton X-100 في الماء في نفس الظروف تقريبا 0.2 ملي مولار والمستخدم على نطاق واسع في الكيمياء الحيوية والبيولوجي الجزيئي لاستخلاص البروتين وتحلل الخلايا. ويمكن أن تتغير هذه القيم أيضًا إذا قمنا بتغيير الظروف على سبيل المثال درجة الحرارة أو وجود مواد مذابة أخرى.

من المهم أن نلاحظ أن طريقة تحديد التركيز الغروي الحرج CMC هي من خلال قياس بعض الخصائص التي تتغير كدالة لتركيز الفاعل بالسطح على سبيل المثال ، التوصيل ، التوتر السطحي ، أو شدة التألق وتحديد التركيز الذي تتغير فيه هذه الخاصية بشكل كبير [31] كما موضح في الشكل (1-7).



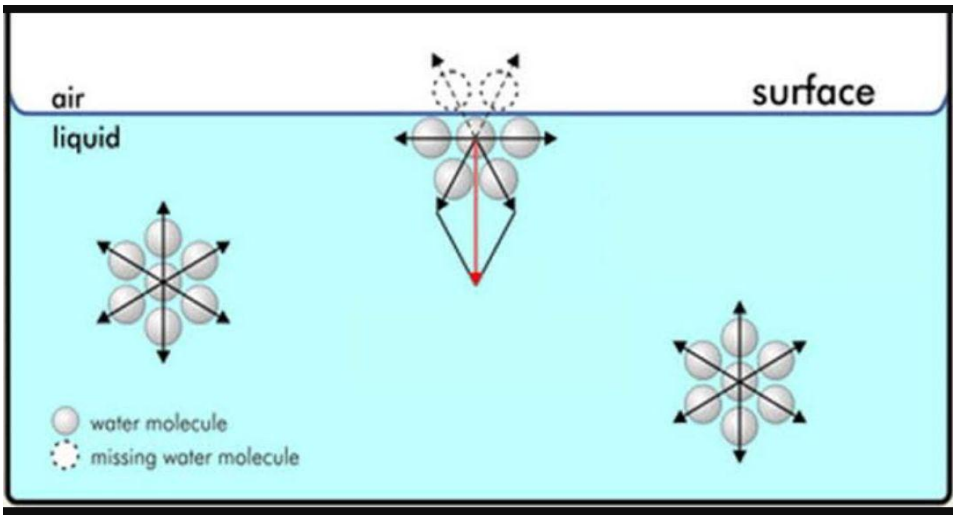
الشكل (1-7) :العلاقة بين التغير في التركيز الغروي الحرج مع بعض الخصائص الفيزيائية[31]

5.1 الشد السطحي The surface tension

يشير مصطلح الشد أو التوتر السطحي لمحلول المادة الفاعلة بالسطح إلى الطاقة المطلوبة لزيادة مساحة سطح المحلول بمقدار وحدة قياسية. هي مقياس لقوى التماسك بين الجزيئات السائلة على السطح ، حيث تعمل المواد الخافضة للتوتر السطحي على خفض هذا الشد أو التوتر السطحي عن طريق المحاذاة في واجهة التقابل بين الهواء والسائل.

يعود ابتكار مفهوم الشد أو التوتر السطحي إلى أوائل القرن التاسع عشر ، مع تسجيل ملاحظات مبكرة من قبل العالم الإنجليزي توماس يونغ Thomas Young (1773-1829) وعالم الرياضيات والفلكي الفرنسي بيير سيمون لابلاس Pierre-Simon Laplace (1749-1827) ، حيث قام هذان العالمان بتأسيس نظرية الانابيب الشعيرية (the theory of capillarity) ، والتي تتضمن التوتر السطحي كمفهوم أساسي. ومع ذلك ، فإن فهم كيفية تأثير منشطات السطوح على التوتر السطحي لم يتطور بشكل كامل إلا في وقت لاحق. في أوائل القرن العشرين ، مع العمل الرائد من قبل شخصيات مثل جيمس ويليام ماكبين (James William McBain) حيث تم تأسيس العلاقة بين المواد المنشطة

للسطوح وتشكيل الميسيل (micelle) ، وتأثيرها على التوتر السطحي ، مما أدى إلى تقدم كبير في الكيمياء الغروانية والسطوح[32] كما في الشكل (1- 8).



الشكل (1-8) : تاثير الشد السطحي على زيادة جزيئات السائل[32]

1.5.1أهمية التوتر السطحي وتطبيقاته الصناعية

The importance of surface tension and its industrial applications

يلعب التوتر السطحي دورًا مهمًا في العديد من الظواهر الطبيعية والتطبيقات الصناعية[33]. وهنا بعض الأمثلة:

1. نقل السوائل في النباتات والتربة (Liquid Transport in Plants and Soil): إن قدرة الماء على التحرك صعودًا ضد الجاذبية في النباتات ، والمعروفة أيضًا بالخاصية الشعيرية ، هي نتيجة التوتر السطحي. هذا المبدأ نفسه يعمل أيضًا في حركة الماء في التربة.
2. الطباعة النافثة للحبر (Inkjet Printing): التوتر السطحي ضروري للتحكم في كيفية تكوين قطرات الحبر وكيفية تفاعلها مع الورق في الطابعات النافثة للحبر.
3. المنظفات والتنظيف (Detergents and Cleaning): تعمل المنظفات والصابون عن طريق تقليل التوتر السطحي للماء ، مما يسمح له بالتفاعل بشكل أفضل مع الزيوت والشحوم وإزالتها عن الأسطح.

4. استخلاص النفط أو البترول (Oil Recovery): يلعب التوتر السطحي دورًا حاسمًا في تقنيات استخلاص النفط المحسّن ، حيث تُستخدم المواد الخافضة للتوتر السطحي لتقليل التوتر السطحي بين النفط والماء ، مما يجعل استخراج النفط أو البترول أسهل.

5. تصنيع السلع الاستهلاكية (Manufacture of Consumer Goods): تتطلب العديد من السلع الاستهلاكية مثل الدهانات والمواد اللاصقة والطلاء تحكمًا دقيقًا في التوتر السطحي لضمان انتشارها والالتصاق بها بشكل صحيح.

6. العقاقير وإعطاء الأدوية (Pharmaceuticals and Drug Delivery): التوتر السطحي مهم في صياغة المستحضرات الصيدلانية ، ويتم استغلاله أيضًا في بعض أنظمة إعطاء الأدوية ، مثل تصميم أنواع معينة من الأدوية المستنشقة (Aerosols) أو المستحلبات (Emulsions).

7. صناعة الأغذية والمشروبات (Food and Beverage Industry): يعتبر التوتر السطحي مهمًا في علم الأغذية ، مثلا في تكوين المستحلبات (مثل المايونيز) ، والرغاوي (مثل المرينغ meringues) ، وفي التحكم في سلوك الفقاعات في المشروبات الغازية.

يعتبر مفهوم التوتر السطحي مبدأ أساسيًا للعديد من الجوانب التطبيقية لمختلف أنواع العلوم والهندسة[34].

2.5.1 الطرق المستخدمة لقياس التوتر السطحي

Methods used to measure surface tension

هناك عدة طرق لقياس التوتر السطحي ، ولكل منها مزاياها واعتباراتها. فيما يلي بعض الطرق الشائعة:

1. طريقة Wilhelmy Plate: تتضمن هذه الطريقة غمس صفيحة رفيعة مسطحة عموديًا في سائل وقياس القوة المطلوبة لفصلها عن سطح السائل. يمكن بعد ذلك حساب التوتر السطحي من هذه القوة.

2. طريقة Du Noüy Ring: تستخدم في هذه الطريقة حلقة مغمورة تحت سطح السائل ثم ترفع برفق. تُستخدم القوة اللازمة لرفع الحلقة عن سطح السائل لحساب التوتر السطحي.

3. طريقة إسقاط القلادة (Pendant Drop Method) : في هذه التقنية ، يتم تعليق قطرة سائل من إبرة ، ويتم تحليل شكل القطرة لحساب التوتر السطحي.

4. طريقة إسقاط الوزن (Drop Weight Method): يقاس بهذه الطريقة وزن قطرة سائل تسقط من إبرة أو فتحة في نهاية السحاحة ، والتي يمكن استخدامها لحساب التوتر السطحي.

5. طريقة الصعود الشعيري (Capillary Rise Method): تتضمن هذه الطريقة غمر أنبوب رفيع في السائل وقياس الارتفاع الذي يرتفع إليه السائل في الأنبوب بسبب خاصية العمل الشعيري. يمكن حساب التوتر السطحي من هذا الارتفاع.

6. طرق النفث الاهتزازي / الإسقاط (Vibrating Jet/Drop Methods): تتضمن هذه الطرق تشكيل نفاثة سائلة أو قطيرة وقياس تذبذباتها أو اهتزازاتها. ثم يتم تحديد التوتر السطحي من التردد الطبيعي لهذه التذبذبات.

يمكن استخدام كل طريقة من هذه الطرق لقياس التوتر السطحي للسائل ، ولكن يمكن أن تعتمد أفضل طريقة للاستخدام على مجموعة متنوعة من العوامل ، بما في ذلك خصائص السائل والدقة المطلوبة والظروف المحددة للتجربة[36,35] .

6.1 التوصيلية الكهربائية Electrical Conductivity

التوصيلية الكهربائية هي ظاهره انتقال الشحنة الكهربائية خلال نظام مدروس على هيئة ايونات او الكترونات والتوصيل الكهربائي للمحاليل الإلكتروليتية يكون بحركة الايونات السالبة والايونات الموجبة بفعل التأثيرات المتبادلة بين دقائق المذاب والمذيب ،حيث يكون للمذيب دور فعال في تأين الجزيئات وتحولها الى ايوناتها وبالإمكان قياس التوصيل الكهربائي للمحاليل الإلكتروليتية من خلال قياس المقاومة الكهربائية التي تظهرها المحاليل عند مرور التيار الكهربائي من خلالها [38,37]. ويمكن التعبير عن التوصيلية والتوصيل النوعي والمكافئ بالعلاقات الرياضية الأتية [39] :

$$G = 1/R \quad \ldots\ldots\ldots 4$$

$$L = GA_{cell} \quad \ldots\ldots\ldots 5$$

$$\Lambda = L / C \quad \ldots\ldots\ldots\ldots 6$$

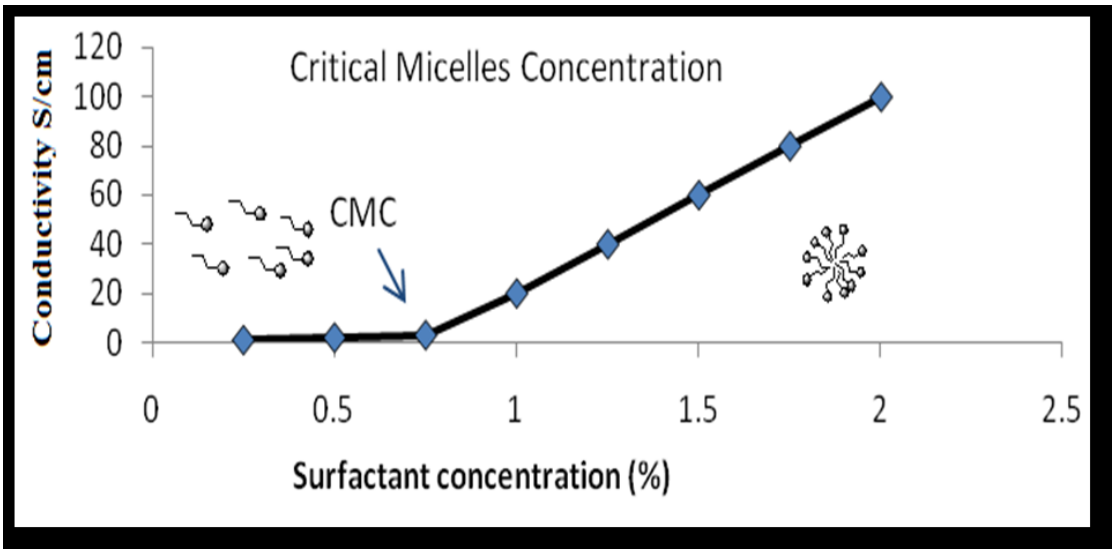
G = التوصيلية ohm^{-1} ، R = المقاومة الكهربائية ohm

L = التوصيل النوعي s/m

A = ثابت الخلية cm^{-1}

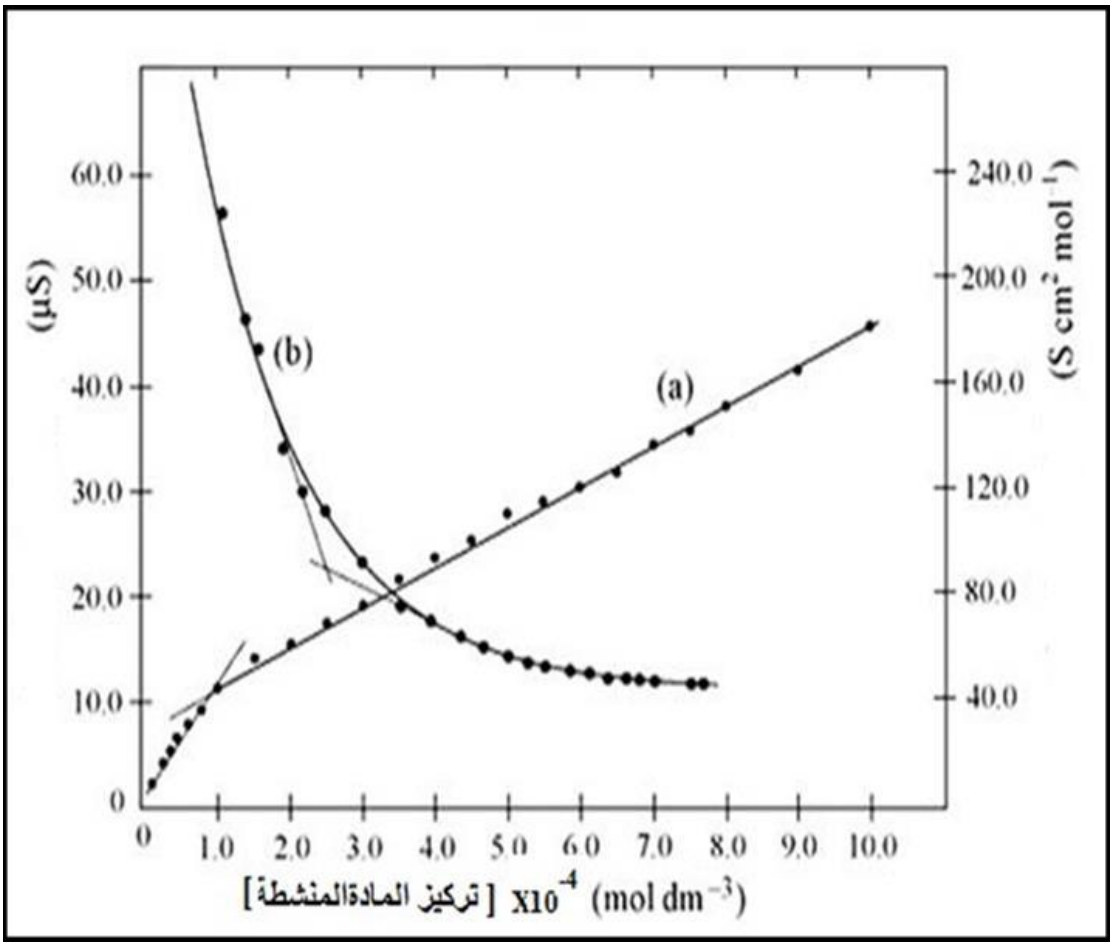
Λ = التوصيل المكافئ $ohm^{-1}.cm^{2}.Eq^{-1}$ ، C = التركيز mol/ liter

ان قيم التوصيلية تبدا بالازدياد عندما يكون تركيز المادة المنشطة للسطوح عاليا لان المذيلات تكون حركتها حرة وتقل قيم التوصيلية عندما يقل التركيز ثم تصل الى حد تبقى فيه قيم التوصيلية ثابتة وكما موضح بالشكل (1-9).



الشكل (1-9) :علاقة تغير تراكيز المادة المنشطة للسطوح والتوصيلية[39]

هناك العديد من العوامل التي تؤثر على توصيلية المواد المنشطة لسطوح ومن اهم هذه العوامل هي السلسلة الكارهة للماء حيث بزياده طول السلسلة الكارهة تقل التوصيلية والشكل (1-10) يبين تغير التوصيل النوعي والتوصيل المولاري مقابل تركيز المادة المنشطة عند درجة حرارة 25 مئوية ،ونلاحظ من المنحني (a) ان العلاقة خطية تصاعدية بين التوصيل النوعي والتركيز المولاري مع وجود نقطه يبدا بعدها الخط بالازدياد الطفيف ،حيث ان هذه النقطة هي CMC بينما المنحني (b) يظهر العلاقة العكسية للتوصيل المولاري مع التركيز [40].



الشكل (1-10) :العلاقة بين تركيز منشط السطوح والتوصيل المولاري والتوصيل النوعي[40]

(a) = التوصيل النوعي ، (b) = التوصيل المكافئ

7.1 موازنه المجاميع المحبة للماء – المجاميع المحبة للدهون

Hydrophilic -Lipophilic Balance (HLB)

تعبير رياضي تجريبي يعتمد على نوع منشطات السطوح وتركيب الاجزاء المحبة للماء والاجزاء المحبة للدهون بالجزيئة الامفيفيليه . يحدد هذا النظام عمليه انتقاء المواد المنشطة للسطوح لمجال التطبيق الملائم [41]. وقيم مقياس الموازنة HLB تكون ضمن المدى (0-20) كما في الجدول رقم 1-1:

جدول (1-1) قيم مدى موازنه ومجال التطبيق للمواد المنشطة للسطوح

التسلسل	التطبيقات	مدى الموازنة
1	Antifoaming agents	1-3
2	(W/O) Emulsifier	3-8
3	Wetting agents	7-9
4	(O/W) Emulsifier	8-16
5	Detergents	13-16
6	Solubilizing agents	16-18

يلاحظ من الجدول رقم (1-1) ان منشطات السطوح ذات الذائبية العالية بالماء تأخذ القيم العليا والتي تكون بصورة عامة عوامل اذابه جيدة ومنظفات و مثبتات مستحلبات من نوع O/W هنالك العديد من التعابير الرياضية والتي يمكن بواسطتها حساب HLB لمختلف انواع منشطات السطوح ومنها :

1- طريقة دادرس [43,42]

$$HLB=7+M^{*}Hh+h^{*}HL.....7$$

M^{*} =عدد المجاميع المحبة للماء في الجزيئة

Hh =حجم المجاميع المحبة للماء

h^{*} =عدد المجاميع الكارهة للماء

HL =حجم المجاميع الكارهة للماء

2- طريقة كريفين [45،44]

$$HLB=20mh / M.....8$$

mh= الوزن الجزيئي للطرف المحب للماء

M= وزن المذيلة الكلي

وتوجد صيغتان اساسيتان لحساب قيمة HLB للمواد المنشطة للسطوح ايضا يعبر عنها بالصيغتين الاتيتين [47,46] :

1- الصيغة الاولى :

تستخدم لحساب قيمة HLB للمنشطات غير الايونية وذات النوع الاستر وتطبق عدد الصوبنة للاستر وعدد الحامض الدهني المستخدم في تحفيز الاستر

$$HLB= 20\{(1-S)/A\} \quad .....9$$

S= تمثل عدد الصوبنة

A= تمثل عدد الحامض الدهني المفصول

2- الصيغة الثانية :

تستخدم لحساب قيمة HLB للمنشطات غير الايونية والممثلة بالحامض الدهني الاستري و الكحولات الايثرية الدهنية كما موضح في المعادلة الاتية :

$$HLB =(E+P) /5 \quad .....10$$

E= النسبة المئوية لمحتوى الايثوكسي

8.1 تطبيقات المواد المنشطة للسطوح Application of surfactants

تستخدم منشطات السطوح في التطبيقات التكنلوجية[48],كذلك تستخدم منشطات السطوح كمثبطات للتأكل[49] ،وتستخدم في علاج الضائقة التنفسية كعلاج بديل لعلاج الخدج الذين يعانون من الجهاز التنفسي الوليد متلازمه الضائقة (المعروف ايضا باسم مرض غشاء الهيالين)[50].ايضا تستخدم كمواد منظفه [51]وتستخدم منشطات السطوح في حمايه البيئة (تشتيت البقعة النفطية)[2]،منشطات السطوح تستخدم في الصناعات الدوائية حيث تستخدم على نطاق واسع بسبب خصائصها المضادة للبكتريا والفطريات وتكون ايضا مضادة للفيروسات ومضادة للالتهاب وان ذلك يجعلها ذات فائدة في العديد من المجالات الصيدلانية والطبية الحيوية والعلاجية[4]، و تلعب منشطات السطوح دور رئيسي في تطوير التقنيات مثل المواد النانوية والذكية[2] ،تستخدم منشطات السطوح ككواسر استحلاب اذ تتميز بقابليتها على فصل الماء عن النفط من خلال كسر الحاجز المحيط بقطرات الماء وجعل المستحلب غير قابل

للامتزاج وذو استقرارية عالية [52]،وفي مجال الكيمياء الحياتية يستفاد من المواد المنشطة للسطوح في دراسة خصائص الجزيئات لاغشية البروتينات الدهنية ودراسة الية عمل المواقع والاواصر المحبة للماء [53]، تستخدم منشطات السطوح كعوامل اذابة وتعتبر الوظيفة الفريدة من نوعها التي تجعل منشطات السطوح مفيدة على نطاق واسع كمذيبات في الصناعات الدوائية وفي مستحضرات التجميل [54] .

9.1 المشتتات Dispersions

يشير التشتت إلى عملية التوزيع المنتظم للجسيمات الصلبة أو السائلة داخل وسط سائل، وتلعب العوامل الخافضة للتوتر السطحي ، أو العوامل النشطة على السطح ، دورًا حاسمًا في تحقيق وتثبيت التشتت. لخصائصها الفريدة التي تسمح لها بتقليل التوتر البيني وتسهيل تكوين واستقرار التشتت.

عند إضافة المواد الخافضة للتوتر السطحي إلى نظام ما ، فإنها تتفاعل مع الجزيئات السائلة والصلبة ، مما يؤدي إلى تكوين المذيلات أو المستحلبات أو المعلقات ، اعتمادًا على طبيعة النظام وخصائص الفاعل بالسطح المحددة. فيما يلي بعض أنواع التشتت التي يتم ملاحظتها بشكل شائع مع المواد الخافضة للتوتر السطحي:

1. تشتت Micellar: يمكن أن تشكل المواد الخافضة للتوتر السطحي المذيلات في المحلول. الميسيلات عبارة عن تجمعات كروية تتكون من جزيئات الفاعل بالسطح مرتبة برؤوسها المحبة للماء التي تواجة الخارج وذيلها الكارهة للماء مطوية للداخل. يمكن لهذه المذيلات أن تذوب المواد الكارهة للماء وتعزز تشتتها في الوسط المائي.

2. المستحلبات (Emulsions): تُستخدم المواد الخافضة للتوتر السطحي بشكل شائع لتثبيت المستحلبات ، وهي عبارة عن مشتتات للسوائل غير القابلة للامتزاج ، مثل الزيت والماء. من خلال تقليل التوتر السطحي بين السائلين ، تمكن المواد الخافضة للتوتر السطحي من تكوين واستقرار قطرات صغيرة لسائل واحد مشتت داخل الآخر. ويعتبر هذا الأمر بالغ الأهمية في العديد من التطبيقات ، بما في ذلك الأغذية ومستحضرات التجميل والأدوية.

3. المعلقات (Suspensions): يمكن أن تساعد المواد الخافضة للتوتر السطحي أيضًا في تشتت الجسيمات الصلبة في وسط سائل. يمكنهم تعديل الخصائص السطحية للجسيمات ، مما يقلل من ميلها للتجمع ويسهل تعليقها في السائل. هذا مهم في صناعات مثل الطلاء والدهان ، حيث يلزم تعليق أصباغ أو مواد مالئة ثابتة.

تمتلك المواد الخافضة للتوتر السطحي خصائص مزدوجة الألفة (amphiphilic properties) ، مما يعني أن لها مناطق محبة للماء وكارهة للماء داخل هيكلها الجزيئي. الأمر الذي يسمح لهم بالتفاعل مع كل من المواد القطبية وغير القطبية ، مما يجعلها فعالة في تعزيز التشتت بين المراحل المختلفة.

من المهم أيضا ملاحظة أن السلوك المحدد للمواد الخافضة للتوتر السطحي في أنظمة التشتت يمكن أن يختلف اعتمادًا على عوامل مثل تركيز الفاعل بالسطح ، ودرجة الحموضة ، ودرجة الحرارة ، وطبيعة الجسيمات أو السوائل المعنية. لذلك ، فإن فهم خصائص وخصائص المواد الخافضة للتوتر السطحي أمر بالغ الأهمية لتحقيق نتائج التشتت المرغوبة في التطبيقات المختلفة[55].

1.9.1 تطبيقات التشتت من خلال المواد المنشطة للسطوح

Dispersion application through surfactants

المستحضرات الصيدلانية (Pharmaceuticals) : غالبًا ما تستخدم مشتتات المواد المنشطة للسطوح لإنشاء مستحلبات نانوية أو جسيمات نانوية دهنية صلبة أو جسيمات شحمية. يمكن أن تقوم هذه التركيبات بتعزيز قابلية ذوبان الأدوية الكارهة للماء ، مما يحسن من توافرها البيولوجي. ويمكنها أيضًا أن تتيح التحكم في إطلاق الأدوية ، مما يوفر تأثيرًا علاجيًا مستدامًا بمرور الوقت. يمكن تصميم هذه التشتت لإعطاء الأدوية عبر طرق مختلفة ، بما في ذلك الإعطاء الفموي والموضعي والحقن الوريدي.

صناعة الأغذية (Food Industry): في العديد من المنتجات الغذائية ، يجب خلط مكونات الزيت والماء. تساعد المواد الخافضة للتوتر السطحي في تكوين مستحلبات مستقرة (نوع من التشتت) في هذه الحالات. على سبيل المثال ، في الآيس كريم ، يمنع التشتت المثبت بالسطح من تكوين بلورات الثلج الكبيرة ، مما يساهم في الحصول على نسيج أكثر سلاسة. كذلك في تتبيلات السلطة ، تساعد المواد الخافضة للتوتر السطحي في تشتيت الخل في الزيت ، مما يخلق منتجًا مستقرًا.

مستحضرات التجميل (Cosmetics): تكون المشتتات القائمة على المواد المنشطة للسطوح أساسية للعديد من مستحضرات التجميل. على سبيل المثال ، في المستحضرات والكريمات ، يجب خلط الزيوت والماء لتكوين منتج ثابت. تساعد المواد الخافضة للتوتر السطحي في تكوين هذه المستحلبات وتثبيتها ، مما يضمن عدم فصل المنتج بمرور الوقت. وبالمثل ، في مكيفات الشعر ، حيث توفر المشتتات القائمة على المواد المنشطة للسطوح قوامًا ناعمًا مما تسهل من عملية التطبيق المتساوي لمستحضر التجميل .

الدهانات والطلاءات (Paints and Coatings) : تُستخدم المواد الخافضة للتوتر السطحي لتفريق جزيئات الصباغ الصلبة في وسط سائل ، مما يضمن طلاءًا موحدًا وسلسًا. تمتص جزيئات المادة المنشطة للسطوح على جزيئات الصبغة ، مما يمنع تكتلها ويسمح بتكوين تشتت ثابت ، الأمر الذي يعزز المظهر النهائي ومتانة الدهان أو الطلاء المستخدم .

صناعة البترول (Petroleum Industry) : في عمليات الاستخلاص المحسن للنفط ، يتم حقن المواد الخافضة للتوتر السطحي في مكامن أو خزانات النفط لتشكيل مشتتات مع قطرات البترول المحتبسة. تقلل المواد الخافضة للتوتر السطحي من التوتر السطحي بين طوري النفط والماء ، مما يسمح بتعبئة واستخراج قطرات البترول بسهولة أكبر. هذا يحسن كفاءة استخلاص النفط.

هذه هي مجرد أمثلة قليلة ، ويمكن أن يختلف التطبيق المحدد للتشتت بوساطة المواد المنشطة للسطوح اعتمادًا كبيرًا على الصناعة والمنتج أو العملية المحددة ضمن سياقها التطبيقي الخاص [56].

10.1 ميكانيكيه عمل المشتتات

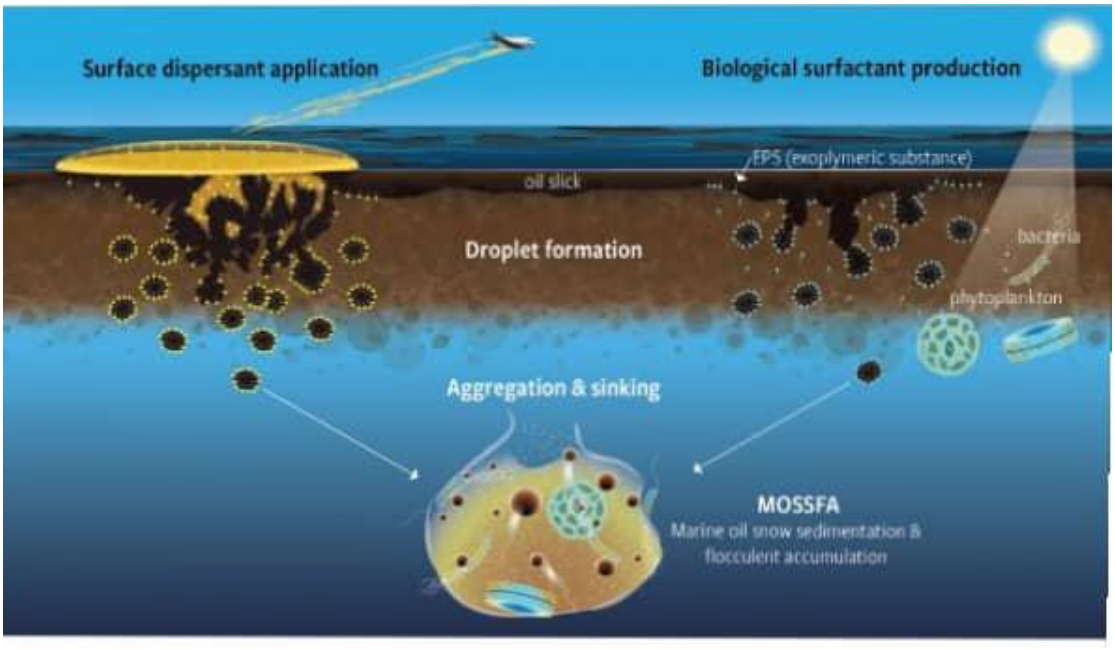
The mechanics of the action of derivatives

تعمل المشتتات عمل المنظفات ،الهدف من تطبيق المشتتات هو تشتيت بقعه النفط المنسكبة وتحويلها الى العديد من القطرات الصغيرة المخففة بسرعة كبيرة عند دخولها في عمود الماء وتتحلل في وقت لاحق عن طريق الكائنات الحية الدقيقة الموجودة في الطبيعية .

بعد انسكاب النفط على سطح البحر بعض من النفط في البقعة الناتجة يكون قد تشتت بصورة طبيعية في عمود الماء مدى حدوث هذا يعتمد على نوع النفط المتسرب ،بشكل عام النفط الخام اكثر تشتت الى حد كبير مقارنة بنفط الوقود .

تم تصميم المشتتات لتعزيز التشتت الطبيعي عن طريق خفض الشد السطحي عند نقطة تقابل الماء مع النفط مما يسهل على حركة الموجات تكوين العديد من قطرات النفط الصغيرة .المشتتات هي عباره عن مزيج من المذيب والمادة المنشطة للسطوح ،والمذيب يمتلك وظيفتان يكون رقيق وبالتالي يقلل من لزوجة منشطات السطوح، بحيث يمكن رشها وتعزيز تغلغل منشطات السطوح في بقعة النفط وأيضا يقوم بزيادة المساحة السطحية لانتشار العامل المنشط وبالتالي تزداد المساحة لانتشار المشتت على البقعة النفطية وبالتالي يسهل اختراق البقعة النفطية بواسطه العامل المنشط، كل جزى لمنشطات السطوح يحتوي على جزء كارة للماء وجزء محب للماء ،اذ عندما يتم رش المذيب الذي يحتوي على العامل المنشط للسطوح حيث يقوم العامل المنشط للسطوح على اختراق طبقة النفط وصولا الى نقطة التقاء

الماء بالنفط حيث جزيئات المنشط تعيد ترتيب نفسها حيث يكون الجزء المحب للماء باتجاه الماء والجزء المحب للنفط باتجاه النفط ومن ثم تشتت البقعة النفطية وتنسحب الى جدران عمود الماء وتحلل بفعل الكائنات الحية الدقيقة الطبيعية [57] .كما موضح في الشكل (1-11)



الشكل (1-11) : ميكانيكية عمل المشتتات[57]

11.1. الدراسات السابقة Previous studies

في عام Li PX et al, 2010 حضرت سلاسل مختلفة الطول من المواد الخافضة للتوتر السطحي التوأمية المتناظرة و استخدمت قياس الانعكاس النيوتروني للتحقق من امتزاز(adsorption) المواد الخافضة للتوتر السطحي. حيث أظهرت النتائج أن المواد الخافضة للتوتر السطحي التوأمية تمتلك كفاءة تعبئة مختلفة حسب السطح. عند السطح البيني للهواء / الماء ، تم وضع فواصل الفلوروكاربون بعيدًا عن الماء أكثر من الفواصل الهيدروكاربونية ، مما أدى إلى مساحة أقل لكل جزيء. على السطح المقاوم للماء ، كانت المباعدة الفلوروكاربونية أقرب إلى السطح ، مما أدى إلى تحسين كفاءة التعبئة. وجدت الدراسة أيضًا أن كفاءة الترتيب كانت أعلى على السطح المحب للماء بسبب التفاعلات الإيجابية بين سلاسل الهيدروكاربون[58].

في عام Jia Wei et al, 2011 بحثت في قابلية ذوبان الهايدروكربونات العطرية متعددة الحلقات (polycyclic aromatic hydrocarbons) في الماء باستخدام المواد الخافضة للتوتر السطحي التوأمية الموجبة الأحادية وتركيباتها. أظهرت النتائج أن قدرة الذوبان ترتبط مع قيم تركيز الميسيل الحرجة (CMC) وأنظمة الفاعل بالسطح المختلطة أظهرت ذوبانًا انتقائيًا. تقدم الدراسة رؤى لاختيار خافضات التوتر السطحي التوأمية لإذابة المركبات غير القابلة للذوبان في الماء[59].

في عام Kuperkar K *et al*, 2012 تناولت إمكانية تخليق وتحليل المواد الخافضة للتوتر السطحي التوأمية الكاتيونية المتماثلة خاصة سلوكها التجميعي الذاتي في الماء وفعاليتها المضادة للميكروبات. قامت الدراسة بقياس فعالية المواد الخافضة للتوتر السطحي ضد خمس سلالات ميكروبية. أظهرت جميع المواد الخافضة للتوتر السطحي نشاطًا مضادًا للميكروبات ، وإن كان بمستويات مختلفة بناءً على بنيتها. أظهر أولئك الذين لديهم سلاسل ألكيل أطول وظائف مضادة للميكروبات أعلى. تفاوتت الفعالية تبعًا لنوع الكائن الحي الدقيق والطبيعة الأيونية للمادة الخافضة للتوتر السطحي ، وطول سلسلة الألكيل ، وطول الفاصل. من بين المركبات المحضرة ، أثبتت (16-2-16) و(16-4-16) فاعلية أكبر كعوامل مضادة للميكروبات[60].

في الدراسة عام Grenier MC et al, 2012 ركزت على التحقيق في النشاط المضاد للبكتيريا للنظائر الأحادية والثنائية الألكلة لـ bipyridine-'4،4 ، والمعروفة باسم viologens ، الفيولوجينات وهي فئة من المركبات الكيميائية التي تظهر خصائص فريدة ، بما في ذلك سلوك الأكسدة والاختزال والتغيرات الشديدة في اللون عند الاختزال. أعد الباحثون سلسلة من المركبات الكاتيونية ذات الهياكل المزدوجة الالفة (amphiphilic) المختلفة وأطوال سلاسل الألكيل. ووجدوا أن المركبات التوأمية ،

ثنائية ارأس والذيل ، أظهرت أعلى نشاط حيوي. أظهرت المركبات التي تحتوي على 22 كاربونًا في سلاسل الألكيل وعدم التناسق المعتدل نشاطًا مثاليًا. كانت المركبات ثنائية الرأس مماثلة للمركبات ثنائية الرأس التقليدية. لم يكن لاختيار المضاد تأثير معنوي ، في حين أن وجود مضاد يوديد يمنع الذوبان. أظهرت العديد من المركبات المتزامنة نشاطًا مضادًا للبكتيريا قويًا للغاية ، مما يشير إلى إمكانية التحسين في المستقبل[61].

في عام2013 ,Asakawa T *et al* تم تحضير خافضات التوتر السطحي الهجينة من خلال الخلط البسيط لمواد خافضة للتوتر السطحي الفلوروكاربونية والهيدروكاربونية في محاليل مائية عند 25 درجة مئوية. حيث تم تبادل ثاني كبريتيد بين سلسلة الفاصل في المذيلات المختلطة. ومع ذلك ، فإن إنتاج خافضات التوتر السطحي التوأمية تم تثبيطه بشكل خاص عن طريق إضافة الملح. أدى تثبيط التنافر الإلكتروستاتيكي بين مجموعات الرأس المحبة للماء إلى إغلاق السلاسل الكارهة للماء في المذيلات ، مما أدى إلى زيادة عدم امتزاج الفلوروكاربون والمواد الهيدروكاربونية الخافضة للتوتر السطحي. من ناحية أخرى ، عندما تم خلط الفلوروكاربون - الفلوروكاربون أو المواد الخافضة للتوتر السطحي الهيدروكاربونية - الهيدروكربونية ، تم تحقيق التوازن بنسبة 1: 2 من المواد الخافضة للتوتر السطحي التوأمية المتماثلة وغير المتماثلة بعد الحضانة لمدة 24 ساعة[62].

في عام 2015 ,Min Zou et al بحثت في خصائص ثلاث مجموعات من المواد الخافضة للتوتر السطحي التوأمية القائمة على البيروليدينيوم (pyrrolidinium) مع تراكيب مختلفة. استخدم الباحثون تقنيات مختلفة لفحص التوتر السطحي للموصلية والتألق والرنين المغناطيسي النووي (NMR). ووجدوا أن زيادة طول السلسلة الكارهة للماء أو عدم التناسق عززت قدرة المواد الخافضة للتوتر السطحي على التجميع ونشاط السطح. ومع ذلك ، انخفض عدد التجميع عند التركيز الحرج للميسيل (CMC) بسبب تكوين ما قبل الميسيل (premicelles) . أشار التحليل الديناميكي الحراري إلى أن زيادة طول السلسلة أو عدم التناسق عزز مساهمة المحتوى الحراري في طاقة جيبس الحرة (Gibbs free energy) أثناء عملية تكوين الميسيلات (micellization). أكدت نتائج الرنين المغناطيسي النووي التغيير في البيئة الماكروية للمواد الخافضة للتوتر السطحي من الماء إلى المذيلات ، وأن تعديل تشكيل مجموعات الميثيلين في الحلقة فضلت نواة الميسيل غير القطبية[63].

في دراسة عام2016 ,Wei J et al بحثت في استخدام خافضات التوتر السطحي للأمونيوم التوأمية الرباعية المتماثلة وغير المتماثلة لتثبيت النفثالين في جزيئات التربة. تمت مقارنة قدرة امتصاص التربة المعدلة باستخدام المواد الخافضة للتوتر السطحي التوأمية مع التربة الطبيعية ، وتم فحص كفاءة

امتصاص النفثالين في وجود المواد الخافضة للتوتر السطحي ذات أطوال سلسلة الألكيل المختلفة. أظهرت النتائج أن المواد الخافضة للتوتر السطحي التوأمية شكلت إضافات عند سطح التربة / الماء ، مما أدى إلى تثبيط الملوثات بشكل فعال. كان لخافض التوتر السطحي التوأمي المتماثل وغير المتماثل تأثيرات مختلفة على إزالة الهيدروكربونات العطرية متعددة الحلقات (PAHs) بسبب سلوكها في الذوبان والامتصاص. تم تحسين امتصاص النفثالين بواسطة التربة المعدلة التوأمية بشكل كبير ، مع كون الفاعل بالسطح المتماثل C12-2-12 هو الأمثل لتحسين الحواجز في الموقع، حيث يتمتع بقدرة عالية نسبياً على الاحتفاظ وكذلك جرعة منخفضة[64].

