دراسة طيفية وبايولوجية للصبغة الازوية 5- (4 - سلفون اميدو ازو)- 8- هيدروكسي كوينولين ومعقداتها مع الحديد (III) والرصاص (II)و الكادميوم (II) والنيكل(II)

خولة سلمان عبد الرسول[1] ، رافد حميدان عبد العباس[2]

[1] - قسم الكمياء الصيدلانية– كلية الصيدلة – جامعة البصرة – البصرة – العراق

[2] - قسم الكمياء– كلية التربية للعلوم الصرفة –جامعة البصرة – البصرة – العراق

الملخص **Abstract**

تم في هذة الدراسة تحضير الصبغة الازوية 5- (4 - سلفون اميدو ازو) - 8- هيدروكسي كوينولين والتي استخدمت ككاشف للتقدير الطيفي لايونات الحديد (III) ،الرصاص (II)، الكادميوم (II) و النيكل (II) . تم دراسة كل من الصبغة و معقداتها طيفيا ووجد انها تكون معقدات بنسب 1:1 و 1: 2 [فلز:صبغة] بالاستعانة بطريقة التغيير المستمر . درست الظروف المثلى لتكوين المعقدات و حسب مدى انطباق قانون بير للمعقدات ومعامل الامتصاص المولاري و الامتصاصية النوعية و حساسية ساندل و معامل الارتباط للمعقدات ، وحسبت ايضا ثوابت التكوين للمعقدات قيد الدراسة بالاستعانة بطريقة نصف قيم دالة التكوين ووجد انها تساوي 4.85 ، 4.75 ، 5.13 ، 4.84 لكل من معقدات Fe-L و PbL و Cd-L و Ni-L على التوالي. شخصت الصبغة و معقداتها بعدة طرق وهي FT-IR وCHN وUV-Vis , درست ايضا الفعالية البايولوجية للصبغة ومعقداتها لنوعين من البكتريا السالبة و الموجبة لصبغة كرام واوجدت النتائج انها تمتلك فعالية بايولوجية تجاة النوعين .

كلمات مفتاح : دراسات طيفية ، اصباغ ازوية ، تقدير طيفي للعناصر الانتقالية ، فعالية بيولوجية.

المقدمة Introduction

تطلق صبغة على مصطلحين (pigments, Dyes) حيث تمتاز المواد الملونة Pigment s بانها مواد ذات اشكال بلورية خاصة وتراكيب كيمياوية معروفة وهي تحتفظ بتراكيبها البلورية اوالجزيئية خلال عملية استخدامها في حين تطلق كلمة (Dyes) على الصبغات التي تفقد صفاتها التركيبية خلال عملية استخدامهالعملية التحلل او التبخر [(1)] يستخدم مصطلح الاصباغ Dyes و المواد الملونة pigments صفا الى صف في الادبيات ،حيث تستخدم الاصباغ في تلوين المواد الغذائية و الصناعات النسيجية ،بينما تستخدم المواد الملونة في صبغات الاحبار و مواد الطلاءو مستحضرات التجميل[(2)]. تشكل مركبات الازو حوالي 60 -70 % من جميع انواع الاصباغ [(3)] ويرجع سبب تسميتها الى وجود مجموعة الازو (-N=N-) ذات التهجين sp^2 و المرتبطة بالنظام الاروماتي [(4)] .

تعد اصباغ الازو ذات اهمية كبيرة بسبب استخداماتها الواسعة في الصناعات المختلفة حيث تستخدم بشكل واسع في مجال التخليق العضوي بوصفها كواشف في قياس الشدة الضوئية [(5)] كما وتستعمل الاصباغ الازوية بشكل واسع للتقدير الطيفي للعديد من العناصر [(6، 7)] ، حيث استعمل المركب 2-(5 -Bromo -2-Pyridylazo)-5-(dimethyl amino)phenol

Br-PADAP) في التقدير الطيفي للكوبلت و النيكل و الفناديوم و حامض الاسكوربك الموجود في عصير الفواكة و الادوية [8].

استخدم المركب 8 - هيدروكسي كوينولين لتحضير العديد من الاصباغ الازوية وباعتبارة جزء اساسي في تركيبها حيث استخدم المركب 8- هيدروكسي كوينولين لتحضير الصبغة الازوية مع (8 -امينو – 1- نفثول – 3 ،6 – ثنائي حامض السلفونيك) واستخدمت الصبغة للتقدير الطيفي لكل من الالومنيوم والاناديوم كما واستخدمت هذة الصبغة كدليل حامضي قاعدي في التقدير الطيفي [9]. كما واستخدمت الصبغة الازوية 5-(4 – امينو انتيبايرين ازو)- 8 –هيدروكسي كوينولين للتقدير الطيفي لكل من النحاس و الخارصين ووجد ان لهذة الصبغة فعالية بايلوجية مثبطة لنمو البكتريا المرضية [10] تم تقديربعض مركبات السلفا الموجودة في المركبات الصيدلانية عن طريق الاقتران مع 8- هيدروكسي كوينولين لتكوين الازو [11].

تم استخدام الاصباغ الازوية كعقاقير فقد وجد ان مركباتها تمتلك صفات مثبطة لنمو الجراثيم [12].وتم استخدام المادة Prontosil وهي من المركبات الازوية دواءا مضاد للسرطان و القرحة [13].وكذلك المركب SalicylazoSulfopyridine و المعروف باسم Azalfidine فقد تم استعمالة لمعالجة تقرحات القولون Ulcerative Colitic [14]. كما وتستخدم الاصباغ الازوية في الكشف عن السكريات الاحادية مثل الكلوكوز و السكريات الاخرى [15].

تم في هذه الدراسة تحضير الصبغة الازوية 5 – (4 – سلفون اميدو ازو) – 8 – هيدروكسي كوينولين من تفاعل المركب 8- هيدروكسي كوينولين مع المركب سلفونيل امايد عن طريق تفاعل الازدواج واستخدمت ككاشف طيفي للعناصر(الحديد الثلاثي والرصاص الثنائي و الكادميوم الثنائي و النيكل الثنائي).

الاجهزة المستعملة Instruments

سجلت القياسات الطيفية للامتصاص في المنطقة المرئية وذلك باستخدام جهاز Spectrophotometer موديل 1100 الموجود في كلية الصيدله جامعة البصرة وقد استخدمت للقياس خلية من الكوارتز طول مسارها البصري (1cm). اجري التحليل العنصري الدقيق لعناصر كاربون ، هيدروجين ونايتروجين للصبغه المحضره باستخدام جهاز CHNS-OPerkin موديل 2400-11 في جامعه تربية معلم ، جمهوريه ايران الاسلاميه وسجلت اطياف الاشعة تحت الحمراء باستعمال تقنية قرص بروميد البوتاسيوم وباستعمال جهاز FT-IR موديل S8400 الموجود في كلية العلوم / جامعة البصرة . تم قياس درجة الانصهار للصبغة المحضرة باستعمال جهاز Stuart SMP3 واستعمل ميزان حساس من شركة E. Metter للوزن.

