

تحضير وتشخيص بعض مشتقات الثيازولدين-4-ون المشتقة من مركب فنيل حامض الخليك ودراسة تأثيرها على مراحل نمو بادئات الأوراق المزروعة نسيجيا لنخيل التمر

صلاح الدين حسن أحمد*، هناء كائن صالح، ابتهاج قحطان عبد الله

قسم الكيمياء، كلية العلوم، جامعة تكريت، العراق
البحث مستل من أطروحة دكتوراه الباحث الأول



This work is licensed under a [Creative Commons Attribution 4.0 International License](https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/)

<https://doi.org/10.54153/sjpas.2023.v5i2.573>

الخلاصة:

تضمنت هذه الدراسة تحضير ثيازولدينات جديدة من مركب فنيل حامض الخليك وهو أحد الأوكسينات الطبيعية المنشطة لنمو النباتات، إذ حول الحامض الى استر بطريقة فشر، ثم مفاعلة الاستر مع الهيدرازين المائي ليعطي هيدرازيد الحامض الذي بدوره يتفاعل مع معوضات البنزديهايد ليكون الهيدروزونات بطريقة شيف، ثم حولقة المركب الأخير بواسطة مركبتو حامض الخليك لينتج الثيازولدين-4-ون. ون. شخست المركبات الناتجة باستخدام الطرق الفيزيائية البسيطة كالتغير بدرجة الانصهار واللون وكذلك شخست بواسطة مطيافية الأشعة تحت الحمراء FT-IR ومطيافية الرنين النووي المغناطيسي $^{13}\text{C-NMR}$ & $^1\text{H-NMR}$ ، وطبقت المركبات الناتجة على عينات لبادئات أوراق مزروعة نسيجيا وملاحظة معدل النمو والانقسام في ثلاثة أشهر من مدة الحضان. إذ لوحظ أن المركبات (S1 , S2, S4b) أعطت نتائج إيجابية بينما المركب (S4b) اظهر نتيجة سلبية.

معلومات البحث:

تاريخ الاستلام: 2023/05/31

تاريخ التعديل : 2023/06/25

تاريخ القبول: 2023/07/01

تاريخ النشر: 2023/12/30

الكلمات المفتاحية:

ثيازولدينون، أوكسين، زراعة نسيجية.

معلومات المؤلف

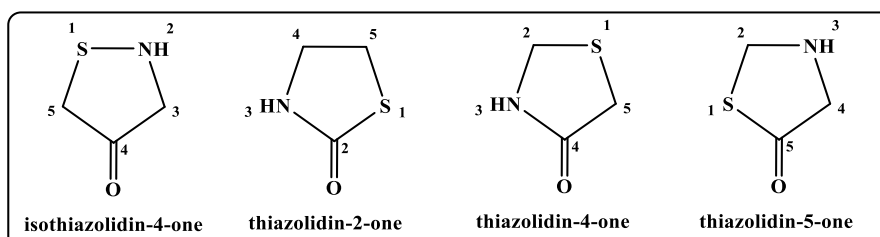
الابميل:

salahalhaita@gmail.com

المقدمة

يعتبر فنيل حامض الخليك من الحوامض العضوية أحادية الكربوكسيل صيغته الجزيئية ($\text{C}_8\text{H}_8\text{O}_2$) وله أسماء أخرى كحامض التولويك و benzene acetic acid [1]، يوجد هذا الحامض بصورة طبيعية في النباتات إذ يوجد في براعم القمم النامية كما يوجد في الأزهار والثمار الجذور [2]. ويوجد بنسبة ضئيلة أيضا في الشاي والكاكاو [3]، كذلك يوجد في خلايا دماغ الانسان إذ يعتقد أنه يشارك في عملية ارسال الايعازات العصبية، [4] كما اثبتت بعض الدراسات أن التباين في تراكيز الحامض في الجسم يؤدي الى اضطرابات عاطفية كالفصام، الاكتئاب وفراط الحركة لدى الأطفال [5]. لكن تبقى وظيفته الأشهر في النباتات إذ اعتبرت من الأوكسينات الطبيعية عام 1984 من قبل (Wighiaman) وذلك كونه يساهم بدور كبير في عملية انقسام ونمو الخلايا لا سيما في الانسجة القمية [6].

الثيازولدينات مركبات خماسية الحلقة مشبعة استبدلت فيها ذرتي الكربون بذرتي كبريت ونيتروجين في الموقعين (3,1) على التوالي، [7] ويلحق في نهاية الاسم المقطع (ون) اذا كانت تحتوي على مجموعة كربونيل في ذرة كربون رقم (4). [8].



ان المركبات التي تحتوي على هذه النواة لها طيف واسع من الأنشطة البيولوجية، إذ أنها تعمل كمضادات للأورام، [9] لفايروس نقص المناعة المكتسب، [10] ومضادات حيوية للجراثيم، [11] والميكروبات، [12] والهستامين، [13] وبعض أنواع البكتيريا [14]، كما تعمل كمثبطات لإنزيم COX-2 [15].

الجزء العملي

التحضير العضوي

تحضير استر الحامض (S₁) [16]

أُذيب (0.015 mol) من الحامض الكربوكسيلي في 25mL من الايثانول واضيف اليه 3mL من حامض الكبريتيك المركز تدريجياً على شكل قطرات، صُعد مزيج التفاعل لمدة 14 ساعة، ثم تُرك ليبرد بدرجة حرارة الغرفة واضيف اليه محلول بارد من 10% بيكاربونات الصوديوم لمعادلة الوسط لحين ظهور الراسب، بعدها رُشح وتُجفئ الراسب واعيدت بلورته من الايثانول المطلق. إذ بلغت درجة الانصهار 64-66°C وبنسبة انتاج 71%.

تحضير هيدرازيد الحامض (S₂) [17]

أُذيب (0.015 mol) من الاستر في 25mL من الهيدرازين المائي 80% ثم حُرِّك المزيج لمدة ربع ساعة بدرجة حرارة الغرفة، ثم أُضيف اليه 10mL ميثانول، صُعد مزيج التفاعل لمدة 8 ساعات، تُرك ليبرد قليلاً ثم سكب المزيج على مجروش الثلج إذ تكون راسب اصفر، وُرشح وغسل بالماء المقطر البارد، جُفف الراسب وأُعيدت بلورته من الايثانول. إذ بلغت درجة الانصهار 112-114°C وبنسبة انتاج 74%.

تحضر الهيدروزونات (S_{3a-d}) [18]

مُزج (0.004mol , 0.6g) من مركب Phenylacetic hydrazide (S₉) مع (0.004mol) من أحد معوضات البنزالديهيد (4-نايترو بنزالديهيد ، 4-ميثوكسي بنزالديهيد ، 5,2-ثنائي كلوروبنزالديهيد ، 2-هيدروكسي بنزالديهيد) واذيب المزيج في 20mL ايثانول ثم أُضيف اليه 3-4 قطرات من حامض الخليك الثلجي، صُعد مزيج التفاعل لمدة 6 ساعات ثم تُرك ليبرد بدرجة حرارة الغرفة. رُشح الراسب وأُعيدت بلورته من الايثانول المطلق. والجدول الآتي يبين بعض الصفات الفيزيائية والنسب المئوية للمركبات الناتجة.

