

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية



وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

رقم الترتيب :
الرقم التسلسلي:

جامعة قاصدي مرباح ورقلة
كلية الرياضيات وعلوم المادة
قسم الكيمياء

اطروحة نيل
شهادة دكتوراه في العلوم
تخصص كيمياء

مقدمة من طرف

شبهوات الياقوت

تحت عنوان

**Etude phytochimique et évaluation microbiologique
de deux Plantes médicinales saharienne :
Zizyphus (mauritiana, lotus) -Ramnaceae- (Sedra) et
Ephedra alata - Ephedraceae- (Alinda)**

لجنة المناقشة :

رئيسا	أستاذ بجامعة قاصدي مرباح- ورقلة	الاستاذ: سقني لعجال
مناقشا	أستاذ بجامعة محمد العربي بن المهدي- أم البواقي	الاستاذ: غراف نور الدين
مناقشا	أستاذ بالجامعة الالمانية الاردنية - عمان الاردن	الاستاذ: سامر غرابلة
مناقشا	أستاذ بجامعة قاصدي مرباح ورقلة	الاستاذ: صخري لخضر
مؤطر	أستاذ بالمركز الجامعي بتمنراست	الاستاذ: دادة موسى بلخير
مساعد مؤطر	أستاذ بجامعة بشار	الاستاذ: شريطي عبد الكريم

2014/2013

الأهداء

أهدي هذه الأطروحة المتواضعة إلى أمي العزيزة التي
أعطتني كل الحب والحنان والتربية والأخلاق حفظها الله وأطال في

عمرها

إلى أبي العزيز الذي يسعى لإسعادي حفظه الله وأطال في

عمره

إلى جميع إخوتي وأخواتي الذين كانوا القدوة لي في التربية

والأخلاق

إلى جميع أبناء إخوتي وأخواتي

الشكر

أشكر الله عز وجل على توفيقه لي في إتمام هذا الرسالة .

أقدم جزيل الشكر إلى أستاذ الدكتور حادّة موسى بلخير مدير بالمركز الجامعي بتمنرست على قبوله تأطيري في هذا البحث وعلى المجهودات التي بذلها وعلى توجيهاته ونصائحه القيمة حتى تم بعون الله إتمام هذا البحث

أقدم جزيل الشكر إلى الأستاذ الدكتور شريطي عبد الكريم استاذ بجامعة بشار على قبوله أن يكون مساعد مؤطر في هذا البحث وعلى المجهودات التي بذلها وعلى توجيهاته ونصائحه القيمة حتى تم بعون الله إتمام هذا البحث

أقدم جزيل الشكر إلى الأستاذ الدكتور خرافة نور الدين ، أستاذ بجامعة العربي بن مهدي ام البواقي على المجهودات التي بذلها مساعداته ونصائحه وتوجيهاته

أقدم جزيل الشكر إلى الأستاذ الدكتور صخري لخضر ، أستاذ بجامعة قصدي مرباح ورقلة على قبوله أن يكون عضوا في لجنة المناقشة

أقدم جزيل الشكر إلى الأستاذ الدكتور سقني لجمال ، أستاذ بجامعة قصدي مرباح ورقلة على قبوله أن يكون رئيس لجنة المناقشة في هذه الرسالة وعلى توجيهاته القيمة

أقدم جزيل الشكر إلى الأستاذ الدكتور سامر خراولة ، أستاذ بالجامعة الألمانية الأردنية عمان الأردن على المجهودات التي بذلها مساعداته ونصائحه وتوجيهاته واستقباله الجيد في الجامعة الألمانية الأردنية وفضله الكبير في نجاح الاختبارات البيولوجية وعلى قبوله أن يكون عضوا في لجنة المناقشة

أقدم جزيل الشكر إلى الأستاذ الدكتور حمدان اللعام، أستاذ بالجامعة الألمانية الأردنية عمان الأردن ومساعدته في انجاز الاختبارات البيولوجية

أقدم جزيل الشكر إلى الأستاذ الدكتور احمد بن طرفاية ، رئيس جامعة قصدي مرباح ورقلة على المنح المقدمة من طرفه التي تم بها انجاز هذا العمل

أقدم جزيل الشكر إلى الأستاذ الدكتور موسى أبو زرقاء ، أستاذ بالجامعة الأردنية
عمان الأردن على المجهودات التي بذلها مساعدته ونصائحه وتوجيهاته واستقباله
الجيد في مختبره بالجامعة الأردنية

أقدم جزيل الشكر إلى السيدة فاطمة مسطفي واريج جابر بالجامعة الأردنية عمان
الأردن على تحاليل العينات بالكتلة والرنين المغناطيسي

أقدم جزيل الشكر إلى الأستاذ الدكتور دندوقي حسين ، أستاذ بجامعة ورقلة على
المجهودات التي بذلها مساعدته ونصائحه وتوجيهاته

أقدم جزيل الشكر إلى الأستاذ الدكتور الحاج محمد محفوظ ، أستاذ بجامعة ورقلة
على توجيهاته القيمة

أقدم جزيل الشكر إلى الأستاذ الدكتور دوايدي علي على مساعدته لي في تصحيح
المذكرة

أقدم جزيل الشكر إلى السيد بقاري العايش على مساعدته لي

أقدم جزيل الشكر إلى اخواتي الذين تحملوا قطفه النباتات في كل موسم حمزة
ابراهيم ومحمد

أقدم جزيل الشكر إلى عبد الرحمان ابن اخي على مساعدته لي

الملخص :

لقد تمت الدراسة الفيتوكيميائية لنبتي العلندة (*Ephedra alata*) تنتمي إلى عائلة (*Ephedraceae*) والسدر (*Zizyphus lotus; mauritiana*) تنتمي إلى عائلة (*Rhamnaceae*) التي تنمو في الصحراء الجزائرية وقد أتاحَت الدراسة إلى فصل والتعيين البنيوي إلى 16 مركب من الفلافونيدات واثان من القلويدات من نبات العلندة (*Ephedra alata*) ومركبين من ثمار السدر (*Zizyphus lotus*) لمستخلصي اسيتات اثيل والبيتانول . تم عزل هذه المركبات باستخدام الطرق الكروماتوغرافيا والتعرف على صيغة هذه المركبات بواسطة الدراسات الطيفية المختلفة (مطياف الكتلة MS) ومطياف الرنين النووي المغناطيسي للبعد الأول (RMN ¹H ; RMN ¹³C ; DEPT90; DEPT135) والبعدي الثاني (COSY; HMQC ; HMBC) تم التعرف على الصيغة الكيميائية ل 65 مركب من الإزهار و 53 مركب من الأوراق لمستخلص ثنائي كلوروميثان نبات العلندة (*Ephedra alata*) بواسطة كروماتوغرافيا الغاز مطياف الكتلة (GC-MS). تم التعرف على الصيغة الكيميائية عشر قلويدات من مستخلص القلويدات نبات السدر (*Zizyphus mauritiana*) من الأعضاء المختلفة بواسطة كروماتوغرافيا الغاز مطياف الكتلة (GC-MS). في هذه الدراسة كشفت الأهمية الطبية للفلافونيدات الخام المستخرجة من نبات العلندة (*Ephedra alata*) من خلال دراسة الفعالية المضادة للميكروبات لمستخلصات اسيتات اثيل والبيتانول وثنائي كلوروميثان للأوراق والازهار حيث يمنع نمو العصوية الرقيقة ATCC6051 والمكورات العنقودية الذهبية ATCC25923 والعصوية الشمعية ATCC11778 في مستخلصات الأوراق وفعالية ضد معظم أنواع البكتيريا التي شملت الدراسة بالنسبة لمستخلصات الزهور.

Abstract:

The present work deals with a phytochemical study of two species growing in the Algerian Sahara namely: *Ephedra Alata* (alanda) belonging to the family (*Ephedracea*) and *Zizyphus lotus, mauritiana* (Sedra) belonging to the family (*Rhamnaceae*). The Study allowed to separate and identify 16 flavonoids and two alkaloids from *Ephedra alata* and two Compounds from *Zizyphus lotus*. These compounds were isolated by using chromatographic methods. Structure elucidation of the

isolated compounds was achieved using different spectroscopic Techniques such as Mass Spectrometer (MS) and Nuclear magnetic resonance spectroscopy 1D-NMR (RMN ¹H, RMN ¹³C; DEPT90; DEPT135) and 2D-NMR (COSY; HMQC ; HMBC). The Composition profile of the leaves and flowers of *Ephedra alata* was studied by capillary gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS). 53 compounds of the leaves and 65 compounds of the flowers were identified in the dichloromethane extract.

The identification of the crude alkaloid extract of *Zizyphus mauritiana* Lam. was carried out using gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) analysis. The results revealed the presence of ten alkaloids that seem to be reported for the first time in this plant species.

Moreover crude flavonoids of *Ephedra alata* revealed a pharmaceutical importance through the antimicrobial potential. The flavonoids extract averred effective against several bacteria strains. It was documented that leaves extracts (butanol, ethyl acetate, dichloromethane) of this plant, inhibited the growth of *Bacillus subtilis* ATCC 6051, *Staphylococcus aureus* ATCC 25923 and *Bacillus cereus* ATCC 11778. On the other hand the three flowers extracts were reported to be effective against most types of studied bacteria.

Résumé:

L'étude Phytochimie de Plantes alanda (*Ephedra Alata*) appartiennent a la famille (*Ephedracea*) and Sedra (*Zizyphus lotus, mauritiana*) appartiennent a la famille (*Rhamnaceae*) qui se pousse dans le Sahara Algerien , cette étude a permis de séparer et de la nomination structurelle a 16 composants flavonoides et deux alcaloides de la plante Alanda (*Ephedra alata*) et deux composants des fruits de sedra (*Zizyphus lotus*) a des extraits d'acetat d'ethyle et butanol .

Ces composants ont été isolés en utilisant des méthodes de chromatographie et de déterminer la structure de ces composants par différentes Techniques spectroscopiques telles que Spectromètre de Masse (MS) et Nucléaire spectroscopie par résonance magnétique 1D-

NMR (RMN ¹H, RMN ¹³C; DEPT90; DEPT135) et de 2D-NMR (COSY; HMQC ; HMBC).

Le profil de Composition des feuilles et des fleurs de (*Ephedra alata*) a été étudiée par chromatographie-spectrométrie de masse gazeuse capillaire (GC-MS) . 53 Composés de feuilles et 65 Composés de Fleurs ont été identifiés dans l'extrait Dichlorométhane .

L'identification de l'extrait alcaloïde brut du *Zizyphus mauritiana* Lam. été réalisé en utilisant la chromatographie-spectrométrie de masse (GC-MS) analyse. Les alcaloïdes identifiés dix semblent être signalé pour la première fois dans cette espèce végétale .

Dans les flavonoïdes de (*Ephedra alata*) présente bruts de l'étude a révélé l'importance médicale de cette plante a travers le potentiel antimicrobien. les flavonoïdes extraits avéré efficace contre plusieurs souches bactéries. Il a été documenté que les feuilles extraits (butanol, acétat d'éthyle, dichlorométhane) de cette plante , inhibe la croissance de *Bacillus subtilis* ATCC 6051, *Staphylococcus aureus* ATCC 25923 et *Bacillus cereus* ATCC 11778. D'autre part , les trios extraits de fleurs ont été rapportés pour être efficace contre la plupart des types de bactéries étudiées.

قائمة المختصرات

CC :	Column Chromatography
CP :	Paper chromatography
TLC :	Thin Layer Chromatography
R _f :	Retardation Factor
CHCl ₃ :	Chloroform
MeOH:	Methanol
EtOAc:	Ethyl Acetate
BAW:	n-BuOH:AcOH :H ₂ O
TBA:	t-BuOH:AcOH :H ₂ O
DMSO:	Dimethylsulfoxide
HPLC:	High performance liquid Chromatography
NMR:	Nuclear Magnetic Resonance
DEPT:	Distortionless Enhancement by Polarization Transfer
MS:	Mass Spectrometry
FAB-M :	Fast Atom Bombardment Mass Spectroscopy
2D :	Two-Dimensional
COSY:	Correlated Spectroscopy
HMQC:	Heteronuclear Multiple-Quantum Coherence
HMBC:	Heteronuclear Multiple-Bond Connectivites
IR :	Infrared
UV-Vis :	Ultraviolet-Visible
NaOMe :	Sodium methoxide
AlCl ₃ :	Aluminum Chloride

قائمة الأشكال

- الشكل رقم (1-I) : مراحل الاصطناع الحيوي للفلافونيدات
- الشكل رقم (1-II) : مسار الاصطناع الحيوي لبعض القلويدات التي تحوي حلقة بيروليدين مثل الهيجرين وبعض قلويدات تروبان
- الشكل رقم (2-II) : مسار الاصطناع الحيوي لليبلتيرين الكاذب و N - مثل بيلبتيرين
- الشكل رقم (3-II) : مسار الاصطناع الحيوي لمسكالين
- الشكل رقم (4-II) : مسار الاصطناع الحيوي لبعض أفراد مجموعة رباعي هيدروإيزوكينولين
- الشكل رقم (5-II) : مسار الاصطناع الحيوي لقلويدات بابافرين وريتكيولين
- الشكل رقم (6-II) : مسار الاصطناع الحيوي لقلويد هارمين
- الشكل رقم (7-II) : مسار الاصطناع الحيوي لقلويد ستريكتوزيديين
- الشكل رقم (8-II) : مسار الاصطناع الحيوي لبعض قلويد السينكونا
- الشكل رقم (1-III) : الأوراق والأزهار
- الشكل رقم (2-III) : شجرة السدر (*Zizyphus*)
- الشكل رقم (3-III) : التوزيع الجغرافي لشجرة السدر
- الشكل رقم (4-III) : الأوراق والأزهار شجرة العلندة (*Ephedra Alata*)
- الشكل رقم (5-III) : شجرة العلندة (*Ephedra Alata*)
- الشكل رقم (6-III) : التوزيع الجغرافي لنبات العلندة
- الشكل (1-IV) : مراحل الإستخلاص الفلافونيدات
- الشكل (2-IV) : الخريطة الفلافونيدية لمستخلص اسيتات اثيل لأوراق نبات العلندة
- الشكل (3-IV) : الخريطة الفلافونيدية لمستخلص البيتانول لأوراق نبات العلندة
- الشكل (4-IV) : الخريطة الفلافونيدية لمستخلص البيتانول لأزهار نبات العلندة
- الشكل (5-IV) : الخريطة الفلافونيدية لمستخلص اسيتات اثيل لأزهار نبات العلندة

الشكل (6-IV) : صور بعض طبقات الرقية لمستخلص لأزهار لنبات العنقدة

الشكل (7-IV) : كروماتوغرام (HPLC-MS-UV) للمستخلص البيتانولي لأزهار العنقدة

الشكل (8-IV) : كروماتوغرام (HPLC-MS-UV) مركب مفصول من المستخلص البيتانولي
لأزهار العنقدة

الشكل (9-IV) : كروماتوغرام (HPLC-MS-UV) لمستخلص الاسيتات اتيل لأزهار العنقدة

الشكل (10-IV) : كروماتوغرام (HPLC-MS-UV) مركب مفصول من مستخلص الاسيتات
اتيل لأزهار العنقدة

الشكل (11-IV) : طيف الكتلة للمركب (EA)

الشكل (12-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^1H RMN (EA)

الشكل (13-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^{13}C RMN (EA)

الشكل (14-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي DEPT135 (EA)

الشكل (15-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي DEPT90 (EA)

الشكل (16-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي COSY (EA)

الشكل (17-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMQC (EA)

الشكل (18-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMBC (EA)

الشكل (19-IV) : طيف الكتلة للمركب (EAy)

الشكل (20-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^1H RMN (EAy)

الشكل (21-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^{13}C RMN (EAy)

الشكل (22-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي DEPT135 (EAy)

الشكل (23-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي DEPT90 (EAy)

الشكل (24-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي COSY (EAy)

الشكل (25-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMQC (EAy)

الشكل (26-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMBC (EAy)

الشكل (27-IV) : طيف الكتلة للمركب (BM11(6))

- الشكل (28-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^1H RMN (BM11(6))
- الشكل (29-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^{13}C RMN (BM11(6))
- الشكل (30-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي DEPT135 (BM11(6))
- الشكل (31-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي COSY (BM11(6))
- الشكل (32-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMQC (BM11(6))
- الشكل (33-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMBC (BM11(6))
- الشكل (34-IV) : طيف الكتلة للمركب (BM5(4))
- الشكل (35-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^1H RMN (BM5(4))
- الشكل (36-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^{13}C RMN (BM5(4))
- الشكل (37-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي DEPT135 (BM5(4))
- الشكل (38-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي COSY (BM5(4))
- الشكل (39-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMQC (BM5(4))
- الشكل (40-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMBC (BM5(4))
- الشكل (41-IV) : طيف الكتلة للمركب ((ACF))
- الشكل (42-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^1H RMN (ACF)
- الشكل (43-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^{13}C RMN (ACF)
- الشكل (44-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي DEPT135 (ACF)
- الشكل (45-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي COSY (ACF)
- الشكل (46-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMQC (ACF)
- الشكل (47-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMBC (ACF)
- الشكل (48-IV) : طيف الكتلة للمركب (BM3(4))
- الشكل (49-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^1H RMN (BM3(4))
- الشكل (50-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^{13}C RMN (BM3(4))
- الشكل (51-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي DEPT135 (BM3(4))

- الشكل (52-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي DEPT90 (BM3(4))
- الشكل (53-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي COSY (BM3(4))
- الشكل (54-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMQC (BM3(4))
- الشكل (55-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMBC (BM3(4))
- الشكل (56-IV) : طيف الكتلة للمركب (BF2(6))
- الشكل (57-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^1H RMN (BF2(6))
- الشكل (58-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^{13}C RMN (BF2(6))
- الشكل (59-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي DEPT135 (BF2(6))
- الشكل (60-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي DEPT90 (BF2(6))
- الشكل (61-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي COSY (BF2(6))
- الشكل (62-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMQC (BF2(6))
- الشكل (63-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMBC (BF2(6))
- الشكل (64-IV) : طيف الكتلة للمركب (BM6(6))
- الشكل (65-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^1H RMN (BM6(6))
- الشكل (66-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^{13}C RMN (BM6(6))
- الشكل (67-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي DEPT135 (BM6(6))
- الشكل (68-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي COSY (BM6(6))
- الشكل (69-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMQC (BM6(6))
- الشكل (70-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMBC (BM6(6))
- الشكل (71-IV) : طيف الكتلة للمركب (EAN (1))
- الشكل (72-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^1H RMN (EAN (1))
- الشكل (73-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^{13}C RMN (EAN (1))
- الشكل (74-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي DEPT90 (EAN (1))
- الشكل (75-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي COSY (EAN (1))

- الشكل (76-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMQC (EAN (1))
- الشكل (77-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMBC (EAN (1))
- الشكل (78-IV) : طيف الكتلة للمركب (BM1(6))
- الشكل (79-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي RMN ¹H (BM1(6))
- الشكل (80-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي RMN ¹³C (BM1(6))
- الشكل (81-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي DEPT135 (BM1(6))
- الشكل (82-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي DEPT90 (BM1(6))
- الشكل (83-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي COSY (BM1(6))
- الشكل (84-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMQC (BM1(6))
- الشكل (85-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMBC (BM1(6))
- الشكل (86-IV) : طيف الكتلة للمركب (BM25(4))
- الشكل (87-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي RMN ¹H (BM25(4))
- الشكل (88-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي RMN ¹³C (BM25(4))
- الشكل (89-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي DEPT135 (BM25(4))
- الشكل (90-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي DEPT90 (BM25(4))
- الشكل (91-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي COSY (BM25(4))
- الشكل (92-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMQC (BM25(4))
- الشكل (93-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMBC (BM25(4))
- الشكل (94-IV) : طيف الكتلة للمركب (BM2(3))
- الشكل (95-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي RMN ¹H (BM2(3))
- الشكل (96-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي RMN ¹³C (BM2(3))
- الشكل (97-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي DEPT135 (BM2(3))
- الشكل (98-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي COSY (BM2(3))
- الشكل (99-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMQC (BM2(3))

- الشكل (100-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMBC (BM2(3))
- الشكل (101-IV) : طيف الكتلة للمركب (17(4))
- الشكل (102-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^1H RMN (17(4))
- الشكل (103-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^{13}C RMN (17(4))
- الشكل (104-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي DEPT135 (17(4))
- الشكل (105-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي COSY (17(4))
- الشكل (106-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMQC (17(4))
- الشكل (107-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMBC (17(4))
- الشكل (108-IV) : طيف الكتلة للمركب (EBN (1))
- الشكل (109-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^1H RMN (EBN (1))
- الشكل (110-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^{13}C RMN (EBN (1))
- الشكل (111-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي DEPT135 (EBN (1))
- الشكل (112-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي COSY (EBN (1))
- الشكل (113-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMQC (EBN (1))
- الشكل (114-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMBC (EBN (1))
- الشكل (115-IV) : طيف الكتلة للمركب (DER)
- الشكل (116-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^1H RMN (DER)
- الشكل (117-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^{13}C RMN (DER)
- الشكل (118-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي DEPT135 (DER)
- الشكل (119-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي COSY (DER)
- الشكل (120-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMQC (DER)
- الشكل (121-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMBC (DER)
- الشكل (122-IV) : طيف الكتلة للمركب (B31(4))
- الشكل (123-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^1H RMN (B31(4))

- الشكل (124-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^{13}C RMN (B31(4))
- الشكل (125-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي DEPT135 (B31(4))
- الشكل (126-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي COSY (B31(4))
- الشكل (127-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMQC (B31(4))
- الشكل (128-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMBC (B31(4))
- الشكل (129-IV) : مراحل الإستخلاص الفلافونيدات
- الشكل (130-IV) : الخريطة الفلافونيدية للمستخلص البيتانولي لنبات السدر
- الشكل (131-IV) : كروماتوغرام (HPLC-MS-UV) المستخلص البيتانولي لثمار السدر
- الشكل (132-IV) : طيف الكتلة للمركب (ZBN(2))
- الشكل (133-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^1H RMN (ZBN(2))
- الشكل (134-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^{13}C RMN (ZBN(2))
- الشكل (135-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي DEPT135 (ZBN(2))
- الشكل (136-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي COSY (ZBN(2))
- الشكل (137-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMQC (ZBN(2))
- الشكل (138-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMBC (ZBN(2))
- الشكل (139-IV) : طيف الكتلة للمركب (ZL)
- الشكل (140-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^1H RMN (ZL)
- الشكل (141-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^{13}C RMN (ZL)
- الشكل (142-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي DEPT135 (ZL)
- الشكل (143-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي COSY (ZL)
- الشكل (144-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMQC (ZL)
- الشكل (145-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMBC (ZL)
- الشكل (1-V) : طيف الكتلة للمركب (DESN)
- الشكل (2-V) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^1H RMN (DESN)

الشكل (3-V) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^{13}C RMN (DESN)

الشكل (4-V) : طيف الرنين النووي المغناطيسي DEPT135 (DESN)

الشكل (5-V) : طيف الرنين النووي المغناطيسي COSY (DESN)

الشكل (6-V) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMQC (DESN)

الشكل (7-V) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMBC (DESN)

الشكل (8-V) : طيف الكتلة للمركب (DEY)

الشكل (9-V) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^1H RMN (DEY)

الشكل (10-V) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^{13}C RMN (DEY)

الشكل (11-V) : طيف الرنين النووي المغناطيسي DEPT135 (DEY)

الشكل (12-V) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^1H N RMN (DEN)

الشكل (13-V) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^1H RMN (DN)

الشكل (14-V) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^{13}C RMN (DN)

الشكل (15-V) : كروماتوغرام (GC-MS) مستخلص ثنائي كلوروميثان لأزهار العلندة

الشكل (16-V) : الصيغ الكيميائية للمركبات المفصولة من مستخلص ثنائي كلوروميثان أزهار

العلندة ازهار

الشكل (17-V) : كروماتوغرام (GC-MS) مستخلص ثنائي كلوروميثان لأوراق العلندة

الشكل (18-V) : الصيغ الكيميائية للمركبات المفصولة من أوراق العلندة

الشكل (19-V) : كروماتوغرام (HPLC-MS-UV) مستخلص ثنائي كلوروميثان لأزهار العلندة

الشكل (20-V) : كروماتوغرام (HPLC-MS-UV) مستخلص قلويدات اوراق العلندة

الشكل (21-V) : مراحل الإستخلاص القلويدات

الشكل (22-V) : الصيغ الكيميائية للقلويدات المفصولة من السدر

قائمة الجداول

- الجدول رقم (1-I) : أهم السكريات ذات الارتباط بالفلافونويدات
- الجدول رقم (2-I) : الإنزيمات والمحفزات الداخلة في التصنيع الحيوي للفلافونيدات
- الجدول رقم (3-I) : علاقة موقع المستبدلات بالألوان
- الجدول رقم (4-I) : مكان امتصاص الحزمتين I و II للفلافونيدات
- الجدول رقم (5-I) : أهم الانزياحات الملاحظة عند إضافة مجموعة من المفاعلات للحزمتين I و II
- الجدول رقم (6-I) : بعض الاغذية المحتوية على الفلافونيدات
- الجدول رقم (7-I) : نسبة الفلافونيدات في بعض الاغذية
- الجدول رقم (1-II) : الأنواع الرئيسية مع أمثلة لكل نوع
- الجدول رقم (1-III) : الفلافونيدات المفصولة من جنس السدر (*Zizyphus*)
- الجدول رقم (2-III) : القلويدات المفصولة من جنس السدر (*Zizyphus*)
- الجدول رقم (3-III) : مركبات أخرى مفصولة من جنس السدر (*Zizyphus*)
- الجدول رقم (4-III) : الفلافونيدات المفصولة من جنس العلندة (*Ephedra*)
- الجدول رقم (5-III) : القلويدات المفصولة من جنس العلندة (*Ephedra*)
- الجدول رقم (6-III) : مركبات أخرى مفصولة من جنس العلندة (*Ephedra*)
- الجدول رقم (1-V) : المركبات المتحصل عليها من مستخلص ثنائي كلوروميثان أزهار العلندة
- الجدول رقم (2-V) : المركبات المتحصل عليها من مستخلص ثنائي كلوروميثان أوراق العلندة
- الجدول رقم (3-V) : القلويدات المتحصل عليها من نبات السدر
- الجدول رقم (1-VI) : قطر التآكل للمستخلص البيتانولي لأزهار العلندة ب ($\mu\text{g/mL}$)
- الجدول رقم (2-VI) : قطر التآكل لمستخلص اسيتات الاثيل لأزهار العلندة ب ($\mu\text{g/mL}$)
- الجدول رقم (3-VI) : قطر التآكل لمستخلص ثنائي كلوروميثان لأزهار العلندة ب ($\mu\text{g/mL}$)
- الجدول رقم (4-VI) : قطر التآكل للمستخلص البيتانولي لأوراق العلندة ب ($\mu\text{g/mL}$)
- الجدول رقم (5-VI) : قطر التآكل لمستخلص اسيتات الاثيل لأوراق العلندة ب ($\mu\text{g/mL}$)

الجدول رقم (6-VI): قطر التآكل لمستخلص ثنائي كلوروميثان لأوراق العنقدة ب ($\mu\text{g/mL}$)

الفهرس

01 المقدمة :
04 الفصل الأول I : الدراسة النظرية للفلافونيدات
04 1-I- عموميات
04 2-I- تعريف الفلافونيدات
07 3-I- أهم السكريات ذات الارتباط بالفلافونويدات
08 4-I- الاصطناع الحيوي للفلافونيدات
09 5-I- خواص الفلافونيدات
10 6-I- الدراسة الكيميائية للفلافونيدات
12 7-I- التحليل الطيفي للفلافونيدات
14 8-I- أهمية الفلافونيدات
 الدراسة النظرية للقلويدات
17 1-II- عموميات
20 2-II- تعريف القلويدات
20 3-II- التسمية
21 4-II- نبذة تاريخية
22 5-II- طبيعتها وتواجدها
22 6-II- تصنيف القلويدات
33 7-II- الخواص الفيزيائية
34 8-II- الخواص الكيميائية
35 9-II- الاصطناع الحيوي للقلويدات
43 10-II- الاستعمالات
44 المراجع
49 الفصل الثاني III : الدراسة النظرية لشجرة السدر والغندة
49 1-III- الدراسة النظرية لشجرة السدر والغندة
49 1-1-III- تصنيف شجرة السدر

49 وصف شجرة السدر	III-1-2-
51 التوزيع الجغرافي لشجرة السدر	III-1-3-
52 المسح الكيميائي لشجرة السدر	III-1-4-
58 تصنيف نبات العنّدة	III-2-1-
58 وصف نبات العنّدة	III-2-2-
59 التوزيع الجغرافي لنبات العنّدة	III-2-3-
60 المسح الكيميائي لنبات العنّدة	III-2-4-
64 الأستعمالات لنبات العنّدة	III-2-5-
65المراجع	
71 الفصل الثالث IV : الدراسة الكيميائية للفلافونيدات	
71 1-IV- الدراسة الكيميائية لنبات العنّدة :	
71 1-1-IV- المادة النباتية وفصل المركبات الفلافونيدية	
71 2-1-IV- المادة النباتية	
72 3-1-IV- الاستخلاص	
73 3-1-1-IV- الفصل بواسطة الكروماتوغرافيا	
82 4-1-1-IV- التعيين البنوي:	
83 1-4-1-1-IV- التعيين البنوي للمركب : (EA)	
92 2-4-1-1-IV- التعيين البنوي للمركب : (EAy)	
101 3-4-1-1-IV- التعيين البنوي للمركب : (BM11(6))	
109 4-4-1-1-IV- التعيين البنوي للمركب : (BM5(4))	
117 5-4-1-1-IV- التعيين البنوي للمركب : (ACF)	
125 6-4-1-1-IV- التعيين البنوي للمركب : (BM3(4))	
134 7-4-1-1-IV- التعيين البنوي للمركب : (BF2(6))	
143 8-4-1-1-IV- التعيين البنوي للمركب : (BM6(6))	
151 9-4-1-1-IV- التعيين البنوي للمركب : (EAN (1))	
157 10-4-1-1-IV- التعيين البنوي للمركب : (BM1(6))	
166 11-4-1-1-IV- التعيين البنوي للمركب : (BM25(4))	

175	IV-1-1-4-12- التعيين البنوي للمركب : (BM2(3))
183	IV-1-1-4-13- التعيين البنوي للمركب : (17(4))
193	IV-1-1-4-14- التعيين البنوي للمركب : (EBN (1))
201	IV-1-1-4-15- التعيين البنوي للمركب : (DER)
207	IV-1-1-4-16- التعيين البنوي للمركب : (B31(4))
217	IV-2- الدراسة الكيميائية لنبات السدر :
217	IV-2-1- المادة النباتية وفصل المركبات الفلافونيدية
217	IV-2-2- المادة النباتية
217	IV-2-3- الاستخلاص
219	IV-2-1-3- الفصل بواسطة الكروماتوغرافيا
223	IV-2-1-4- التعيين البنوي:
223	IV-2-1-4-1- التعيين البنوي للمركب : (ZBN(2))
231	IV-2-1-4-2- التعيين البنوي للمركب : (ZL)
240	الفصل الرابع V : الدراسة الكيميائية القلويدات
240	V-1- الدراسة الكيميائية لنبات العلندة
240	V-1-1- المستخلص الأول
240	V-1-1-1- التعيين البنوي للمركب : (DESN)
249	V-1-1-2- التعيين البنوي للمركب : (DEY)
254	V-2-1- المستخلص الثاني
266	V-3-1- المستخلص الثالث
267	V-4-1- المستخلص الرابع
268	V-2- الدراسة الكيميائية لنبات السدر
268	V-2-1- المستخلص القلويدي لنبات السدر
273	الفصل الخامس VI-1- الدراسة النظرية للبكتريا :
273	VI-1-1- مدخل
274	VI-2-1- مقدمة
274	VI-3-1- بيئة البكتيريا

274	4-1-VI	تركيب الخلية البكتيريا
275	5-1-VI	تصنيف البكتيريا
276	1-5-VI	العصوية الرقيقة (<i>Bacillus subtilis</i>)
276	2-5-VI	الإشريكية القولونية (<i>Escherichia coli</i>)
277	3-5-VI	السلمونيلا (<i>Salmonella</i>)
278	4-5-VI	شيغيلة فلخنرية (<i>Shigella flexneri</i>)
278	5-5-VI	العنقوديات الذهبية (<i>Staphylococcus aureus</i>)
279	6-5-VI	اللولبية الشاحبة (<i>Treponema pallidum</i>)
279	7-5-VI	سراتية ذابلة (<i>Serratia marcescens</i>)
280	8-5-VI	الزائفة الزنجارية (<i>Pseudomonas aeruginosa</i>)
281	9-5-VI	المكورات المعوية (<i>Enterococcus faecalis</i>)
282	1-VI	نتائج الاختبارات البيولوجية للبكتيريا
285		المراجع
291		الخاتمة

المقدمة

مقدمة

الفلافونيدات والقلويدات من أهم المركبات العضوية المستعملة في مجال الطب والمعروفة بتأثيراتها الفيزيولوجية، وهي مهمة جدا في الصناعة الصيدلانية، فمثلا النورأدرنالين والأفيدين لها أثر مهم في رفع ضغط الدم ويستعمل الأدرنالين لوقف النزيف والأتروبين في جراحة وطب العيون، وتنتج على هذه المركبات العضوية من النباتات، وتسمى هذه النباتات بالنباتات الطبية.

ويعرف النبات الطبي على أنه النبات الذي يحتوي في عضو أو أكثر من أعضائه المختلفة، على مادة كيميائية واحدة أو أكثر بتركيز منخفض أو مرتفع ولها القدرة الفسيولوجية على معالجة مرض معين أو على الأقل تقلل من أعراض الإصابة بهذا المرض.

وقد عرف العالم Dragendorff أن كل شيء من أصل نباتي يستعمل طبيا فهو نبات طبي [1]. ولقد بلغ علماء العقاقير قدرا كبيرا في مجال تصنيع الأدوية كيميائيا، وبالرغم من هذه النجاحات في مجال إنتاج الأدوية ، إلا أنها لا تخلو من نفاتح السم القاتلة، ومع انتشار العقاقير المحضرة صناعيا واستخدامها بصفة أساسية لعلاج الأمراض، إلا أنه في حالات كثيرة تعجز بعض المركبات العضوية المخلقة صناعيا عن محاكاة التأثير العلاجي الذي تحدثه المركبات الطبيعية وهي مازالت في صورة العقار الخام رغم تمتع المادة المخلقة صناعيا على درجة عالية جدا من النقاوة.

وكان الفراعنة والمصريون من أوائل الشعوب اهتماما بالنباتات الطبية، وجمع الصينيون النباتات الطبية واستعملوها منذ 4000 أو 5000 سنة قبل الميلاد [2].

فمثلا يستعمل نبات الكاثارانسس (*Catharanthus nosens*) في علاج مرض السرطان إيقاف تكاثر الخلايا السرطانية وانقساماتها وجذور نبات الراولفيا (*auwolfia serpentina*) في علاج ضغط الدم المرتفع، وأوراق نبات الديجيتاليس (*Digitalis spp*) في علاج أمراض القلب [1]. ونظرا لأهمية النباتات الطبية ومن خلال هذه الأطروحة أرتابنا أن نتعرف على أهم المركبات الفعالة الموجودة في نباتي السدر والعلندة وخاصة الفلافونيدات والقلويدات لأهميتها في مجال تصنيع الأدوية.

وتتلخص الدراسة في :

- 1- التعرف على أهم المركبات الفعالة الموجودة في النبتتين.
- 2- استخلاص الفلافونيدات والقلويدات من النبتتين.
- 3- التحليل بواسطة مختلف الطرق الكروماتوغرافية.
- 4- كروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة (TLC).
- 5- كروماتوغرافيا الورق ثنائية البعد (CP).
- 6- الكروماتوغرافيا السائلة عالية الأداء المرفقة بطيف الكتلة ومطيافية فوق الأشعة البنفسجية (HPLC-MS-UV).
- 7- كروماتوغرافيا الطور الغازي المرفقة بطيف الكتلة (GC-MS).
- 8- فصل الفلافونيدات بواسطة.
 - الكروماتوغرافيا التحضيرية (TLC).
 - كروماتوغرافيا الورق ثنائية البعد (CP).
 - كروماتوغرافيا العمود (CC).
- 9- تطبيق مختلف الطرق الكيميائية والفيزيائية لتحديد الصيغ الكيميائية للمركبات المفصولة.
 - مطيافية الكتلة (MS).
 - مطيافية الرنين النووي المغناطيسي RMN :
RMN¹H , RMN¹³C , DEPT135 , DEPT90 , COSY , HMQC , HMBC
- 10- دراسة الفعالية المضادة للبكتريا للمستخلصات.
- 11- دراسة الفعالية المضادة للبكتريا لبعض المركبات المفصولة.
- 12- دراسة الفعالية المضادة لتآكل الفولاذ بواسطة المستخلص الحمضي.

المراجع :

- [1] م. السيد هيكل، ع. عبد الرازق عمر. (1993). النباتات الطبية والعطرية- كيمياؤها-إنتاجها- فوائدها، الطبعة الثانية، منشأة المعارف بالاسكندرية، 13-134.
- [2] م. رفعت. (1988).العلاج بالأعشاب قديما وحديثا، الطبعة الثانية، مؤسسة عز الدين للطباعة والنشر بيروت- لبنان، 13-23 .

الفصل الأول

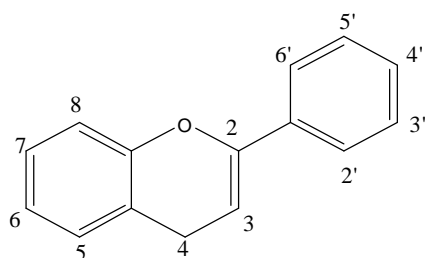
الدراسة النظرية للفلافونيدات

I-1- عموميات :

الفلافونيدات هي صبغيات ملونة تنتشر في الأجزاء المختلفة من النبات وتتمركز بصفة خاصة في الجزء الهوائي من النبات (ثمار، أزهار، أوراق)، والتي تشمل قسما كبيرا من أنواع الأيض الثانوي، وهذا بسبب كثرة عددها وتنوع هياكلها البنائية والعنصر البنائي الأساسي المميز لها هو وجود حلقة بنزينية واحدة على الأقل، حاملة لمجموعة هيدروكسيل حرة أو مرتبطة بوظيفة أخرى مثل أثير، أستر، سكر، وبالتالي فالمركبات الفينولية المستخلصة من النباتات تمثل حيزا كبيرا في حقل المنتجات الطبيعية إذ استخراج ما يقارب من 4000 إلى 6000 فلافونيد طبيعي [1-4].

I-2- تعريف الفلافونيدات :

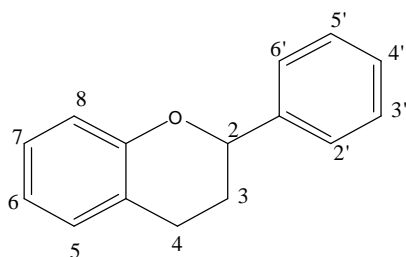
يستخدم مصطلح " الفلافونويدات " عموما لوصف مجموعة واسعة من المنتجات الطبيعية التي تتضمن هيكل أساسي يحتوي 15 ذرة كربون موزعة ثلاث حلقات كاربونية C6-C3-C6، أو بشكل أكثر تحديد وظائف Phenylbenzopyran ويتوقف هذا على موقع الرابطة في الحلقة العطرية [2-7].



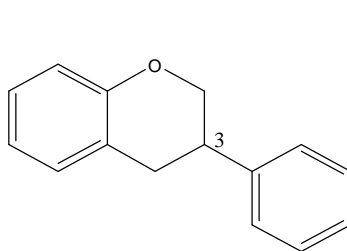
2-phenyl-4H-chromene

benzopyrano (chromano)

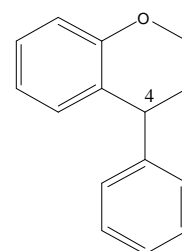
ويمكن تصنيف هذه المجموعة من المنتجات الطبيعية إلى ثلاث فئات وهي : هذه المجموعات عادة ما تشترك في الشالكون [4-2] [6] [8-10].