في عام 2016 Tomokazu Yoshimura, Kazuki Akiba, حضرت مواد خافضة للتوتر السطحي أنيونية غير متماثلة ومتماثلة مع سلاسل الكيلية متفاوتة الطول. تم توصيف الخواص الفيزيائية والكيميائية لهذه المواد الخافضة للتوتر السطحي باستخدام قياسات التوتر السطحي ، مطيافية التألق ، وتشتت الضوء. أظهرت المواد الخافضة للتوتر السطحي غير المتماثلة تركيزًا حرجًا CMC أقل قليلاً مقارنةً بالفاعل السطحي المتماثل. أظهر الفاعل بالسطح مع طول سلسلة ألكيل C8C12 نشاطًا سطحيًا مرتفعًا ولكن زيادة عدم التناسق نتج عنها توتر سطحي أعلى ومساحة مشغولة أكبر لكل جزيء. تشير معلمات التوتر السطحي إلى أن C8C12 شكلت مذيلات بسهولة أكبر. وجدت الدراسة أيضًا أن حجم المذيلة يعتمد على سلسلة الألكيل الأطول في المواد الخافضة للتوتر السطحي غير المتماثلة[65].

12.1 الهدف من الدراسة : Aim of the study

1- تحضير مواد منشطة للسطوح توأميه كتيونية باستخدام مركبات حلقية غير متجانسة وذات سلاسل طرفية محبة للدهون وبأطوال مختلفة C_4، C_6، C_8.

2- دراسة كفاءة المواد المنشطة للسطوح المحضرة من خلال حساب قيمة التركيز الغروي الحرج (CMC) باستخدام طريقة التوصيلية .

3- حساب قيمة الموازنة بين المجاميع المحبة للماء والمجاميع المحبة للدهون والمتمثلة (HLB) للمواد المنشطة التوأمية المحضرة .

4- تحضير المشتتات بالاعتماد على المواد المنشطة التؤامية المحضرة وبتراكيز مختلفة (150,100, 50 ppm) ودراسة كفاءة التشتيت لمستحلبات النفط في الماء (O/W) .

5- تقييم الفعالية البيولوجية للمنشطات التوأمية المحضرة كمضادات لسرطان الثدي MCF-7 باستخدام اختبار MTT.

الفصل الثاني

الجزء العملي

Experimental part

2 .الجزء العملي Experimental part

1.2. الاجهزة المستخدمة Devices used

1.1.2. جهاز قياس درجه الانصهار Melting point

تم قياس درجه الانصهار للمركبات المحضرة باستخدام جهاز من نوع Melting point SMP31 في مختبرات قسم الكيمياء / كليه العلوم / جامعة ذي قار .

2.1.2 التوصيلية الكهربائية المولارية Molar Electrical Conductivity

تم قياس التوصيلية الكهربائية المولارية لجميع المركبات المحضرة في مذيب الماء باستخدام جهاز Inolabcond 720 في مختبرات قسم الكيمياء /كليه العلوم /جامعة ذي قار.

3.1.2 . مطيافيه الاشعة تحت الحمراء Infrared spectroscopy

تم قياس اطياف تحت الحمراء للمركبات المحضرة على شكل اقراص مع KBr باستخدام جهاز FTIR من نوع (Perkin Elmer tonser 27 Bruker) ضمن المدى 400 - 4000 سم$^{-1}$ في مختبرات قسم الكيمياء /كلية العلوم/ جامعة ذي قار .

4.1.2 اطياف الرنين النووي المغناطيسي Nuclear Magnetic Resonance Spectra

سجلت اطياف الرنين النووي المغناطيسي ^{1}H-NMR للمركبات المحضرة باستخدام جهاز من نوع Bruker وبتردد 500 MHz وباستخدام مذيب DMSO-d^{6} والمرجع TMS في مختبرات قسم الكيمياء /كلية التربية للعلوم الصرفة/ جامعة البصرة .

5.1.2. اطياف الكتلة Mass Spectra

سجلت اطياف الكتلة للمركبات المحضرة باستخدام جهاز نوع (HP/MS Model 5973 Network Mass Selective Detector) باستخدام طاقة مقدارها 70 الكترون فولت في جامعة طهران /ايران.

6.1.2. جهاز الاليزا Elisa device

تم قياس الامتصاصية للفعالية البيولوجية باستخدام الاليزا وبطول موجي 570 nm في جامعة النهرين / بغداد من نوع ستات فكس الامريكي (U.S.A) .

2.2.المواد المستخدمة Materials used

تم استخدام المواد الكيميائية المشار اليها في الجدول (2-1) والمجهزة من الشركات المبينة ازاء كل منها :

الجدول (2-1) المواد الكيميائية المستخدمة

Chemical materials	Molecular formula	Purity(%)	Company
Eipchlorohydrine	C_3H_5OCl	99.5	Sigma-Aldrich
Sodium Hydroxide	NaOH	98	Sigma-Aldrich
Tetra butyl ammonium	$C_{16}H_{36}BrN$	99	Sigma-Aldrich
Piperidin	$C_5H_{11}N$	99.5	Sigma-Aldrich
Isatin	$C_8H_5NO_2$	98	Sigma-Aldrich
Butanol Hexanol Octanol	$C_4H_{10}O$ $C_6H_{14}O$ $C_8H_{18}O$	99.5	Merck
Hexan Cyclohexane	C_6H_{14} C_6H_{12}	99.5	Fischer
1,6-dibromohexan	$C_6H_{12}Br_2$	97	Sigma-Aldrich
Aqueous zinc perchlorate	$Zn(clo_4)_2$. 6H2O	98	Himedia
Acetate ethyl Acetone	$C_4H_8O_2$ C_3H_6O	98	Fischer
Diethyl ether	$C_4H_{10}O$	98	GCC
Methanol	CH_4O	98	GCC
Ethanol	C_2H_6O	99.9	Sigma-Aldrich
DMO41020Q			

3.2. طرائق تحضير المركبات Synthesis methods of Compound

1.3.2 تحضير المركب (I) 2-(butoxymethyl)oxirane

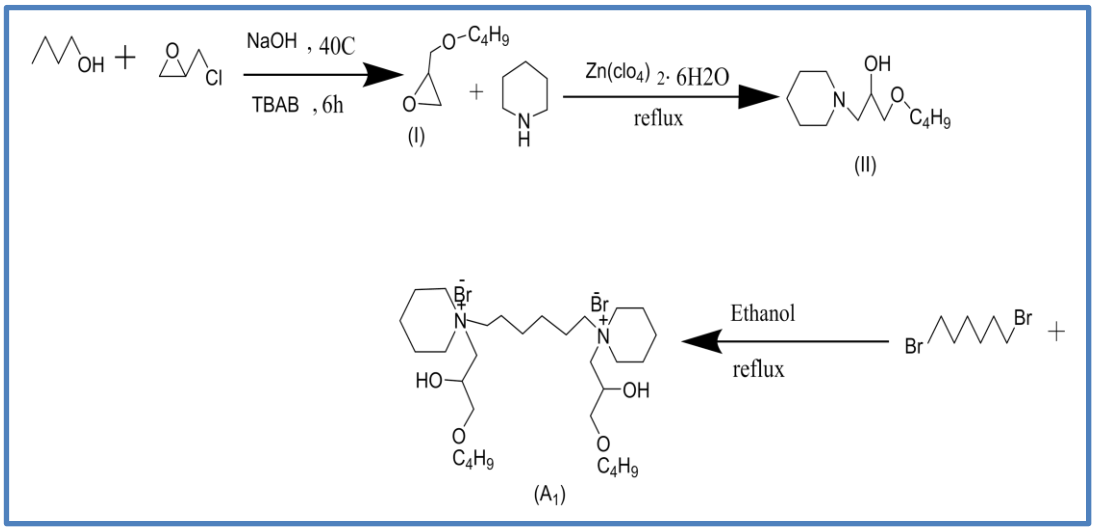
تم تسخين 0.1 mol,7.412g من كحول البيوتانول في دورق التفاعل الى درجه حراره 40 ^{0}C ثم اضيف اليه 0.15 mol,6 g من هيدروكسيد الصوديوم و0.00063 mol,0.2 g من التترا بيوتايل امونيوم برومايد و25 mL من الهكسان مع الاستمرار بالتحريك ولمده نصف ساعه وعند نفس درجه الحرارة بعدها يتم اضافه 0.2 mol,18.5 g من الايبوكلوروهيدرين وبشكل دفعات بحيث يجب المحافظة على درجه الحرارة بين 40-38 ^{0}C، ثم يقطر المزيج ارجاعيا ولمدة 6 ساعات تم متابعة التفاعل بواسطة TLCبعد ذلك يبرد المزيج وتفصل الطبقة العضوية ويبخر المذيب من الطبقة العضوية تحت ضغط منخفض للحصول على ناتج (I) بشكل بلورات صفراء اللون وبحصيلة (0.78g , 78%) [66].

2.3.2 تحضير المركب (II) 1-butoxy-3-(piperidin-1-yl) propan-2-ol

تم اضافة 0.0125 mol,1.560 g من البايبريدين مع التحريك المستمر باستخدام المحرك المغناطيسي الى (0.1 g)$Zn(ClO_4)_2.6H_2O$ مع الاستمرار بالتحريك لمده 20 دقيقه عند درجه حراره الغرفة .واضيف اليه 0.01 mol,1.3 g من ناتج الخطوة(I) بعدها قطر المزيج ارجاعيا ولمده 24 ساعه حيث تم متابعه التفاعل باستخدام TLC وبطور متحرك يتكون من الهكسان وخلات الاثيل وبنسبه (4:6) تم جمع الراسب الناتج، وأعاده بلورته بالإيثانول ليعطي ناتج اصفر اللون(II)وبحصيلة (0.80g,80%) درجة الانصهار202^{0}C [67] .

3.3.2 تحضير المركب (A_1) 1,1-(hexane -1,6-diyl)bis(1-(3-butoxy-2-hydroxypropyl)piperidine-1-ium)bromide

اذيب 0.01 mol,2.1 g من II في دورق دائري يحتوي على مزيج 10mL من الماء و20mL من الايثانول واضيف اليه (0.005 mol,0.75g)1,6- ثنائي برومو هكسان حيث كانت الإضافة على شكل دفعات قليله مع التحريك المستمر للمحلول بعد اكتمال عملية الإضافة قطر المزيج ارجاعيا لمدة 48 ساعة وبدرجه حراره 60^{0}C حيث تم متابعه التفاعل باستخدامTLC بطور متحرك يتكون من (CH_3CN :H_2O :KNO_3 0.5:2.5:10) بعد اكتمال التفاعل تم ترشيح الراسب الناتج، وأعاده بلورته بالإيثانول ليعطي بلورات ذات لون اصفر من المركب A_1 وبحصيلة (0.76 g, %76) درجة الانصهار155^{0}C[68] وكما موضح في المخطط (2-1) .



المخطط (2-1) : تحضير المركب A_1

4.3.2 تحضير المركب (I) 2-(hexyloxy)methyl)oxirane

تم تسخين 0.1 mol,12.5g من كحول الهكسانول في دورق التفاعل الى درجه حراره 40^0 C ثم اضيف اليه 0.15 mol,6 g من هيدروكسيد الصوديوم و0.00063 mol,0.2 g من التترا بيوتايل امونيوم بروماید و25 ml من الهكسان مع الاستمرار بالتحريك ولمدة نصف ساعه وعند نفس درجه الحرارة بعدها يتم اضافه 0.2 mol,18.5 g من الايبوكلوروهيدرين وبشكل دفعات بحيث يجب المحافظة على درجه الحرارة بين ^{0}C 40-38 ،ثم قطر المزيج ارجاعيا ولمدة 6 ساعات وتم متابعة التفاعل بواسطة TLC بعد ذلك يبرد المزيج وتفصل الطبقة العضوية ويبخر المذيب من الطبقة العضوية تحت ضغط منخفض للحصول على ناتج بشكل بلورات صفراء اللون، وبحصيلة (79% 0.79g,)[66].

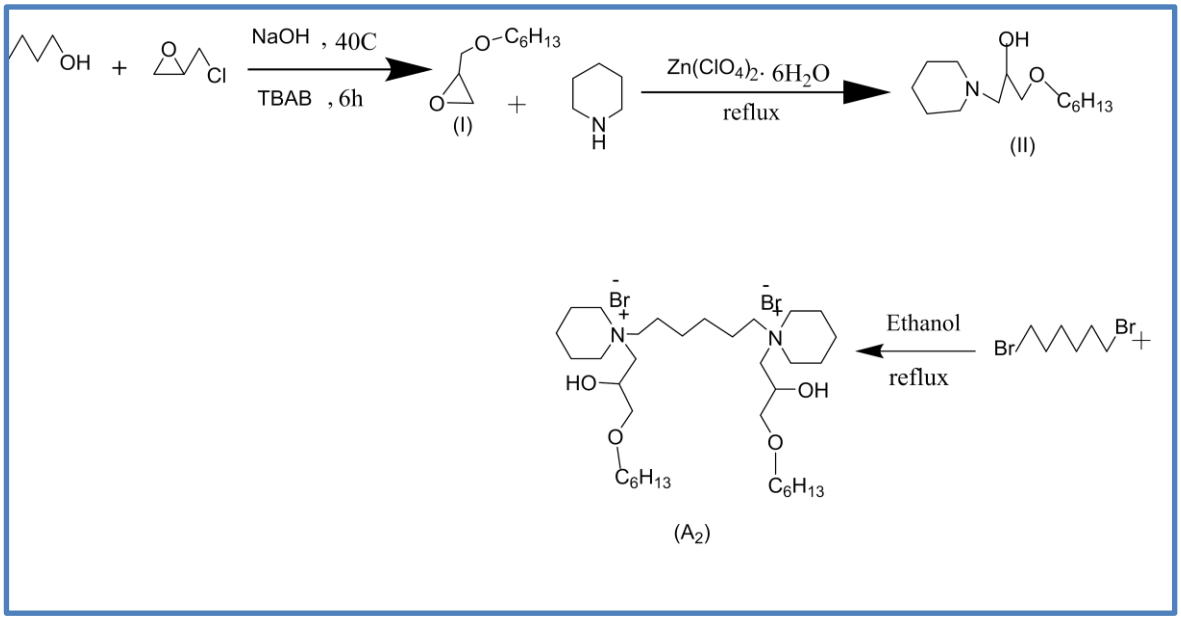
5.3.2 تحضير المركب (II) 1-(hexyloxy)-(piperidin-1-yl)propan-2-ol

تم اضافة 0.0125 mol,1.560 g من البايبريدين مع التحريك المستمر باستخدام المحرك المغناطيسي الى ($Zn(ClO_4)_2.6H_2O$ 0.1 g) مع الاستمرار بالتحريك لمده 20 دقيقه عند درجه حرارة الغرفة .واضيف اليه (0.01 mol,1.58 g)من ناتج الخطوة (I) بعدها قطر المزيج ارجاعيا ولمدة 24 ساعه حيث تم متابعة التفاعل باستخدامTLC وبطور متحرك يتكون من الهكسان وخلات

الاثيل وبنسبه (4:6) تم جمع الراسب الناتج، وأعاده بلورته بالإيثانول ليعطي ناتج اصفر اللون(II) بحصيلة (0.85g,85%) درجه الانصهار 197^0C[67].

6.3.2 تحضير المركب (A_2) 1,1-(hexane -1,6-diyl)bis(1-(3-hexyloxy-2-hydroxypropyl)piperidine-1-ium)bromide

اذيب (0.01 mol,2.4 g) من II في دورق دائري يحتوي على مزيج 10mLمن الماء و20mLمن الايثانول واضيف اليه (0.005 mol,0.75g)1,6- ثنائي برومو هكسان حيث كانت الإضافة على شكل دفعات قلـــــيله مع التحريك المستمر للمحلول بعد اكتمال عمليه الإضافة تم تصعيد المزيج تحت التقطير الارجاعي لمده 48 ساعه وبدرجة حراره 60^0C حيث تم متابعه التفاعل باستخدامTLC بطور متحرك يتكون من (KNO_3: H2O: CH_3CN) (0.5:2.5:10) بعد اكتمال التفاعل تم ترشيح الراسب الناتج , واعاده بلورته بالإيثانول ليعطي بلورات ذات لون اصفر من المركب A_2، وبحصيلة (0.91g , 91%) درجة الانصهار 170^0C [68] وكما موضح في المخطط (2-2) .



المخطط (2-2) : تحضير المركب A_2

7.3.2 تحضير المركب (I) 2- (octyloxy)methyl)oxirane

تم تسخين 0.1 mol,15.6g من كحول الاوكتانول في دورق التـــــفاعل الى درجة حراره $40\ ^0C$ ثم اليه 0.15 mol,6 g من هيدروكسيد الصوديوم و(0.00063 mol,0.2 g) من التترا بيوتايل امونيوم بروماید و25mL من الهكسان مع الاستمرار بالتحريك ولمدة نصف ساعه وعند نفس درجة الحرارة بعدها يتم اضافه 0.2 mol,18.5 g من الايبوكلوروهيدرين وبشكل دفعات بحيث يجب المحافظة على درجة الحرارة بين $38\text{-}40\ ^0C$, ثم قطر المزيج ارجاعيا ولمده 6 ساعات تم متابعة

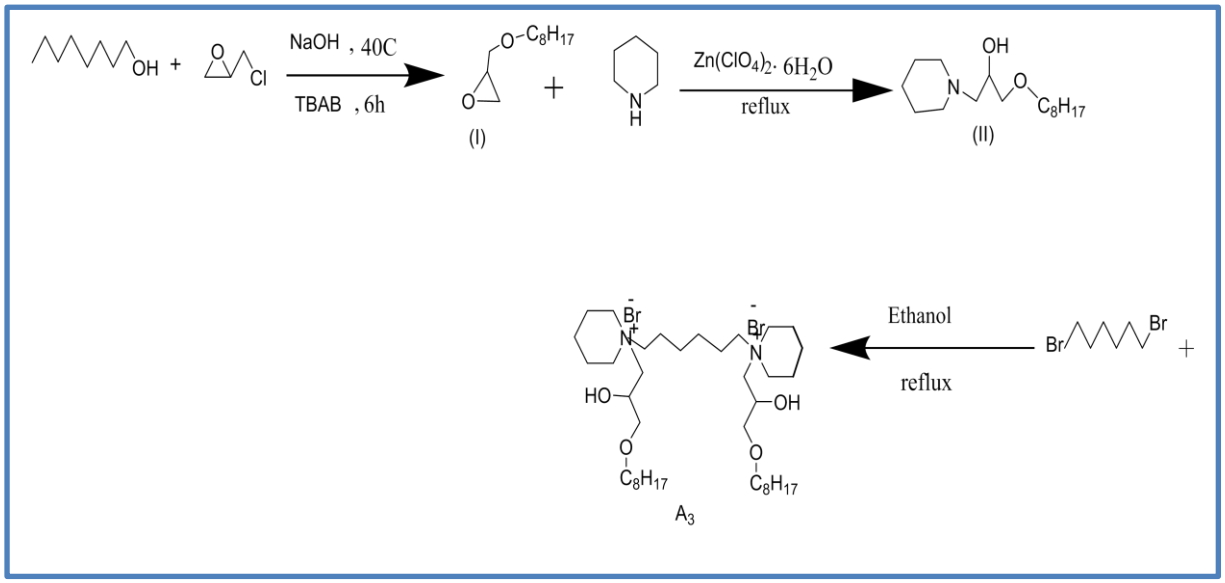
التفاعل بواسطة TLC بعد ذلك يبرد المزيج وتفصل الطبقة العضوية ويبخر المذيب من الطبقة العضوية تحت ضغط منخفض للحصول على ناتج بشكل بلورات صفراء اللون، وبحصيلة (0.89g , 89%)[66]

8.3.2 تحضير المركب (II) 1-(octyloxy)-3-(piperidin-1-yl)propan-2-ol

تم اضافه 0.0125 mol,1.560 g من البايبريدين مع التحريك المستمر باستخدام المحرك المغناطيسي الى ($Zn(ClO_4)_2.6H_2O$(0.1 g) مع الاستمرار بالتحريك لمده 20 دقيقه عند درجه حراره الغرفة .واضيف اليه (0.01 mol,1.86 g)من ناتج الخطوة(I) بعدها قطر المزيج ارجاعيا ولمده 24 ساعه حيث تم متابعه التفاعل باستخدام TLC وبطور متحرك يتكون من الهكسان وخلات الاثيل وبنسبه (4:6) تم جمع الراسب الناتج، وأعاده بلورته بالإيثانول ليعطي ناتج اصفر اللون (II)وبحصيلة (0.90g,90%) درجه الانصهار 220^0C[67].

9.3.2 تحضير المركب (A_3) 1,1-(hexane -1,6-diyl)bis(1-(3-octyloxy-2-hydroxypropyl)piperidine-1-ium)bromide

اذيب (0.01 mol,2.7 g) من **II** في دورق دائري يحتوي على مزيج 10 mL من الماء و20mL من الايثانول واضيف اليه (0.005 mol,0.75g)1,6- ثنائي برومو هكسان حيث كانت الإضافة على شكل دفعات قليله مع التحريك المستمر للمحلول بعد اكتمال عمليه الإضافة تم تصعيد المزيج تحت التقطير الارجاعي لمده 48 ساعه وبدرجه حراره 60^0C حيث تم متابعه التفاعل باستخدامTLC بطور متحرك يتكون من (KNO_3: H2O: CH_3CN :0.5:2.5:10) بعد اكتمال التفاعل تم ترشيح الراسب الناتج , واعاده بلورته بالإيثانول ليعطي بلورات ذات لون اصفر من المركب A_3 وبحصيلة (0. 80g , 80%) درجه الانصهار $182\ ^0C$ [68]وكما موضح في المخطط (3-2) .



المخطط (2-3): تحضير المركب A_3

10.3.2 تحضير المركب(I) 2-(butoxymethyl)oxirane

تم تسخين 0.1 mol,7.412g من كحول البيوتانول في دورق التفاعل الى درجه حراره 40^0C ثم اضيف اليه (0.15 mol,6 g) من هيدروكسيد الصوديوم و0.00063 mol,0.2 g من التترا بيوتايل امونيوم برومايد و 25mL من الهكسان مع الاستمرار بالتحريك ولمده نصف ساعه وعند نفس درجه الحرارة بعدها يتم اضافه 0.2 mol,18.5 g من الايبوكلوروهيدرين وبشكل دفعات بحيث يجب المحافظة على درجه الحرارة بين ^0C 40-38 ، ثم يوضع المزيج تحت التقطير الارجاعي ولمده 6 ساعات وتم متابعة التفاعل بواسطة TLC بعد ذلك يبرد التفاعل وتفصل الطبقة العضوية ويبخر المذيب من الطبقة العضوية تحت ضغط منخفض للحصول على ناتج بشكل بلورات صفراء اللون وبحصيلة (0.78g , 78 %) [66]

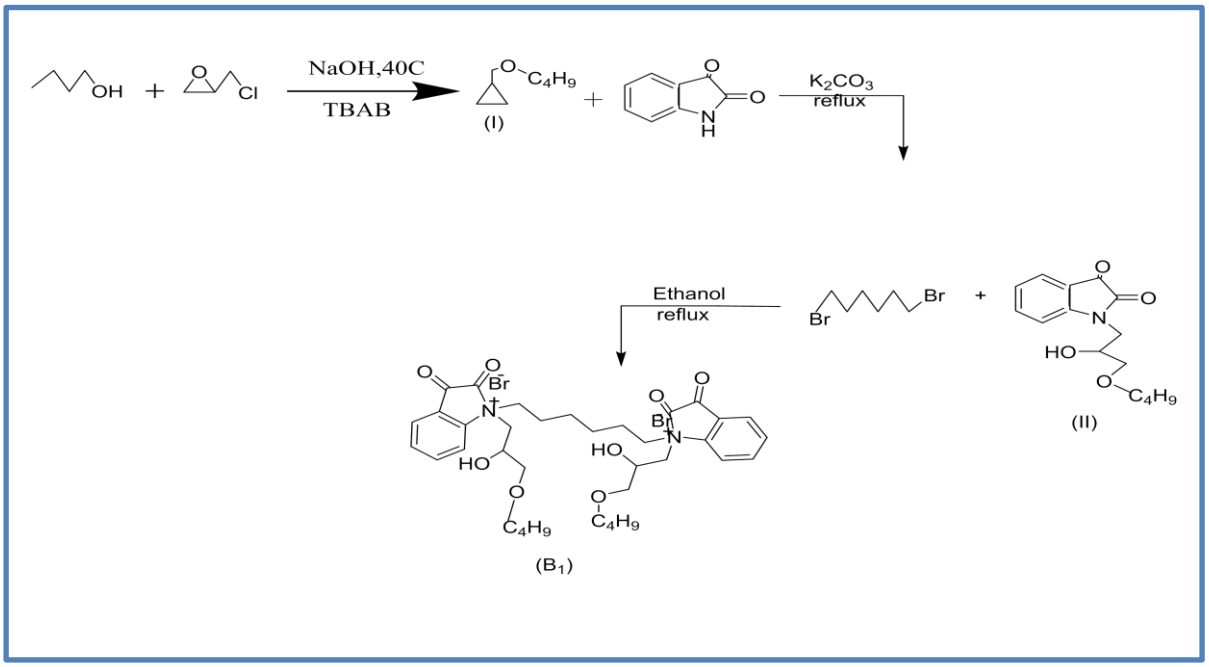
11.3.2 تحضير المركب (II) 1-(3-butoxy-2-hydroxypropyl)indoline-2,3-dione

اذيب (0.0125 mol,1.8 g) من الايساتين في دورق دائري يحتوي على 50mL من الايثانول مع التحريك المستمر باستخدام المحرك المغناطيسي واضيف اليه (0.0125mol,1.7g)من كربونات البوتاسيوم مع الاستمرار بالتحريك لمده 20 دقيقه عند درجة حرارة الغرفة .واضيف اليه

(0.01 mol,1.3 g)من ناتج الخطوة(I) بعدها قطر المزيج ارجاعيا ولمده 24 ساعه حيث تم متابعه التفاعل باستخدام TLC بطور متحرك يتكون من الهكسان وخلات الاثيل وبنسبه (4:6) تم جمع الراسب لناتج، أعادة بلورته بالإيثانول ليعطي ناتج بني اللون وبحصيلة (0.95g,95%)[69]. درجة الانصهار 167^0C

12. 3.2 تحضير المركب (B_1) 1,1-(hexane-1,6-diyl)bis(1-(3-butoxy-2-hydroxypropyl)-2,3-dioxoindolin-1-ium)bromide

اذيب (0.01 mol,2.7 g) من II في دورق دائري يحتوي على مزيج 10 mL من الماء و20mL من الايثانول واضيف اليه (1,6-(0.005 mol,0.75g ثنائي برومو هكسان حيث كانت الإضافة على شكل دفعات قليله مع التحريك المستمر للمحلول بعد اكتمال عملية الإضافة تم تصعيد المزيج تحت التقطير الارجاعي لمده 48 ساعه وبدرجة حراره 60^0C حيث تم متابعه التفاعل باستخدام TLC بطور متحرك يتكون من (CH_3CN :H2O: KNO_3 0.5:2.5:10) بعد اكتمال التفاعل تم ترشيح الراسب الناتج , واعادة بلورته بالإيثانول ليعطي بلورات ذات لون بني من المركب B_1 وبحصيلة(0.89g , 89%) [70] درجة الانصهار ^0C 158 وكما موضح في المخطط (2-4).



المخطط (2-4) : تحضير المركب B_1

13.3.2 تحضير المركب(I) 2-(hexyloxymethyl)oxirane

تم تسخين 0.1 mol,12.5g من كحول الهكسانول في دورق التفاعل الى درجه حراره 40^0C ثم اليه 0.15 mol,6 g من هيدروكسيد الصوديوم و0.00063 mol,0.2 g من التترا بيوتايل امونيوم برومايد و25mL من الهكسان مع الاستمرار بالتحريك ولمدة نصف ساعة وعند نفس درجه الحرارة بعدها يتم اضافه 0.2 mol,18.5 g من الايبوكلوروهيدرين وبشكل دفعات بحيث يجب المحافظة على درجة الحرارة بين ^0C 40-38، ثم يقطر المزيج ارجاعيا ولمدة 6 ساعات وتم متابعة التفاعل بواسطة TLC بعد ذلك يبرد المزيج وتفصل الطبقة العضوية ويبخر المذيب من الطبقة العضوية تحت ضغط منخفض للحصول على ناتج بشكل بلورات صفراء اللون وبحصيلة (0.79g, 79 %) [66]

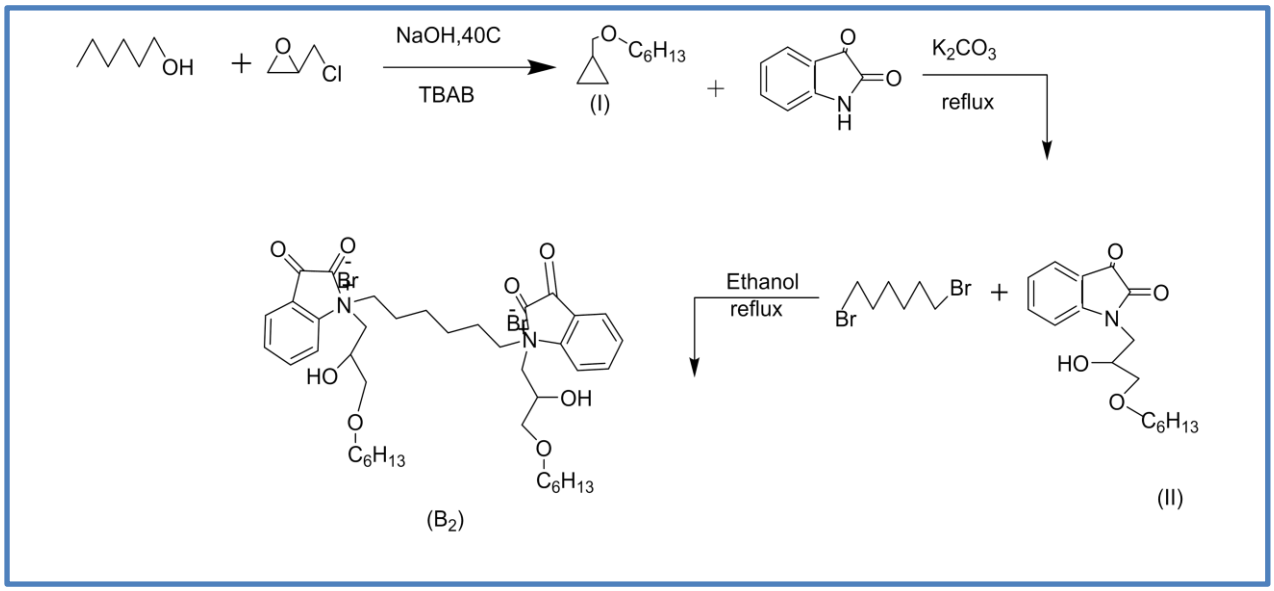
14.3.2 تحضير المركب (II) 1–(3-(hexyloxy)-2-hydroxypropyl)indoline-2,3-dione

اذيب 0.0125 mol,1.8 gمن الايساتين في دورق دائري يحتوي على 50mL من الايثانول مع التحريك المستمر باستخدام المحرك المغناطيسي واضيف اليه 0.0125mol,1.7g من كربونات البوتاسيوم مع الاستمرار بالتحريك لمده 20 دقيقه عند درجة حراره الغرفة .واضيف اليه 0.01 mol,1.5 g من ناتج الخطوة(I) بعدها قطر المزيج ارجاعيا ولمده 24 ساعه حيث تم متابعه التفاعل باستخدام TLC بطور متحرك يتكون من الهكسان وخلات الاثيل وبنسبه (4:6) تم جمع الراسب الناتج، وأعادة بلورته بالإيثانول ليعطي ناتج بني اللون وبحصيلة (0.90g,90%).درجة الانصهار (164^0C) [69]

15-3-2 تحضير المركب (B_2) 1,1-(hexane-1,6-diyl)bis(1-(3-hexyloxy-2-hydroxypropyl)-2,3-dioxoindolin-1-ium)bromide

اذيب 0.01 mol,3.0 g من II في دورق دائري يحتوي على مزيج 10 mLمن الماء 20mLمن الايثانول واضيف اليه (0.005 mol,0.75g)1,6- ثنائي برومو هكسان حيث كانت الإضافة على شكل دفعات قليله مع التحريك المستمر للمحلول بعد اكتمال عمليه الإضافة تم تصعيد المزيج تحت التقطير الارجاعي لمدة 48 ساعه وبدرجه حراره 60^0C حيث تم متابعة التفاعل باستخدامTLC بطور متحرك يتكون من (KNO_3: H2O: CH_3CN :0.5:2.5:10) بعد اكتمال

التفاعل تم ترشيح الراسب الناتج , واعادة بلورته بالإيثانول ليعطي بلورات ذات لون بني من المركب B_2 (0.93g , 93%) [70] درجة الانصهار $178\ ^0C$ وكما موضح في المخطط (2-5) .



المخطط (2-5) :تحضير المركب B_2

16.3.2 تحضير المركب(I) 2- (octyloxy)methyl)oxirane

تم تسخين 0.1 mol,15.6g من كحول الاوكتانول في دورق التـــــفاعل الى درجة حرارة 40^0C ثم اضيف اليه 0.15 mol,6 g من هيدروكسيد الصوديوم و 0.00063 mol,0.2 g من التترا بيوتايل امونيوم بروميد و25mL من الهكسان مع الاستمرار بالتحريك ولمدة نصف ساعه وعند نفس درجه الحرارة بعدها يتم اضافه 0.2 mol,18.5 g من الايبوكلوروهيدرين وبشكل دفعات بحيث يجب المحافظة على درجه الحرارة بين ^0C 38-40، ثم يقطر المزيج ارجاعيا ولمدة 6 ساعات وتم متابعة التفاعل بواسطة TLC بعد ذلك يبرد المزيج وتفصل الطبقة العضوية ويبخر المذيب من الطبقة العضوية تحت ضغط منخفض للحصول على ناتج بشكل بلورات صفراء اللون وبحصيلة (89 % 0.89g,) [66].

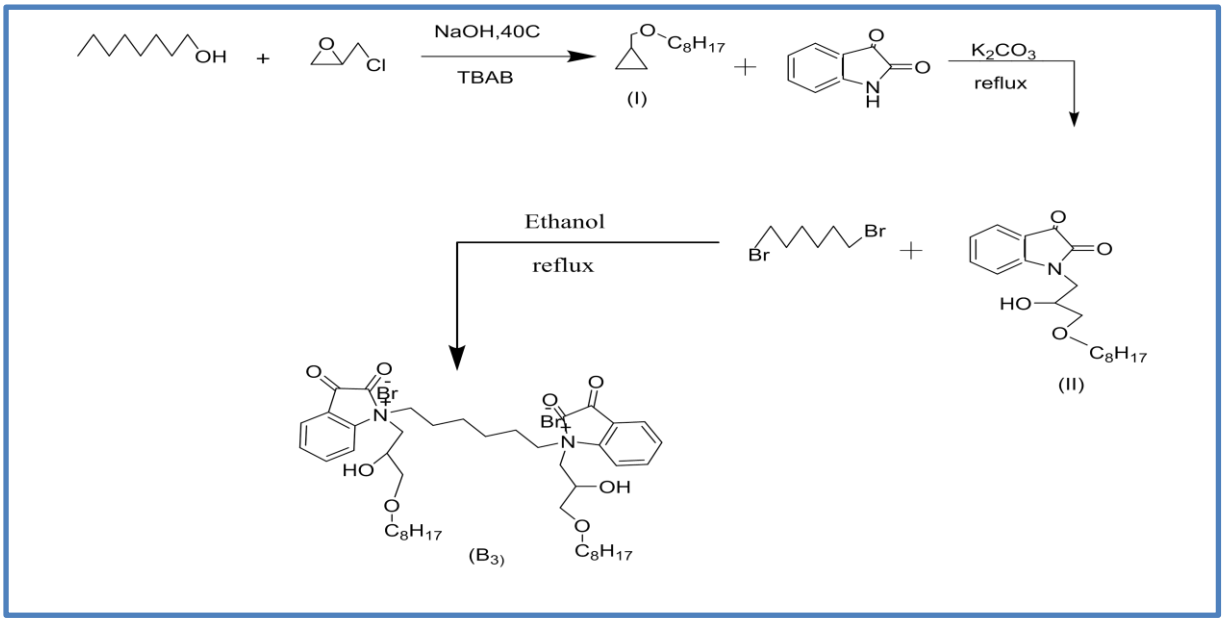
17.3.2 تحضير المركب (II) 1-(2-hydroxy-3-(octyloxy)propyl)indoline-2,3-dione

اذيب 0.0125 mol,1.8 g من الايساتين في دورق دائري يحتوي على 50mL من الايثانول مع التحريك المستمر باستخدام المحرك المغناطيسي اضيف اليه 0.0125mol, 1.7g من كربونات

البوتاسيوم مع الاستمرار بالتحريك لمده 20 دقيقه عند درجة حراره الغرفة .واضيف اليه 0.01 mol,1.8 g من ناتج الخطوة(I) بعدها قطر المزيج ارجاعيا ولمدة 24 ساعه حيث تم متابعة التفاعل باستخدام TLC بطور متحرك يتكون من الهكسان وخلات الاثيل وبنسبه (4:6) تم جمع الراسب الناتج، وأعادة بلورته بالإيثانول ليعطي ناتج بني اللون وبحصيلة (0.78g,78%) درجة الانصهار 169^0C [69].