المواد الكيمياوية Materials

جميع المواد الكيميائية المستعملة في البحث جهزة من شركتي Merck و Fluka وهي نترات الحديد يك تساعي الماء ،نترات النيكل سداسي الماء ، نترات الرصاص ، نترات الكادميوم ،خلات الصوديوم ، حامض الخليك ،حامض الهيدروكلوريك ، حامض البوريك ،حامض الفسفوريك ، نتريت الصوديوم ، هيدروكسيد الصوديوم ، ايثانول ، 8- هيدروكسي كوينولين ،سلفونيل امايد

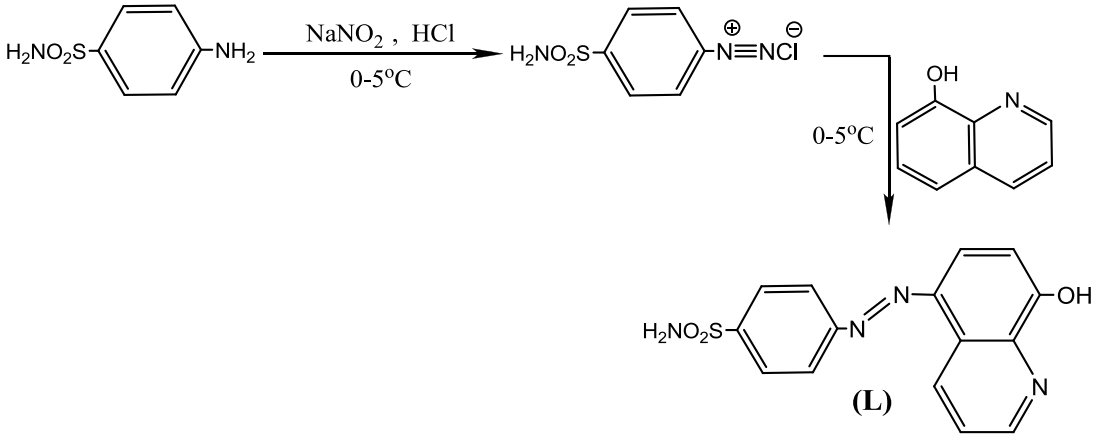
تحضير الصبغة الازوية preparation of azo dye

تم تحضير الصبغة الازوية حسب طريقة العمل التالية[16] :

اخذ وزن (0.688g) و الذي يعادل (4 mmol) من المادة سلفونيل امايد وذوب في مزيج يحتوي على (1 ml) من الماء المقطر و(1 ml) من حامض الهيدروكلوريك المركز ووضع المزيج في حمام ثلجي دون 5 ْم .واخذ وزن (0.305g) من نتريت الصوديوم وتم اذابتة في (5 ml) من الماء المقطر ووضع المحلول في حمام ثلجي دون 5 ْم . حضر ملح الدايزونيوم

باضافة محلول نتريت الصوديوم المحضر في الخطوة الثانية على شكل قطرات الى المحلول البارد المحضر في الخطوة الاولى مع التحريك المستمر و الحفاظ على درجة الحرارة دون 5 ◦م .

اخذ وزن (0.851g) من المدة 8 – هيدروكسي كوينولين و الذي يعادل (4mmol) في 5 ml من محلول هيدروكسيد الصوديوم (% 25) وبرد المحلول دون 5 م في حمام ثلجي . اضيف ملح الدايزونيوم المحضر في الخطوة الثالثة ببطء مع التحريك المستمر للمحلول القاعدي للمركب المحضر في الخطوة الرابعة و لوحظ ظهور راسب احمر اللون للصبغة وعند اكتمال الاضافة لملح الدايزونيوم تم معادلة محلول الصبغة الناتجة باضافة محلول مخفف من حامض الهيدروكلوريك. تركت الصبغة الناتجة لمدة 24 ساعة في الثلاجة .رشح الناتج وغسل عدة مرات بالماء المقطر فتم الحصول على الناتج بشكل بلورات حمراء غامقة. النسبة المئوية للناتج 64 % ، درجة الانصهار هي (235 ◦م)، الصيغه الجزيئيه للصبغه الازويه L هي $C_{15}H_{12}N_4O_3S$ تحليل(C.H.N) النظري% C = 54.87 , H = 3.66 , N = 17.07 و العملي % ; C = 54.79 , H = 3.68 ، N= 17.11. مخطط (١) يوضح طريقة تحضير الصبغة.



مخطط (1) : يمثل طريقة تحضير الصبغة الازوية

تحضيرالمحاليل القياسية preparation of standard solution

تم تحضير محاليل ايونات العناصر بتركيز($1x10^{-3}$) مولاري وذلك باخذ وزن (0.040 g) و (0.033g) و (0.030g) و(0.029g) لكل من نترات الحديديك ،نترات الرصاص، نترات الكادميوم و نترات النيكل على التولي و اكمل الحجم الى 100 ml بالماء المقطر في قنينة حجمية سعة 100 ml لكل محلول .

تم تحضير محلول الصبغة الازوية المحضرة[L] بتركيز($1x10^{-3}$) مولاري وذلك باخذ وزن (0.032g) من الصبغة واكمل الحجم الى 100 ml بالايثانول في قنينة حجمية سعة 100 ml.

تم تحضير مدى من المحاليل المنظمة و بقيم اس هيدروجيني (2-12) وباستعمال المحلول المنظم العالمي [16] .

الفعالية البايلوجية Biological activity

تم دراسة الفعالية البايلوجية للصبغة الازوية (L) باستخدام نوعان من البكتريا المرضية الموجبة لصبغة كرام وهي Escherichia coli و السالبة لصبغة كرام وهي .Staphylococcus sp وقداستخدمت تقنية الانتشار عبر سطح الاكار Ager diffusion لزرع البكتريا و تكاثرها [17]، حضر النموذج في هذة الدراسة بتركيز(1 مولاري) وقد اجريت الدراسة في كلية الصيدلة – جامعة البصرة .

النتائج و المناقشة Results and Discussion

يبين الشكل (1) طيف IR للصبغة المحضرة(L) و معقداتها مع الحديد [Fe-L] والرصاص [Pb-L] والكادميوم [Cd-L] و النيكل [Ni-L] حيث يلاحظ اهم الحزم التي كان من المتوقع ظهورهابالنسبة للصبغة المحضرة ومنها :

اما بالنسبة الى اطياف المعقدات فيلاحظ ظهور حزمة امتصاصية عائدة لمجموعة الهيدروكسيل التي من المتوقع اختفاءها الا ان احتمالية دخول جزيئات الكحول الاثيلي ضمن تركيب المعقد المحضر جعل الحزمة تظهر في طيف المعقد [18] الا ان الاختلاف في الشدة لهذة الحزمة يبدو واضحا عند الانتقال من الليكاند الى المعقد . كذلك يظهر حصول ازاحات لمواقع الحزم C=C و N=N بمقدار ($50 -30\ cm^{-1}$) عند الانتقال من طيف الليكاند الى طيف المعقدات.

درست اطياف الامتصاص الالكترونية للصبغة الازوية [L] في المنطقة المرئية و بمدى (360 - 600 نانوميتر)وقد اظهر الطيف حزمة امتصاص رئيسية عند 400 نانوميتر اعزيت الى الانتقال$\pi^*-\pi$ في مجموعة الازو في مذيب الكحول الاثيلي.

تم دراسة ثوابت التاين و البرتنة للصبغة الازوية المحضرة وذلك بالاستعانة من دراسة تاثير الاس الهيدروجيني في اطياف الامتصاص الالكترونية للصبغة في سلسلة من محاليل منظمة مختلفة الاس الهيدروجيني وبتركيز(0.6×10^{-4}) مولاري للصبغة وباستعمال المحلول المنظم العالمي Universal buffer solution مدى من الاس الهيدروجيني (2 - 12) وباستعمال المحلول المنظم كمحلول مرجع .و استعملت طريقة منتصف الارتفاع (Half Height method) لحساب ثوابت التاين و البرتنة للصبغة الازوية (L) [19] ووجد ان قيمة PKp وهو يمثل ثابت برتنة ذرة النايتروجين الكوينولينية يساوي(6.45) وPKa يساوي (9.84) وهو يمثل قيمة ثابت تاين مجموعة الهيدروكسيل الكوينولينية .