1- The Flavonoids (2-phenylbenzopyrans)



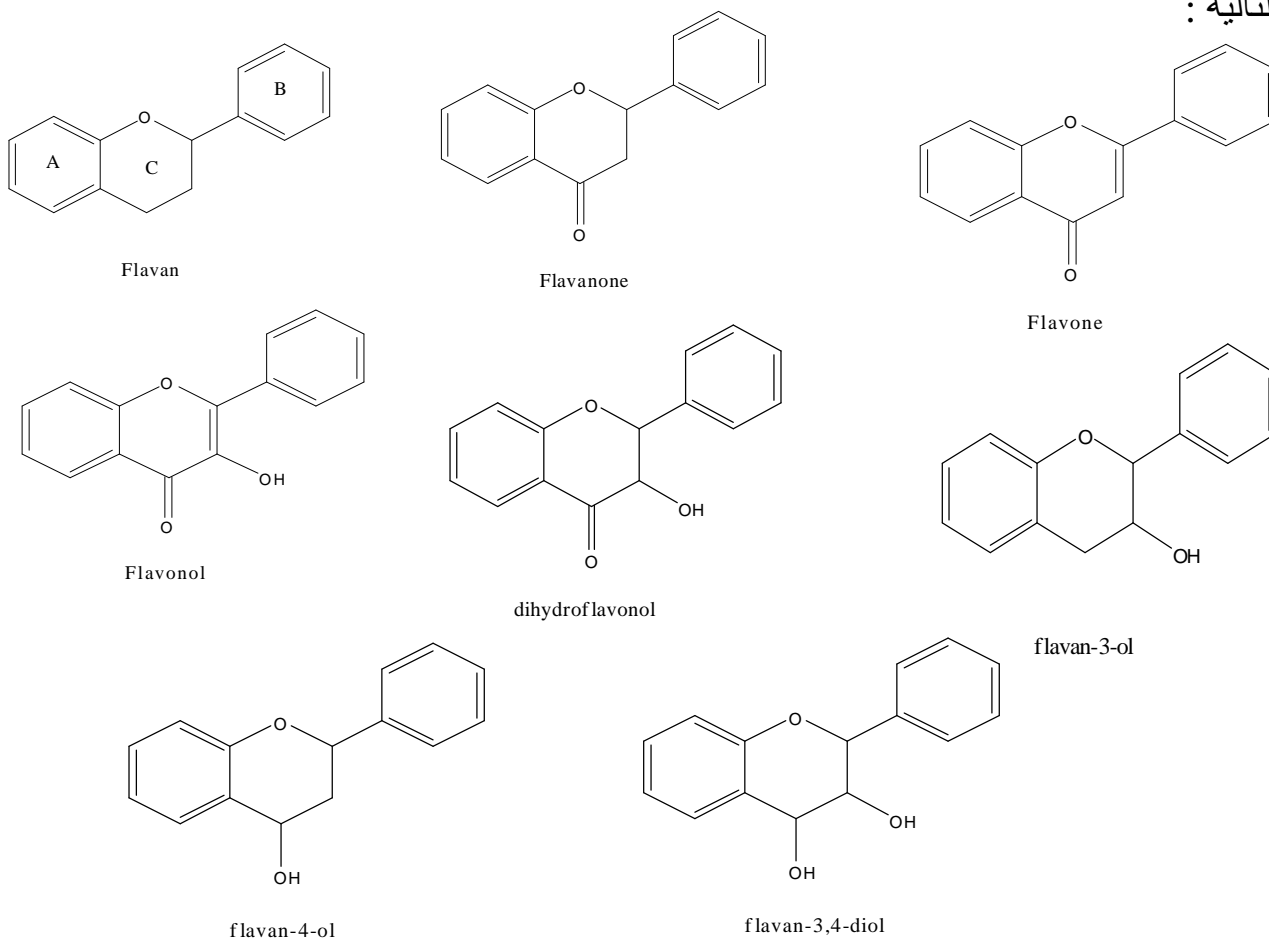
2- Isoflavonoids (3-benzylbenzopyrans)



3- The Neoflavonoids (4-benzopyrans)

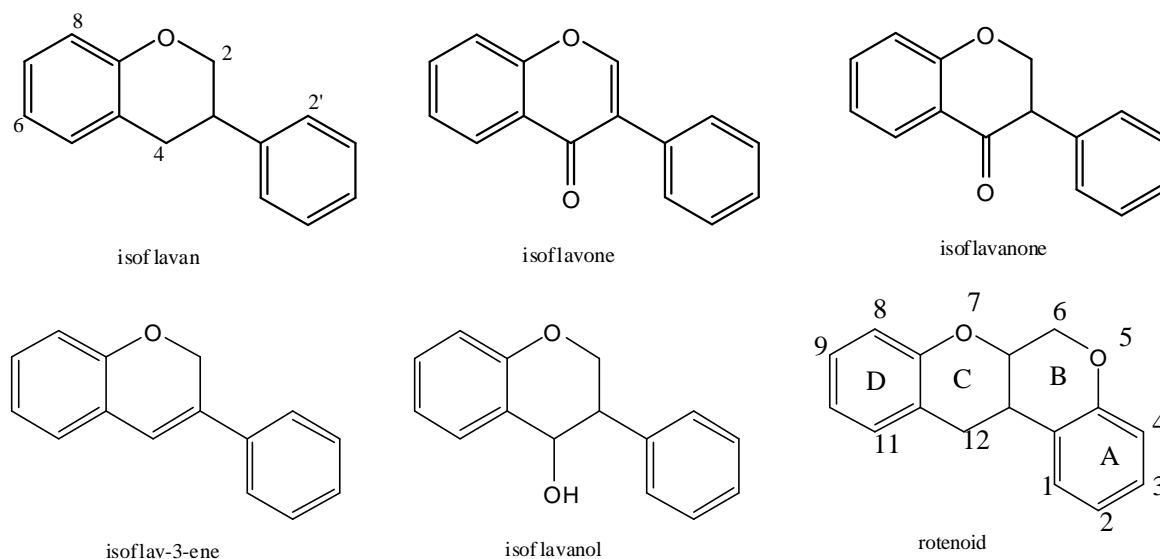
I-2-1- الفلافونيدات (Flavonoids(2-phenylbenzopyrans)) [6-3] [12-11]

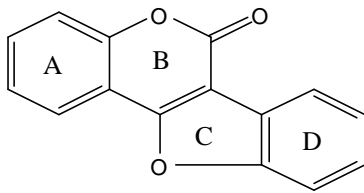
وبناء على درجة التأكسد وتشبع الحلقة غير المتجانسة يمكن تقسيم الفلافونويدات إلى المجموعات التالية :



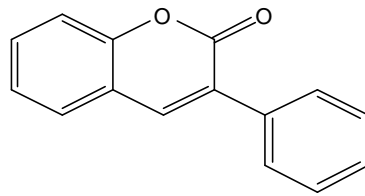
I-2-2- ايزوفلافونيد (Isoflavonoids (3-phenylbenzopyrans)) [6-3] [12-11]

هي فئة فرعية مميزة من الفلافونويدات توزيعها محدود في المملكة النباتية وتنقسم إلى المجموعات التالية :

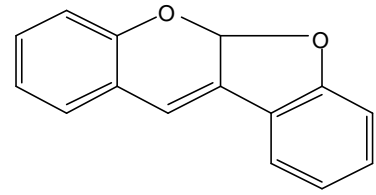




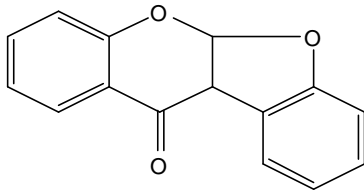
coumestane



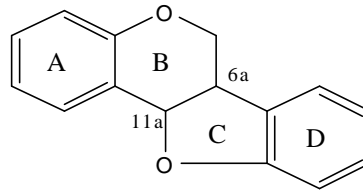
3-arylcoumarin



coumaronochromene



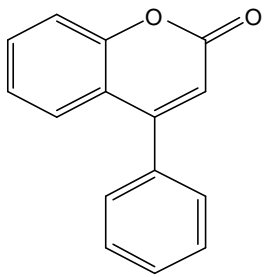
coumaronochromone



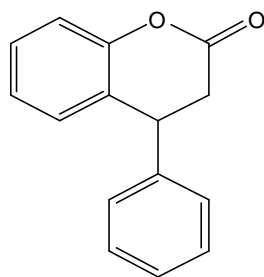
pterocarpan

[11] [6] : (Neoflavonoids (4-benzopyrans)) 3-2-I نيو فلافونيد

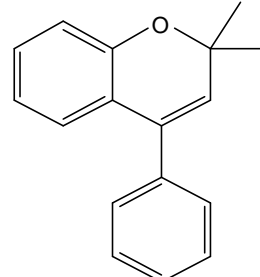
وتنقسم إلى المجموعات التالية :



4-arylcoumarin



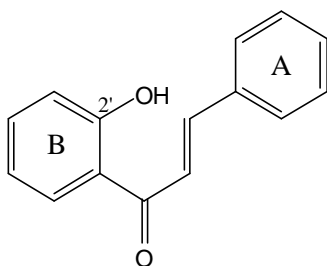
3,4-dihydro-4-arylcoumarin



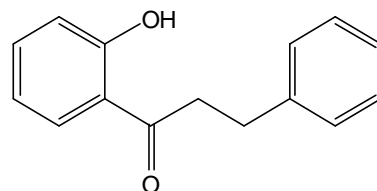
neoflavene

[6] [4] : (Minor Flavonoids) 4-2-I مينو ر فلافونيد

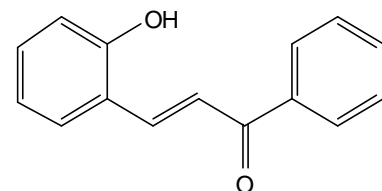
هي منتجات طبيعية مثل الجالكونات وايرون تحتوي أيضا على الهيكل C6-C3-C6 وتعتبر مركبات الفلافونويد طفيفة وتشتمل هذه الفئات من المركبات على :



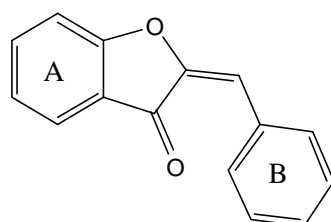
2'-OH-chalcone



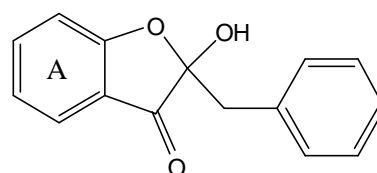
2'-OH-dihydrochalcone



2'-OH-retro-chalcone

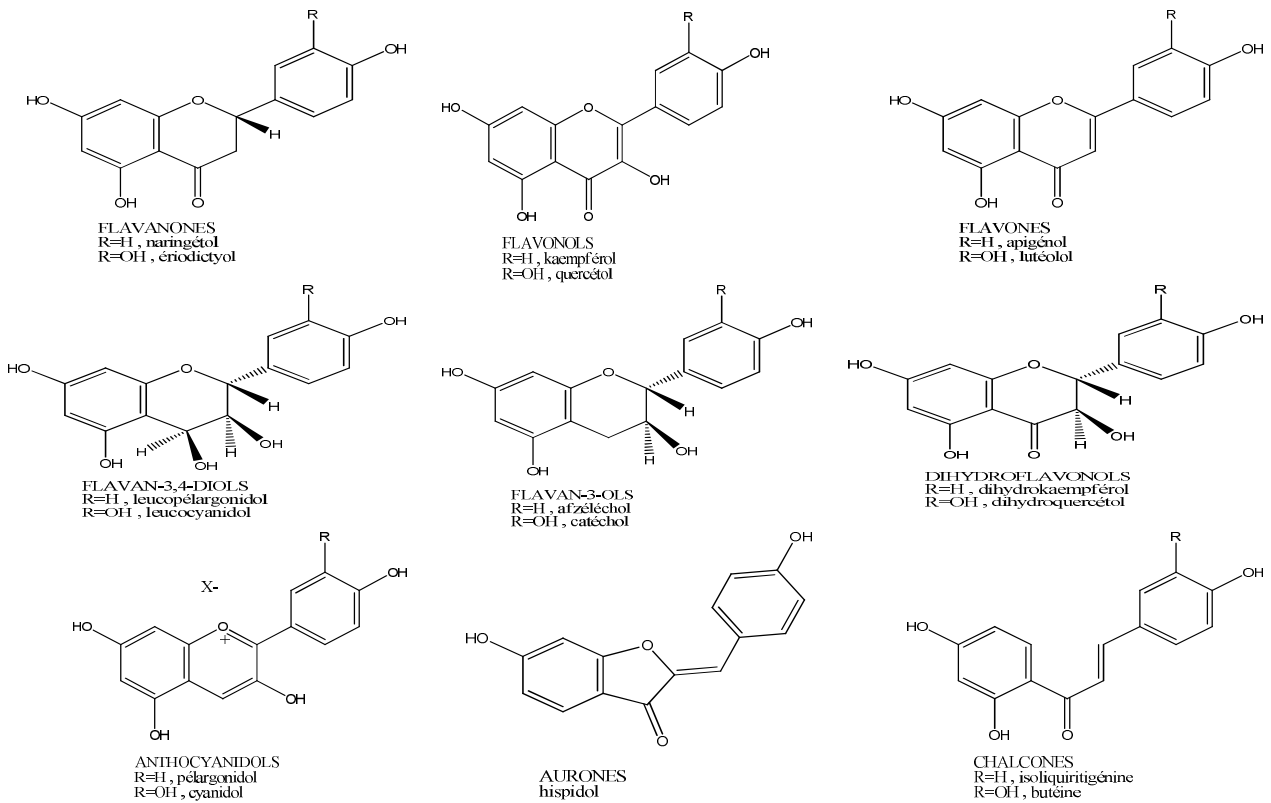


aurone



auronols

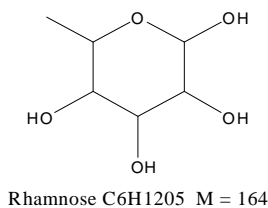
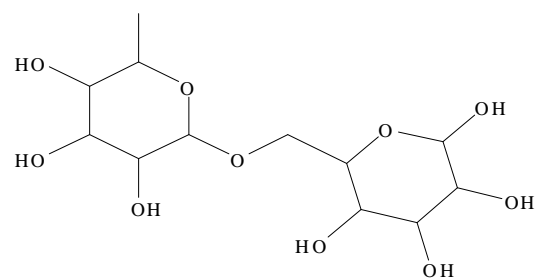
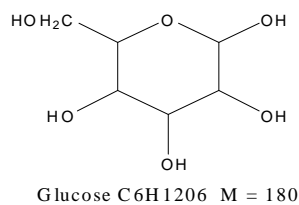
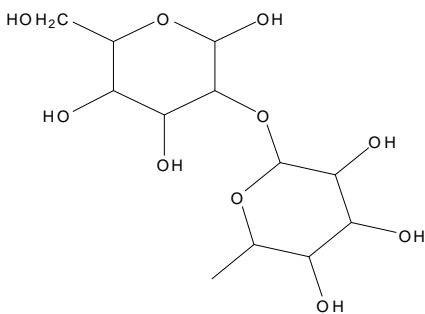
أمثلة على بعض الفلافونيدات: [5-2] [13-11]



I-3- أهم السكريات ذات الارتباط بالفلافونويدات: [11]

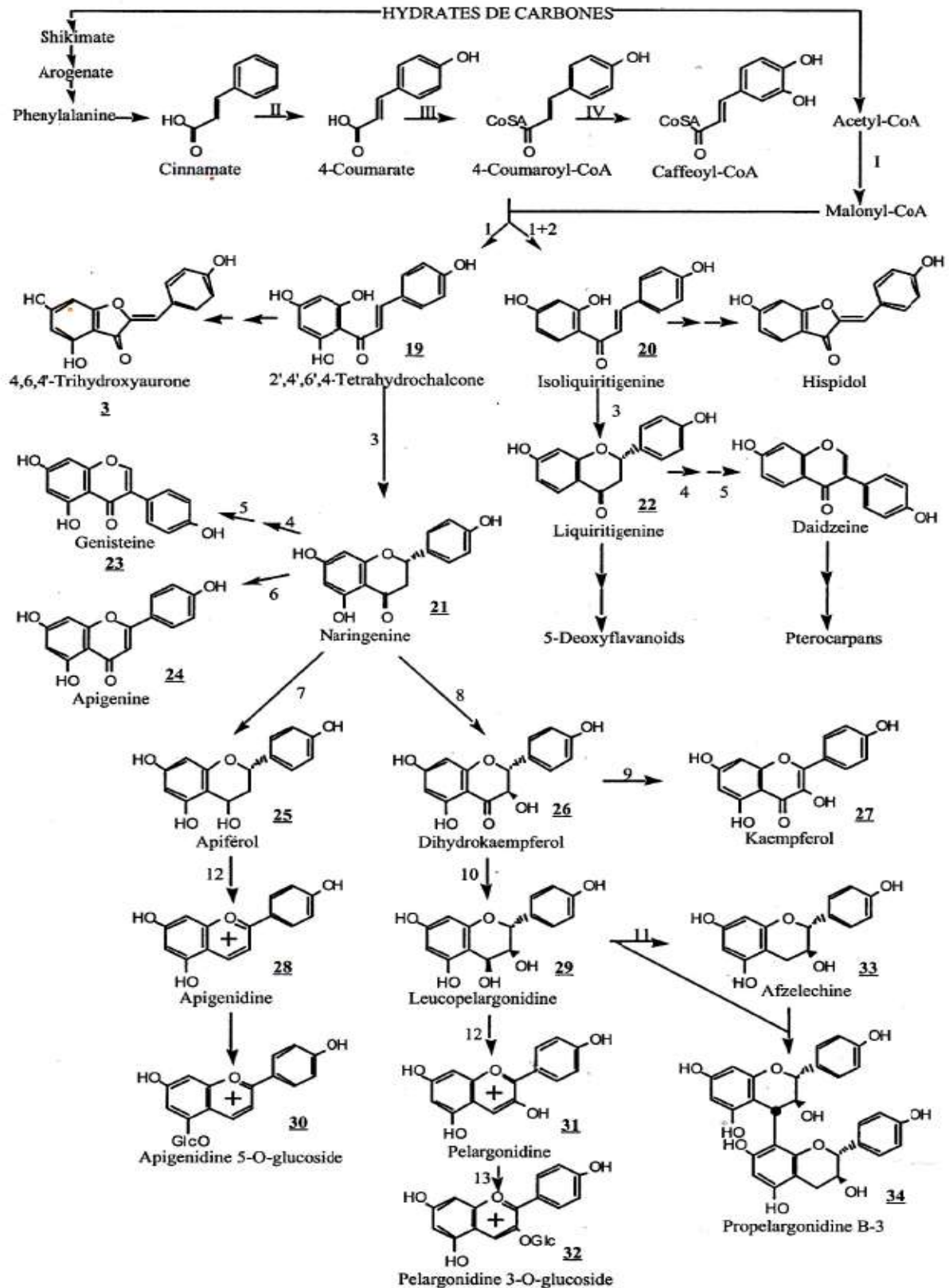
الجدول رقم (I-1): أهم السكريات ذات الارتباط بالفلافونويدات

بنية السكر	الاسم الشائع
<i>O</i> -β-D-xylosyl-(1→2)-glucose	Sambubiose
<i>O</i> -α-L-rhamnosyl-(1→2)-glucose	Neohesperidose
<i>O</i> -α-L-rhamnosyl-(1→6)-glucose	Rutinose
<i>O</i> -β-D-glucosyl-(1→2)-glucose	Sophoros
<i>O</i> -β-D-glucosyl-(1→6)-glucose	Gentiobos



I-4- الاصطناع الحيوي للفلافونيدات : [4] [6] [12] [14-16]

انطلاقاً من نواة الشالكون يتم تصنيع العديد من الفلافونيدات بوجود محفزات مع الإنزيمات داخل مصدرها الطبيعي (الجدول رقم (2-I))، مراحل الاصطناع مذكورة في الشكل رقم (1-I).



الشكل رقم (1-I) : مراحل الاصطناع الحيوي للفلافونيدات

الجدول رقم (2-I): الإنزيمات الداخلة في التصنيع الحيوي للفلافونيدات [4] [6] [14-17]

رمز الانزيم	الانزيم	الرقم
PRECURSEURS NON-FLAVONOIDES		
ACC	Acetyl-CoA carboxylase	I
PAL	Phenylalanine ammonialyase	II
C4H	Cinnamate 4-hydroxylase	III
4CL	4-Coumarate: CoA ligase	IV
CC3H	4-Coumaroyl-CoA 3-hydroxylase	V
CLASSES FLAVONOIDES		
CHS	Chalcone synthase	1
PKR	Polyketide réductase	2
CHI	Chalcone isomérase	3
IFS	2-Hydroxyisoflavone synthase	4
IFD	2-Hydroxyisoflavone déhydratase	5
FNS I et II	Flavone synthase I et II	6
FNR	Flavone 4-réductase	7
FHT	Flavone 3-hydroxylase	8
FLS	Flavonol synthase	9
DFR	Dihydroflavonol 4-réductase	10
LAR	Leucoanthocyanidin 4-réductase	11
ANS	Anthocyanidine synthase	12
FGT	Flavonoïde 3-O-glucosyl transférase	13

5-I- خواص الفلافونيدات :

الفلافونيدات مركبات هيدروكسيلية تتصف بخواص الفينولات فهي مركبات ذات صفة حمضية ضعيفة تذوب في القواعد القوية مثل هيدروكسيد الصوديوم وتتصف الفلافونيدات التي تحمل عدد اكبر من مجموعات الهيدروكسيل الحرة أو التي تحوي بقية سكر بالصفة القطبية، ولذلك فهي تذوب في المذيبات القطبية مثل الميثانول والايثانول والاسيتون والماء.

أما الفلافونيدات الأقل قطبية مثل الايزوفلافونات وكذلك الفلافانونات والفلافونات التي تحمل عدد اكبر من مجموعات الميثوكسيل فإنها تذوب في الكلوروفورم أو الايثر.

I-6- الدراسة الكيميائية للفلافونيدات :

I-6-1- الاستخلاص: [9] [18] [19] [20-24]

يتم الاستخلاص على الأجزاء الهوائية لإحتوائها على الفلافونيدات، هناك طرق ثابتة للاستخلاص تعتمد على التركيب الكيميائي لكل نوع من المركبات. هناك عدة طرق لاستخلاص الفلافونيدات نذكر منها :

- الاستخلاص بواسطة الماء والكلوروهيدريك (HCl/H₂O) (طريقة لوبرتون)

- الاستخلاص بواسطة الايثانول والماء (H₂O/C₂H₅OH)

- الاستخلاص بواسطة الاسيتون والماء (CH₃COCH₃/H₂O)

يعد الاستخلاص بواسطة الايثانول أو الميثانول والماء من أكثر الطرق إتباعا حيث يتم التخلص من الكحول واستخلاص المحلول المائي بأسيئات الاثيل (استخلاص الاجلكونات عديدة الهيدروكسيل وكذلك الفلافونيدات احادية السكر)، تم الاستخلاص بالبوتانول (استخلاص الفلافونيدات عديدة السكر ونوع من الاتيروزيدات) وقد تستعمل مذيبات أخرى كالكلوروفورم والهكسان (استخلاص الاجليكونات الميثوكسيلية).

I-6-2- فصل وتنقية الفلافونيدات :

تنقسم تقنيات الفصل الكروماتوغرافي للفلافونيدات إلى أربعة أنواع رئيسية هي :

1- كروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة (TLC) : [18] [22] [25] [26]

تستعمل كروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة لمعرفة العدد التقريبي للمركبات أو التنقية بعد الفصل بواسطة العمود الكروماتوغرافي وتحتوي هلام السيليس - متعدد الاميد - السليلوز.

2- كروماتوغرافيا الورق (CP): [9] [22]

مصنوعة من السليلوز (Whatman N :1,3) تستعمل هذه التقنية لمعرفة العدد التقريبي للمركبات أو التنقية بعد الفصل بواسطة العمود الكروماتوغرافي وعند فصل كميات قليلة من المستخلص، وجملة المذيبات الأكثر شيوعا هي (BAW, TBA, AcOH:15-40%) [22] وتعطي دلالة جيدة على نوع المركب الفلافونيدي حسب اللون والموقع، وتساعد على التأكد من نقاوة المركب.

3-الكروماتوغرافيا السائلة عالية الأداء (HPLC): [6] [11] [25-31]

تساعد هذه التقنية على معرفة العدد التقريبي للمركبات الموجودة في المستخلص ونوع المركب إذا كانت مرفقة بجهاز مطيافية الأشعة فوق البنفسجية ومطياف الكتلة.

4- كروماتوغرافيا الطور الغازي المرفقة بمطياف الكتلة (GC-MS): [11] [26] [29]

تساعد هذه التقنية على معرفة العدد التقريبي للمركبات الموجودة في المستخلص ونوع المركب إذا كانت مرفقة بجهاز مطياف الكتلة وتستعمل فقط في المركبات سريعة التطاير أي مستخلص ثنائي كلوروميثان.

5- كروماتوغرافيا العمود (CC) : [9] [18-20] [26] [31] [32]

تستعمل لفصل المركبات بكميات كبيرة ويستعمل كطور ثابت هلام السيليس والسيللوز ومتعدد الاميد إما الطور المتحرك فيستعمل مذيبات مختلفة القطبية ويتم الكشف عن المركبات المفصولة بواسطة مصباح (UV) في وجود وعدم وجود النشادر.

الجدول رقم (3-I) : علاقة موقع المستبدلات بالألوان

المركب الفلافونيدي المحتمل	لون البقعة تحت الأشعة (UV)	
	مع وجود NH ₃	بدون NH ₃
Flavones ;5-OH Flavonols (3-OR,4'-OH)	اصفر أو اصفر مخضر	بنفسجي - اسود
Flavones ; Flavonols (3-OR, 5-OH ,4'-OH) Flavones (6-OH ou 8-OH)	تغير طفيف أو عدم تغير في اللون	
Flavones (5-OR); Flavonols (3-OR, 5-OR)	اصفر - مخضر أو أزرق - مخضر	ازرق
Flavones(3-OH,5-OR); Flavonols(3-OH, 5-OH)	تغير طفيف	اصفر فاقع
	أو عدم تغير اللون	أو اصفر باهت

7-I- التحليل الطيفي للفلافونيدات :

1-7-I- طيف الأشعة فوق البنفسجية (UV) : [9] [11] [22] [33]

يتميز طيف (UV) للفلافونيدات بحزمتين في جميع الفلافونيدات ويختلف امتصاص هاتين الحزمتين باختلاف نوع المركب الفلافونيدي وقيم هذا الامتصاص ملخصة في الجدول التالي :

الجدول رقم (4-I) : مكان امتصاص الحزمتين I و II للفلافونيدات [33]

$\lambda_{\max}(\text{nm})$		فلافونيد (Flavonoid)
$\lambda_{\max}(\text{II})$	$\lambda_{\max}(\text{I})$	
		فلافون (Flavones)
337	272	5-Hydroxyflavone
337	268	Apigenin
347	253	Luteolin
355	255	3-Methylquercetin
		فلافونول (Flavonols)
370	253	Fisetin
380	263	Morin
370	250	Quercetin
360	258	Isoquercitrin
378	255	Myricetin
		ايزوفلافون (Isoflavones)
328 (sh)	260	Genistein
326 (sh)	261	Biochanin A
302 (sh)	250	Daidzein
302	249	Formononetin
		فلافانون (Flavanones)
330 (sh)	284	Naringin
325 (sh)	288	Naringenin
330 (sh)	289	Hesperetin

قيم الحزمتين في الجدول تعبر على عدد ومواقع المجموعات الهيدروكسيلية البديلة والمجموعات الميتوكسيلية أو وحدات السكر.

يأخذ طيف (UV) للفلافونيدات دائما في الايثانول أو الميثانول إضافة كواشف مختلفة مثل كلوريد الالومنيوم $AlCl_3$ أو هيدروكسيد الصوديوم NaOH إلى محلول الميثانول للمركب الفلافونيدي ويعطى الوانا مميزة مع هذه الكواشف مع تغير طفيف لقيم طيف حزمة أو حزمتين. إن مقدار هذه الإزاحة يعطي دلالات جيدة على نوع المجموعات البديلة ومكان ارتباطها.

الجدول رقم (5-I): أهم الامتصاصات الملاحظة عند إضافة مجموعة من المفاعلات للحزمتين I و II [26] [20] [18]

موقع الارتباط	الإزاحة الملاحظة على $\lambda_{max}(nm)$		المفاعل
	$\lambda_{max}(I)$	$\lambda_{max}(II)$	
فلافون فلافونول OR في الموضع 3	280-250 280-250 280-250	350-304 385-352 357-328	MeOH
OH في 4' OR في 4' 3-OH		45+ إلى 65+ 1- استقرار الشدة الضوئية مع MeOH / 2- نقص الشدة الضوئية / مع MeOH	NaOMe (NaOH)
3',4'-OH أو Ortho di-OH على الحلقة A مثلا 6,7 أو 7,8 أو Ortho di-OH على الحلقة B		استمرار النقص في الشدة الضوئية طيف يتحلل مع الوقت	
OH في 7		حزمة جديدة مقارنة ب بين 335-320	
OH في 7 مع ملاحظة ان هذا الانزياح يتراجع في وجود مستبدلات في 6 او 8 . OR في 7	5+ إلى 20+	عدم وجود أي انزياح أو ظهور انزياح ضعيف	NaOAc
Ortho di-OH على الحلقة B		12+ إلى 36+	NaOAc + H ₃ BO ₃
Ortho di-OH على الحلقة B (فلافون) مع OH في 5 Ortho di-OH على الحلقة B (فلافونول) مع OH في 5		قمة وحيدة عند 430-420 قمة وحيدة عند 460-440	AlCl ₃
5-OH مع مجموعة اوكسيجينية في 6 OH في 5 فلافون و 3-OCH ₃ فلافون OH في 3 مع او عدم وجود OH في 5		17+ إلى 20 35+ إلى 55 50+ إلى 60	MeOH/ AlCl ₃ + HCl
Ortho di-OH على الحلقة B di-OH على الحلقة A بالإضافة إلى Ortho di-OH على الحلقة B أو tri-OH على الحلقة B			AlCl ₃ / AlCl ₃ + HCl

I-7-2- طيف الأشعة تحت الحمراء (IR): [7] [9]

تعتبر مطيافية الأشعة تحت الحمراء من الطرق الفيزيائية الجيدة التي تقدم معلومات عن المجموعات الوظيفية الموجودة في المركب.

I-7-3- طيف الكتلة (MS) : [11] [26] [29] [32] [33]

تعتبر مطيافية الكتلة من الطرق الفيزيائية الجيدة التي تقدم معلومات عن بنية المركبات الفلافونيدية إذ تمكن من التعرف على الكتل الجزئية بالإضافة إلى عدد ونوعية المستبدلات المرتبطة بالأجليكون كما أن تحديد قمم الشظايا الناتجة عن انقسام المركب يعطي معلومات جد هامة على كيفية توزيع هذه المستبدلات بالنسبة للحلقتين A و B وتنقسم إلى :

1- تقنية القذف الإلكتروني (IE)

2- تقنية القذف السريع بالذرات (F.A.B)

3- تقنية الالكتروسبراي (IE)

I-7-4- الرنين النووي المغناطيسي (RMN): [11] [18] [19] [22] [23] [29]

يعتبر تحليل طيف الرنين النووي المغناطيسي من أشهر الطرق لتحديد الصيغة النهائية للمركب وخاصة طيف الكربون 13 وأهمها : $RMN^{13}C$, $DEPT90$, $DEPT135$, RMN^1H , $HMBC$, $HMQC$, $COSY$.

I-8- أهمية الفلافونيدات :

I-8-1- الأهمية البيولوجية للفلافونيدات : [10] [32]

الفلافونيدات لها دور كبير في تلوين الأزهار والثمار.

I-8-2- الفعالية المضادة للاكسدة للفلافونيدات : [10] [32] [34-38]

تعتبر الفلافونيدات عوامل مرجعية فهي تقوم بتكسير تسلسل التفاعل الجذري بتشكيل مركبات أكثر استقراراً.

ترجع خاصية الفلافونيدات في مقاومة التأكسد إلى ظاهرة الرنين الإلكتروني الناتج من الحلقات الأروماتية، ولذلك تختلف الفعالية المضادة للتأكسد من مركب إلى آخر حسب موقع وعدد المستبدلات الموجودة على المركب وعدد الروابط الثنائية في المركب.

I-8-3- الأهمية الطبية الفلافونيدات : [18] [32] [34-36] [39-44]

- 1- تنشيط أو تثبيط بعض التفاعلات الأنزيمية.
- 2- معظم الفلافونيدات معرقة وتمنع انفجار الأوعية الشعرية ومنع نفاذ الدم من خلالها.
- 3- كثير من الفلافونيدات تزيل الالتهابات الجلدية السطحية.
- 4- بعض الفلافونيدات عديدة الميوتوكسيل فعالة ضد بعض الخلايا السرطانية.
- 5- تمنع الحشرات من التغذية على النباتات.
- 6- مثبتة لمادة الازوت.
- 7- بعض الفلافونيدات لها خصائص مزيلة للتشنج.
- 8- بعض الفلافونيدات تفيد في علاج مرض السكر [45-47] .

I-8-4- الأغذية المحتوية على الفلافونيدات :

الجدول رقم (I- 6) : بعض الاغذية المحتوية على الفلافونيدات [48-61]

المجموعة	المركب	المصدر
Flavonols	Quercetin	البصل الأصفر، اللفت، الكراث، الكرز، الطماطم، القرنبيط، الشاي الأخضر والأسود، العنب الأسود، العنب البري
	Kaempferol	
	Myricetin	
	Isorhamnetin	
	Querctagetin	
Flavones	Tangeretin	البقدوس والكرافس الفلل الحلوا والحار
	Heptamethoxyflavone	
	Nobiletin	
	Sinensetin	
	Quercetogetin	
	Chrysin	
	Apegenin	
	Luteolin	
	Disometin	
	Tricetin	
Flavanones	Naringenin	عصير البرتقال والليمون
	Eriodictyol	
	Hesperetin	
	Dihydroquercetin	
	Dihydrofisetin	
	Dihydrobinetin	
Silibinin	الكاكاو، المشروبات، الشوكولاته	

	Silymarin	Flavanols
	Taxifolin	
	Pinobanksin	
الشوكولاته، الفول، المشمش، الكوز، العنب، الخوخ، عصير التفاح، الشاي الأخضر والأسود	(+) Catechin	Catechins (Proanthocyanidins)
	Gallocatechin	
	(-) Epicatechin	
	Epigallocatechin	
	Epicatechin 3-gallate	
الجبن، فول الصويا، دقيق الصويا	Daidzein	Isoflavones
	Genistein	
	Glycitein	
العنب الأسود، الكرز، راوند، الخوخ، الفراولة، الملفوف الأحمر	Cyanidin	Anthocyanins
	Delphinidin	
	Malvidin	
	Pelargonidin	
	Peonidin	
	Petunidin	

الجدول رقم (7-I): نسبة الفلافونيدات في بعض الاغذية [48- 61]

Kaempferol mg/100g	Myricetin mg/100g	Quercetin mg/100g	الفاكهة
6.30	0.00	2.80	القرنبيط
0.00	0.00	0.40	الجزر
-	-	3.50	الكرافس
-	-	20.10	مسحوق الكاكاو غير المحلى
0.10	4.30	14.00	التوت البري
14.60	0.00	5.10	اللفت
0.00	0.00	2.00	لب الخس
0.00	0.00	11.30	عين البقرة
0.30	0.00	22.60	البصل
0.10	0.00	0.50	الطماطم الأحمر الناضج

II- الدراسة النظرية للقلويدات

II-1- عموميات :

القلويدات هي قواعد أزوتية معقدة التركيب غالبا ما تكون حلقات متغايرة من أصل نباتي، أنواع هذه الأمينات في الطبيعة كبير جدا ولها تأثير فيزيولوجي دائما حاد [65] [66]. معظم القلويدات تحتوي على حلقة أو أكثر غير متجانسة وغالبا ما يكون الأزوت فيها على هيئة أمين ثانوي أو ثالثي، ونادرا ما تحتوي على ذرة أزوت غير حلقية ومجموعة الأمين غالبا ثانوية، وقد تكون أولية مثل أفيرين وكولاشيدسين.

وبعض القلويدات تحتوي على ذرتي أزوت في حلقات مختلفة (نيكوتين، ريسيربين) والكافيين هو مشتق من الحلقات المتغايرة يحتوي على 4 ذرات أزوت [65].

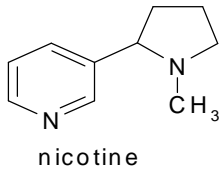
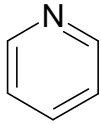
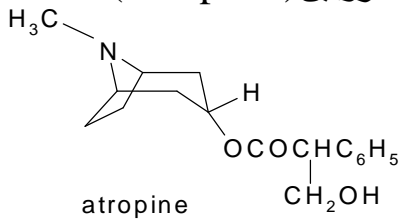
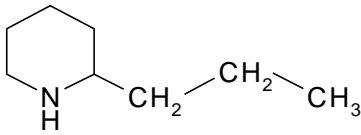
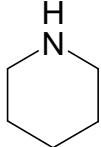
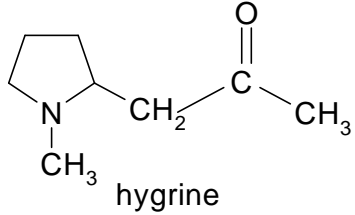
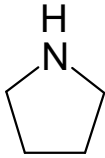
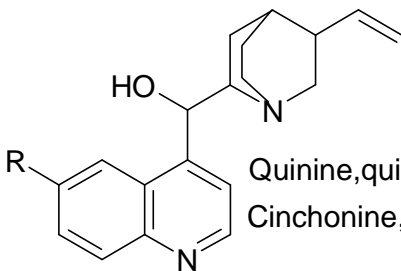
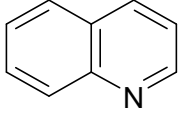
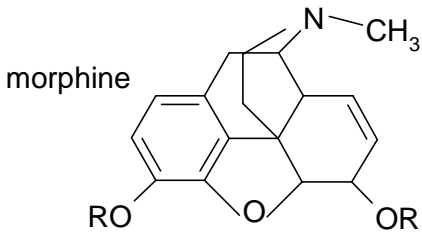
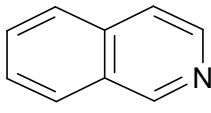
والقلويدات من أقدم المركبات العضوية التي تم فصلها بصورة نقية وذلك لسببين :

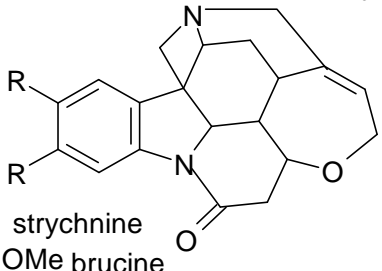
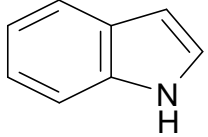
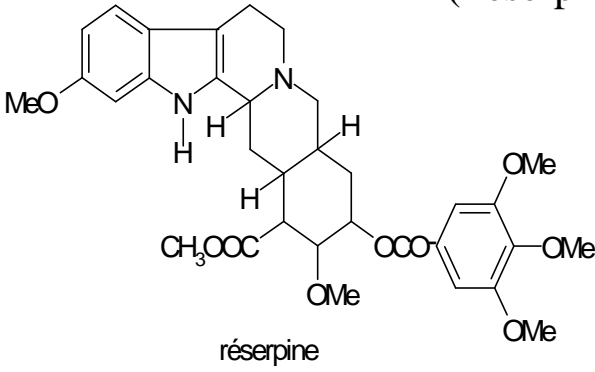
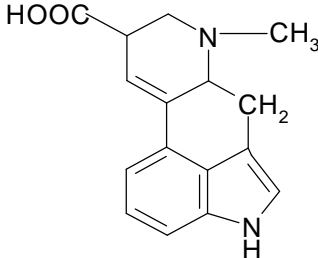
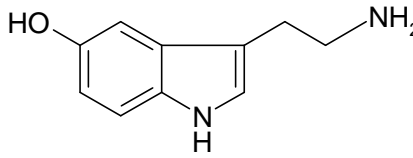
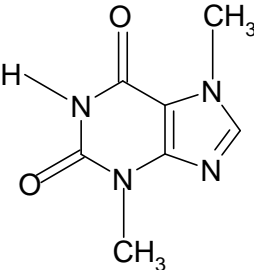
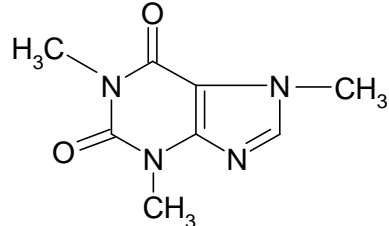
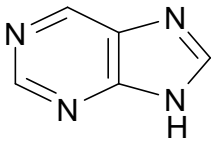
أولا : لأهمية القلويدات في مجال الطب.

ثانيا : لسهولة فصلها من النباتات وذلك لكونها مركبات قاعدية حيث يمكن معاملة النبات بحمض معدني مخفف لإذابتها على هيئة أملاح، يرشح المحلول ثم ترسب القلويدات بإضافة قاعدة ومن ثم تستخلص بواسطة منبيات عضوية [63].

الأنواع الرئيسية هي :

الجدول رقم (1-II) : الأنواع الرئيسية مع أمثلة لكل نوع [65]

أمثلة	النوع	
 <p>نيكوتين (nicotine)</p> <p>nicotine</p>	<p>بيريدين (Pyridine)</p> 	
<p>أتروبين (atropine)</p>  <p>atropine</p>	<p>كونين (coniine)</p>  <p>coniine</p>	<p>بيبيريدين (Pipéridine)</p> 
<p>الهيجرين (hygrine)</p>  <p>hygrine</p>	<p>بيرو ليدين (Pyrrolidine)</p> 	
<p>كينين (quinine)</p>  <p>Quinine,quinidine : R= OMe Cinchonine,cinchonidine:R=H</p>	<p>كينولين (Quinoline)</p> 	
<p>مورفين (morphine)</p>  <p>morphine</p>	<p>إيزوكينولين (Isoquinoline)</p> 	

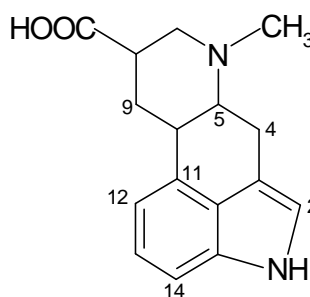
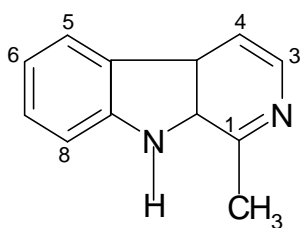
<p>ستريكنين (strychnine)</p>  <p>R=H strychnine R= OMe brucine</p>	<p>أندول (Indole)</p> 	
<p>ريسيريبن (reserpine)</p>  <p>réserpine</p>		
<p>حمض لايسيروجيك (acide lysergique)</p>  <p>acide lysergique</p>	<p>سيروتينين (sérotonine)</p>  <p>Sérotonine</p>	
<p>توبرومين (théobromine)</p>  <p>Théobromine</p>	<p>كافيين (caffeine)</p>  <p>Caffeine</p>	<p>بيورين (Purine)</p> 

II-2- تعريف القلويدات :

مصطلح قلويد أدخل في 1818 من طرف (Meissner) ولفظ كلمة القلويد عبارة عن مركب عضوي قاعدي له صفات القلوية ومنها اشتقت وتحولت إلى كلمة القلويد أي القاعدة النباتية هذا راجع إلى احتواءها على قواعد نتروجينية معقدة التركيب الكيميائي [67] [68].

II-3- التسمية :

نظرا لاختلاف القلويدات في خواصها وتراكيبها الكيميائية وبالتالي اختلاف في استعمالاتها ووظائفها الفسيولوجية [62] فإنه يتعذر معه توفر نظام تسمية موحد لهذه المركبات الطبيعية وتجدر الإشارة إلى أنه يستحيل وجود مثل هذه التسمية النظامية حتى بين أفراد المجموعة الواحدة فمثلا يختلف الترقيم المستخدم لحلقة الأندول بين أفراد القلويدات الأندولية المختلفة.