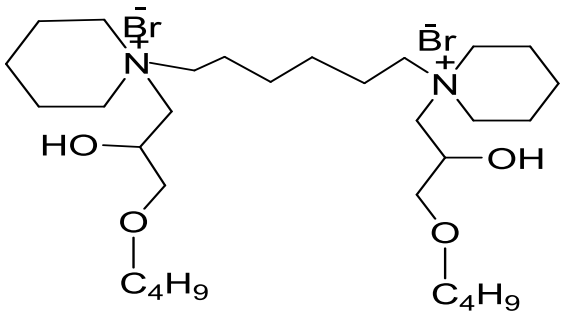
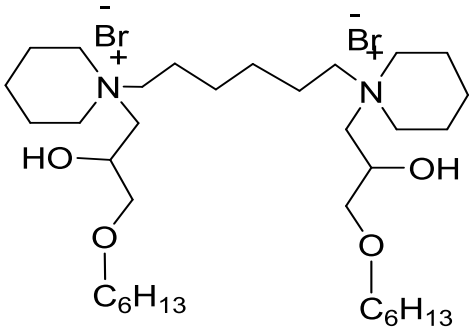
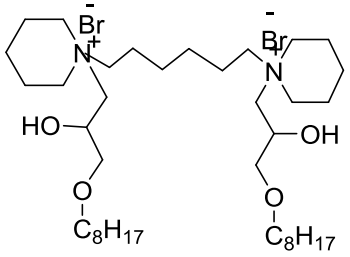
18.3.2 تحضير المركب(B_3) 1,1-(hexane-1,6-diyl)bis(1-(3-octyloxy-2-hydroxypropyl)-2,3-dioxoindolin-1- ium)bromide

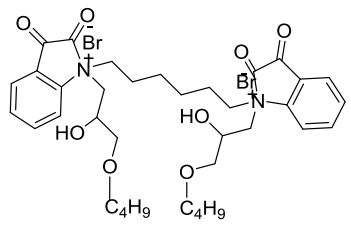
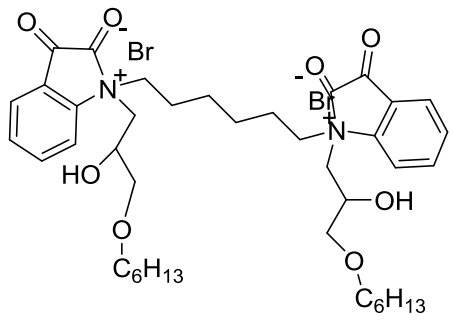
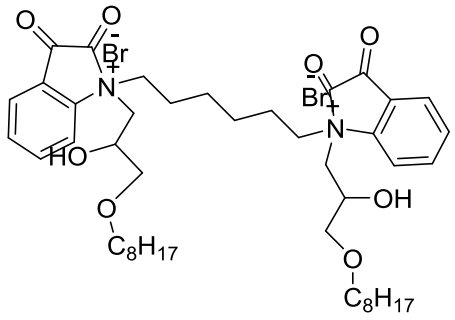
اذيب 0.01 mol,3.3 g من II في دورق دائري يحتوي على مزيج 10 mL من الماء و20mL من الايثانول واضيف اليه (0.005 mol,0.75g)1,6- ثنائي برومو هكسان حيث كانت الإضافة على شكل دفعات قليله مع التحريك المستمر للمحلول بعد اكتمال عمليه الإضافة تم تقطير المزيج ارجاعيا لمدة 48 ساعه وبدرجه حراره 60^0C حيث تم متابعة التفاعل باستخدام TLC بطور متحرك يتكون من (KNO_3: H2O: CH_3CN :0.5:2.5:10) بعد اكتمال التفاعل تم ترشيح الراسب الناتج , واعادة بلورته بالإيثانول ليعطي بلورات ذات لون بني من المركب B_3 وبحصيلة 0.92g) [70] ,92%) درجة الانصهار $180\ ^0C$ وكما موضح في المخطط (2-6)



المخطط (2-6) : تحضير المركب B_3

الجدول (2-2) الخصائص الفيزيائية للمركبات المحضرة

M.PC^0	M.Wt	Yield	الخصائص	Compounds	الرمز
155	**672**	**76 %**	**بلورات صفراء اللون**	 **1,1-(hexane -1,6-diyl)bis(1-(3-butoxy-2-hydroxypropyl)piperidine-1-ium)bromide**	**A_1**
170	728	**91 %**	**بلورات صفراء اللون**	 **1,1-(hexane -1,6-diyl)bis(1-(3-hexyloxy-2-hydroxypropyl)piperidine-1-ium)bromide**	**A_2**
182	784	**80%**	**بلورات صفراء اللون**	 **1,1-(hexane -1,6-diyl)bis(1-(3-octyloxy-2-hydroxypropyl)piperidine-1-ium)bromide**	**A_3**

158	796	**89%**	**بلورات بنية اللون**	 **1,1-(hexane-1,6-diyl)bis(1-(3-butoxy-2-hydroxypropyl)-2,3-dioxoindolin-1- ium)bromide**	**B_1**
178	852	**93%**	**بلورات بنية اللون**	 **1,1-(hexane-1,6-diyl)bis(1-(3-hexyloxy-2-hydroxypropyl)-2,3-dioxoindolin-1- ium)bromide**	**B_2**
180	908	**%92**	**بلورات بنية اللون**	 **1,1-(hexane-1,6-diyl)bis(1-(3-octyloxy-2-hydroxypropyl)-2,3-dioxoindolin-1- ium)bromide**	**B3**

4.2 تحضير المشتتات Preparation of dispersants

خلال هذه الدراسة تم تحضير المشتتات وذلك بمزج نسبة 10µLمن المادة المنشطة مع 25 mL من الماء 10µL من النفط اذ حضر المشتت DA_1 من منشط السطوح A_1 مع المذيب الماء ،كما حضرت المشتتات DA_2 ،DA_3، DB_1، DB_2، DB_3، DMO41020Q وبتراكيز 150,100, 50 ppm من المادة المشتتة وبنفس الطريقة التي ذكرت اعلاه [71].

5.2 حساب التركيز الغروي الحرج لمنشطات السطوح المحضرة بطريقه التوصيلية

Calculating the critical colloidal concentration using the conductivity method

حضرت سلسله من التراكيز10^{-4}×(1-0.1) مولاري من منشطات السطوح المحضرة ،وتم تسجيل التوصيلية الكهربائية G للمحاليل المحضرة بدرجة حراره 25م^0 حيث بلغ عدد القراءات 10 بمعدل قراءة لكل دقيقتين لجميع المواد المحضرة .وتحويلها الى توصيلية نوعية Lوتم حساب قيمه CMC للمواد المحضرة من الرسومات البيانية لقيم التركيز المولاري مقابل التوصيل النوعي[73,72]

6.2 قياس الفعالية البيولوجية Measurement of biological effectiveness

تم اختبار منشطات السطوح التؤامية المذابة بالماء باستخدام اختبار فحص السمية الخلوية MTT لتحديد التأثير السام للمركبات المحضرة على خلايا سرطان الثدي MCF-7 حيث جهزت الخلايا السرطانية ثم وضع المعلق الخلوي بتركيز(10^4×1) الى(10^6×1) خليه / مل في صفيحة ذات 96 حفرة الى الحجم النهائي 200 مايكرومتر من وسط الزرع الكامل (Complete Culture) Medium لكل حفره وتم تغطيه الالواح ببارا فلم معقم ،وهزت بلطف genthy stirred وحضنت في حاضنه CO2%5 بدرجة حراره37م^0 لمده 24ساعه .بعد التحضين ازيل الوسط وتم اضافة 200 مايكرو لتر من التراكيز المحضرة من منشطات السطوح (400, 200, 100 , 50, 25) µg/mL الى الحفر وبواقع 3 حفر لكل تركيز مع السيطرة control وحضنت في حاضنه 5% CO2 بدرجه حراره 37م^0 لمده 24 ساعه . بعد التعرض للمركبات المحضرة تم اضافه 10 مايكرو لتر من محلول MTT لكل حفره ثم حضنت الصفيحة في حاضنه 5% بدرجة حرارة 37م^0 لمده 4 ساعات بدرجة حرارة 37م^0 . ثم اضافة 100 مايكرو لتر من محلول الإذابة لكل حفرة وحضن لمدة 5 دقائق . بعد ذلك تم قراءة الامتصاصية باستخدام جهاز الاليزا ELISA على الطول الموجي 570 نانوميتر .ثم

اجراء تحليل احصائي على قراءات الكثافة الضوئية لحساب IC_{50} [75,74]. اجري الاختبار في مركز بحوث التقنيات الأحيائية – جامعة النهرين.

الفصل الثالث

النتائج والمناقشة

Results & Discussion

1.3. تشخيص المركبات المحضرة Diagnosis of prepared compounds

شخصت المركبات المحضرة بالاعتماد على نتائج طيف الاشعة تحت الحمراء ،طيف بروتون الرنين النووي المغناطيسي ،طيف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون ^{13}C-NMR،طيف الكتلة وكذلك درست التوصيلية الكهربائية المولارية والفعالية البيولوجية

1.1.3. اطياف الاشعة تحت الحمراء Infrared Spectra

1.1.1.3. طيف الأشعة تحت الحمراء للمركب A_1 Infrared Spectrum of compound A_1

تميز طيف المركب A_1 بظهور حزمة امتصاص عند الموقع 3382.18 cm^{-1} عائدة الى اهتزاز المط لمجموعة OH ،كذلك حزمة عند الموقع 2944.32cm^{-1} عائدة لاهتزاز المط لمجموعة CH الاليفاتية كما بين الطيف ظهور حزم امتصاص عند المواقع 1389.76cm^{-1} و1035.95 cm^{-1}عائدة الى مجموعة C-N وC-Oعلى التوالي [77،76]. كما موضح في الجدول (1-3)

2.1.1.3. طيف الأشعة تحت الحمراء للمركب A_2 Infrared Spectrum of compound A_2

شخص المركب A_2 عن طريق طيف تحت الحمراء حيث لوحظ ظهور حزمة امتصاص عند الموقع 3217.90 cm^{-1} عائدة الى اهتزاز المط لمجموعة OH ،كذلك حزمة عند الموقع cm^{-} 2956.94^{1} عائدة لاهتزاز المط لمجموعة CH الاليفاتية كما بين الطيف ظهور حزم امتصاص عند المواقع 1319.17cm^{-1} و1022.73 cm^{-1} عائدة الى مجموعة C-N وC-Oعلى التوالي [76]. كما موضح في الجدول (1-3)

3.1.1.3. طيف الأشعة تحت الحمراء للمركب A_3 Infrared Spectrum of Compound A_3

شخص المركب A_3 بطيف الاشعة تحت الحمراء فقد لوحظ ظهور حزمة امتصاص عند الموقع 3216.72cm^{-1} عائدة الى اهتزاز المط لمجموعة OH ،كذلك حزمة عند الموقع cm^{-} 2959.34^{1} عائدة لاهتزاز المط لمجموعة CH الاليفاتية كما بين الطيف ظهور حزم امتصاص

عند المواقع $1341.74cm^{-1}$ و$1089.51\ cm^{-1}$ عائدة الى مجموعة C-N وC-Oعلى التوالي [77]. كما موضح في الجدول (3-1)

4.1.1.3. طيف الاشعة تحت الحمراء للمركب B_1 Infrared Spectrum of compound B_1

تم تشخيص المركب B_1 بواسطة طيف الاشعة تحت الحمراء فقد لوحظ ظهور حزمة امتصاص عند الموقع $3331.06\ cm^{-1}$ عائدة الى اهتزاز المط لمجموعة OH ،كذلك حزمة امتصاص عند الموقع $2930.37cm^{-1}$ عائدة لاهتزاز المط لمجموعة CH الاليفاتية كما بين الطيف ظهور حزم امتصاص عند المواقع $1377.81\ cm^{-1}$و$1154.47cm^{-1}$ عائدة الى مجموعة C-N وC-Oعلى التوالي. كذلك اظهر الطيف حزمة امتصاص عند الموقع $1724.28cm^{-1}$ عائدة لمجموعة C=O،كذلك حزمة امتصاص عند الموقع $1573.70\ cm^{-1}$عائدة لمجموعة C=C الاروماتية [78] . كما موضح في الجدول (3-1)

5.1.1.3. طيف الاشعة تحت الحمراء للمركب B_2 Infrared Spectrum of Compound B_2

شخص المركب B_2 عن طريق الاشعة تحت الحمراء حيث نلاحظ ظهور حزمة امتصاص عند الموقع $3308.77cm^{-1}$ عائدة الى اهتزاز المط لمجموعة OH ،كذلك حزمة امتصاص عند المواقع cm^{-1} 2947.23و$3094.21cm^{-1}$ عائدة لاهتزاز المط لمجموعة CH الاليفاتية والاروماتية كما بين الطيف ظهور حزم امتصاص عند المواقع $1282.39\ cm^{-1}$و$1191.63\ cm^{-1}$عائدة لمجموعتي C-Nو C-O على التوالي. كذلك اظهر الطيف حزمة امتصاص عند الموقع $1736.34cm^{-1}$ عائدة لمجموعة C=O،كذلك حزمة امتصاص عند الموقع $1470.30\ cm^{-1}$عائدة لمجموعة c=c الاروماتيه [79]. كما موضح في الجدول (3-1)

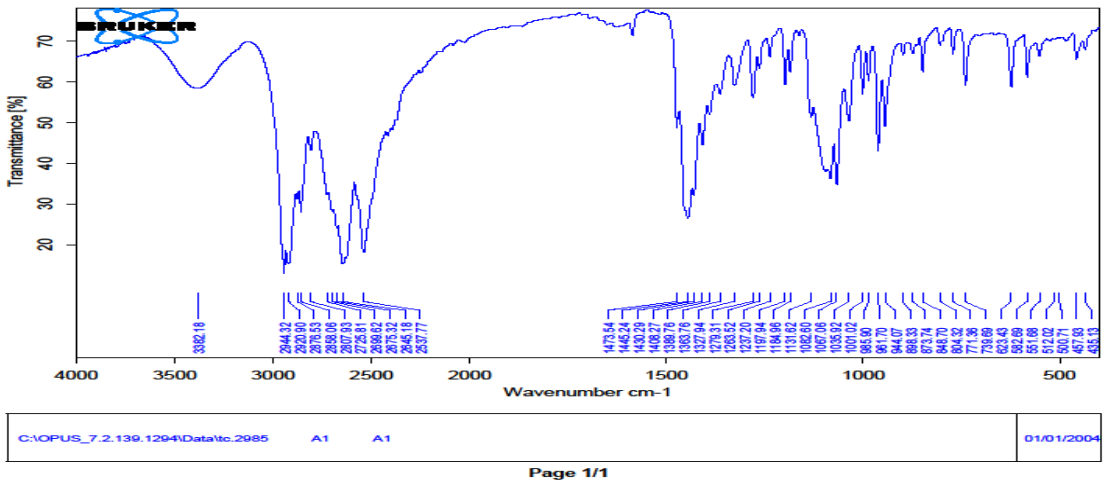
6.1.1.3. طيف الاشعة تحت الحمراء للمركب B_3

تميز طيف المركب B_3 بظهور حزمة امتصاص عند الموقع $3428.10\ cm^{-1}$ عائدة الى اهتزاز المط لمجموعة OH ،كذلك حزمة امتصاص عند المواقع $2926.00cm^{-1}$و$3325.05cm^{-1}$ عائدة لاهتزاز المط لمجموعة CH الاليفاتية والاروماتية على التوالي كما بين الطيف ظهور حزم امتصاص عند المواقع $1381.48\ cm^{-1}$و$1152.54\ cm^{-1}$عائدة لمجموعتي C-Nو C-O على التوالي. كذلك اظهر الطيف حزمة امتصاص عند الموقع $1718.31cm^{-1}$ عائدة لمجموعة C=O،كذلك حزمة

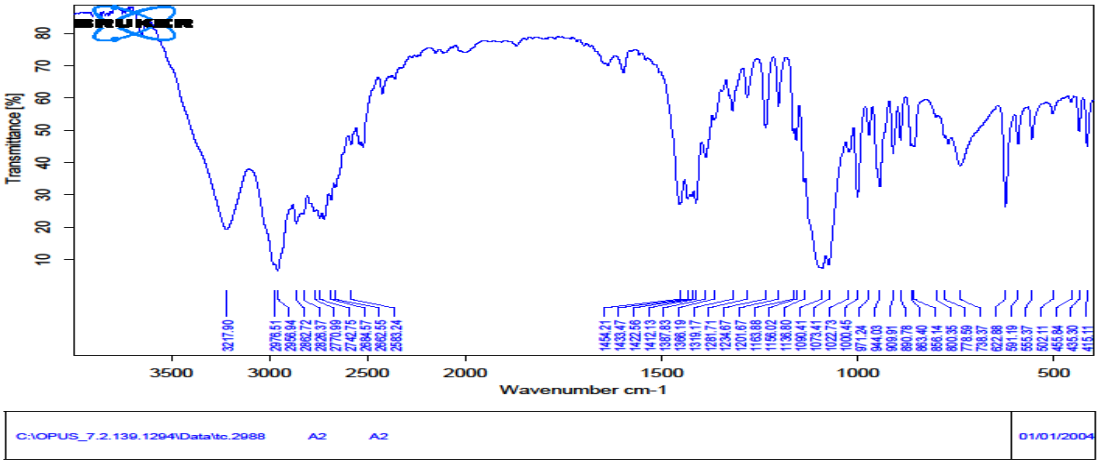
امتصاص عند الموقع $1581.26\ cm^{-1}$عائدة لمجموعة c=c الاروماتيه [79] كما موضح في الجدول (1-3)

الجدول (3-1) اهم مواقع الامتصاص لطيف الاشعة تحت الحمراء للمركبات المحضرة

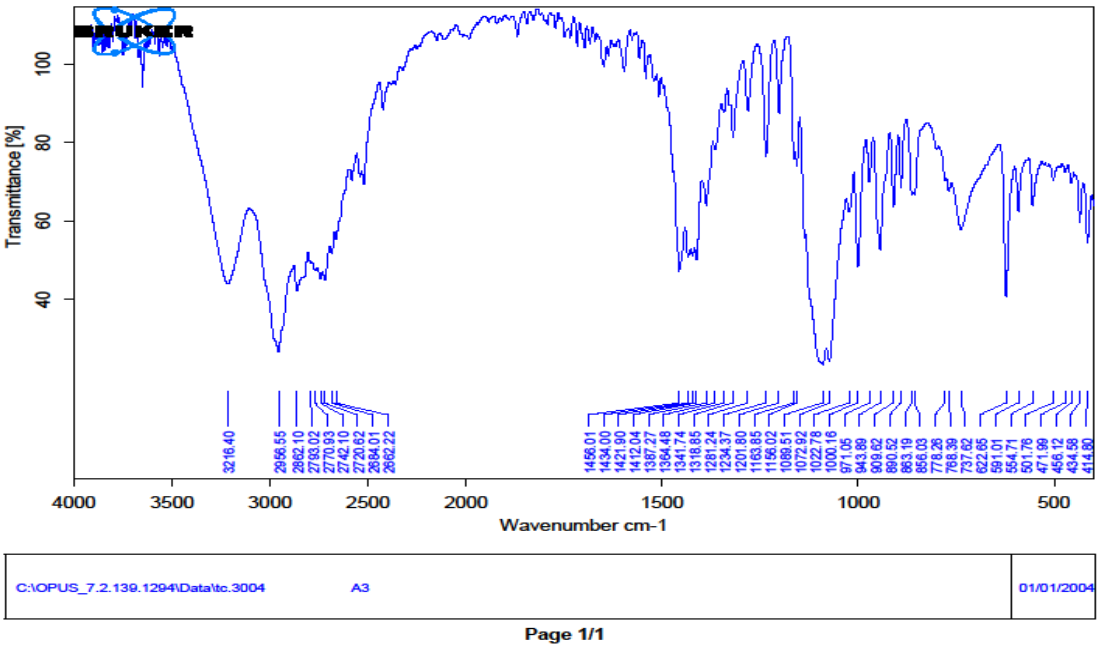
compound	OH Cm^{-1}	C-H Str.alph. cm^{-1}	C-H Aromatic cm^{-1}	C=C cm^{-1}	C=O cm^{-1}	C-N cm^{-1}	C-O cm^{-1}
A_1	3382.18	2944.32				1389.76	1035.95
A_2	3217.90	2956.94				1319.17	1022.73
A_3	3216.72	2959.34				1341.74	1089.51
B_1	3331.06	2930.37	3068.54	1573.70	1724.28	1377.81	1154.47
B_2	3308.77	2947.23	3094.21	1470.30	1736.34	1282.39	1191.63
B_3	3428.10	2926.00	3325.05	1581.26	1718.31	1381.48	1199.89



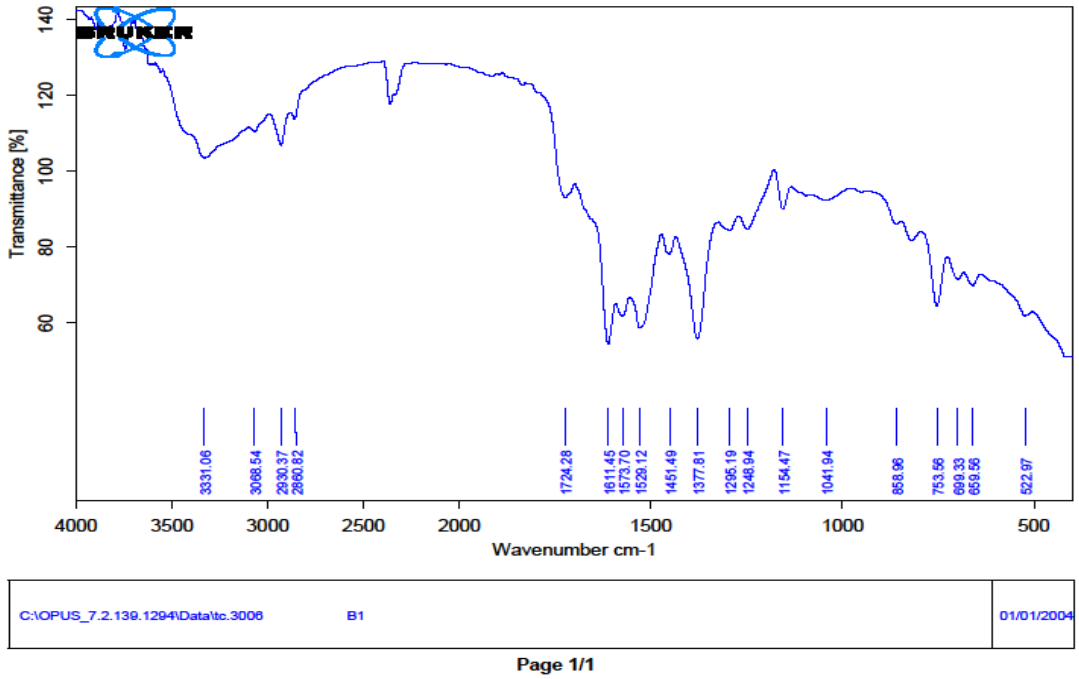
الشكل (3-1):طيف الاشعة تحت الحمراء للمركب A_1



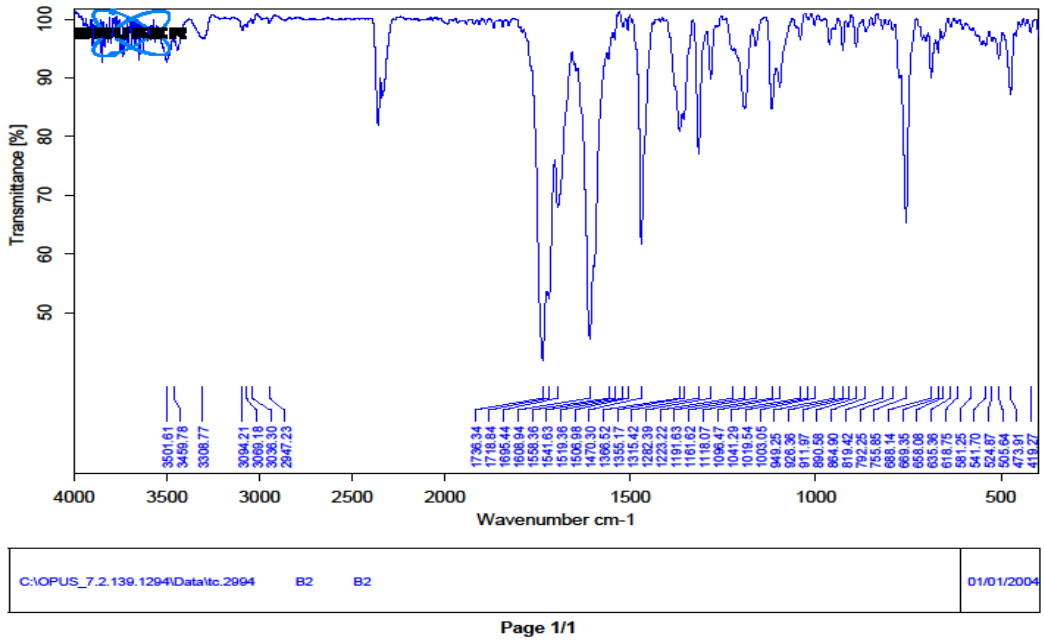
الشكل (2-3) طيف الاشعة تحت الحمراء للمركب A_2



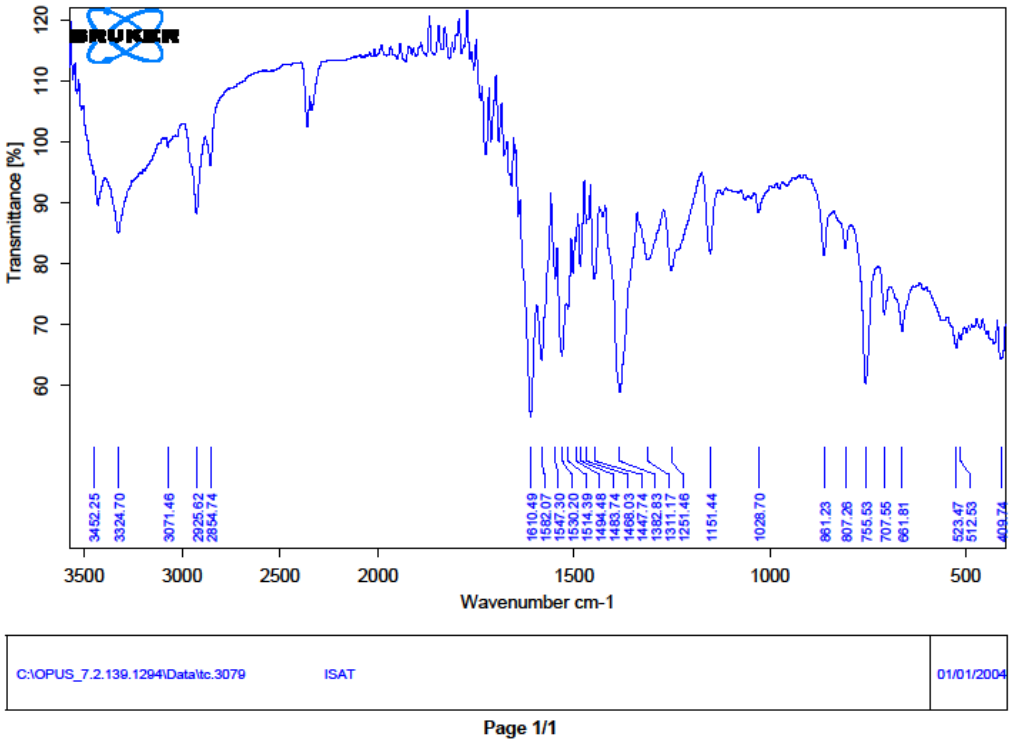
(3-3):طيف اشعة تحت الحمراء للمركب A_3



الشكل (3-4) : طيف الاشعة تحت الحمراء للمركب B_1



الشكل (3-5) : طيف الاشعة تحت الحمراء للمركب B_2



الشكل (3-6) : طيف الاشعة تحت الحمراء للمركب B_3

2.3 اطياف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون Nuclear ^{1}H-NMR Magnetic

Resonance spectra 1H-NMR

تميزت جميع اطياف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون للمركبات المحضرة بظهور اشاره عند (2.5ppm) والتي تعزى لبروتون المذيب DMSO واشاره عند (3.3 ppm) والتي تعزى لبروتون H_2O .

1.2.3 طيف الرنين النووي المغناطيسي للمركب A_1 Nuclear Magnetic

Resonance spectra 1H-NMR of compound A_1

تميز طيف ^{1}HNMR للمركب A_1 بظهور اشاره ثلاثية عند ازاحة كيميائية (0.94ppm - 0.88)عائدة لمجموعتي المثيل ، وحزم متعددة عند ازاحة (1.31 ppm) تعود الى مجموعة CH_2CH_2O، كما اظهر الطيف حزم متعددة عند ازاحة(1.43-1.70ppm) تعود إلى مجوعة CH_2, كذلك ظهور حزم متعددة عند ازاحة كيميائية (1.79ppm) عائدة الى مجموعة CH_2CH_3،

وظهور حزم متعددة عند ازاحة(3.1ppm) تعود الى مجوعة CHOH، وظهور اشارة ثلاثية عند ازاحة (3.34-3.46ppm) عائدة الى مجموعة CH_2O، كذلك اظهر الطيف اشاره احادية عند ازاحة (4.07ppm) عائدة الى مجموعة OH [80].كما موضح في الجدول (3-2).

2.2.3 طيف الرنين النووي المغناطيسي للمركب A_2 Nuclear Magnetic Resonance spectra 1H-NMR of compound A_2

شخص المركب A_2 بطيف ^{1}HNMR فقد اظهرت اشاره ثلاثية عند ازاحة كيميائية (1.4ppm) عائدة لمجموعتي المثيل ، وحزم متعددة عند ازاحة (1.71-1.84 ppm)تعود الى مجموعة CH_2CH_2O ،كما واظهر الطيف حزم متعددة عند ازاحة(1.31-1.55ppm) تعود إلى مجوعة CH_2, كذلك ظهور حزم متعددة عند ازاحة كيميائية (1.65ppm)عائدة الى مجموعة CH_2CH_3، وظهور حزم متعددة عند ازاحة(3.5ppm) تعود الى مجوعة CHOH، وظهور اشارة ثلاثية عند ازاحة (3.0-3.07ppm) عائدة الى مجموعة CH_2O، كذلك اظهر الطيف اشاره احادية عند ازاحة (4.5ppm) عائدة الى مجموعة OH [81] . كما موضح في الجدول (3-2)

3.2.3 طيف الرنين النووي المغناطيسي للمركب A_3 Nuclear Magnetic Resonance spectra 1H-NMR of compound A_3

طيف 1H-NMRللمركب A_3 نلاحظ ظهور اشاره ثلاثية عند ازاحة كيميائية (1.24ppm) عائدة لمجموعتي المثيل ، وحزم متعددة عند ازاحة (1.63-1.89 ppm)تعود الى مجموعة CH_2CH_2O ،كما اظهر الطيف حزم متعددة عند ازاحة(1.63ppm) تعود إلى مجوعة CH_2, كذلك ظهور حزم متعددة عند ازاحة كيميائية (1.55ppm)عائدة الى مجموعة CH_2CH_3، وظهور حزم متعددة عند ازاحة(3.20-3.26ppm)) تعود الى مجوعة CHOH، وظهور اشارة ثلاثية عند ازاحة (2.9-3.1ppm) عائدة الى مجموعة CH_2O، كذلك اظهر الطيف اشاره احادية عند ازاحة (4.5ppm) عائدة الى مجموعة OH [82] . كما موضح في الجدول (3-2)

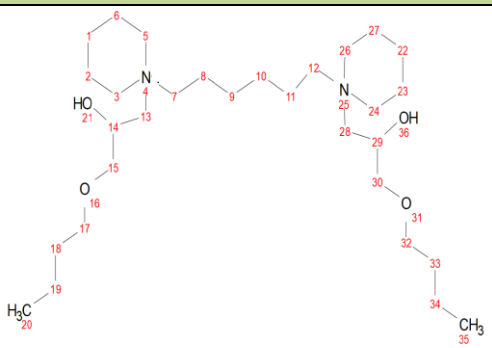
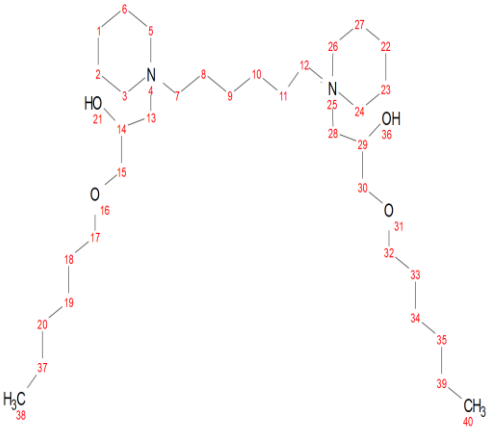
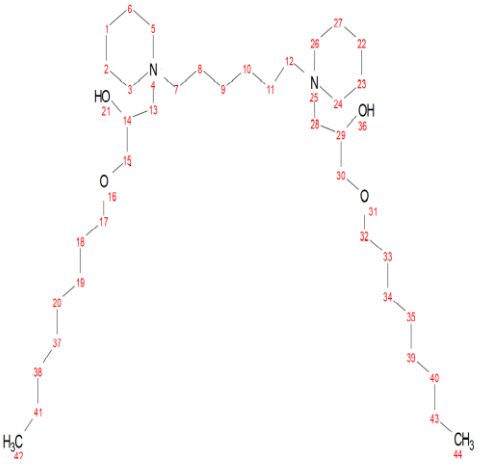
4.2.3 طيف الرنين النووي المغناطيسي للمركب B_1 Nuclear Magnetic Resonance B_1 spectra 1H-NMR of compound

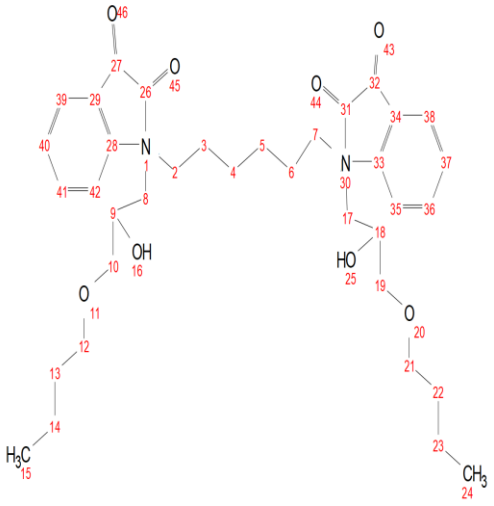
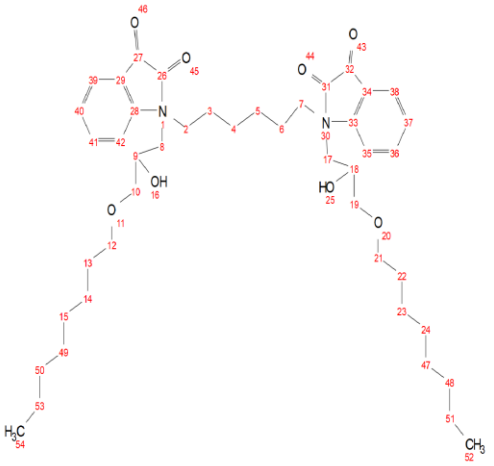
طيف ^{1}HNMR للمركب B_1 اظهر اشاره ثلاثية عند ازاحة كيميائية(0.87-0.93ppm) عائدة لمجموعتي المثيل ، وحزم متعددة عند ازاحة (1.19-1.46 ppm)تعود الى مجموعة CH_2، كذلك ظهور اشارة ثلاثية عند ازاحة كيميائية (2.09ppm)عائدة الى مجموعة CH_2CH_2، وظهور اشارة ثلاثية عند ازاحة (1.79ppm) عائدة الى مجموعة CH_2O، كذلك اظهر الطيف اشاره احادية عند ازاحة (4.36ppm) عائدة الى مجموعة OH , وظهور حزم متعددة عند ازاحة (6.33- 7.99 ppm)عائدة الى بروتونات الحلقة الاروماتيه [83]. كما موضح في الجدول (3-2)

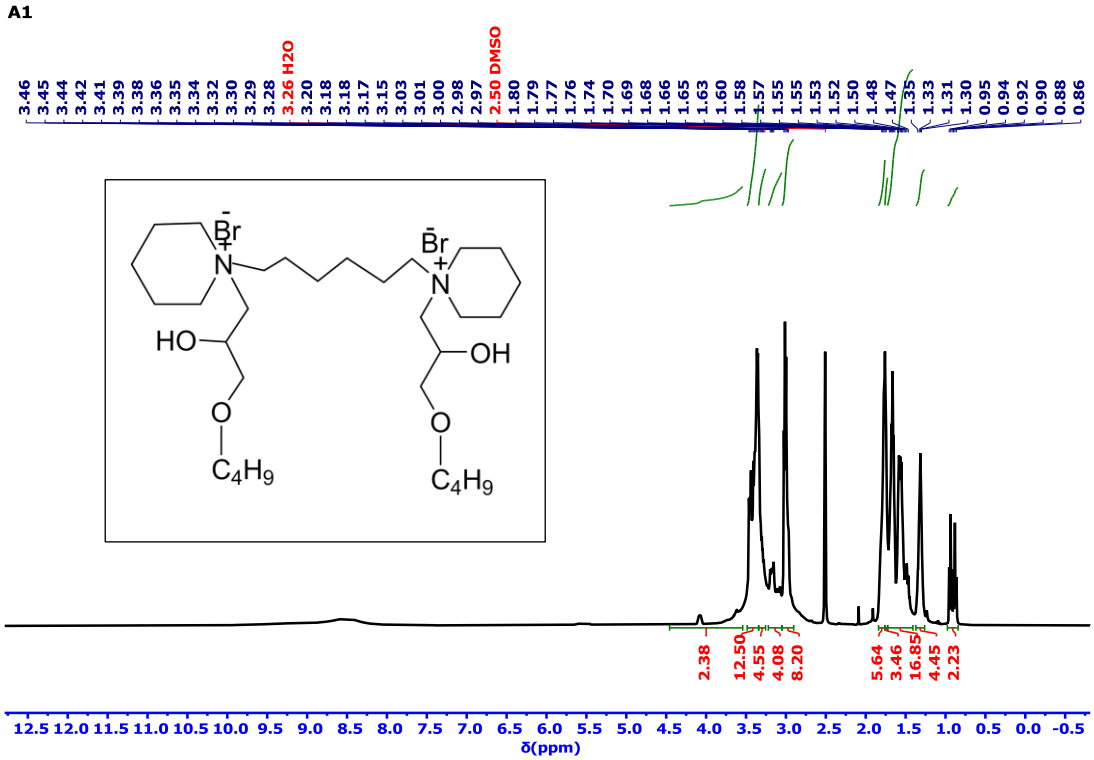
5.2.3 طيف الرنين النووي المغناطيسي للمركب B_3 Nuclear Magnetic spectra 1H-NMR of compound B_3 Resonance

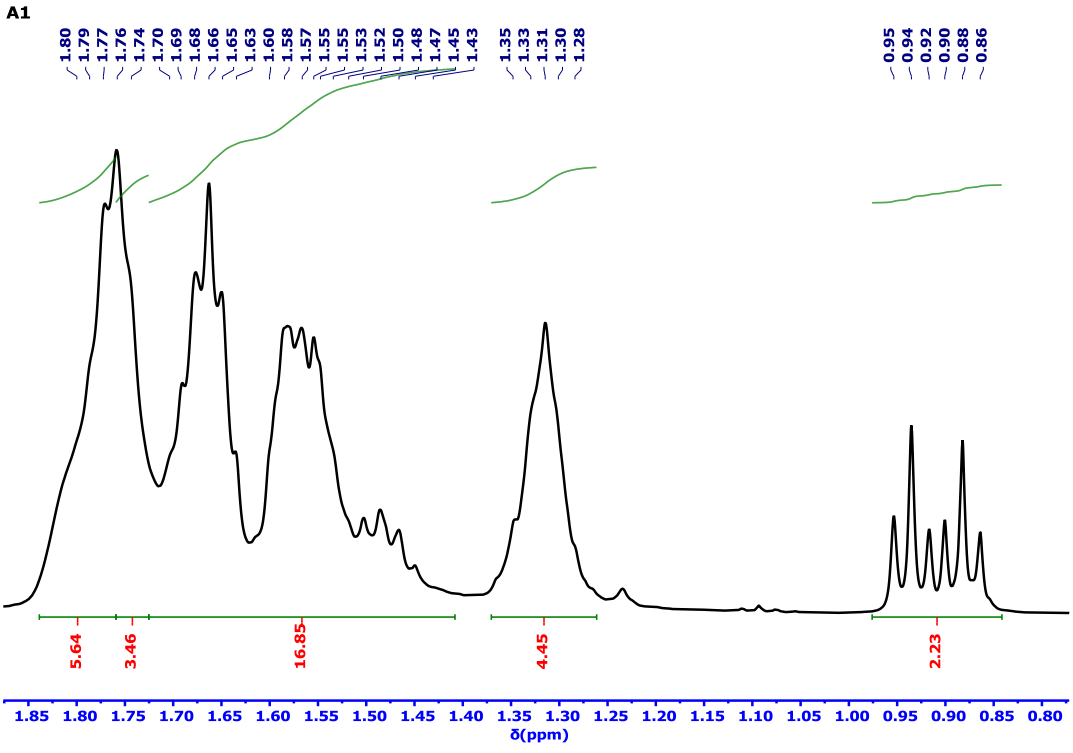
لوحظ في طيف ^{1}HNMR للمركب B_3 ظهور اشاره ثلاثية عند ازاحة كيميائية (0.84- 0.92ppm) عائدة لمجموعتي المثيل ، وحزم متعددة عند ازاحة (1.21-1.57ppm)تعود الى مجموعة CH_2، وظهور حزم متعددة عند ازاحة(1.75ppm) تعود الى مجموعة CHOH، وظهور اشارة ثلاثية عند ازاحة (3.5ppm) عائدة الى مجموعة CH_2O، كذلك اظهر الطيف اشاره احادية عند ازاحة (4.8ppm) عائدة الى مجموعة OH،وظهور حزم متعددة عند ازاحة (6.3-7.8 ppm)عائدة الى بروتونات الحلقة الاروماتيه [84]. كما موضح في الجدول (3-2)