الظروف الفضلى لتكوين المعقدات Optimization of Condition

تم دراسة الظروف الفضلى لتكوين معقدات كل من الحديد (III) ،الرصاص (II)، الكادميوم (II) و النيكل (II) مع الصبغة الازوية (L) وهي:

1- تاثير الاس الهيدروجيني PH- Effect

درست اطياف الامتصاص الالكتروني لمحاليل معقدات الحديد (III) ،الرصاص (II)، الكادميوم (II) و النيكل (II) مع الصبغة الازوية (L) باستعمال المحلول المنظم العالمي(Universal Buffer solution) و بمدى من الاس الهيدروجيني (2 - 12) وقيست الامتصاصية بمدى من الاطوال الموجية (360 - 600 نانوميتر) ووجد ان محلول المعقدات عند قيمة الاس الهيدروجيني (12) يعد مناسبا لتكوين معقدات الحديد (III) ،الرصاص (II)، الكادميوم (II) وعند قيمة الاس الهيدروجيني (11) بالنسبة للنيكل(II) حيث تمتلك كل المحليل بالنسبة للمعقدات لون احمر قاتم مما يدل على استقرارية الصبغة وتحولها الى الصيغة السالبة، ثم سهولت ارتباطها بالايون الموجب ولكن يفضل في الدراسة الحالية استخدام الكحول الاثيلي بسبب استقرارية

المعقدات باستخدام الكحول الاثيلي مقارنة مع المحلول المنظم القاعدي القوي حيث يعاني المحلول من التعكرية بعد فترة قليلة من الزمن مقارنة مع الكحول الاثيلي.

2- اختيار الطول الموجي **Wave length selective**

تم تحضير محلول الصبغة الازوية المحضرة (L) وبتركيز ($0.8x10^{-4}$ مولاري) في الكحول الاثيلي و سجل طيف الامتصاص للصبغة وباستعمل الكحول الاثيلي كمحلول مرجع ،ثم حضرة سلسلة من محاليل معقدات كل من الحديد (III) ،الرصاص (II)، الكادميوم (II), للنيكل(II) مع الصبغة الازوية (L) بنسبة 1:1(فلز : صبغة)و بتركيز ($0.8x10^{-4}$ مولاري) لكل من الفلز و الصبغة و باستعمال الكحول الاثيلي محلول مرجع تمت الدراسة في المنطقة المرئية و بمدى من الاطوال الموجية (360 - 600 نانوميتر) ووجد ان الطول الموجي الاقصى للصبغة الازوية المحضرة (L) هو 400 نانوميتر اما معقداتها مع الحديد (III) ، الرصاص (II)، الكادميوم (II), للنيكل(II) فان الاطوال الموجية القصوى هي (425 نانوميتر) و (450 نانوميتر) و(460 نانوميتر) و(470 نانوميتر) لكل معقد على التوالي و يوضح الشكل (2) اطياف الامتصاص الالكترونية لمعقدات كل من الحديد (III) ،الرصاص (II)، الكادميوم (II) , للنيكل(II) مع الصبغة الازوية المحضرة (L).

3- تاثير تعاقب الاضافة **Sequence of addition effect**

درست ثلاث تعاقبات اضافة مختلفة وهي(فلز + صبعة + كحول اثيلي) و (فلز + كحول اثيلي + صبغة) و(صبغة +كحول اثيلي +فلز) واوضحت النتائج ان انسب التعاقبات المدروسة للمعقدات كافة هو (فلز + صبغة + كحول اثيلي) حيث اعطى اعلى قيمة امتصاص عند الطول الموجي الاقصى للامتصاص و الخاص بكل معقد قيد الدراسة .

4- تاثير الزمن **Time effect**

تمت دراسة تاثير الزمن على اطياف امتصاص المعقدات مع الصبغة الازوية المحضرة (L) و بمدد زمنية تتراوح بين (0.5 – 1500 دقيقة) واوضحت النتائج ان جميع المعقدات تتكون بصورة انية وتبقى مستقرة اكثر من 24 ساعة وان الزمن الملائم لاجراء الدراسات الطيفية للمعقدات هو (10 – 120) دقيقة بالنسبة لمعقد الحديد و (10 – 60) دقيقة بالنسبة لمعقد الرصاص و الكادميوم و (10 – 100) دقيقة بالنسبة لمعقد النيكل مع الصبغة الازوية المحضرة (L) وتمت الدراسة عند الطول الموجي الاقصى الخاص بكل معقد وبتركيز($0.8x10^{-4}$ مولاري) لكل من الصبغة ومحاليل الايونات المدروسة .

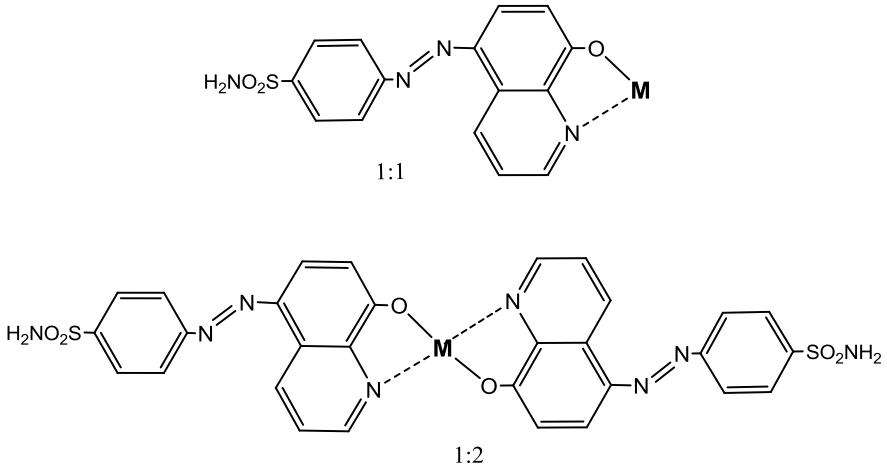
5- تاثير درجة الحرارة **Temperature effect**

تم دراسة تاثير درجة الحرارة على امتصاصية محلول معقدات ايونات كل من من الحديد (III) والرصاص (II)و الكادميوم (II) والنيكل(II) مع الصبغة الازوية و لوحظ ان لدرجة الحرارة تاثير على ثبوتية المعقدات و اعتبرت درجة الحرارة ما بين(20– 40 ·م) هي الدرجة المناسبة للحصول على افضل امتصاص .و اعزيت قلة امتصاص المعقدات في درجة الحرارة اكثر من(40 ·م) هو بسبب تفكك المعقدات اعلى من(40 ·م)، و يوضح الشكل (3) تاثير درجة الحرارة على ثباتية المعقدات عند الطول الموجي الاقصى الخاص بكل معقد وبتركيز($0.8x10^{-4}$ مولاري) للمعقد .

الدراسات الطيفية **Spectrophotometric studies**

1- تحديد النسب الجزيئية للمعقدات **Stoichiometery of formed complexes**

اوضحت نتائج الدراسات الطيفية للصبغة الازوية المحضرة 5 – (4 – سلفون اميدو ازو) – 8 – هيدروكسي كوينولين ان النسب الجزيئية لمعقداتها مع كل من الحديد (III) ،الرصاص (II)، الكادميوم (II) , للنيكل(II)هي (1:1) و(1:2) (فلز – صبغة) وقد استعملت طريقة التغيير المستمر (Continuous variation method) للدراسة وفي هذة الطريقة تحضر سلسلة من المحاليل و بتراكيز متغيرة من الفلز و الصبغة و بمدى ($0.2x10^{-4}$ مولاري – $x10^{-4}$ 2.0 مولاري) و ابقاء التركيز الكلي للمعقد ثابت ومن ثم يتم تسجيل الامتصاص للمعقد المتكون مستخدمين محلول الصبغة غير المتفاعلة محلول مرجع [20]، ولوحظ ظهور قمتان ذوات كسر مولي مساوي الى(0.33 و 0.5)مما يدل على تكوين معقدات من نوع (ML_2)و (ML_1) على التوالي و لجميع المعقدات المدروسة كما يوضح الشكل (4) . ويوضح الشكل (5) الصيغه التركيبيه المقترحه للمعقدات المتكونه.



شكل (5): الصيغة التركيبية المقترحة للمعقدات المتكونة.

