

جامعة سبها / كلية العلوم / قسم الكيمياء



بحث تخرج لإستكمال متطلبات درجة البكالوريوس

بعنوان

تحضير وتشخيص قاعدة شيف المشتقة من 2-هيدروكسي اسيتوفينون مع ايثيلين ثنائي أمين

تحت إشراف:

د. عبد السلام معتوق هميل

إعداد الطالبتان :-

فاطمة عبدالسلام الشاعر

نجاه عبدالسلام سهل

خريف 2016م

الفصل الدراسي

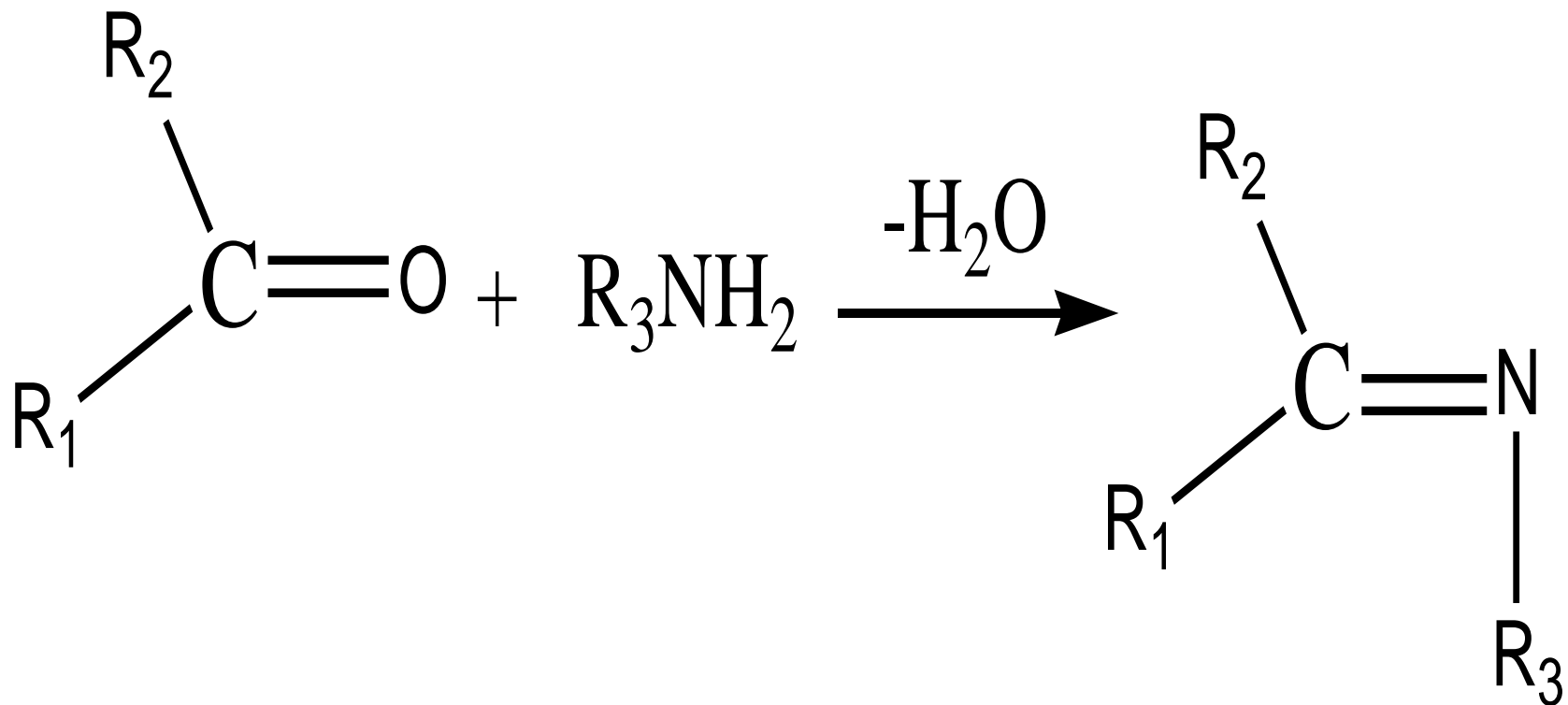
الباب الاول

المقدمة

Introduction

1.1 قاعدة شيف:

قاعدة شيف (Schiff base) وذلك نسبة للكيميائي الألماني هوغو شيف، وهي عبارة عن إيمينات تكون فيها ذرة النيتروجين مرتبطة بأريل أو الكيل، ولكن ليس بذرة هيدروجين. تعتبر قواعد شيف من المركبات الكيميائية ذات الأهمية الكبرى ويمكن الحصول عليها من تكاثف الألدهيد (an aldéhyde) أو الكيتون (a Ketone) مع أمين أولي (a Primary amine) حيث يؤدي ذلك إلى تكوين الأزوميثين (-C=N-) أو ما يعرف بالإيمين (imine) مع انطلاق جزيء ماء (2و1).