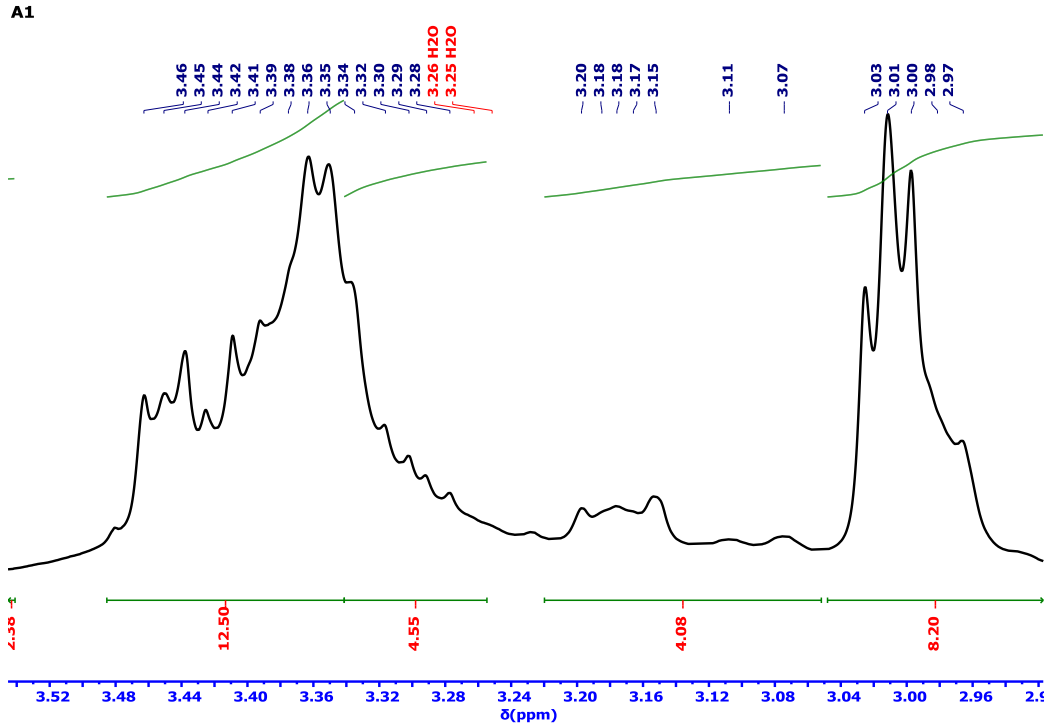
الجدول (3-2) اهم مواقع الامتصاص لطيف ^{1}H-NMR للمركبات المحضرة

Seq.	Compounds	Structure of the compound	1H-NMR(DMSO-d6); TMS=0
1	A_1		$_{20}$C-H,$_{35}$C-H(6H,t,0.88-0.94); $_{18}$C-H,$_{33}$C-H(4H,m,1.31); $_{19}$C-H,$_{34}$C-H(4H,m,1.79); $_{14}$C-H,$_{29}$C-H(2H,m,3.1); $_{15}$C-H,$_{30}$C-H(4H,d,3.34-3.46) $_{20}$O-H,$_{35}$O-H (2H,S,4.07)
2	A_2		$_{38}$C-H,$_{40}$C-H(6H, t,1.4); $_{18}$C-H,$_{33}$C-H(4H,m,1.71-1.84);$_{37}$C-H,$_{39}$C-H(4H,m,1.65); $_{14}$C-H,$_{29}$C-H(2H,m,3.5); $_{15}$C-H,$_{30}$C-H(4H,d,3.0-3.07); $_{21}$O-H,$_{36}$O-H (2H,S,4.5)
3	A_3		$_{42}$C-H,$_{44}$C-H(6H, t,1.24); $_{18}$C-H,$_{33}$C-H(4H,m,1.63-1.89);$_{41}$C-H,$_{43}$C-H(4H,m,1.55); $_{14}$C-H,$_{29}$C-H(2H,m,3.20-3.26); $_{15}$C-H,$_{30}$C-H(4H,d,2.9-3.1); $_{21}$O-H,$_{36}$O-H (2H,S,4.5)

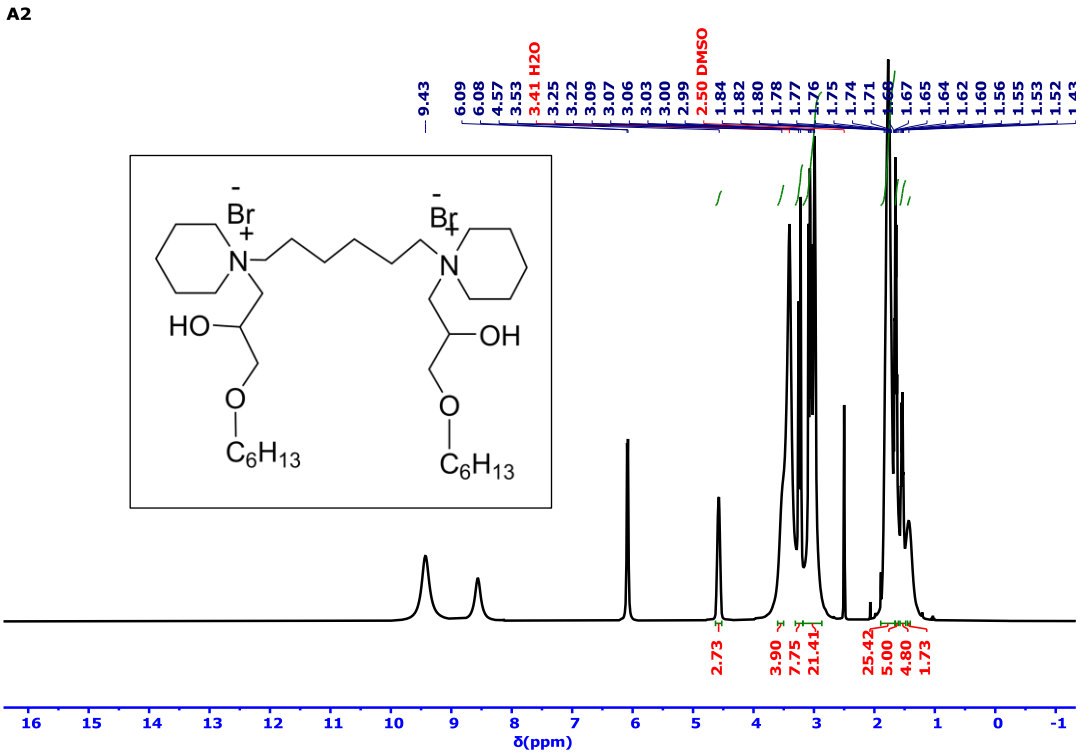
4	**B_1**		$_{15}$C-H,$_{24}$C-H(6H,t,0.88-0.94); $_{2}$C-H,$_{7}$C-H(4H, t,2.09); $_{12}$C-H,$_{21}$C-H(4H,t,1.79); Ar.C-H(24H,m,6.33-7.99); $_{20}$O-H,$_{35}$O-H (2H,S,4.36)
5	**B_3**		$_{52}$C-H,$_{54}$C-H(6H,t,0.84-0.92); $_{9}$C-H,$_{18}$C-H(2H,m,1.75); $_{12}$C-H,$_{21}$C-H(4H,t,3.5); Ar.C-H(24H,m,6.3-7.8); $_{20}$O-H,$_{35}$O-H (2H,S,4.8)


A1
3.46 3.45 3.44 3.42 3.41 3.39 3.38 3.36 3.35 3.34 3.32 3.30 3.29 3.28 3.26 H2O 3.20 3.18 3.18 3.17 3.15 3.03 3.01 3.00 2.98 2.97 2.50 DMSO 1.80 1.79 1.77 1.76 1.74 1.70 1.69 1.68 1.66 1.65 1.63 1.60 1.58 1.57 1.55 1.55 1.53 1.52 1.50 1.48 1.47 1.35 1.33 1.31 1.30 0.95 0.94 0.92 0.90 0.88 0.86
Br
N
HO
O
C4H9
OH
2.38 12.50 4.55 4.08 8.20 5.64 3.46 16.85 4.45 2.23
12.5 12.0 11.5 11.0 10.5 10.0 9.5 9.0 8.5 8.0 7.5 7.0 6.5 6.0 5.5 5.0 4.5 4.0 3.5 3.0 2.5 2.0 1.5 1.0 0.5 0.0 -0.5
δ(ppm)

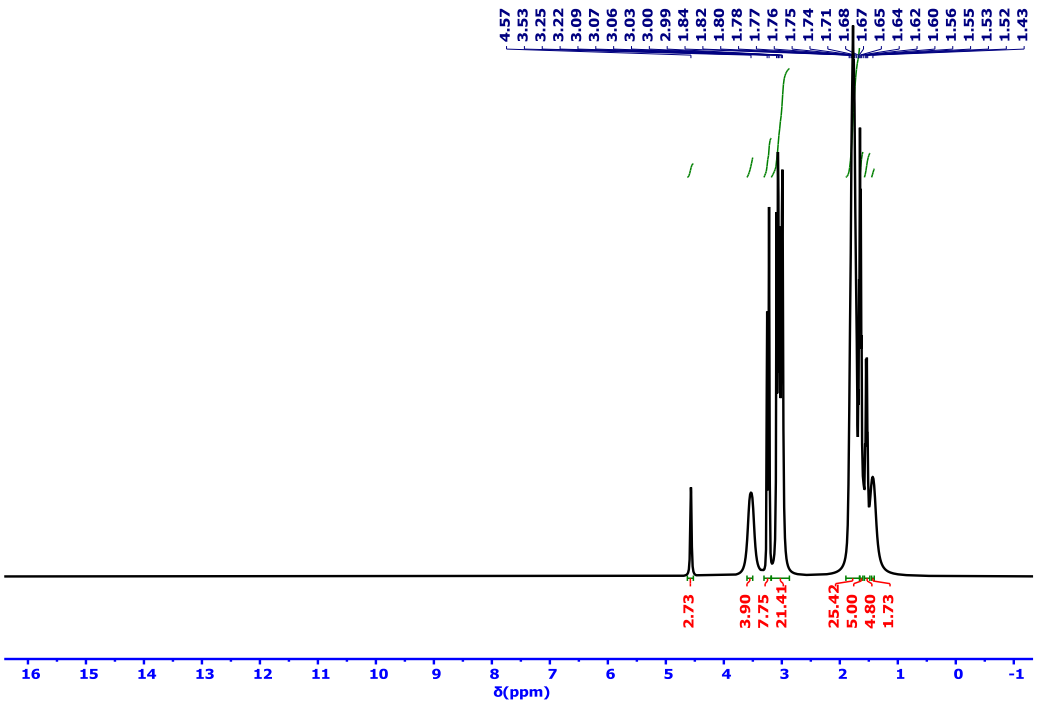

A1
1.80 1.79 1.77 1.76 1.74 1.70 1.69 1.68 1.66 1.65 1.63 1.60 1.58 1.57 1.55 1.55 1.53 1.52 1.50 1.48 1.47 1.45 1.43 1.35 1.33 1.31 1.30 1.28 0.95 0.94 0.92 0.90 0.88 0.86
5.64 3.46 16.85 4.45 2.23
1.85 1.80 1.75 1.70 1.65 1.60 1.55 1.50 1.45 1.40 1.35 1.30 1.25 1.20 1.15 1.10 1.05 1.00 0.95 0.90 0.85 0.80
δ(ppm)



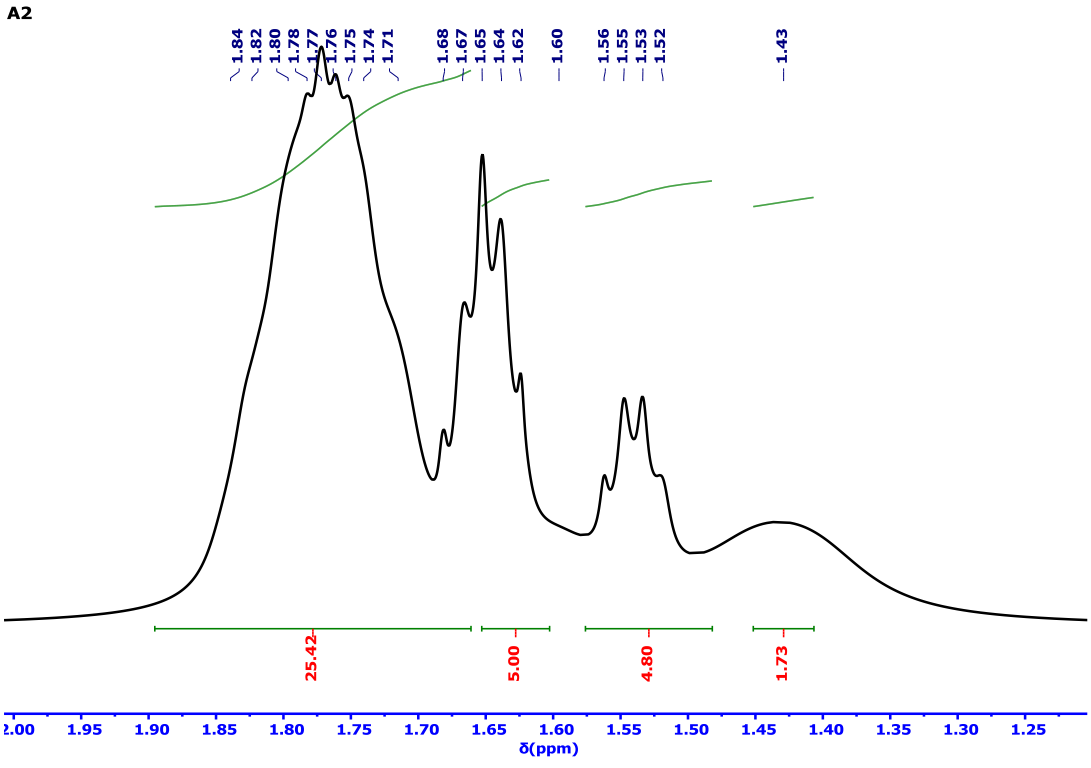
الشكل (3-7): طيف ^{1}H-NMR للمركب A_1

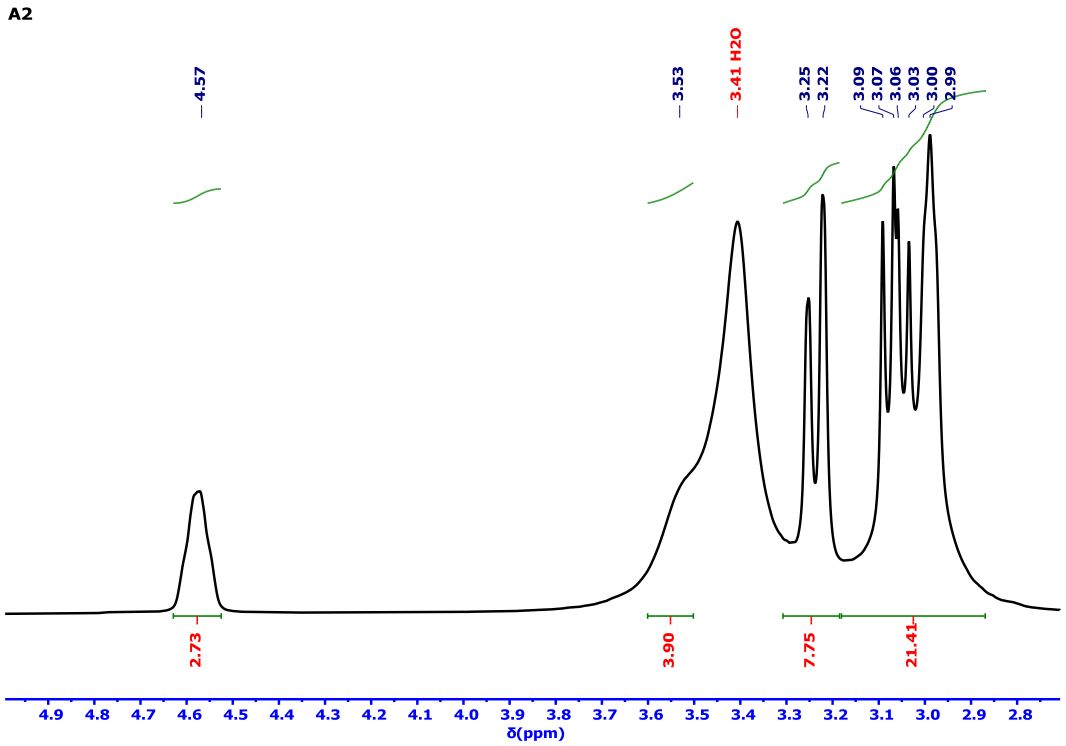


A2 without solvent

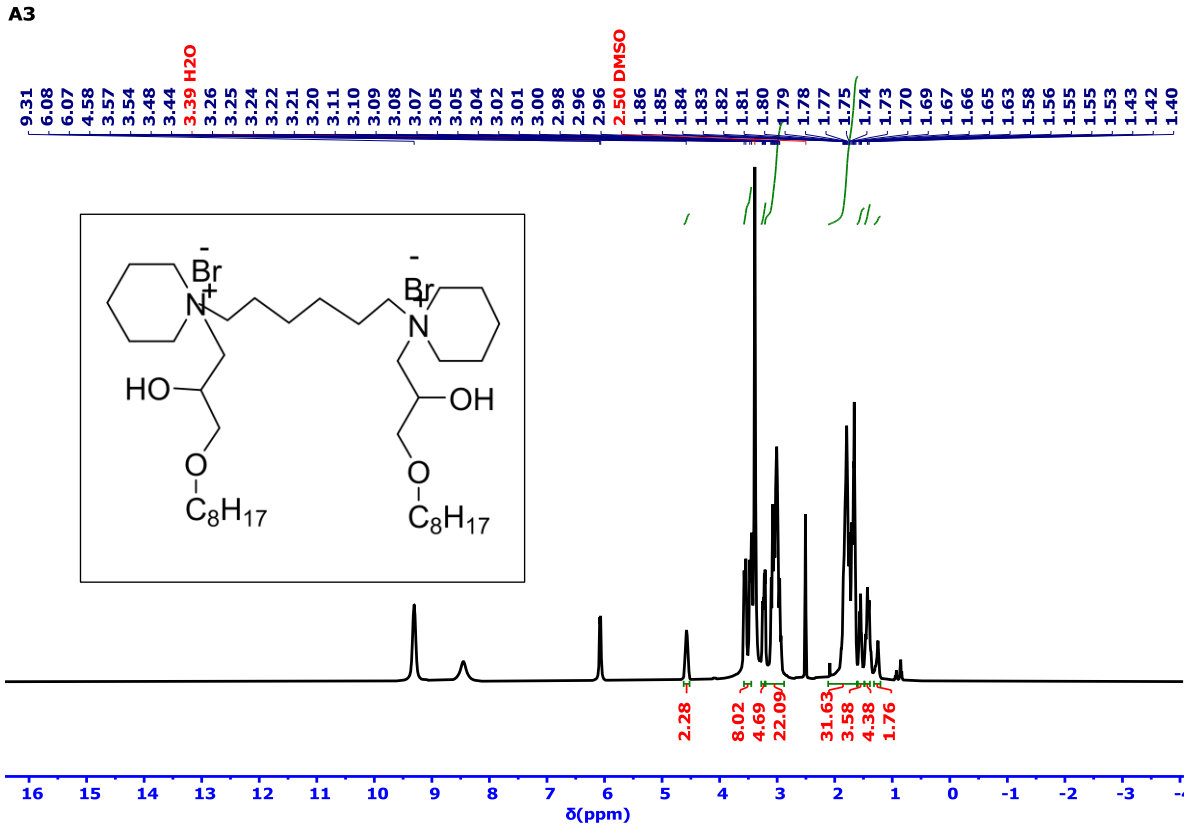


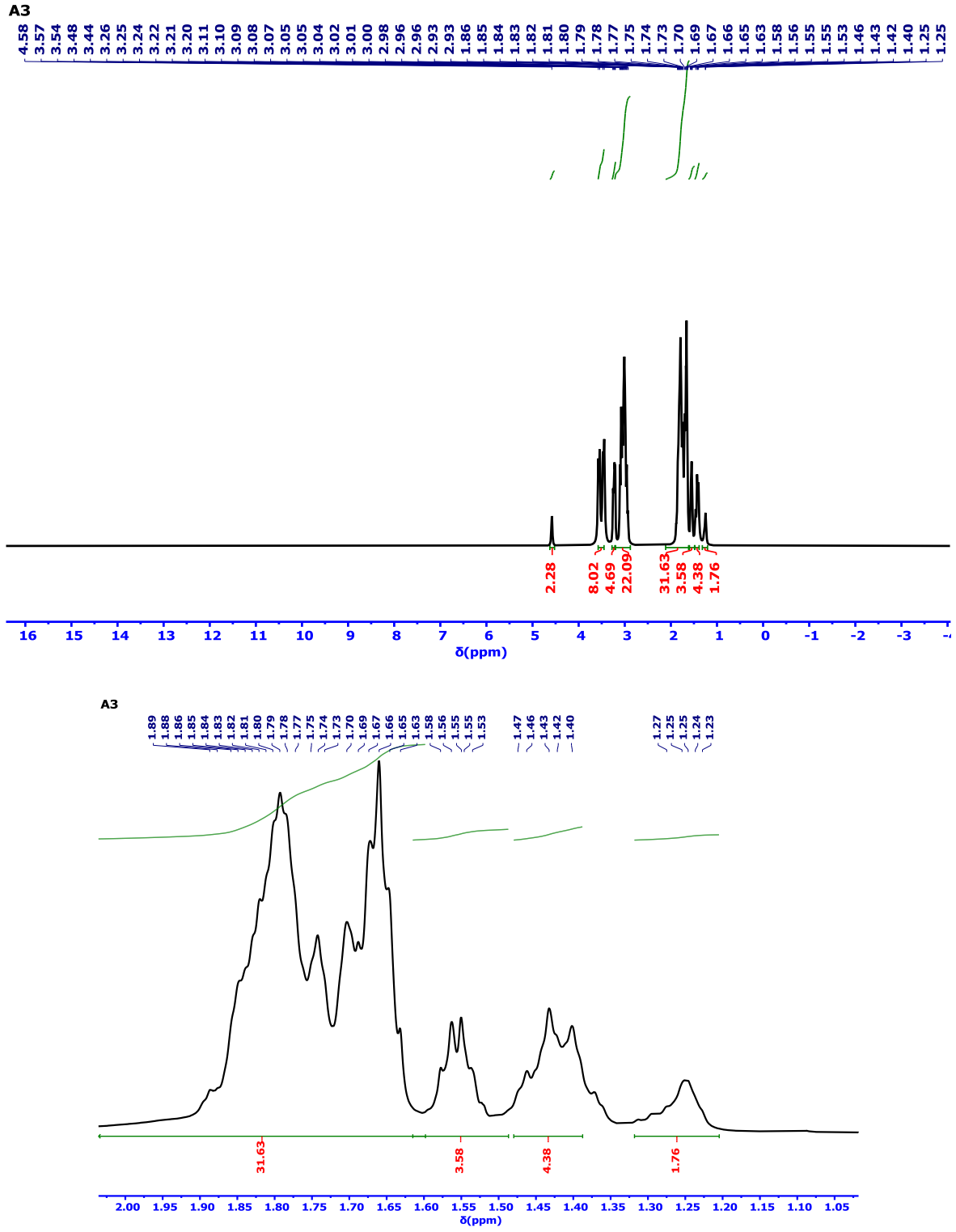
A2



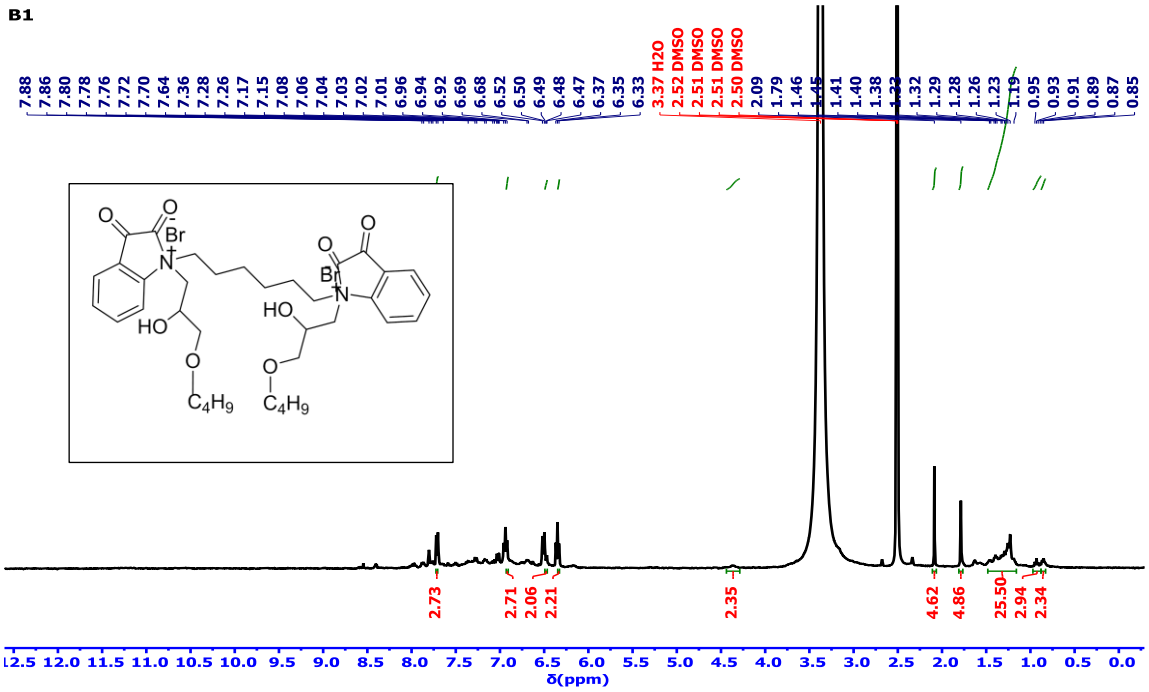


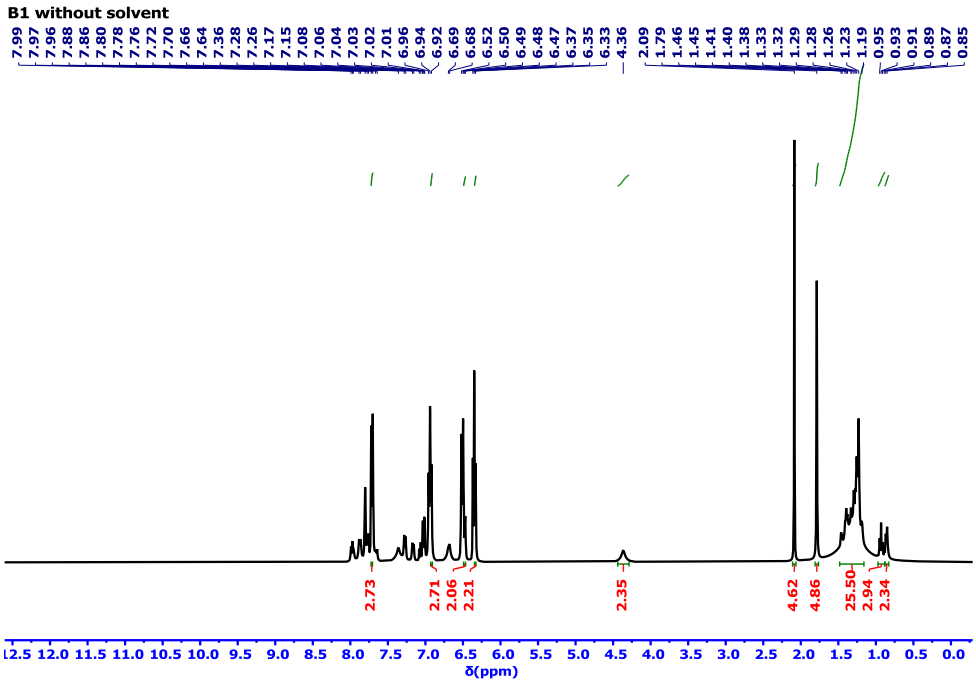
الشكل (3-8): طيف ^{1}H-NMR للمركب A_2

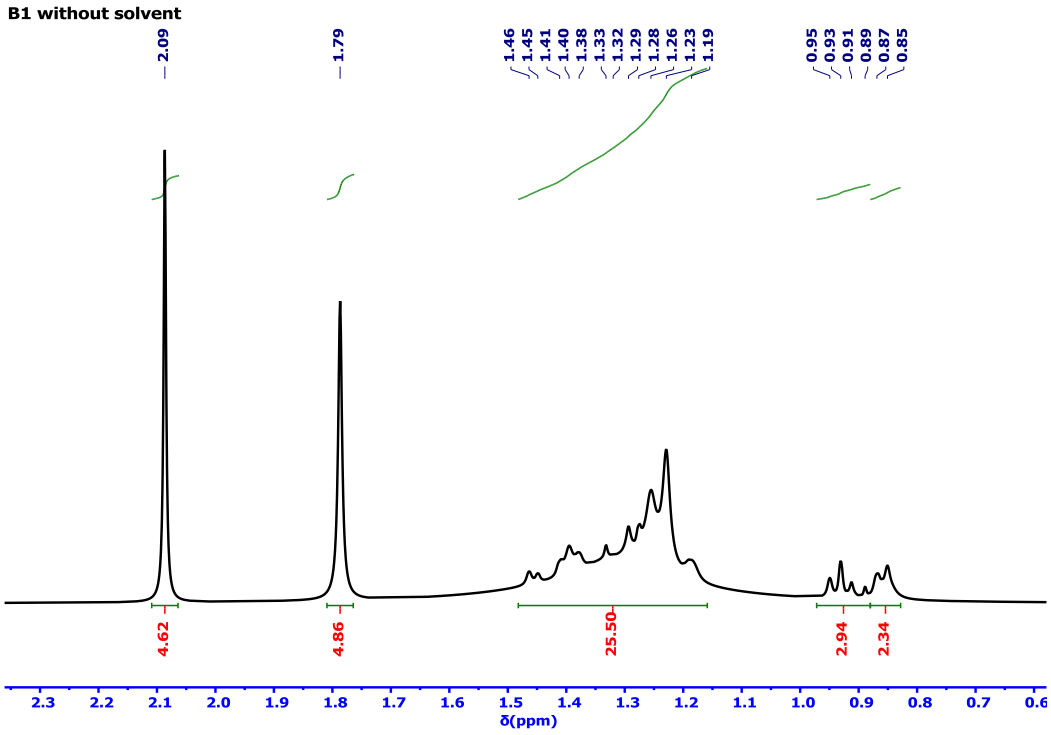




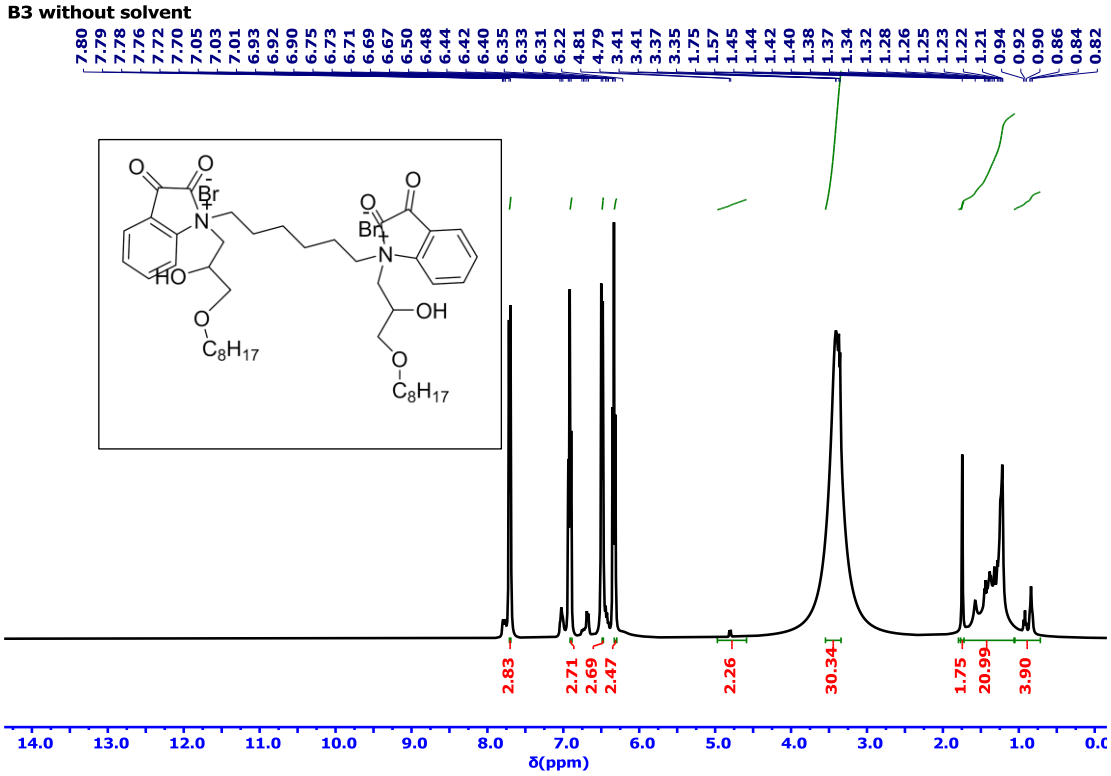
الشكل (3-9): طيف ^{1}H-NMR للمركب A3

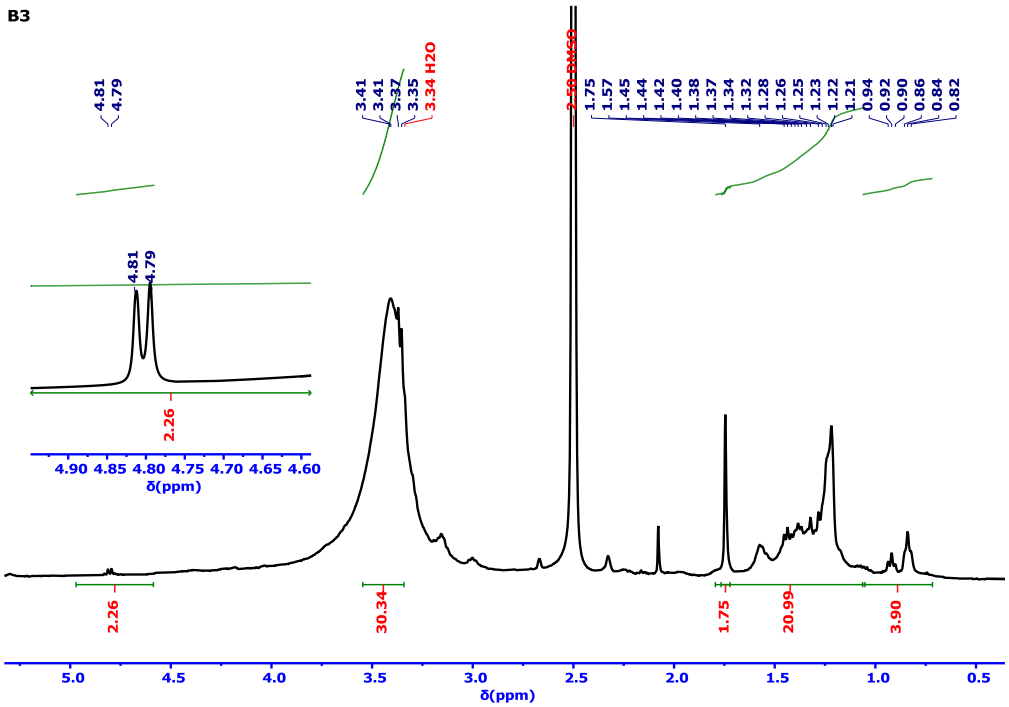

B1
3.37 H20
2.52 DMSO
2.51 DMSO
2.51 DMSO
2.50 DMSO
2.73
2.71
2.06
2.21
2.35
4.62
4.86
25.50
2.94
2.34
δ(ppm)

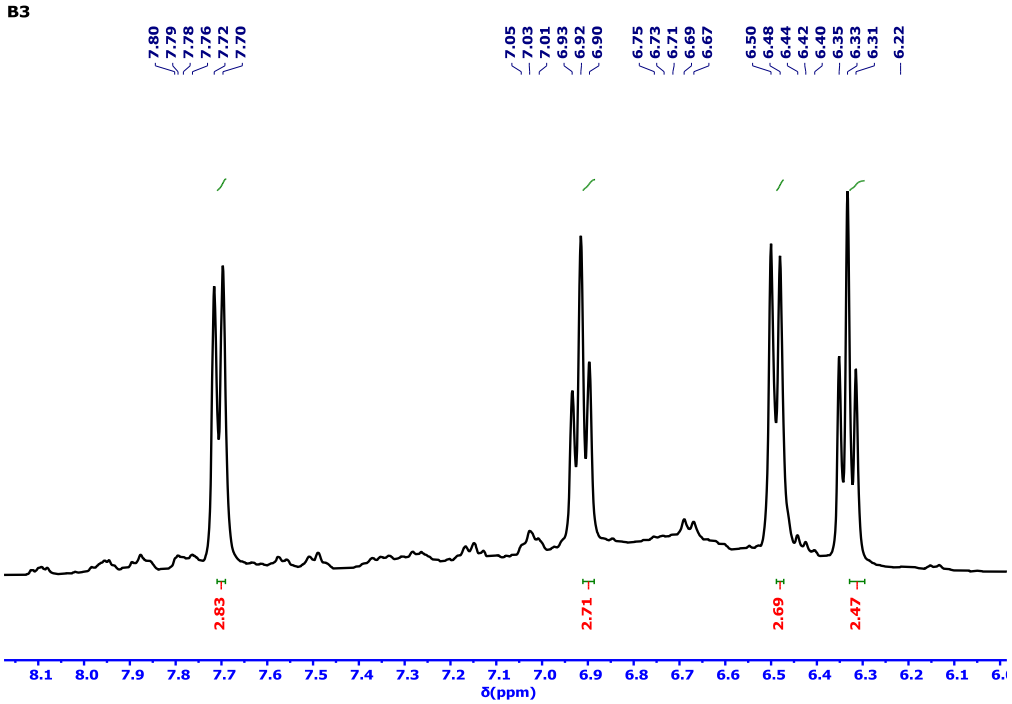

B1 without solvent
2.73
2.71
2.06
2.21
2.35
4.62
4.86
25.50
2.94
2.34
δ(ppm)



الشكل (3-10): طيف ^{1}H-NMR للمركب B_1


B3 without solvent
δ(ppm)


B3
δ(ppm)

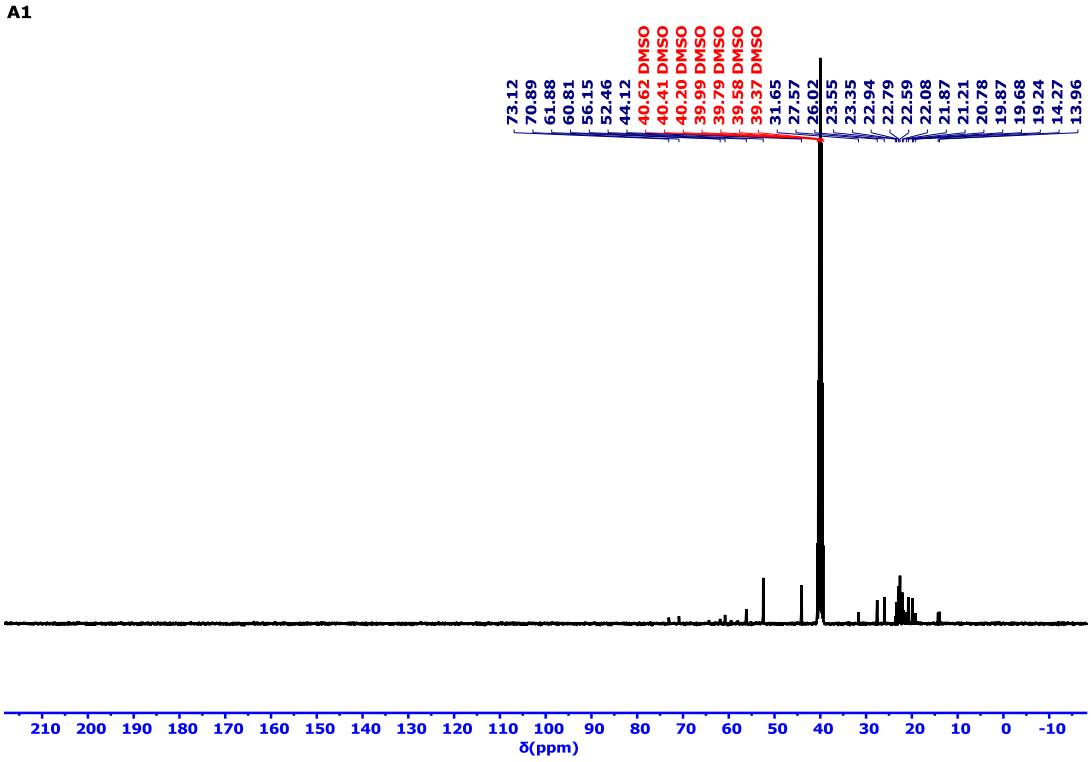


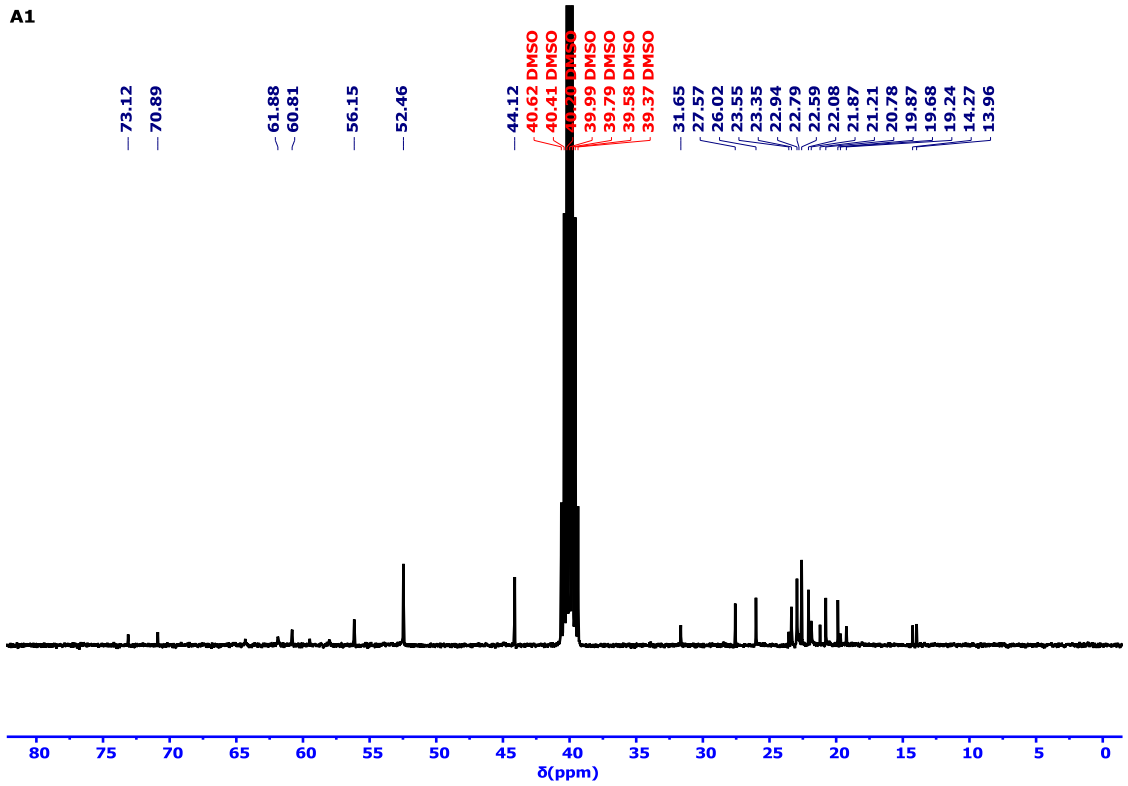
الشكل (3-11) :طيف ^{1}H-NMR للمركب B_3

3.3.اطياف الرنين النووي المغناطيسي للكاربون ^{13}C-NMR

1.3.3. طيف الرنين النووي المغناطيسي للكاربون للمركب A_1

تميز طيف ^{13}C-NMR للمركب A_1 بظهور اشارات عند (39.37-40.62ppm) تعود الى المذيب DMSO-d6، ظهور اشارتين عند ازاحة (13.9,14.2ppm) عائدة لمجموعتي المثيل ، وظهور اشارة احادية عند ازاحة (19.24ppm) تعود الى مجموعة CH_2CH_3 ، كذلك ظهور اشارة عند ازاحة (31.65ppm) تعود لمجموعة CH_2CH_2O ، وظهور اشارة عند ازاحة كيميائية (70.89ppm) تعود لمجموعة CH_2O ، كما اظهر الطيف اشارة عند ازاحة (73.12ppm)، وظهور اشارات عند ازاحة (23.5-27.5ppm) تعود لمجموعة CH_2 ، كذلك ظهور اشارة عند ازاحة (61.88 ppm) تعود لمجموعة CH_2N[86,85].