ويستخدم العاملون بهذا المجال نظام للترقيم يعتمد على التخليق الحيوي للقلويدات وإن كان فهرس المقننات الكيميائية يشتمل على نظام ترقيم مختلف لكل مجموعة من القلويدات. ووفقا للقواعد الكيميائية فلقد اتفق على أن تنتهي أسماء القلويدات جميعا بالمقطع (-ine) مثل Nicotine , Emetine وغيرها، أما الجزء الأول من اسم أي قلويد فيمكن أن يشتق من اسم الجنس النباتي الذي يستخلص منه القلويد مثل Nicotine من الدخان (Nicotiana) والأتروبين Atropine من الأتروبا (Atropa)، كذلك يمكن أن يشتق اسم القلويد من اسم النوع النباتي الحامل للقلويد مثل balladonine من (Athopa belladona) وقلويد cocaine من (Erythroxyllone coca). كذلك يمكن أن يشتق اسم القلويد من الاسم الشائع للنبات المحتوي على القلويد مثل قلويد الأرجوتامين Ergotamine أو قد يشتق اسم القلويد من خلال التأثير الفسيولوجي للقلويد ذاته فقد يسمى Emetine لأنه مقيء Emetic، أو قد يشتق اسم القلويد من الخواص الطبيعية للقلويد مثل hygrine متميع hygro = moist.

وأخيرا قد يشتق اسم القلويد من اسم المكتشف مثل narcotine من اسم اللورد Narcot وقلويد Pelletierine من اسم العالم Pelletier ويتضح مما سبق أنه ليست هناك قاعدة محددة لتسمية القلويدات [62] [64] [69].

II-4- نبذة تاريخية :

تعتبر خلاصة الأفيون الجافة أول عقار خام تم استخلاصه ودراسته، و لقد استخدم الأفيون لقرون عديدة كمنوم ومسكن بواسطة الأطباء الشعبيين، ولقد جذب الأفيون انتباه العلماء، حيث تمكن ديرسون (Derson) في عام 1803 م من فصل قلويد متوسط النقاوة من نبات الخشخاش (الأفيون) أطلق عليه الناركوتين (Narcotine)، ثم بعد ذلك وفي عام 1805 م تم اكتشاف المورفين (Morphine) من طرف العالم سيرتيرز والذي يعد أول من اكتشف الخواص الأساسية للمورفين ، وبعد استخدام طرق الفصل والتنقية الحديثة خاصة الطرق الكورماتوغرافية تمكن العلماء من فصل العديد من القلويدات حتى بلغ عدد المفصول منها عام 1973 م حوالي 4959 قلويدا، في حين أمكن التعرف على التركيب الكيميائي حوالي 3293 قلويدا منها، إلى أن وصل في عام 1978 م إلى 4000 قلويد معروفة التركيب الكيميائي [62] [68] [69].

II-5- طبيعتها وتواجدها :

لقد كان المصدر الرئيسي للقلويدات في الماضي النباتات الزهرية إلا أنه في الوقت الحاضر قد تم عزل الكثير من هذه المركبات من مصادر مختلفة مثل الحشرات والكائنات البحرية الدقيقة، ولا يزال عدد القلويدات التي تم استخلاصها من النباتات الزهرية يفوق عدد القلويدات التي تم استخلاصها من المصادر الأخرى، وعليه فهي الأكثر لفتا للانتباه، وتنتشر هذه المركبات في الكثير من الأجناس المختلفة في فصائل (عائلات) نباتية مختلفة [62] [64]. وبصفة عامة فإن القلويدات لا تبدي ميلا للتركز في عضو نباتي دون الآخر. كما أننا نجد في بعض الحالات تفاوتاً أو تغيراً في المحتوى القلويدي لعضو نباتي معين خلال موسم النمو الواحد بل خلال فترتي الليل والنهار كذلك في حالات خاصة كالنباتات المعمرة فإن مواقع تواجد القلويدات في العضو النباتي تبدو أكثر وضوحاً بتقدم النبات في العمر. ولا يدل وجود القلويدات

أو تركزها في عضو نباتي معين على أنها تكونت بالضرورة في هذا العضو النباتي أو خلقت فيه [62].

ونادرا ما تتواجد القلويدات في النبات في الحالة الحرة بل في أغلب الحالات تكون مرتبطة بحمض عضوي أو في العفص [67]، ونسبة القلويدات في النبات تتغير وعموما تكون ما بين 1% و 2% إلى 3% (من الوزن الجاف للنبات) [67]، وقد تصل إلى أكثر من 10% في (quinquinas) [67] [68].

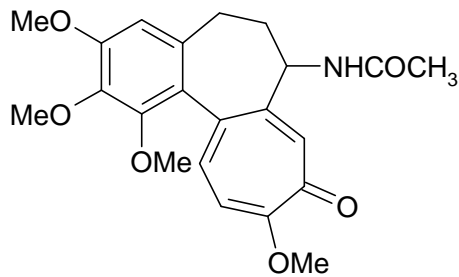
أما دورها في النبات غير معروف بالتحديد وقد تعتبر القلويدات بمثابة مخزون احتياطي لعنصر النيتروجين لإمداد النبات به وقت الحاجة إليه وعند نقصه بالتربة [62] [67].

II-6- تصنيف القلويدات :

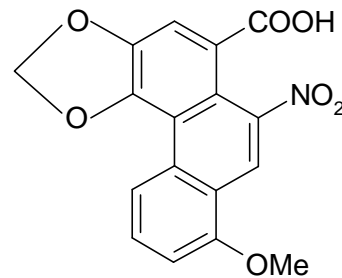
قد تلجأ بعض المصادر إلى تصنيف القلويدات وفقا للفصائل النباتية المستخلصة منها ولكن تزايد اكتشاف المئات من هذه المركبات في الوقت الحاضر حال دون استخدام مثل هذا التقسيم وهناك العديد من المحاولات لوضع نظام تقسيمي يضم أغلب القلويدات، ولقد كانت أكثر المحاولات قبولا وانتشارا هو نظام التقسيم الذي وضعه هيجانور (Heganauer) [62] [64] [69].

II-6-1-1- القلويدات الحقيقية (True alkaloids) :

هي قلويدات سامة ولها تأثيرات فسيولوجية متباينة ومختلفة في القاعدية وتحتوي على ذرة نيتروجين واحدة أو أكثر في حلقات متغايرة وهي مشتقة من الأحماض الأمينية وتوجد في النباتات على هيئة أملاح للأحماض العضوية. ولكن هذه الخواص ليست دائما محققة فمثلا الكولشيديسين (colchicine) وحامض الأرسطولوجيك (Aristolochic acid) حيث أنهما ليس قاعديان، وهذا فضلا عن عدم تواجد ذرة النيتروجين في حلقة متغايرة [62] [64] [68] [69].



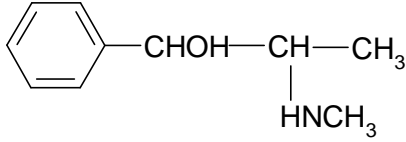
Colchicine



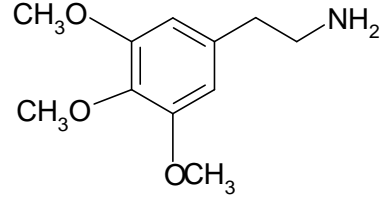
aristolochic acid

II-6-1-2- القلويدات الأولية (Protoalkaloids) :

هذه القلويدات عبارة عن أمينات بسيطة تكون فيها ذرة الأزوت خارج الحلقة وهي قلويدات قاعدية، ويتم تخليق القلويدات في داخل الأنسجة النباتية من الأحماض الأمينية وغالبا ما يطلق عليها بالأمينات الحيوية مثلا [62] [64] [68] [69] :



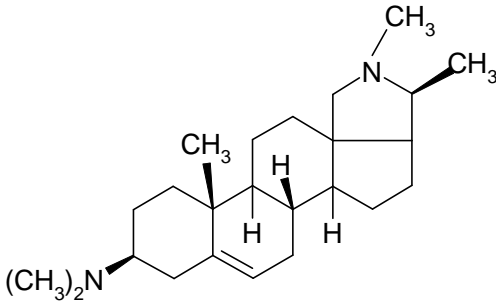
éphédrine



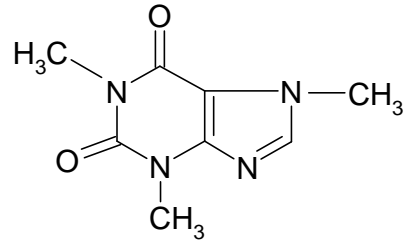
mesealine

II-6-1-3- القلويدات غير الحقيقية (Pseudoalkaloids) :

هي قلويدات قاعدية والتي لا تشتق من الحموض الأمينية، يندرج تحت هذا القسم القلويدات الستيرويدية والقلويدات بيورينات (Purines)، مثلا coffeine , conessine [62] [64] [68] [69].



Conessine



Caffeine

ولعل هذا التقسيم مقبول لمعالجة أفراد هذه الطائفة من المنتجات الطبيعية على الرغم من أن هناك بعض الشذوذ لأفراد قليلة من هذه المركبات.

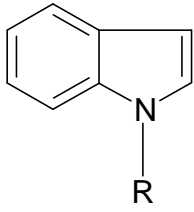
تنتهج غالبية المصادر تقسيم القلويدات تبعا لتركيبها الكيميائي إلى عدد من الأصناف يعتمد على تركيب الحلقة غير المتجانسة التي تتكون منها تلك القلويدات [63] [64].

II-6-2-1- القلويدات التي تحتوي على مجموعة الأندول :

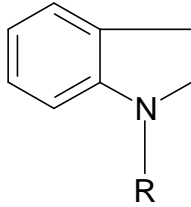
1- تعريف :

تعتبر مجموعة القلويدات التي تحتوي في بنائها حلقة الأندول من أكبر المجموعات من حيث عدد أفرادها حيث أن هناك ما يقارب من ألف وأربعمائة من القلويدات تحتوي على مجموعة الأندول أو مشتقة من مجموعة الأندول مثل مجموعة أندولين وكذلك أوكسي أندول وكاربازول وبيتاكاربولين وجميعها من مشتقات الأندول.

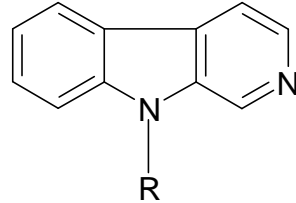
وتتدرج القلويدات الأندولية من ناحية بنائها من مركبات بسيطة التركيب إلى مركبات بالغة التعقيد . [63] [64] [70-72] .



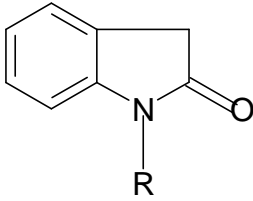
indole



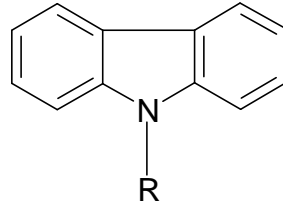
indoline



B - Carboline

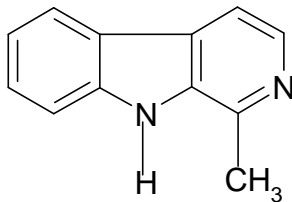


Oxindole



Carbazole

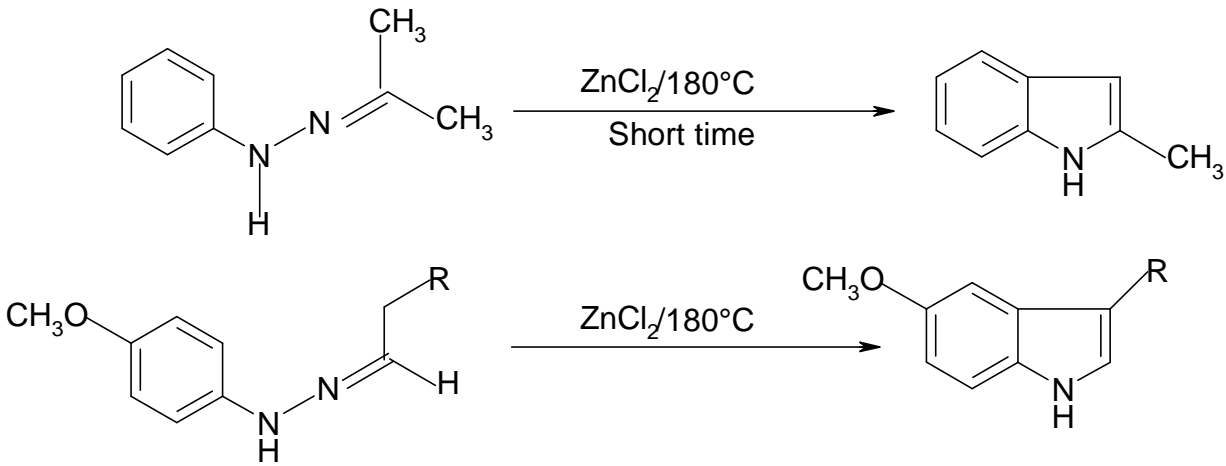
ومن أمثلة قلويدات هذه المجموعة هارامان (Haraman).



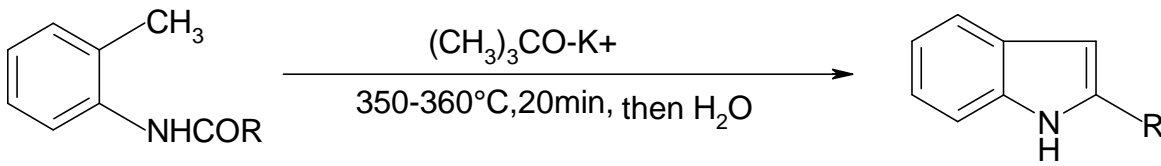
Haraman

2- طرق تحضير مركب الأندول :

إن أكثر الطرق فعالية هي طريقة فيشر (Fischer) التي تركز على تسخين مركبات الهيدرازونات في وجود وسيط من كلوريد التوتياء، أو حمض الفوسفور إذ تخضع هذه المركبات لحادثة تحول موضعي، وينتج مركبات وسيطة لا تلبث أن تفقد في المرحلة الأخيرة جزئ النشادر، أما مركبات الهيدرازونات فيتم الحصول عليها من تفاعل مركبات الألدهيدات والكتونات مع مشتقات الهيدرازين [64].



وهناك طريقة أخرى تعرف بطريقة مادلنغ (Madelung) والتي تعتمد على تسخين مركبات أورثو-أسيل أمينوتولوين إلى درجة حرارة عالية في وجود قاعدة قوية حيث ينشأ الأندول أومشتقه.

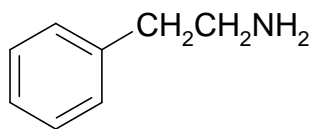


3- الكشف عن قلويدات الأندول :

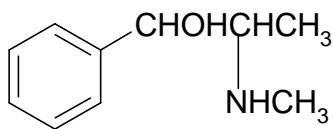
على الرغم من أن كاشف دراجندروف يعتبر كاشفا جيدا مع جميع القلويدات إلا أن هناك كواشف أخرى يمكن استخدامها لمجموعة أو أكثر من القلويدات التي تحوي في بنائها حلقة الأندول، فاستخدام بارا ثنائي مثيل أمينوبنزaldehid المحمض يعطي ألوانا مميزة (أزرق أو أخضر) مع الكثير من القلويدات الأندولية [64].

II-6-2-2-2- القلويدات التي تحتوي على مجموعة فينيل إيثيل أمين :

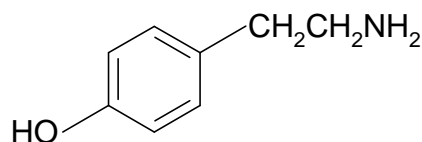
المركب الأم لأفراد هذه المجموعة من القلويدات هو بيتا- فنيل إيثيل أمين الذي يتوافر في اللحوم الفاسدة (المتحللة)، وذلك من فقد مجموعة كربوكسيل الحمض الأميني فنيل ألانين ويتبع هذه المجموعة الكثير من المركبات منها الأدرنالين وتيرامين، ومسكالين، وإفيدرين وغيرها [63] [64] [71].



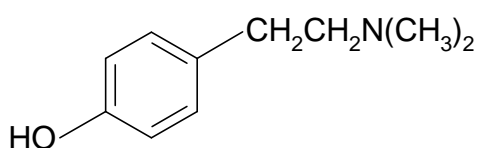
B-Phenylethylamine



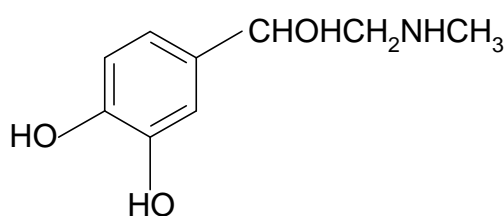
Ephedrine



Tyramine



Hordenine

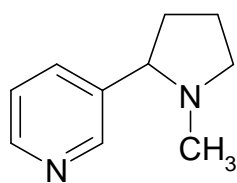


Adrenaline

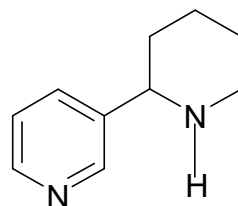
ويتصف معظم أفراد مجموعة بيتا- فينيل إيثيل أمين بالأهمية البيولوجية مثل النورأدرنالين والأفيدرين حيث يشار إليها بعقاقير الضغط، نظرا لما لها من أثر فسيولوجي مهم هو رفع ضغط الدم والأدرينالين أول هرمون فصل على هيئة شكل بلوري (1901 م) وله خاصية رفع ضغط الدم ويستخدم لوقف النزيف [63] [64] [71].

II-6-2-3- القلويدات التي تحتوي على مجموعة بيريدين :

من بين أفراد هذه المجموعة النيكوتين (Nicotine) والأنابسين (Anabasine) حيث يوجد النيكوتين بصورة رئيسة في نيكوتينا تاباكام (*Nicotina tabacum*) أما الأنابسين فيوجد فيها بشكل غير رئيسي إلا أنه قد يكون أحد القلويدات الرئيسية في نباتات أخرى.



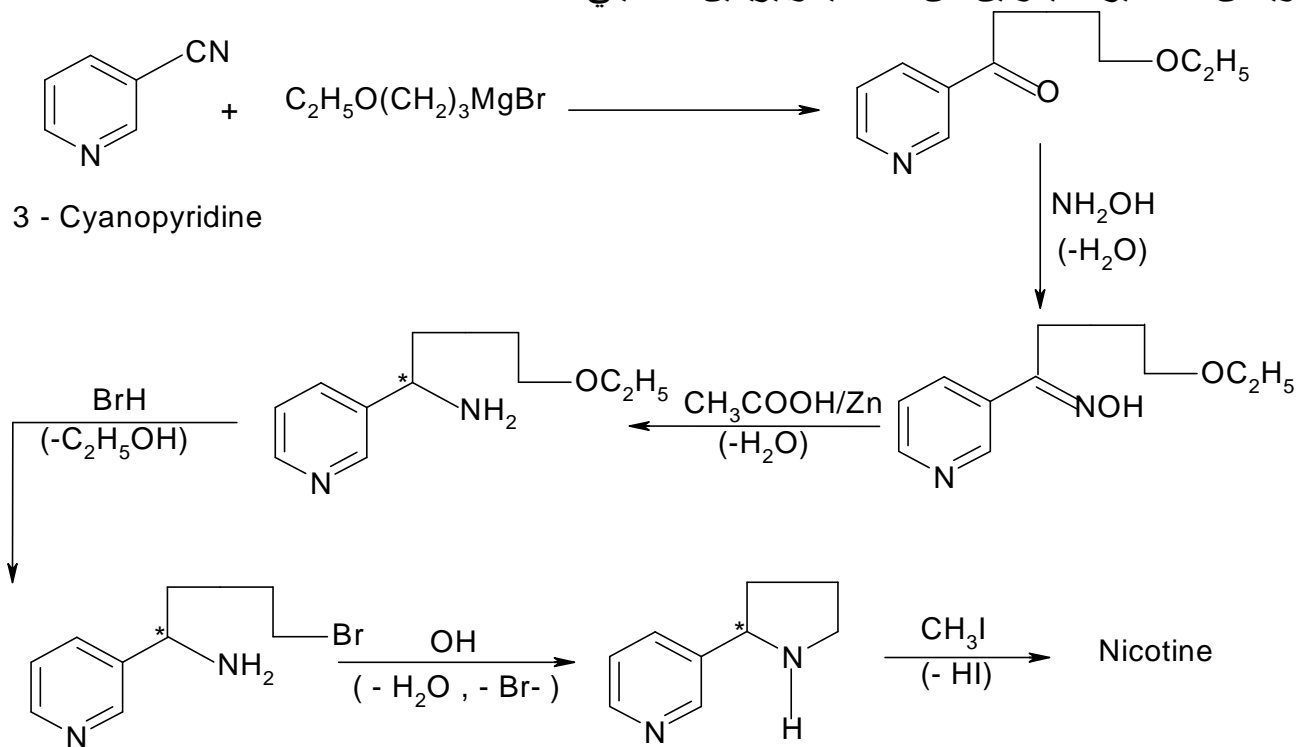
nicotine



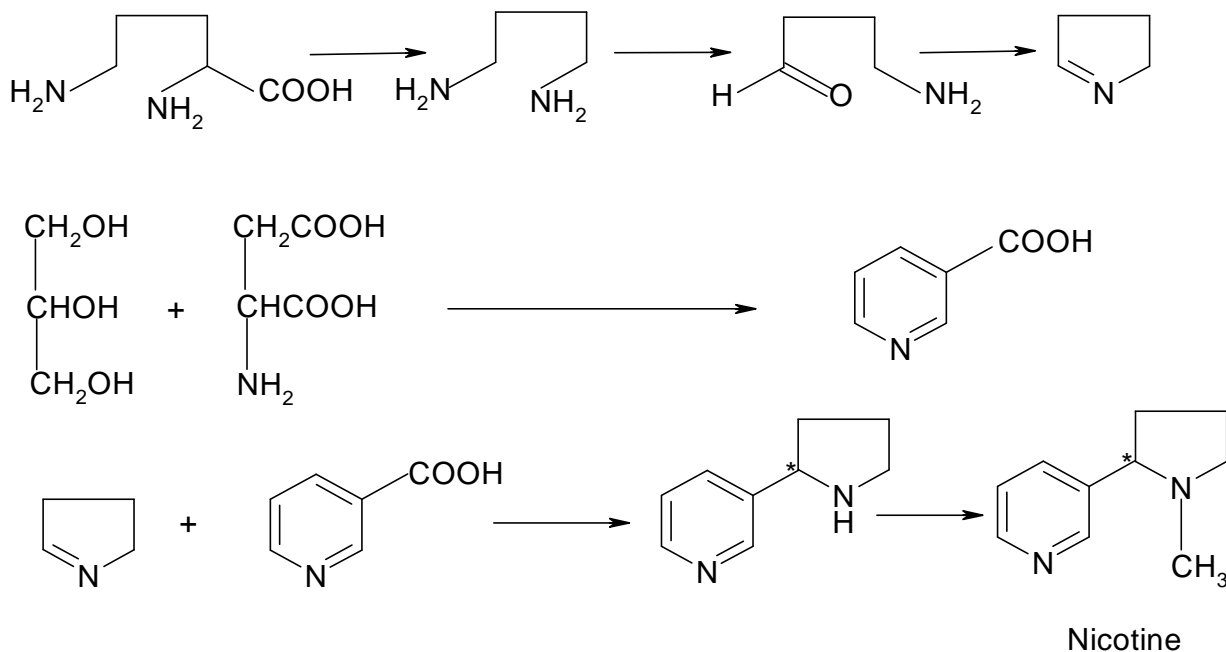
Anabasine

يحفز النيكوتين الجهاز العصبي المركزي عند تعاطيه بكميات قليلة، ولكن تعاطيه بكميات كبيرة يؤدي إلى شلل عصبي. وهو يعتبر ساما جدا حيث تتراوح الجرعة القاتلة ما بين 40 إلى 60 mg، وهو سائل عديم اللون ويذوب في الماء ودرجة غليانه 246°C [63] [64] [70] [71].

ويمكن تحضير النيكوتين من 3- سيانوبيريدين كما يلي :

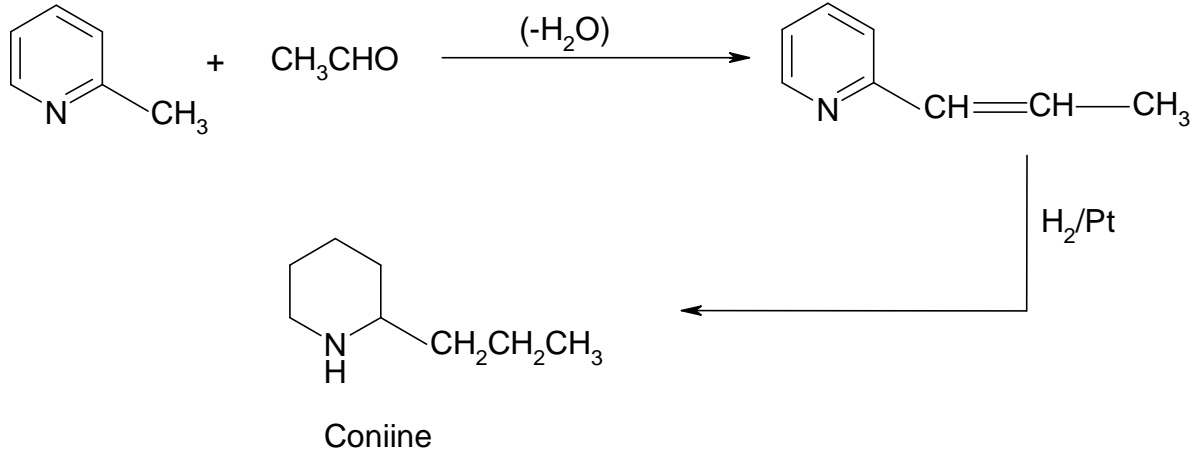


ويتم في النبات بناء كل من حلقة البيريدين والبيروليدين كل على حدى، يلي ذلك تكوين النيكوتين عن طريق اتحاد تلك الحلقتين.



II-6-2-4- القلويدات التي تحتوي على مجموعة بيبيريدين :

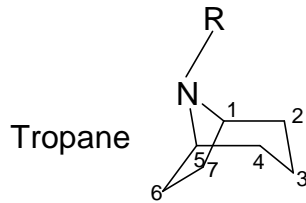
أهمها مركب ال(-) كونيين وهو مادة سامة خطيرة حيث أنها تشل نهايات الأعصاب الحركية والحسية ويمكن تحضير الكونيين كما يلي [63] [64] [70] [71] :



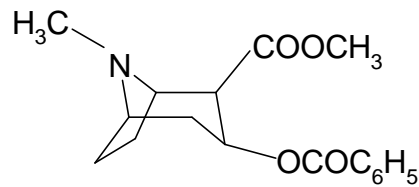
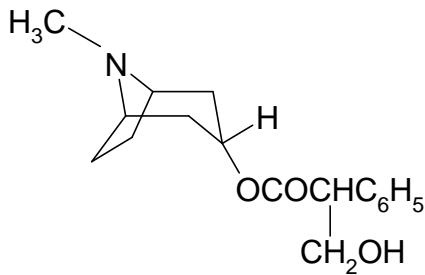
II-6-2-5- القلويدات التي تحتوي على مجموعة التروبان :

1- تعريف :

مجموعة التروبان عبارة عن حلقتين من البيريدين والبيروليدين مشتركتين عن طريق ذرتي الكربون رقم (1)، (5).



هناك عدد كبير من القلويدات التي لها أهمية طبية وتحتوي على مجموعة التروبان مثلا الأتروبين (atropine) والذي يوجد في أوراق نبات البادونا ويستخدم في جراحة وطب العيون حيث يعمل على توسعة حدقة العين، أما الكوكايين فهو مخدر [63] [64] [70-72] .

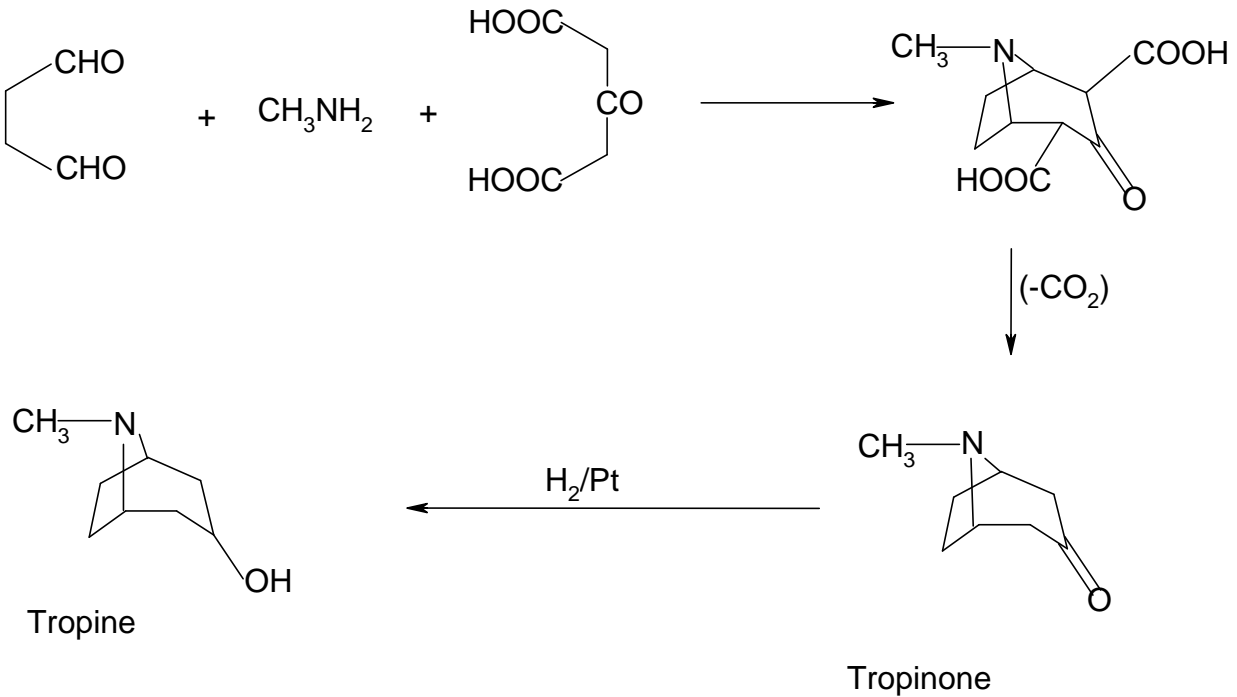


2- الكشف عن قلويدات التروبان :

تم الكشف عن قلويدات التروبان بكواشف عديدة أكثرها حساسية معاملة كمية قليلة من قلويد تروبان (0.1 mg) مع قطرة من حمض النتريك المسخن ثم التبخير إلى الجفاف عند درجة 100°C، ومن ثم تضاف قطرة من هيدروكسيد البوتاسيوم حيث ينشأ في الحال لون بنفسجي يتغير تدريجياً إلى لون أحمر داكن، هذا وتتشأ بقع ذات لون أزرق إذا ما تم رش صفائح (TLC) المحتوية على آثار بسيطة من قلويدات التروبان بمركب بروموثيمول [64].

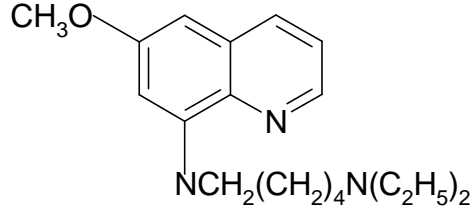
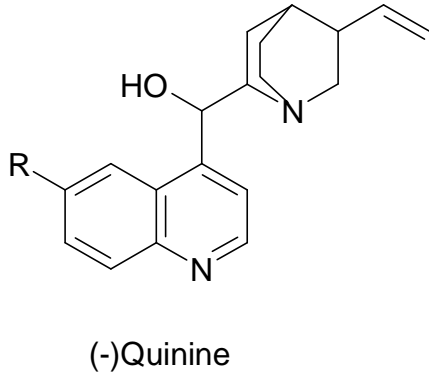
3- تحضير التروبان :

لقد تم تحضير كحول 3- تروبانول (يسمى أيضاً تروبين tropine) المادة الأساسية لتحضير الكثير من قلويدات تروبان في المخبر بطرق عديدة نذكر منها طريقة روبنسون (Robinson)، وذلك من خلط سكسين ثنائي ألدهيد و مثيل أمين وحمض أسيتون ثنائي الكربوكسيل عند درجة حرارة الغرفة وعند أس هيدروجيني 5,6 لمدة وجيزة وفقاً للمعادلات التالية [64] :



II-6-2-6-6- القلويدات التي تحتوي على مجموعة الكينولين :

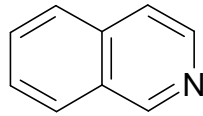
أهم قلويدات هذه المجموعة الكينين حيث يوجد في نبات السنكونا وهو يستخدم كعلاج وحيد مضاد للملاريا حتى عام 1926 م حيث وضع دواء آخر لعلاج الملاريا هو بلازموكين الذي يفوق في تأثيره الكينين [63] [64] [71] [72].



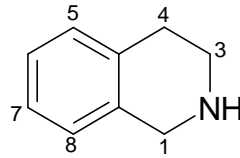
II-6-2-6-7- القلويدات التي تحتوي على مجموعة إيزوكينولين :

1- تعريف :

ينتمي إلى هذه الطائفة القلويدات التي تحوي في بنائها حلقة إيزوكينولين أو إيزوكينولين مختزلة في الحلقة غير المتجانسة (رباعي هيدرو إيزوكينولين) وقلويدات إيزوكينولين تحوي في الغالب مجموعات هيدروكسيلية أو ميثوكسيلية، أضف إلى ذلك أن بعضها يحوي في بنائه مجموعة ميثيلين.



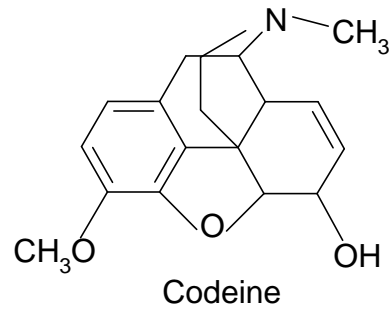
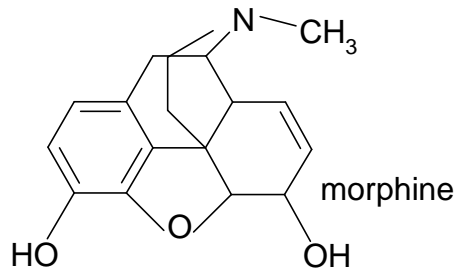
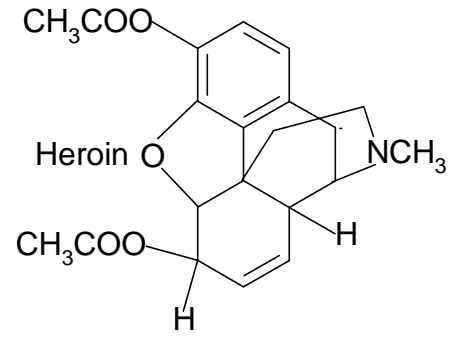
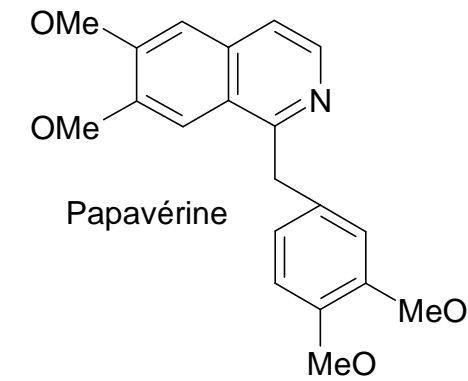
Isoquinoline



Tetrahydroisoquinoline

وتعتبر القلويدات التي تحوي حلقة إيزوكينولين من أكبر طوائف القلويدات. وأهم مركب هو بابافيرين (papaverine) المتوافر في نبات الخشخاش ويستخدم كمضاد للتقلص العضلي اللاإرادي (التشنج).

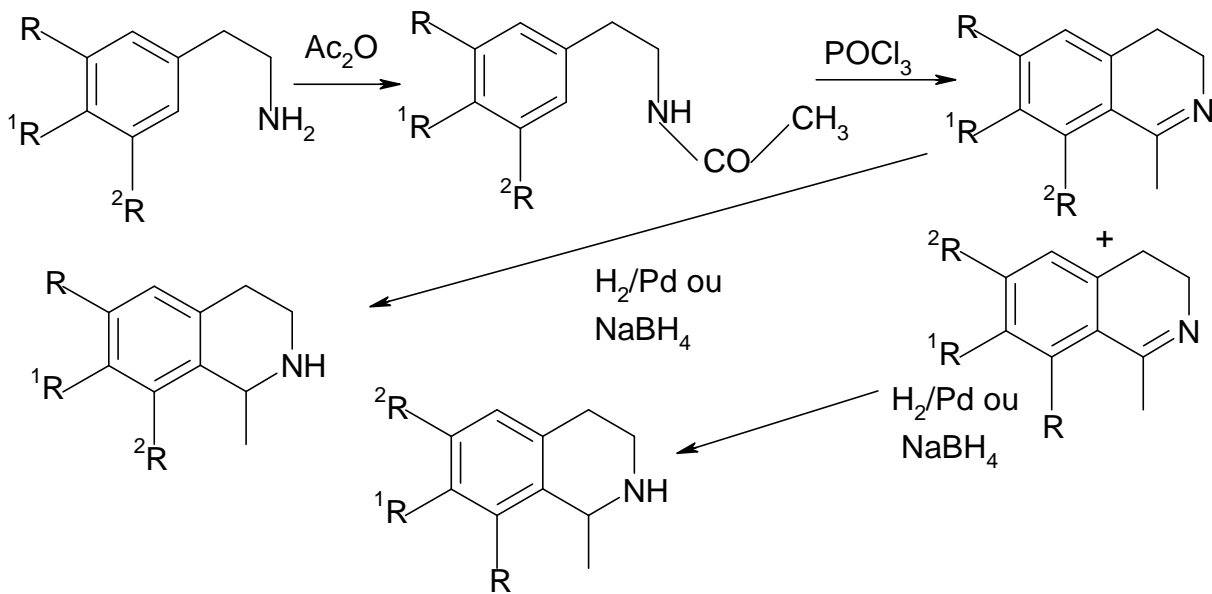
وكذلك المورفين يستخدم في الطب كمسكن للألم ومخدر ولكن تكرار تناوله يؤدي إلى الإدمان، ويعتبر الهيروين (هو عبارة عن ثنائي أسيتيل مورفين) أخطر المخدرات على الإطلاق حيث يدمن عليه الشخص بعد استخدامه خمس مرات متتالية [63] [64] [70-72].



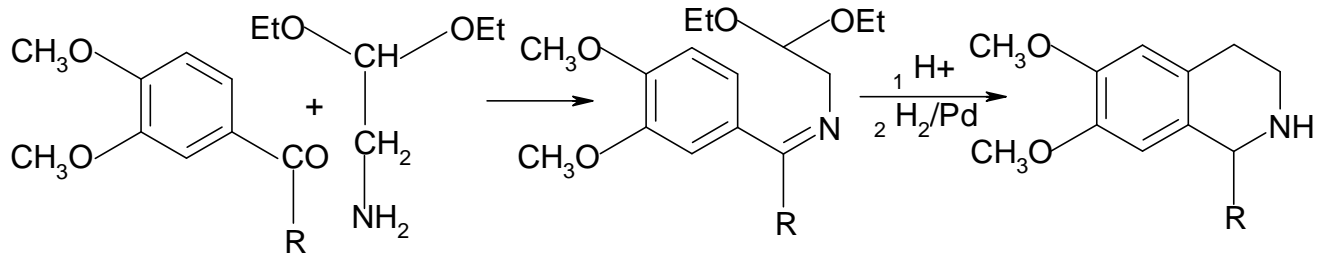
2- تحضير مجموعة إيزوكينولين :

هناك عدة طرق نذكر منها الطريقتين التاليتين :

طريقة 01 : تعتمد على أسيلة مشتق فينيل إيثيل أمين، ثم تحلق (cyclization) هذا المركب، ومن ثم اختزال الناتج، وذلك بواسطة الهيدروجين في وجود عامل حفاز أو عامل مختزل آخر مثل صوديوم بوروهيدريد وتعرف هذه الطريقة بطريقة نابيرال سكاى (Napieralsky) [64].



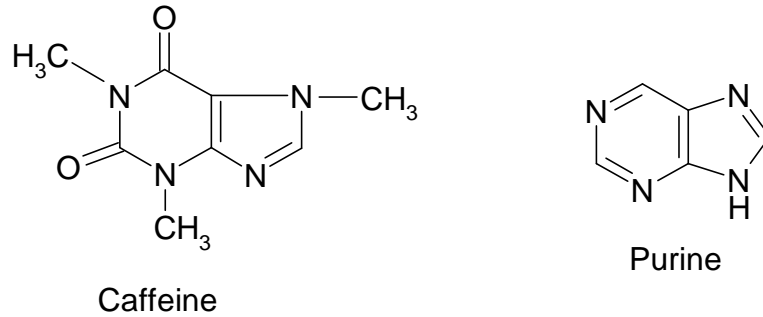
طريقة 02 : تعتمد هذه الطريقة على معاملة الألدheid العطري (أو الكيتون العطري) بمركب أمينو أسيتالدهيد (على هيئة أسيتال)، ثم يتبع ذلك التحلق في الوسط الحمضي وينشأ عندئذ مشتق إيزوكينولين كما يتضح من المعادلات التالية :



وتعرف هذه الطريقة بطريقة بومرانز (Pomeranz-fritsch) [64].

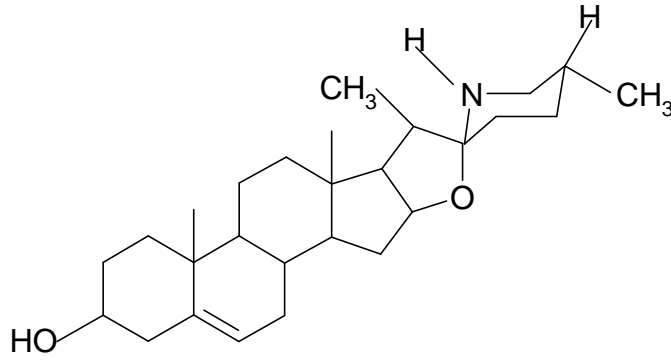
II-6-2-8- القلويدات التي تحتوي على مجموعة البيورين :

مجموعة البيورين مكونة من حلقة بيريميدين (Pyrimidine) وحلقة إيميدازول (Imidazol) وأهم قلويدات هذه المجموعة هو الكافيين الموجود في كل من القهوة والشاي [63] [72].