الجدول 1: الخواص الفيزيائية والنسب المئوية للهيدروزونات المحضرة (S_{3a-d})

Comp. No.	R	Molecular formula	M.wt	Color	M.P(°C)	Yield (%)
S _{3a}	4-NO ₂	C ₁₅ H ₁₂ N ₃ O ₃	282.27	Light red	165-167	76
S _{3b}	4-OCH ₃	C ₁₆ H ₁₅ N ₂ O ₂	267.30	Orange	157-159	80
S _{3c}	2,5-Cl	C ₁₅ H ₁₂ N ₂ OCl	271.72	Yellow	180-1182	63
S _{3d}	2-OH	C ₁₅ H ₁₃ N ₂ O ₂	253.28	Wight	147-149	68

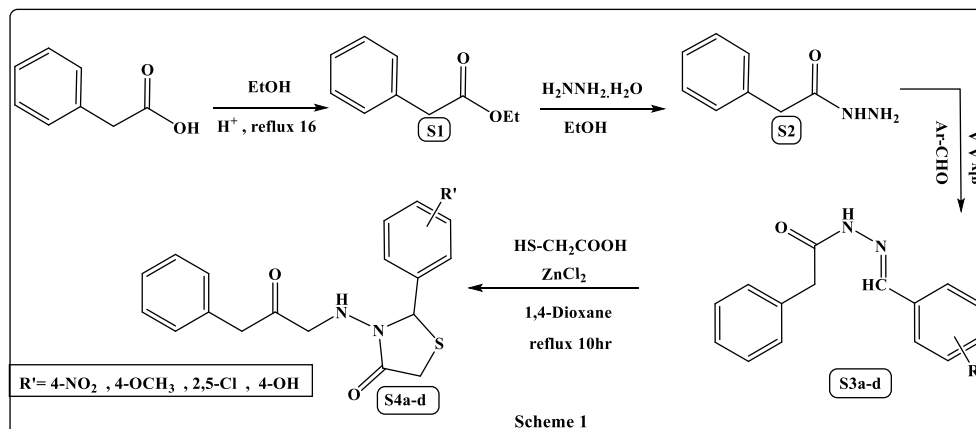
تحضر معوضات الثايازولدينون (S_{4a-d}): [19]

أُذيب (0.003mol) من أحد معوضات الهيدروزونات في 15mL من 4,1-دايوكسان، وأُضيف اليه (0.015mol) من مركبتو حامض الخليك، ثم أُضيف اليه (0.2g) من كلوريد الخارصين اللامائي، صُعد مزيج التفاعل لمدة 8 ساعات في حمام مائي، برد اثناء التفاعل بدرجة حرارة الغرفة. وتمت معادلة الوسط بمحلول 10% بيكاربونات الصوديوم، رُشح الراسب وجُفف وأُعيدت بلورته من الايثانول والجدول الآتي يوضح بعض الثوابت الفيزيائية والنسب المئوية للمركبات المحضرة.

الجدول 2: الخواص الفيزيائية والنسب المئوية لمعوضات ثايازولدينون المحضرة (S_{4a-d})

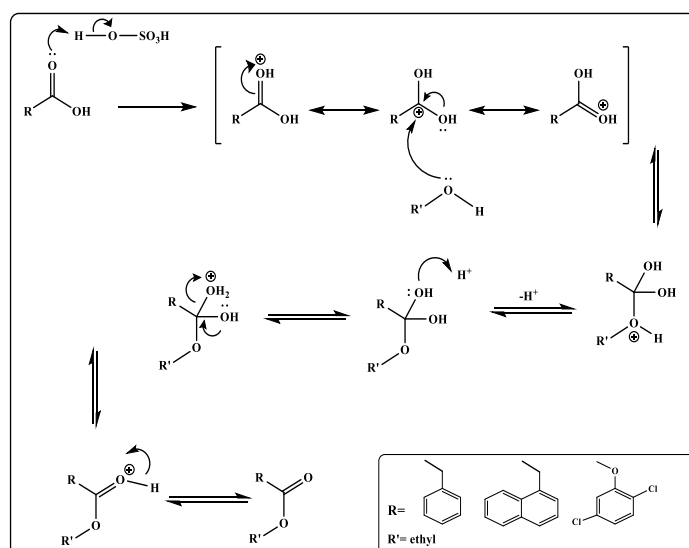
Comp. No.	R	Molecular formula	M.wt	Color	M.P(°C)	Yield (%)
S _{4a}	4-NO ₂	C ₁₅ H ₁₂ N ₃ O ₄ S	330.34	Light yellow	133-135	76
S _{4b}	4-OCH ₃	C ₁₆ H ₁₅ N ₂ O ₃ S	315.37	Brown	128-130	78
S _{4c}	2,5-Cl	C ₁₅ H ₁₂ N ₂ O ₂ Cl ₂ S	355.24	Yellow	161-163	60
S _{4d}	2-OH	C ₁₅ H ₁₃ N ₂ O ₃ S	301.34	Brown	Oily	57

النتائج والمناقشة

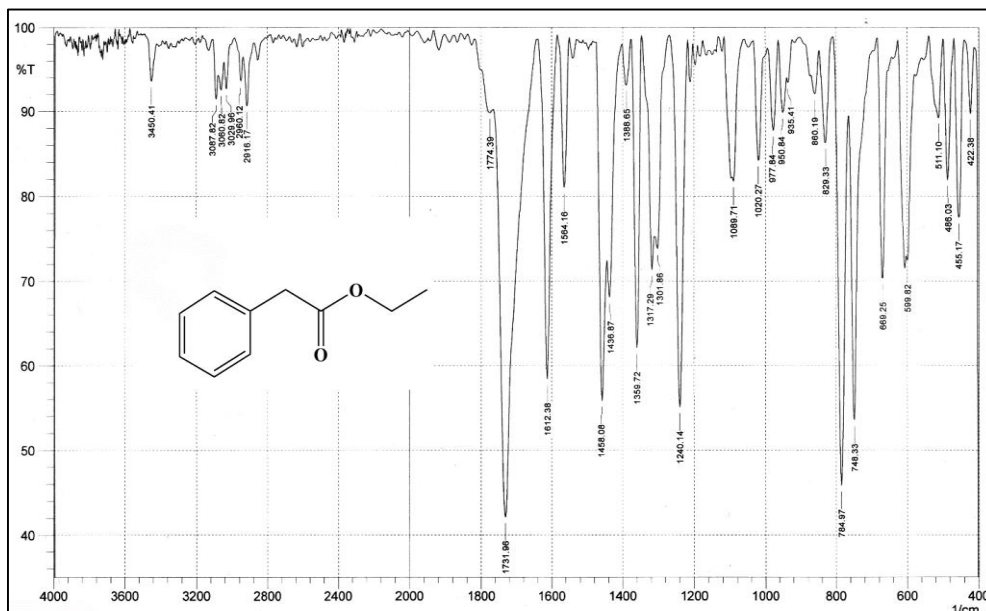


تشخيص الاستر

تم تحضير الاستر بطريقة فشر وذلك عن طريق تفاعل الحامض الكاربوكسيلي مع الايثانول المطلق بوجود حامض الكبريتيك حسب الميكانيكية المبينة أدناه [20]، التي تتضمن عملية برتنة لمجموعة الكاربوكسيل كخطوة أولى لتسهيل عملية الهجوم النيوكليوفيلي من قبل مجموعة الهيدروكسيل في الكحول تليها عدة خطوات تتضمن لفظ جزيئة ماء لتكوين الاستر وكما يلي:

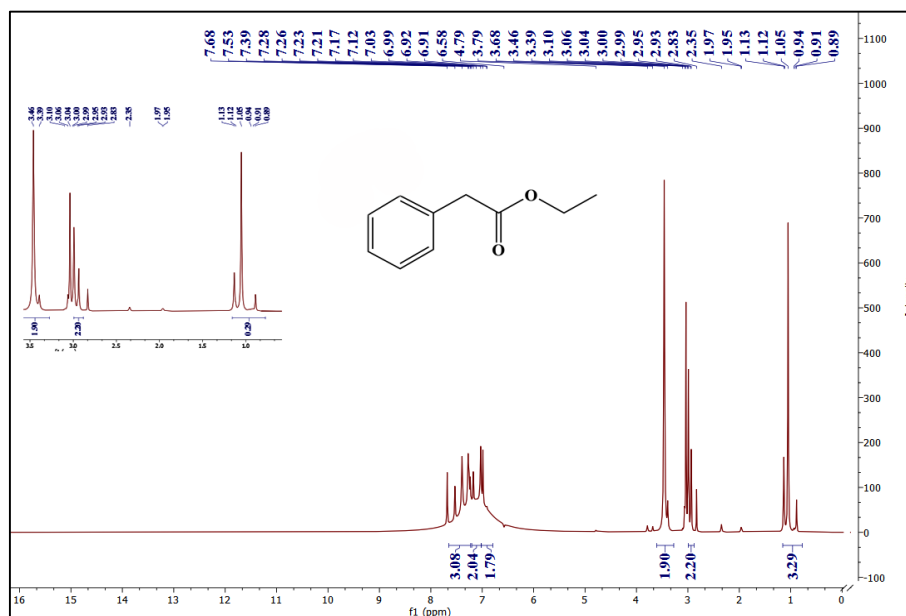


شُخصت مركبات الاستر الناتج بواسطة الطرق الفيزيائية كالانخفاض الواضح في درجة الانصهار بالمقارنة مع درجة انصهار الحامض الكاربوكسيلي المحضر منه الاستر، وشخصت باستخدام مطيافية الاشعة الحمراء إذ تبين من الشكل (1) للمركب (S1) اختفاء حزمة المط العريضة للحامض الكاربوكسيلي (COOH) عند المدى $(\nu=3350-2860)\text{cm}^{-1}$ دليل على تكون الاستر، كذلك ظهور حزمة امتصاص حادة وقوية عند التردد $(\nu=1731)\text{cm}^{-1}$ تعود لاهتزاز المط للكاربونيل الاسترية، أما حزمة الامتصاص الظاهرة عند المدى $(\nu=1564-1458)\text{cm}^{-1}$ فهي تعود لاهتزاز الاواصر الهيكلية لمجموعة (C=C) الأروماتية.