A1
73.12
70.89
61.88
60.81
56.15
52.46
44.12
40.62 DMSO
40.41 DMSO
40.20 DMSO
39.99 DMSO
39.79 DMSO
39.58 DMSO
39.37 DMSO
31.65
27.57
26.02
23.55
23.35
22.94
22.79
22.59
22.08
21.87
21.21
20.78
19.87
19.68
19.24
14.27
13.96
210 200 190 180 170 160 150 140 130 120 110 100 90 80 70 60 50 40 30 20 10 0 -10
δ(ppm)

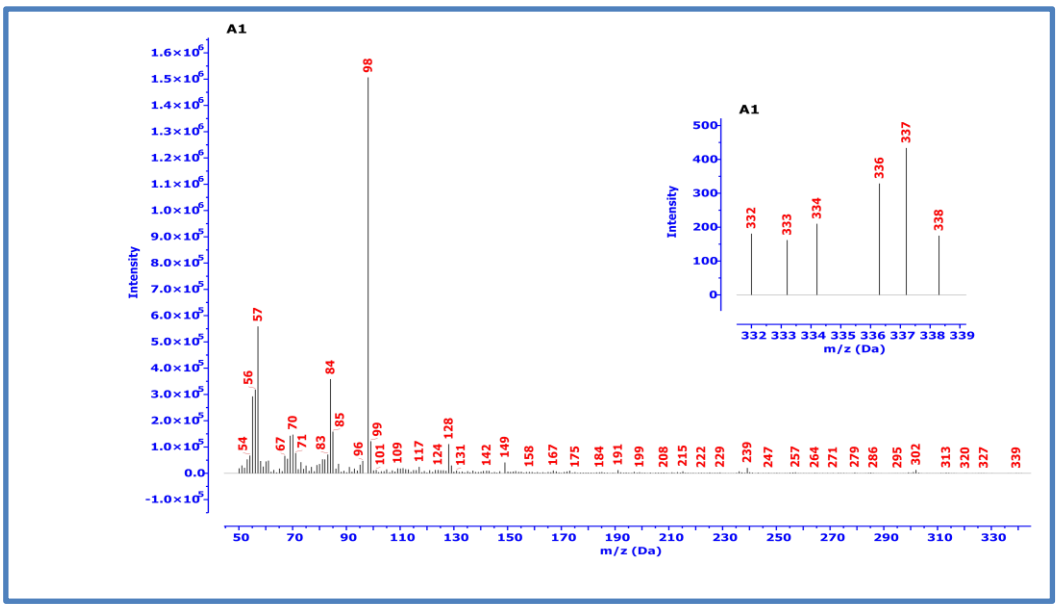


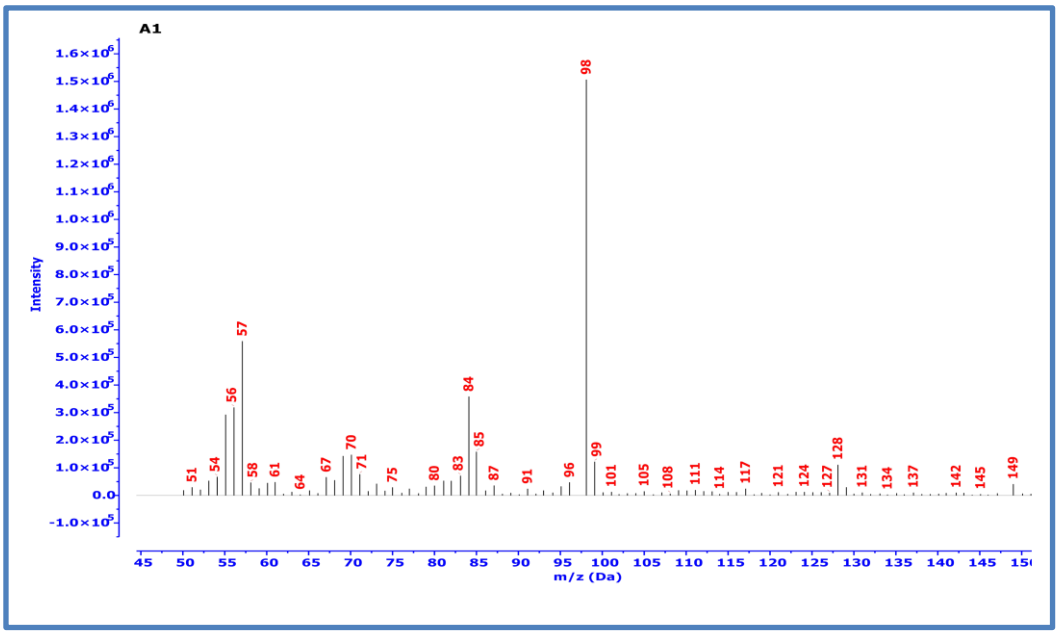
الشكل (3-12) : طيف ^{13}C-NMR للمركب A_1

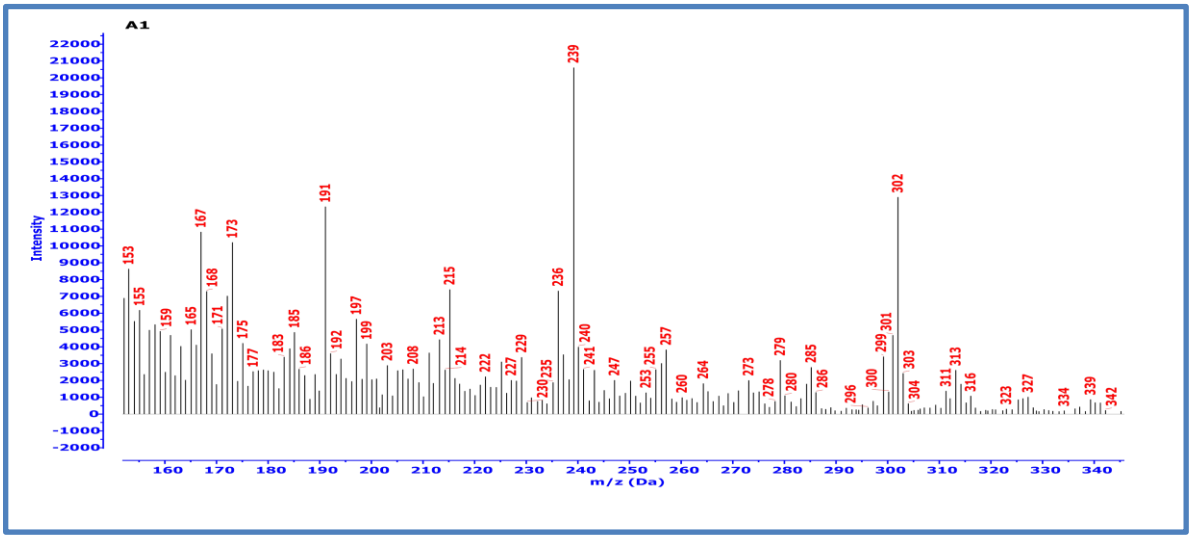
4.3. طيف الكتلة Mass spectra

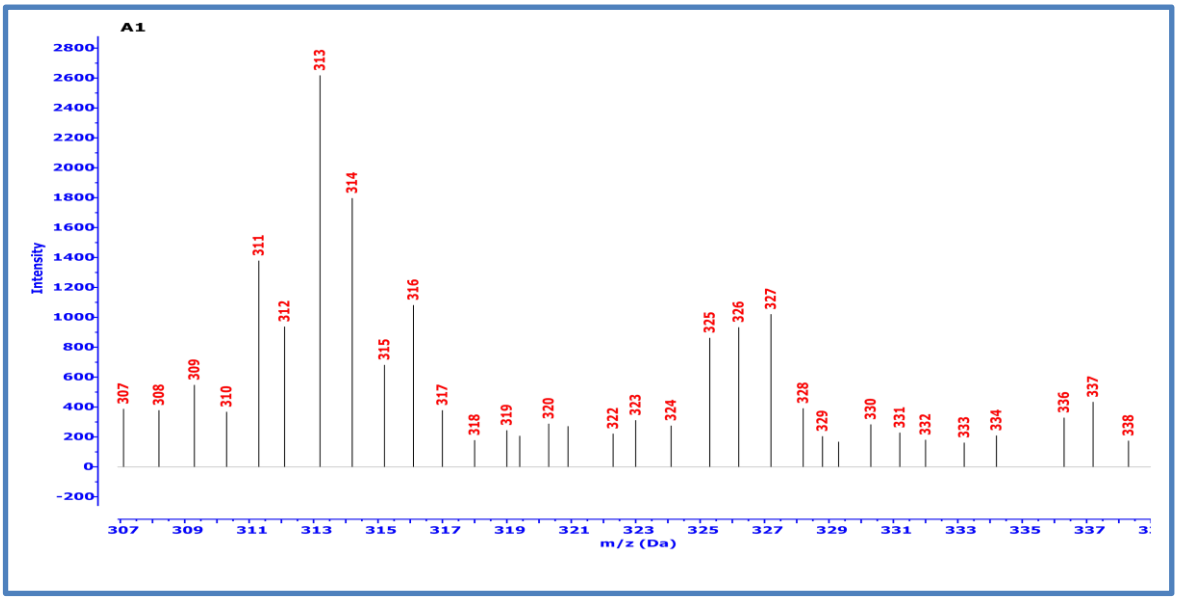
1.4.3.طيف الكتلة للمركبA_1 Mass spectra of compoundA_1

تميز طيف الكتلة للمركب A_1 بظهور ذروة الايون الجزيئي 336m/z[87]، وحزمة النظير337m/z بسبب وجود ذرة البروم ،وهذه القيمة تشير الى الوزن الجزيئي للمركب المحضر ،مما يعزز من استنتاجاتنا للصيغ المقترحة واظهر الطيف ذروة الاساس عند98m/zكما اظهر طيف الكتلة للمركب مجموعة من الذروات كما في المخطط (3-1) .


A1
Intensity
m/z (Da)
98
57
56
84
85
70
71
67
54
99
101
109
117
124
128
131
142
149
158
167
175
184
191
199
208
215
222
229
239
247
257
264
271
279
286
295
302
313
320
327
339
A1
Intensity
m/z (Da)
332
333
334
336
337
338

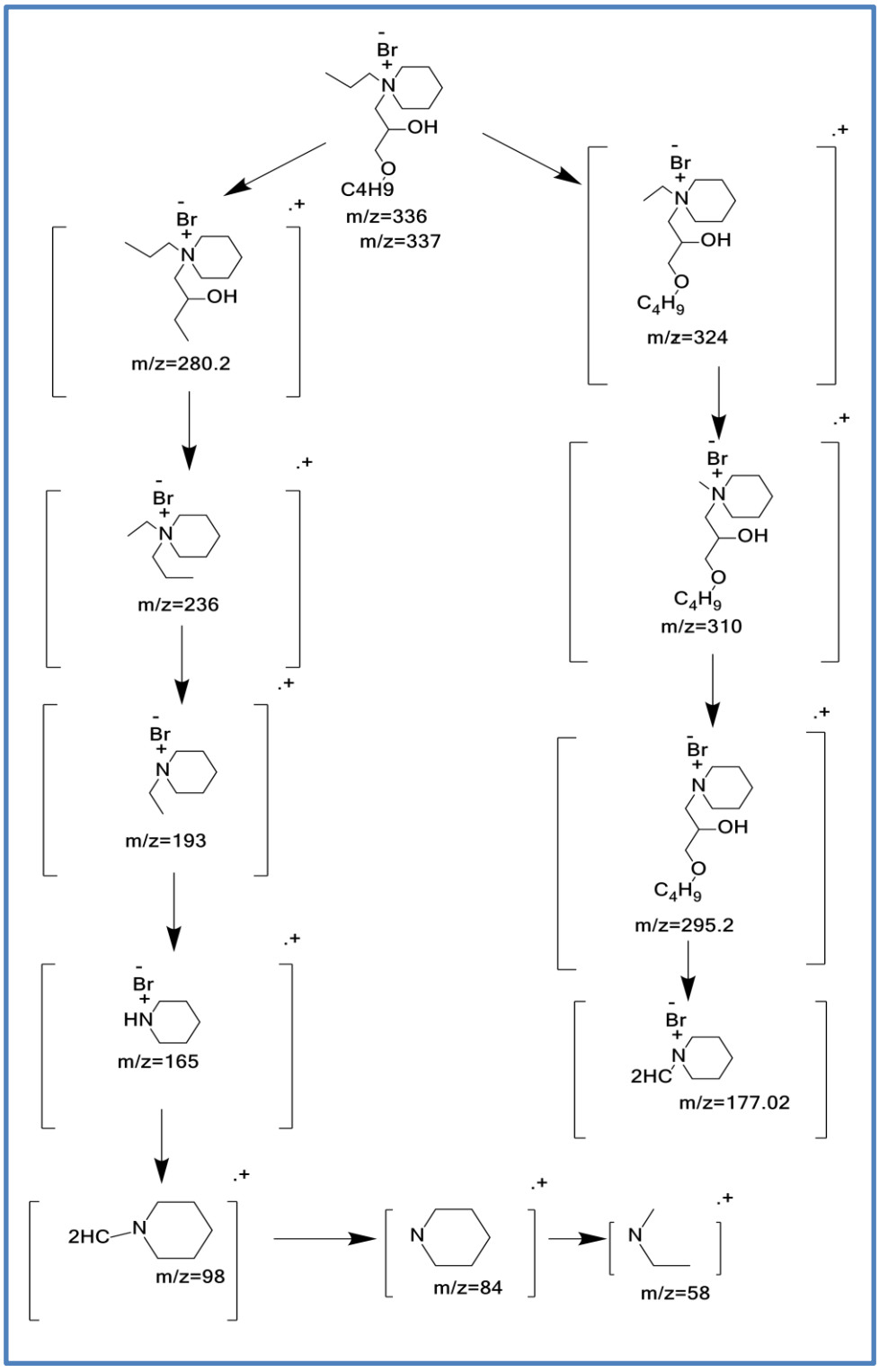

A1
Intensity
m/z (Da)
98
57
56
84
85
70
71
54
58
61
64
67
51
75
80
83
87
91
96
99
101
105
108
111
114
117
121
124
127
128
131
134
137
142
145
149





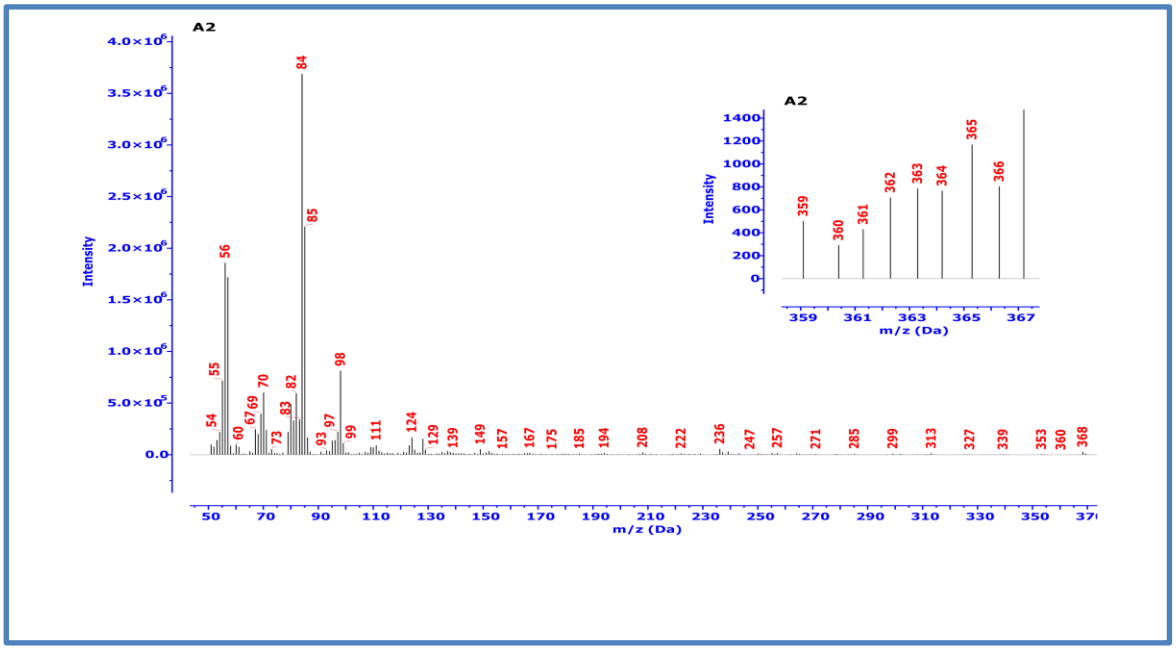
الشكل (3-13): طيف الكتلة للمركب A_1

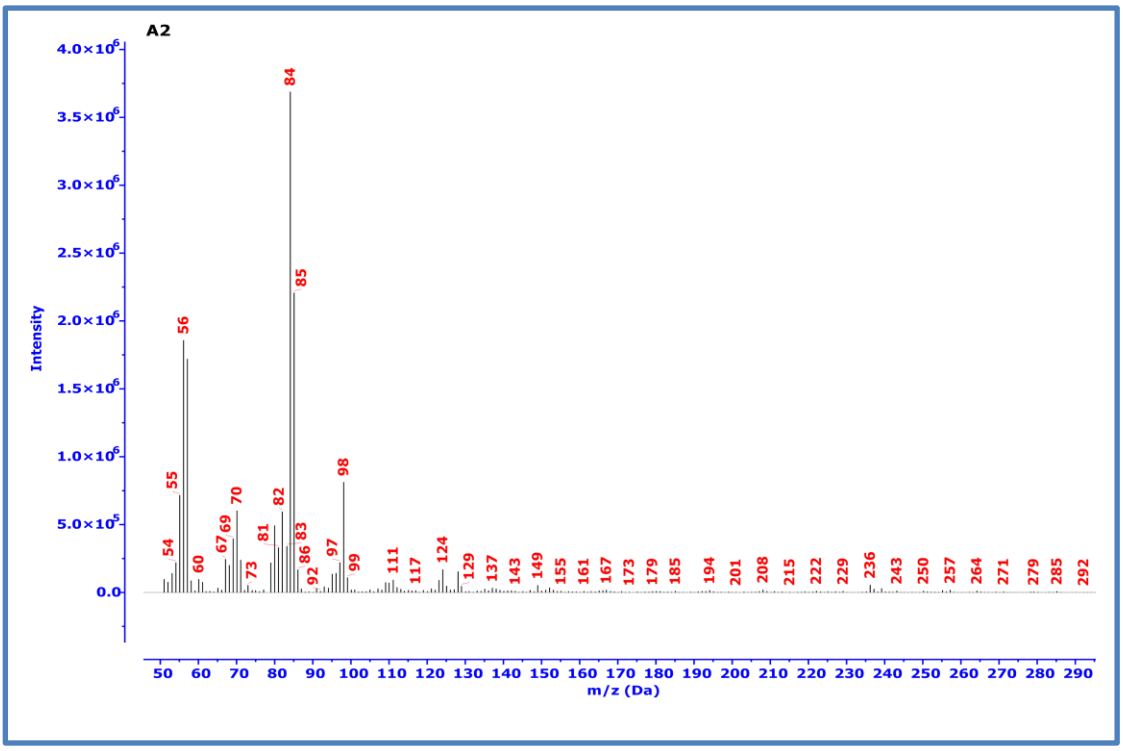
مخطط (3-1) الميكانيكية المقترحة لتكسيرات طيف الكتلة للمركب A_1

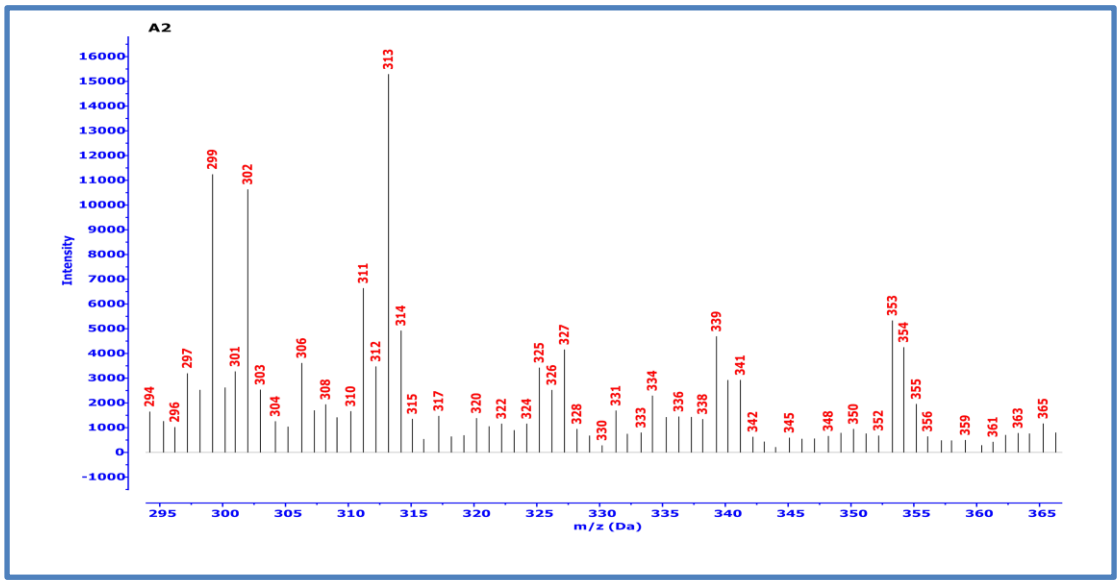


2.4.3. طيف الكتلة للمركبA2 Mass spectra of compound A2

تميز طيف الكتلة للمركب A_2 بظهور ذروة الايون الجزيئي 364m/z[87]، وحزمة النظير365m/z بسبب وجود ذرة البروم ،وهذه القيمة تشير الى الوزن الجزيئي للمركب المحضر ،مما يعزز من استنتاجاتنا للصيغ المقترحة واظهر الطيف ذروة الاساس عند84m/z كما نلاحظ ظهور مجموعة من الذروات لطيف الكتلة كما في المخطط (3-2) .

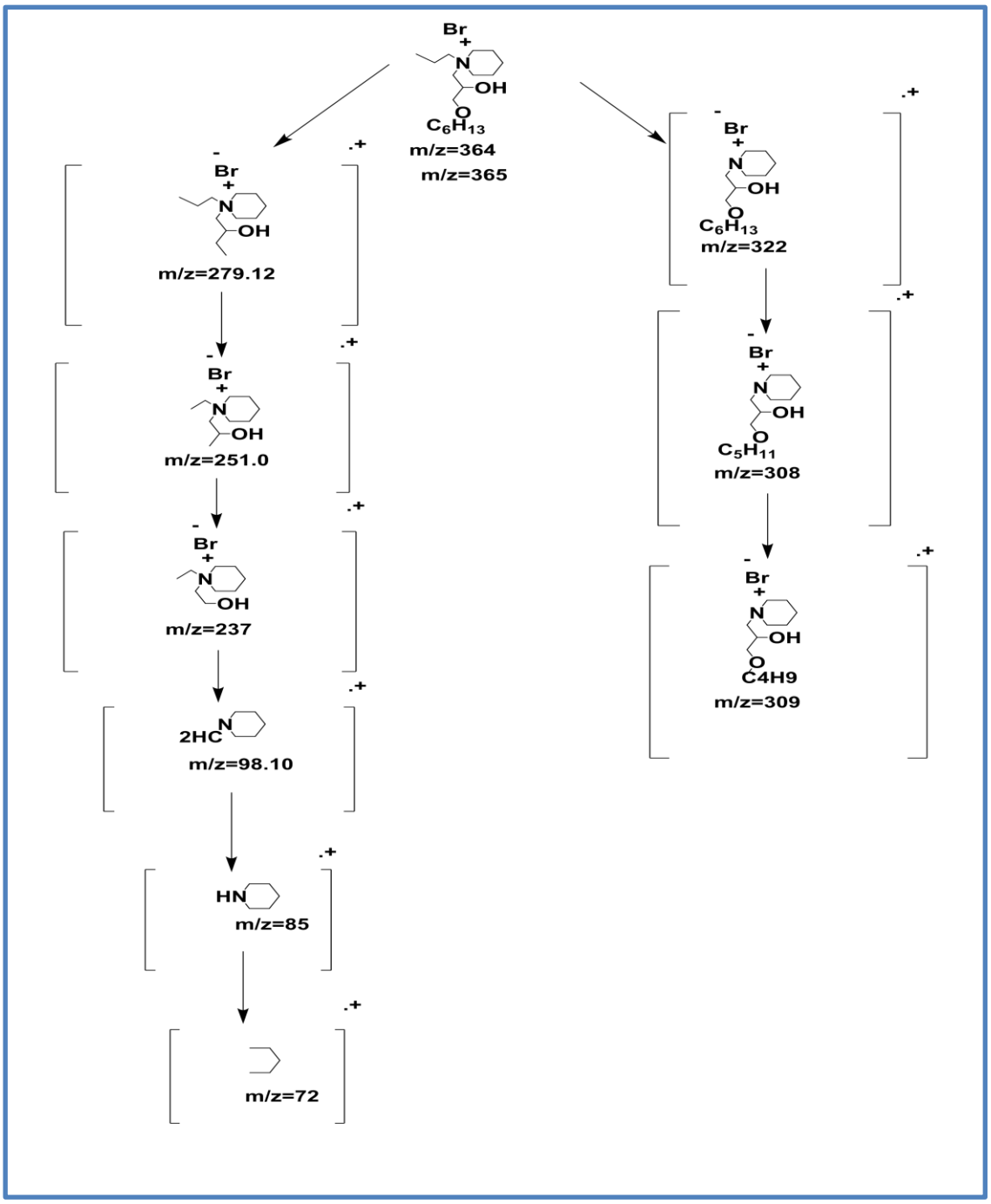






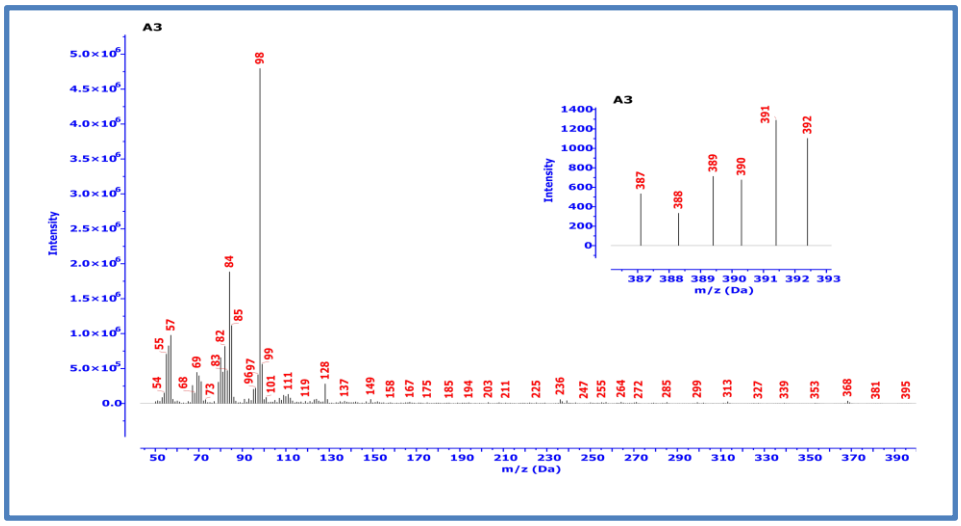
الشكل (3-14): طيف الكتلة للمركب A_2

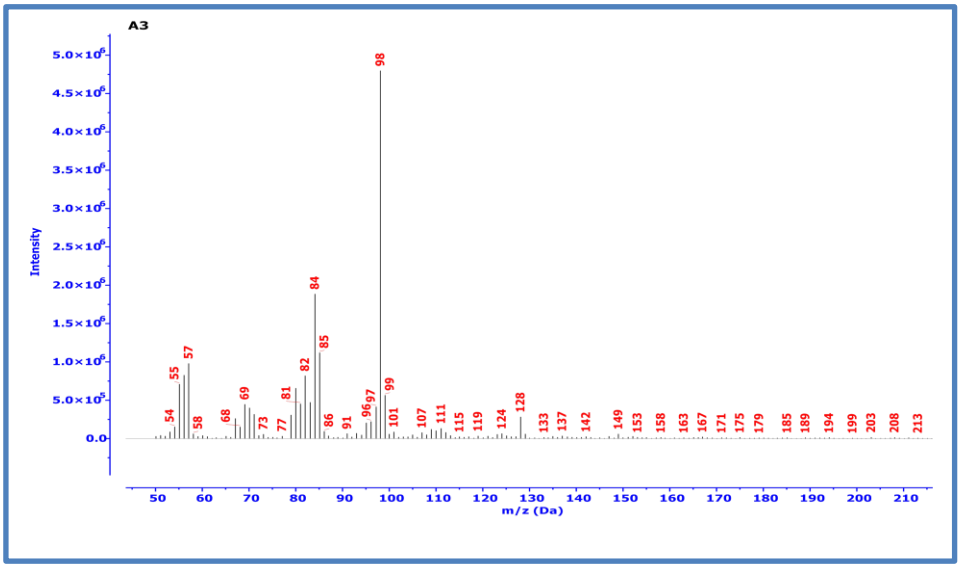
مخطط (2-3) الميكانيكية المقترحة لتكسيرات طيف الكتلة للمركب A_2

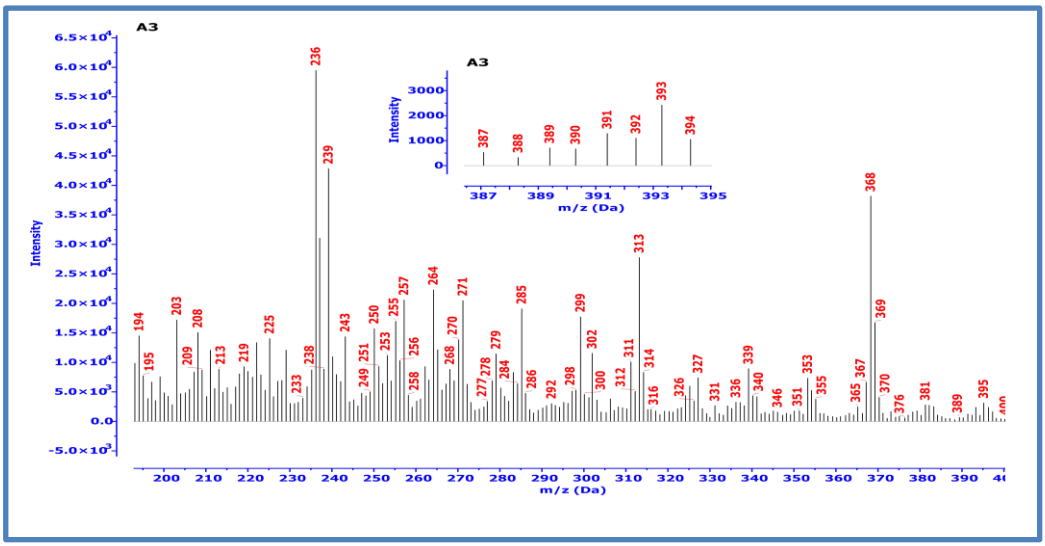


3.4.3.طيف الكتلة للمركب A_3 Mass spectra A_3 of compound

تميز طيف الكتلة للمركب A_3 بظهور ذروة الايون الجزيئي 392m/z[87]، وحزمة النظير393m/z بسبب وجود ذرة البروم ،وهذه القيمة تشير الى الوزن الجزيئي للمركب المحضر ،مما يعزز من استنتاجاتنا للصيغ المقترحة واظهر الطيف ذروة الاساس عند98m/zكما اظهر طيف الكتلة للمركب مجموعة من الذروات كما في المخطط (3-3) .