II-6-2-9- القلويدات الستيرويدية :

تنتشر بوفرة في العائلة البادنجانية وعلى الأخص في جنس سولانم (*Solanum*) وتعتبر الأنواع المختلفة من جنس سولانم المصدر الأساسي لمثل هذه القلويدات والتي تستخدم بصورة رئيسية كمواد بادئة لتحضير الكثير من المركبات الستيرويدية ذات الأهمية البيولوجية. وأكثر ما يستخدم لهذا الغرض هو القلويد سولاسودين والذي يتوافر في جميع أنواع السولانم على وجه التقريب وقد يكون في الصورة الحرة أو على هيئة جليكوسيدية.



بالإضافة إلى المجموعات السابقة توجد مجموعات أخرى أقل أهمية منها ما هو منسوب إلى الحلقات غير المتجانسة مثل القلويدات التي تحتوي على مجموعة بيروليدين، هيستامين إيميدازول (imidazole) ومجموعة إزيدين (izidine) وغيرها، ومنها ما هو منسوب إلى طوائف أخرى من المنتجات الطبيعية مثل القلويدات التربينية وكذلك القلويدات الببتيدية وغيرها [63] [64] [72].

II-7- الخواص الفيزيائية :

الكتلة المولية للقلويدات تتراوح من 100 إلى 900 g/mol [68]. في الحالة النقية فإن معظم القلويدات وأملاحها تتواجد في صورة بلورية صلبة وذات درجات انصهار محددة بالرغم من أن القليل منها إما صمغية غير متبلورة أو سائلة زيتية. القلويدات بصفة عامة مركبات عديمة اللون والرائحة وإن كان القليل منها ذات التراكيب المعقدة والعالية الأروماتية فمنها الملون بلون أصفر (colchicine - Berberine) ويرتقالي اللون (canadine) كذلك قد تكون للقلويدات الحرة عديمة اللون وأملاحا ملونة مثل (hydrastinine) الأصفر، (sangeunarine) الأحمر. القلويدات السائلة المتطايرة قليلة وذات روائح مميزة ولكن القليل منها سوائل غير متطايرة أو غير قابلة للتطاير.

القلويدات مرة الطعم غير متطايرة [62-64] [67] [69].

II-7-1- الذوبانية :

تعتبر ذوبانية القلويدات وأملاحها أهم خاصية فيزيائية من الناحية العلاجية وكذلك اختلاف في ذوبان القلويدات يعطي الفرصة لاستخلاص كل منها بالطريقة الملائمة وإمكانية فصل بقية المواد الأخرى المستخلصة عفويا معها.

القلويدات مركبات قاعدية تعطي أملاح مع الأحماض وذوبانيتها في مختلف المذيبات تتغير بدلالة pH وحسب الحالة القاعدية والملحية [62- 64] [67- 69] .

في الحالة القاعدية :

- تذوب في المذيبات العضوية اللاقطبية (الإيثر - كلوروفورم- ثنائي كلوروميثان - بنزين)
- تذوب في المذيبات العضوية القطبية (الكحولات)
- لا تذوب في الماء

في الحالة الملحية :

- لا تذوب في المذيبات العضوية اللاقطبية
 - تذوب في المذيبات العضوية القطبية
 - تذوب في الماء
- إلا أن هناك بعض الاستثناءات لبعض المركبات.

II-8- الخواص الكيميائية :

للقلويدات القدرة على تكوين الأملاح مع الأحماض العضوية أو الأحماض الغير عضوية وإن كانت أملاح القلويدات أكثر ثباتا وأقل تحللا وتكسرا من القلويدات القاعدية وتتصف الكثير من القلويدات بالفعالية الضوئية إذا وجد الكربون غير المتناظر [62- 64] [67- 69].

II-8-1- القاعدية :

القلويدات عادة قاعدية في تفاعلاتها وإن كانت هذه الخاصية تعتمد بدرجة كبيرة على تواجد الزوج الحر من الإلكترونات على ذرة النتروجين وتبعاً لذلك فإن قاعدية القلويدات تختلف من التأثير

المتعادل في تفاعلاتها وحتى قوى القاعدية، وهذه القاعدية تجعلها أقل ثباتا وأكثر قابلية للتحلل والتكسر خاصة بالتعرض للحرارة والضوء وفي وجود الأكسجين [62- 64] [67- 69].

II-8-2- تفاعلات الترسيب :

القلويدات تترسب مع بعض الكواشف الخاصة تسمى بكواشف القلويدات. تفاعلات الترسيب مرتبطة بالوسط الحمضي المخفف.

توجد عدة أنواع من الكواشف، أهمها الكواشف اليودية [73- 77] :

1- كاشف ماير (reatif de mayer) : محلول كلوريد الزئبق ويوديد البوتاسيوم الذي يعطي راسب أبيض مصفر.

2- كاشف دارجنديروف (reactif de dragendorff) : محلول نترات البسموت ويوديد البوتاسيوم الذي يعطي راسب أحمر برتقالي.

3- كاشف بوشردا (reatif bouchardat) : محلول يوديد البوتاسيوم واليود الذي يعطي راسب بني.

القلويدات تترسب كذلك ب :

1- الأملاح المعدنية ثقيلة الوزن : ملح البلاتين

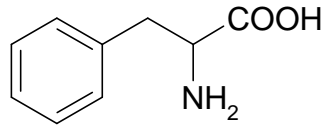
2- بعض الأحماض

3- مع العفصيات

II-9- الاصطناع الحيوي للقلويدات :

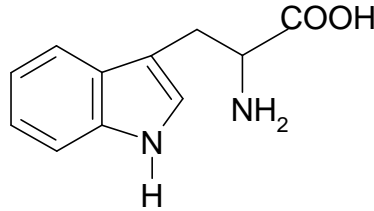
إن المركبات الأساسية في الاصطناع الحيوي للعديد من القلويدات هي الأحماض الأمينية، وهناك قلويدات يمكن أن تتكون داخل المصدر الطبيعي من عديد الأسيتات ومن مسار الاصطناع الحيوي للتربينات. واختلاف التركيب البنائي للقلويدات يجعل وجود مسار موحد لاصطناعها الحيوي مستبعدا، لذلك اقترح العديد من الطرق التي يمكن أن تتكون بواسطتها هذه المركبات داخل المصدر الطبيعي [64] [68] [72].

أهم الأحماض الأمينية الأساسية التي تدخل في الاصطناع الحيوي للقلويدات الأحماض التالية :
 - فنيل الانين



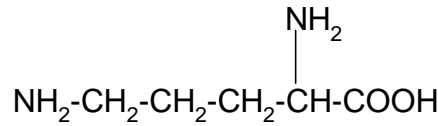
phenylalanine

- تريبتوفان



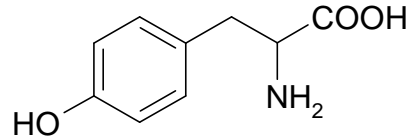
Tryptophane

- أورنيثين



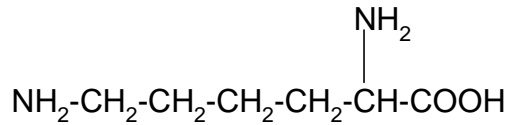
Ornithine

- تيروسين



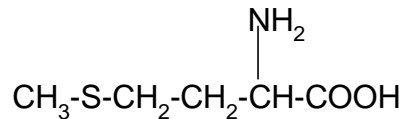
Tyrosine

- لايسين



Lysine

- ميثونين

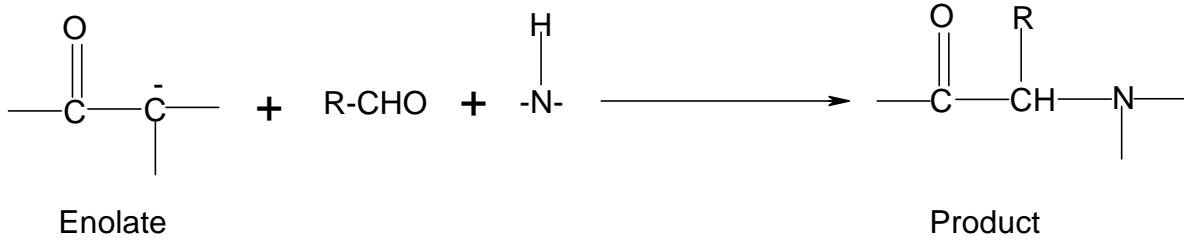


Methionine

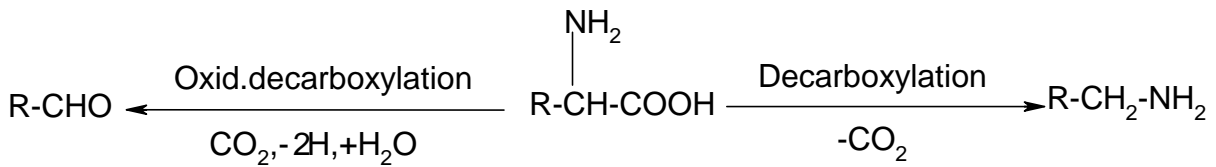
يشمل تحويل الحموض الأمينية داخل النبات إلى قلويدات، على تفاعلات عديدة أهمها انتزاع ثاني أكسيد الكربون، تفاعل ماننيخ (mannich) والأكسدة والاختزال والألكلة.

II-9-1- تفاعل ماناخ :

تتفاعل المركبات التي تحوي ذرة هيدروجين نشطة مع الألدريد والأمين الأولي أو الثانوي، وتنتج مركبات تعرف بقواعد ماناخ (Mannich bases) ويمكن تمثيل هذا التفاعل بالمعادلة العامة التالية:



هذا ويمكن أن ينشأ كل من الألدريد والأمين داخل المصدر الطبيعي من الحموض الأمينية.

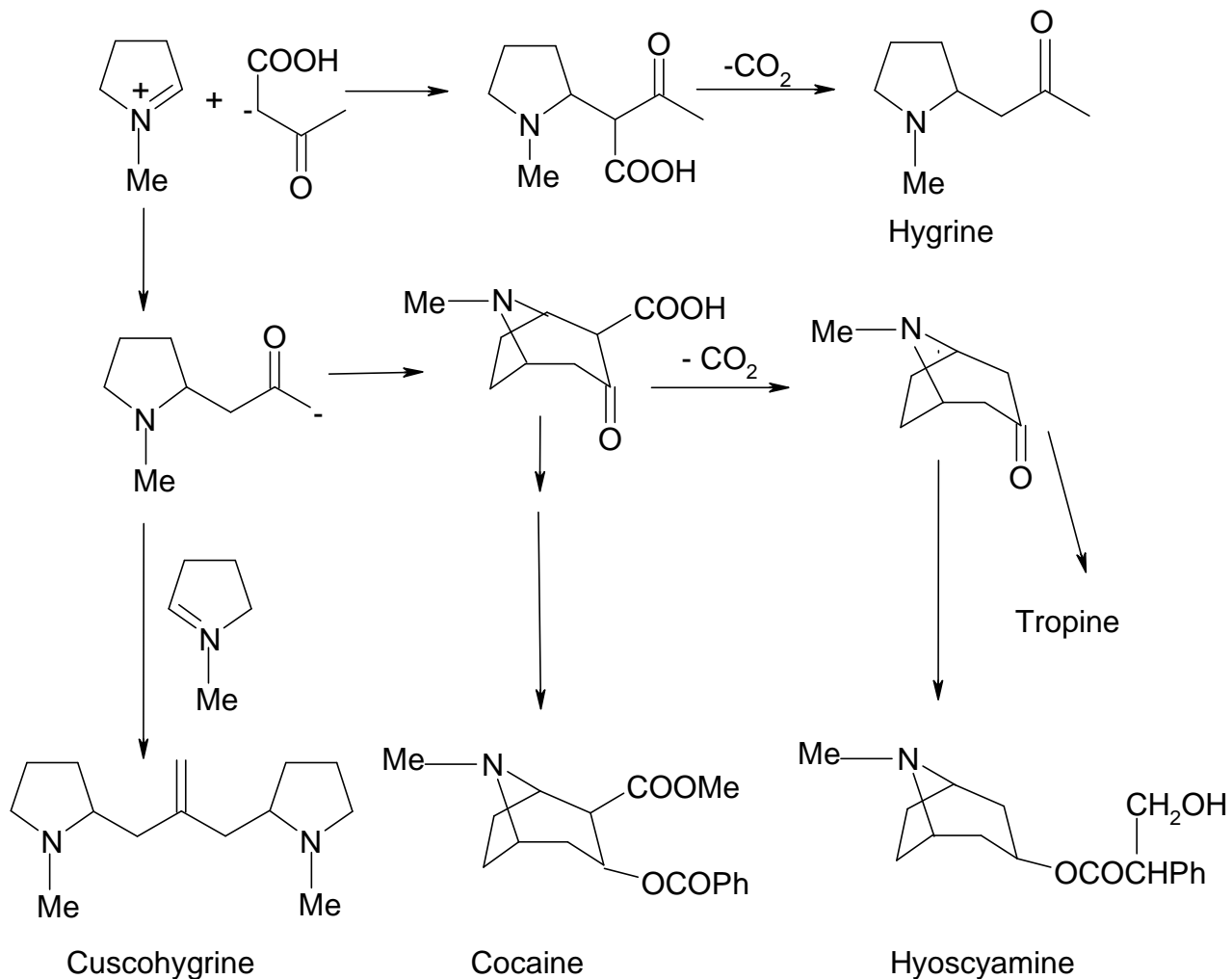


II-9-2- الأكسدة الازدواجية :

تنتشر الأكسدة الازدواجية للفينولات في الطبيعة حيث تحفز الأنزيمات عملية تكوين الشقوق الحرة للفينوكسي.

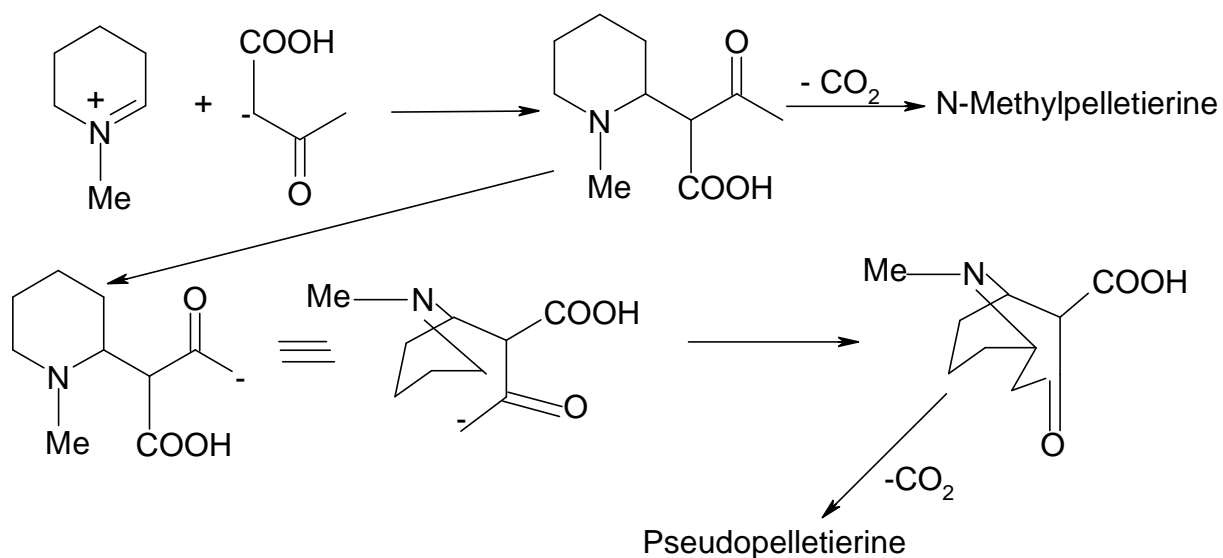
II-9-3- القلويدات المشتقة من حمض أو رنيثين وحمض لايسين (بيروليدين وبيبيريدين وبيريدين) :

يعتبر كل من كاتيون N - ميثيل - بيرولينيوم N-Methyl - Pyrrolinium وحمض أسيتو أسيتيك المواد الأساسية اللازمة لاصطناع الحيوي للقلويدات التي تحوي حلقة بيروليدين، وينشأ حمض أسيتو أسيتيك من أسيتل كوانزيم، بينما ينشأ N - ميثيل - بيرولينيوم من الحمض الأميني أورنيثين [64] [68] [72].



الشكل رقم (1-II) : مسار الاصطناع الحيوي لبعض القلويدات التي تحوي حلقة بيروليدين مثل

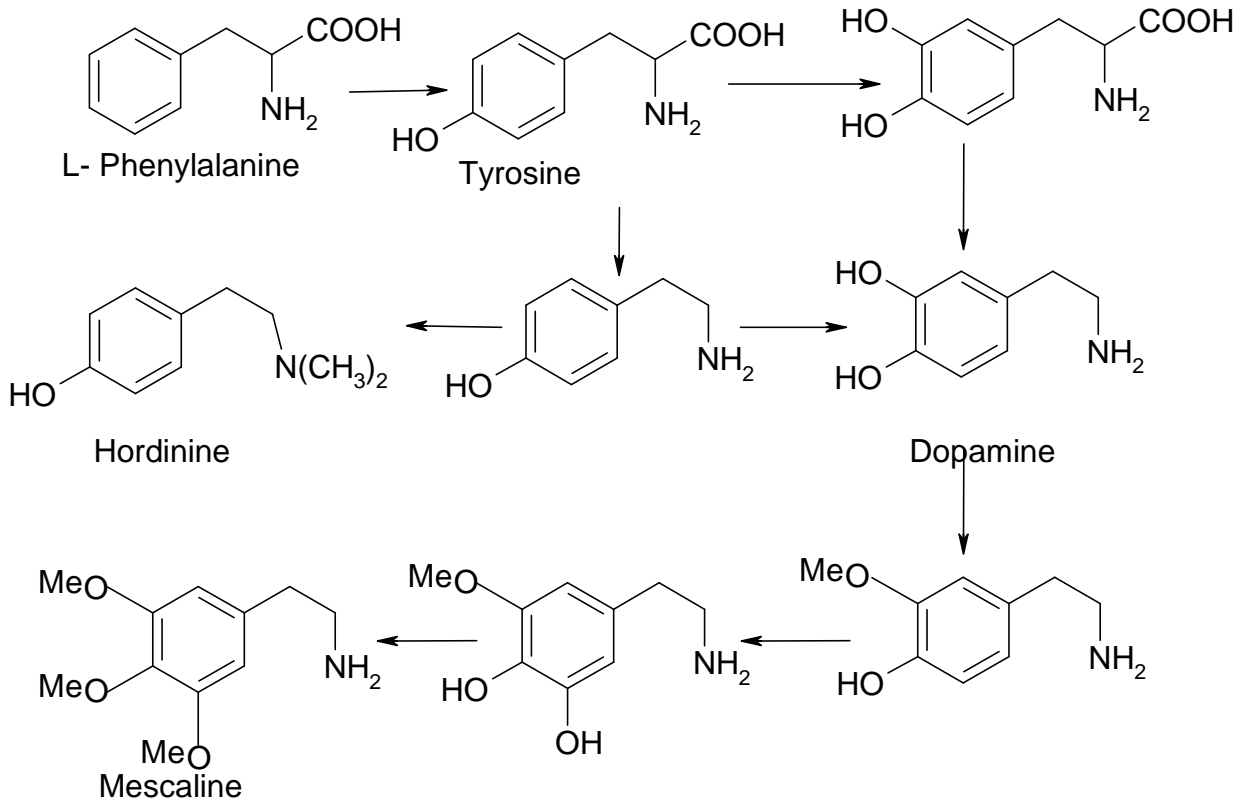
الهيجرين وبعض قلويدات تروبان [64] [68] [72]



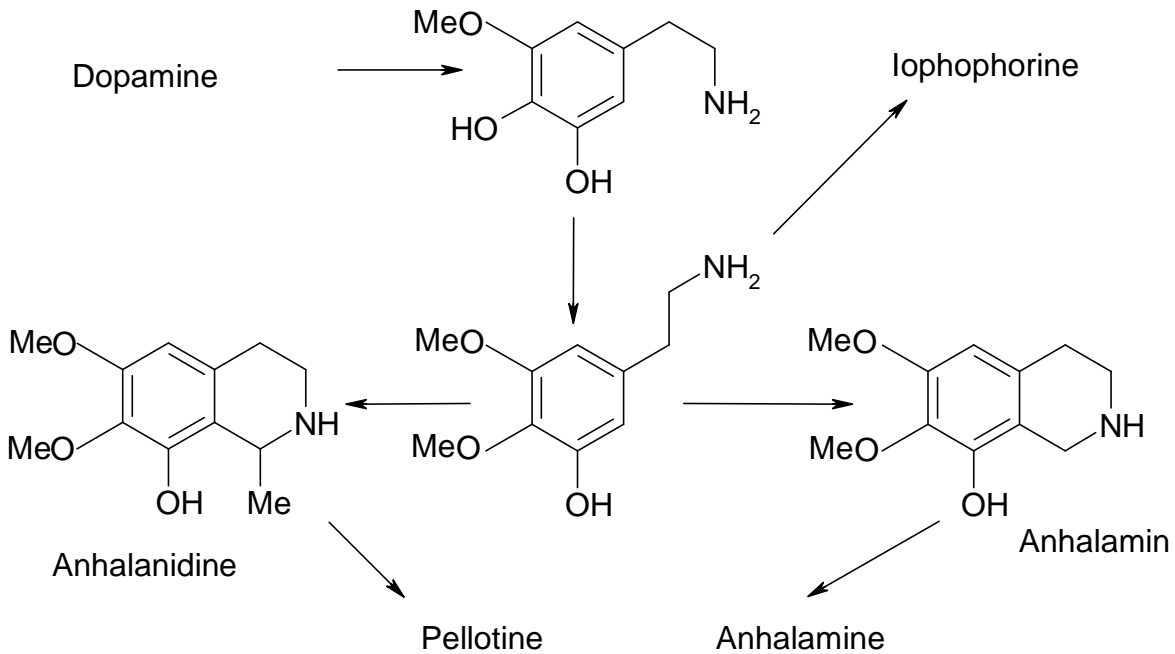
الشكل رقم (2-II) : مسار الاصطناع الحيوي لبيلبتيرين الكاذب و N-مethyl بيلبتيرين [64] [68]

[72]

II-4-9- القلويدات المشتقة من فنيل ألانين وتيروسين :

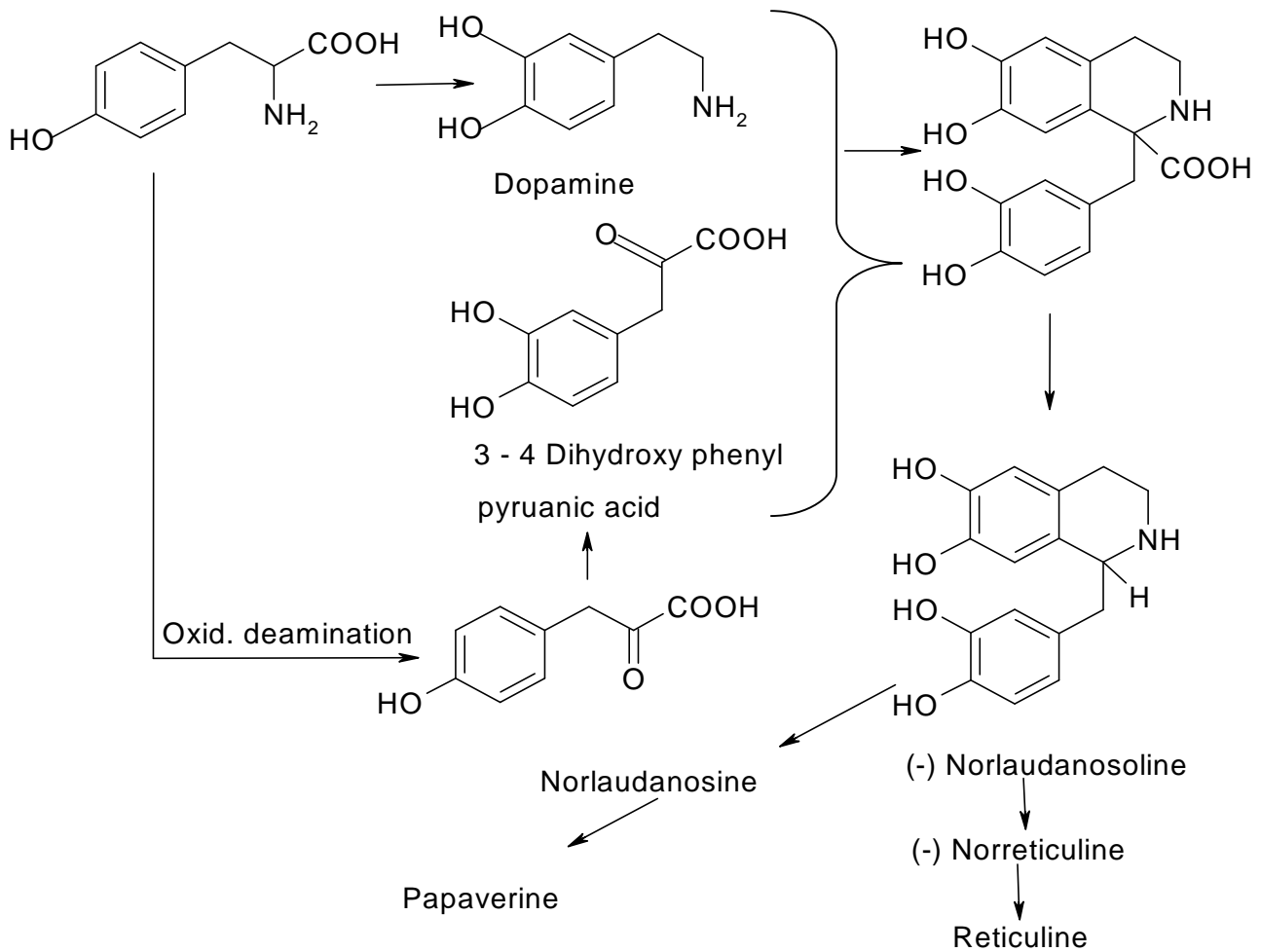


الشكل رقم (3-II) : مسار الاصطناع الحيوي لمسكاليين [64] [68] [72]



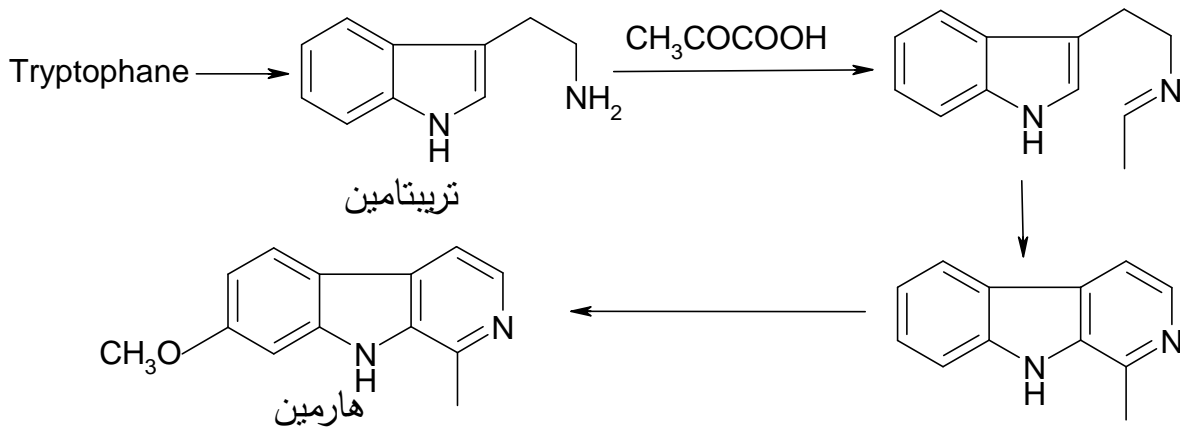
الشكل رقم (4-II) : مسار الاصطناع الحيوي لبعض أفراد مجموعة رباعي هيدروإيزوكينولين

[72] [68] [64]

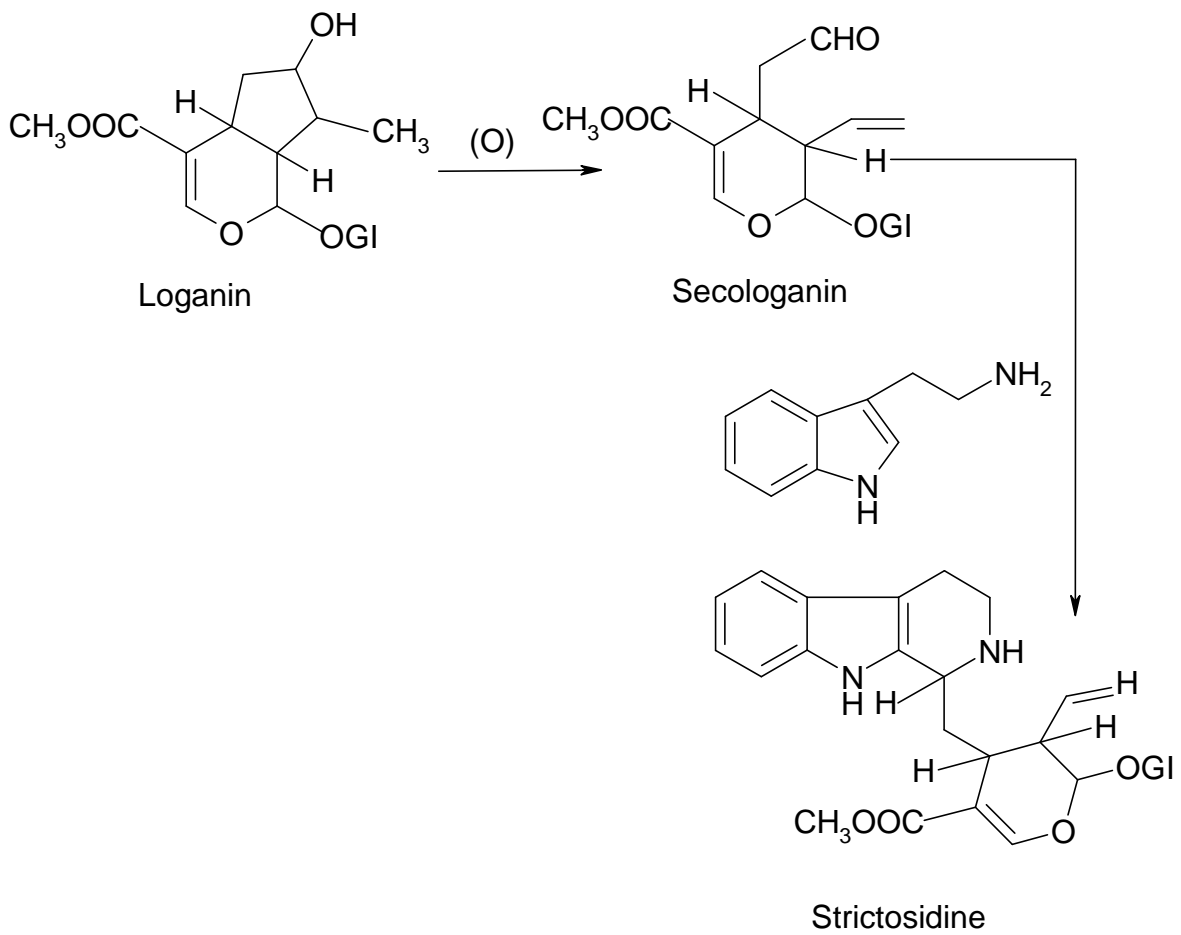


الشكل رقم (5-II) : مسار الاصطناع الحيوي لقلويدات بابافرين وريتكيولين [64] [68] [72]

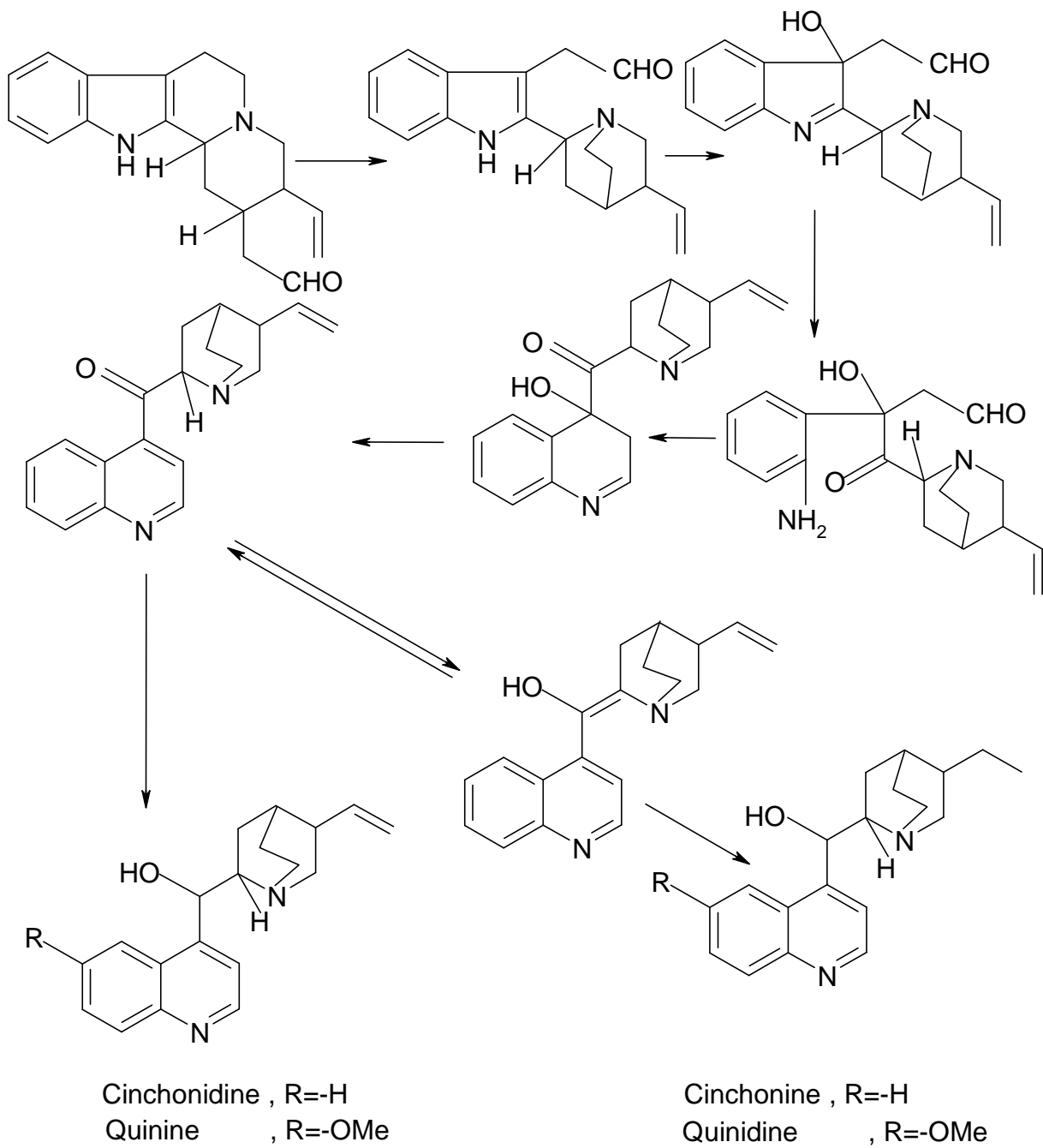
5-9-II- القلويدات المشتقة من تريبتوفان :



الشكل رقم (6-II) : مسار الاصطناع الحيوي لقلويد هارمين [64] [68] [72]



الشكل رقم (7-II) : مسار الاصطناع الحيوي لقلويد ستریکتوزیدین [64] [68] [72]



الشكل رقم (8-II) : مسار الاصطناع الحيوي لبعض قلويد السينكونا [64] [68] [72]

10-II- الاستعمالات:

القلويدات لها تأثير فيزيولوجي واضح فمنها ما هو سام جدا، ومنها ما يستخدم كعلاج، ولها تأثير على مناطق عديدة في الجهاز العصبي [63- 67] وهي مهمة جدا في الصناعة الصيدلانية [73]، حيث أن لها استعمالات طبية مختلفة ولكن تؤخذ بجرعات يسيرة، فمثلا الأدرنالين والنورأدرنالين والأفيدين حيث يشار إليها بعقاقير الضغط نظرا لما لها من أثر فسيولوجي مهم في رفع ضغط الدم و يستعمل الأدرنالين لوقف النزيف، ويستخدم الأتروبين في جراحة وطب العيون، حيث يعمل على توسعة حدقة العين أما الكوكايين فهو مخدر والكينين يستعمل لعلاج حمى الملاريا وريسيريبيين واليوهيمبين في خفض ضغط الدم [64]، وبابافيرين يستخدم كمضاد للتقلص العضلي اللاإرادي، أما المورفين كمسكن للألم ومخدر ولكن تكرار تناوله يؤدي إلى الإدمان، ويحفز النيكوتين الجهاز العصبي المركزي عند تعاطيه بكميات قليلة، ولكن تعاطيه بكميات كبيرة يؤدي إلى شلل عصبي، وهو سام جدا حيث تتراوح الجرعة القاتلة ما بين 40 إلى 60 mg [63] [65].

- [1]- A.R. Tapas, D.M. Sakarkar, and R.B. Kakde.(2008). Flavonoids as Nutraceuticals.7 (3):1089-1099.
- [2]- K.E.Heim,A.R.Tagliaferro and D.J.Bobilya. (2002) . Flavonoid antioxidants: chemistry, metabolism and structure-activity relationships.13(10): 572-584.
- [3]- A. Crozier, M.N. Clifford and H. Ashihara. (2006). Plant Secondary Metabolites. 1-24.
- [4]- C. Manach, A. Scalbert, C. Morand, C. Remesy and L.Jimenez . (2004). Polyphenols. 79:727-747.
- [5]- T.P. T. Cushnie and A.J. Lamb. (2005). Antimicrobial activity of flavonoids. 26 : 343-356.
- [6]- P.M. Dewick. (2002). Medicinal Natural Products. 149-154.
- [7]- M. Heneczowski, M. Kopacz, D. Nowak and A. Kuzniar.(2001).Infrared Spectrum Analysis of Some Flavonoids . 58 (6). 415-420 .
- [8]- A.D.Agraxal.(2011).Pharmacological Activities of Flavonoids.4(2).1393-1398.
- [9]- A.R.Temidayo.(2013). Extraction and Isolation of Flavonoids Present in the Methanolic Extract of Leaves of *Acanthospermum Hispidium*Dc.1(1):111-123.
- [10]- A.Eghdami and F.Sadeghi . (2010). Determination of Total Phenolic and Flavonoids Contents in Methanolic and Aqueous Extract of *Achillea Millefolium*. 2 . 81-84.
- [11]- P. F.Pinheiro and G.C.Justino. (2012). Structural Analysis of Flavonoids and Related Compounds. 33-57.
- [12]- P.Martinho, A.Martins, A.P. Rauter and M.A. Ferreira.(2001).Structural characterisation of flavonoids and flavonoid-O-glycosides extracted from *Genista* bombardment tandem mass spectrometry. 15 (18) : 1760-1767.
- [13]- B.D.Davis, P.W.Needs,P.A. Kroon and J.S.Brodbelt.(2006) . Identification of isomeric flavonoid glucuronides in urine and plasma by metal complexation and LC-ESIMS/MS. 41(7): 911-920.
- [14]- C. S. Buer, N. Imin and M. A. Djordjevic. (2010). Flavonoids: New Roles for Old Molecules. 52 (1): 98-111.
- [15]- M.F. Cohen, Y. Sakihama and I. Yamasaki. (2001). Roles of Plant Flavonoids in Interactions with Microbes: from protection against pathogens to the mediation of mutualism. 2: 157-173.
- [16]- M. D. Rausher .(2011).The Evolution Of Flavonoids and Their Genes. 25 (2) :175-211.
- [17]- T.L.Graham.(1998).Flavonoid and flavonol glycoside metabolism in *Arabidopsis* . 36 (1-2): 135-144.

- [18]- C.R.F.Souza, R.F. Bott and W.P.Oliveira.(2007). Optimization of the Extraction of Flavonoids Compounds from Herbal Material using Experimental Design and Multi-response Analysis. 26 (5): 682-691.
- [19]- N. Song, W.Xu, H.Guan, X.Liu, Y.Wang and X.Nie. (2007). Several flavonoids from *Capsella bursa-pastoris* (L.). 2(5): 218-223.
- [20]- S.Yadav and B. K. Bhadoria.(2005). Two dimeric flavonoids from *Bauhinia purpurea* . 44B: 2604-2607.
- [21]- N. W. Chet.(2009).Total Phenolic and Total Flavonoids Content of Pitaya Peels By Water Extraction . 44B: 2604-2607.
- [22]- A.Gangwal, S. K.Parmar and N. R. Sheth (2010). Triterpenoid, flavonoids and sterols from *Lagenaria siceraria* fruits. 2 (1): 307-317.
- [23]- J. Q. Dai, Z. F. Hou, Q.X. Zhu, L. Yang and Y. Li.(2001). Sesquiterpenes and Flavonoids from *Serratula strangulata*. 48: 249-252.
- [24]- A. R. Temidayo.(2013). Extraction and Isolation of Flavonoids Present in the Methanolic Extract of Leaves of *Acanthospermum Hispidum* Dc.1(1): 111-123.
- [25]- G.S.Cetkovic, S.M.Dilas, J.M.Canadanovic-Brunet and V.T.Tumbas.(2003). Thin-Layer Chromatography Analysis and Scavenging Activity of Marigold (*Calendula officinalis* L.) Extracts. 34 (1-148): 93-102.
- [26]- L. Krenn, A. Miron, E.Pemp, U.a Petr and B. Kopp.(2003). Flavonoids from *Achillea nobilis* L. 58 (1-2): 11-16.
- [27]- M. Olszewska.(2007).Quantitative HPLC Analysis of Flavonoids and Chlorogenic acid in The Leaves and Inflorescences of *Prunus Serotina* . 19: 253-269 .
- [28]- W. ong Cai, X. Gu and J. TaNG.(2010). Extraction, Purification, and Characterisation of the Flavonoids from *Opuntia milpa alta* Skin. 28 (2): 108-116.
- [29]- S. Johann , A. Smania-Jr, M. G. Pizzolatti, J.Schripsema, R. Braz-Filho and A. Branco. (2007). Complete ¹H and ¹³C NMR assignments and antifungal activity of two 8-hydroxy flavonoids in mixture. 79(2): 215-222.
- [30]- B.H. Oliveira, T.Nakashima , J.D.Souza Filho and F.L.Frehse.(2001).HPLC -246.45 Analysis of Flavonoids in *Eupatorium littorale*. 12 (2):
- [31]- P.R.Arabbi, M.I.Genovese and F. M. Lajolo.(2004). Flavonoids in Vegetable Foods Commonly Consumed in Brazil and Estimated Ingestion by the Brazilian Population.52:1124-1131.
- [32]- D. E. Okwu and N.Ukanwa.(2010).Isolation and characterization of flavonoids chalcones and anthocynidines from *bridelia ferruginea* benth. 1 (2): 21-28.
- [33]- E. Rijke, P.Out, W.M.A. Niessen, F. Ariese, C.Gooijer and U.A.Th. Brinkman. (2006). Analytical separation and detection methods for flavonoids.1112:31-63.