الشكل 1: طيف الأشعة تحت الحمراء للمركب (S1)

كذلك تم التأكد من صحة تكون المركب (S1) بواسطة طيف الرنين النووي المغناطيسي $^1\text{H-NMR}$ كما في الشكل (2) الذي أظهر إشارة ثلاثية عند الازاحة الكيميائية $[(\delta=0.89-1.13) \text{ ppm}, (t, 3\text{H})]$ بانشطارات واضحة تعود لمجموعة الميثيل كما مبين في الصورة المكبرة ضمن الطيف، كما ظهرت إشارة أحادية عند الازاحة الكيميائية $[(\delta=3.26) \text{ ppm}, (s, 2\text{H})]$ التي تعود لمجموعة المثلين الواقعة بين مجموعة الكربونيل وحلقة الفينيل، أما الإشارة الرباعية المميزة عند الازاحة الكيميائية $[\delta=3.64-3.85] \text{ ppm}, (q, 2\text{H})]$ فهي تعود لمجموعة المثلين $(-\text{O}-\text{CH}_2-\text{CH}_3)$ الواقعة بين مجموعة الميثيل وذرة الاوكسجين ذات التأثير الحثي الساحب مما سبب ازاحتها في هذا الموقع. بينما ظهرت بروتونات الحلقة الاروماتية في الازاحة الكيميائية عند المدى $[(\delta=6.58-7.68) \text{ ppm}, m, 7\text{H}]$.

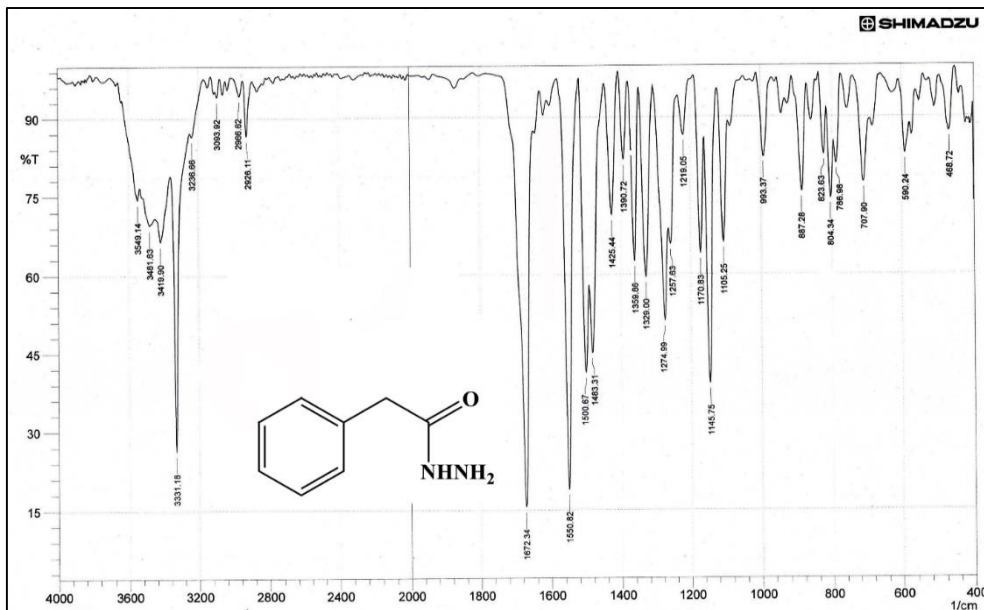


الشكل 2: طيف الرنين النووي المغناطيسي للمركب (S1)

تشخيص هيدرازيد الحامض

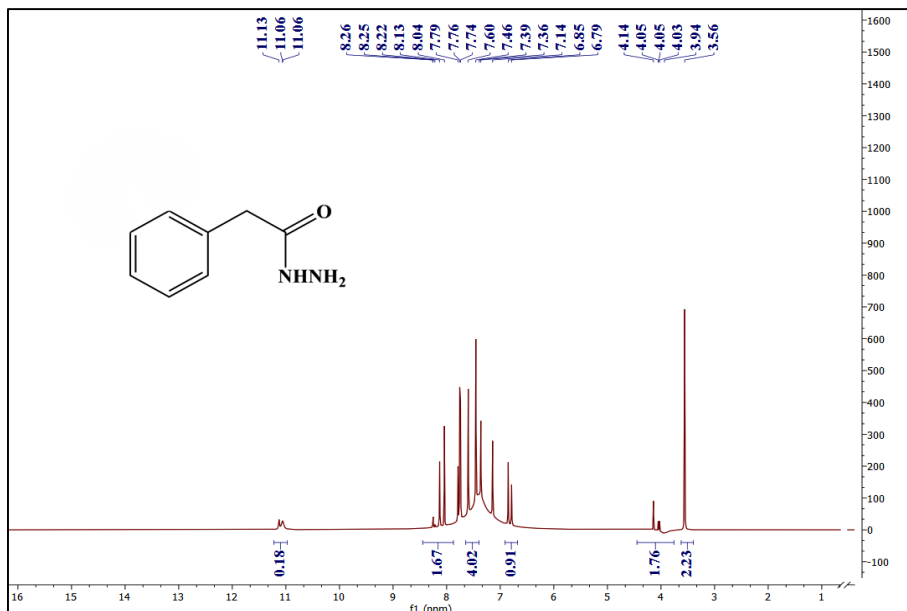
تم تشخيص المركبات الناتجة من طيف الأشعة تحت الحمراء للمركب (S2) إذ أظهر الشكل (3) حزمة امتصاص واضحة عند المدى $(\nu=3325-3217) \text{ cm}^{-1}$ تعود لاهتزازات المط المتجانس وغير المتجانس لمجموعة الأمين الاولي $(-\text{N}-\text{NH}_2)$ كما ظهرت حزم امتصاص عند المدى $(\nu=3031) \text{ cm}^{-1}$ و $(\nu=2921) \text{ cm}^{-1}$ عائدة لاهتزازات المط للاصرة $(\text{C}-\text{H})$ الأروماتية والأليفاتية على التوالي، أما الحزمة الحادة الظاهرة عند التردد $(\nu=1598) \text{ cm}^{-1}$ فانها تعود لمجموعة الكربونيل للأمايد $(\text{N}-\text{C}=\text{O})$.

(CO)، كذلك ظهرت حزم امتصاص عند المدى $(\nu=1504-1450)\text{cm}^{-1}$ عائدة لاهتزازات الحزم الهيكلية للأصرة (C=C) الأروماتية.



الشكل 3: طيف الأشعة تحت الحمراء للمركب (S2)

كذلك تم إثبات صحة المركب (S2) من طيف الرنين النووي المغناطيسي $^1\text{H-NMR}$ الموضح في الشكل (4) فقد أظهر إشارة أحادية واضحة عند الازاحة الكيميائية $[(\delta=3.56)\text{ ppm}, (s, 2H)]$ التي تعود لبروتونات مجموعة المثلين، بينما الإشارة الأحادية الظاهرة عند الازاحة الكيميائية $[(\delta=4.14)\text{ ppm}, (s, 2H)]$ فهي عائدة لبروتونات مجموعة الأمين الأولي للهايذرزيد (NH-NH₂)، كما ظهرت إشارة متعددة عند الازاحة الكيميائية $[(\delta=6.79-8.26)\text{ ppm}, (m, 7H)]$ التي تعود لبروتونات الحلقة الأروماتية، بينما بروتون مجموعة الأمين الثانوي فقد ظهر بإشارة واضحة عند الازاحة الكيميائية $[(\delta=11.06)\text{ ppm}, (s, 1H)]$.