2- قانون بير **Beer's law**

تم دراسة انطباق قانون بير على محاليل المعقدات قيد الدراسة من خلال منحني المعايرة المرسوم(Calibration Curve) بين الامتصاص و التركيز بوحدات ppm كما يوضح الشكل (6) ومن اجل ان يقترب منحني المعايرة نحو المثالية وبدقة عالية فقد استخدمت طريقة Optimum blank compensation [21]

تتمثل حساسية الطريقة بصورة عامة من خلال رسم منحني المعايرة بين الامتصاصية و التركيز و يستخدم هذا المصطلح غالبا ليدل على اقل تركيز او كمية قابل للتقدير للمادة المعينة حسب معامل الامتصاص المولاري (ε)(Molar absorptivity) عند الطول الموجي الاقصى للمعقد والذي يعد بمثابة التعبير العددي لحساسية الطريقة والمساوي لميل منحني المعا يرة المرسوم بين الامتصاصية و التركيز المولاري تم كذلك حساب قيم الامتصاصية النوعية **(a)** Specification absorptivity و التي تمثل ا متصاص واحد جزء بالمليون من المادة في خلية طول مسارها الضوئي(1) سنتمتر .ويتم تعيينها بدلالة معامل الامتصاص المولاري كما في المعادلة

كذلك تم حساب قيم حساسية ساندل **(S)** Sandell Sensitivity للمعقدات المدروسة وهي تعبير عن حساسية الطريقة الطيفية وتمثل عدد المايكروغرامات من المادة المراد تعيينها لكل مللتر من المحلول بقيمة امتصاص مساوية الى0.001 في خلية طول

مسارها الضوئي 1 سنتمتر . وتعين حساسية ساندل بدلالة الامتصاصية النوعية كما في المعادلة الاتية :

$$S=10^{-3}/a$$

حيث a الامتصاصية النوعية

وتم كذلك حساب معامل الارتباط **(r)** (Correlation Coefficient) [16] ، ويوضح الجدول (2) قيم معامل الامتصاص المولاري والامتصاصية النوعية وحدود انطباق قانون بير وحساسية ساندل ومعامل الارتباط لمعقدات كل من الحديد (III) ،الرصاص (II)، الكادميوم (II) , للنيكل(II) مع الصبغة الازوية المحضرة (L) عند الطول الموجي الاقصى لكل معقد .

3- ثوابت التكوين Formation constants

تم حساب ثوابت تكوين المعقدات مع الصبغة الازوية باستعمال طريقة المحاليل المتناظرة حيث تم تحضير سلسلتين من المحاليل ذات تركيزين ثابتين من الفلز المعني (C_1M وC_2M) بحيث يكون C_1M اكبر من C_2M و بتراكيز متغيرة من الليكاند في كل سلسلة (C_1L و C_2L) اذ ان دور طريقة المحليل المتناظرة هو جمع البيانات اللازمة لتطبيق طرائق حساب ثوابت التكوين وتتضمن هذه البيانات قيمة تركيز الليكاند الحر [L] في كل محلول من محليل المعقدات قيد الدراسة و دالة التكوين لهذا المعقد (n) التي تمثل مدى تكوينة أي انها تمثل النسبة بين تركيز الليكاند الداخل في تركيب المعقد الى التركيز الكلي للفلز المعني

تم استخدام طريقة نصف قيم دالة التكوين(Half Value of formation function method) [22] لحساب ثوابت تكوين معقدات كل من الحديد (III) ،الرصاص(II)، الكادميوم (II) , للنيكل (II) مع الصبغة الازوية (L) وفي هذة الطريقة تحسب قيم ثوابت التكوين للمعقدات من خلال منحني التكوين الذي نحصل علية من رسم قيم دالة التكوين n للمعقد المعني مقابل اللوغارتم السالب لتركيز الليكاند الحر (PL) ويوضح الشكل (7) منحني تكوين معقدات كل من الحديد (III) ، الرصاص (II) ، الكادميوم (II) , للنيكل (II) مع الصبغة الازوية المحضرة (L).ومن خلال هذا الشكل ،عندما n = 0.5 فان $\log k_1 = PL$ وعندما n = 1.5 فان $\log k_2 = PL$ حيث $\log k_1$ و $\log k_2$ تمثلان قيمتي ثابتي تكوين الخطوتين الاولى و الثانية للمعقد المعني ، وان$\log k_1 = \log \beta_1$ و $\log \beta_2 = \log k_1 + \log k_2$ و يوضح الجدول (3) قيم ثوابت التكوين للمعقدات مع الصبغة الازوية المحضرة (L).

الفعالية البايولوجية Biological activity

الشكل (8) يبين الصورة التي توضح مناطق الحقن للصبغة المحضرة(L). على طبق البكتريا حيث بعد عملية الحقن تحضن لمدة 24 ساعة بدرجة حرارة 37 ْم ،بعدها تستخرج من الحاضنة وتقاس لها اقطار التثبيط (Inhibition Zone) ولوحظ ان الصبغة الازوية المحضرة (L). اعطت فعالية بايلوجية اتجاة البكتريا السالبة و الموجبة لصبغة كرام . وكذلك بالنسبة الى معقدات هذة الصبغة الازوية مع كل من الحديد (III) ،الرصاص(II)، الكادميوم (II) , للنيكل (II) حيث يبين الشكل ان هذة المعقدات تمتلك فعالية بايولوجية تجاة البكتريا السالبة و الموجبة لصبغة كرام و يلاحظ ايضا قلة اقطار التثبيط عند الانتقال من الصبغة الى المعقدات وقد يعزى ذلك الى تاثير ارتباط الايونات بمجموعة النايتروجين و الاوكسجين الكوينولية في المعقد و يوضح الجدول (3) الفعالية البايولوجية واقطار التثبيط للصبغة الازوية المحضرة (L).

الاستنتاجات Conclusion

استخدمت الصبغه الازويه 5- (4 - سلفون اميدو ازو) - 8- هيدروكسي كوينولين ككاشف للتقدير الطيفي لايونات الحديد والرصاص والكادميوم والنيكل . وبنسب ارتباط (1:1) و(2:1) وافضل درجة حراره للدراسه تراوح بين(20-40 م˚) وباستخدام الكحول الاثيلي للدراسة.ووجد ان للصبغة الازويه ومعقداتها فعاليه بيولوجيه تجاه البكتريا السالبه Escherichia coli والموجبه Staphylococcus aurous لصبغة كرام.ولوحظ ان للصبغه فعالية بيولوجيه اكثر من معقداتها قيد الدراسة.

جدول (1) قيم حدود انطباق قانون بير ومعامل الامتصاص المولاري و الامتصاصية النوعية و معامل الارتباط و حساسية ساندل للمعقدات قيد الدراسة عند الطول الموجي الاقصى الخاص بكل معقد .