- [34]- B. M. Engler and M.M.Engler.(2004).The vasculoprotective effects of flavonoid-rich cocoa and chocolate. 24: 695-706.
- [35]- A.R.Temidayo. (2013). Extraction and Isolation of Flavonoids Present in the Methanolic Extract of Leaves of *Acanthospermum Hispidium*Dc. 1(1): 111-123.
- [36]- M. Gross.(2004). Flavonoids and Cardiovascular Disease. 42: 21-35.
- [37]- M. Atanassova, S. Georgieva and K. Ivancheva.(2011).Total Phenolic and Total Flavonoid Contents, Antioxidant Capacity and Biological Contaminants in Medicinal Herbs. 46(1):81-88 .
- [38]- A.L.Miller.(1996). Antioxidant Flavonoids: Structure, Function and Clinical Usage . 1(2) :103-111 .
- [39]- A. Lukacinova, J. Mojzis, R. Benacka, J. Keller, T. Maguth, P. Kurila, L. Vasko,O. Racz and F. Nistiar . (2008). Preventive Effects of Flavonoids on Alloxan-Induced Diabetes Mellitus in Rats. 77: 175-182 .
- [40]- A. H.Saad and H. M.Bushra. (2013). Flavonoids as alternatives in treatment of type 2 diabetes mellitus. 1(2): 31-36.
- [41]- W.Ren, Z.Qiao, H.Wang, L.Zhu and L.Zhang. (2003). Flavonoids: Promising Anticancer Agents . 23 (4): 519-534.
- [42]- P.V.S. Naidu, P..M.M.S.Kinthada, P.Kalyani and P.Muralidhar. (2012). Characterization and biological activities of quercetin thiosemicarbazone derivatives: potential anti cancer drugs . 3(2): 24-27.
- [43]- M. Nandave, S. K. Ojha and D. S. Arya.(2005). Protective role of flavonoids in cardiovascular diseases. 4(3): 166-176.
- [44]- P.Lakhanpal and D.K.Rai.(2007).Quercetin:A Versatile Flavonoid. 2(2): 22-38.
- [45]- G. Brahmachari.(2011). 6. Bio-flavonoids with promising anti- diabetic potentials. 661(2) :187-212.
- [46]- D.R.Jadhav, N.Mallikarjuna, A.Rathore and D. Pokle.(2012).Effect of Some Flavonoids on Survival and Development of *Helicoverpa armigera*(Hübner) and *Spodoptera litura* (Fab) (Lepidoptera: Noctuidae) . 4(4): 298-307.
- [47]- P.C.H. Hollman. (2004). Absorption, Bioavailability, and Metabolism of Flavonoids. 42: 74-83.
- [48]- Qudsiakanwal,Ishtiaqhussain,h.L. Siddiqui and Arshadjavaid.(2009). Flavonoids from mango leaves with antibacterial activity.74(12):1389-1399.
- [49]- J.M.Harnly, R.F.Doherty, G.R.Beecher, J.M.Holden, D.B. Haytowitz, S.Bhagwat and S.Gebhardt.(2006). Flavonoid Content of U.S. Fruits, Vegetables, and Nuts. 54(26): 9966-9977.

- [50]- J.M.Karen,K.C.Andriana and I.Singh.(2003).Dietary flavanols and procyanidin oligomers from cocoa(*Theobroma cacao*) inhibit platelet function.77(6): 1466-1473.
- [51]- J.O.Moskuag, H.Carlson and M.Myhrstad.(2004). Molecular Imaging of the biological effects of Quercetin and Quercetin-rich foods.125:315-24.
- [52]- A.C.Santos, S.A.Vyemura and J.L.Lopes.(1998).Effect of naturally occurring membrane permeability transition and peroxidation flavonoids on lipid in mitochondria. 24:1455-61.
- [53]- H.Nishino,E.Naitoh,A. Iwashima and K.Umezawa.(1984). Quercetin interacts with calmodulin, a calcium regulatory protein.40(2):184-185.
- [54]- B.Havsteen.(1983). Flavonoids a class of natural products of high pharmacological potency. 32(7):1141- 1148.
- [55]- J.K.Dunnick and J.R.Hailey.(1992).Toxicity and carcinogenicity studies of quercetin, a natural component of foods .19:423-31.
- [56]- K.H.Miean and S.Mohamed.(2001).Flavonoids (Myricitin, Quercetin, Kaempferol, Luteolin and Apigenin) contents of edible tropical plants.49 (6):3106-12.
- [57]- A.M.Tarola,F.Milano and V.Ginnetti.(2007).Simultaneous determination of phenolic Compounds in red wines by HPLC-UV .40(12): 2433-2445.
- [58]- F.A.Tomás-Barberán, M. I.Gil, P. C. Andrew, L.Waterhouse, B. Hess-Pierce and A.A.Kader .(2001).HPLC-DAD-ESIMS analysis of phenolic compounds in nectarines, peaches, and plums .49(10): 4748-4760
- [59]- Francisco,T.Lorente,G.G.Viguera,F.Ferrerres and F.A.Barberan.(1992).Phenolic compounds analysis in the determination of fruit jam genuineness .40(10): 1800-1804.
- [60]- M.Toyoda ,K.Tanaka,K.Hoshino,H.Akiyama,A.Tanimura and Y.saito. (1997).Profiles of potentially antiallergic flavonoids in 27 kinds of health tea and green tea infusions.45(7):2561-2564.
- [61]- A.Trichopoulou,E.Vasilopoulou,P.Hollman,Ch.Chamalides,E.Foufa,Tr. Kaloudis,D.Kromhout,Ph. Miskaki,Petrochilou,E.Poulima,K.Stafilakis and D.Theophilou.(2000).Nutritional composition and flavonoid content of edible wild greens and green pies: a potential rich source of antioxidant nutrients in the Mediterranean diet .70 : 319-323.
- [65]- Kirmann, j. Cantacuzene et P. Duhamel.(1975).Chimie organique fonctions complexes .197-199.
- [66]- W. Nultsch.(1969).Botanique Générale. 319-320.

- [67]- M. Paris et M. Hurabielle.(1986).Abrégé de matière médicale.256-266.
- [68]- J. Bruneton. (1999). Pharmacognosie. 783-1086.
- [69]- G. A. Cordelle. (1949). Introduction to alkaloids a biogenetic approach. 1-1055.
- [70]- J. Bonner. (1965).Plant Biochemistry . 526-549.
- [71]- M. Javillier, M. Polonvski, M. Florkin, P. Boulanger, M. Lemoigne, J. Roche et R. Wurmser. (1959).Traité de Biochimie Générale. 1309-1359.
- [72]- G. Richter. (1993). Métabolisme des végétaux. 306-454.
- [73]- R.Jarraya,M.Caieb et M.Damak,(1993).Plantes médicinales et Phytothérapie. Tome XXVI(3), 177-189.
- [74]- E.Stahl.(1975).Analyse chromatographique et microscopique des drogues .59-79.
- [75]- K. Randeraim.(1971).Chromatographie sur couche mince . 87-311.
- [76]- B. Svendsen and R. Verpoorte.(1993).Chramatography of Alkaloid.1-112.
- [77]- E. Heftmann .(1975).Chromatography .74-106.

[62] م. السيد هيكل، ع. عبد الرازق عمر، النباتات الطبية والعطرية-كيمياؤها-إنتاجها-

فوائدها، الطبعة الثانية، 1993، منشأة المعارف بالاسكندرية، 13-134.

[63] م. بن عبد الله اللحيان، م. بن إبراهيم الحسن، المركبات الحلقية غير المتجانسة

والحيوية، الطبعة الثانية، 1998، دار الكتاب العربي بيروت لبنان، 127-136.

[64] م. عبد العزيز، أ. م. مجاهد، النبات العام، الطبعة الخامسة، 1993، المكتبة الأنجلو

مصرية القاهرة، 73-143.

الفصل الثاني

الدراسة النظرية للنباتات

III-1-1- نبات السدر:

III-1-1- تصنيف شجرة السدر :

المملكة النباتية

Règne	: Encargotes végétaux (النباتية)	[1-2]
Sous règne	: Cormophyte	[1-2]
Embranchement	: Spermaphyte (النباتات البذرية)	[2-3]
Sous embranchement	: Angiosperme (كاسيات البذور)	[2-3]
Classe	: Dicotylédone (ذوات الفلقتين)	[2-3]
Sous classe	: Dialypetales (منفصل التويجيات)	[2-3]
Série	: Disciflore	[2-3]
Ordre	: Rhamnales - Rhamanales (العنابييات ، الرامنييات)	[1-3]
Famille	: Rhamnacées - Rhamnaceae (النبقييات، السدرية)	[1-2] [4-6]
Genre	: Zizyphus - Ziziphus (السدر)	[7-9]
Espèce	: Mauritiana, Lotus	[8] [10-12]

III-2-1- وصف شجرة السدر :

الحامل :

السدر *Zizyphus* شجرة متباينة في الطول فقد يصل ارتفاعها من مترين إلى خمسة أمتار فأكثر غالبا ما تخرج عدة سيقان بجانب بعضها، ساقها وأغصانها رمادية عليها أشواك حادة [2-1] [4] [9-7] [15-13].

الأوراق :

الأوراق بسيطة ومتقابلة ذات عنق من 4 إلى 5mm ذات شكل بيضوي لونها أخضر ملساء مشرقة (نظرة) وتحتوي على خطوط في الجهة العلوية، وتميل إلى البياض ووبري (الورق مغطى بوبر حريري قصير) في الجهة السفلية، طولها من 2 إلى 7cm والعرض من 1 إلى 3cm مع 3 أضلع صاعدة [2-1] [4] [9-7] [15-13].

الأزهار :

كثيرة وصغيرة ومصفرة ذات قمم (رأس المحور الأصل يحمل زهيرات لاطية) [2-1] [4] [9-7] [15-13].

الثمار :

الثمار غصّة خضراء تصفر وتصبح كروية عند النضج ثم تحمر عندما تجف، حلوة المذاق وبداخلها نواة صلبة لونها بني فاتح [2-1] [4] [9-7] [15-13].

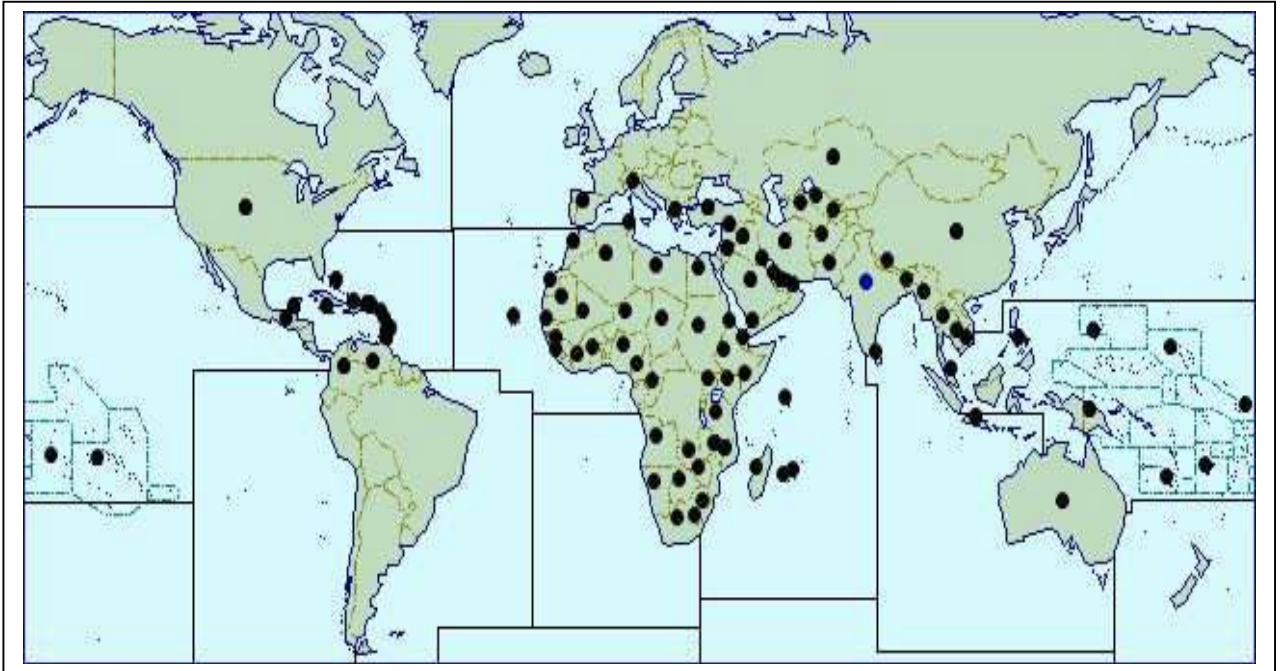


الشكل رقم (1-III) : الأوراق والأزهار لنبات السدر (*Zizyphus*)



الشكل رقم (III-2) : شجرة السدر (*Zizyphus*)

III-1-3- التوزيع الجغرافي لشجرة السدر : [16]



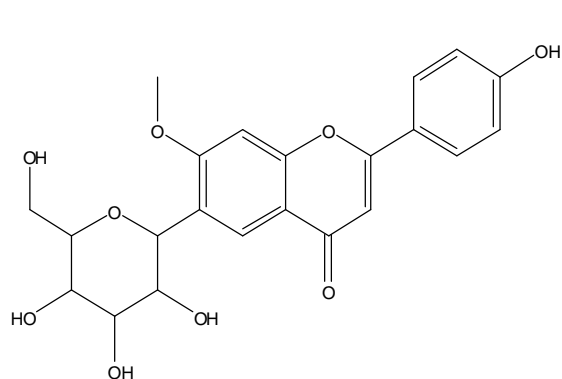
الشكل رقم (III-3) : التوزيع الجغرافي لشجرة السدر

III-1-4- المسح الكيميائي لنبات السدر :

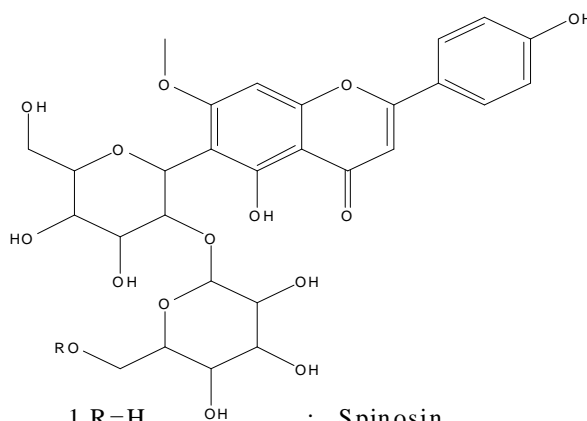
دلت الابحاث على احتواء هذا الجنس على مركبات فلافونيدية وقلويدات تدرج في الجدول

الجدول رقم (1-III): الفلافونيدات المفصولة من جنس نبات السدر (*Zizyphus*)

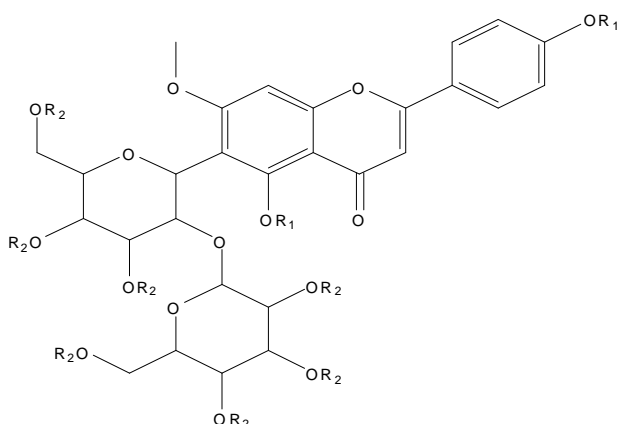
N°	المركبات	المصدر	المراجع
1	Spinosin	<i>Z. jujuba</i> ; <i>Z. vulgaris</i>	[17-19]
2	6'''-Feruloylspinosin	<i>Z. jujuba</i>	[17] [18]
3	6'''-Sinapoylspinosin	<i>Z. jujuba</i>	[18]
4	6'''-p-Coumaroylspinosin	<i>Z. jujuba</i>	[18]
5	Swertisin	<i>Z. jujuba</i>	[17]
6	Di-O- Methylspinosin	<i>Z. vulgaris</i>	[19]
7	Spinosin nona-acetate	<i>Z. vulgaris</i>	[19]
8	Permethylspinosin	<i>Z. vulgaris</i>	[19]



5 Swertisin



- 1 R=H : Spinosin
 2 R= Feruloyl : 6'''- FeruloylSpinosin
 3 R= Sinapoyl : 6'''-Sinapoylspinosin
 4 R= p-Coumaroyl : 6'''-p-Coumaroylspinosin



- 6 R1=Me ; R2= H : Di-O-Methylspinosin
 7 R1=Ac ; R2= Ac : Spinosin nona-acetate
 8 R1=Me ; R2= Me : Permethylspinosin

الجدول رقم (III-2): القلويدات المفصولة من جنس نبات السدر (*Zizyphus*)

N°	المركبات	المصدر	المراجع
1	Amphibine D	<i>Z.sp.se</i>	[17]
2	Zizyphusine	<i>Z.sp.se</i>	[17]
3	Sanjoinine K	<i>Z.sp.se</i>	[17]
4	Frangufoline	<i>Z. vulgaris</i>	[20]
5	Sanjoinine-B	<i>Z. vulgaris</i>	[20]
6	Cyclic peptide sanjoinenine	<i>Z. vulgaris</i>	[20]
7	Sanjoinine-D	<i>Z. vulgaris</i>	[20]
8	Sanjoinine-F	<i>Z. vulgaris</i>	[20]
9	Sanjoinine-G2	<i>Z. vulgaris</i>	[20]
10	Amphibine-D	<i>Z. vulgaris</i>	[20]
11	Hysodricanin-A	<i>Z.Hysodrica</i>	[21]
12	Mauritin-H	<i>Z. mauritiana</i>	[21]
13	Lotusine G	<i>Z.Lotus</i>	[22]
14	Sanjoinine-G1, R = H	<i>Z. vulgaris</i>	[23]
15	Sanjoinine-G1 : R2 = C ₆ H ₅ CO	<i>Z. vulgaris</i>	[23]
16	: R p-BrC ₆ H ₄ CO Sanjoinine-G1	<i>Z. vulgaris</i>	[23]
17	Jubanine-C	<i>Z. jujuba</i>	[24]
18	Lasiodyne-B	<i>Z. jujuba</i>	[24]
19	Scutianine-C, Scutianine-A, Scutianine-F	<i>Z. jujuba</i>	[24]
20	Zizyphine-A	<i>Z. jujuba</i>	[24]
21	Adouetine-Z	<i>Z. jujuba</i>	[24]
22	Mauritine J	<i>Z. mauritiana</i>	[25]
23	Amphibine E	<i>Z. mauritiana</i>	[25]
24	Lotusine F	<i>Z.Lotus</i>	[26]
25	Lotusine E	<i>Z.Lotus</i>	[26]
26	Lotusine C	<i>Z.Lotus</i>	[26]
27	Lotusine B	<i>Z.Lotus</i>	[26]
28	Nummularine-T	<i>Z. nummularia</i>	[27]
29	Mauritine-A	<i>Z. nummularia</i>	[27]
30	Scutianine-C	<i>Z. nummularia</i>	[27]
31	Frangufoline	<i>Z. nummularia</i>	[27]

		<i>Z. jujuba</i>	[28]
32	N-formyl cyclopeptide	<i>Z. nummularia</i>	[27]
33	Lotusine A	<i>Z. Lotus</i>	[29]
34	Lotusine D	<i>Z. Lotus</i>	[29]
35	Spinanine-A	<i>Z. spina-christi</i>	[30]
36	Zizyphine-F	<i>Z. spina-christi</i>	[30]
37	Jubanine-A	<i>Z. spina-christi</i>	[30]
38	Amphibine-H	<i>Z. spina-christi</i>	[30]
39	Amphibine-B	<i>Z. spina-christi</i>	[30]
40	Rugosanine-B	<i>Z. Ru. Ba</i>	[31]
41	Nummularine-P	<i>Z. Ru. Ba</i>	[31]
42	Sativanine-H	<i>Z. Ru. Ba</i>	[31]
43	Rugosanine-A	<i>Z. rugosa</i>	[32]
44	N-formylcyclopeptide alkaloid	<i>Z. rugosa</i>	[32]
45	Sativanine-K	<i>Z. sativa</i>	[33]
46	amphibine-H	<i>Z. Num</i>	[28]
47	Nummularine-K	<i>Z. Ju</i>	[28]
48	Nummularine-R	<i>Z. Xy</i>	[28]
49	Nummularine - O	<i>Z. nummularia</i>	[34]
50	N- Formyl nununularine - O	<i>Z. nummularia</i>	[34]
51	Jubanine - B	<i>Z. nummularia</i>	[34]
52	Sativanine-D (1)	<i>Z. sativa</i>	[35]
53	Nummularine-B-cycl. (2).	<i>Z. sativa</i>	[35]
54	Sativanine-F	<i>Z. sativa</i>	[36]
55	N - Formyl mauritine - C (5)	<i>Z. sativa</i>	[36]
56	Nummularine-M	<i>Z. nummularia</i>	[37]
57	Nummularine-N	<i>Z. nummularia</i>	[37]
58	Nummularine-B	<i>Z. nummularia</i>	[37]
59	Sativanine-G	<i>Z. sativa</i>	[38]
60	Nummularine-C	<i>Z. sativa</i>	[38]
61	Sativanine - C	<i>Z. sativa</i>	[49]
62	N-Formylsativanine- C	<i>Z. sativa</i>	[49]
63	Nummularine - B	<i>Z. sativa</i>	[49]
64	Sativanine-A	<i>Z. sativa</i>	[40]
65	Sativanine-B	<i>Z. sativa</i>	[40]

الجدول رقم (3-III) : مركبات أخرى مفصولة من جنس نبات السدر (*Zizyphus*)

N°	المركبات	المصدر	المراجع
1	Jujuboside A	<i>Z.sp.se</i>	[17]
2	Jujuboside A1	<i>Z.sp.se</i>	[17]
3	Jujuboside B	<i>Z.sp.se</i>	[17]
4	Jujuboside B1	<i>Z.sp.se</i>	[17]
5	Acetylation	<i>Z. mauritiana</i>	[41]
6	2,4-Dinitrophenylhydrazone	<i>Z. mauritiana</i>	[41]
7	Zimmermann	<i>Z. mauritiana</i>	[41]
8	Oxidation	<i>Z. mauritiana</i>	[41]
9	Christinin-A	<i>Z. spinachristi</i>	[42]
10	Jujuboside A	<i>Z.Lotus</i>	[43]
11	Jujuboside C	<i>Z.Lotus</i>	[43]
12	Lotoside I	<i>Z.Lotus</i>	[43]
13	Lotoside II	<i>Z.Lotus</i>	[43]
14	2-0-Protocatechuoylaliphitic acid	<i>Z. jujuba</i>	[44]
15	2a-Hydroxypyraacrenic acid triacetate	<i>Z. jujuba</i>	[44]
16	3-0-(0,0-Dimethylprotocatechuoyl) ceanothic acid dimethyl ester	<i>Z. jujuba</i>	[44]
17	Jujubogenin 3-0-L-arabinofuranosyl	<i>Z. joazeiro</i>	[45]
18	Jujubogenin 3-0glycoside sulphate	<i>Z. joazeiro</i>	[45]
19	Fl-D-glucopyranosyl-(1→ 2)-6-deoxy-a-L-talopyranosyl-(1 →3)-a-L-arabinopyranosyl-(1 3)- jujubogenin.	<i>Z. nummularia</i>	[46]
20	Jujuboside A	<i>Z. jujuba</i>	[47]
21	jujuboside B	<i>Z. jujuba</i>	[47]
22	Acid hydrolysis of prosapogenin III (7a)	<i>Z. jujuba</i>	[47]
23	Prosapogenin 111 nona-O-methyl ether (7b)	<i>Z. jujuba</i>	[47]
24	Methanolysis of 7b	<i>Z. jujuba</i>	[47]
25	Undeca-O-methyljujuboside B	<i>Z. jujuba</i>	[47]
26	Tetradeca-O-methyljujuboside A	<i>Z. jujuba</i>	[47]
27	Methanolysis of jujuboside A permethylate (1b)	<i>Z. jujuba</i>	[47]
28	Jujuboside A	<i>Z. jujuba</i>	[48]

29	Jutuboside B	<i>Z. jujuba</i>	[48]
30	Hovenoside G	<i>Z. jujuba</i>	[48]
31	Bacoside A	<i>Z. jujuba</i>	[48]
32	Ebelin lacton	<i>Z. jujuba</i>	[48]

III-2- نبات العنّدة :

III-2-1- تصنيف نبات العنّدة : [49]

المملكة النباتية

Règne	: Plantae
Sous règne	: Tracheobionta
Sous embranchement	: Gnetophyta
Classe	: Gnetopsida
Ordre	: Ephedrales
Famille	: Ephedraceae
Genre	: <i>Ephedra</i>
Espèce	: <i>Alata</i>

III-2-2- وصف نبات العنّدة :

هي شجيرة قصيرة دائمة الخضرة يصل ارتفاعها إلى حوالي 60 إلى 90cm، خضراء اللون نحيلة وعادة ما تنتهي في نقطة حادة تحتوي عقد صفراء تبعد عن بعضها البعض من 4 إلى 6cm تتبعث منها رائحة قوية ولها طعم قابض [50].

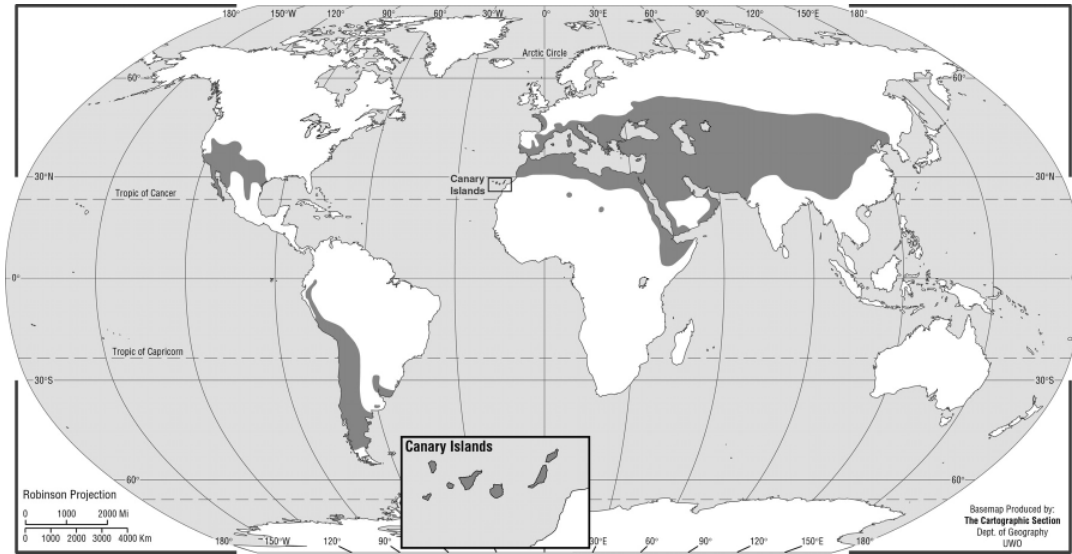


الشكل رقم (III-4) : الأوراق والأزهار شجرة العنّدة (*Ephedra Alata*)



الشكل رقم (III-5) : شجرة العنودة (*Ephedra Alata*)

III-2-3- التوزيع الجغرافي لنبات العنودة : [50] [51]



الشكل رقم (III-6) : التوزيع الجغرافي لنبات العنودة

الافيدرا وينتمي إلى عائلة *Ephedraceae* ينمو في البيئات الجافة، الرملية أو الصخرية، وتوجد في المناطق المعتدلة وشبه الاستوائية في الصين ومنغوليا والهند، وأجزاء من منطقة البحر الأبيض

المتوسط وأفغانستان، فضلا عن مناطق أمريكا الشمالية والوسطى. على الرغم من أن جنس الإيفيدرا يتكون من أكثر من 50 نوعا، وتمثل الأنواع الرئيسية للإيفيدرا من قبل الإيفيدرا سينيكا الأكثر نسبة.

III-2-4- المسح الكيميائي لنبات العنقدة (*Ephedra alata*):

تسمى الإيفيدرا نسبة إلى تواجد الأفيديرين نسبة كبيرة جدا حيث تتراوح بين 0,5 إلى 2,5% من إجمالي الكتلة. [50] [52] وهذه النسبة تختلف من مكان إلى آخر حسب الظروف الجوية وحسب وقت الحصاد [53].

في عام 1887، تم عزل الأفيديرين من الإيفيدرا من قبل الصيدلي الياباني ناغاي .

يستخدم الأفيديرين في المكملات الغذائية [53].

يمكن أيضا تصنيع الأفيديرين كيميائيا لكن يختلف عن الأشكال المستخلصة في أنها غير نشطة ضوئيا [54].

نسبة الأفيديرين من 30 إلى 90% من إجمالي نسبة القلويدات الأخرى [54].

6 قلويدات نشطة ضوئيا من مشتقات الأفيديرين تم استخراجها.

بالإضافة إلى قلويدات الأفيديرين تم عزل قلويدات أخرى ، ومركبات امينية ومشتقات بعض

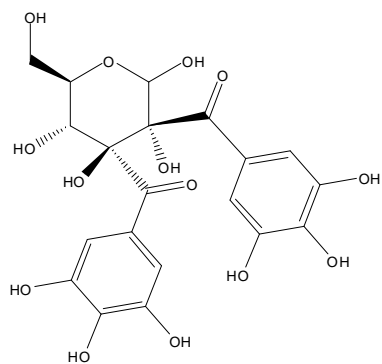
الأحماض واحماض امينية والفلافانول والعفص والاحماض الكربوكسيلية والتربينات [51].

ويمكن تلخيص المركبات المفصولة من العنقدة وخاصة الفلافويدات والقلويدات التربينات وبعض

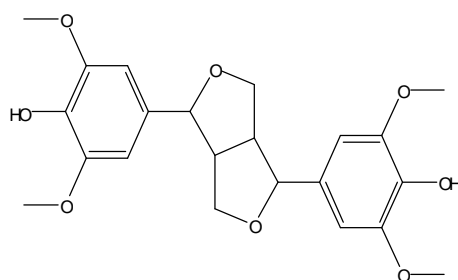
المركبات الأخرى التي هي محور الدراسة في الجداول التالية :

الجدول رقم (4-III) : الفلافونيدات المفصولة من جنس نبات العنبرة (*Ephedra*)

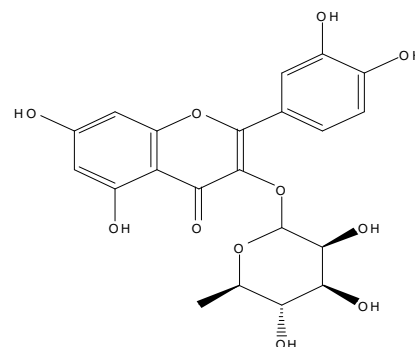
N°	المركبات	المصدر	المراجع
1	Herbacetin 8-methyl ether 3-0- glucoside-7-0-rutinoside	<i>E. alata</i>	[55]
2	Herbacetin 7-0-(6''-quinynglucoside)	<i>E. alata</i>	[55]
3	Vicenin II	<i>E. aphylla; alata</i>	[56] [55]
4	Lucenin III	<i>E. alata</i>	[55]
5	Kaempferol3-rhamnoside	<i>E. alata</i>	[55]
6	Quercetin 3-rhamnoside	<i>E. alata</i>	[55]
7	Herbacetin 7-glycoside	<i>E. alata</i>	[55]
8	2,3-digalloylglucopyranose	<i>E. alata</i>	[57]
9	(+)-syringaresinol	<i>E. alata</i>	[57]
10	Nilocitin	<i>E. alata</i>	[57]
11	Ephedrannin A(Bisflavanols)	<i>E.Sp</i>	[58] [54]
12	ephedrannin B	<i>E. alata</i>	[58]
13	Flavones(Apigenin)	<i>E.antispyhyllitica</i>	[54]
14	Flavones(Lucenin1,R=xyl,R'=glu)	<i>E.antispyhyllitica</i>	[54]
15	Flavones(Lucenin3,R= glu,R'= xyl)	<i>E.antispyhyllitica</i>	[54]
16	Flavanols(Catechin , R= H)	<i>E.hylvetica</i>	[54]
17	Flavanols(Galocatechin , R= OH)	<i>E.hylvetica</i>	[54]
18	Herbacetin 7-Methylether	<i>E. aphylla</i>	[56]
19	Herbacetin 3-O-rhamnoside-8-O-glycoside	<i>E. aphylla</i>	[56]



2,3-digalloylglucopyranose



2,6-bis-(3,5-dimethoxy-4-hydroxyphenyl)-3,7-dioxabicyclo[3,3,0]octane



quercetin 3-rhamnoside

الجدول رقم (5-III) : القلويدات المفصولة من جنس نبات العنبرة (*Ephedra*)

N°	المركبات	المصدر	المراجع
1	(-)- Norephedrine	<i>E. alata</i>	[62 -59] [54]
2	(+)- Norpseudoephedrine	<i>E. alata</i>	[62][60][59] [54]
3	(-)- Ephedrine	<i>E. alata</i>	[63 -59] [54]
4	(+)- Pseudoephedrine	<i>E. alata</i>	[61] [59] [54] [62]
5	(-)- Methylephedrine	<i>E. alata</i>	[60] [59] [54] [62]
6	(+)- Methylpseudoephedrine	<i>E. alata</i>	[60] [59] [54]
7	(-)- Synephrine	<i>E. alata</i>	[61] [60]
8	Quinoline-2-carboxylic acid	<i>E. Species</i>	[64]
9	7-Methoxy-4-quinolone 2-carboxylic acid	<i>E. alata</i>	[57]
10	4-Hydroxy-6-methoxyquinoline-2-carboxylic acid	<i>E. Species</i>	[64]
11	Ephedroxane	<i>E. herb</i>	[54]
12	Ephedradine A, R ₁ = R ₂ = R ₃ = H	<i>E. herb</i>	[54]
13	Ephedradine B, R ₁ = R ₃ = H, R ₂ = OMe	<i>E. herb</i>	[54]
14	Ephedradine C, R ₁ = H, R ₂ = OMe, R ₃ = Me	<i>E. herb</i>	[54]
15	Ephedradine D, R ₁ = OMe, R ₂ = R ₃ = H	<i>E. herb</i>	[54]
16	Cyclopropyl-a-amino acids	<i>E. al- E. foe</i>	[54]
17	Maokonine	<i>E- root</i>	[54]
18	Feruloylhistamine	<i>E- root</i>	[54]
19	6-Methoxykynurenic acid	<i>E.pachyc</i>	[54]
20	N-methylbenzylamine	<i>E. herb</i>	[54]
21	Tetramethylpyrazine	<i>E. herb</i>	[54]
22	Ephedradine C	<i>E. aphylla</i>	[65]
23	Hordenine (N,N-dimethyltyramine)	<i>E. aphylla</i>	[65]
24	Ephedrone	<i>E. alata</i>	[57]
25	(+)- Pseudomethylephedrine	<i>E. sinica</i>	[62]
26	Dobutamine	<i>E. sinica</i>	[62]
27	Amphetamine	<i>E. sinica</i>	[62]
28	Epimephrine	<i>E. sinica</i>	[62]

الجدول رقم (III-6) : مركبات أخرى مفصولة من جنس نبات العنودة (*Ephedra*)

N°	المركبات	المصدر	المراجع
1	4-(2-Docosyloxycarbonyl-vinyl)-benzoic acid	<i>E. sinica</i>	[66]
2	4-(2-Eicosyloxycarbonyl-vinyl)-benzoic acid	<i>E. sinica</i>	[66]
3	Carboxylic acid (Nilocitin)	<i>E. alata</i>	[54]
4	Carboxylic acid (Distachic acid)	<i>E.Sp</i>	[54]
5	Carboxylic acid (5,11,14,17-Eicosatetraenoic acid)	<i>E.Sp</i>	[54]
6	(+)-Syringaresinol	<i>E. alata</i>	[57]
7	Cyclopropane amino acids	<i>E. alata</i>	[67]
8	(Carboxycyclopropyl)glycines	<i>E. alata</i>	[67]
9	3,4-Methanoproline	<i>E. alata</i>	[67]

III-2-5- الاستعمالات لنبات العنودة (*Ephedra alata*) :

لقد تم استخدام الافيدرين قبل 500 سنة على الأقل [68] وتتلخص الاستعمالات في : [69] [70] [71]

- 1- تستعمل كمكملات غذائية.
- 2- تخفيض الوزن وتعزيز الاداء الرياضي.
- 3- تستخدم لعلاج الربو واحتقان الانف والرئة والحمى.
- 4- الاعراض الناجمة عن البرد والانفلونزا والربو والتهاب الشعب الهوائية وحمى القش وعلاج المفاصل وانعدام التعرق والتنفس وانخفاض ضغط الدم.
- 5- تستعمل الجذور لمضاد للتعرق.
- 6- يستخدم أملاح الافيدرين في شكل بخاخ الانف.
- 7- الافيدرين يمنع انخفاض ضغط الدم إثناء التخدير.
- 8- الافيدرين يحفز الجهاز العصبي المركزي، و يوسع الشعب الهوائية، يرفع ضغط الدم، ويزيد من معدل ضربات القلب.

III-2-6- المسح البيولوجي لنبات العننبة : [72] [73]

الافيدرا تستعمل في المكملات الغذائية، ويمكن للمستحضرات العشبية على إحداث تأثيرات سلبية خطيرة ولذلك عملت إدارة الأغذية والعقاقير الأمريكية لحظر مثل هذه المنتجات العشبية الضارة. في عام 1996 ذكرت دراسة أن 15 حالة وفاة قد نسبت إلى الافيدرين. ومن عام 1993 إلى عام 1995 تلقى مكتب الغذاء والدواء وزارة الصحة بتكساس ما يقرب من 500 تقرير من الأحداث السلبية في الأشخاص الذين تناولوا المكملات الغذائية التي تحتوي على قلويدات الافيدرين والمرتبطة بما في ذلك ثماني وفيات.

بين عامي 1993 و1997 تلقت إدارة الأغذية والعقاقير تقارير عن 34 حالة وفاة وحوالي 800 حادث طبي سلبي مرتبطة مباشرة إلى استخدام مادة الافيدرين. من الأحداث السلبية المتعلقة قلويدات الإيفيدرا منها 47% أمراض القلب والأوعية الدموية و18% أمراض الجهاز العصبي المركزي.

في 30 ديسمبر 2003، أصدرت إدارة الغذاء والدواء تنبيه المستهلكين على سلامة المكملات الغذائية التي تحتوي على الافيدرين. وفي 12 أبريل 2004 صدر تنبيه المستهلكين فوراً إلى التوقف عن شراء واستخدام المنتجات الافيدرين.

ما يقرب من 1% من سكان الولايات المتحدة تستخدم المنتجات في فقدان الوزن التي تحتوي على الافيدرين سنوياً. المنتجات التي تحتوي على الافيدرين غير مكلفة نسبياً. وتستخدم لعلاج الكثير من الأمراض مثل أوجاع المفاصل، وانخفاض ضغط الدم، وأعراض البرد والانفلونزا، وسلس البول، والربو، والتهابات الجهاز التنفسي العلوي.

أجرت إدارة الأغذية والعقاقير أيضاً التجارب لتحديد المحتويات قلويد الافيدرين في المنتجات متوفرة بسهولة للمستهلك. وقد أظهرت نتائج هذه التجارب على مستوى قلويدات الافيدرين لتصل إلى 110mg في الجرعة الواحدة.

وقد نسبت العديد من الآثار السلبية لاستهلاك مادة الافيدرين العصبية، والقلق، والخفقان، والصداع، والغثيان، والسكتات الدماغية، احتشاء عضلة القلب، وارتفاع الحرارة، والموت.

وقد تم الإبلاغ عن نقص تروية عضلة القلب واحتشاء، وارتفاع ضغط الدم غير المنضبط بعد استهلاك مادة الأفيدين. قد يكون سبب ذلك عن طريق زيادة الطلب على الأوكسجين من عضلة القلب في الأشخاص المصابين بأمراض القلب تصلب الشرايين الموجودة من قبل الذين يتناولون هذه المادة . وقد تم توثيق احتشاء عضلة القلب الحاد الثانوية بالتشنج الشرايين التاجية. ووصف وفاة 23 نتيجة للسمية المزمنة من الشراب التي تحتوي على الأفيدين. كشفت نتائج تشريح الجثة في هذه الحالة ميزات مرضية تذكر الجوانب التجريبية والسريية التي يسببها عامل سمية خلية عضلية. يتسق مع تقارير أخرى توثق اعتلال عضلة القلب الناجم عن جرعات متكررة أو استخدام لفترات طويلة من المنتجات المحتوية على الأفيدين. وتشير تقرير من شخص يبلغ من العمر 25 عاما عن احتشاء عضلة القلب بعد تناول حبوب الحمية التي تحتوي على الأفيدين. وقد تم الإبلاغ عن تقارير الدماغية نقص تروية الأوعية الدموية، ونزيف داخل الجمجمة، والتهاب الأوعية الدموية الجهاز العصبي المركزي نتيجة استعمال مادة الأفيدين. وقد ثبت استعمال الأفيدين يكون سام للخلية العصبية.