الشكل 4: طيف الرنين النووي المغناطيسي للمركب (S2)

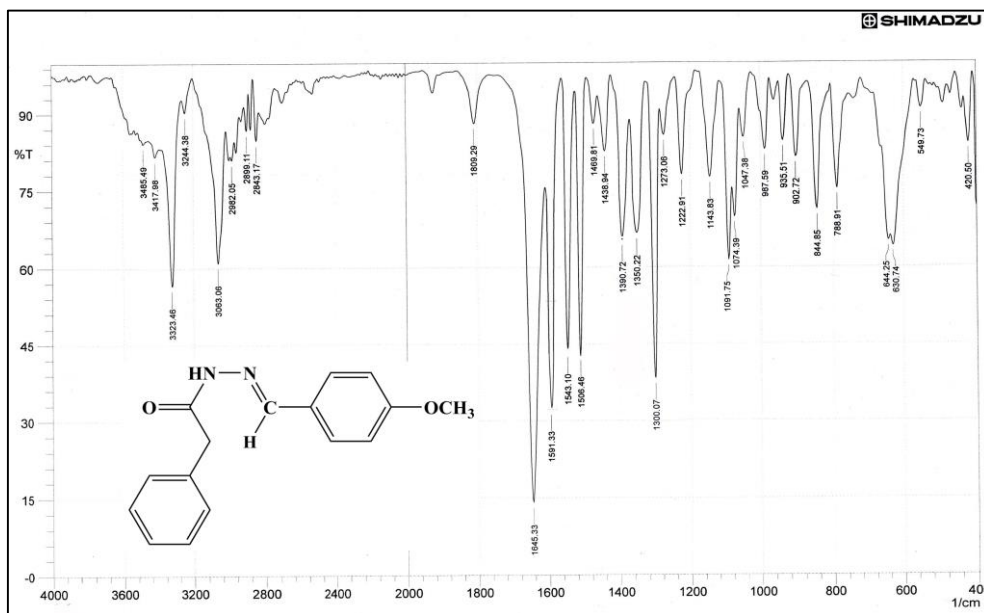
تشخيص الهيدروزونات

تم التأكد من صحة المركبات المحضرة بواسطة طيف الأشعة تحت الحمراء وكما مبين في الشكل (5) إذ أظهر المركب (S3b) حزمة امتصاص واضحة عند التردد $(\nu=3323)\text{cm}^{-1}$ تعود لاهتزاز المط لمجموعة الأمين (CO-NH-N)، كما أظهر حزم امتصاص عند المدى $(\nu=3063, 2899)\text{cm}^{-1}$ تعود لاهتزازات المط للأصرة (C-H) الأروماتية والاليفاتية على التوالي.

كما ظهرت حزمة امتصاص حادة عند التردد $(\nu=1645)\text{cm}^{-1}$ تعود لمجموعة الكاربونيل، أما الحزمة الظاهرة عند التردد $(\nu=1591)\text{cm}^{-1}$ من المرجح أنها تعود لاهتزاز المط لمجموعة الازوميثين $(-\text{CH}=\text{N}-)$ ، كذلك ظهور حزمتي امتصاص عند المدى $(\nu=1543-1506)\text{cm}^{-1}$ تعودان لاهتزازات الحزم الهيكلية للاصرة $(\text{C}=\text{C})$ للحلقة الأروماتية، بينما ظهرت مجموعة $(\text{C}-\text{O}-\text{C})$ الايثرية بحزمة مط حادة وواضحة عند التردد $(\nu=1300)\text{cm}^{-1}$.

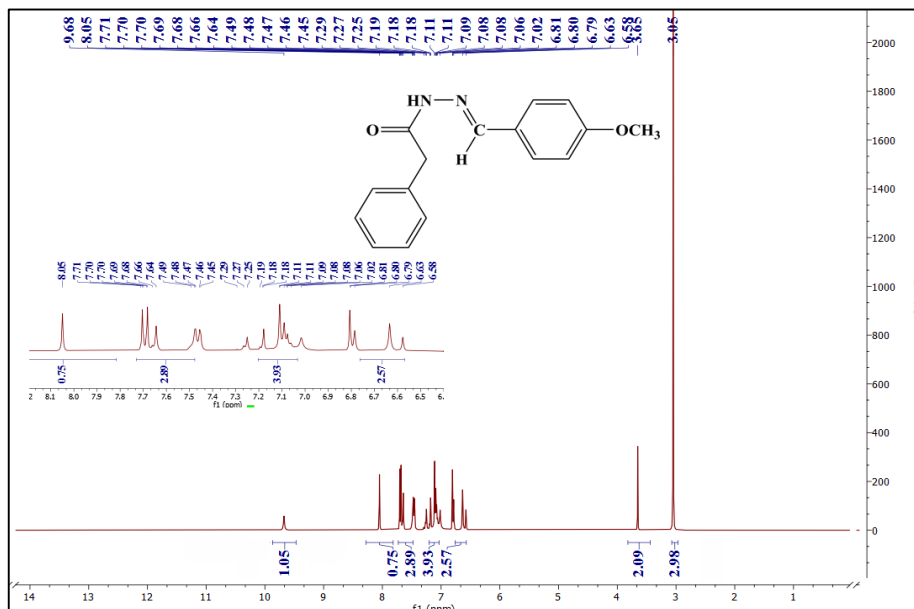
الجدول 3: يوضح قيم الامتصاص لطيف FT-IR للمركبات (S3a-d)

No.	R	$\nu(\text{N}-\text{H})$	$\nu(\text{C}-\text{H})$ Arom.	$\nu(\text{C}-\text{H})$ Aliph.	$\nu(\text{C}=\text{O})$	$\nu(\text{C}=\text{N})$	Other
S3a	4-NO ₂	3389	3063	2899	1680	1614	1412-1250 , (NO ₂)
S3c	2,5-Cl	3412	3063	2899	1701	1638	815-798 , (Cl)
S3d	2-OH	3415	3063	2899	1650	1613	3312 , (OH)



الشكل 5: طيف الأشعة تحت الحمراء للمركب (S3b)

كما تم تعزيز عملية التشخيص بواسطة طيف الرنين النووي المغناطيسي $^1\text{H-NMR}$ فقد أظهر إشارات واضحة تؤكد صحة تكون المركب (S3b) كما في الشكل (6) إذ أظهر إشارة أحادية مميزة عند الازاحة الكيميائية $[(\delta=3.05)\text{ppm},(\text{s},3\text{H})]$ تعود لمجموعة المثل $(-\text{O}-\text{CH}_3)$ ، كذلك ظهور إشارة أحادية عند الازاحة الكيميائية $[(\delta=3.65)\text{ppm},(\text{s},2\text{H})]$ عائدة لمجموعة المثلين، أما بروتونات الحلقة الأروماتية فقد ظهرت بإشارات متعددة وانشطارات واضحة عند الازاحة الكيميائية $[(\delta=6.58-7.71)\text{ppm},(\text{d},4\text{H},\text{m},5\text{H})]$ ، كما أن الإشارة الأحادية الظاهرة عند الازاحة الكيميائية $[(\delta=8.05)\text{ppm},(\text{s},1\text{H})]$ يُعتقد أنها تعود لبروتون مجموعة الازوميثين $(-\text{N}=\text{CH}-)$ ، بينما الإشارة الأحادية عند الازاحة الكيميائية $[(\delta=9.68)\text{ppm},(\text{s},1\text{H})]$ فهي تعود لبروتون مجموعة الأمين الأولي $(-\text{NH}-\text{N})$.