شكل (1) تحضير قاعدة شيف

2.1 الايثيلين ثنائي أمين : C₂H₈N

2,1 ثنائي امينو ايثان هو مركب عضوي سائل عديم اللون عندما يكون نقي له رائحة تشبه رائحة الامونيا كتلته الجزيئية 60.1 gm/mol إما كثافته 0.899gm/cm³ و درجة انصهار 11C^o ، درجة تبخره 1.3c مركب قلوي قوي سائل راداري يعتمد علي مدى ارتباطه مع الهواء الرطب ، سريع التآكل.

3.1 2- هيدروكسي اسيتوفينون: C₈H₈O₂

مركب عضوي سائل عديم اللون وزنه الجزيئي 136 جم وكثافته 1.133جم/سم³ يستخدم في تحضير العديد من قواعد شيف و تحضير بعض المتراكبات.

الباب الثاني

الجزء العملي

1.2 الكيماويات :

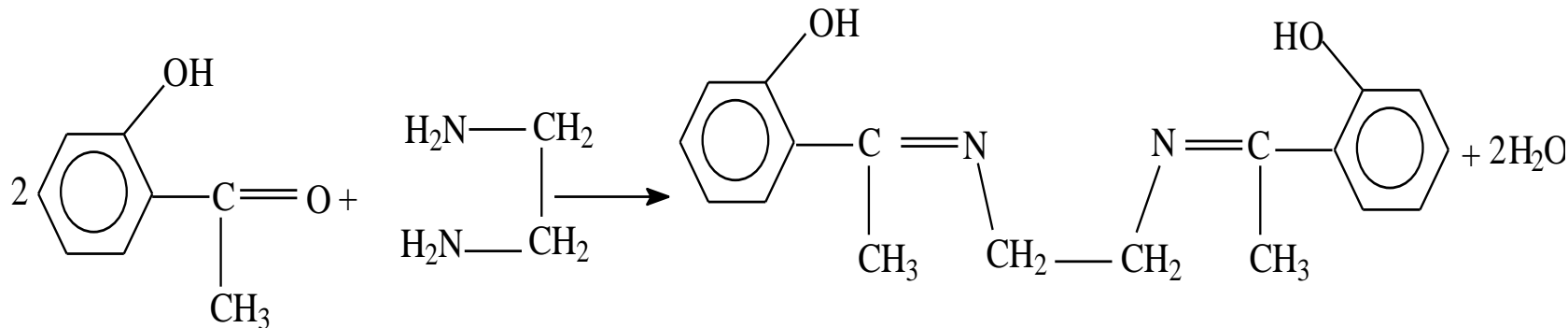
ايتلين ثنائي أمين، ثنائي هيدروكسي اسيتوفينون، الكحول الايثيلي، الايثر، وبعض المذيبات العضوية.....

2.2 الأدوات :

مكثف راد كامل، مسخن، دوارق قياسية مختلفة، كؤوس 100 مل، أقماع، ورق ترشيح، حامل، مجفف كهربائي، مجفف زجاجي يحتوي حبيبات السليكا، ساق زجاجي.

3.2 تحضير قاعدة شيف:

حضر قاعدة شيف بتكثيف 12.00 سم³ ، 0.05 مل مول من ايثلين ثنائي أمين مع 6.68 سم³ ، 0.05 مل مول من ثنائي هيدروكسي اسيتوفينون في وسط كحولي عند درجة 80 درجة مئوية لمدة ثلاث، تكون راسب اصفر، فصل الراسب بالترشيح وغسل بالكحول و الايثر، جفف الراسب بواسطة مجفف زجاجي يحتوى على سليكا جل، وكانت درجة الانصهار 189.9 درجة مئوية..