المراجع :

- [1]- ش. إبراهيم سعد. (1994). النباتات الزهرية. دار الفكر العربي بيروت لبنان، 465-462.
- [2]- ي. منصور الكاتب. (1988). تصنيف النباتات البذرية، مديرية دار الكتب للطباعة والنشر جامعة الموصل، 418-43.
- [4]- س. عزت قنديل، ع. و. بدر الدين السيد، س. ف. علي توفيق، إ. عبده خير الله و ح. إ. محمود علي . (1991). أساسيات تصنيف الأشجار وتعريف الأخشاب، منشأة المعارف بالاسكندرية، 352.
- [3]- B. Messaili.(1995).Système des Spermaphytes Botanique. 29-48.
- [5] - V.B.Pandey, J.P.Singh, K.K.Seth, A.H.Shah and G.Eckhardt.(1984). Cyclopeptide alkaloids from *Zizyphus nummularia* .23(9) : 2118-2120.
- [6] - A. H. Shah, V. B. Pandey, J. P. Singh, K. N. Singh and G. Eckhardt .(1984). Sativanine-g, a cyclopeptide alkaloid from *Zizyphus sativa*.23(9):2120-2121.
- [7] - P.Quezel et S. Santa.(1963).Nouvelle flore de l'Algérie et des region désertiques néridionales.616-620.
- [8] - Unesco.(1960).les Plantes médicinales des régions arides, imprimeries oberthur, Rennes.73-74.
- [9] - P.Ozenda.(1983).Flore du sahara.336.
- [10] - K.S.Arndt.(2001).les Contributions pour les fruits oubliés.1-27.
- [11] - R.Tschesche, A.H.Shah and G.Eckhardt.(1979). Phytochemistry.702.
- [12] - M.A.M.Nawwar, M.S.ISHAK,H.N.Michael and J.Buddrus.(1984). Leaf flavonoids of *Zizyphus spina-christi* .23(9):2110-2111.
- [13] - M.Chadefaud et L.Emberger.(1960).Traité de Botanique Systématique. 733-737.
- [14] - R. Negre.(1992).Petite flore des régions arides du Marroccidental. 59-60.
- [15] - M. Mascre et G. Deysson.(1959).Introduction a l'étude de la Botanique Systématique. 125.
- [16] - S.Azam-Ali,E.Bonkougou and al .(2006).Ber and other *jujubes*, *Zizyphus species*. Fruits for the Future. 2: 289.
- [17] - J.Liu, B.Chen and S.Yao . (2007). Simultaneous analysis and identification of main bioactive constituents in extract of *Zizyphus jujuba* var. *sapinosa*

- (*Zizyphi spinosi semen*) by high-performance liquid chromatography-photodiode array detection-electrospray mass spectrometry.71(2): 668-675.
- [18] - W.S.Woo,S.S.Kang,H.Wagner,O.Seligmann and V.M.Chari.(1980). Acylated Flavone-C-GlycosidesL From The Seeds of *Zizyphus Jujuba*.19 : 2791- 2793.
- [19]- W.S.Woot,S.S.Kangt, S.Shim,H.Wagnert, V.M.Charn, O.SeligManinn and G.Obermeier1.(1979).The Structure of Spinosin (2"-O-/3-Glucosylswertisin) From *Zizyphus Vulgaris* Var. *Spinosus*.18:353-355.
- [20] - S.A.M.Hussein,H.H.Baraka,M.M.Nawar and G.Willuhn.(1997).Flavonoids From *Ephedra Aphylla*.45(7):1529-1532.
- [21]- R.Tschesche, D.Hillebrand, H.Wilhelm, E.Ammermann and G.Eckhardt.(1977). Hysodricanin-A, Mauritin-H, Scutianin-F and Aralionin-C, Vier Weitere Cyclopeptidalkaloide Aus *Zizyphus Scutia*, and *Araliorhamnus*. 16(7) : 1025-1028.
- [22]- G.L.Croueour, P. Thepenier, B. Richard, C. Petermann, K. Ghedira and M. Zeches-Hanrot. (2002). Lotusine G:a new cyclopeptide alkaloid from *Zizyphus lotus*. 73(1): 63-68.
- [23]- M. H.Park, D.Suit and B. Han.(1996). Absolute Configuration of A Cyclopeptide Alkaloid,Sanjoinine-G1, From *Zizyphus Vulgaris* Var. *Spinosus*. 43(3) :701-704.
- [24]- M.Tripathi, M.B. Pandey, R.N. Jha, V.B. Pandey,P.N. Tripathi and J.P. Singh .(2001).Cyclopeptide alkaloids from *Zizyphus jujuba* .72:507-510.
- [25]- A. Jossang, A. Zahir and D. Diakite.(1996). Mauratine J, A Cyclopeptide Alkaloid From *ZizyphusMauritiana*. 42 (2) : 565-567.
- [26]- K. Ghedira, R. Chemli, C. Caron, J.Nuzillard, M. Zeches and L.Men-Olivier.(1995). Four Cyclopeptide Alkaloids From *Zizyphus Lotus*. 38 (3) : 767-772.
- [27]- B. Sinon and V. B. Pandey.(1995). An N-Formyl Cyclopeptide Alkaloid From *Zizyphus Nummularia* Bark. 38 (1) : 271-273.
- [28]- S.Devi, V.B.Pandey, J.P.Singh and A.H.Shah.(1987).Peptide Alkaloids From *Zizyphus Species*. 26 (12) : 3374-3375.
- [29]- K.Ghedira, R.Chemli, B.Richard, J.Nuzillard, M.Zeches and L. Men-Olivier.(1993).Two Cyclopeptide Alkaloids From *Zizyphus Lotus*.32 (6) :1591-1594.
- [30]- F.M. Abdel-Galil and M.A. El-Jissry.(1991). Cyclopeptide Alkaloids From *Zizyphus Spina-Christi*. 30 (4) : 1348 1349.

- [31]- Y. C. Tripathi, S. K. Maurya, V. P. Singh and V. B. Pandey.(1989). Cyclopeptide Alkaloids From *Zizyphus Rugosa Bark*. 28 (5) : 1563-1565.
- [32]- V.B.Pandey, Y.C.Tripathi, S.Devi, J.P.Singh and A.H.Shaht.(1988).A Cyclopeptide Alkaloid From The Bark of *Zizyphus Rugosa*.27(6):1915-1918.
- [33]- A.H.Shah, M.A.Al-Yahya, S.Devi and V.B.Pandey.(1987).Sativanine-K : An Additional N-Formyl Cyclopeptide Alkaloid From *Zizyphus Sativa*. 26 (4) : 1230-1232.
- [34]- V.B.Pandey,S.P.D.Dwivedi,A.H.Shah and G.Eckhardt.(1986). Nummularine-O, A Cyclopeptide Alkaloid From *Zizyphus Nummularia*.25 (1) : 2690-2691.
- [35]- A.H.Shah, V.B.Paney, G.Eckhardt and R.Tschesch.(1985).A 13-Membered Cyclopeptide Alkaloid From *Zizyphus Sativa*. 24 (1) : 2765-2767.
- [36]- A.H.Shah, V.B.Pandey G.Eckhardt and R.Tschesche.(1985). An N-Formyl Cyclopeptide Alkaloid From The Bark of *Zizyphus Sativa*. 24 (11) : 2768-2770.
- [37]- V.B.Pandey, J.P.Singh, K.K.Seth, A.H.Shah and G.Eckhardt.(1984). Cyclopeptide Alkaloid From *Zizyphus Nummularia*. 23 (9) : 2118-2120.
- [38]- A.H.Shah, V.B.Pandey, J.P.Singh, K.N.Singh and G.Eckhardt.(1984). Sativanine-G, A Cyclopeptide Alkaloid From *Zizyphus Sativa*. 23 (9) : 2120-2121.
- [39]- A.H.Shah, V.B.Pandey, G.Eckhard and R.Tschesche.(1984).Sativanine-C:A Cyclopeptide Alkaloid From The Bark of *Zizyphus Sativa*. 23(4):931-933.
- [40]- R.Tschesche, A.H.Shah and G.Eckhardt.(1979). Sativanine-A and Sativanine-B, Two New Cyclopeptide Alkaloid From The Bark of *Zizyphus Sativa*. 18 : 702-704.
- [41]- S. K. Srivastava and S. D. Srivastava.(1979).Structure of Zizogenin, A New Sapogenin From *Zizyphus Mauritania*. 18 : 1758-1759.
- [42]- A.O.Abdel-Zaher , S.Y.Salim, M.H.Assaf and R.H.Abdel-Hady.(2005). Antidiabetic activity and toxicity of *Zizyphus spina-christi* leaves.101:129-138.
- [43]- J.Renault, K.Ghedira, P.T.Hepenier, C.Lavaud, M.Zeches-Hanrot and L. Men-Olivier.(1997). Dammarane Saponins From *Zizyphus Lotus*. 44 (7) : 1321-1327.
- [44]- S. Lee, B.Lin and K.Arin.(1996). Three Triterpene Esters From *Zizyphus Jujuba*. 43 (4) : 847-851.

- [45]- R.HiguchiI, S.Kubota, T.Komori, T.Kawasaki, V.B.Pandey, J.P.Singht and A.H.Shah.(1984).Triterpenoid Saponins From The Bark of *Zizyphus Joazeiro*. 23(11) : 2597-2600.
- [46]- S. C. Sharma and R. Kumar.(1983). Zizynummin, A Dammarane Saponin From *Zizyphus Nummularia*. 22 (6) : 1469-1471.
- [47]- H.Otsuka, T.Akiyama, K.I.S.Shibata, O.Innue and Y.Ogihara.(1978). The Structure of Jujubosides A and B, The Saponins Isolated From The Seeds of *Zizyphus Jujuba* .17 : 1349-1352 .
- [48]- K.kawai, T.Akiyama, Y.Ogiharat and S.Shibata.(1974). A New Sapogenin in The Saponins of *Zizyphus Jujuba*, *Hovenia Dulcis* ANI *Hacopa Monniera*. 13 : 2829-2832 .
- [49]- W.A.Al-Taisan , A.A.Al-Qarawi and M.S.Alsubiee.(2010).Effect of water stress by Polyethylene Glycol 8000 and Sodium Chloride on germination of *Ephedra alata* Decne seeds 17: 253-257 .
- [50]- M.Blumenthal and P.King .(1995). Ma Huang: Ancient herb, modern medicine,regulatory dilemma; A review of the botany, chemistry, medicinal uses, safety concerns, and legal status of Ephedra and its alkaloids. Herbal Gram. 22.
- [51]- B.T.Schaneberg, S.Crockett , E.Bedir and I.A.Khan.(2003).The role of chemical fingerprinting: application to Ephedra.62: 911- 918.
- [52]- Bruneton, J.(1995).Pharmacognosy, phytochemistry, medicinal plants .
- [53]- B. J.Gurley , S.F.Gardner and M.A.Hubbard.(2000). Content versus label claims in *ephedra*-containing dietary supplements. 57: 963-969.
- [54]- E. A.Abourashed, A.T.El-Alfy , I.A.Khan and L.Walker.(2003).*Ephedra* in perspective-a current review. 17:703-712.
- [55]- M.A.M.Nawwar, H.I.EL-Sissi and H.H.Barakat.(1984). Flavonoid Constituents of *Ephedra Alata*. 23 (12) : 2937-2939 .
- [56]- S.A.M.Hussein,H.H.Barakat, M. A.M.Nawar and G.Willuhnt.(1997). Flavonoids From *Ephedra Aphylla*. 45(7):1529-1532.
- [57]- M. A. M. Nawwar, H. H. Barakat, J. Buddrus and M. Linscheid. (1985). Alkaloidal, Lignan and Phenolic Constituents of *Ephedra Alata*. 24 (4) :818-819.
- [58]- I.Kim , Y.Park , S.Yoon and H.Lee.(2010). Ephedrannin A and B from roots of *Ephedra sinica* inhibit lipopolysaccharide-induced inflammatory mediators by suppressing nuclear factor-KB activation in RAW 264.7 macrophages. 10 : 1616-1625.

- [59]- X.Dong, W. Wang, S. Ma, H. Sun, Y. Li and J. Guo.(2005). Molecularly imprinted solid-phase extraction of (-)-ephedrine from Chinese *Ephedra* . 1070 : 125-130
- [60]- F. Pellati and S. Benvenuti. (2008). Determination of ephedrine alkaloids using HPLC on a pentafluorophenylpropyl in *Ephedra* natural products stationary phase. 48: 254-263.
- [61]- M. Ganzera, C. Lanser and H. Stuppner. (2005). Simultaneous determination of *Ephedra sinica* and *Citrus aurantium* var. *amara* alkaloids by ion-pair chromatography. 66 : 889-894.
- [62]- R. Andraws, P. Chawla, and D. L. Brown.(2005). Cardiovascular Effects of *Ephedra* Alkaloids: A Comprehensive Review. 47 (4) : 217-225.
- [63]- A.T.W.Eng, M.Y.Heng and E.S.Ong.(2007).Evaluation of surfactant assisted pressurized liquid extraction for the determination of glycyrrhizin and ephedrine in medicinal plants. 583 : 289-295.
- [64]- A.N.Starratf and S.Caveney. (1996). Quinoline-2-Carboxylic Acids From *Ephedra Species*. 42 (5) : 1477-1478.
- [65]- S.A.Maged, F. K.Fahima and M. A.Rokia.(2003). Two Alkaloids from *Ephedra aphylla* growing in Egypt. 9(2):1-4.
- [66]- B.T.Schaneberg , S.Crockett , E.Bedir and I.A.Khan.(2003). The role of chemical fingerprinting: application to *Ephedra*. 62: 911- 918.
- [67]- A. N. Starratt and S. Caveney. (1995). Four Cyclopropane Amino Acids From *Ephedra* . 40 (2) : 479-481.
- [68]- S. Ghafoor, M.M. Shah, H. Ahmad, Z.A. Swati, S.H. Shah, A. Pervez and U. Farooq. (2007). Molecular characterization of *Ephedra* species found in Pakistan .6 (4):1123-1130.
- [69]- D. Josefson. (1996).Herbal stimulant causes US deaths. 312:1378-1379.
- [70]- B. T. Schaneberg, S. Crockett, E. Bedir and I. A. Khan.(2003).The role of chemical fingerprinting: application to *Ephedra*. 62 :911-918.
- [71]- M.R.Tellez, I.A.Khan, B.T.Schaneberg, S.L.Crockett,A.M.Rimando and M.Kobaisy.(2004). Steam distillation–solid-phase microextraction for the detection of *Ephedra sinica* in herbal preparations . 1025 : 51-56 .
- [72]- C. P. Holstege, K. Mitchell, K. Barlotta and R. B. Furbee.(2005). Toxicity and Drug Interactions Associated with Herbal Products: *Ephedra* and St. John’s Wort. 89:1225-1257.
- [73]- I.Kim , Y.Park , S.Yoon and H.Lee. (2010). Ephedrannin A and B from roots of *Ephedra sinica* inhibit lipopolysaccharide-induced inflammatory mediators by

suppressing nuclear factor-KB activation in RAW 264.7 macrophages.10 :
1616-1625.

الفصل الثالث

IV- الدراسة الكيميائية للفلافونيدات :

IV-1- الدراسة الكيميائية لنبات العلندة :

IV-1-1- المادة النباتية وفصل المركبات الفلافونيدية :

IV-1-1-1- المادة النباتية :

تم جمع الأجزاء الهوائية لنبات العلندة من ضواحي مدينة ورقلة قرب واد نساء في 23 مارس وتم فصل الأوراق عن الأزهار ثم التجفيف في الظل (معرضة للهواء) مع التقليب حتى لا تتعفن ثم السحق ثم عملية الحفظ.

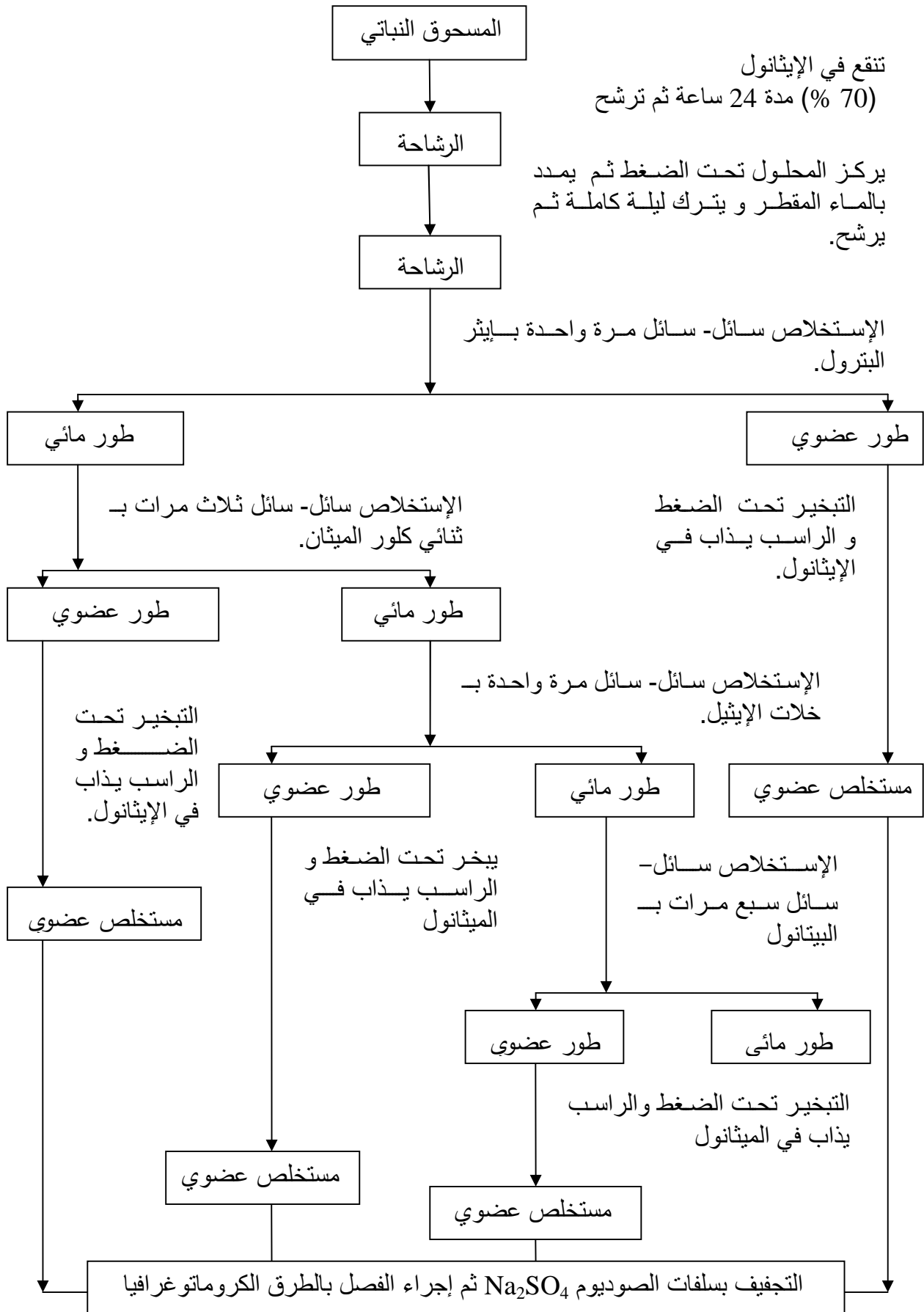
IV-1-1-2- الاستخلاص :

- الأوراق :

تم نقع 400g من الأوراق في الايثر البترولي لمدة 24 ساعة من اجل التخلص من الدهون والكلوروفيل بعد التخلص من الايثر بعملية الترشيح ينقع المسحوق النباتي بعد التجفيف في خليط ايثانول - ماء (30/70) % يترك مدة 24 ساعة ويرج من حين إلى آخر ثم يرشح وتعاد الكرة 4 مرات متتالية حتى استنفاد كل المادة الفعالة تم يركز المحلول الناتج في جهاز التبخير الدوراني تحت ضغط منخفض حتى التخلص الكلي من الكحول، المسخلص المائي المركز يضاف اليه الماء المقطر ثم يترك 24 ساعة بعد ذلك يرشح ثم يستخلص بثنائي كلوروميثان $100\text{ml} \times 3$ يليه الاستخلاص باسيئات الايثيل $100\text{ml} \times 3$ وفي الأخير يستخلص بالبيتانول $150\text{ml} \times 7$. بعد جمع مستخلصات ثنائي كلوروميثان والاسيئات والبيتانول تركز تحت ضغط منخفض حتى الجفاف ثم يذاب الراسب في كمية قليلة من الايثانول أو الميثانول.

- الأزهار :

تم نقع 1250 غ من الأزهار في خليط ايثانول- ماء (30/70) % يترك مدة 24 ساعة ويرج من حين إلى آخر ثم يرشح وتعاد الكرة 4 مرات متتالية حتى استنفاد كل المادة الفعالة تم يركز المحلول الناتج في جهاز التبخير الدوراني تحت ضغط منخفض حتى التخلص الكلي من الكحول، المسخلص المائي المركز يضاف اليه الماء المقطر ثم يترك 24 ساعة بعد ذلك يرشح ثم يستخلص بثنائي كلوروميثان $9 \times 200\text{ml} \times 2$ يليه الاستخلاص باسيئات الايثيل $9 \times 300\text{ml} \times 1$ وفي الأخير يستخلص بالبيتانول $9 \times 250\text{ml} \times 7$. بعد جمع مستخلصات ثنائي كلوروميثان والاسيئات والبيتانول تركز تحت ضغط منخفض حتى الجفاف ثم يذاب الراسب في كمية قليلة من الايثانول أو الميثانول، يمثل الشكل (IV-1) مختلف خطوات الاستخلاص.



الشكل (1-IV) : مراحل الإستخلاص الفلافونيدات

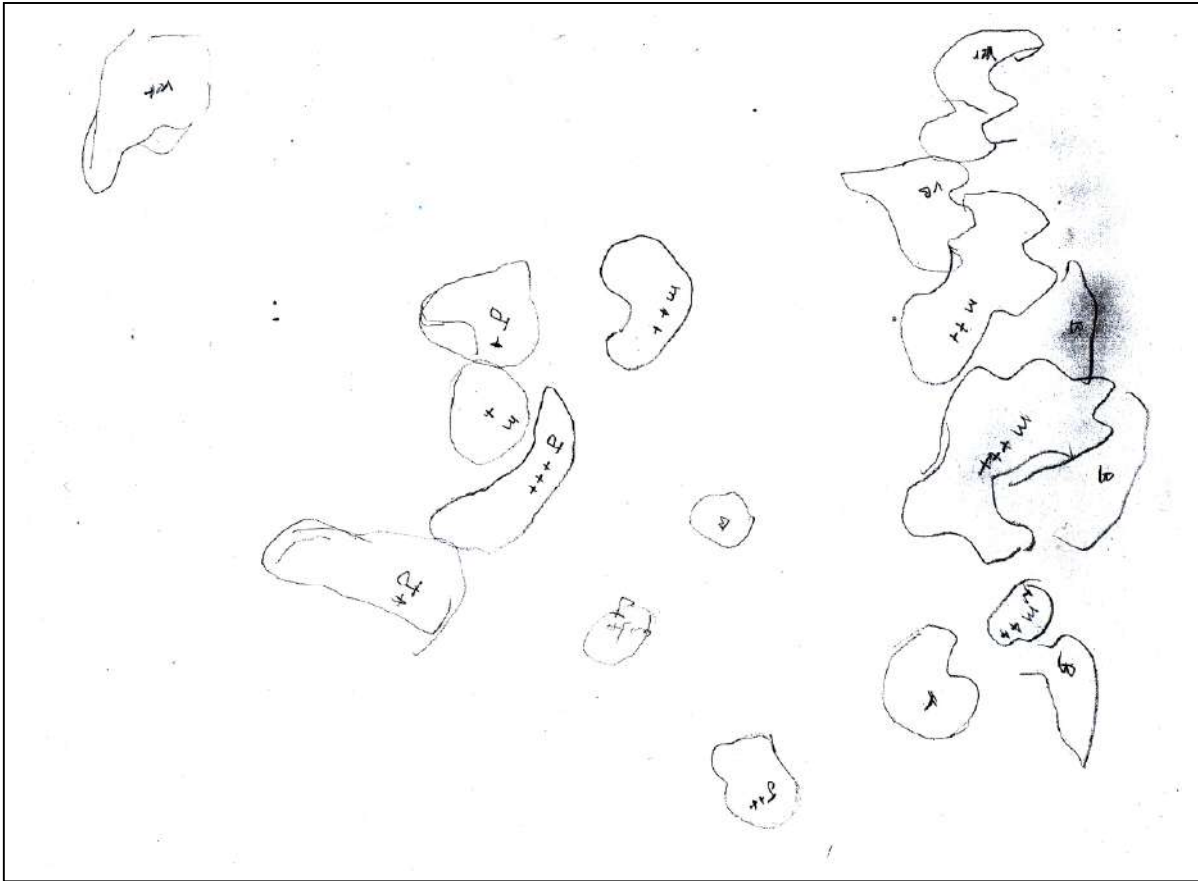
IV-1-1-1-3- الفصل بواسطة الكروماتوغرافيا :

IV-1-3-1-1- كروماتوغرافيا الورق (CP):

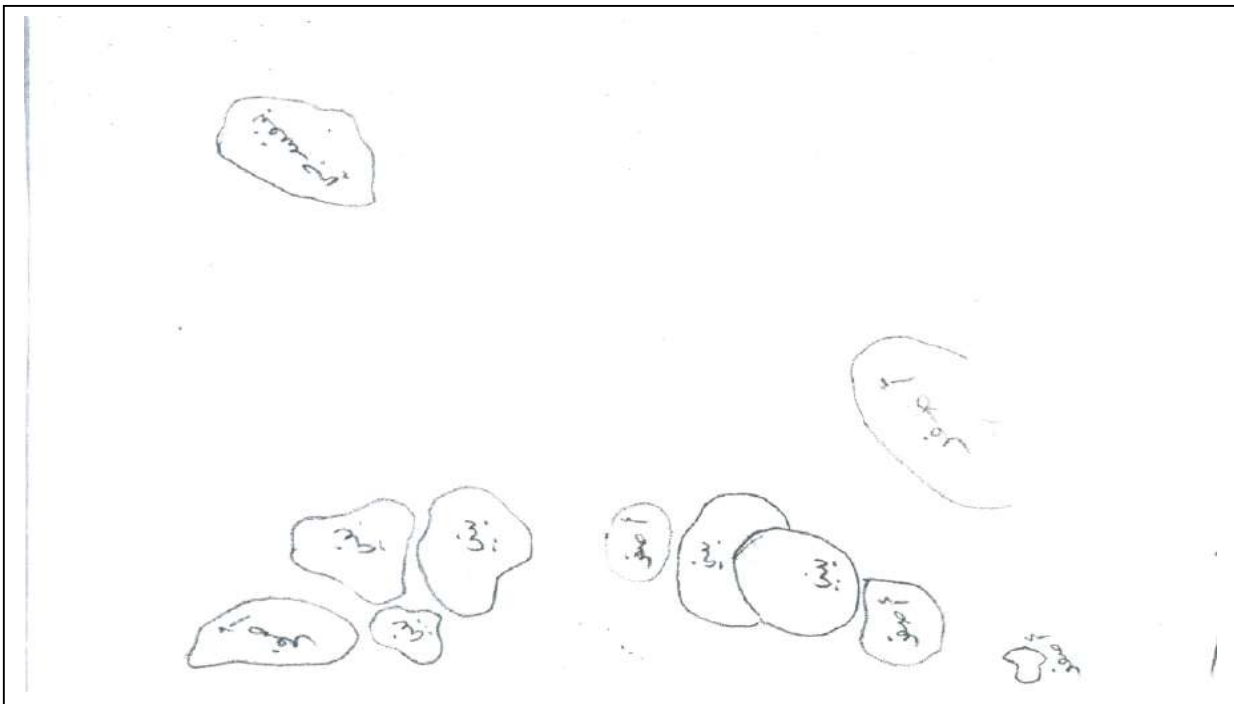
تم فحص مستخلص البيتانول والاسيتات الاثيل بكروماتوغرافيا الورق ذات البعدين لنبات العنقدة فتحصلنا على الخريطة الفلافونيدية التالية المبينة في الشكلين باستعمال أوراق السيلولوز (Whatman N°:1) كطور ساكن ابعادها 47×57cm. والطور المتحرك يتمثل في البعدين والبعد الأول (5 : 1 : 4) BAW(n-BuOH : AcOH : H₂O) والبعد الثاني 15% AcOH



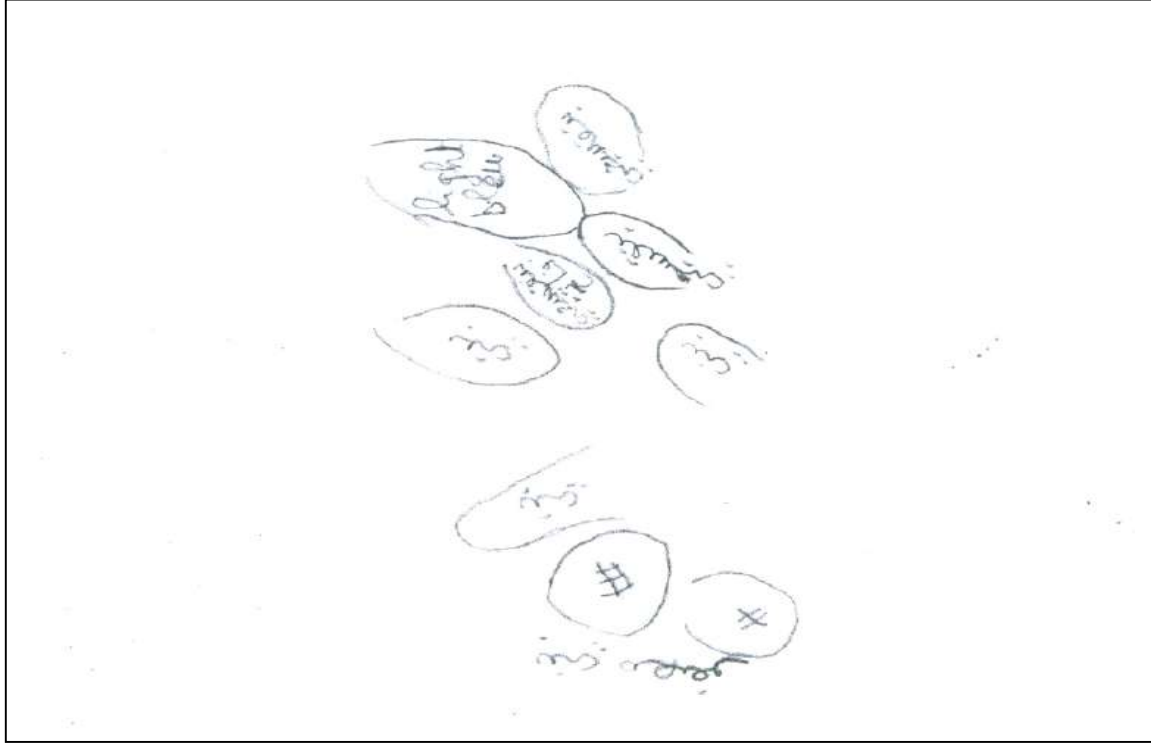
الشكل (2-IV) : الخريطة الفلافونيدية لمستخلص اسيتات اثيل لأوراق نبات العنقدة



الشكل (3-IV) : الخريطة الفلافونيدية للمستخلص البيتانولي لأوراق نبات العنبرة



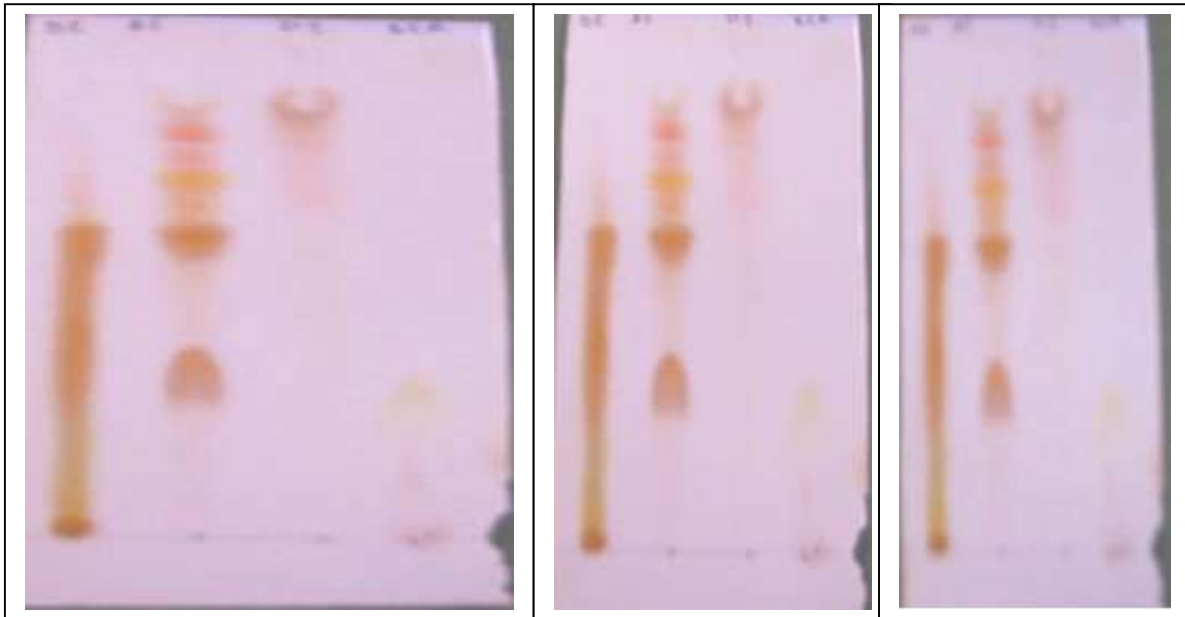
الشكل (4-IV) : الخريطة الفلافونيدية للمستخلص البيتانولي لأزهار نبات العنبرة



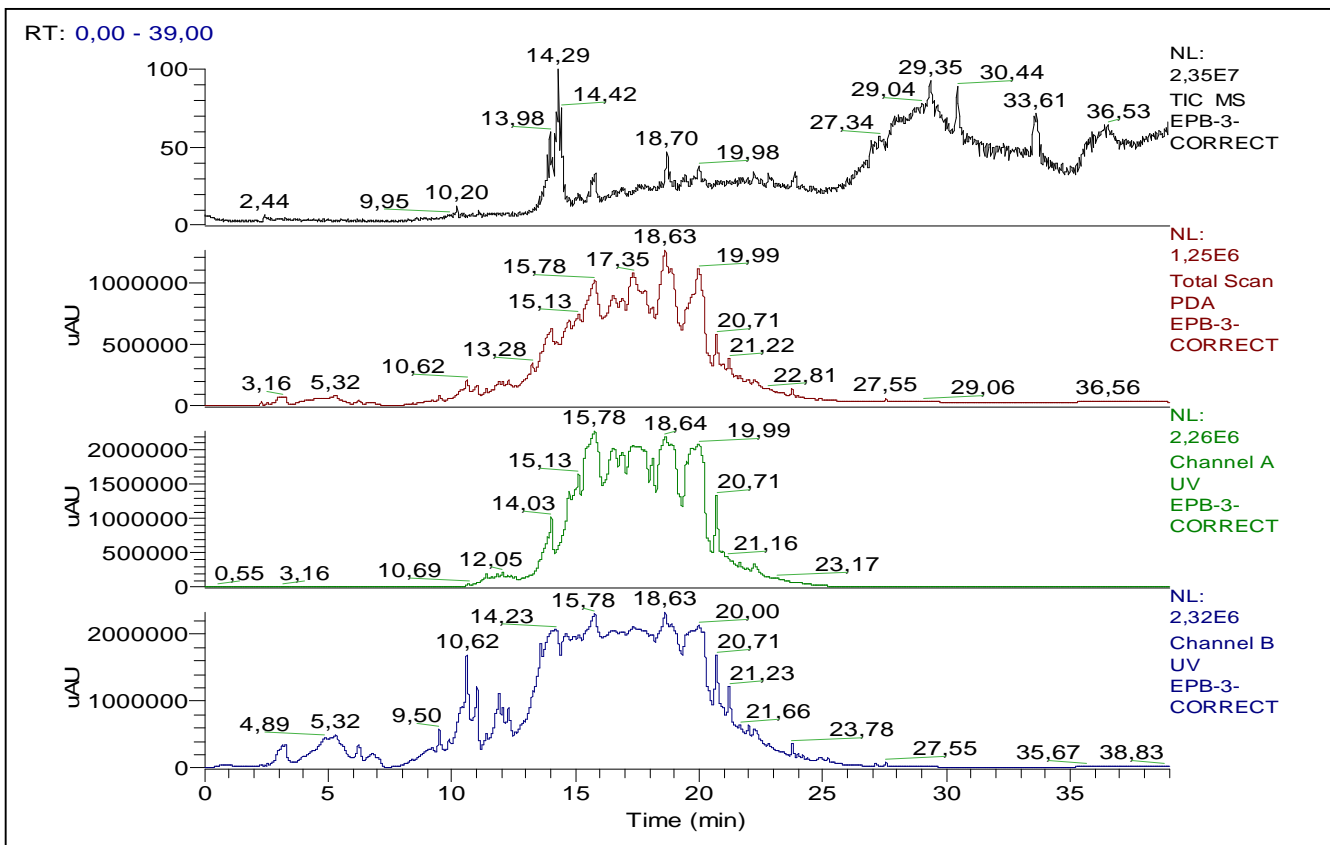
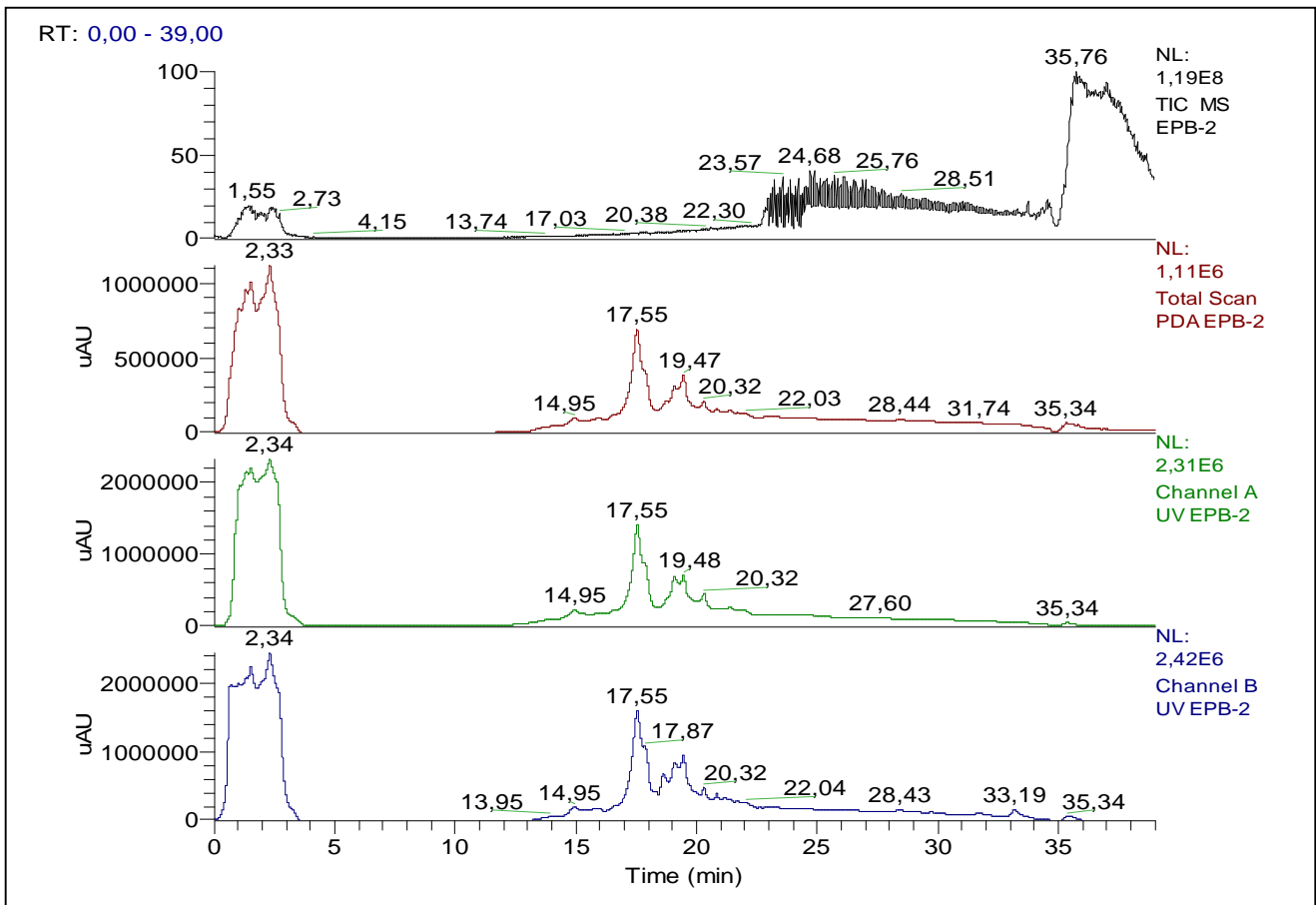
الشكل (5-IV) : الخريطة الفلافونيدية لمستخلص اسيتات اثيل لأزهار لنبات العنودة