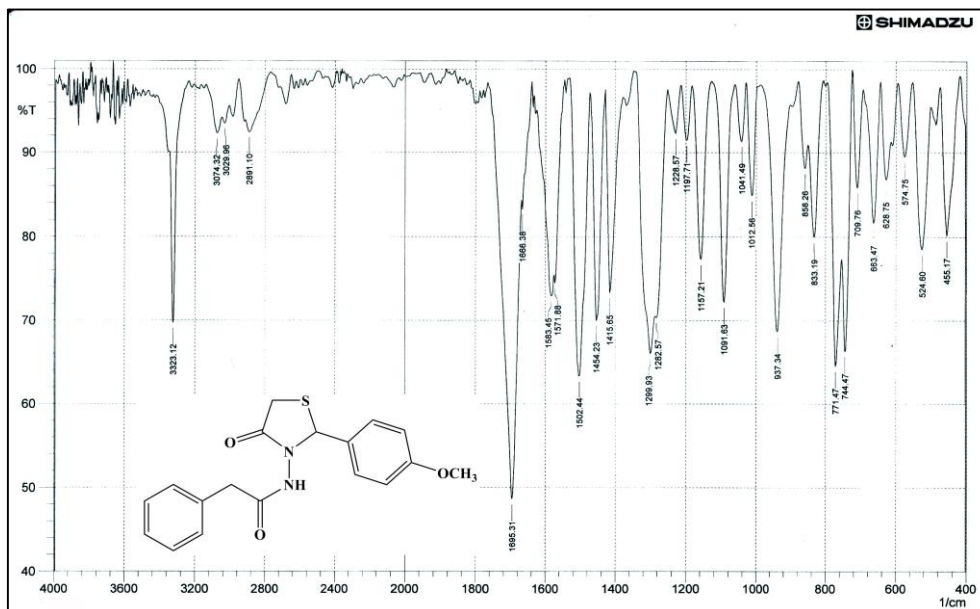
الشكل 6: طيف الرنين النووي المغناطيسي للمركب (S3b)

تشخيص الثيازولدين-4ون

تم تشخيص المركبات المحضرة باستخدام مطيافية الأشعة تحت الحمراء للمركب (S4b) إذ أظهر الشكل (7) حزمة امتصاص حادة وواضحة عند التردد $(\nu=3323)\text{cm}^{-1}$ تعود لاهتزاز المط لمجموعة الأمين الثانوي (CO-NH-N)، كما أظهر حزم امتصاص عند المدى $(\nu=3074,2891)\text{cm}^{-1}$ تعود للاهتزازات المط للاصرة (C-H) الأروماتية والاليفاتية، كذلك ظهور حزمة امتصاص حادة وقوية عند التردد $(\nu=1695)\text{cm}^{-1}$ تعود لمجموعة الكاربونيل للحلقة الخماسية [20] في حين ظهرت مجموعة الكاربونيل الأمايدية عند المدى $(\nu=1583-1571)\text{cm}^{-1}$ بحزمة عريضة وضعيفة نوعا ما ربما بسبب تداخل مجموعتي الكاربونيل في المركب [20]، أما اهتزازات الاصرة (C=C) الأروماتية فقد ظهرت عند المدى $(\nu=1502-1454)\text{cm}^{-1}$ وفيما يلي جدول يوضح قيم الامتصاص للمركبات المحضرة.

الجدول 4: يوضح قيم الامتصاص لطيف FT-IR للمركبات (S4a-d)

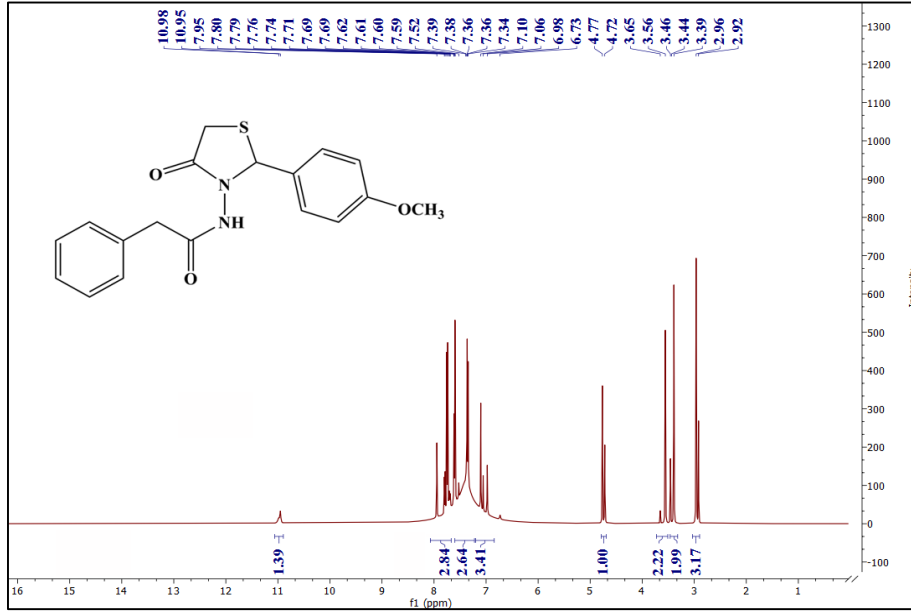
No.	R	$\nu(\text{N-H})$	$\nu(\text{C-H})$ Arom.	$\nu(\text{C-H})$ Aliph.	$\nu(\text{C=O})$ cyclic	$\nu(\text{C=O})$ amide	Other
S4a	4-NO ₂	3339	3012	2965	1696	1614	1412-1250, (NO ₂)
S4c	2,5-Cl	3421	3034	2912	1713	1638	815-798, (Cl)
S4d	2-OH	3398	3060	2896	1693	1613	3312, (OH)



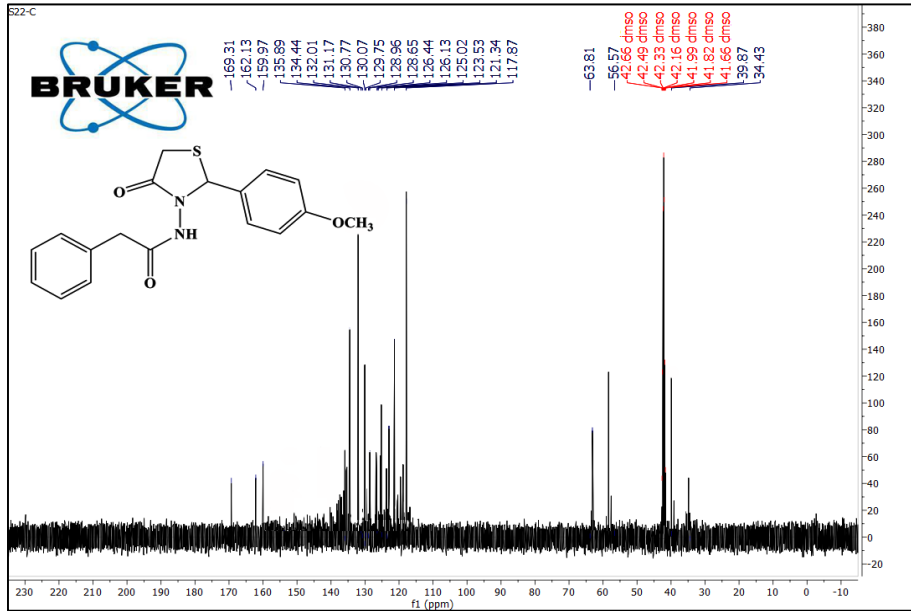
الشكل 7: طيف الأشعة تحت الحمراء للمركب (S4b)