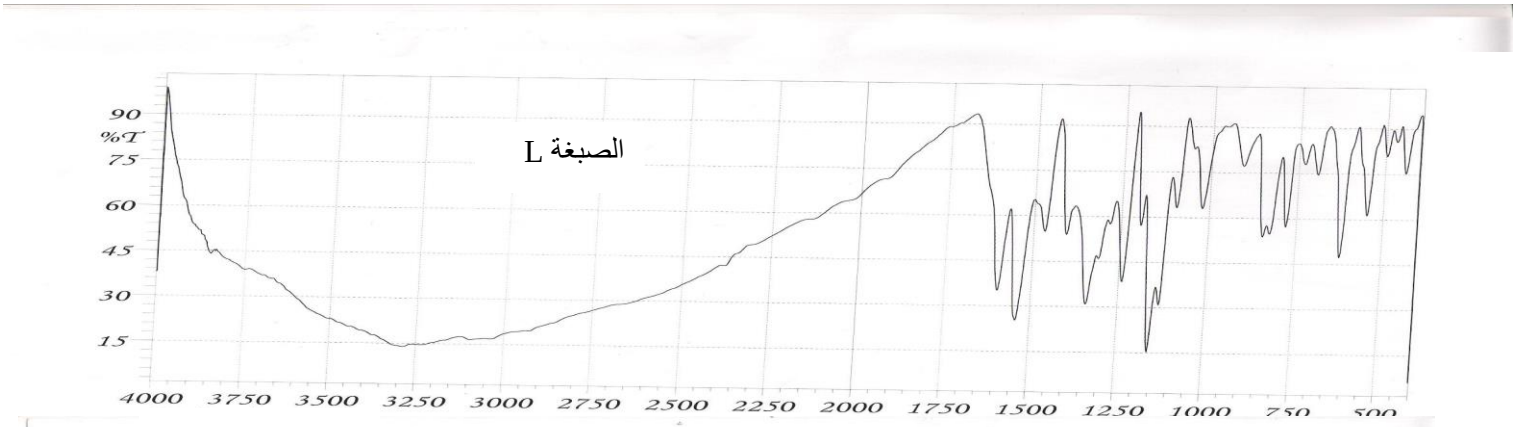
المعقد	الحد الاقصى لانطباق قانون بيير ppm	$\varepsilon x10^4$ $L.mol^{-1}.cm^{-1}$	a $ml.g^{-1}.cm^{-1}$	R	S $\mu g.cm^{-2}$
Fe - L	٧,٨١٩	٠,٤٩٩٧	٠,٠٨٩٥	٠,٩٩٨٢	٠,٠١١٢
Pb - L	٢٩,٠٠٧	٠,٧٠٥	٠,٠٣٤٠	٠,٩٩٦٩	٠,٠٢٩٤
Cd – L	١٧,٩٨٤	٠,٦٩١٧	٠,٠٦١٥	٠,٩٩٧٩	٠,٠١٦٢
Ni – L	٧,٠٤٥٠	٠,٤٩٩٨	٠,٠١٢٦	٠,٩٩٨٣	٠,٠٧٩٣

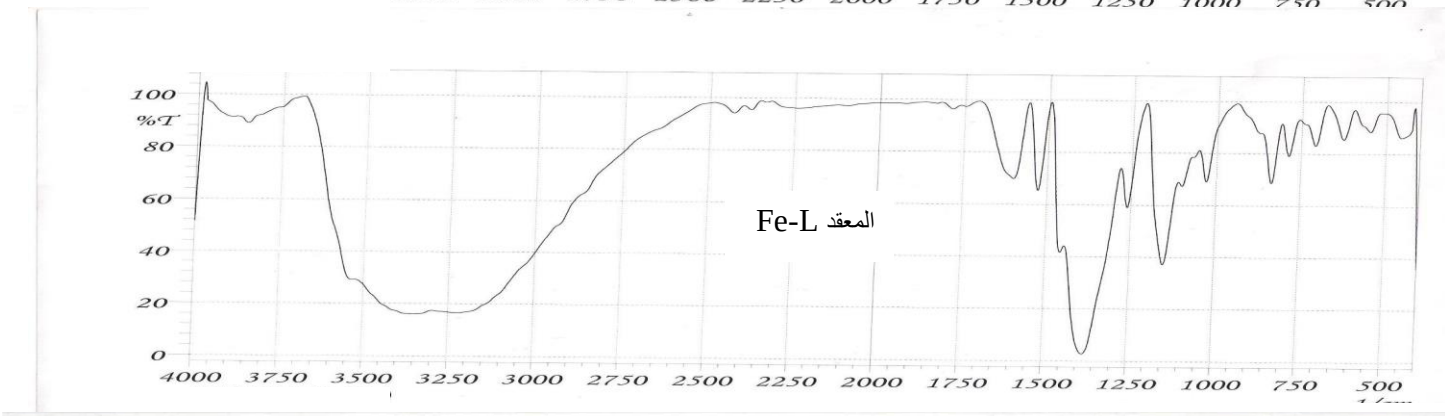
جدول 2 قيم ثوابت تكوين المعقدات مع الصبغة (L)

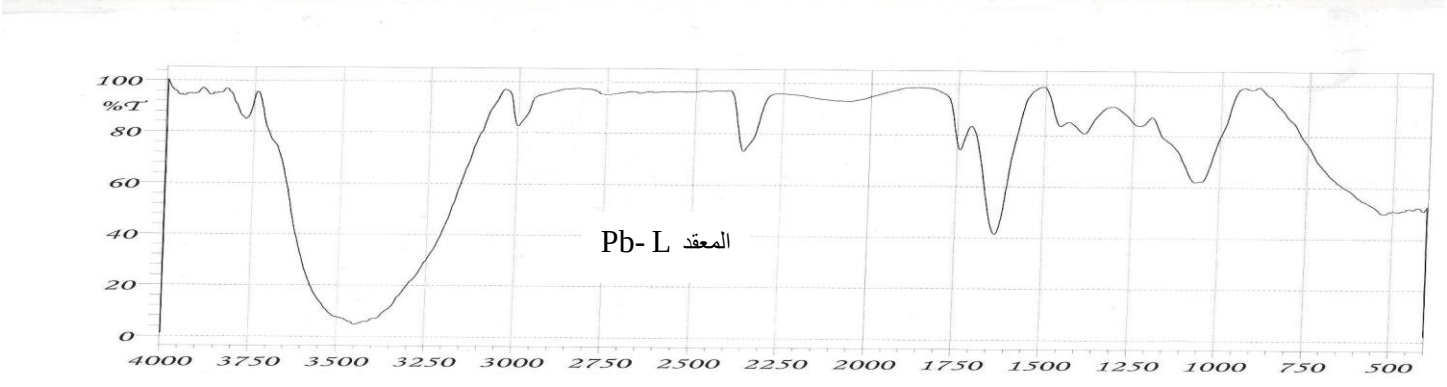
$Log\beta_2$	$Log\beta_1$	المعقد
٨,٧١	٤,٧٥	Fe – L
٩,٠٧	٤,٨٥	Pb – L
٨,٩٠	٤,٨٤	Cd – L
٩,٤٣	٥,١٣	Ni – L

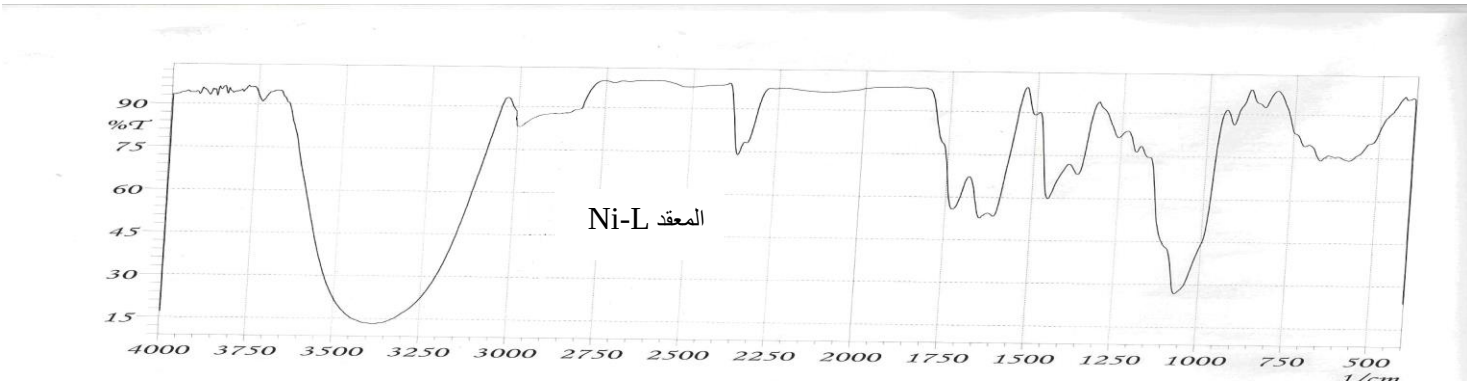
جدول (٣) اقطار التثبيط للصبغة الازوية المحضرة (L) و معقداتها