شكل (1) تحضير قاعدة شيف

Physical measurements القياسات الفيزيائية:

استخدمت قياسات مختلفة لتشخيص قاعدة شيف

1- التحليل العنصري: Elemental analysis

2- الأشعة تحت الحمراء (IR) Infrared spectra

3- الأطياف الإلكترونية Electronic spectra

4- طيف الرنين النووي المغناطيسي Proton nuclear magnetic resonance spectra

5- طيف الكتلة Mass spectra

الباب الثالث
النتائج والمناقشة

RESULTS AND DISCUSSION

3. دراسة قاعدة شيف Schiff bases

1.3 الخواص الطبيعية والتحليل الدقيق (CHN) لقاعدة شيف:

قاعدة شيف المحضرة من ثنائي هيدروكسي اسيتوفينون مع اثيلين ثنائي امين ومركباتها شخّصت بواسطة التحليل العنصري كربون (C) هيدروجين (H) نيتروجين (N) وسجلت النتائج بالجدول رقم 1 وكانت النتائج النظرية بالمقارنة مع النتائج العملية جيدة جدا (8) ومحققة للهدف المطلوب والنتائج مدرجة بالجدول (1)

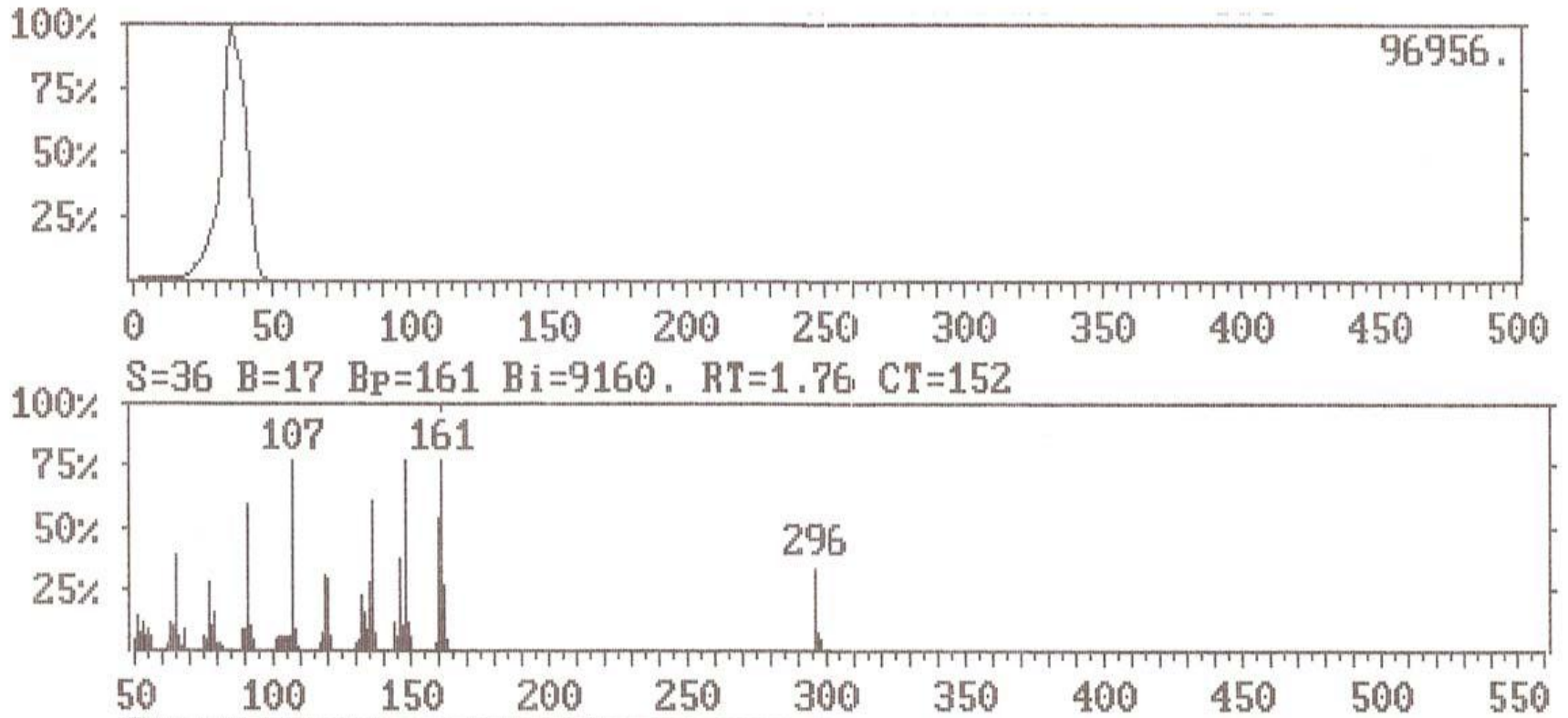
Ligand/ Complexes	Colour	M.wt.	M.P., °C	Found (calc.) %		
				C,%	H,%	N,%
L (C ₁₈ H ₂₀ N ₂ O ₂)	Yellow	296	198.9	70.96 (71.95)	6.87(6.81)	9.19 (9.46)