كما أظهر طيف الرنين النووي المغناطيسي $^1\text{H-NMR}$ للمركب (S22) كما في الشكل (8) إذ ظهرت إشارة أحادية عند الازاحة الكيميائية $[(\delta=2.96) \text{ ppm}, (s,3\text{H})]$ عائدة لبروتونات مجموعة الميثيل ($-\text{O}-\text{CH}_3$)، تليها إشارة أيضا أحادية عند الازاحة الكيميائية $[(\delta=3.44) \text{ ppm}, (s,2\text{H})]$ تمثل بروتونات مجموعة الميثيلين الواقعة بين مجموعة الكربونيل وحلقة البنزين ($\text{Ar}-\text{CH}_2-\text{CO}$) تليها مباشرة إشارة أحادية أيضا عند الازاحة الكيميائية $[(\delta=3.56) \text{ ppm}, (s,2\text{H})]$ يُعتقد انها تعود لمجموعة الميثيلين لحلقة الثيازولدين ($\text{CO}-\text{CH}_2-\text{S}$)، بينما ظهرت إشارة أحادية عند الازاحة الكيميائية $[(\delta=4.77) \text{ ppm}, (s,1\text{H})]$ عائدة لبروتون مجموعة ($\text{N}-\text{CH}-\text{S}$) إذ أنها وقعت بين ذرتي الكبريت والنيتروجين كلاهما ساحبة للإلكترونات فضلا عن حلقة البنزين التي بدورها تظهر تأثير ساحب أيضا، ولذلك ظهرت عند مدى أبعد من المجموعتين السابقتين [21]، مع أنه كان من المفترض أن تظهر عند إزاحة كيميائية (أبعد) أي قريبة من بروتونات الحلقة الأروماتية ولكن قد يكون للنقاوة أو التداخلات في نقصان أو زيادة الازاحة الكيميائية [22]. أما بروتونات الحلقة الأروماتية فقد ظهرت بإشارات متعددة عند المدى $[\delta=6.73-7.95) \text{ ppm}]$ ، كما ظهرت إشارة أحادية ضعيفة عند الازاحة الكيميائية $[(\delta=10.98) \text{ ppm}, (s,1\text{H})]$ تعود لمجموعة ($\text{CO}-\text{NH}$) (N).

كذلك أظهر طيف الكربون $^{13}\text{C-NMR}$ للمركب (S4b) إشارتين عند التردد $(\delta=34.43, 39.87) \text{ ppm}$ يُعتقد انهما تعودان لمجموعتي الميثيلين الواقعتين بين مجموعة الكربونيل وحلقة الفينيل، وبين مجموعة الكربونيل وذرة الكبريت لحلقة الثيازولدينون على التوالي. بينما الإشارة الظاهرة عند التردد $(\delta=56.57) \text{ ppm}$ فمن المرجح أنها تعود لذرة كربون مجموعة الميثوكسي ($-\text{O}-\text{CH}_3$)، أما الإشارة عند التردد $(\delta=169.31) \text{ ppm}$ فمن المتوقع أنها عائدة لذرة كربون رقم (2) في الحلقة الخماسية الواقعة بين ذرتي الكبريت والنيتروجين، كما ظهرت إشارات متعددة عند المدى $(\delta=135.89-117.87) \text{ ppm}$ عائدة لذرات الكربون الأروماتية، بينما ظهرت مجموعتي الكربونيل عند المدى $(\delta=169.31-159.97) \text{ ppm}$.



الشكل 8: طيف الرنين النووي المغناطيسي للمركب (S4b)

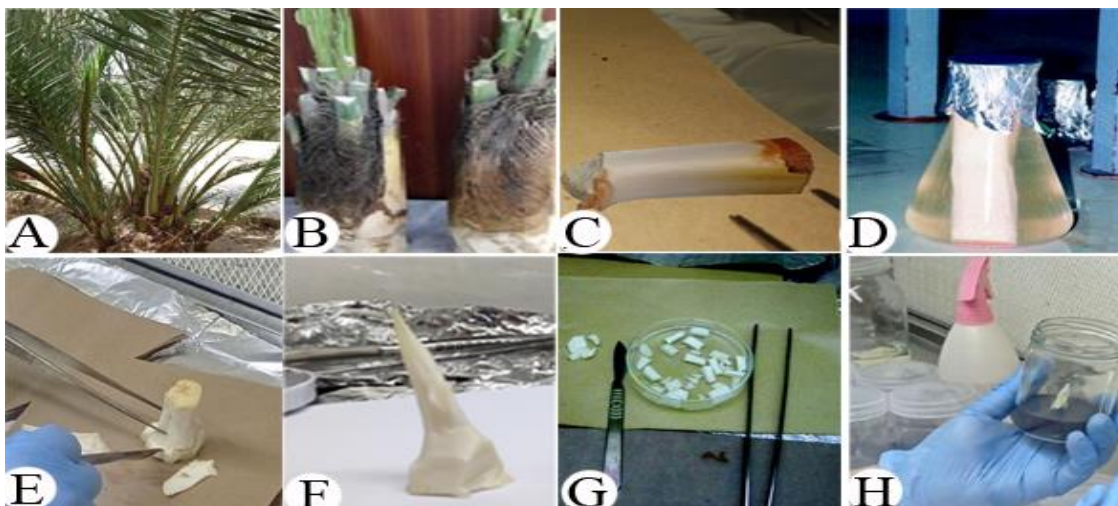


الشكل 9: طيف الكربون ^{13}C -NMR للمركب (S4b)

الجزء البيولوجي

تم تطبيق بعض المركبات المحضرة التي هي (S4b, S2, S1) وذلك بإضافة تراكيز منتظمة من كل مركب، إذ تضمنت التجربة الأولى تركيز (0.0g/L) أي استخدمت فقط الهرمونات القياسية المذكورة في جدول رقم (5) أدناه ثم زيادة تركيز المركبات المحضرة بمقدار (0.5g/L) في كل تجربة وتسجيل البيانات ومعدل نسبة الاستجابة والنمو الحاصل في العينات من اتجاهين (حجم العينة) بالاتجاه القطري (الجانبى) والعمودي وقد أخذت البيانات على فترتين الأولى كانت بعد مرور ثلاثة أشهر والثانية كانت بعد مرور ستة أشهر، وقد تم عمل إحصائية بسيطة لبيان ما إذا كانت هناك علاقة بين التركيز ومعدل الاستجابة والنمو باستخدام برنامج التحليل الاحصائي (SPSS).

وفيما يلي شكل (10) يوضح عملية الزراعة من بداية فصل الفسيلة من النبات الأم وصولاً إلى مرحلة الحضانة النهائي.



الجدول 5: يوضح الهرمونات القياسية المستخدمة في التجارب وتراكيزها (A) اختيار النبات الام (B) فصل الفسيلة (C) إزالة السعف والجذع (D) تعقيم الجمار (E) إزالة بادئات الأوراق (F) استخراج القمة النامية (G) تقطيع القمة النامية الى قطع صغيرة (H) زرع القمة النامية في الوسط الغذائي

الجدول 5: يوضح الهرمونات القياسية المستخدمة في التجارب وتراكيزها

Auxins			
No.	الهورمون	التركيز	الكمية المضافة لكل لتر من الوسط
	Indole acetic acid (IAA)	1g / L	1mL
	Indole butyric acid (IBA)	1g / L	1mL
	Phenyl acetic acid (PAA)	1g / L	1mL
	Naphthalene acetic acid (NAA)	1g / L	1mL
Cytokinines			
	(2iP)	1g / L	2mL
	Benzyl adenine (BA)	1g / L	1mL

تأثير المركب (S₁)

تم تطبيق المركب (S₁) بتركيز مختلفة ومتزايدة بشكل منتظم في كل تجربة وملاحظة تأثير زيادة التركيز على معدل النمو القطري (الجانبى) والعمودي مقياساً بوحدة الملمتر فقد سجلت البيانات على مرحلتين، الأولى في ثلاثة أشهر والثانية بعد ستة أشهر من تاريخ زرع العينات وكما هو موضح في الجدول الاتي.