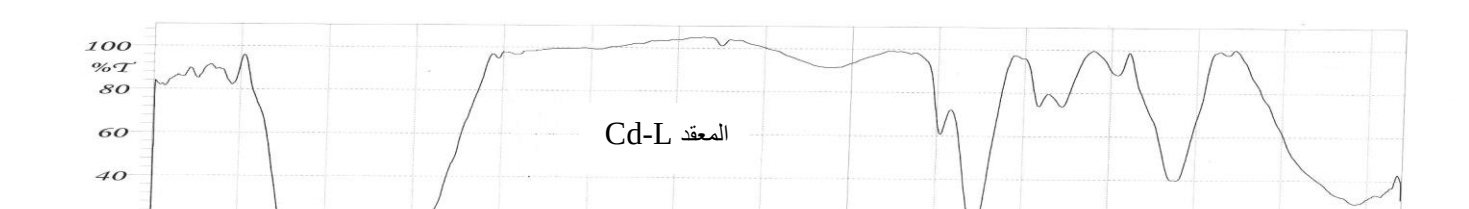
قطر التثبيط (nm)		**المركب**
Escherichia coli	***Staphylococcus***	
24	26	L
7	8	Fe - L
13	9	Pb - L
9	11	Cd - L
5	٧	Ni - L

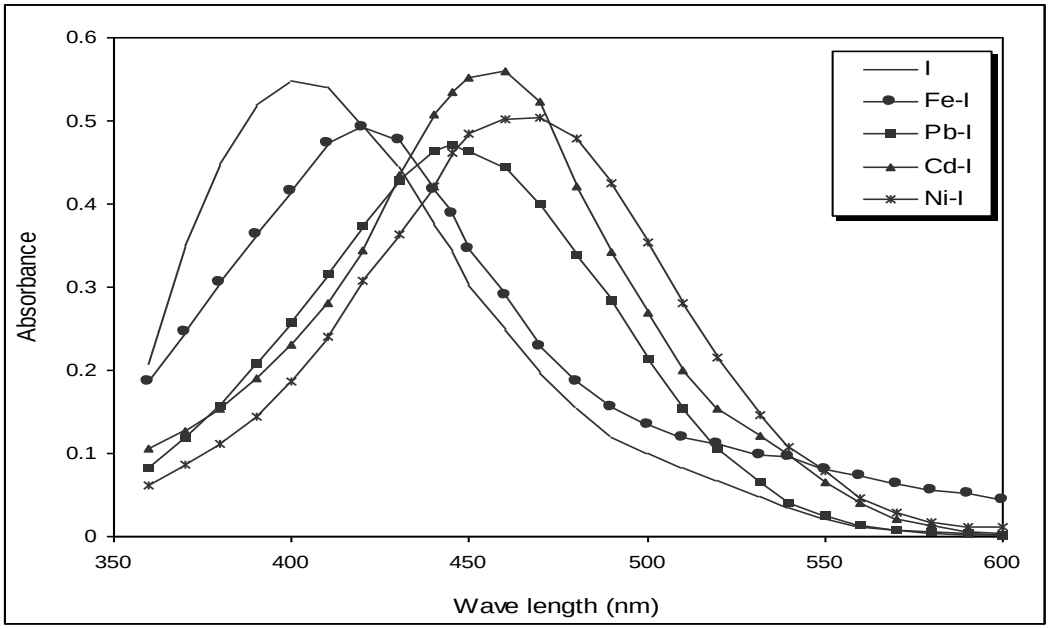

الصبغة L
%T
90
75
60
45
30
15
4000 3750 3500 3250 3000 2750 2500 2250 2000 1750 1500 1250 1000 750 500

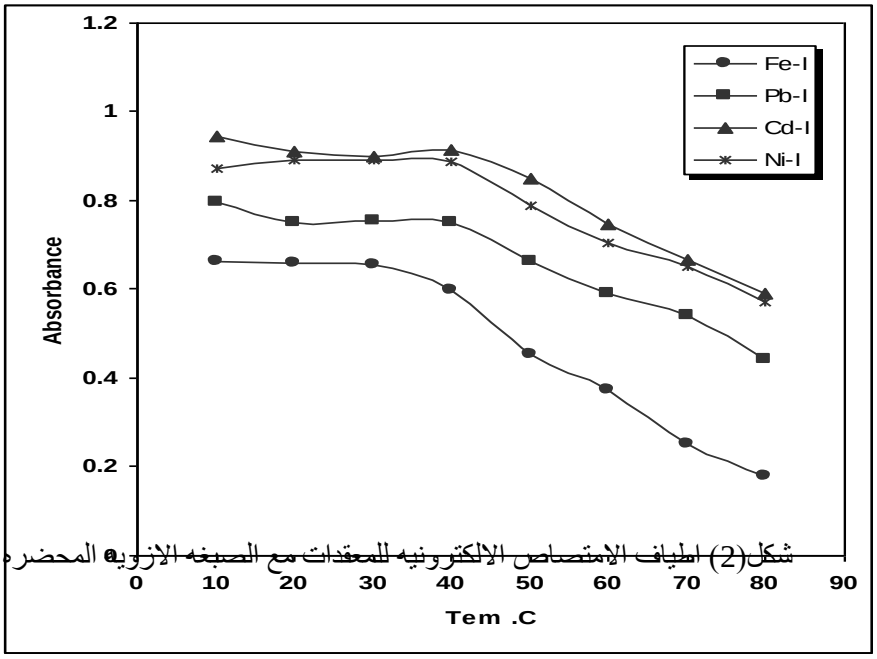

المعقد Fe-L
%T
100
80
60
40
20
0
4000 3750 3500 3250 3000 2750 2500 2250 2000 1750 1500 1250 1000 750 500


المعقد Pb- L
%T
100
80
60
40
20
0
4000 3750 3500 3250 3000 2750 2500 2250 2000 1750 1500 1250 1000 750 500


المعقد Ni-L
%T
90
75
60
45
30
15
4000 3750 3500 3250 3000 2750 2500 2250 2000 1750 1500 1250 1000 750 500


المعقد Cd-L
%T
100
80
60
40

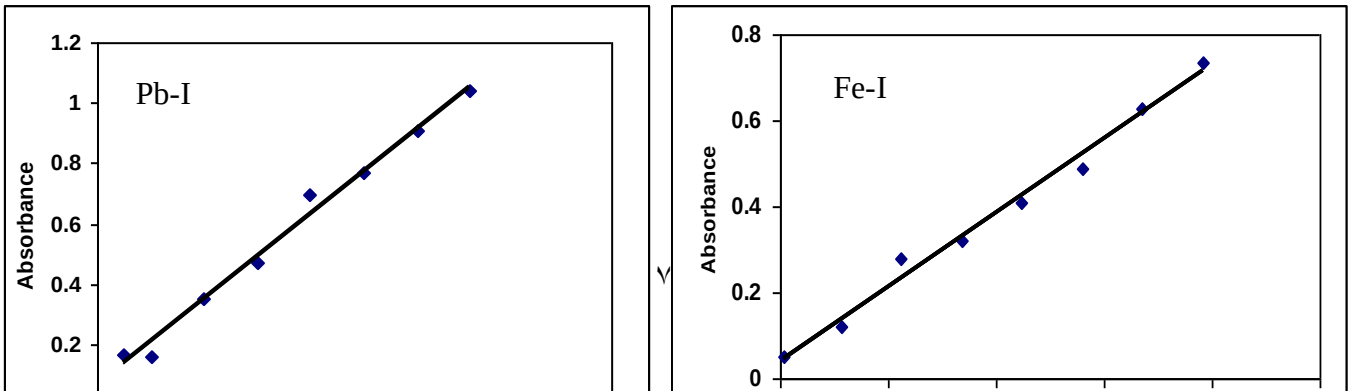

0.6
0.5
0.4
0.3
0.2
0.1
0
Absorbance
350
400
450
500
550
600
Wave length (nm)
I
Fe-I
Pb-I
Cd-I
Ni-I