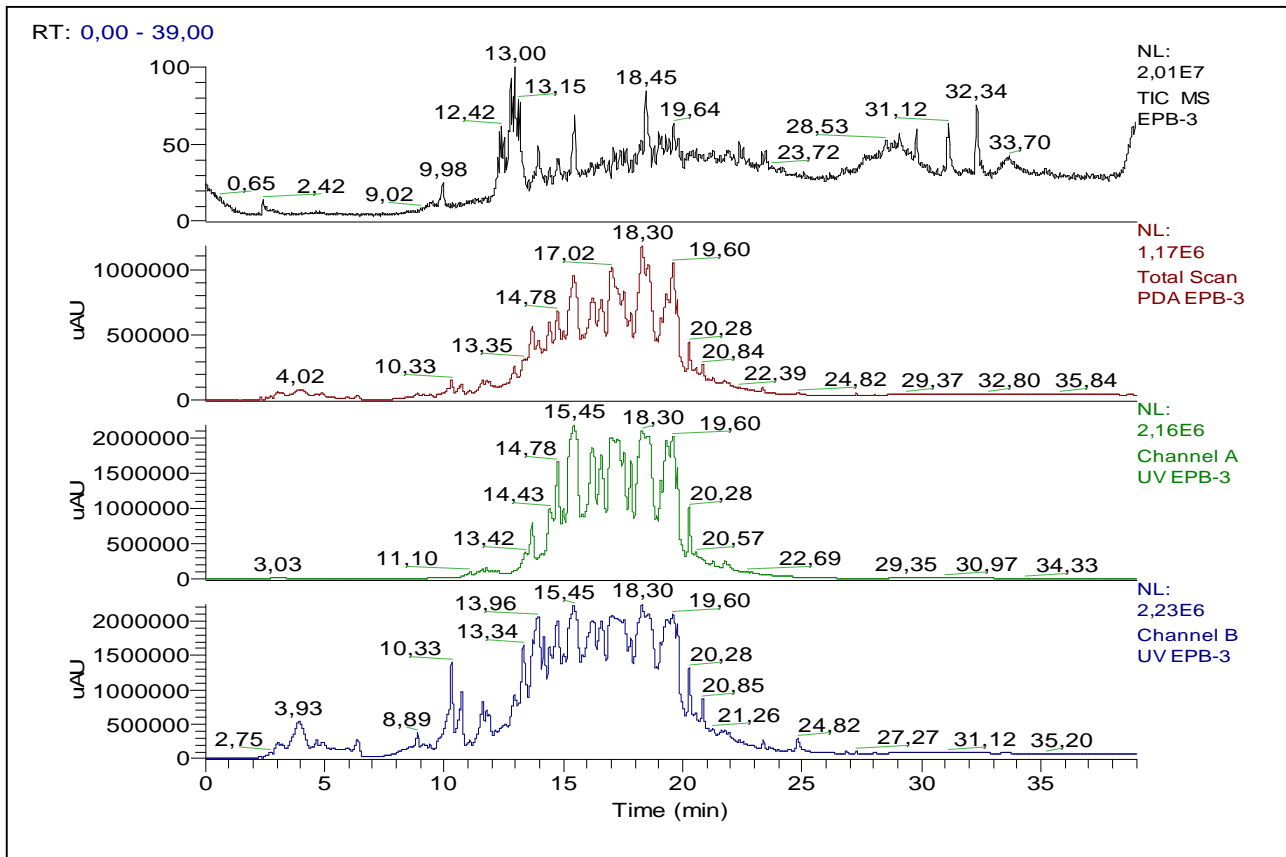
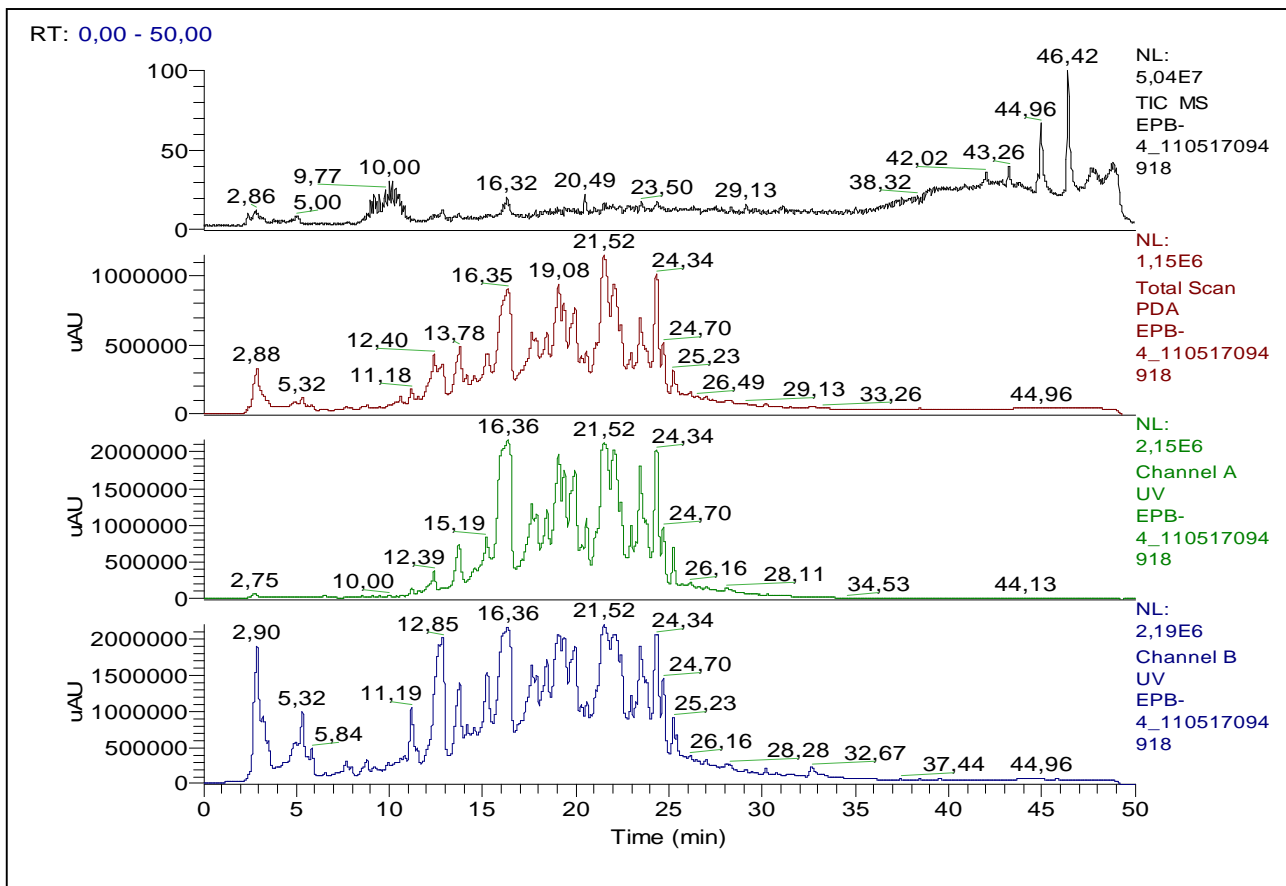
IV-1-1-2-3- كروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة (TLC) :

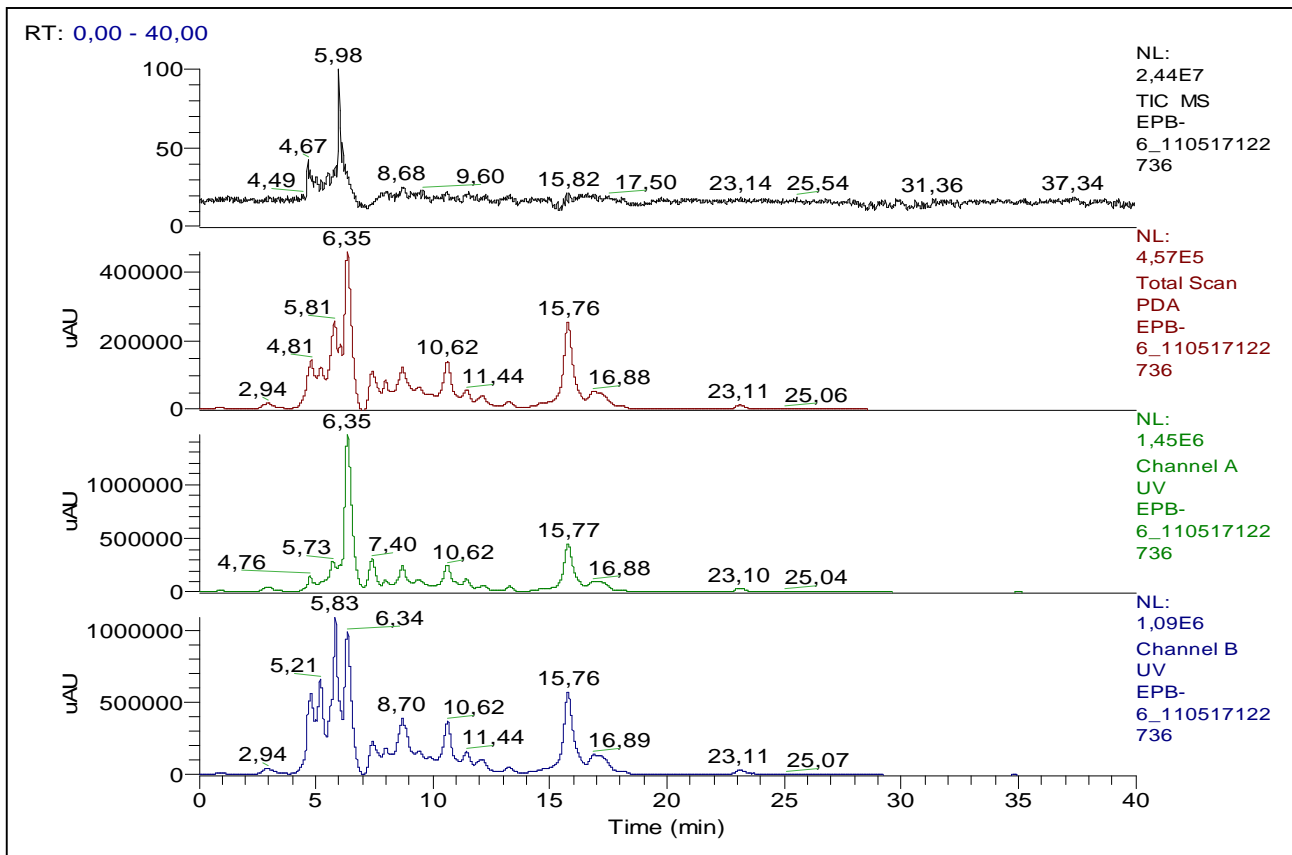
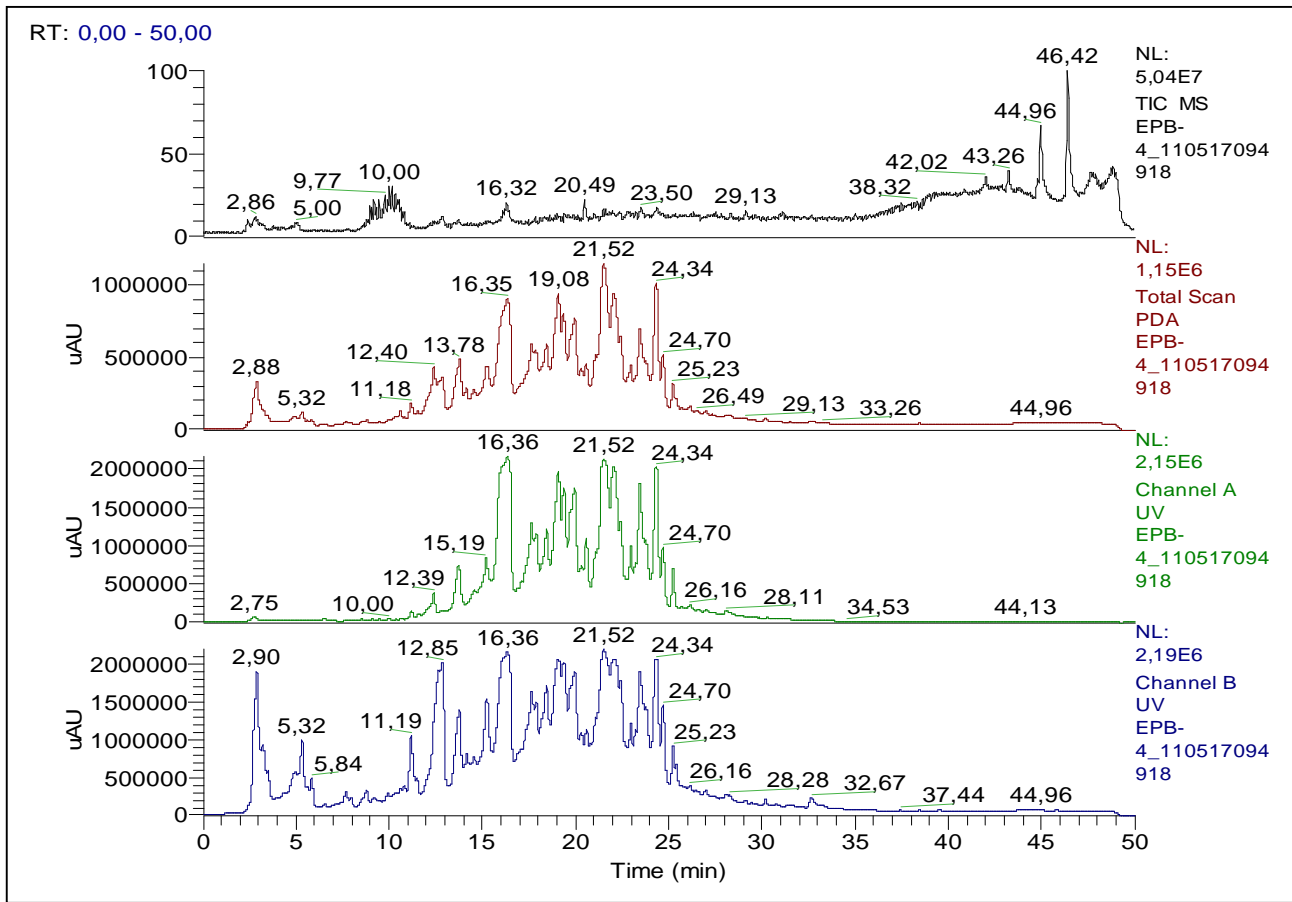
تم فحص مستخلص البيتانول والاسيتات الاثيل لنبات العنودة فتحصلنا على الصور التالية المبينة في الإشكال باستعمال طبقات هلام السيليكا (Silica gel) كطور ساكن وجملة المذيبات و (CHCl₃ : MeOH) كطور متحرك.



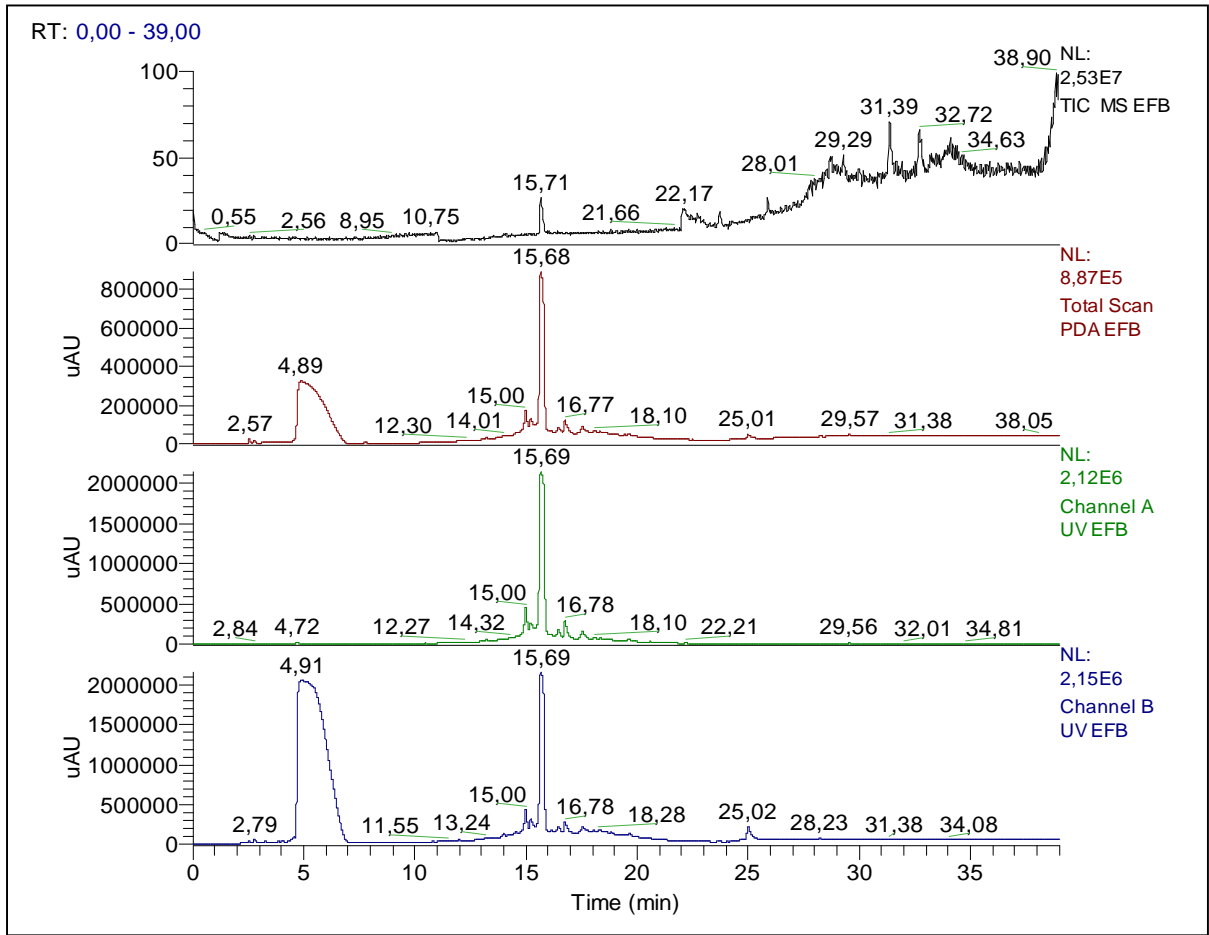
الشكل (6-IV) : صور بعض طبقات الرقية لمستخلص ازهار لنبات العنودة



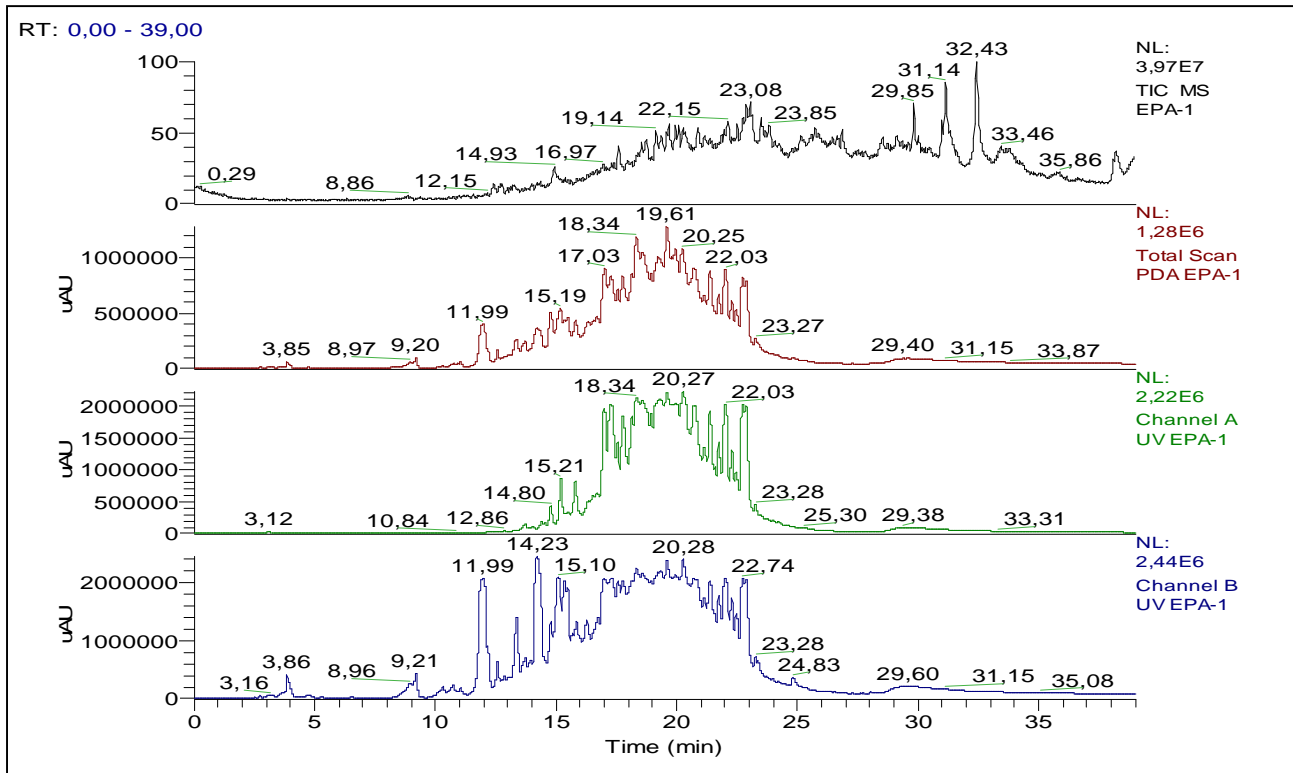


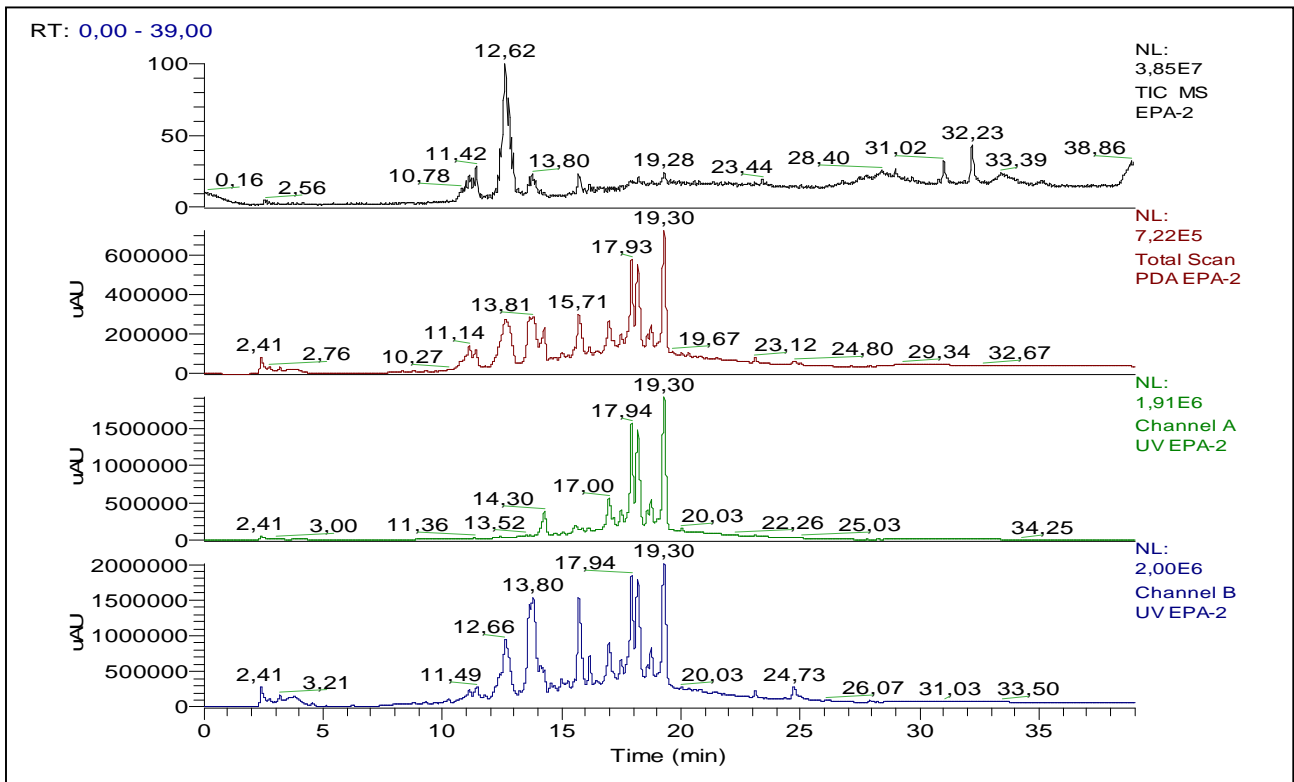


الشكل (7-IV): كروماتوغرام (HPLC-MS-UV) للمستخلص البيتانولي لأزهار العنودة

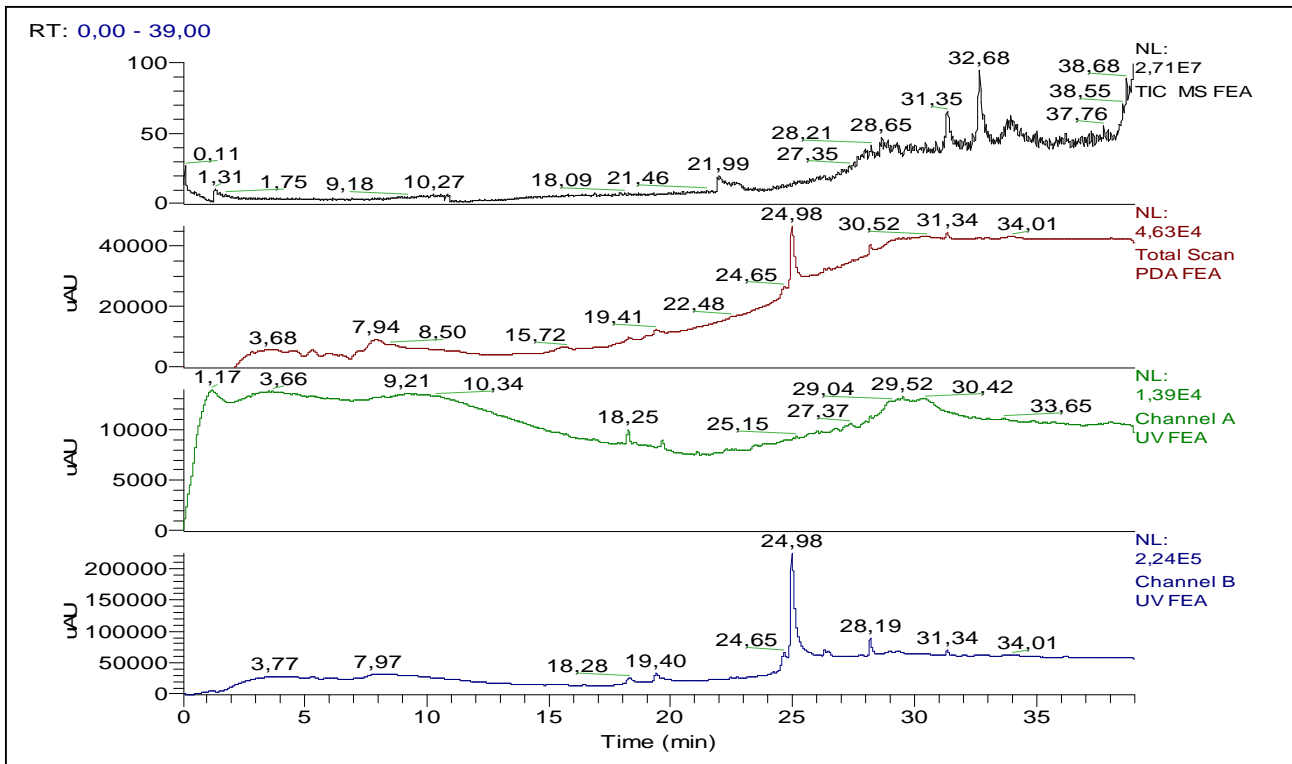


الشكل (8-IV) : كروماتوغرام (HPLC-MS-UV) لفصل جزئ لمستخلص البيتانولي لأزهار العنقدة





الشكل (9-IV) : كروماتوغرام (HPLC-MS-UV) لمستخلص الاسيتات اتيل لأزهار العنقدة



الشكل (10-IV) : كروماتوغرام (HPLC-MS-UV) مركب مفصول من مستخلص الاسيتات اتيل لأزهار العنقدة

IV-1-1-3-4- كروماتوغرافيا العمود (CC) :

تم استعمال كروماتوغرافيا العمود لمستخلص البيتانول تحت الشروط التالية :

- 1- مسحوق هلام السيليكا كطور ساكن وكوروفورم - ميثانول كطور متحرك مع التدرج في القطبية (كلوروفورم % 100 تم التدرج في القطبية حتى نصل إلى الميثانول % 100).
- 2- مسحوق متعدد الاميد كطور ساكن وماء - ميثانول كطور متحرك مع التدرج في القطبية (بالماء % 100 تم التدرج في القطبية حتى نصل إلى الميثانول % 100).
- 3- مسحوق متعدد الاميد كطور ساكن وطوليان - ميثانول كطور متحرك مع التدرج في القطبية (بطوليان % 100 تم التدرج في القطبية حتى نصل إلى الميثانول % 100).

IV-1-1-4- التعيين البنوي:

تم فصل المركبات النقية بعدة طرق وهي : إعادة البلورة، كروماتوغرافيا الورق (3:3 Whatm N°)، كروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة التحضيرية هلام السيليكا وكروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة التحضيرية السيلولوز، كروماتوغرافيا العمود بمختلف أنواعه.

اعتمدنا في التعرف على بنية المركبات النقية على :

1 - التحليل الكروماتوغرافي.

2 - مطيافية الكتلة.

لقد تم استعمال طريقة $[M+H]^+$ ESI و $[M-H]^-$ ESP.

3 - مطيافية الرنين النووي المغناطيسي (RMN) :

تم إجراء التحاليل للمركبات الفلافونيدية المفصولة بجهاز الرنين النووي المغناطيسي للبعدين

الاول (RMN 1H ; RMN ^{13}C ; DEPT135 ; DEPT90)

والبعد الثاني (COSY; HMQC ; HMBC)

تم إجراء تحاليل (RMN) في جهاز Bruker 500 MHZ-Avance III.

IV-1-1-1-1- التعيين البنوي للمركب : (EA)



1 - الفصل الكروماتوغرافي :

تم فصل هذا المركب من مستخلص اسيتات الايثل للازهار.

2 - مطيافية الكتلة :

[M-H] ⁺	[M-H] ⁺	[M+H] ⁺	[M+H] ⁺	[M+H] ⁺	الصيغة المجملة
[2M-H] ⁺	[M-H] ⁺	3	2	1	الشظايا الموافقة
927,19	463,08	393,27	343,046	355,23	m/z

الصيغة المجملة للمركب : C₂₁H₂₀O₁₂

الكتلة المولية للمركب : M= 464 g/mol

عدد الحلقات والروابط في المركب :

$$DBE = 1 + (2 \times 21 - 20) / 2 = 12$$

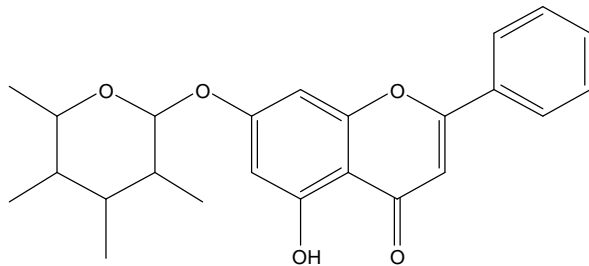
4 حلقات و 8 روابط ثنائية.

الاسم العلمي للمركب :

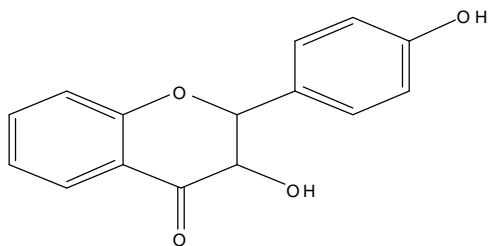
3,5,8-trihydroxy-2-(4-hydroxyphenyl)-7-[3,4,5-trihydroxy-6-

(hydroxymethyl)tetrahydro-2H-pyran-2-yloxy] -4H-chromen-4-one

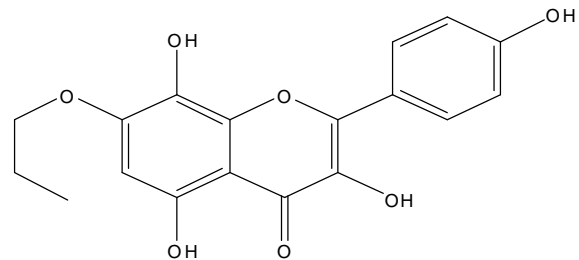
الشظايا الموافقة هي :



Exact Mass: 394,18



Exact Mass: 256,07



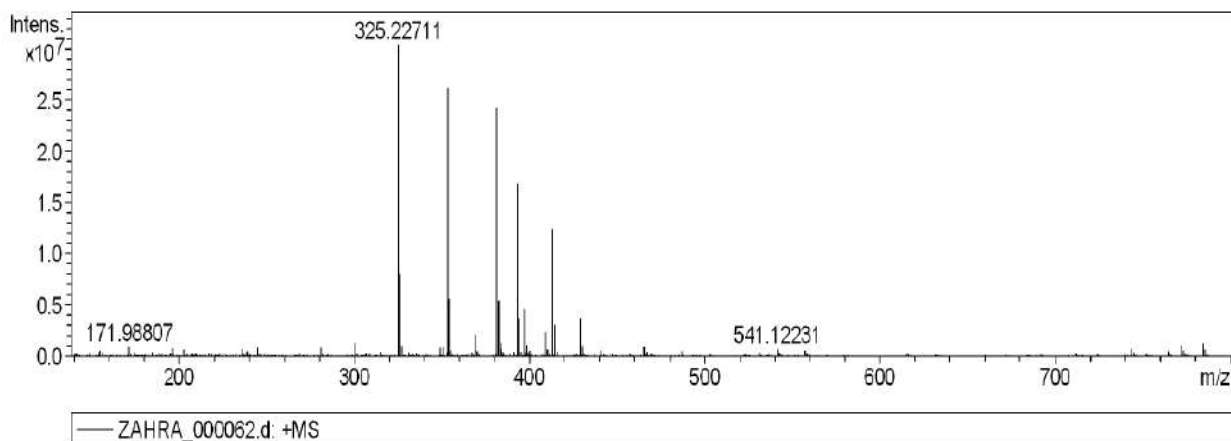
Exact Mass: 344,09

Analysis Info

Analysis Name D:\Data\2013AUG01\ZAHRA_000062.d
Method ESI pos April 17 2009
Sample Name EA1
Comment MEOH+WATER

Acquisition Date 8/14/2013 8:30:31 AM

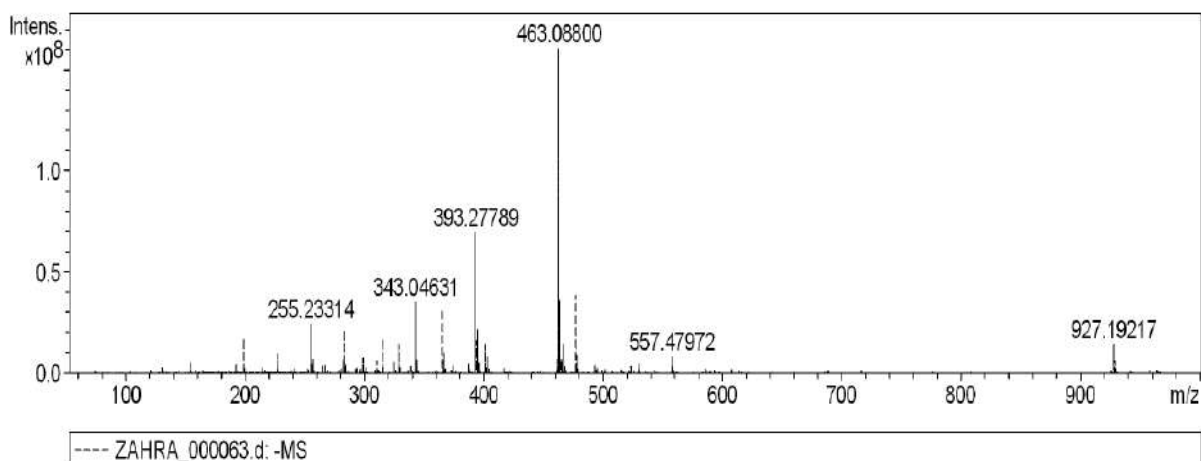
Operator FTMS User
Instrument apex-IV

Acquisition Parameter**Analysis Info**

Analysis Name D:\Data\2013AUG01\ZAHRA_000063.d
Method esp neg 28sep
Sample Name EA1
Comment MEOH+WATER

Acquisition Date 8/14/2013 8:32:07 AM

Operator FTMS User
Instrument apex-IV

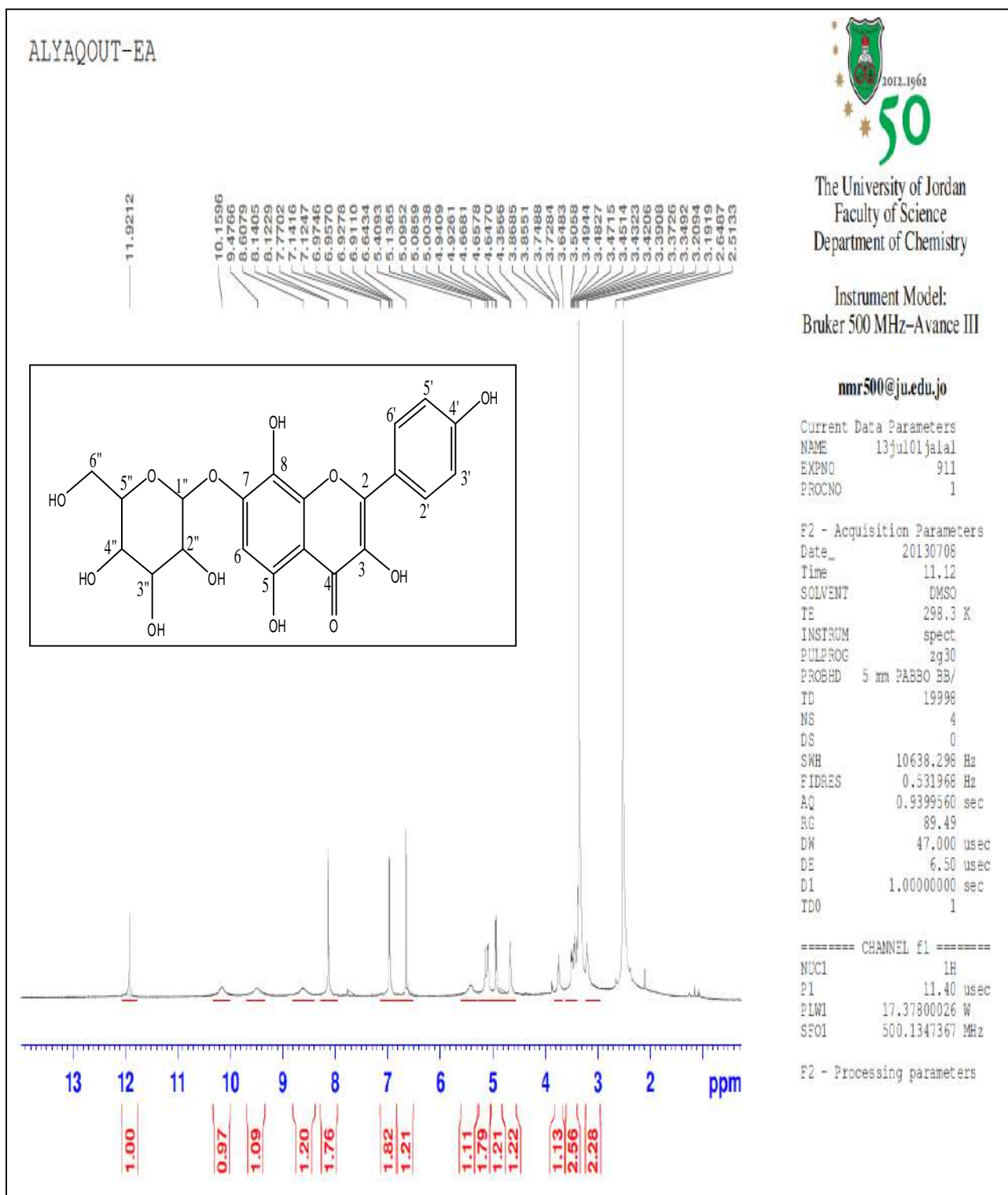
Acquisition Parameter

الشكل (11-IV) : طيف الكتلة للمركب (EA)

3 - مطيافية الرنين النووي المغناطيسي RMN :

تم تطبيق مختلف مطيافية الرنين النووي المغناطيسي

RMN ¹H , RMN ¹³C , DEPT135 , DEPT90 , COSY , HMQC , HMBC



الشكل (12-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ¹H RMN (EA)

ALYAQOUT-EA
c13



The University of Jordan
Faculty of Science
Department of Chemistry

Instrument Model:
Bruker 500 MHz-Avance III

nmr500@ju.edu.jo

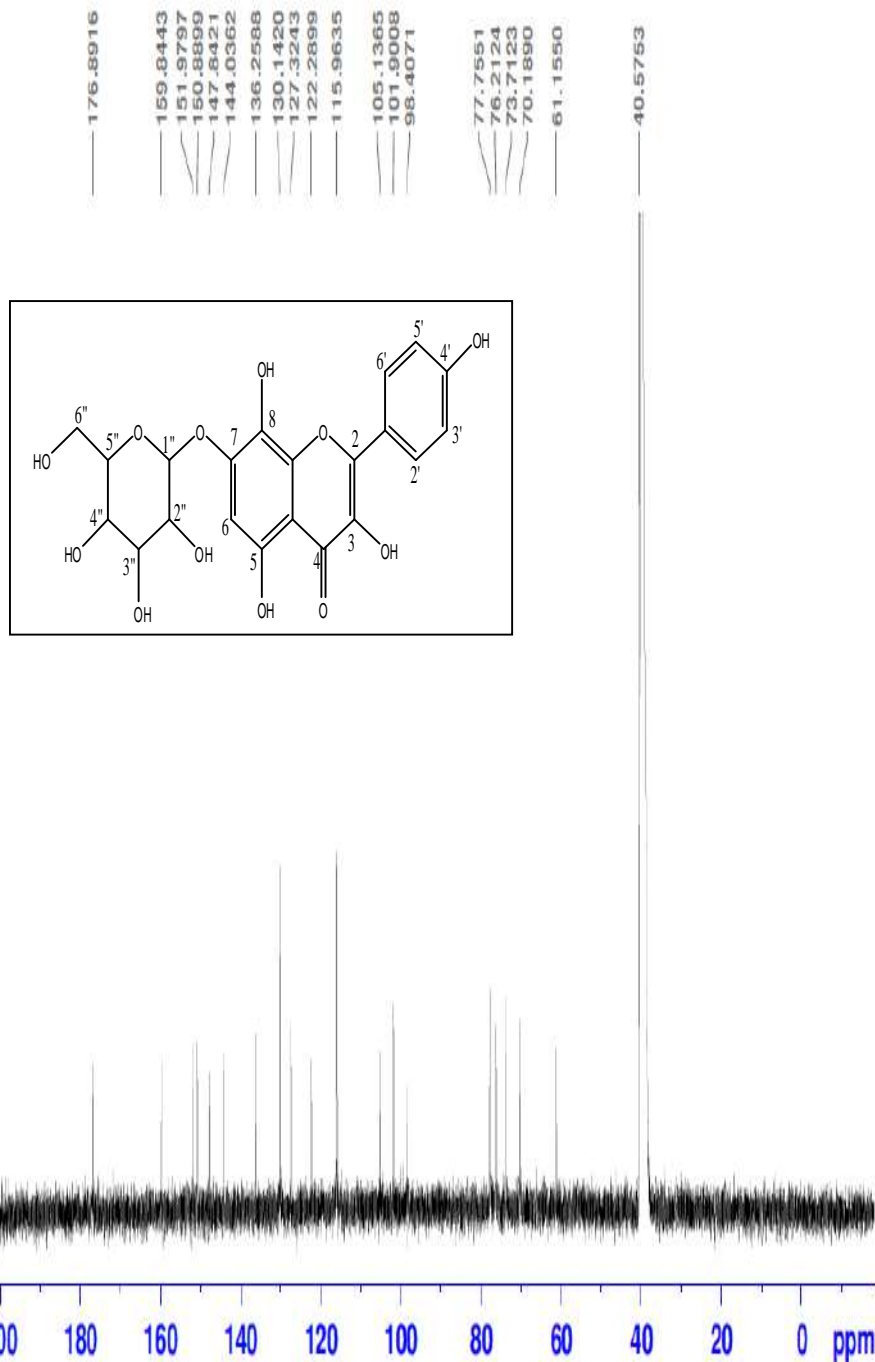
Current Data Parameters
NAME 13jul01jalal
EXPNO 912
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20130708
Time 12.56
SOLVENT DMSO
TE 298.3 K
INSTRUM spect
PULPROG zgpg30
PROBHD 5 mm PABBO BB/
TD 65536
NS 1950
DS 4
SWH 29761.904 Hz
FIDRES 0.454131 Hz
AQ 1.1010548 sec
RG 202.06
DW 16.800 usec
DE 6.50 usec
DI 2.0000000 sec
D11 0.0300000 sec
TD0 1