الجدول 6: يوضح تأثير المركب (S₁) على معدل النمو للعينات المزروعة

S1 g/L	في ثلاثة أشهر			في ستة أشهر		
	معدل القطري	النمو العمودي	نسبة الاستجابة	معدل القطري	النمو العمودي	نسبة الاستجابة
0.0	10mm	8mm	80%	15mm	12mm	70%
0.5	15mm	12mm	70%	18mm	15mm	80%
1.00	20mm	15mm	80%	18mm	15mm	60%
1.5	23mm	15mm	90%	20mm	15mm	60%

من البيانات المذكورة في الجدول أعلاه تبين أن التركيز الأمثل للمركب (S₁) هو (1.5g/L) إذ سجل أعلى نسبة استجابة وكذلك أعلى معدل نمو قطري في الثلاثة أشهر الأولى والثانية ولكن بنسبة استجابة أقل في المرحلة الثانية (بعد ستة أشهر) وهذا لا علاقة له بالمركب نفسه لكن ربما يعود السبب لخطأ وارد في العملي (التكنيك). وعند النظر الى النتائج التي ظهرت من تأثير هذا المركب تبين أيضاً مقاربة لنتائج المركب (S₁) إذ أنه من المحتمل تم تحلل الاستر وذلك لتوفر الظروف من وجود حامض (HCl) الذي اضيف عند ضبط الرقم الهيدروجيني للوسط الغذائي وكذلك التسخين الشديد عند التعقيم بالاولتوكليف مما أدى الى

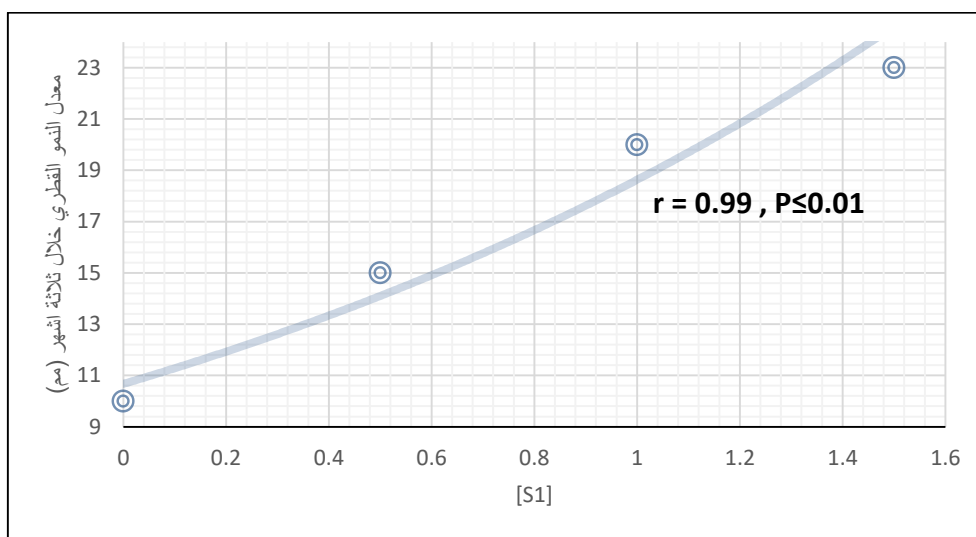
تحلل الاستر الى الحامض الكاربوكسيلي الذي بدوره يعطي نشاط إضافي لوجود مجموعة الكاربوكسيل فازدادت نسبة النمو. وقد تم عمل إحصائية بسيطة للتأكد من وجود علاقة تربط بين التركيز ومعدل النمو في المدة المذكورة كما موضح في الجدول الآتي وحسب البيانات المعبأة في البرنامج.

الجدول 7: يوضح البيانات الإحصائية ومعامل الارتباط للمركب (S1)

	S1	D3	V3	D6	V6
S1 Pearson Correlation	1	.994**	.934	.939	.894
Sig. (2-tailed)		.006	.066	.061	.106
N	4	4	4	4	4

** . Correlation is significant at the 0.01 level (2-tailed).

تبين من نتائج التحليل الإحصائي وجود علاقة ارتباط معنوية موجبة قوية مقدارها ($r=0.99$) بين تراكيز المركب (S7) مع معدل النمو القطري في الثلاثة أشهر الأولى، عند مستوى معنوية ($P\leq 0.01$) موضحة في مخطط التبعثر شكل رقم (10).



الشكل 10: العلاقة الإحصائية بين تراكيز المركب S1 مع معدل النمو العمودي

تأثير المركب (S2)

تم تطبيق المركب (S2) بتركيزات مختلفة ومتزايدة بشكل منتظم في كل تجربة وملاحظة تأثير زيادة التركيز على معدل النمو القطري (الجانبى) والعمودي مقياساً بوحدة الملمتر فقد سجلت البيانات على مرحلتين، الأولى في ثلاثة أشهر والثانية بعد ستة أشهر من تاريخ زرع العينات وكما هو موضح في الجدول الآتي.

الجدول 8: يوضح تأثير المركب (S2) على معدل النمو للعينات المزروعة

S2 g/L	في ثلاثة أشهر		في ستة أشهر	
	معدل القطري	النمو نسبة الاستجابة	معدل القطري	النمو نسبة الاستجابة
0.0	10mm	80%	5mm	70%
0.5	10mm	80%	8mm	70%
1.00	13mm	90%	10mm	80%
1.5	13mm	70%	12mm	70%

من البيانات المذكورة في الجدول أعلاه تبين أن التركيز الأمثل للمركب (S2) هو (1.00g/L) إذ سجل أعلى نسبة استجابة وكذلك أعلى معدل نمو قطري في الثلاثة أشهر الأولى والثانية ولكن بنسبة استجابة أقل في المرحلة الثانية (بعد ستة أشهر)، في حين سُجلت زيادة ملحوظة في النمو العمودي في الثلاثة أشهر الأولى عند التركيز (1.5g/L) مع ذلك يبقى التركيز (1.00g/L) هو السائد على المرحلتين تقريباً. بالرغم من وجود تأثير للمركب (S2) لكن نلاحظ أنه أقل من تأثير بقية المركبات وربما يعود

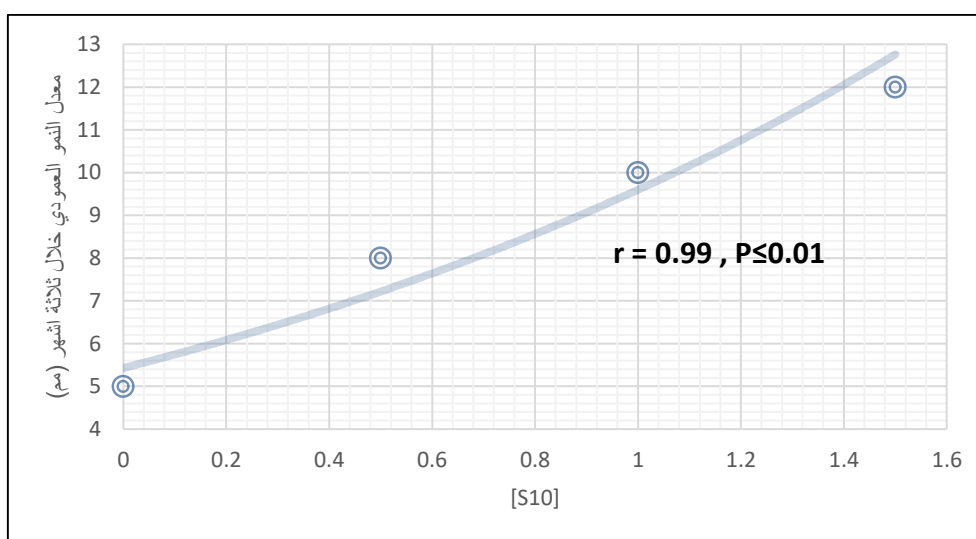
السبب لاختفاء مجموعة الكاربوكسيل وحلت محلها مجموعة الأمين التي يتضح انها أقل تأثيراً من مجموعة الكاربوكسيل كما أسلفنا في تأثير المركب (S1). وقد تم عمل إحصائية بسيطة للتأكد من وجود علاقة تربط بين التركيز ومعدل النمو في المدة المذكورة وكما موضح في الجدول الاتي حسب البيانات المعبأة في البرنامج.

الجدول 9: يوضح البيانات الإحصائية ومعامل الارتباط للمركب (S2)

	S10	d3	v3	d6	v6
S2 Pearson Correlation	1	.894	.994**	. ^b	.894
Sig. (2-tailed)		.106	.006	.	.106
N	4	4	4	4	4

** . Correlation is significant at the 0.01 level (2-tailed).
b. Cannot be computed because at least one of the variables is constant.