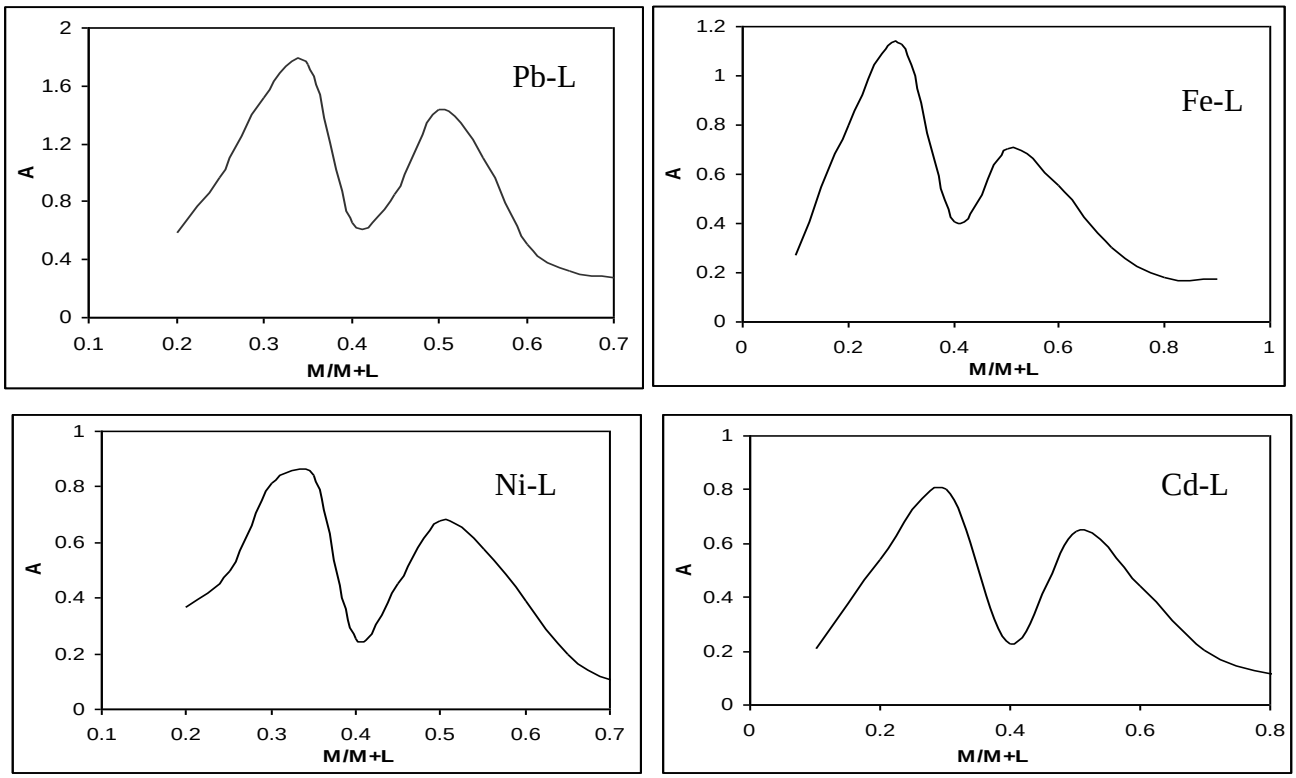


شكل(2) اطياف الامتصاص الالكترونيه للمعقدات مع الصبغه الازويه المحضره (L)

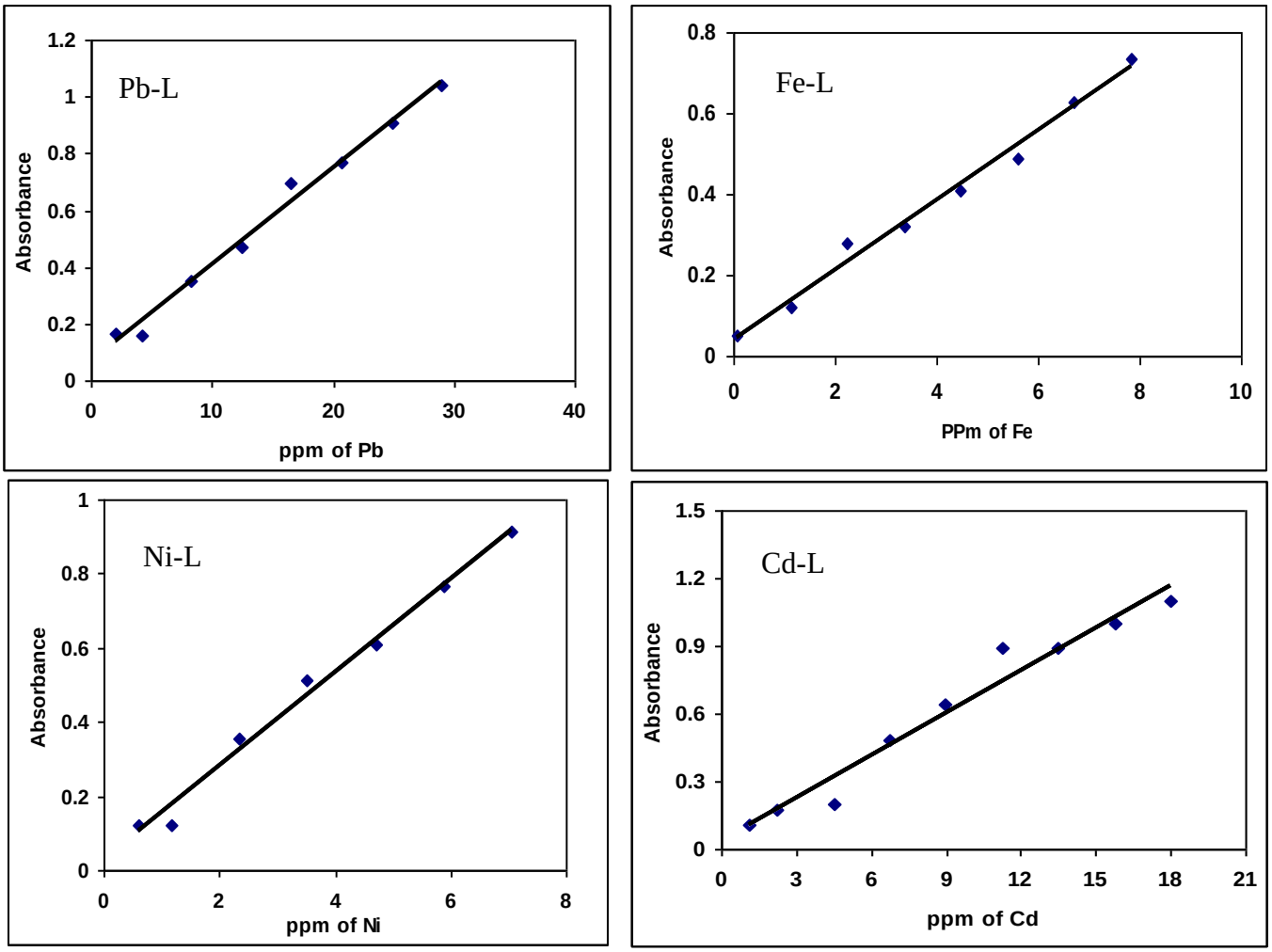
شكل(3) تاثير درجة الحرارة على ثباتية المعقدات عند الطول الموجي الاقصى الخاص بكل معقد