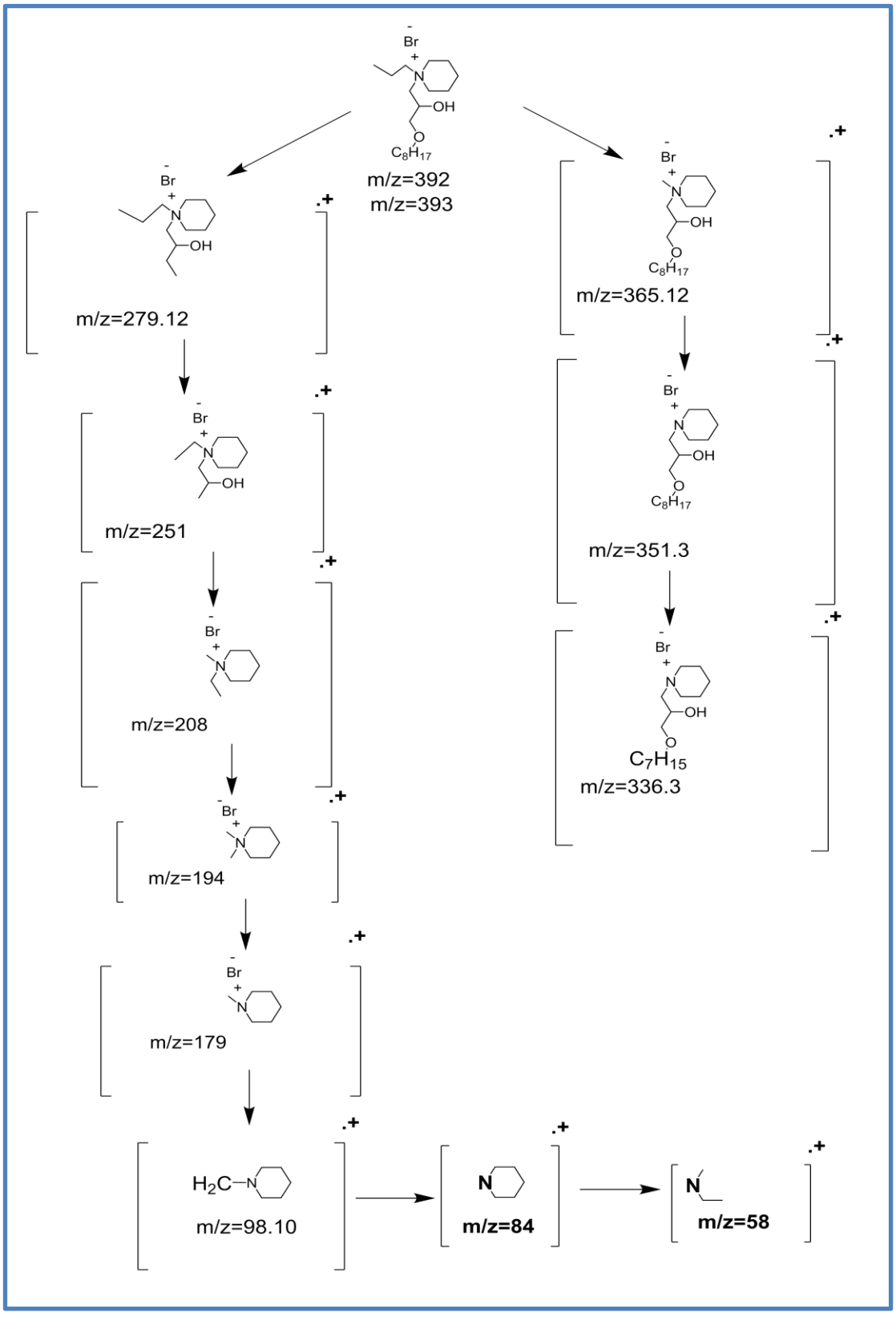






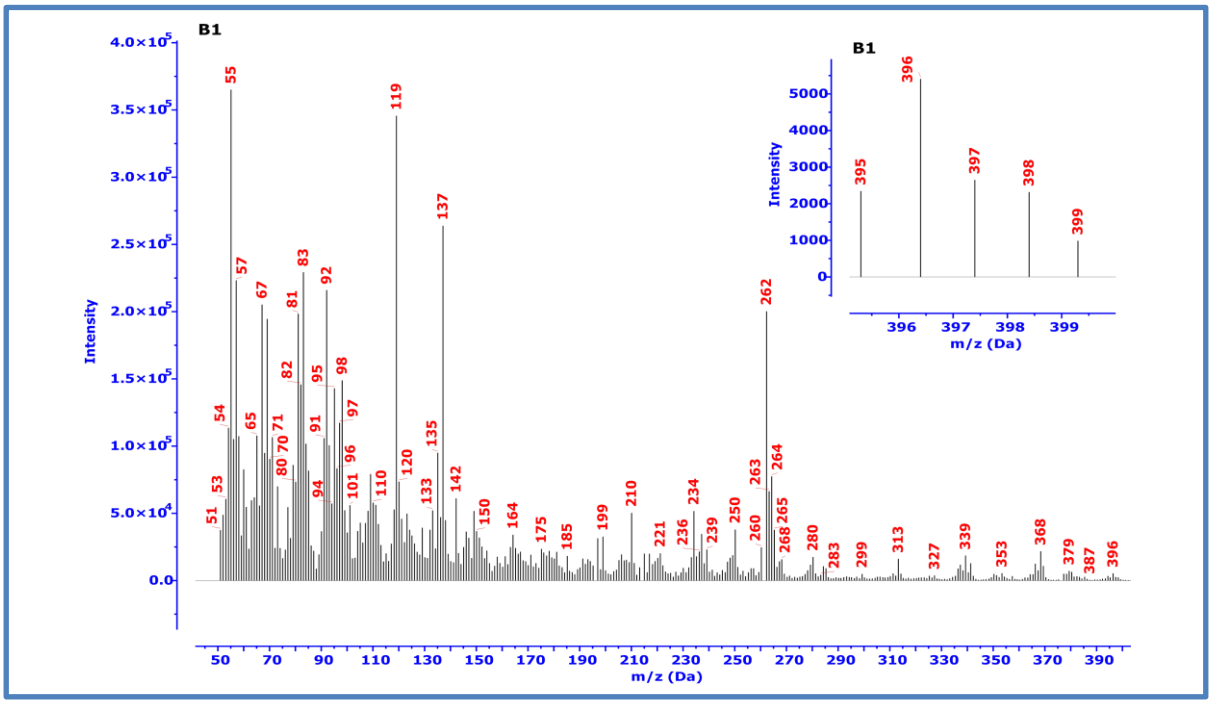
الشكل (3-15): طيف الكتلة للمركب A_3

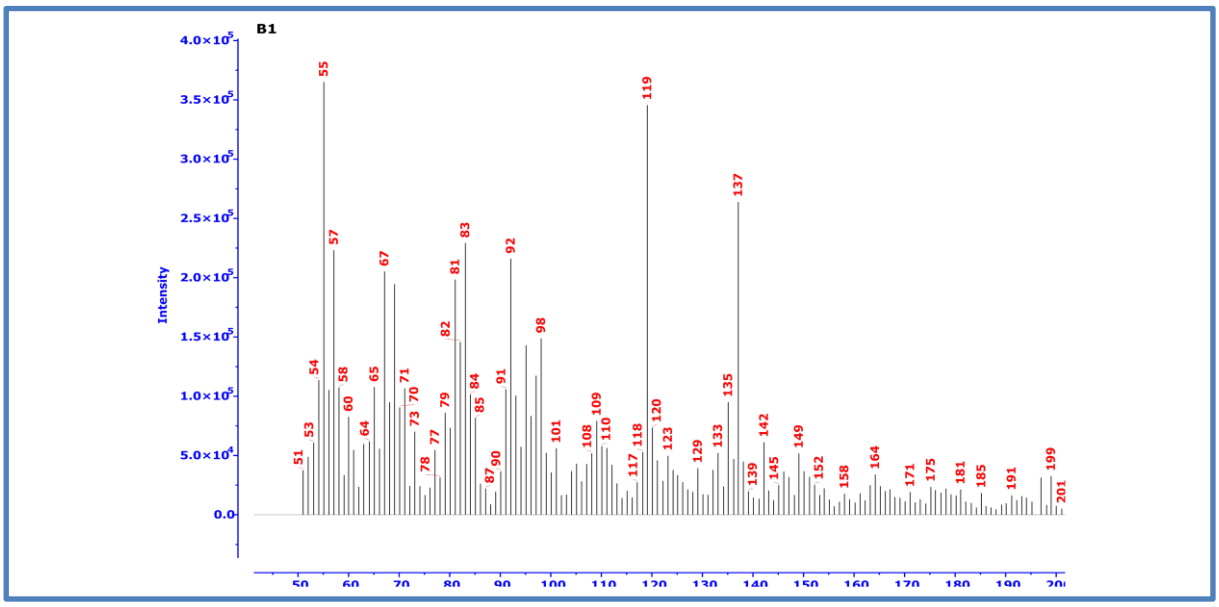
مخطط (3-3) الميكانيكية المقترحة لتكسيرات طيف الكتلة للمركب A_3

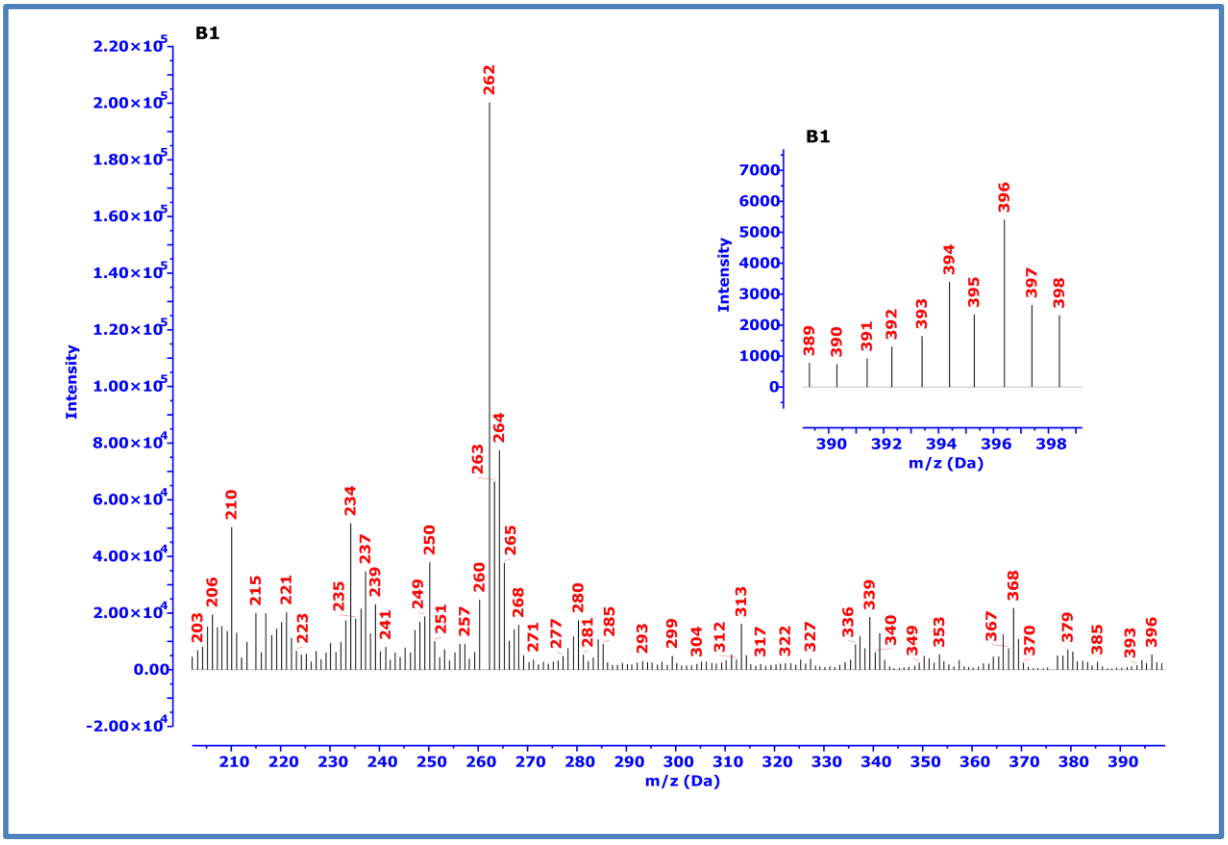


4.4.3. طيف الكتلة للمركب B_1 Mass spectra of compound B_1

تميز طيف الكتلة للمركب B1 بظهور ذروة الايون الجزيئي 398m/z[87]، وحزمة النظير399m/z بسبب وجود ذرة البروم ،وهذه القيمة تشير الى الوزن الجزيئي للمركب المحضر ،مما يعزز من استنتاجاتنا للصيغ المقترحة واظهر الطيف ذروة الاساس عند55m/z بالإضافة الى ظهور مجموعة من الذروات لطيف الكتلة كما في المخطط (3-4) .

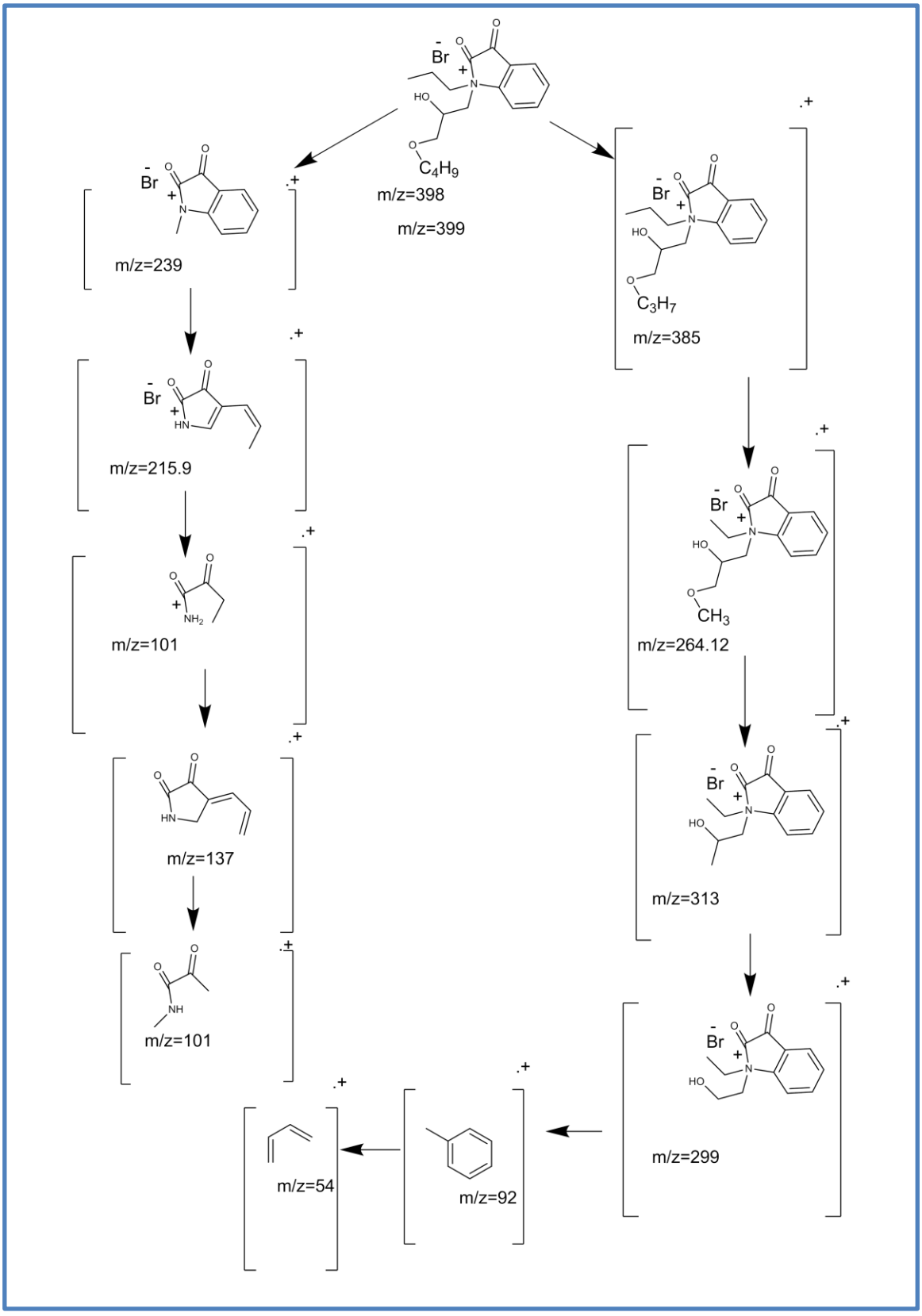






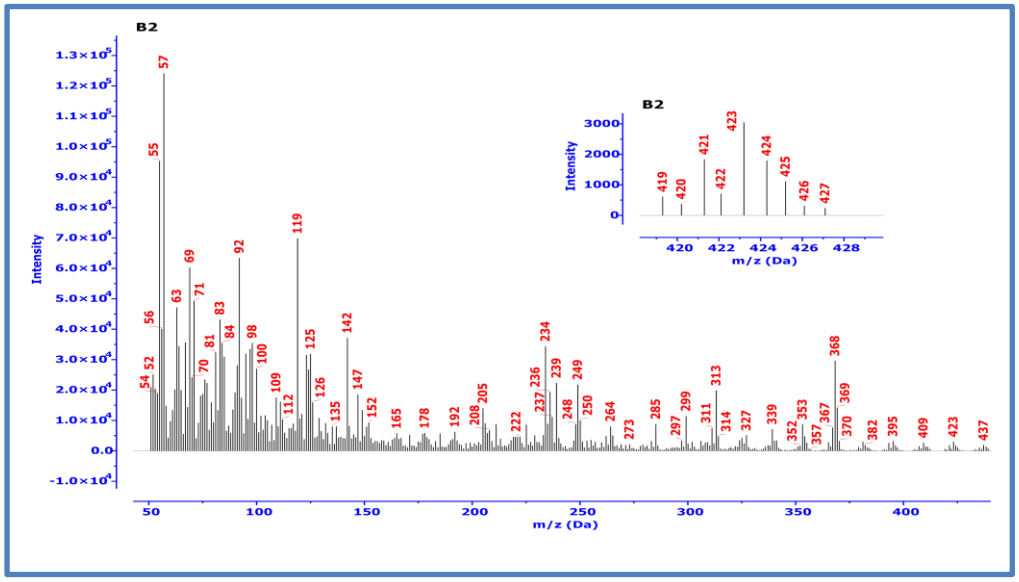
الشكل (3-16): طيف الكتلة للمركب B_1

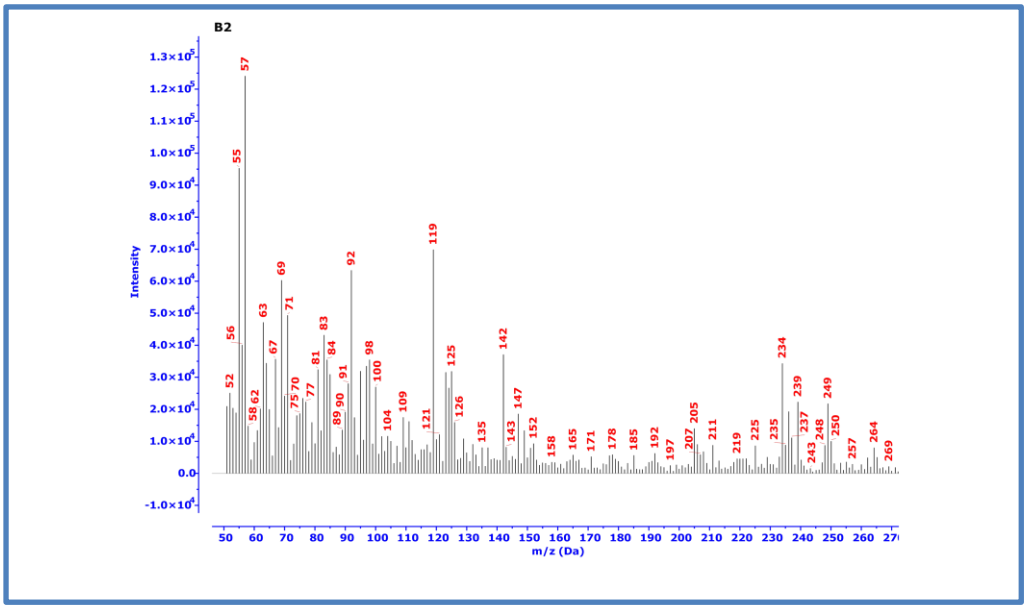
مخطط (3-4) الميكانيكية المقترحة لتكسيرات طيف الكتلة للمركب B_1

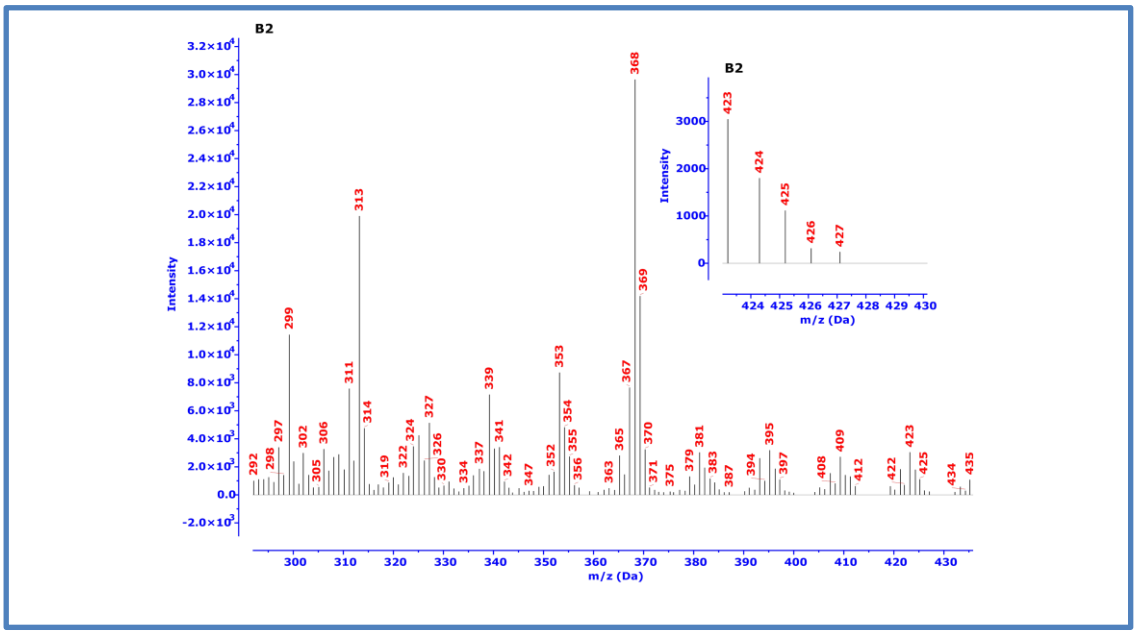


4.3. 5. طيف الكتلة للمركب B_2 Mass spectra of compound B_2

تميز طيف الكتلة للمركب B2 بظهور ذروة الايون الجزيئي 426m/z[87]، وحزمة النظير427m/z بسبب وجود ذرة البروم ،وهذه القيمة تشير الى الوزن الجزيئي للمركب المحضر ،مما يعزز من استنتاجاتنا للصيغ المقترحة واظهر الطيف حزمة الاساس عند57m/z بالإضافة الى ظهور مجموعة من الذروات لطيف الكتلة كما في المخطط (3-5) .

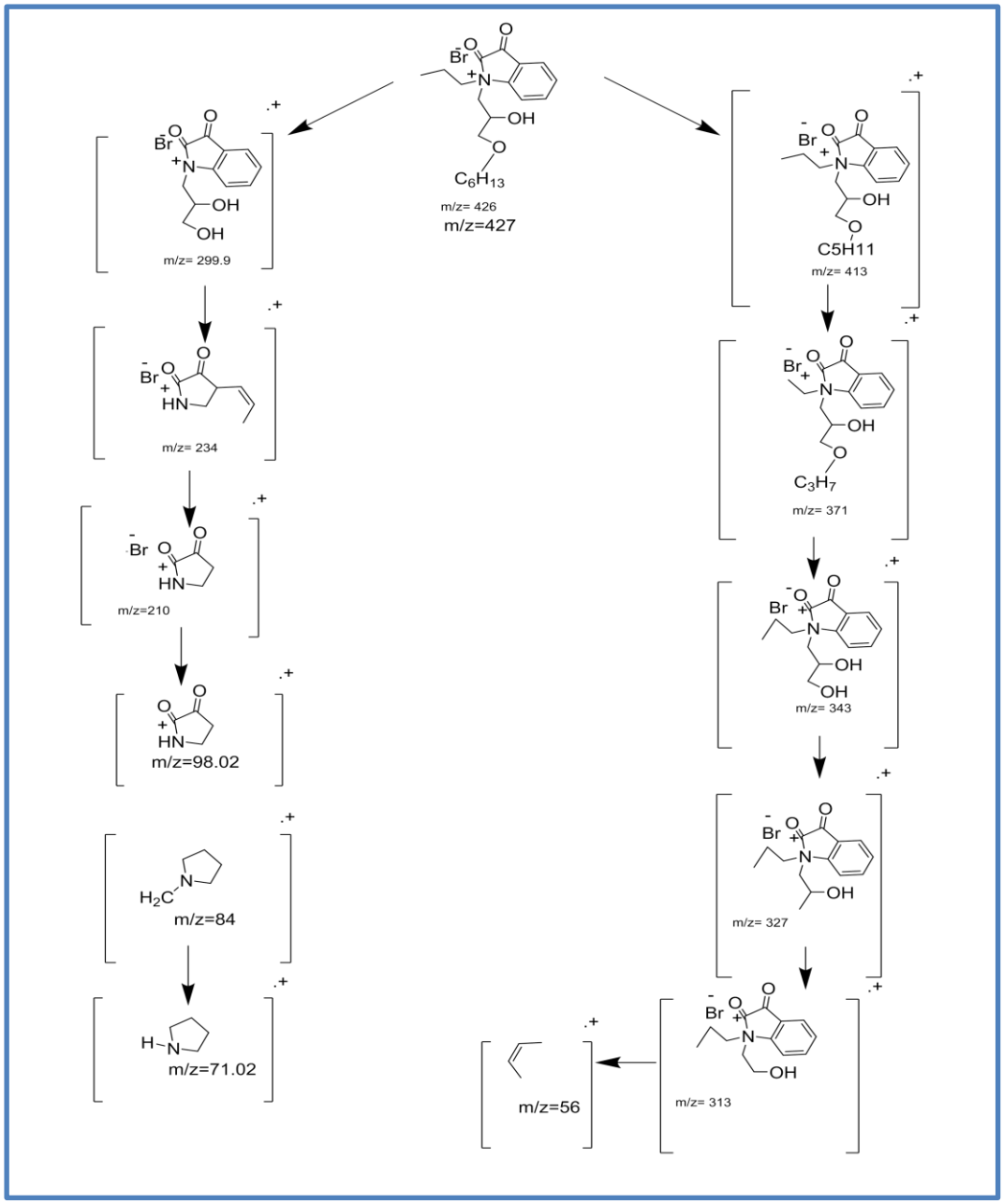






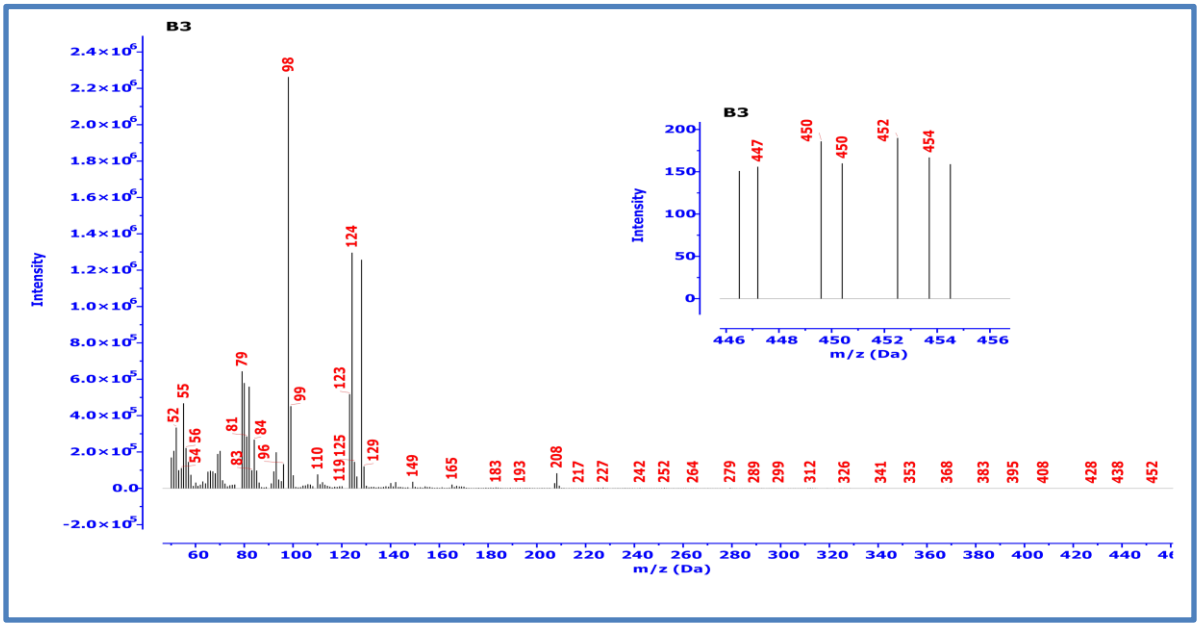
الشكل (3-17): طيف الكتلة للمركب B_2

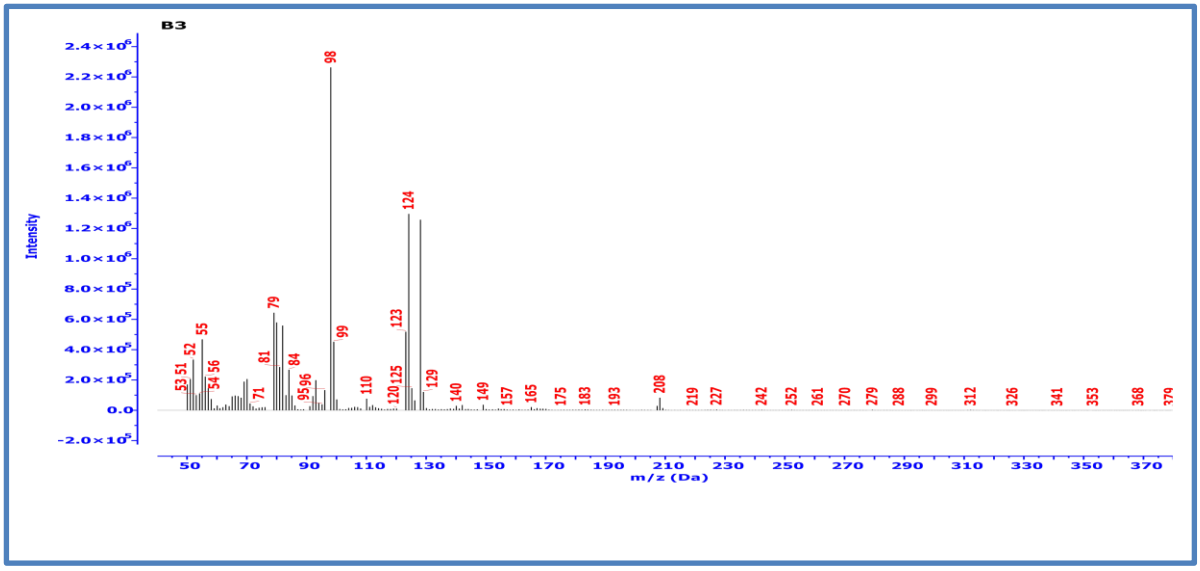
مخطط (3-5) الميكانيكية المقترحة لتكسيرات طيف الكتلة للمركب B_2

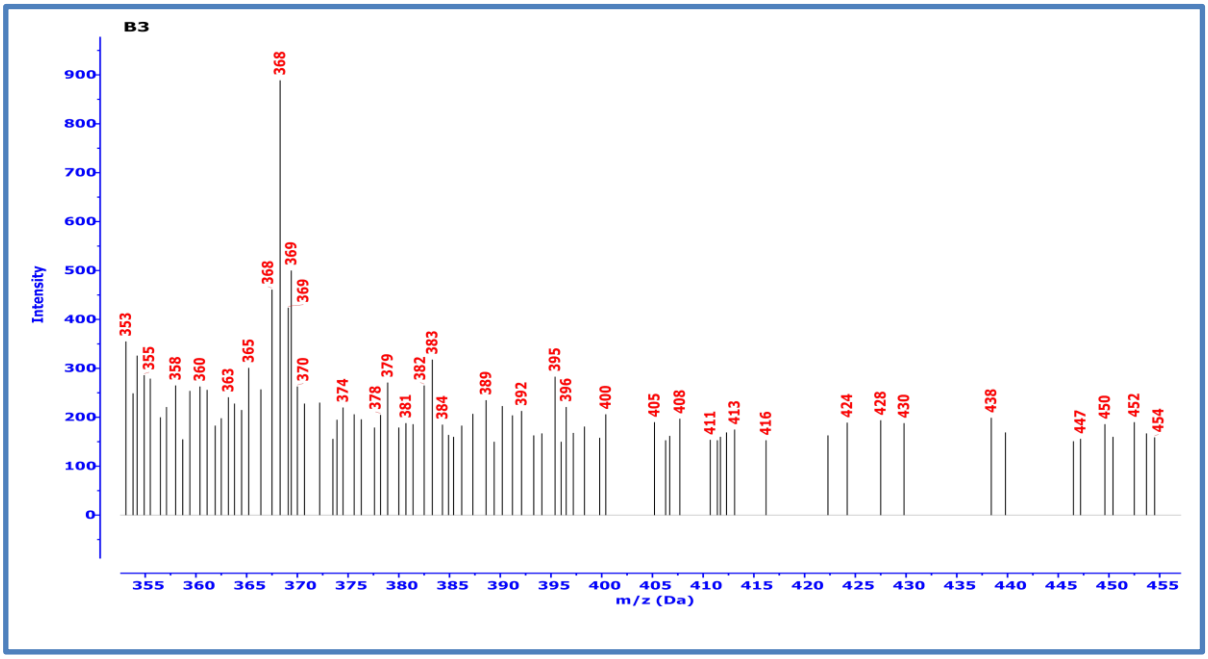


6.4.3. طيف الكتلة للمركب B_3 Mass spectra of compound B_3

تميز طيف الكتلة للمركب B_3 بظهور ذروة الايون الجزيئي 454m/z[87]، وحزمة النظير455m/z بسبب وجود ذرة البروم ،وهذه القيمة تشير الى الوزن الجزيئي للمركب المحضر ،مما يعزز من استنتاجاتنا للصيغ المقترحة واظهر الطيف ذروة الاساس عند98m/z كما نلاحظ ظهور مجموعة من الذروات لطيف الكتلة كما في المخطط (3-6)

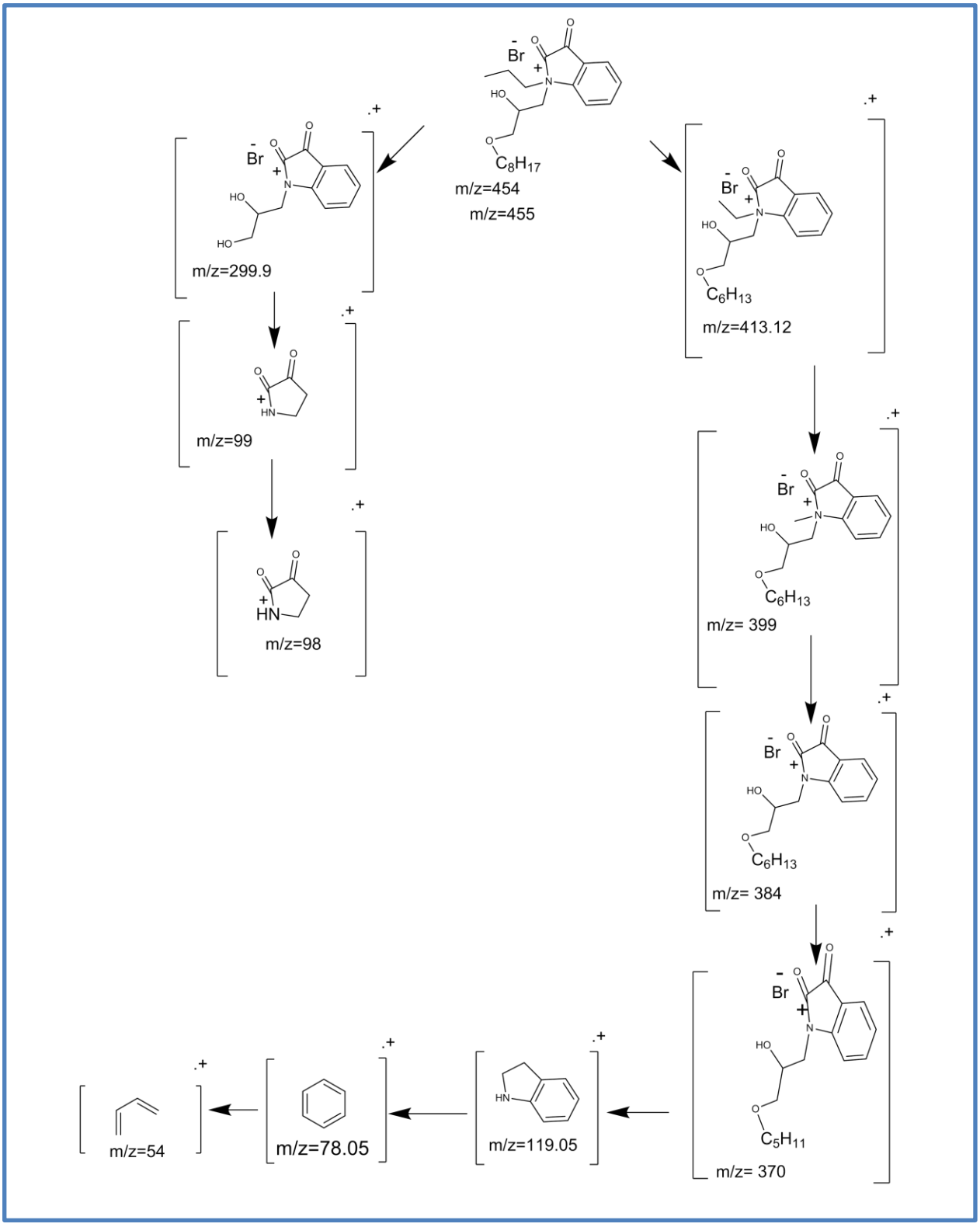






الشكل(3-18) : طيف الكتلة للمركب B_3

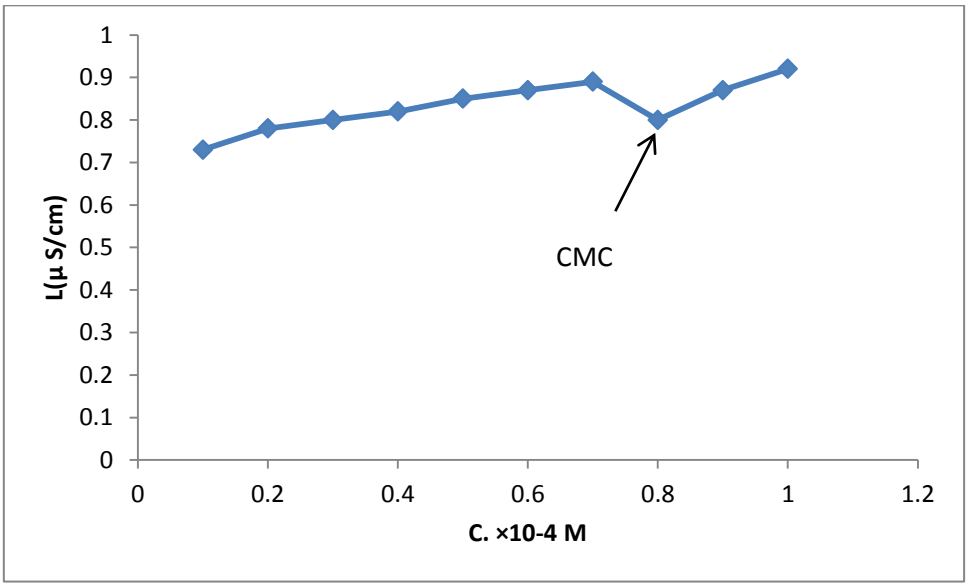
مخطط (3-6) الميكانيكية المقترحة لتكسيرات طيف الكتلة للمركب B_3



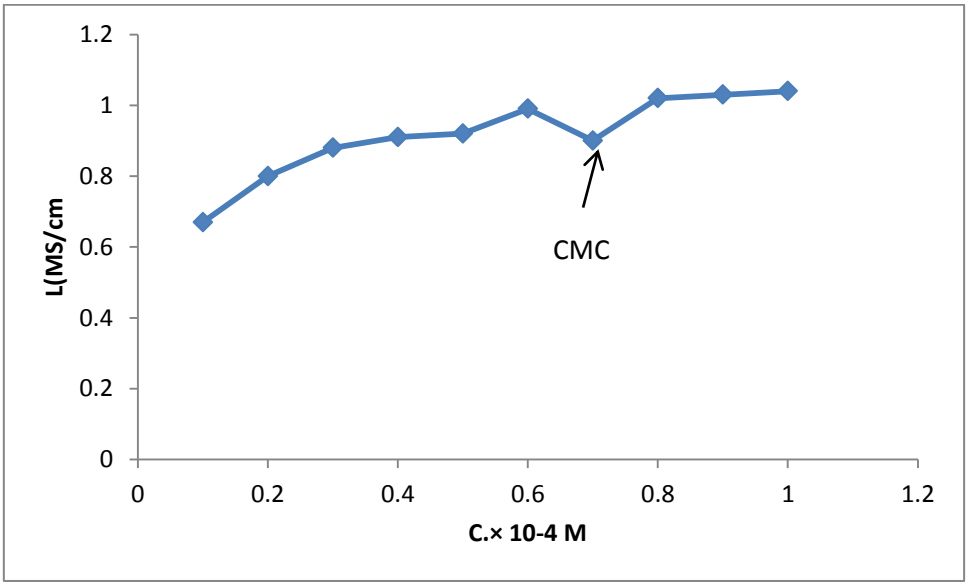
5.3 .حساب CMC بطريقه التوصيلية Calculate CMC using the conductivity method

التوصيلية الكهربائية هي واحده من الصفات الفيزيائية المهمة للمحاليل الإلكتروليتية حيث يتم التوصيل بحركة الايونات السالبة والموجبة التي تكون موجوده في المحاليل الإلكتروليتية .يوجد هناك عاملان يؤثران في التوصيل الكهربائي هما المذيب المستخدم ودرجة الحرارة اذ تزداد التوصيلية بزياده درجه الحرارة اي العلاقة طرديه بينهما ،بسبب تناقص لزوجه السائل وضعف ارتباط الايونات بجزيئات المذيب اذ تكون حره الحركة ،اما تأثير المذيب يكون بتأين الجزيئات وتحولها الى ايونات وبالتالي تزداد التوصيلية كما ان للزوجة المحلول وقوه ارتباط الايونات بجزيئات المذيب علاقه عكسيه بالتوصيلية [88].