أظهرت نتائج التحليل الإحصائي وجود علاقة ارتباط معنوية موجبة قدرها (r = 0.99) لتركيز (S2) مع النمو العمودي في الثلاثة أشهر الأولى عند مستوى دلالة (P<0.01). والمبينة في مخطط التبعثر شكل رقم (11)



الشكل 11: العلاقة الإحصائية بين تراكيز المركب S2 مع معدل النمو العمودي

تأثير المركب (S4b)

تم تطبيق المركب (S4b) بتركيز مختلفة ومتزايدة بشكل منتظم في كل تجربة وملاحظة تأثير زيادة التركيز على معدل النمو القطري (الجانبى) والعمودي مفاًساً بوحدة الملمتر فقد سجلت البيانات على مرحلتين، الأولى في ثلاثة أشهر والثانية بعد ستة أشهر من تاريخ زرع العينات وكما موضح في الجدول الاتي.

الجدول 10: يوضح تأثير المركب (S4b) على معدل النمو للعينات المزروعة

S12 g/L	في ثلاثة أشهر			في ستة أشهر		
	نسبة الاستجابة	معدل المنو القطري	معدل النمو	نسبة الاستجابة	معدل المنو القطري	معدل النمو
0.0	80%	10mm	5mm	70%	15mm	12mm
0.5	60%	10mm	5mm	50%	15mm	12mm
1.00	30%	10mm	5mm	20%	17mm	12mm
1.5	10%	10mm	5mm	0%		

من البيانات المسجلة في الجدول أعلاه تبين أنه ليس للمركب (S4b) أي فعالية لزيادة النمو بل على العكس تسبب في نقصان معدل نسبة الاستجابة مع زيادة التركيز أي انه يمتلك فعالية تثبيطية إذ لوحظ أنه عند التركيز (1.5g/L) تسبب في موت العينات في الثلاثة أشهر الثانية، إذ يعتقد أن المركب قد تحلل بالحرارة العالية عند التعقيم، إذ بلغت درجة الحرارة (121°C) فضلاً عن التعقيم بعدها بالأشعة فوق البنفسجية (U.V) مما أدى الى تكوين جذور حرة [OCH₃°] التي قد تتحد مع باقي الهورمونات مكونة

جذور حرة إضافية مما يؤدي إلى تلف الخلايا النسيجية عن طريق تغيير أو إيقاف عملية الانقسام إذ لوحظ نشاط مشابه لما ذكر في عملية تحرر الجذور الحرة داخل خلايا نبات بسبب تكون جذور حرة من الأوكسجين الأحادي.[23].

References

1. Bergfors, S. N., Huynh, K., Jensen, A. E., & Sundberg, J. (2021). Non-target screening of organic compounds in offshore produced water by GC× GC-MS. *PeerJ Analytical Chemistry*, 3, e11.
2. Singh, J., Gautam, N., & Singh, A. (2002). Plant Growth Regulators. *Basic Hort*, 120-131.
3. Rigling, M., Yadav, M., Yagishita, M., Nedele, A. K., Sun, J., & Zhang, Y. (2021). Biosynthesis of pleasant aroma by enokitake. *LWT*, 140, 110646.
4. Kumar, B., Pandey, M., Pottoo, & Sahoo, P. K. (2020). Liposomes: novel drug delivery approach for targeting Parkinson's disease. *Current Pharmaceutical Design*, 26(37), 4721-4737.
5. Wang, Z., Wang, G., Song, Z., Sui, L., ... & Xia, Y. (2023). Understanding the connection between gut homeostasis and psychological stress: *The Journal of Nutrition*.
6. Bradley, P. M., & Cheney, D. P. (1990). Some effects of plant growth regulators on tissue cultures of the marine red alga (Gigartinales, Rhodophyta). *Hydrobiologia*, 204, 353-360.
7. Wu, Yong-Jin, and Bingwei V. Yang. "Five-membered ring systems: with N and S (Se) atoms." *Progress in heterocyclic chemistry*. Vol. 25. Elsevier, 2013. 257-275.
8. Singh, Shiva P., et al. "Chemistry and biological activity of thiazolidinones." *Chemical Reviews* 81.2 (1981): 175-203.
9. Patil, Siddappa A., et al. "Medicinal applications of coumarins bearing azetidinone and thiazolidinone moieties." *Future Medicinal Chemistry* 13.21 (2021): 1907-1934.
10. Al-Anazi, Menier. "Synthesis, anticancer, and docking of new thiadiazolyl-triazole analogues hybridized with thiazolidinone/thiophene." *Journal of Molecular Structure* (2023): 134864.
11. Raza, Muhammad Asam, et al. "Designing of Thiazolidinones against Chicken Pox, Monkey Pox, and Hepatitis Viruses:" *Computational Biology and Chemistry* (2023): 107827.
12. Vicini, Paola, et al. "Synthesis and antimicrobial activity of novel 2-thiazolylimino-5-arylidene-4-thiazolidinones." *Bioorganic & medicinal chemistry* 14.11 (2006): 3859-3864.
13. Haroun, Michelyne, et al. "New benzothiazole-based thiazolidinones as potent antimicrobial, synthesis and biological evaluation." *Current topics in medicinal chemistry* 18.1 (2018): 75-87.
14. El-Helw, Eman AE, and Sayed K. Ramadan. "Synthesis and Reactions of 4-oxothiazolidines: A Review." *Synthesis* 2.1 (2019).
15. Saleh, Rabiha Hameed, et al. "Synthesis of some new thiazolidinone compounds derived from schiff bases compounds." *Ann Trop & Public Health* 23.7 (2020): 1012-1031.
16. Manimekalai, P., et al. "Synthesis and evaluation of phthalate analogue of diclofenac against Freund'." *International Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences* 11 (2019): 40-45.
17. Shukla, Preetu, S. Haripriya, and P. Shalini. "Synthesis and Evaluation of Phthalate analogue of Diclofenac as potent." *Journal of Research and Analytical Reviews (IJRAR)* 7.1 (2020): 349-353.

18. Alsaif, Nawaf A., et al. "Synthesis of novel diclofenac hydrazones: Molecular docking, anti-inflammatory, analgesic, and ulcerogenic activity." *Journal of Chemistry* 2020 (2020): 1-12.
19. Al-Nasseri A. Synthesis, Biological evaluation and Molecular docking study of some new Heterocyclic [Ph.D. thesis]. [Tikrit University College of Science Department of Chemistry]; 2020.
20. Babu, Mariappan, Kasi Pitchumani, and Penugonda Ramesh. "Synthesis and antimicrobial activities of β -lactam and thiazolidine." *Medicinal Chemistry Research* 22 (2013): 2964-2974.
21. Garcia Pindado, "Synthesis of biaryl bicyclic peptides for recognition of protein surfaces." (2017).
22. Patil, Vijay, et al. "Synthesis and primary cytotoxicity evaluation of new 5-benzylidene-2,4-thiazolidinedione derivatives." *European journal of medicinal chemistry* 45.10 (2010): 4539-4544.
23. Yaragorla, Prasad, et al. "Isolation and structural characterization of novel thermal degradation impurity of nafcillin sodium *Journal of Organic Chemistry* 2021 (2021).

Synthesis and characterization of some thiazolidine-4-one derivatives of phenylacetic acid and study of their effect on growth stages of tissue cultured of date palm

Salah aldeen Hasan ahmed*, Hanaa Kaain Salih, Ibtihal Qahtan Abdullaa

Department of Chemistry, College of Science, University of Tikrit, Iraq

Article Information

Received: 31/05/2023

Revised: 25/06/2023

Accepted: 01/07/2023

Published: 30/12/2023

Keywords:

*Thiazolidinone, Auxin,
Tissue culture.*

Corresponding Author

E-mail:

[salalahaita@gmail.com](mailto:salahalhaita@gmail.com)

Abstract

This study includes the preparation of new thiazolidines from phenyl acetic acid by its conversion to ester, then the ester is reacted with aqueous hydrazine to give the acid hydrazide, further reaction is performed by reaction of substituted benzaldehyde to form hydrozones. Thiazolidine-4-one compounds were synthesized by reaction of hydrozones with mercaptoacetic acid. The title compounds are identified using simple methods such as change in melting point and color, moreover spectrophotometrically by FT-IR and nuclear magnetic resonance spectroscopy $^{13}\text{C-NMR}$ & $^1\text{H-NMR}$. During Three months of incubation is observed that compounds (S1, S2, S4b) gives positive results, while compound (S4) shows a negative result.