شكل(3): تأثير درجة الحرارة على ثباتية المعقدات

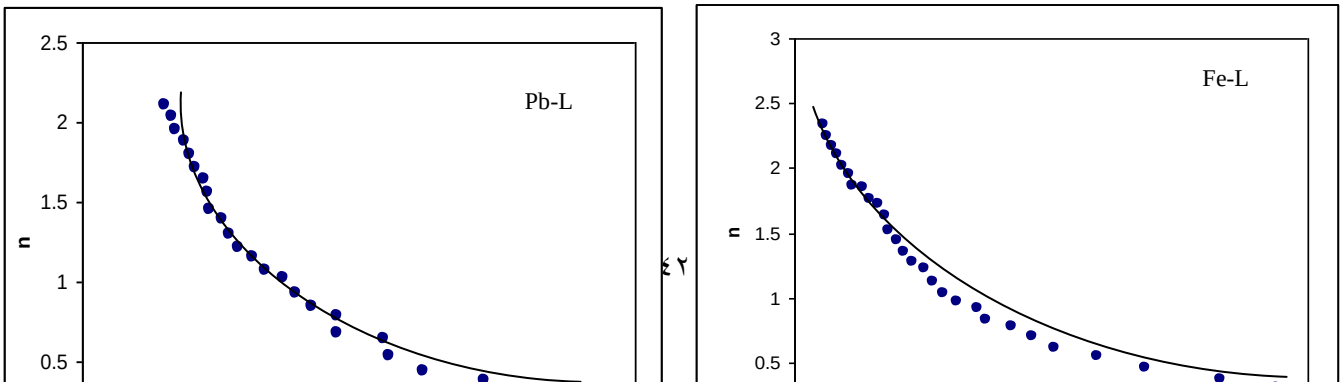


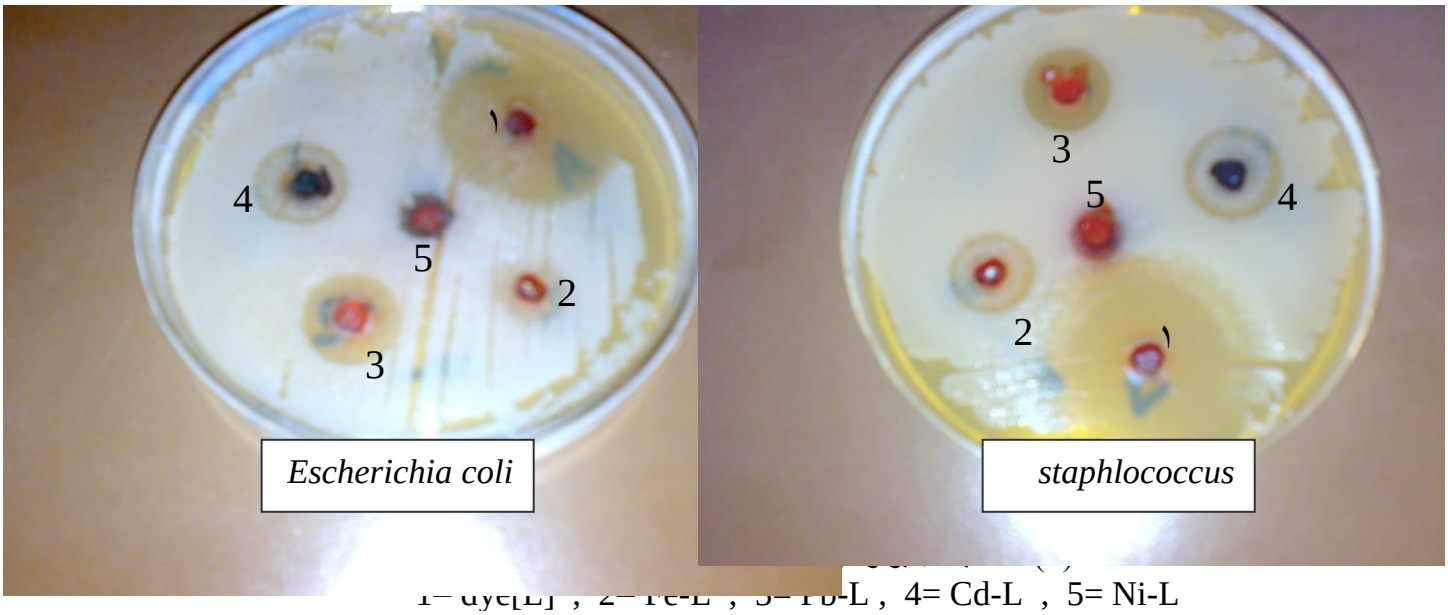


شكل(4) طريقة التغيير المستمر لمعرفة نسب الارتباط الجزيئية للمعقدات قيد الدراسة عند الطول الموجي الاقصى الخاص بكل معقد



شكل(6): منحني المعايرة (قانون بير) للمعقدات عند الاطوال الموجية العظمى لكل معقد


Pb-L
n
2.5
2
1.5
1
0.5
Fe-L
n
3
2.5
2
1.5
1
0.5



1= dye[L] , 2= Fe-L , 3= Pb-L , 4= Cd-L , 5= Ni-L

REFERENCES المصادر

1- B.K.Irkan,Turk., J.Chem.,32, 7,(2007).
2- J. G. Montano , PhD. Thesis , University of Autonoma , Barcelona(2007).
3- S. Arulmurugan , H. P. Kavitha and B. R. Venkatraman , J.Chem.,3 , 3(2010).
4- H. Zollinger, "synthesis, properties and Application of organic Dyes and Pigments", (1991).
5- O. A. Adegoke , Int. J. Phar. Sci.Rev.Res., 14 , 2(2012)
6- L. Karimi and S. Zohoori , J. , Nano. Chem. ,3 , 32(2013)
7- P.Novotny and M.Svobodova , Anal. Scie., 18, 355,(2002).
8- M.G.A. Korm , A. g. Ferreira , and A. C. S. Costa, J. Barz . Chem.Soc.,10,2(1999).
9- T. E. Jassim, Ph.D.Thesis, university of Basrah ,Iraq(2000).
10- W.A.Abdullah, M.Sc.Thesis, university of Basrah , Iraq (2008).
11- P. Nagaraja, Acta. pharm., 57 , 6(2007).
12- E. Franciscon , M. J. Grossman , J. A. Paschoal and L. R. Durrant , J. Chem.,1 , 37(2012).
13- Z. Rappoport ,"The chemistry of Anilines part 1",publication wiley , 1st edition , 747,(2007).
14- N. A. Ali, M. Sc. Thesis, university of Kufa , Iraq (2006).
15- A. R. Katritzky , S. R. Tala , N. E. Abodya ,and Z. K. AbdelSemiia , J. Org. Chem. , 1 , 4(2008).
16- K. S. Abd -Al- Rassol, M. Sc. Thesis, university of Basrah , Iraq (2000).
17- J. Joreme,J. Berry and T. Staley ,Microbiology Dynamic and Direrstity , Sannders College publishing, 880-881, (1997).
18-H. A. Abd. Al-Majeed, M. Sc. Thesise , University of Basrah, Iraq (2009).
19- S. A. Abdellatif , S. E. Mansour and A. A. Fatouh , J. Chem., 2 , 8 (2010)

20- K. S. Abd-Al- Rassol, J. Bas.h Res. , 35, 3,(2009).
21- M. W. Freyer and E. A. Lewis , Else. Inc. , 84 , 3(2008)
22- A. A. Abd-Al Wahed , N .J. Selah, and A.T .Al-Simrea, J. Bas. Res.,3,1 (2007).

Spectrophotometric and biological study of 5 -(4-sulfonamidazo)-8- hydroxyquinoline azo dye and their complexes with Iron(III), Lead(II), Cadmium (II), and Nickel (II)

Khawla S. Abd-Al Rassol , Rafid H. Al Asadi

Abstract:

The azo dye 5-(4-sulfonamidazo)-8-hydroxyquinoline was prepared in this study, it's used as a reagent for spectrophotometric determination to Iron(III) , Lead(II) , Cadmium(II) and Nickel(II) ions. Each dye and complexes were spectrophotometric studies and formation complexes with 1:1 and 1:2 ratio [metal :legend] with continues change method .The optimum condition for complex formation were studies and obeys Beer ,s low, molar absorptivity , specification absorptivity, sandell sensitivity ,and correlation coefficient for complexes and also formation constants for complexes were studies by used half value formation function method and found that 4.75 , 4.85 , 4.84 and 5.13 for Fe-L , Pb-L , Cd-L and Ni-L respectively. The structure of both azo dye and their complexes were identified by FT-IR, CHN, and UV-Vis spectral. The biological activity was studies for dye and complexes against Escherichia coli (Gram negative) and Staphylococcus aurous (Gram positive), the result indicate that have activity agents two types of bacteria.