جدول (1) الخواص الطبيعية و التحليل العنصري (CHN) للمرتبط والمترابكان له

2.3 دراسة طيف الكتلة لقاعدة شيف:

2-[2-(E)-(2-hydroxyphenyl)ethylidene]-aminoethyl)-ethanimi doyl]phen

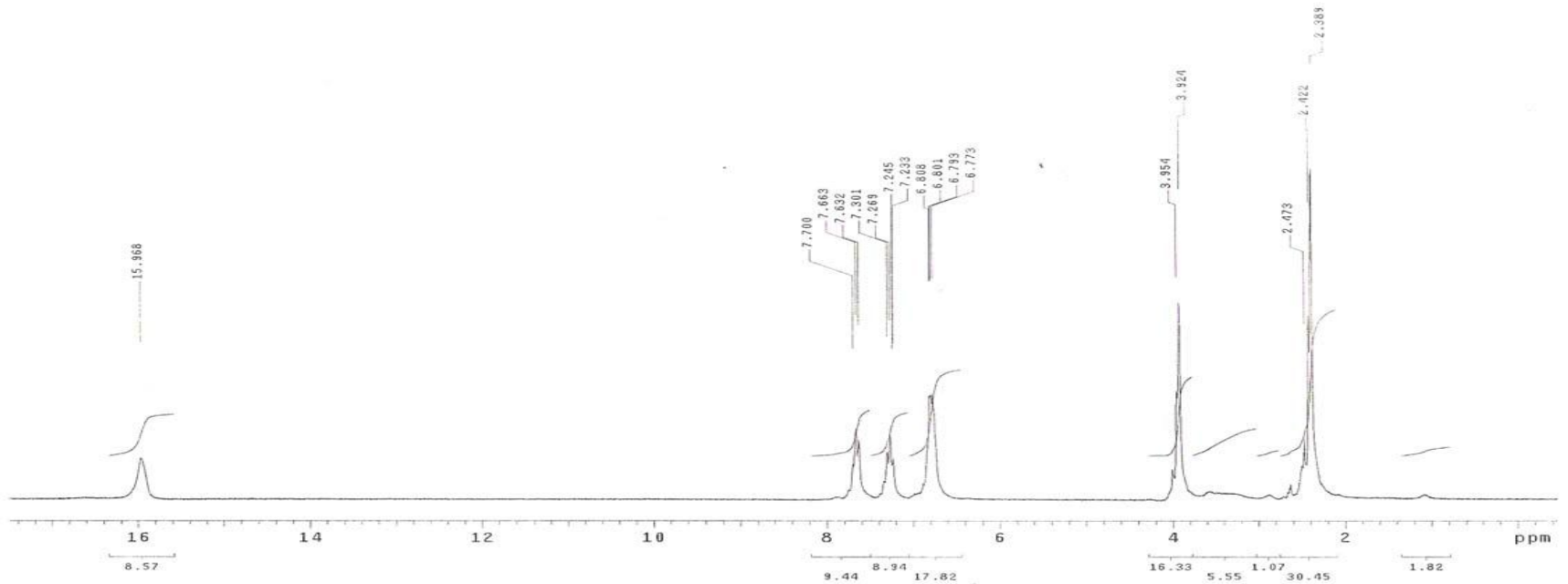
من دراسة طيف الكتلة للمرتبط منحني (1) ظهور قمة عند m/e^+ 296 وزن المركب وهذا متوافق الوزن النظري وبذلك يحقق الهدف المطلوب (9).