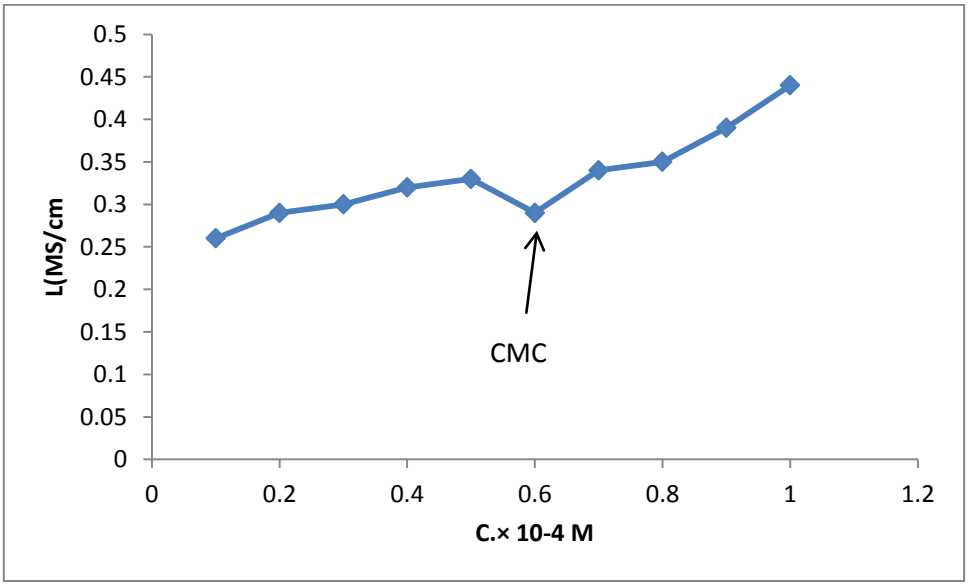
تم تحضير تراكيز مخففه من الموا د المنشطة للسطوح ضمن المدى ($0.1*10^{-4}$ M) وتنتهي بالتركيز($1*10^{-4}$ M) وتم تسجيل التغير بالتوصيلية الكهربائية (G)وحولت الى التوصيلية النوعية (L) ورسمت لها علاقه بالتركيز المولاري واستخرج التركيز الغروي الحرج (CMC) من الرسم البياني الموضح بالأشكال من (3-17) الى (3-22) .نلاحظ من خلال الاشكال تزداد التوصيلية الكهربائية بزياده تركيز المادة المنشطة للسطوح ،فكلما زاد تركيز المادة المنشطة للسطوح يزداد عدد الايونات وتكون حره الحركة ،عند بعض من الاضافات نلاحظ ان الزيادة في التوصيلية تقل حيث يقل عدد الايونات بنقصان تركيزا لمادة المنشطة للسطوح وهذا يشير الى تشكل الغرويات حيث قدمت التغيرات بالتوصيلية اول دليل على التجمع وان قياس التوصيلية هي طريقه مناسبه لفهم سلوك الغرويات ،نقطه الكسر في منحني التوصيل مقابل تركيز السوائل الأيونية تعتبر CMC ويمكن تعريفها على انها نقطه التوقف في المتغير المقاس بالنسبة الى التركيز[90,89]



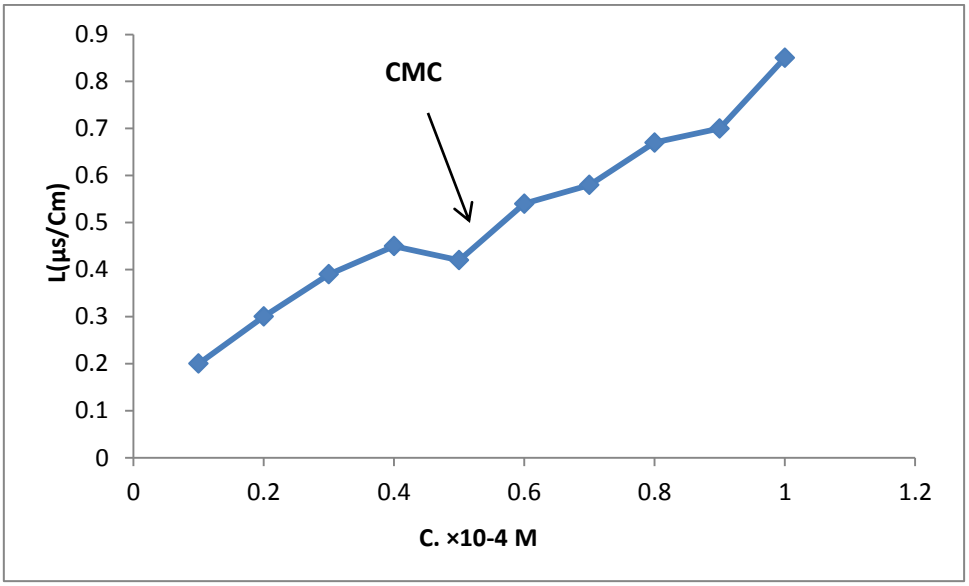
الشكل (3-19): التركيز الغروي الحرج للمركب A_1



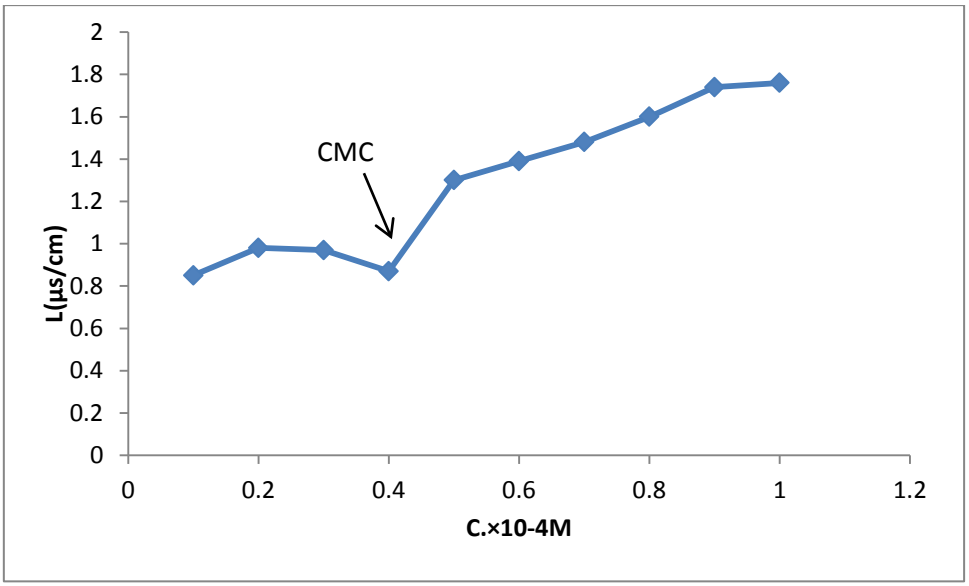
الشكل (3-20): التركيز الغروي الحرج للمركب A_2



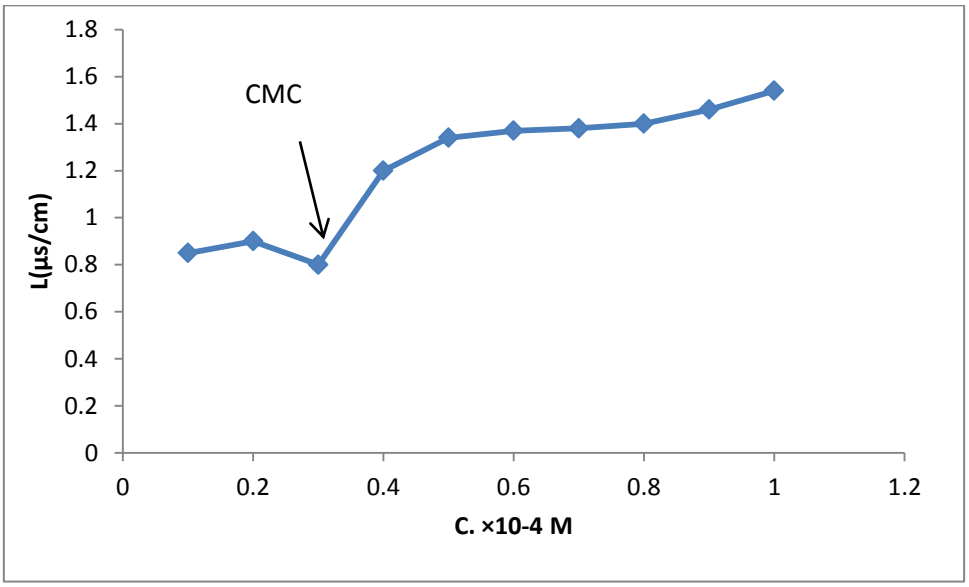
الشكل (3-21) : التركيز الغروي الحرج للمركب A_3



الشكل (3-22): التركيز الغروي الحرج للمركب B_1



الشكل (3-22): التركيز الغروي الحرج للمركب B_2



الشكل (3-23): التركيز الغروي الحرج للمركب B_3

جدول (3-3) قيم التركيز الغروي الحرج CMC للمركبات المحضرة

رمز منشطات السطوح المحضرة	CMC (مولاري)
A_1	0.8×10^{-4}
A_2	0.7×10^{-4}
A_3	0.6×10^{-4}

B_1	0.5×10^{-4}
B_2	0.4×10^{-4}
B_3	0.3×10^{-4}

من الجدول (3-3) لوحظ ان المركب B_3 يمتلك اقل قيمه CMC وبالتالي فهو يمتلك اقل قيمه للشد السطحي اذ انه كلما كان التركيز الغروي الحرج منخفض ينخفض الشد السطحي [91] حيث تكون العلاقة طردية بينهما وبالتالي فهو يمتلك فعالية اكثر من المركبات الاخرى .

من خلال الجدول اعلاه يمكن ملاحظه قيم التركيز الغروي الحرج CMC التي تم الحصول عليها حيث يلاحظ التالي:-

1- زياده طول السلسلة الكاره للماء (زياده طول الذيل الهيدروكربوني) يؤدي الى انخفاض قيم CMC في المركبات المتشابهة في محلول منشطات السطوح وبالتالي زياده نشاطهم السطحي، حيث يلاحظ ان قيمه التركيز الغروي الحرج للمركبA_1 تساوي (0.8×10^{-4}) بينما للمركب A_2 تساوي (0.7×10^{-4}) والمركب A_3 تساوي (0.6×10^{-4}) وقيمه التركيز الغروي الحرج للمركب B_1 تساوي (0.5×10^{-4}) والمركب B_2 تساوي (0.4×10^{-4}) بينما للمركب B_3 تساوي (0.3×10^{-4}) يستنتج من ذلك ان بزيادة طول الذيل الكاره للماء تزداد قدرة منشطات السطوح على التجمع والتحول الى مذيلات ذائبه بالمحلول [92].

2- قيم تركيز الغروي الحرج للمركبات B_1، B_2، B_3 تكون اقل من المركبات A_1، A_2، A_3 على الرغم من التشابه السلسلة الهيدروكربونية الكاره للماء وكذلك التشابة في الرابطة (spacer) بسبب اختلاف المجموعة الرأسية المحبة للماء اذ ان وجود مجموعه نتروجين واحده في المجموعة الرأسية في المركبات A_1، A_2، A_3 يجعلها اقل قطبية ويجعل CMC تتحول الى اعلى قيم بالمقارنة مع مركبات B_1، B_2، B_3 التي تكون فيها المجموعة الرأسية تحتوي على مجموعتي كاربونيل مما يجعلها ذات قطبيه اعلى واقل قيمة CMC وبالتالي تكون اكثر فعالية [93].

3. 6. حساب مدى الموازنة HLB Calculate the balance range HLB

تم حساب مدى الموازنة للمجاميع المحبة للدهون والمجاميع المحبة للماء HLB للمواد المنشطة التي تم تحضيرها A_1,A_2,A_3,B_1,B_2,B_3 وتم اعتماد طريقة كريفين كما في المعادلة (1-8) التي تم ذكرها في الفصل الاول .

HLB=

$20(M_H/M)$

M_H الوزن الجزيئي للجزء المحب للماء ، M وزن المذيلة الكلي

وكانت قيمه مدى الموازنة HLB كما موضح في الجدول (3-4)

الجدول (3-4) قيم الموازنة HLB للمواد المحضرة ومجالات استخدامها

رمز منشطات السطوح المحضرة	مدى الموازنة HLB	مجال الاستخدام
A_1	6.5	(W/O) Emulsifier
A_2	5.8	(W/O) Emulsifier
A3	5.3	(W/O) Emulsifier
B_1	10.1	(O/W) Emulsifier
B_2	9.3	(O/W) Emulsifier
B_3	8.7	(O/W) Emulsifier

قيم HLB لها اهمية كبيرة لأنها تحدد مجال استخدام المواد المنشطة للسطوح ،وبالاستعانة بالأدبيات التي تم تلخيصها في الجدول (1-1) الموجودة في الفصل الاول الفقرة (1-8) حددت المجالات الممكنة للمواد المحضرة كما يبين الجدول (3-4) .

7.3. اختبار عمل المشتتات مختبريا Testing the work of dispersants in the laboratory

تم تحضير المشتتات DA_1 ،D A_2 ،DA_3 ، DB_1 ، DB_2 ،DB_3 وذلك بالاعتماد على منشطات السطوح التوأمية A_1 ،A_2 ،A_3 ، B_1 ،B_2 ،B_3 حيث تم تحضير المشتتات بتراكيز (150,100, 50 ppm) وتم اختبار المشتتات بإضافة 25 mL من الماء الى طبق الاختبار واضيف اليه 10µL من النفط الخام وبقي لمده قصيره الى ان تستقر الحالة بعد ذلك اضيف (10µL) من المشتت DMO41020Q بنفس التراكيز وطريقة كذلك تم تحضير المشتت.[94]

العمل التي تم ذكرها اعلاه اذ لاحظنا انتشار النفط وتكون بقعه بيضاء ناتجه من اختراق المشتت للجدار الفاصل بين الماء والنفط [95].

1.7.3 تأثير التركيز وطول السلسلة في التشتت

The effect of concentration and chain length on dispersion

باستخدام تراكيز (50,100,150 ppm) من المشتتات DA_1، $D A_2$، DA_3، DB_1، DB_2 ، DB_3 والمشتت DMO41020Q وتم اخذ 25mL من الماء و10µL من النفط و10µL من المشتت حيث لوحظ ان بزياده التركيز يزداد قطر الهالة ومساحتها [96] كما مبين في الجداول (3-5)الى(3-10) والموضحة بالأشكال التالية (3-25) الى (3-30) اذ نلاحظ بزياده التركيز وزياده طول السلسلة الهيدروكربونية الكاره للماء المحبة للنفط يزداد التشتت حيث ان DB_1، DB_2 ، DB_3 اكثر تشتيت من DA_1 ، DA_2 ، DA_3 وكذلك اكثر تشتيت من DMO41020Q من خلال قياس مساحه الهالة .

الجدول (3-5) التركيز المستخدم وحجم الهالة الموسع للمشتت DA_1

التركيز (جزء بالمليون)	قطر الهالة التشتيت (سم) بعد بضع ثوان	مساحه الهالة التشتيت ($سم^2$) بعد بضع ثوان	قطر الهالة التشتيت (سم) بعد مرور 10 دقائق	مساحه الهالة التشتيت ($سم^2$) بعد مرور 10 دقائق	قطر الهالة التشتيت (سم) بعد مرور 20 دقيقه	مساحه الهالة التشتيت ($سم^2$) بعد مرور 20 دقيقه	قطر الهالة التشتيت (سم) بعد مرور 30 دقيقه	مساحه الهالة التشتيت ($سم^2$) بعد مرور 30 دقيقه
50	0.5	0.19	0.2	0.03	1.1	0.94	1.5	**1.7**
100	1.9	0.63	3.1	7.5	1.9	2.8	4.1	**13.1**
150	2.3	4.1	4.3	14.5	2.0	3.14	4.5	**15.8**

الجدول (3-6) التركيز المستخدم وحجم الهالة الموسع للمشتت DA_2

التركيز (جزء بالمليون)	قطر الهالة التشتيت (سم) بعد بضع ثوان	مساحه الهالة التشتيت(سم^2) بعد بضع ثوان	قطر الهالة التشتيت (سم) بعد مرور 10 دقائق	مساحه الهالة التشتيت(سم^2) بعد مرور 10 دقائق	قطر الهالة التشتيت (سم) بعد مرور 20 دقيقه	مساحه الهالة التشتيت (سم^2) بعد مرور 20 دقيقه	قطر الهالة التشتيت (سم) بعد مرور 30 دقيقه	مساحه الهالة التشتيت (سم^2) بعد مرور 30 دقيقه
50	0.7	0.38	1.1	0.94	0.9	0.63	2.0	**3.14**
100	1.0	0.78	1.5	1.76	1.2	1.13	4.3	**14.5**
150	1.9	2.83	4.0	12.5	1.5	1.76	5.4	**22.8**

الجدول (3-7) التركيز المستخدم وحجم الهالة الموسع للمشتت DA_3

التركيز (جزء بالمليون)	قطر الهالة التشتيت (سم) بعد بضع ثوان	مساحه الهالة التشتيت (سم^2) بعد بضع ثوان	قطر الهالة التشتيت (سم) بعد مرور 10 دقائق	مساحه الهالة التشتيت (سم^2) بعد مرور 10 دقائق	قطر الهالة التشتيت (سم) بعد مرور 20 دقيقه	مساحه الهالة التشتيت (سم^2) بعد مرور 20 دقيقه	قطر الهالة التشتيت (سم) بعد مرور 30 دقيقه	مساحه الهالة التشتيت (سم^2) بعد مرور 30 دقيقه
50	1.0	0.78	1.8	2.5	1.5	1.76	2.9	**6.6**
100	2.0	3.14	2.5	4.9	2.0	3.14	5.3	**22.0**
150	2.5	4.9	3.0	7.0	2.7	5.7	6.3	**31.1**

الجدول (3-8) التركيز المستخدم وحجم الهالة الموسع للمشتت DB_1

التركيز (جزء بالمليون)	قطر الهالة التشتيت (سم) بعد بضع ثوان	مساحه الهالة التشتيت($سم^2$) بعد بضع ثوان	قطر الهالة التشتيت (سم) بعد مرور 10 دقائق	مساحه الهالة التشتيت($سم^2$) بعد مرور 10 دقائق	قطر الهالة التشتيت (سم) بعد مرور 20 دقيقه	مساحه الهالة التشتيت ($سم^2$) بعد مرور 20 دقيقه	قطر الهالة التشتيت (سم) بعد مرور 30 دقيقه	مساحه الهالة التشتيت ($سم^2$) بعد مرور 30 دقيقه
50	1.4	1.53	2.8	6.15	1.6	2.0	3.8	11.3
100	1.6	2.0	3.2	8.0	1.8	2.5	5.2	21.2
150	2.5	4.9	4.3	14.5	2.5	4.9	6.3	31.1

الجدول (3-9) التركيز المستخدم وحجم الهالة الموسع للمشتت DB_2

التركيز (جزء بالمليون)	قطر الهالة التشتيت (سم) بعد بضع ثوان	مساحه الهالة التشتيت($سم^2$) بعد بضع ثوان	قطر الهالة التشتيت (سم) بعد مرور 10 دقائق	مساحه الهالة التشتيت($سم^2$) بعد مرور 10 دقائق	قطر الهالة التشتيت (سم) بعد مرور 20 دقيقه	مساحه الهالة التشتيت ($سم^2$) بعد مرور 20 دقيقه	قطر الهالة التشتيت (سم) بعد مرور 30 دقيقه	مساحه الهالة التشتيت ($سم^2$) بعد مرور 30 دقيقه
50	1.0	0.78	2.5	4.9	2.0	3.14	4.0	12.5
100	2.0	3.14	3.2	8.0	3.0	7.06	5.5	23.7
150	2.5	4.9	4.2	13.8	5.0	19.6	6.7	35.2

الجدول (3-10) التركيز المستخدم وحجم الهالة الموسع للمشتت DB_3

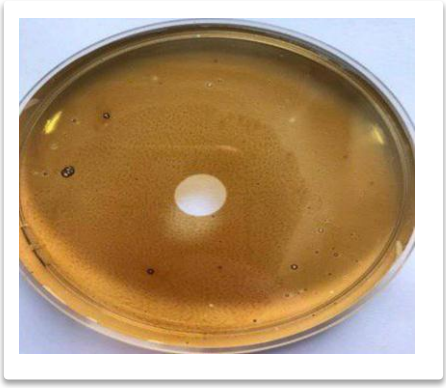
التركيز (جزء بالمليون)	قطر الهالة التشتيت (سم) بعد	مساحه الهالة التشتيت($سم^2$) بعد بضع ثوان	قطر الهالة التشتيت (سم) بعد	مساحه الهالة التشتيت($سم^2$) بعد مرور 10 دقائق	قطر الهالة التشتيت (سم) بعد	مساحه الهالة التشتيت ($سم^2$)

	بضع ثوان		مرور 10 دقائق		مرور 20 دقيقه	بعد مرور 20 دقيقه	مرور 30 دقيقه	بعد مرور 30 دقيقه
50	2.9	6.6	4.4	15.1	2.0	3.14	5.5	23.7
100	2.5	4.9	5.0	19.6	3.6	10.1	6.8	36.2
150	3.5	9.6	7.0	38.4	4.2	13.8	7.5	44.1

الجدول (3-11) التركيز المستخدم وحجم الهالة الموسع للمشتت DMO41020Q

التركيز (جزء بالمليون)	قطر الهالة التشتيت (سم) بعد بضع ثوان	مساحه الهالة التشتيت ($سم^2$) بعد بضع ثوان	قطر الهالة التشتيت (سم) بعد 10 مرور دقائق	مساحه الهالة التشتيت ($سم^2$) بعد 10 مرور دقائق	قطر الهالة التشتيت (سم) بعد 20 مرور دقيقه	مساحه الهالة التشتيت ($سم^2$) بعد 20 مرور دقيقه	قطر الهالة التشتيت (سم) بعد 30 مرور دقيقه	مساحه الهالة التشتيت ($سم^2$) بعد 30 مرور دقيقه
50	1.3	1.32	2.5	4.9	1.2	1.13	3.6	10.1
100	1.5	1.76	2.7	5.72	1.7	2.26	5.8	26.4
150	2.3	1.32	3.0	7.06	2.0	3.14	7.0	38.4

الجداول اعلاه توضح لنا ان المشتتات DB_1 ، DB_2 ، DB_3 تتميز بقدرتها على تشتيت البقعة النفطية اكبر من المشتتات DA_1 ، DA_2 ، DA_3 والمشتت التجاري DMO41020Q حيث كلما زادت قطبيه المجموعة الراسية كلما كانت اكثر قدره على التشتيت [91,92].



50 ppm

100ppm

150 ppm

الشكل (3-25) يوضح ازدياد التشتيت بزيادة التركيز للمركب A_1

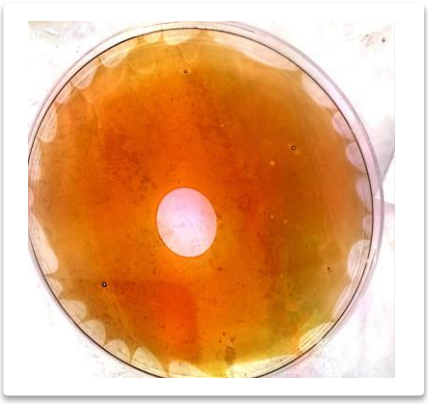
50 ppm

100ppm

150 ppm

الشكل (3-26) يوضح ازدياد التشتيت بزيادة التركيز للمركب A_2

50 ppm



100 ppm

150 ppm

الشكل (3-27) يوضح ازدياد التشتيت بزيادة التركيز للمركب A_3

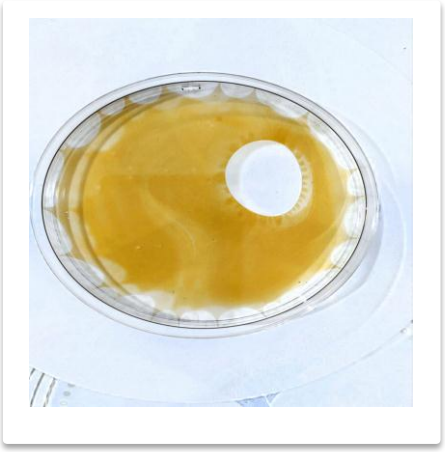
50ppm

100 ppm

150 ppm

الشكل (3-28) يوضح ازدياد التشتيت بزيادة التركيز للمركب B_1

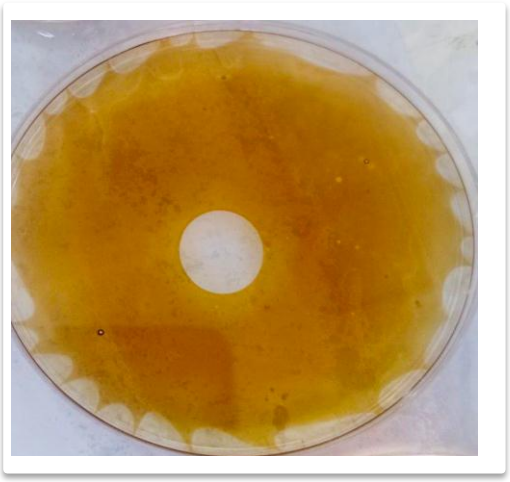
50 ppm



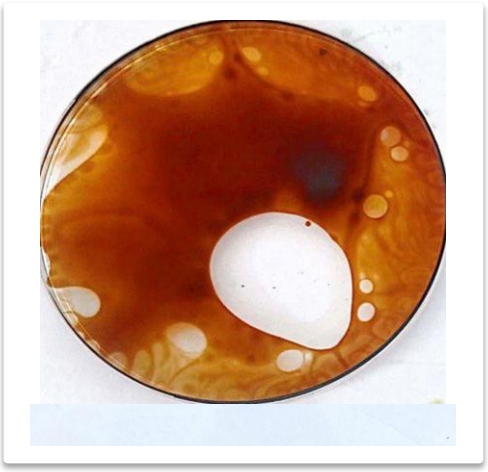
100 ppm

150 ppm

الشكل (3-29) يوضح ازدياد التشتيت بزيادة التركيز للمركب B_2



50 ppm

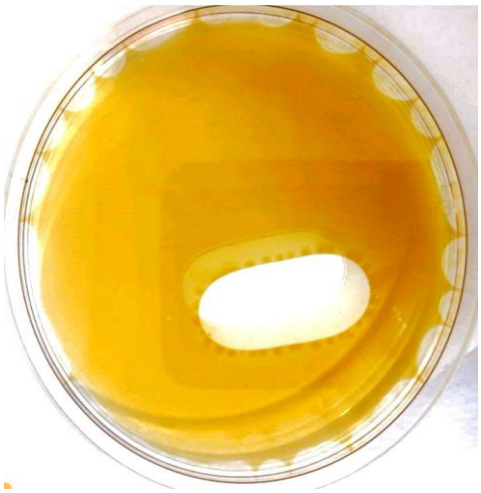


100 ppm

150 ppm

الشكل (3-30) يوضح ازدياد التشتيت بزيادة التركيز للمركب B_3

50 ppm



100 ppm

150 ppm

الشكل (3-31) يوضح ازدياد التشتيت بزيادة التركيز للمركب DMO41020Q

8.3 قياس الفعالية البيولوجية Measurement of biological effectiveness

1.8.3 نتائج اختبار السمية الخلوية Cytotoxicity Assay

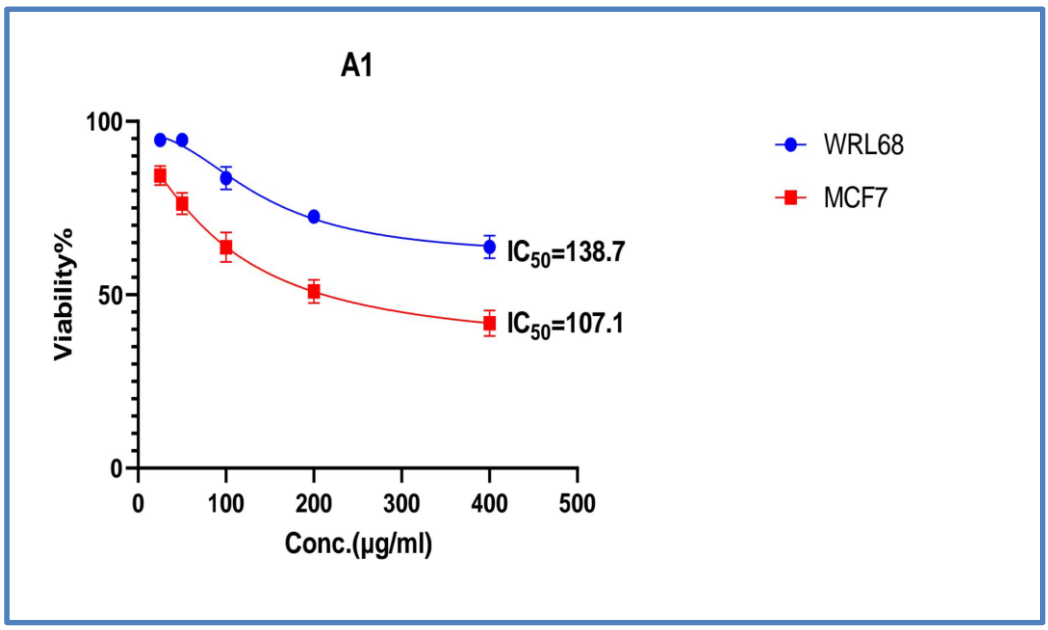
استخدم اختبار فحص السمية الخلوية MTT لتحديد التأثير السام لمركبات المجموعة A على خلايا سرطان الثدي MCF-7[97] يعتمد هذا الفحص على تحول مادة [3-(4-5dimethylthiazol-2-yl) 2,5 dipheny tetrazolium bromide]حيث بينت نتائج اختبار تأثير المركب A_1 على خط الخلايا السرطانية للثدي MCF-7 اظهرت النتائج فعالية بنسبه تثبيط بلغت 15.7% ,23.7% ,36.3% ,49.1% ,58.2% للتراكيز 100, 200, 400 $\mu g\ mL^{-1}$ 25, 50 على التوالي .

وعند اختبار المركب A_1 على خط الخلايا الطبيعية WRL68 اظهر نسبه تثبيط تراوحت بين (5.3% -36.3%) عند التراكيز من (μL^{-1} 25-400) كما موضح في الجدول (3-11).

الجدول (3-12):تأثير المركب A_1 على خط خلايا سرطان الثدي MCF-7 وخط خلايا الطبيعي WRL68 باستخدام اختبار MTT .

Concentration $\mu g\ mL^{-1}$	Mean viability (%) ± SD	
	WRL68	MCF-7
400	63.7±3.30	41.78±3.68
200	72.53±1.12	50.9±3.32
100	83.64±3.28	63.7±4.29
50	94.63±1.51	76.31±3.13
25	94.63±1.35	84.37±2.7

وعند حساب IC_{50} اظهرت النتائج فروقا معنوية $P \leq 0.0001$[98] عند معامله المركب A_1 للخلايا السرطانية MCF-7 (µ107.1g mL^{-1}) والطبيعية WRL68 (138.7µg mL^{-1}) كما موضح بالشكل (3-32).



الشكل(3-32) :تأثير المركب A_1 على الخط الخلوي MCF-7 وWRL68 باستخدام اختبار MTT .

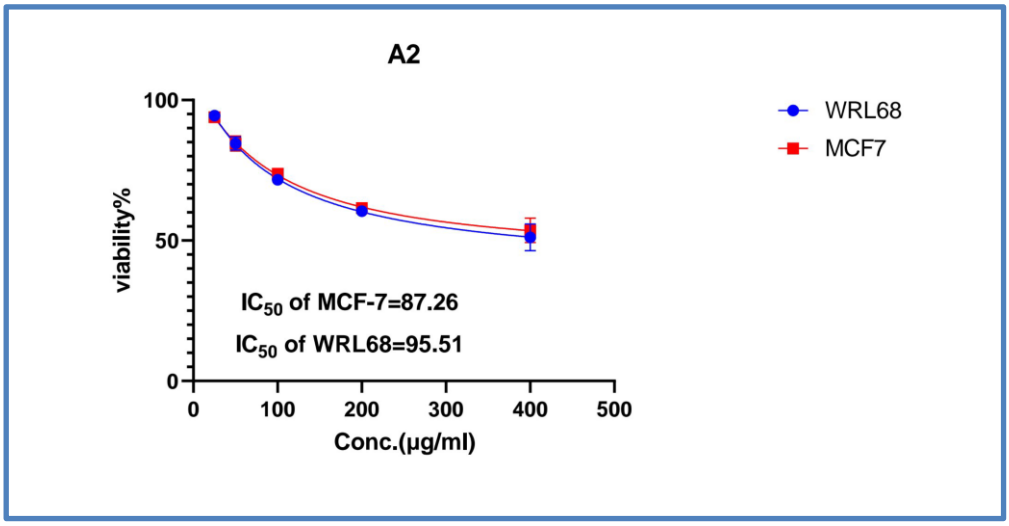
بينت نتائج اختبار تأثير المركب A_2 على خط الخلايا السرطانية للثدي MCF-7 فعالية بنسبه تثبيط بلغت 6.1% ,15.5% ,26.2% ,38.5% ,46.4% للتراكيز 25, 50, 100, 200, 400 µg ml^{-1} على التوالي .

وعند اختبار المركب A_2 على خط الخلايا الطبيعية WRL68 اظهر نسبه تثبيط تراوحت بين (5.6% -48.9%) عند التراكيز من (25-400 µg mL^{-1}) كما موضح في الجدول (3-13).

الجدول (3-13):تأثير المركب A_2 على خط خلايا سرطان الثدي MCF-7 وخط خلايا الطبيعي WRL68 باستخدام اختبار MTT .

Concentration µg mL^{-1}	Mean viability (%) ± SD	
	WRL68	MCF-7
400	51.11±4.7	53.62±4.3
200	60.49±1.45	61.5±1.51
100	71.60±1.3	73.80±1.47
50	84.5±2.3	84.52±2.6
25	94.4±0.8	93.90±0.92

وعند حساب IC_{50}اظهرت النتائج فروقا معنويه $P \leq 0.0001$ [99]عند التحري عن معامله المركب A_2 للخلايا السرطانيةMCF-7 ($87.26 \mu g mL^{-1}$) والطبيعية WRL68 ($95.7 \mu g\ mL^{-1}$)كما موضح بالشكل (3-33).



الشكل(3-33): تأثير المركب A_2 على الخط الخلوي MCF-7 وWRL68 باستخدام اختبار MT

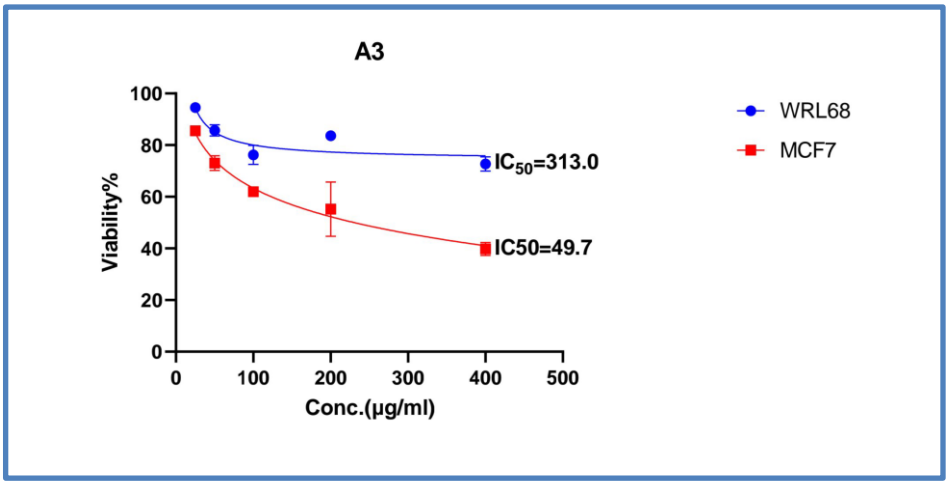
اظهرت نتائج اختبار تأثير المركب A_3 على خط الخلايا السرطانية للثدي MCF-7 فعالية بنسبه تثبيط بلغت 27%, 38.1%, 44.8%, 60.2% للتراكيز 25 µg, 50, 100, 200, 400 mL^{-1} على التوالي .

وعند اختبار المركب A_3 على خط الخلايا الطبيعية WRL68 اظهر نسبه تثبيط تراوحت بين (5.4% -27.28%) عند التراكيز من (25-400 µg mL^{-1}) كما موضح في الجدول (3-14).

الجدول (3-14):تأثير المركب A_3 على خط خلايا سرطان الثدي MCF-7 وخط خلايا الطبيعي WRL68 باستخدام اختبار MTT .

Concentration µg mL^{-1}	Mean viability (%) ± SD	
	WRL68	MCF-7
400	72.72±2.7	39.81±2.50
200	83.64±1.45	55.20±10.4
100	76.23±3.7	61.95±0.46
50	85.6±2.17	73.07±2.8
25	94.52±0.4	85.53±1.79

عند حساب IC_{50} اظهرت النتائج فروقا معنويه $P \leq 0.0001$ عند معامله المركب A_3 للخلايا السرطانيةMCF-7 (49.7µgmL^{-1}) والطبيعية WRL68 (313.0µg mL^{-1}) كما موضح بالشكل (3-34).



الشكل(3-34): تأثير المركب A_3 على الخط الخلوي MCF-7 وWRL68 باستخدام اختبار MTT

من النتائج السابقة يبدو واضحا تباين فعالية مركبات المجموعة A مع اختلاف نسب الفعالية حسب التركيز المستخدم ،حيث بينت النتائج وجود علاقة طردية بين تركيز المركب المستخدم والفعالية المضادة للسرطان[95,96]، إذ تزداد الفعالية بزيادة التركيز حيث ان المركب A_3 اعطى اعلى نسبة تثبيط والتي بلغت 60.2% عند التركيز $400\mu mL^{-1}$ مقارنة مع المركبان A_2 وA_1 والتي بلغت نسبت تثبيطهما 46.4% و58.2% عند التركيز $400\mu mL^{-1}$ على التوالي .

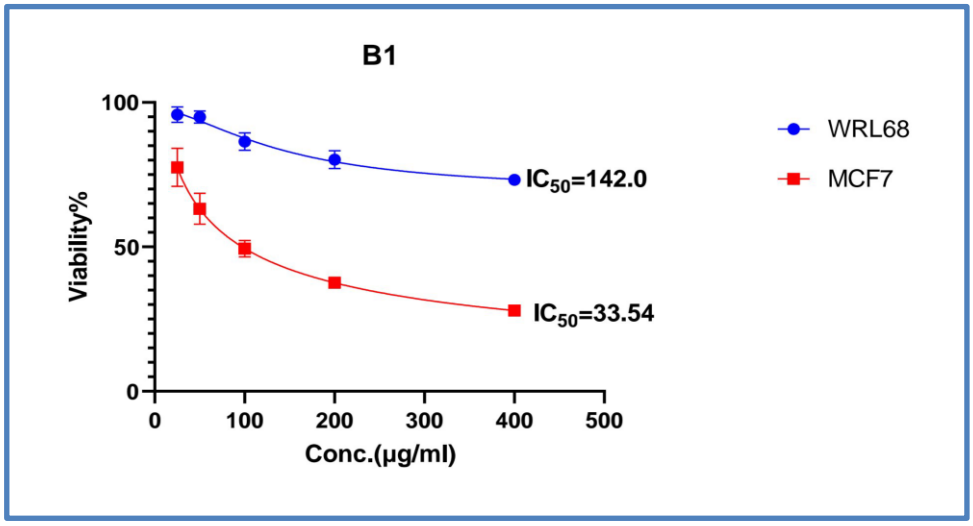
استخدم اختبار فحص السمية الخلوية MTT لتحديد التأثير السام لمركبات المجموعة B على خلايا سرطان الثدي MCF-7 [100].حيث بينت نتائج اختبار تأثير المركب B_1 على خط الخلايا السرطانية للثدي MCF-7 فعالية بنسبه تثبيط بلغت 50.66% ,62.35% ,72.1% ,36.8% ,22.5%للتراكيز $25\ \mu g\ mL^{-1}$,50 ,100 ,200 ,400 على التوالي .