منحني (1) طيف الكتلة لقاعدة شيف ($C_{18}H_{20}N_2O_2$)

3.3 الرنين النووي المغناطيسي لقاعدة شيف:

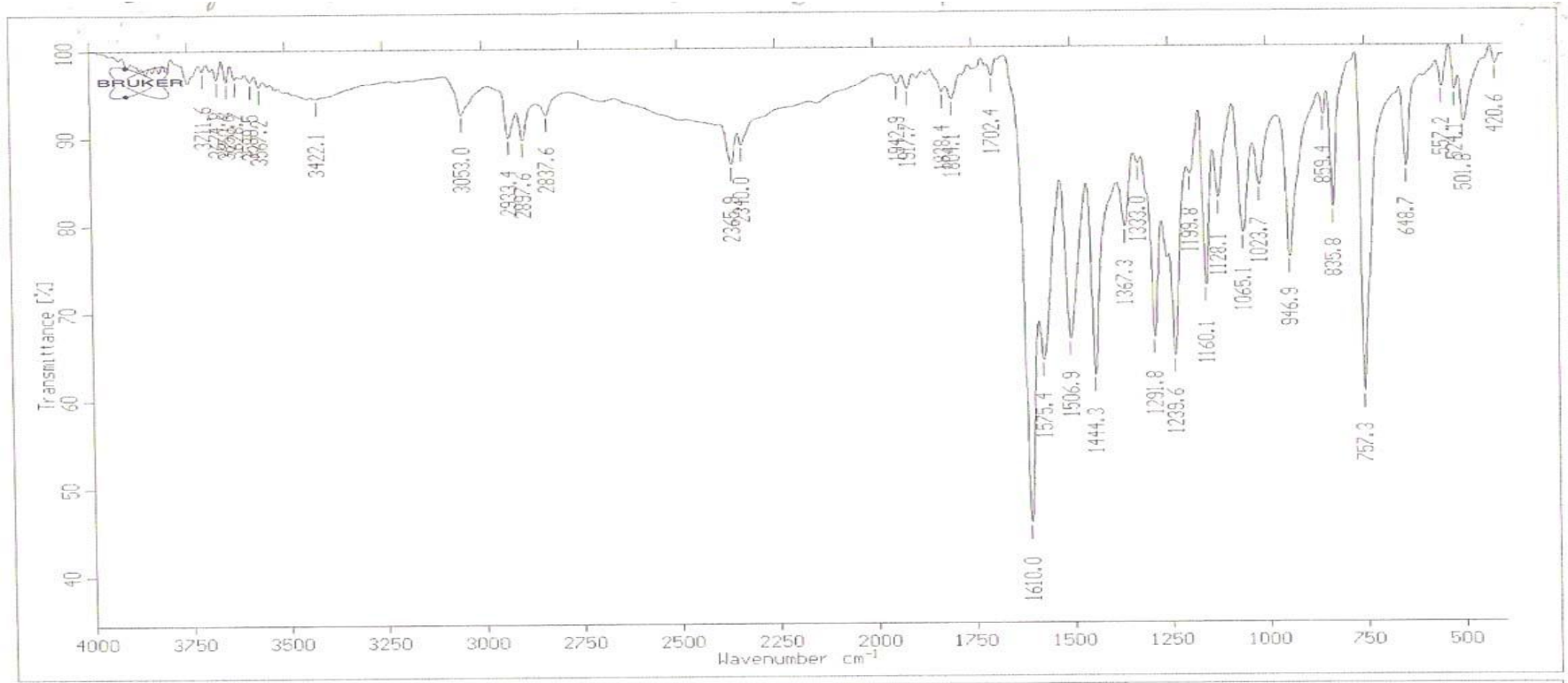
من دراسة طيف الرنين النووي المغناطيسي $^1\text{H NMR}$ لقاعدة شيف ($\text{C}_{18}\text{H}_{20}\text{N}_2\text{O}_2$)
لاحظ ظهور امتصاصات عند $(-\text{CH}_2-)$ 3.924 ppm, $(-\text{CH}_3)$ 2.432 ppm
(aromatic hydrogen) 6.700 – 7.00 ppm, $(-\text{OH phenolic})$ 15.986 ppm (10)
وهذه المجموعات تؤكد تركيب المركب منحنى (2)



منحنى (2) طيف الرنين النووي المغناطيسي لقاعدة شيف ($\text{C}_{18}\text{H}_{20}\text{N}_2\text{O}_2$)

4.3 طيف الأشعة تحت الحمراء لقاعدة شيف:

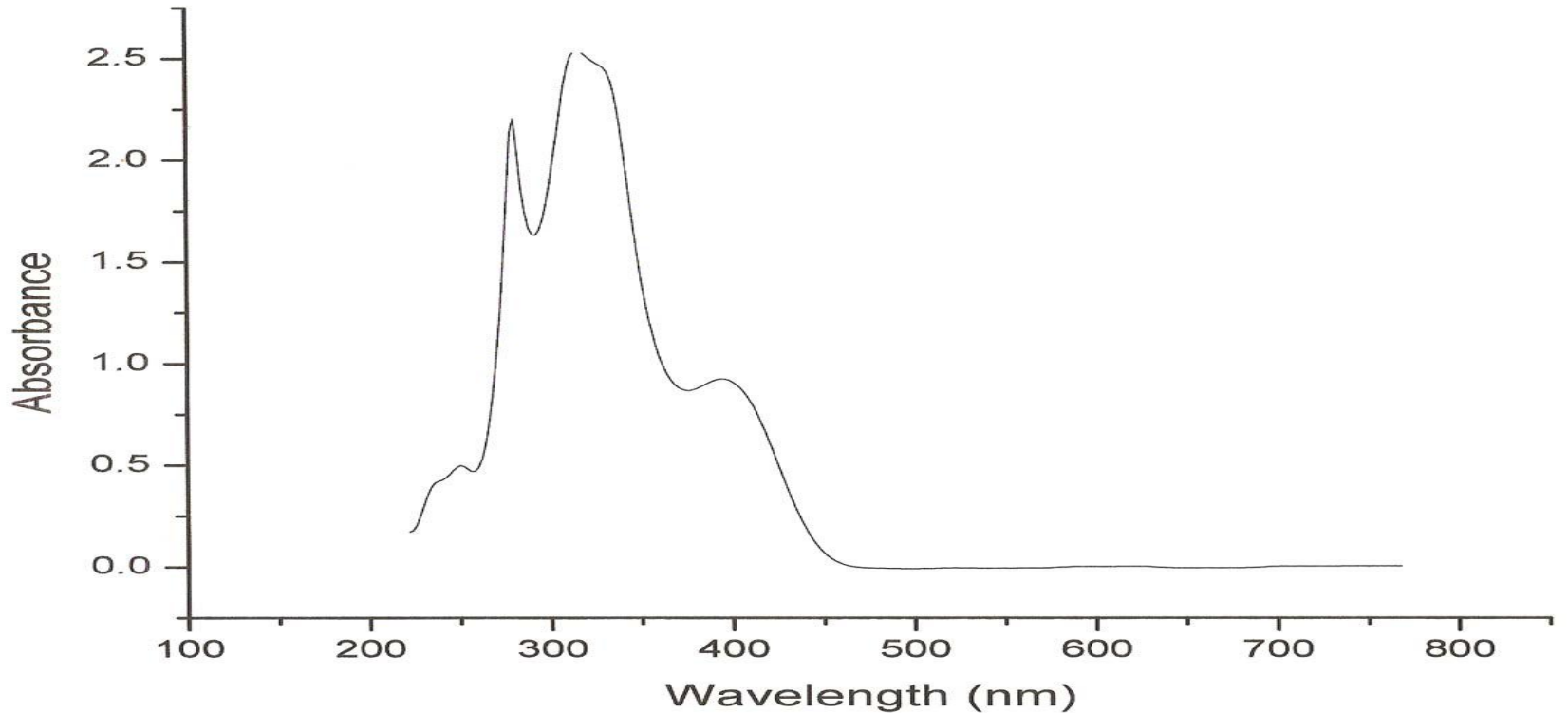
من دراسة طيف الأشعة تحت الحمراء منحني (3) لاحظ العديد من الامتصاصات ومن اهمها عند مدي 1610 سم⁻¹ ويدل على مجموعة الازوميتين (-HC=N-) وعند مدي 3053 – 2817 سم⁻¹ لمجموعتي CH₂, CH₃ وعندى مدي 3422 سم⁻¹ يدل على مجموعة OH -فينول (11,12)



منحني (3) طيف الأشعة تحت الحمراء لقاعدة شيف (C₁₈H₂₀N₂O₂)

5.3 طيف الأشعة البنفسجية لقاعدة شيف:

من دراسة طيف الأشعة البنفسجية لقاعدة شيف منحني (4) لاحظ الامتصاصات عند مدي
420 nm (CT)، $\pi \rightarrow \pi^*$ و 340 nm و $n \rightarrow \pi^*$ 280 nm
يحدث في حلقة الفينول وانتقال $\pi \rightarrow \pi^*$ يحدث في $n \rightarrow \pi^*$ حيث انتقال
-HC=N- و (CT) و انتقال الشحنة (13).