وعند اختبار المركب B_1 على خط الخلايا الطبيعية WRL68 اظهر نسبه تثبيط تراوحت بين (26.8% -4.3%) عند التراكيز من ($25\text{-}400\ \mu g\ ml^{-1}$) كما موضح في الجدول (3-15).

الجدول (3-15):تأثير المركب B_1 على خط خلايا سرطان الثدي MCF-7 وخط خلايا الطبيعي WRL68 باستخدام اختبار MTT.

Concentration $\mu g\ mL^{-1}$	Mean viability (%) ± SD	
	WRL68	MCF-7
400	73.18±1.31	27.93±0.29
200	80.20±3.1	37.65±1.46
100	86.42±3.0	49.34±2.8
50	94.946±2.0	63.19±5.31
25	95.7±2.6	77.50±6.6

عند حساب IC_{50} اظهرت النتائج فروقا معنويه $P\leq 0.0001$ [101] عند معامله المركب B_1 للخلايا السرطانيةMCF-7 ($33.5\mu gmL^{-1}$) والطبيعية WRL68 ($142.0\mu g\ mL^{-1}$)كما موضح بالشكل (3-35).



الشكل(3-35): تأثير المركب B_1 على الخط الخلوي MCF-7 وWRL68 باستخدام اختبار MTT

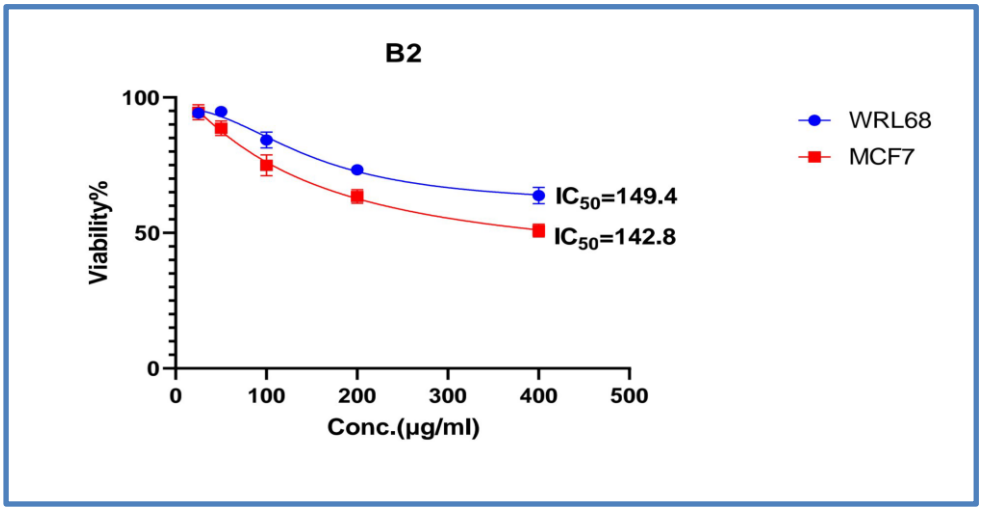
بينت نتائج اختبار تأثير المركب B_2 على خط الخلايا السرطانية للثدي MCF-7 فعالية بنسبه تثبيط بلغت 5.4%, 11.3% ,25.0% ,36.58% ,49.12% للتراكيز 50, 100, 200, 400 $\mu g\ mL^{-1}$, 25 على التوالي .

وعند اختبار المركب B_2 على خط الخلايا الطبيعية WRL68 اظهر نسبه تثبيط تراوحت بين (5.7% -36.2%) عند التراكيز من (25-400 $\mu g\ mL^{-1}$) كما موضح في الجدول (3-16).

الجدول (3-16):تأثير المركب B_2 المحضر من البايبريدين على خط خلايا سرطان الثدي MCF-7 وخط خلايا الطبيعي WRL68 باستخدام اختبار MTT .

Concentration µg mL^{-1}	Mean viability (%) ± SD	
	WRL68	MCF-7
400	63.81±3.04	50.88±2.31
200	73.30±1.84	63.42±2.52
100	84.25±2.92	74.92±3.8
50	94.79±0.69	88.65±2.6
25	94.21±1.1	94.56±2.8

عند حساب IC_{50} اظهرت النتائج فروقا معنويه $P\leq0.0001$ عند معامله المركب B_2 للخلايا السرطانية MCF-7 ($142.8\mu gmL^{-1}$)والطبيعية WRL68($149.4\mu gmL^{-1}$) كما موضح بالشكل(3-36)



الشكل(3-36): تأثير المركب B_2 على الخط الخلوي MCF-7 وWRL68 باستخدام اختبار MTT

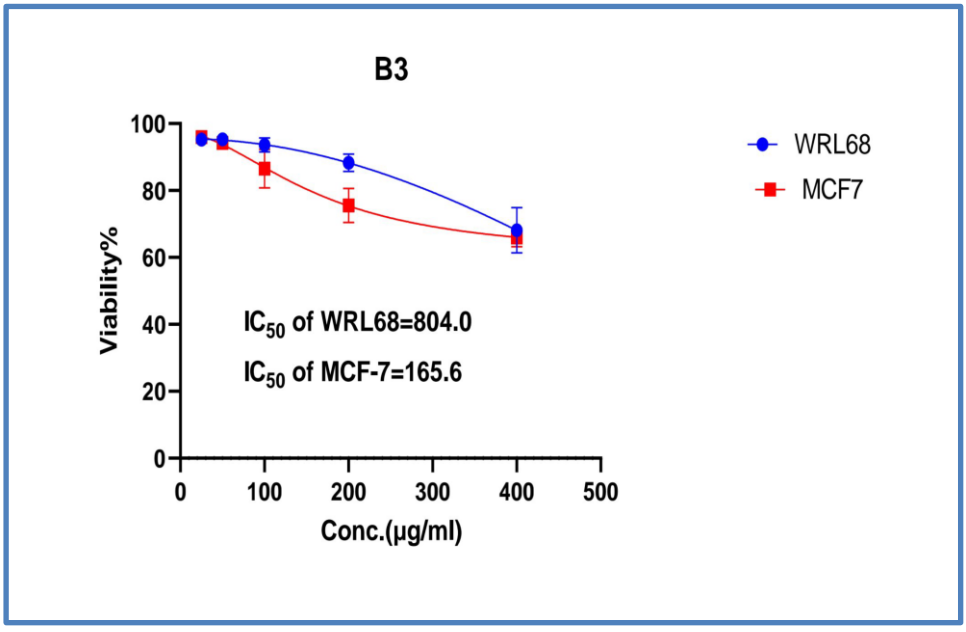
اظهرت نتائج اختبار تأثير المركب B_3 على خط الخلايا السرطانية للثدي MCF-7 فعالية بنسبه تثبيط بلغت 4.1% ,5.8% ,13.4% ,24.5% ,34.1% بالتراكيز 50, 100, 200, 400 $\mu g\ mL^{-1}$,25 على التوالي .

وعند اختبار المركب B_3 على خط الخلايا الطبيعية WRL68 اظهر نسبه تثبيط تراوحت بين (4.7% -32%) عند التراكيز من (25-400 $\mu g\ mL^{-1}$) كما موضح في الجدول (3-17).

الجدول (3-17):تأثير المركب B_3 على خط خلايا سرطان الثدي MCF-7 وخط خلايا الطبيعي WRL68 باستخدام اختبار MTT .

Concentration µg mL^{-1}	Mean viability (%) ± SD	
	WRL68	MCF-7
400	68.09±6.7	65.9±2.76
200	88.27±2.60	75.5±5.12
100	93.59±2.10	86.53±5.7
50	95.33±1.18	94.21±0.6
25	95.21±0.8	95.9±1.06

و عند حساب IC_{50} ابدت النتائج فروقا معنويه $P \leq 0.0001$ عند معامله المركب B_3 للخلايا السرطانيةMCF-7 ($165.6 \mu g mL^{-1}$) والطبيعية WRL68. ($804.0 \mu g\ mL^{-1}$) كما موضح بالشكل (3-37).



الشكل(3-37) :تأثير المركب B_3 على الخط الخلوي MCF-7 وWRL68 باستخدام اختبار MTT

من النتائج السابقة يبدو واضحا تباين فعالية مركبات المجموعة B مع اختلاف نسب الفعالية حسب التركيز المستخدم [101]،حيث بينت النتائج وجود علاقة طردية بين تركيز المركب المستخدم والفعالية المضادة للسرطان، إذ تزداد الفعالية بزيادة التركيز حيث ان المركب B_1 اعطى اعلى نسبة تثبيط والتي بلغت 72.1% عند التركيز $400\mu mL^{-1}$ مقارنة مع المركبان B_3 وB_2 والتي بلغت نسبت تثبيطهما 49.12% و34.1% عند التركيز $400\mu mL^{-1}$ على التوالي .

الاستنتاجات والتوصيات

الاستنتاجات

1- تم تحضير منشطات السطوح التوأمية الكتيونية ذات التركيب الحلقي غير المتجانس وباستخدام تركيبي البايبريدين والايساتين كمواد اساسيه في تركيبها وشخصت باستخدام الطرق الطيفية (الرنين النووي المغناطيسي للبروتون ^{1}H-NMR ،اطياف الاشعة تحت الحمراء IR، طيف الكتلة Mass spectra، الرنين النووي المغناطيسي للكاربون ^{13}C-NMR.

2- الحصول على منشطات للسطوح التوأمية ذات فعالية لتشتيت البقع النفطية عالية وخاصه المواد التي تحتوي على مركب الايساتين في تركيبها مقارنه بالمواد النشطة الحاوية على البايبريدين .

3- بينت الدراسة ان فعالية التشتيت للبقع النفطية للمركبات المحضرة تزداد بزياده طول السلسلة الطرفية الهيدروكربونية الكارهة للماء (المحبة للدهون) وذلك بسبب نقصان قيمه CMC لها .

4- ان فعالية التشتيت للمركبات المحضرة من مركب البايبريدين والايساتين يمكن ترتيبها اعتمادا على فعل التشتيت وكالاتي:

$$B_3>B_2>B_1>A_3>A_2>A_1$$

5-عند مقارنة فعالية التشتيت للمركبات المحضرة من الايساتين والبايبريدين مع المشتت التجاري نلاحظ $B_3>B_2>B_1>DMO41020Q>A_3>A_2>A_1$

6 -تقييم الفعالية البيولوجية للمنشطات التوأمية المحضرة كمضادات لسرطان الثدي MCF-7 باستخدام اختبار MTT التي بينت الفعالية العالية للمركب A_3 وB_1 في معالجة السرطان من خلال تأثيرهما التثبيطي والسمي القاتل في الخلايا السرطانية .

التوصيات

1- التوسع في دراسة هذا النوع من المركبات المحضرة واستخدامها في معالجة تلوث المياه بسبب تركيبها الكيميائي المناسب .

2- تحضير مواد منشطه للسطوح توأميه جديده ذات تركيب حلقي غير متجانس وحاوي على سلاسل طرفيه هيدروكربونية مختلفة الاطوال والفاصل يكون صلدا او مرن حاوي على عدد من ذرات الاوكسجين او النيتروجين ومقارنتها مع المركبات المحضرة خلال الدراسة الحالية .

3- استخدامها في المجالات الطبية لما اظهرت من فعالية عالية في تثبيط خلايا سرطان الثدي MCF-7 .

4- استخدامها كمشتتات للبقع النفطية وبالتالي المساهمة بتقليل الملوثات النفطية .

المصادر

References

ضوئيا بـ CamScanner

1. Mu, M., Zhang, X., Jiang, Y., Li, Q., Lu, P., Zhao, S., & Zhang, Y. (2022). pH-responsive worm-based viscoelastic fluid formed by a dynamic covalent gemini surfactant. *Journal of Molecular Liquids*, *348*, 118009.
2. Eastoe, J., & Hollamby, M. J, (2019). Surfactants at the Design Limit. *Langmuir*, 30(36), 10883-10889.
3. Esteves, Remelisa; Dikici, Birce Ph.D; Lehman, Matthew; Mazumder, Qayyum; and Onukwuba, Nonso (2016). Determination of Aqueous Surfactant Solution Surface Tensions with a Surface Tensiometer.
4. Kumar, A., & Mandal, A. (2019). Critical investigation of zwitterionic surfactant for enhanced oil recovery from both sandstone and carbonate reservoirs: Adsorption, wettability alteration and imbibition studies. *Chemical Engineering Science*, *209*, 115222.
5. Erbil, H. Y. (2020). Practical applications of superhydrophobic materials and coatings: problems and perspectives. *Langmuir*, 36(10), 2493-2509.
6. Zieliński, R. (2019). Krafft point of cationic and zwitterionic surfactants in aqueous solutions. *Towaroznawcze Problemy Jakości*, (4), 48-58.
7. Keller, C. B., Siqueira, J. S., & Grayson, S. M. (2021). Oil Encapsulation Advantages of Amphiphilic Polymer-Grafted Silica Nanoparticle Systems. *ACS Applied Polymer Materials*, 3(11), 5893-5902.
8. Zhu, Y. P., Vinson, P. K., Smith, G. A., & Hayes, D. G. (2021). A Tribute to Dr. Milton J. Rosen: An Innovator and Leader in Surfactant Science and Technology. *Journal of Surfactants and Detergents*, 24(4), 523-533.
9. Ma, T., Feng, H., Wu, H., Li, Z., Jiang, J., Xu, D., ... & Kang, W. (2019). Property evaluation of synthesized anionic-nonionic gemini surfactants for chemical enhanced oil recovery. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, *581*, 123800
10. Hussain, S. S., Kamal, M. S., Fogang, L. T., & Patil, S. (2019). Effect of the number of ethylene oxide units on the properties of synthesized tailor-made

cationic Gemini surfactants for oilfield applications. Journal of Molecular Structure, 1196, 851-860.

11. Harutyunyan, L. R. (2015). Effect of amino acids on micellization, surface activity and micellar properties of nonionic surfactant hexadecyl alcohol ethoxylate (25EO) in aqueous solutions. *Journal of Surfactants and Detergents*, *18*, 73-81.

12. Azum, N., Rub, M. A., Azim, Y., & Asiri, A. M. (2020). Micellar and of ionic liquids. spectroscopic studies of amphiphilic drug with nonionic surfactant in the presence *Journal of Molecular Liquids*, 315, 113732.

13. Tzou, Y. M., Chan, Y. T., Chen, S. E., Wang, C. C., Chiang, P. N., Teah, H. Y., ... & Liu, Y. T. (2019). Use 3-D tomography to reveal structural modification of bentonite-enriched clay by nonionic surfactants: Application of organo-clay composites to detoxify aflatoxin B1 in chickens. *Journal of hazardous materials*, *375*, 312-319.

14. Carter, J. R., & Randle, C. (2020). 2020 Elizabeth Anne Bartholomew Award Wendy B. Zomlefer. Castanea, 85(2), 422-425.

15. Fait, M. E., Bakas, L., Garrote, G. L., Morcelle, S. R., & Saparrat, M. C. (2019). Cationic surfactants as antifungal agents. *Applied microbiology and biotechnology*, 103, 97-112.

16. Sarkar, R., Pal, A., Rakshit, A., & Saha, B. (2021). Properties and applications of amphoteric surfactant: A concise review. *Journal of Surfactants and Detergents*, 24(5), 709-730.

17. Chen, Z., Mi, H., Liu, X., Xia, K., Ge, F., Li, X., & Zhang, X. (2019). Preparation and characterization of an anionic Gemini surfactant for enhanced oil recovery in a hypersaline reservoir. Journal of Surfactants and Detergents, 22(6), 1309-1317.

18. Ali, I., Ullah, S., Imran, M., Saifullah, S., Hussain, K., Kanwal, T., ... & Shah, M. R. (2020). Synthesis of biocompatible triazole based non-ionic surfactant and its vesicular drug delivery investigation. Chemistry and Physics of Lipids, 228, 104894.

19. Rub, M. A., Azum, N., Kumar, D., Alotaibi, M. M., & Asiri, A. M. (2022). Impact of numerous media on association, interfacial, and thermodynamic properties of promethazine hydrochloride (PMT)+ benzethonium chloride (BTC) mixture of various composition. *Journal of Molecular Liquids*, *346*, 118287.

20. Shi, Y., Yan, F., Jia, Q., & Wang, Q. (2019). Norm descriptors for predicting the hydrophile-lipophile balance (HLB) and critical micelle concentration (CMC) of anionic surfactants. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, 583, 123967.

21. Sharma, V., Yañez, O., Alegría-Arcos, M., Kumar, A., Thakur, R. C., & Cantero-López, P. (2020). A physicochemical and conformational study of co-solvent effect on the molecular interactions between similarly charged protein surfactant (BSA-SDBS) system. The Journal of Chemical Thermodynamics, 142, 106022.

22. Garcia, M. T., Ribosa, I., Kowalczyk, I., Pakiet, M., & Brycki, B. (2019). Biodegradability and aquatic toxicity of new cleavable betainate cationic oligomeric surfactants. Journal of hazardous materials, 371, 108-114.

23. Zeb, A., Rana, I., Choi, H. I., Lee, C. H., Baek, S. W., Lim, C. W., ... & Kim, J. K. (2020). Potential and applications of nanocarriers for efficient delivery of biopharmaceuticals. Pharmaceutics, 12(12), 1184.

24. Mirgorodskaya, A. B., Kushnazarova, R. A., Lukashenko, S. S., & Zakharova, L. Y. (2019). Self-assembly of mixed systems based on nonionic and carbamate-bearing cationic surfactants as a tool for fabrication of biocompatible nanocontainers. Journal of Molecular Liquids, 292, 111407.

25. Pan, Y., Ge, B., Zhang, Y., Li, P., Guo, B., Zeng, X., ... & Hou, L. (2021). Surface activity and cleaning performance of Gemini surfactants with rosin groups. Journal of Molecular Liquids, 336, 116222.

26. Rocha, A. S. V. (2020). Formulation of sustainable concentrated rinse-off products (Doctoral dissertation). Pharmaceutical Sciences, University of Lisbon, Faculty of Pharmacy, Portugal.

27. Elarbi, F. M., Ettarhouni, Z. O., Abdussalam-Mohammed, W., & Mezoughi, A. B. (2022). Study on the effects of biologically active amino acids on the micellization of anionic surfactant sodium dodecyl sulfate (SDS) at different temperatures. Chemistry, 4(1), 146-155.

28. Kamil, M., & Siddiqui, H. (2013). Experimental study of surface and solution properties of gemini-conventional surfactant mixtures on solubilization of polycyclic aromatic hydrocarbon. *Modeling and Numerical Simulation of Material Science*, *3*(04), 17.

29. Wang, D., Li, Y., Chang, T., & Luo, A. (2021). Experimental and theoretical studies of chitosan derivatives as green corrosion inhibitor for oil and gas well acid acidizing. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, *628*, 127308.

30. Xie, Y., Li, J., Zhu, R., Sun, T., & Qu, G. (2019). Synthesis, surface activity, thermodynamic parameters, and performance evaluation of branched carboxylate Gemini surfactants. Journal of Surfactants and Detergents, 22(3), 421-430.

31. Cheng, C., Huang, Z., Zhang, R., Zhou, J., Liu, Z., Zhong, H., ... & Fu, W. (2020). Synthesis of an emerging morpholine-typed Gemini surfactant and its application in reverse flotation carnallite ore for production of potash fertilizer at low temperature. Journal of Cleaner Production, 261, 121121

32. Shaheen, A., & Arif, R. (2020). Synthesis, micellization behavior and cytotoxic properties of imidazolium-based Gemini surfactants. Colloid and Interface Science Communications, 36, 100257.

33. Farias, C. B. B., Almeida, F. C., Silva, I. A., Souza, T. C., Meira, H. M., Rita de Cássia, F., ... & Sarubbo, L. A. (2021). Production of green surfactants: Market prospects. *Electronic Journal of Biotechnology*, *51*, 28-39.

34. Fan, Y., Fu, F., Chen, L., Li, J., Zhang, J., Zhang, G., & Liao, J. (2021). Property of alkyltri (oxyethyl) β-D-glucopyranosides. Journal of Molecular Liquids, 336, 116853.

35. Zhou, T., Yuan, J., Zhang, Z., Xin, X., & Xu, G. (2019). The comparison of imidazolium Gemini surfactant [C14-4-C14im] Br2 and its corresponding monomer as corrosion inhibitors for A3 carbon steel in hydrochloric acid solutions: Experimental and quantum chemical studies. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, 575, 57-65.

36. Meng, Q., Cai, K., Chen, Y., & Chen, L. (2017). Research progress on conducting polymer-based supercapacitor electrode materials. Nano Energy, 36, 268-285.

37. Naqvi, A. Z., & Panda, M. (2021). Mixed micellization: Improved physicochemical behavior of different amphiphiles in presence of gemini surfactants. *Journal of Molecular Liquids*, *343*, 116876.

38. Shehzad, F., Hussain, S. M. S., Adewunmi, A. A., Mahboob, A., Murtaza, M., & Kamal, M. S. (2021). Magnetic surfactants: A review of recent progress in synthesis and applications. Advances in Colloid and Interface Science, 293, 102441

39. Torres, M. A. M., Gómez, E. M. P., Fernández, M. A., Veglia, A. V., & Pacioni, N. L. (2019). Role of a cystine-based Gemini surfactant ligand in the synthesis of catalytic active silver nanoparticles. Journal of Molecular Liquids, 284, 110-116.

40. Li, H., Zhang, Y., Li, C., Zhou, Z., Nie, X., Chen, Y., ... & Sharma, S. (2022). Extreme pressure and antiwear additives for lubricant: academic insights and perspectives. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 120(1-2), 1-27.

41. Parikh, K., Singh, S., Desai, A., & Kumar, S. (2019). An interplay between spacer nature and alkyl chain length on aqueous micellar properties of cationic Gemini surfactants: A multi-technique approach. Journal of Molecular Liquids, 278, 290-298.

42. Sekhon, B. S. (2019). Surfactants: pharmaceutical and medicinal aspects. Journal of Pharmaceutical Technology, Research and Management, 1(1), 43-68.

43. Pharr, D. Y. (2017). Green analytical chemistry–the use of surfactants as a replacement of organic solvents in spectroscopy. Physical Sciences Reviews, 2(7).

44. Pinazo, A., Pons, R., Bustelo, M., Manresa, M. Á., Moran, C., Raluy, M., & Perez, L. (2019). Gemini histidine based surfactants: Characterization; surface properties and biological activity. *Journal of Molecular Liquids*, *289*, 111156.

45. Sun, C., Yang, X., Cao, J., Hou, Q., Tang, J., Shi, J., ... & Faisal, M. (2021). Petrogenesis of the 130 Ma Taolin granitic intrusion: Implications for the tectonic setting and diversity of Early Cretaceous felsic rocks in the Sulu orogenic belt, eastern China. *Journal of Asian Earth Sciences*, *213*, 104768.

46. Brown, C. J., Trieber, C., & Overduin, M. (2021). Structural biology of endogenous membrane protein assemblies in native nanodiscs. *Current Opinion in Structural Biology*, *69*, 70-77.

47. Al-Azani, K., Abu-Khamsin, S., Al-Abdrabalnabi, R., Kamal, M. S., Patil, S., Zhou, X., ... & Al Shalabi, E. (2022). Oil Recovery Performance by Surfactant Flooding: A Perspective on Multiscale Evaluation Methods. Energy & Fuels, 36(22), 13451-13478.

48 .Al-Dulaymi, M., Michel, D., Chitanda, J. M., El-Aneed, A., Verrall, R. E., Grochulski, P., & Badea, I. (2018). Molecular engineering as an approach to modulate gene delivery efficiency of peptide-modified Gemini surfactants. Bioconjugate chemistry, 29(10), 3293-3308.

49. Majumder, N., G Das, N., & Das, S. K. (2020). Polymeric micelles for anticancer drug delivery. Therapeutic delivery, 11(10), 613-635.

50. Liu, Z., Fan, Y., Tian, M., Wang, R., Han, Y., & Wang, Y. (2014). Surfactant selection principle for reducing critical micelle concentration in mixtures of 197, 345-356.

51.des Roches, M. V., Gheribi, A. E., & Chartrand, P. (2019). A versatile multicomponent database for the surface tension of liquid metals. Calphad, 65, 326-339.

52. Lin, L. H., Chu, H. C., Chen, K. M., & Chen, S. C. (2019). Surface Properties of Glucose-Based Surfactants and Their Application in Textile Dyeing with Natural Dyes. Journal of Surfactants and Detergents, 22(1), 73-83.

53. Belhaj, A. F., Elraies, K. A., Mahmood, S. M., Zulkifli, N. N., Akbari, S., & Hussien, O. S. (2020). The effect of surfactant concentration, salinity, temperature, and pH on surfactant adsorption for chemical enhanced oil recovery: a review. Journal of Petroleum Exploration and Production Technology, 10, 125-137.

54. Zhu, D. Y., Cheng, F., Chen, Y., & Jiang, S. C. (2012). Preparation, characterization and properties of anionic Gemini surfactants with long rigid or semi-rigid spacers. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, 397, 1-7.

55. Hassas, B. V., Karakaş, F., & Çelik, M. S. (2014). Ultrafine coal dewatering: Relationship between hydrophilic lipophilic balance (HLB) of surfactants and coal rank. International Journal of Mineral Processing, 133, 97-104.

56. Bao, Y., Zhang, Y., Guo, J., Ma, J., & Lu, Y. (2019). Application of green cationic silicon-based Gemini surfactants to improve antifungal properties, fiber dispersion and dye absorption of sheepskin. *Journal of Cleaner Production*, 206, 430-437.

57. Zhao, L., Chen, Z., Ren, J., Yang, L., Li, Y., Wang, Z., ... & Jia, S. (2022). Synchronously improved thermal conductivity and dielectric constant for epoxy composites by introducing functionalized silicon carbide nanoparticles and boron nitride microspheres. Journal of Colloid and Interface Science, 627, 205-214.

58. Li PX, Dong CC, Thomas RK. (2010). Adsorption of Gemini surfactants with dodecyl side chains and different spacers, including partially fluorinated spacers, on different surfaces: neutron reflectometry results. Langmuir. 1;27(5):1844-52. doi: 10.1021/la104304y. Epub. PMID: 21192685.

59. Jia Wei, Guohe Huang, Chunjiang An, and Hui Yu. (2011). Investigation on the solubilization of polycyclic aromatic hydrocarbons in the presence of single and mixed Gemini surfactants." Journal of Hazardous Materials 190, no. 1-3. 840-847. ISSN 0304-3894.

60. Kuperkar, K., Modi, J., & Patel, K. (2012). Surface-active properties and antimicrobial study of conventional cationic and synthesized symmetrical Gemini surfactants. Journal of Surfactants and Detergents, 15(1), 107–115.

61. Grenier MC, Davis RW, Wilson-Henjum KL, LaDow JE, Black JW, Caran KL, Seifert K, Minbiole KP. (2012). The antibacterial activity of 4,4'-bipyridinium amphiphiles with conventional, bicephalic and gemini architectures. Bioorg Med Chem Lett. 15;22(12):4055-8.

62. Asakawa T, Ozawa T, Ohta A. (2013). Generation of fluorocarbon and hydrocarbon hybrid Gemini surfactants controlled by micellar miscibility. J Oleo Sci.;62(1):17-20.

63. Min Zou, Jinfeng Dong, Guangfu Yang, Xuefeng Li. (2015). A comprehensive study on micellization of dissymmetric pyrrolidinium headgroup-based Gemini surfactants. Phys Chem Chem Phys. 21;15:9573-10288.

64. Wei J, Li J, Huang G, Wang X, Chen G, Zhao B. (2016). Adsorptive removal of naphthalene induced by structurally different Gemini surfactants in a soil-water system. Environ Sci Pollut Res Int. (18):18034-42.

65. Tomokazu Yoshimura, Kazuki Akiba. (2016). Solution properties of dissymmetric sulfonate-type anionic Gemini surfactants. J Oleo Sci.;65(2):137-147.

66. Abreu, B., Rocha, J., Fernandes, R. M. F., Regev, O., Furó, I., Marques, E. F. (2019). Gemini surfactants as efficient dispersants of multiwalled carbon nanotubes: Interplay of molecular parameters on nanotube dispersibility and debundling. *Journal of Colloid and Interface Science*, 547, 69-77.

67. Feng, J., Chen, Q., Wu, X., Jafari, S., & McClements, D. (2018). Formulation of oil-in-water emulsions for pesticide applications: Impact of surfactant type and concentration on physical stability. Environmental Science and Pollution Research, 25.

68. Wu, J., Yan, F., Jia, Q., & Wang, Q. (2021). QSPR for predicting the hydrophile-lipophile balance (HLB) of non-ionic surfactants. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, 611, 125812.

.

69. Garcia, M. T., Kaczerewska, O., Ribosa, I., Brycki, B., Materna, P., & Drgas, M. (2017). Hydrophilicity and flexibility of the spacer as critical parameters on the aggregation behavior of long alkyl chain cationic gemini surfactants in aqueous solution. *Journal of Molecular Liquids*, *230*, 453-460.

70. Javadian, S., & Kakemam, J. (2017). Intermicellar interaction in surfactant solutions; a review study. *Journal of Molecular Liquids*, *242*, 115-128.

71. Torré, J. P., Plantier, F., Marlin, L., André, R., & Haillot, D. (2020). A novel stirred microcalorimetric cell for DSC measurements applied to the study of ice slurries and clathrate hydrates. Chemical Engineering Research and Design, 160, 465-475.

72. Bhadani, A., Mison, P., & Aswal, V. K. (2016). Effect of hydrophobic and electrostatic interactions on micellar behavior of cationic Gemini surfactants. Journal of Physical Chemistry B, 120(11), 2739-2750.

73. Singh N. K., Dulare R, Bharty M. K .(2010).Nickle(II) and copper(II) complexes of 5-o-tolyl-[1,3,4]- oxadiazole-2- thione and ethylenediamine, Journal of Coordination Chemistry, 63, 837-847.

74. Amri S., Tutik D. W. and Bambang P. (2017). Synthesis and Characterization of Novel Benzohydrazide as Potential Antibacterial Agents from Natural Product Vanillin and Wintergreen Oil, Inter national onference on Chemistry,Chemical Process and Engineering , (IC3PE).

75. Golzar H., Mainul A. and Sitesh C. B.(2012). Synthesis and Characterization of N1-Phenylhydrazine-1,2-bis (carbothioamide) and Its Evaluation for Antimicrobial, Antioxidant and Brine Shrimp Lethality Bioassay, Organic Chemistry International, 278741.

76. Vikas G. R. , Sagar M. S.(2017). Green Synthesis and Evaluation of 5-(4-Aminophenyl)-4-Aryl-4H-1,2,4-Triazole-3-Thiol Derivatives , Iranian Journal of Pharmaceutical Sciences, 13 (2), 37-50.

77. Nisreen K. A.(2016). Synthesis of some Heterocyclic Compounds Derived from5,6 diphenyl-1,2,4-triazine-3-thiol, Al-Mustansiriyah Journal of Science, 27(2).

78. Krutova E. L., Gavrilovaa R. N., Burangulovaa S. S., Kornilova A. A and Valieva A. A.(2017). Modification of Diphenylphosphorylacetic Hydrazide with Thiosemicarbazide and Triazole Units,Russian Journal of General Chemistry, 87 (12).

79. Shaban, S. M., Abd Elsamad, S., Tawfik, S. M., Adel, A. H., & Aiad, I. (2020). Studying surface and thermodynamic behavior of a new multi-hydroxyl Gemini cationic surfactant and investigating their performance as corrosion inhibitor and biocide. *Journal of Molecular Liquids*, *316*, 113881.

80. Abbas, S. Y., El-Bayouki, K. A., & Basyouni, W. M. (2016).Utilization of isatoic anhydride in the syntheses of various types of quinazoline and quinazolinone derivatives. Synthetic Communications,46(12), 993-1035.

81. Manhas, N., Singh, P., & Koorbanally, N. A. (2021). Synthesis,Structural Elucidation and Anti-Bacterial Evaluation of Fluorinated andNon-Fluorinated Schiff Bases of Quinazoline-4 (3H)-One. PolycyclicAromatic Compounds, 1-13.

82. Alagarsamy, V., Chitra, K., Saravanan, G., Solomon, V. R., Sulthana, M. T., & Narendhar, B. (2018). An overview of quinazolines: Pharmacological significance and recent developments. European journal of medicinal chemistry, 151, 628-685.

83. Wang, X., Lerchen, A., & Glorius, F. (2016). A comparative investigation: group 9 Cp* M (III)-catalyzed formal [4+ 2] cycloaddition as an atom-economic approach to quinazolines. Organic letters, 18(9), 2090-2093.

84. Oyedeji, F. O., & Nwode, M. C. (2018). Effect of some citrus juice concentrates on crude oil emulsion. *Journal of Petroleum Technology and Alternative Fuels*, *9*(2), 7-13.

85. Adem C., Demet G., Aydin T. and Seher B.(2011). Synthesis Spectral Characterizations and Antimicrobial Activity of Some Schiff Bases of 4-Chloro-2-Aminophenol Bull. Chem. Soc. Ethiop, 25(3), 407-417.

86. Manjula S., Lavanya T., Pradeep K. Th. and Punnam C. V.(2011). Synthesis and Anti-inflamatory activtty of 2-[(1H-benzimidazole-2yl methyl) sulfonyl] -N-(phenyl methylidine) acetohydrazide derivatives, International Journal of Research in Pharmacy and Chemistry, 1(2).

87. Yi, M., Huang, Z., & Hao, J. (2019). Magnetic Gemini surfactants. Langmuir, 35(29), 9538–9545

88. Hickey, A. J., & Mansour, H. M. (Eds.). (2019). *Inhalation aerosols: physical and biological basis for therapy* (Vol. 1). CRC press.

89. Zhu, H. L., Hu, Z. Y., Liang, D., Wang, J. L., & Cao, D. L. (2016). Aggregation of diester-bonded cationic gemini surfactants in the presence of ethylene glycol: An electrical conductivity study. Journal of Molecular Liquids, 216, 565-570.

90. Al Muslim, A., Ayyash, D., Gujral, S. S., Mekhail, G. M., Rao, P. P. N., & Wettig, S. D. (2017). Synthesis and characterization of asymmetrical gemini surfactants. Physical Chemistry Chemical Physics, Issue 3.

91. Guerrero-Hernández, L., Meléndez-Ortiz, H. I., Cortez-Mazatan, G. Y., Vaillant-Sánchez, S., & Peralta-Rodríguez, R. D. (2022). Gemini and Bicephalous Surfactants: A review on their synthesis, micelle formation, and uses. International Journal of Molecular Sciences, 23(3), 1798.

92. Morita, T., Yada, S., & Yoshimura, T. (2022). Effect of spacer structures on the interfacial adsorption and micelle properties of quaternary ammonium salt-based Gemini surfactants. Langmuir, 38(1), 156-163. .

93. Bao, Y., Zhang, Y., Guo, J., Ma, J., & Lu, Y. (2019). Application of green cationic silicon-based Gemini surfactants to improve antifungal properties, fiber dispersion and dye absorption of sheepskin. *Journal of Cleaner Production*, 206, 430-437.

94. Labena, A., Hegazy, M. A., Sami, R. M., & Hozzein, W. N. (2020). Multiple Applications of a Novel Cationic Gemini Surfactant: Anti-Microbial, Anti-Biofilm, Biocide, Salinity Corrosion Inhibitor, and Biofilm Dispersion (Part II). *Molecules*, 25(6), 1348.

95. Koshiba, Y., & Ohtani, H. (2016). Extinguishing pool fires with aqueous ferrocene dispersions containing gemini surfactants. *Journal of Loss Prevention in the Process Industries*, 40, 10-16.

96. Abreu, B., Rocha, J., Fernandes, R. M. F., Regev, O., Furó, I., Marques, E. F. (2019). Gemini surfactants as efficient dispersants of multiwalled carbon nanotubes: Interplay of molecular parameters on nanotube dispersibility and debundling. *Journal of Colloid and Interface Science*, 547, 69-77.

97. Zibaei, Z., Babaei, E., Rezaie Nezhad Zamani, A. et al. (2021). Curcumin-enriched Gemini surfactant nanoparticles exhibited tumoricidal effects on human 3D spheroid HT-29 cells in vitro. Cancer Nano 12, 3.

98. Karimpour, M., Feizi, M. A. H., Mahdavi, M., Krammer, B., Verwanger, T., Najafi, F., & Babaei, E. (2019). Development of curcumin-loaded Gemini

surfactant nanoparticles: Synthesis, characterization and evaluation of anticancer activity against human breast cancer cell lines. Phytomedicine, 57, 183-190

99. Siddiq, A. M., Thangam, R., Madhan, B., & Alam, M. S. (2019). Green (Gemini) surfactant mediated gold nanoparticles green synthesis: Effect on triple negative breast cancer cells. Nano-Structures & Nano-Objects, 19, 100373.

100. Srivastava, A., Liu, C., Lv, J., Deb, D. K., & Qiao, W. (2018). Enhanced intercellular release of anticancer drug by using nano-sized catanionic vesicles of doxorubicin hydrochloride and Gemini surfactants. Journal of Molecular Liquids, 259, 398-410.

101. Mohammed-Saeid, W., Soudy, R., Tikoo, R., Kaur, K., Verrall, R. E., & Badea, I. (2018). Design and Evaluation of Gemini Surfactant-Based Lipoplexes Modified with Cell-Binding Peptide for Targeted Gene Therapy in Melanoma Model. Journal of Pharmacy & Pharmaceutical Sciences, 21(1), 363–375.

Abstract

The synthesis of six new Gemini surfactants from Ammonium multiple coronal chains salts was investigated. Three of the Gemini surfactants were synthesized from pipidine compounds. These three compounds are:

(A_1) 1,1- (hexane -1,6-diyl) bis(1-(3-butoxy-2-hydroxypropyl) piperidine-1-ium) bromide

(A_2) 1,1-(hexane -1,6-diyl)bis(1-(3-hexyloxy-2-hydroxypropyl)piperidine-1-ium)bromide

(A_3) 1,1-(hexane -1,6-diyl)bis(1-(3-octyloxy-2-hydroxypropyl)piperidine-1-ium)bromide

The other three compounds were synthesized from Isatin compounds.These three other compounds are:

(B_1) 1,1-(hexane-1,6-diyl) bis(1-(3-butoxy-2-hydroxypropyl)-2,3-dioxoindolin-1- ium) bromide

(B_2) 1,1-(hexane-1,6-diyl) bis(1-(3-hexyloxy-2-hydroxypropyl)-2,3-dioxoindolin-1- ium) bromide

(B_3) 1,1-(hexane-1,6-diyl) bis(1-(3-octyloxy-2-hydroxypropyl)-2,3-dioxoindolin-1- ium) bromide

The whole synthesized compounds included hydrophobic peripheral strains.

FTIR, ^{1}H-NMR and mass spectrometry techniques were used to diagnose the prepared compounds. The efficiency of Gemini surfactants was measured by using the critical measurement Concentration (CMC) through the use of electrical conductivity method. The value measurement between hydrophilic and hydrophobic compounds was measured. The purpose of this measurement is to be familiar with the industrial potentiality of using them in different fields such as detergents, cosmetics, paintings and pharmacy. They were used as a distractions of oil spots with different concentrations (50,100,150 ppm). It was noticed that the size of expanded corona of crude oil has been increased with concentration and the long of the hydrophobic chain. A_3 and B_3 were more active in distraction oil spots. The biological effect of the prepared compounds

was studied by using Cellular Toxicity Measurement (MTT). The purpose of studying the biological effect is to decide the toxic impact of compounds on Breast cancer cells MCF-7. The most inhibitor ones were A_3 and B_1 by (5.4-27.28%) and (4.3-26.8%) percentage in concentrations of (25- 400μmL^{-1}), respectively.

Republic of Iraq
Ministry of Higher Education&
Scientific Researches
Thi-Qar University
College of Science
Chemistry department

Synthesis , Characterization and study of some applications Of new Gemini Surfactants

Athesis

Submitted to College of Sciences/University of Thi-Qar In partial/Fulfillment of the Requirements for the Degree Master of Science in Chemistry

Anwar Shalan Fajer
B.S.C. Chemistry
2010

Supervized by
Prof. Dr. Samah Hussein Kadhim

A.H 1444

2023 A.D

CamScanner ضوئيا بـ