منحني (4) طيف الأشعة البنفسجية لقاعدة شيف ($C_{18}H_{20}N_2O_2$)

الخلاصة

تم تخليق وتشخيص قاعدة شيف المشتقة من أثيلين ثنائي أمين مع 2- هيدرووكسي اسيتوفينون باستخدام التقنيات الفيزيائية والطيفية (تعيين درجة الانصهار، التحليل العنصري، طيف الأشعة تحت الحمراء، طيف الكتلة، الرنين النووي المغناطيسي، الأشعة فوق البنفسجية). حيث أظهرت نتائج التحليل الصيغة البنائية لقاعدة شيف المحضرة.

المراجع

Reference

1. [الاتحاد الدولي للكيمياء البحتة والتطبيقية](#). "[anils](#)". [Compendium of Chemical Terminology](#) Internet edition.
2. [الاتحاد الدولي للكيمياء البحتة والتطبيقية](#). "[Schiff base](#)". [Compendium of Chemical Terminology](#) Internet edition.
3. Synthesis of 2-([4-(4-((E)-1-(2-hydroxy-3-methoxyphenyl(methylidene]amino }phenoxy)phenyl]imino }methyl)-6-methoxy phenol A. A. jarrahpour, M. Zarei [Molbank](#) **2004**, M352 [1\]\] open access](#) publication.
4. March Jerry; (1985). Advanced Organic Chemistry reactions, mechanisms and structure 3rd ed.). New York: John Wiley
- 5- D. R. Richardson, D.S. Kalinowski, S. Lau, P.J. Jansson, D.B. Lovejoy, Biochimica et Biophysica Acta (BBA), 1790 (8) 702 20099
- 6- R. Rajavel , M. Senthil , E.J. chem..soc. ,vol5 , No3 , p.620.(2008)
- 7- K. Nakamoto" Infrared Spectra and Raman Spectra of Inorganic and Coordination Compounds " 4th ed Wiley Interscience, New York, 258 (1980).

8. Abdsalam M. Ali Hamil, Marie M. El-Ajaily, Mohamed Abdelkrim, Mohamed Himmet and Hamed Ali Bogdadi, Preparation, Spectral Characterization and Antibacterial Activity of some Divalent and Trivalent Metal Ion Schiff Base Complexes. *J. Biol. Chem. Chron.*, 1(1), 11-14(2015).
- 9 - A.M. Hamil, K. M. Khalifa, S.A. Mukhtar, Y.A. Alkhayali, S.A. Saad, Complex formation of Cr^{3+} , Co^{2+} , Ni^{2+} and Cu^{2+} ions using 4-(2-hydroxybenzyliden-amino)-3-hydroxynaphthalene-1-sulfonic acid, *Mansoura Journal Of Chemistry*, vol. 42(1) 41 – 53 (2015).
10. MM. El-ajaily, M. Abdelkarem, M. Himmet, AM. Hamil and HA. Boghdadi, Preparation, Spectroscopic Characterization and Antibacterial Activity of New Schiff Base Complexes. *International Journal of Research in Pharmaceutical and Biomedical Sciences*, Vol. 3 (4) Oct – Dec(2012).
11. F.A. Abdlsead1, M. M. El-ajaily , *International Journal of Pharm.Tech. Research*, 1 (4) 1097-1103, (2009).
12. F.M. Morad, M. M. EL-ajaily, S. F. Ben- Gweirif, Garyounis University Press *Journal of Science and Its Applications*, 1(1), 72-78 (2007).
- 13- Yildiz, M., Dulger B., Koyuncu, S.Y and Yapici, B.M. (2004) , "Synthesis and antimicrobial activity of bis(imido) Schiff bases derived from thiosemicarbazide with some 2- hydroxyaldehydes and metal complexes", *J. Indian Chem. Soc.* 81, 7.