==== CHANNEL F1 =====
NUC1 13C
P1 9.80 usec
PLW1 93.32499695 W
SFO1 125.7703637 MHz

==== CHANNEL F2 =====
CPDPRG2 waltz16
NUC2 1H
PCPD2 80.00 usec
PLW2 17.37800026 W
PLW12 0.36307999 W
PLW13 0.22982000 W
SFO2 500.1320005 MHz

F2 - Processing parameters



الشكل (13-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^{13}C RMN (EA)

ALYAQOUT-EA
dept135



The University of Jordan
Faculty of Science
Department of Chemistry

Instrument Model:
Bruker 500 MHz-Avance

nmr500@ju.edu.jo

Current Data Parameters
NAME 13jul01jalal
EXPNO 913
PROCNO 1

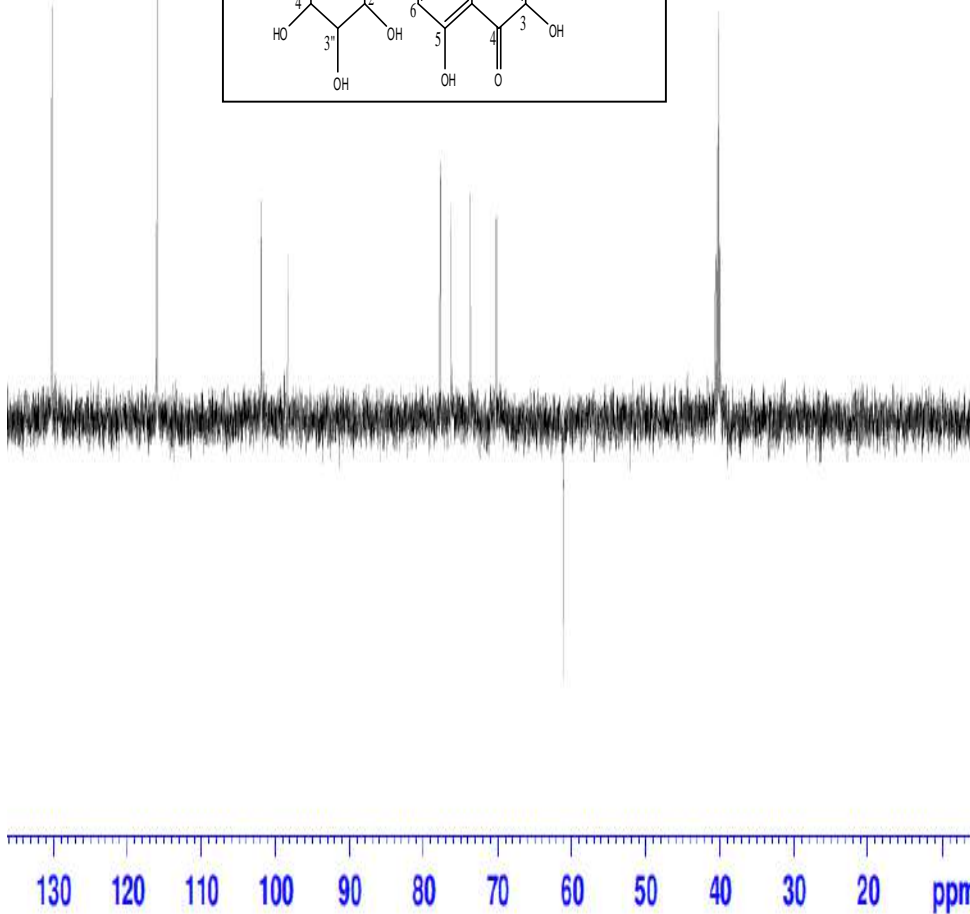
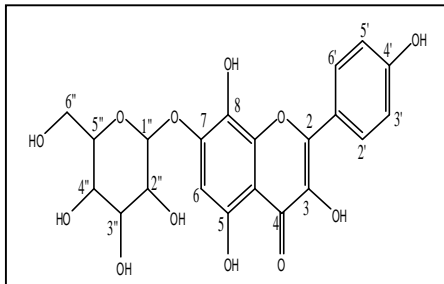
F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20130708
Time 13.24
SOLVENT DMSO
TE 298.3 K
INSTRUM spect
PULPROG dept135
PROBHD 5 mm PABBO BB/
TD 65536
NS 512
DS 4
SWH 29761.904 Hz
FIDRES 0.454131 Hz
AQ 1.1010548 sec
RG 202.06
DW 16.800 usec
DE 6.50 usec
CNS12 145.000000
D1 2.0000000 sec
D2 0.00344828 sec
D12 0.00002000 sec
TD0 1

==== CHANNEL F1 =====
NUC1 13C
P1 9.80 usec
P13 2000.00 usec
PLA0 0 W
PLW1 93.32499695 W
SFO1 125.7710709 MHz
SFOA5 Crp60comp.4
SFOAL5 0.500
SFOF55 0 Hz
SFW5 13.69400024 W

==== CHANNEL F2 =====
CDEPRG2 waltz16
NUC2 1H
P3 11.50 usec
P4 23.00 usec
PCPD2 80.00 usec
PLW2 17.37800026 W
PLW12 0.36307999 W
SFO2 500.1315995 MHz

F2 - Processing parameters

130.1402
115.9624
101.8970
98.4081
77.7550
76.2121
73.7114
70.1878
61.1530
40.5731
40.4077
40.2403
40.0730
39.9044



الشكل (14-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي DEPT135 (EA)

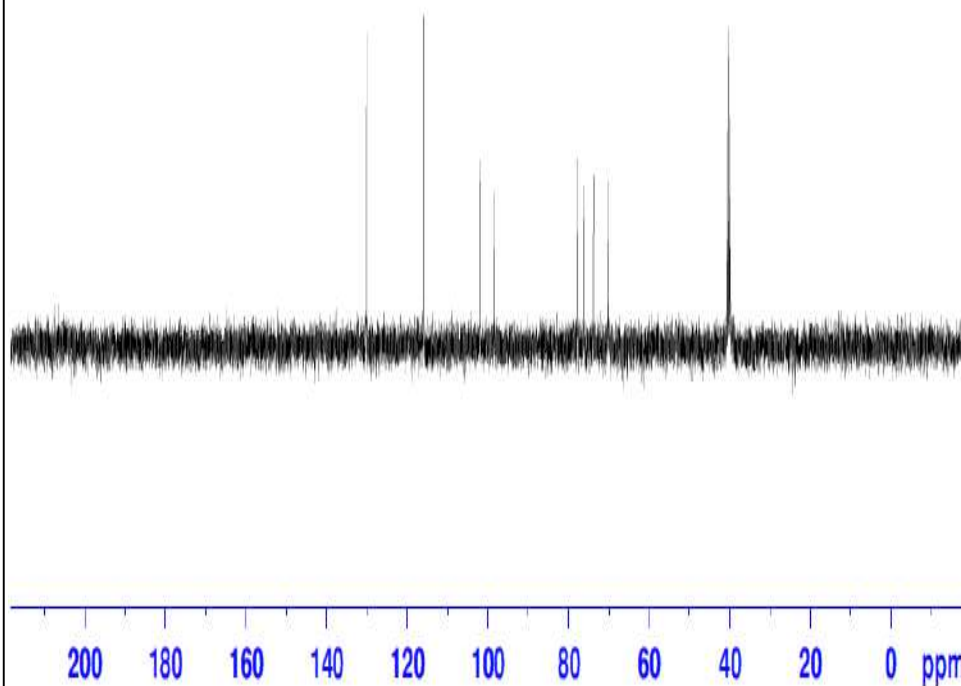
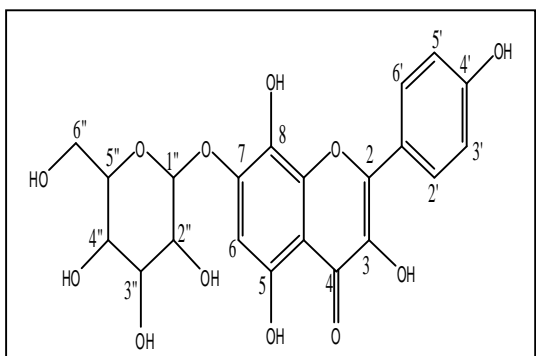
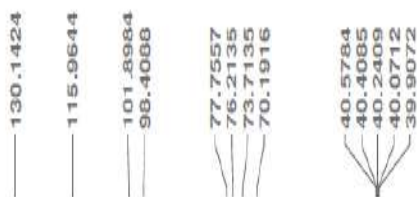
Current Data Parameters
NAME 13ju101jalal
EXPNO 914
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20130708
Time 13.25
SOLVENT DMSO
TE 298.3 K
INSTRUM spect
PULPROG dept90
PROBHD 5 mm PABBO BB/
TD 65536
NS 158
DS 4
SWH 29761.904 Hz
FIDRES 0.454131 Hz
AQ 1.1016548 sec
RG 202.06
DW 16.800 usec
DE 6.50 usec
CNS12 145.000000
D1 2.0000000 sec
D2 0.00344828 sec
D12 0.00002000 sec
TDO 1

----- CHANNEL f1 -----
NUC1 13C
P1 9.80 usec
P2 19.60 usec
PLW1 93.32499695 W
SFO1 125.7703643 MHz

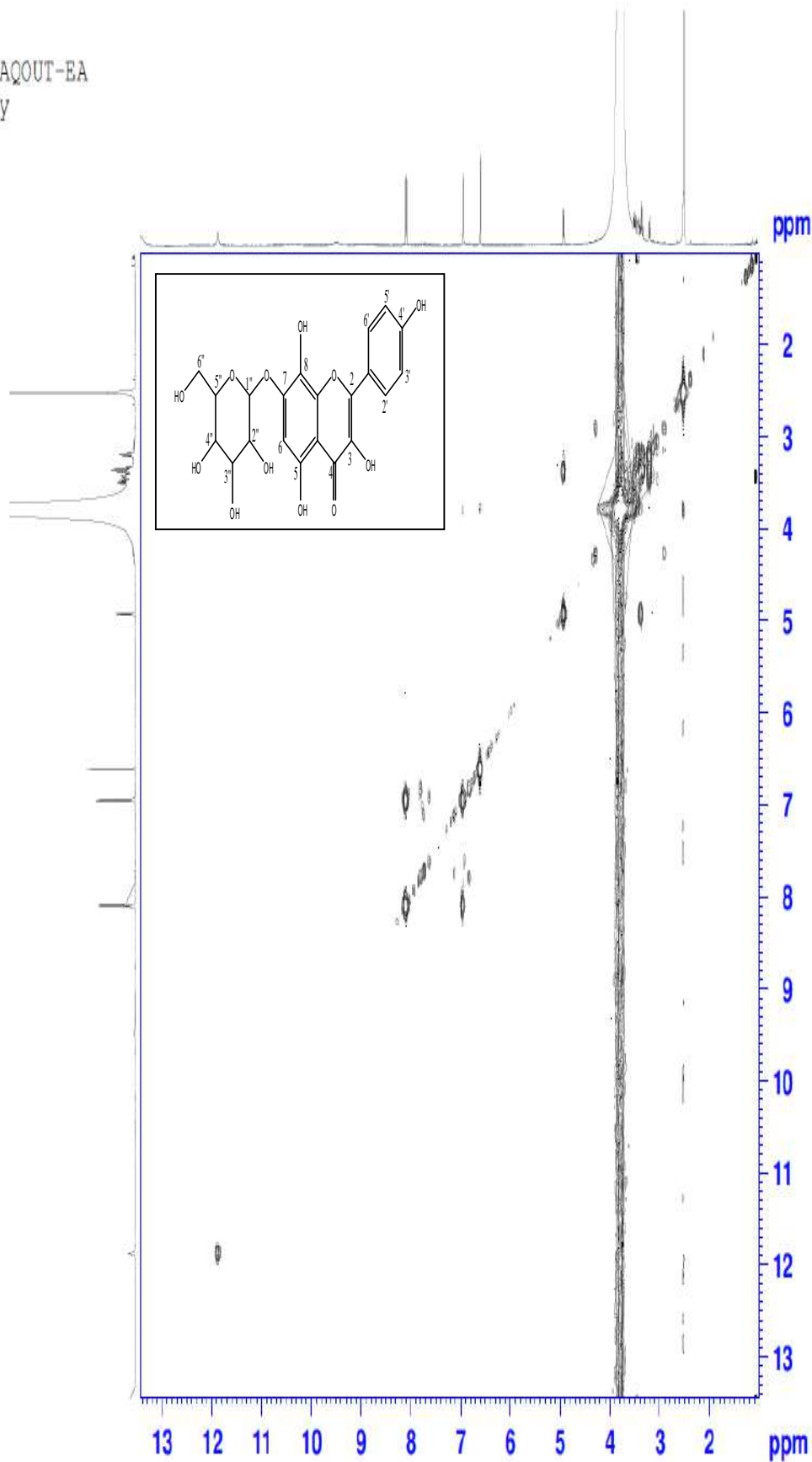
----- CHANNEL f2 -----
CPDPRG2 waltz16
NUC2 1H
P3 11.50 usec
P4 23.00 usec
PCPD2 60.00 usec
PLW2 17.37800026 W
PLW12 0.36307999 W
SFO2 500.1320005 MHz

F2 - Processing parameters



الشكل (15-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي DEPT90 (EA)

ALYAQOUT-EA
cosy



Current Data Parameters
NAME 13sep01jalal
EXPNO 915
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20130908
Time 10.45
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm PABBO BB/
PULPROG cosygpgpgf
TD 2048
SOLVENT DMSO
NS 4
DS 8
SWH 6218.905 Hz
FIDRES 3.036575 Hz
AQ 0.1646592 sec
RG 15.32
DW 80.400 usec
DE 5.50 usec
IE 298.0 K
D0 0.09000300 sec
D1 2.09000000 sec
D11 0.03000000 sec
D12 0.09002000 sec
D13 0.09009400 sec
D16 0.09020000 sec
DNO 0.09016080 sec

==== CHANNEL f1 =====
SFO1 500.1336122 Mhz
NUC1 1H
P0 11.40 usec
P1 11.40 usec
P17 2500.00 usec
PLW1 17.37800026 W
PLW0 3.34089994 W

==== GRADIENT CHANNEL =====
GPMAX17 0MSQ10.100
GPZ1 10.00 %
P16 1000.00 usec

F1 - Acquisition parameters
TD 128
SFO1 500.1336 Mhz
FIDRES 48.585197 Hz
SW 12.434 ppm
FnMODE QF

F2 - Processing parameters
SI 1024
SF 500.1300000 Mhz
WDW QSINE
SSB 0
LB 0 Hz
GB 0
PC 1.40

F1 - Processing parameters
SI 1024
MC2 QF
SF 500.1300000 Mhz
WDW QSINE
SSB 0
LB 0 Hz
GB 0

الشكل (16-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي COSY (EA)



Current Data Parameters
NAME 13sep01jalal
EXPNO 916
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters

Date_ 20130908
Time 11.06
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm PABBO BB/
PULPROG hmqcpgpgf
TD 1024
SOLVENT dmso
NS 4
DS 16
SWH 6218.905 Hz
FIDRES 6.073150 Hz
AQ 0.0823296 sec
RG 202.06
DW 80.400 usec
DE 6.50 usec
TE 298.1 K
CNS2 145.000000
DC 0.0000000 sec
D1 1.5000000 sec
D2 0.00344828 sec
D12 0.0002000 sec
D13 0.0000040 sec
D16 0.0002000 sec
ZNO 0.0002880 sec

----- CHANNEL f1 -----

SFO1 500.1336122 MHz
NUC1 1H
P1 11.40 usec
P2 22.80 usec
PLM1 17.37800026 W

----- CHANNEL f2 -----

SFO2 125.7679209 MHz
NUC2 13C
PCPD2/garp
P3 9.80 usec
PCPD1 70.00 usec
PLW2 100.0000000 W
PLW1 1.96000004 W

----- GRADIENT CHANNEL -----

GFNAM[1] GMSQ16.100
GFNAM[2] GMSQ16.100
GFNAM[3] GMSQ16.100
GF21 50.00 %
GF22 30.00 %
GF23 40.10 %
P16 1000.00 usec

F1 - Acquisition parameters

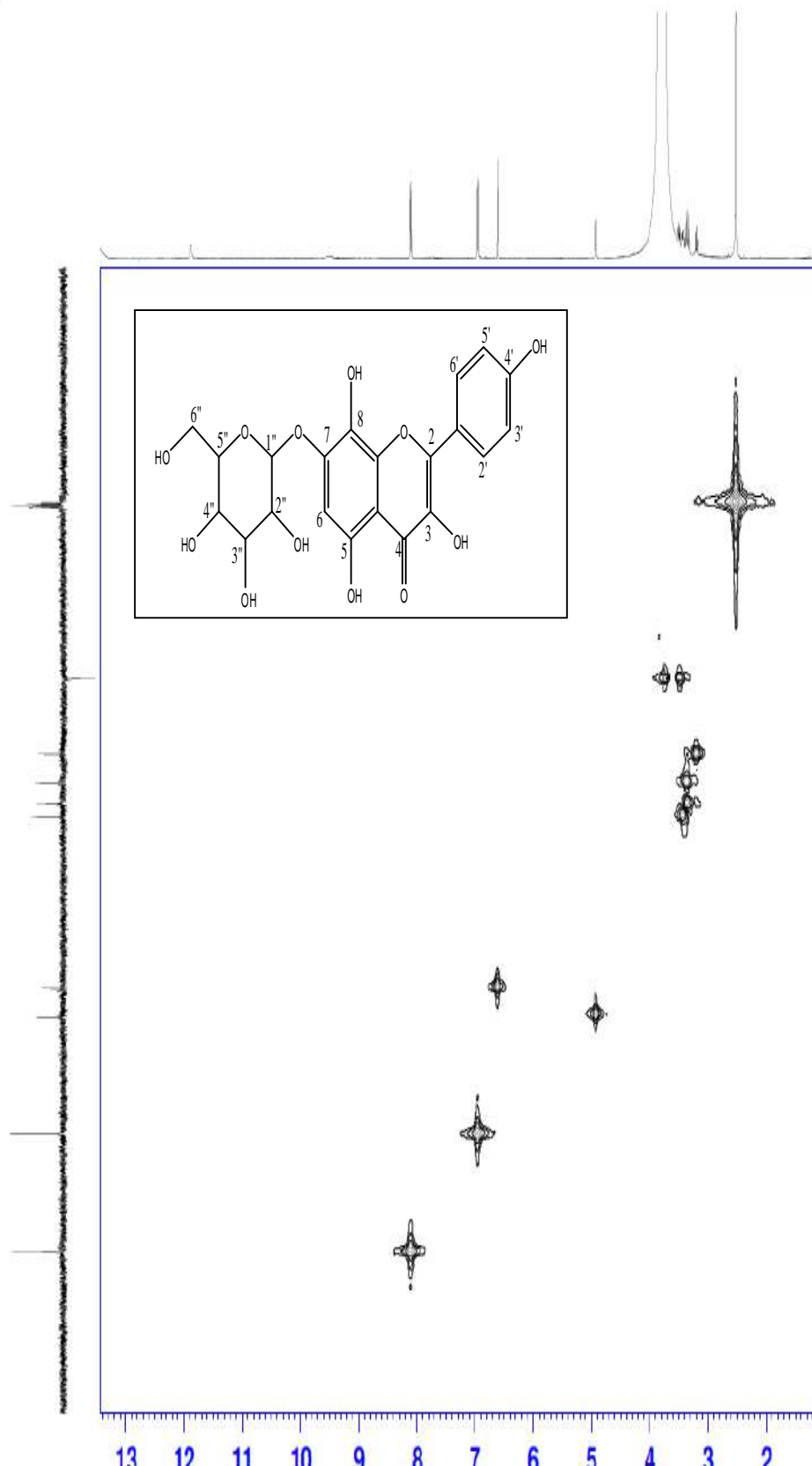
TD 128
SFO1 125.7679 MHz
FIDRES 135.633692 Hz
SW 138.041 ppm
FREQDE QF

F2 - Processing parameters

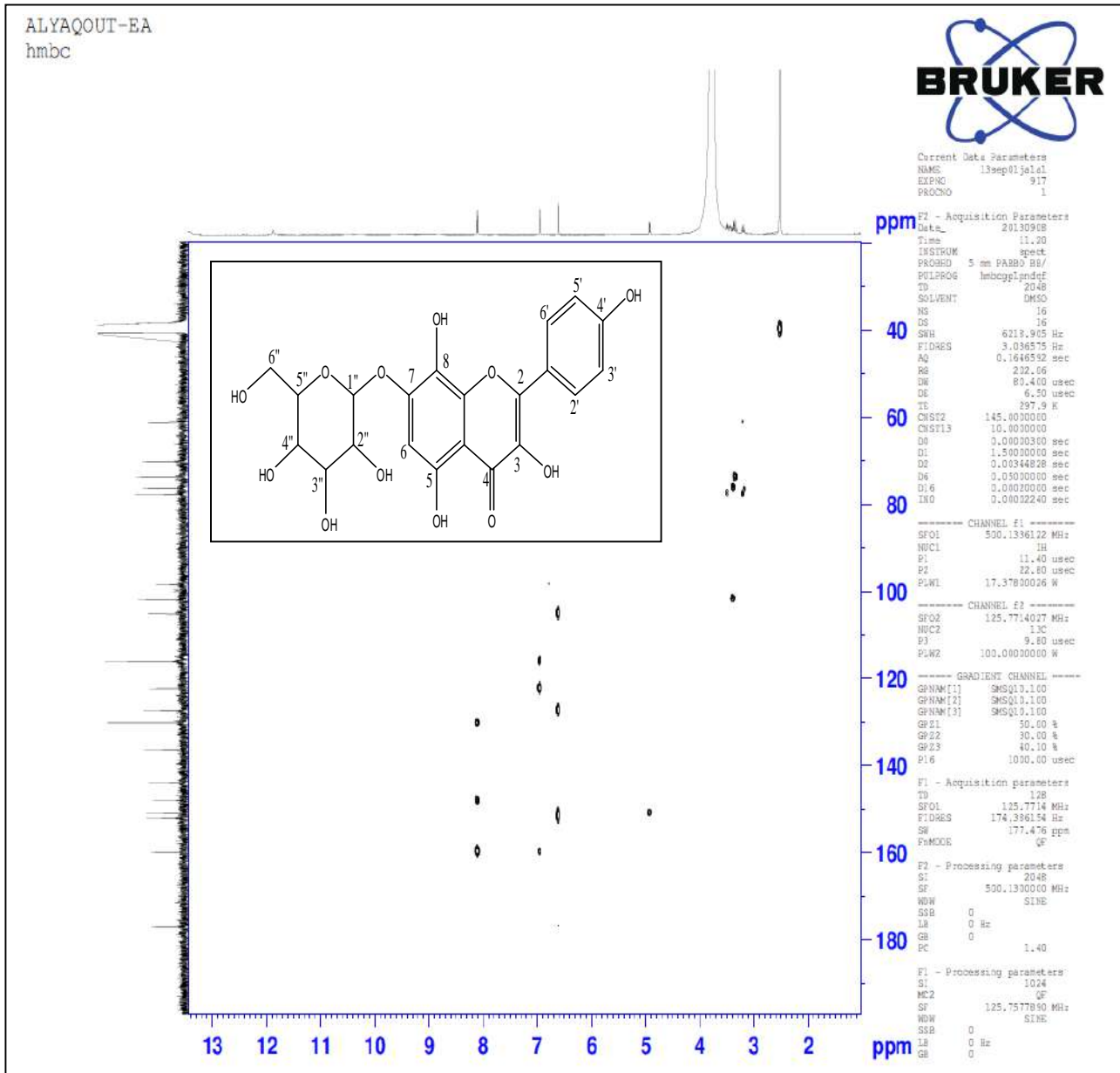
SI 1024
SF 500.1300000 MHz
WDW Q8INE
SSB 2
LB 0 Hz
GB 0
PC 1.40

F1 - Processing parameters

SI 1024
SF 125.7577890 MHz
WDW Q8INE
SSB 2
LB 0 Hz
GB 0

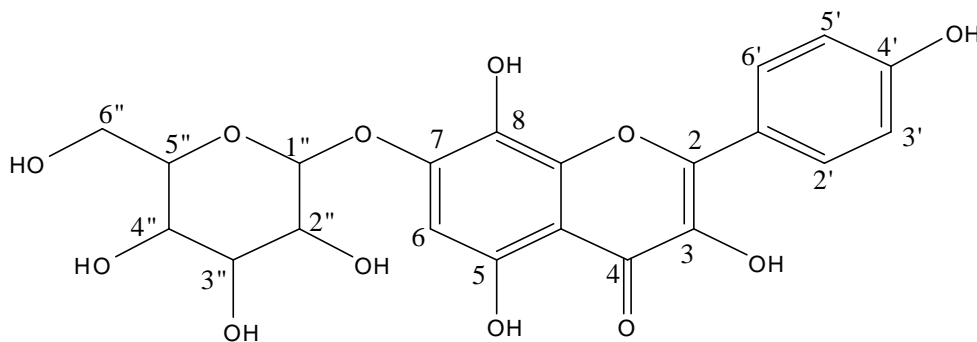


الشكل (17-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMQC (EA)



الشكل (18-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMBC (EA)

الصيغة المقترحة :



3,5,8-trihydroxy-2-(4-hydroxyphenyl)-7-(3,4,5-trihydroxy-6-(hydroxymethyl)tetrahydro-2H-pyran-2-yloxy)-4H-chromen-4-one

Chemical Formula: $C_{21}H_{20}O_{12}$

Exact Mass: 464,10

IV-1-1-4-2- التعيين البنوي للمركب : (EAy)

1 - الفصل الكروماتوغرافي:

تم فصل هذا المركب من مستخلص اسيتات الايثيل للازهار .

2 - مطيافية الكتلة :

[M-H] ⁺	[M-H] ⁺	[M-H] ⁺	[M+H] ⁺	[M+H] ⁺	الصيغة المجملة
[M-H] ⁺	4	3	2	1	الشظايا الموافقة
715,61	613,54	311,16	429,24	301,14	m/z

الصيغة المجملة للمركب : C₃₀H₃₆O₂₀

الكتلة المولية للمركب : M= 716 g/mol

عدد الحلقات والروابط في المركب :

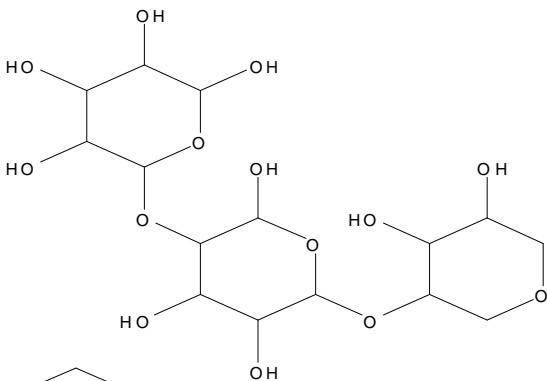
$$DBE = 1 + (2 \times 30 - 36) / 2 = 13$$

6 حلقات و 7 روابط ثنائية.

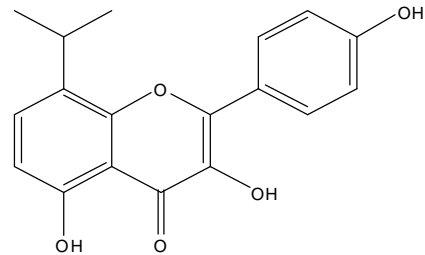
الاسم العلمي للمركب :

3,5-dihydroxy-2-(4-hydroxyphenyl)-8-(4,5,6-trihydroxy-3-(3,4,6-trihydroxy-5-(3,4,5,6-tetrahydroxytetrahydro-2H-pyran-2-yloxy) tetrahydro-2H-pyran-2-yloxy) tetrahydro-2H-pyran-2-yl)chroman-4-one

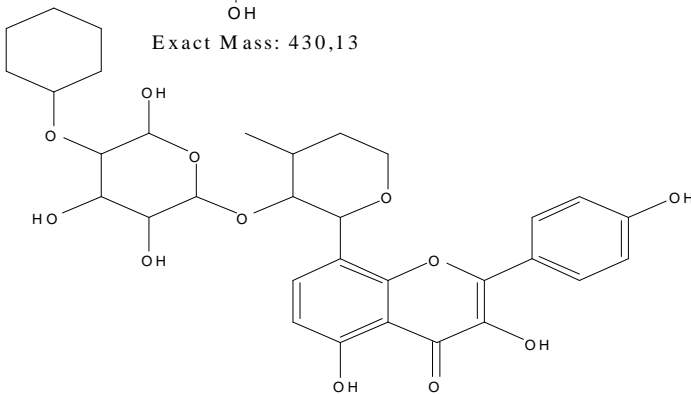
الشظايا الموافقة هي :



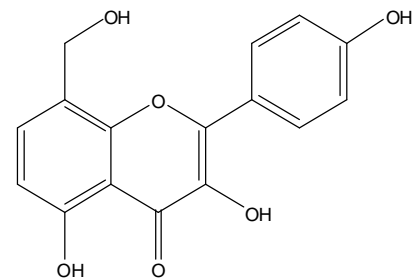
Exact Mass: 430,13



Exact Mass: 312,10



Exact Mass: 614,24



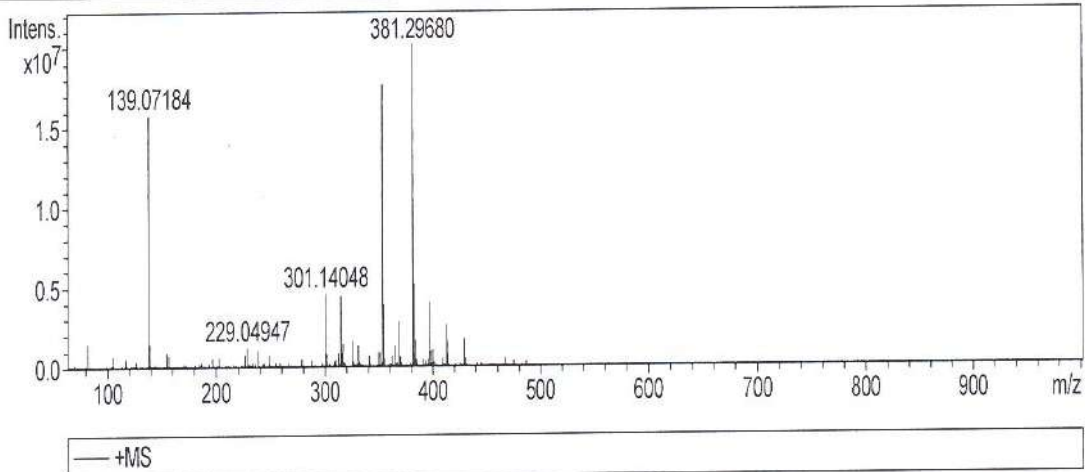
Exact Mass: 300,06

Analysis Info

Analysis Name ZAHRA_000013.d
Method ESI pos April 17 2009
Sample Name EAM
MEOH+CHCL3

Acquisition Date 5/15/2011 8:51:19 AM
Operator FTMS User
Instrument apex-IV

Acquisition Parameter

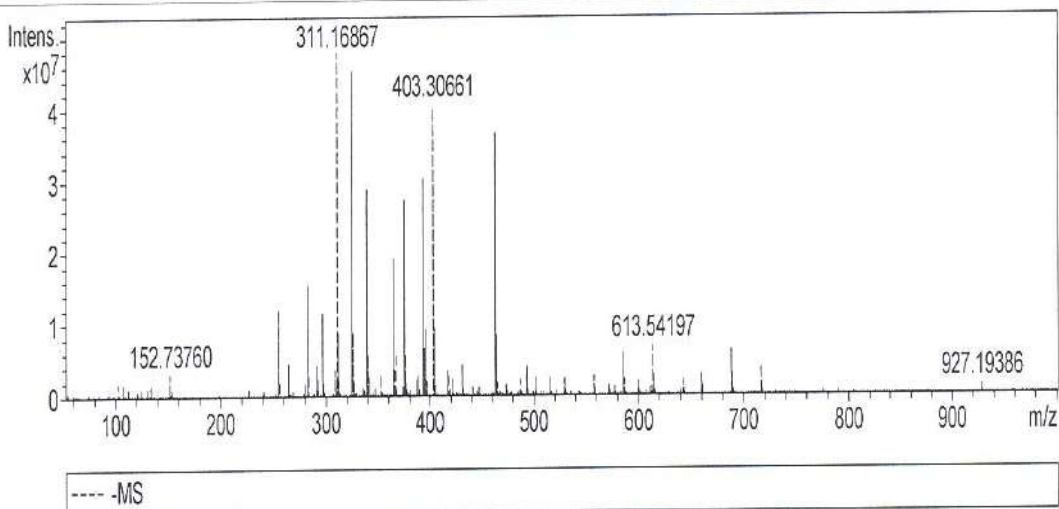


Analysis Info

Analysis Name ZAHRA_000014.d
Method esp neg 28sep
Sample Name EAM
MEOH+CHCL3

Acquisition Date 5/15/2011 8:52:50 AM
Operator FTMS User
Instrument apex-IV

Acquisition Parameter

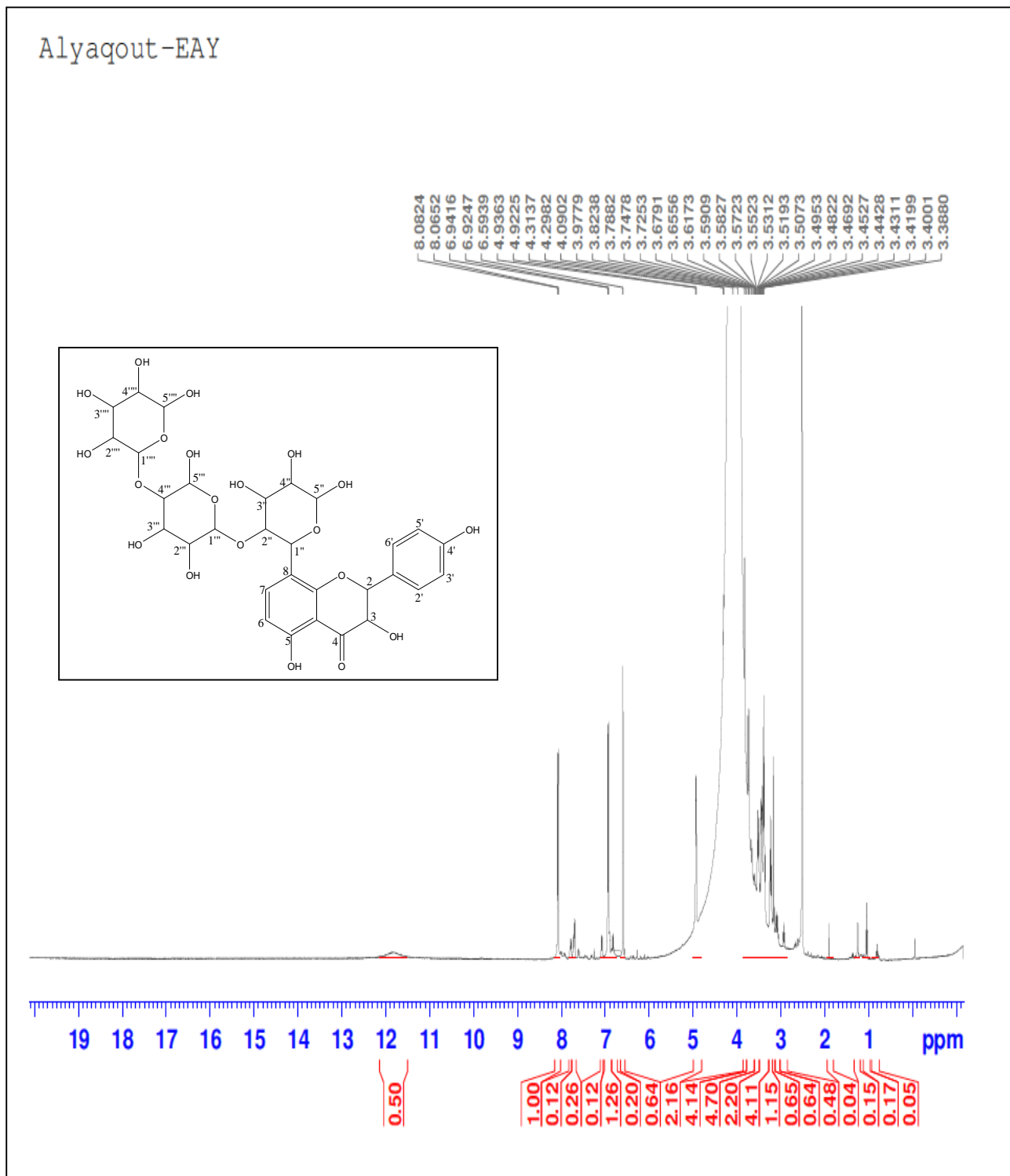


الشكل (19-IV) : طيف الكتلة للمركب (EAY)

3 - مطيافية الرنين النووي المغناطيسي RMN :

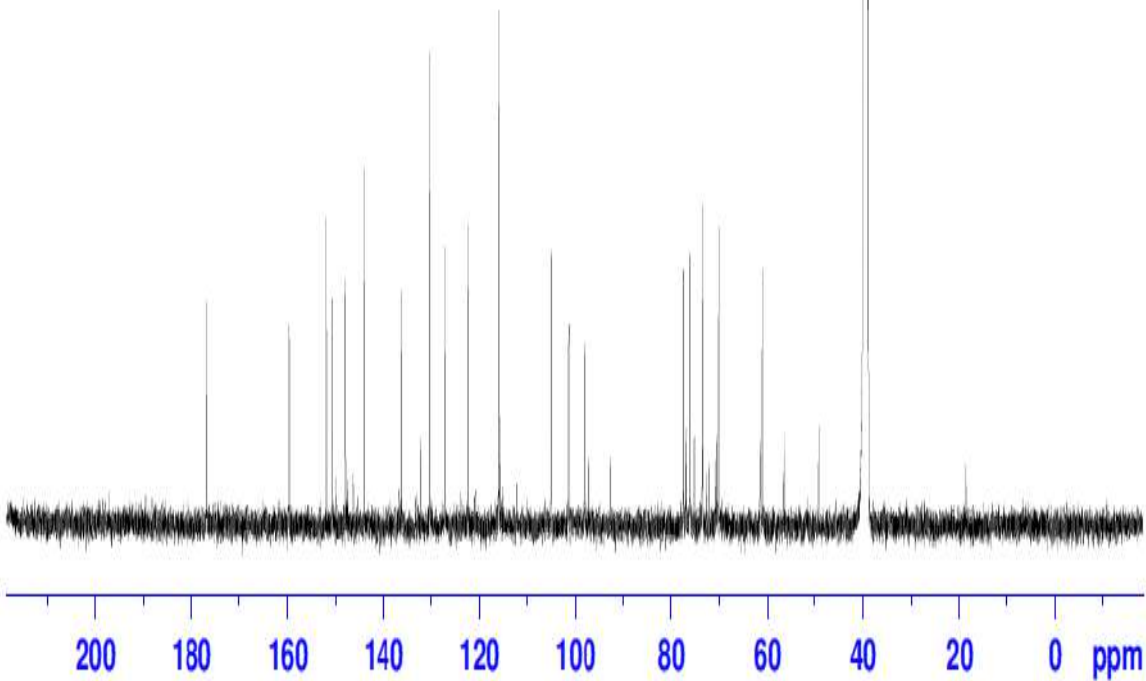
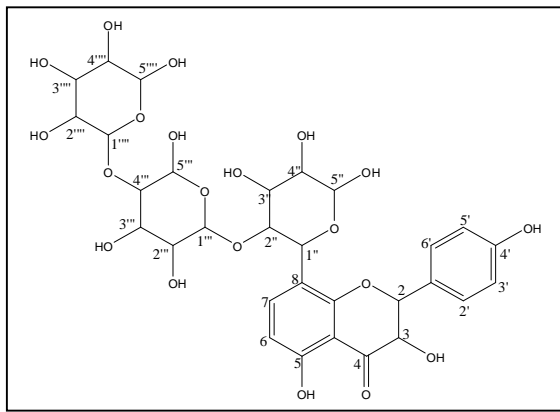
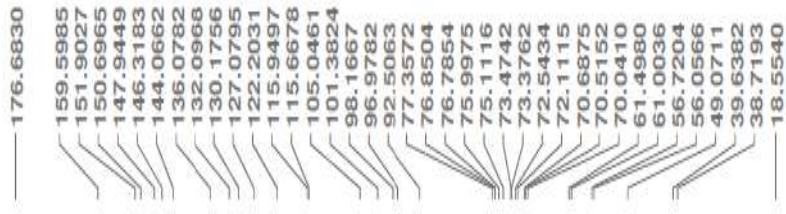
تم تطبيق مختلف مطيافية الرنين النووي المغناطيسي

RMN ¹H , RMN ¹³C , DEPT135 , DEPT90 , COSY , HMQC , HMBC



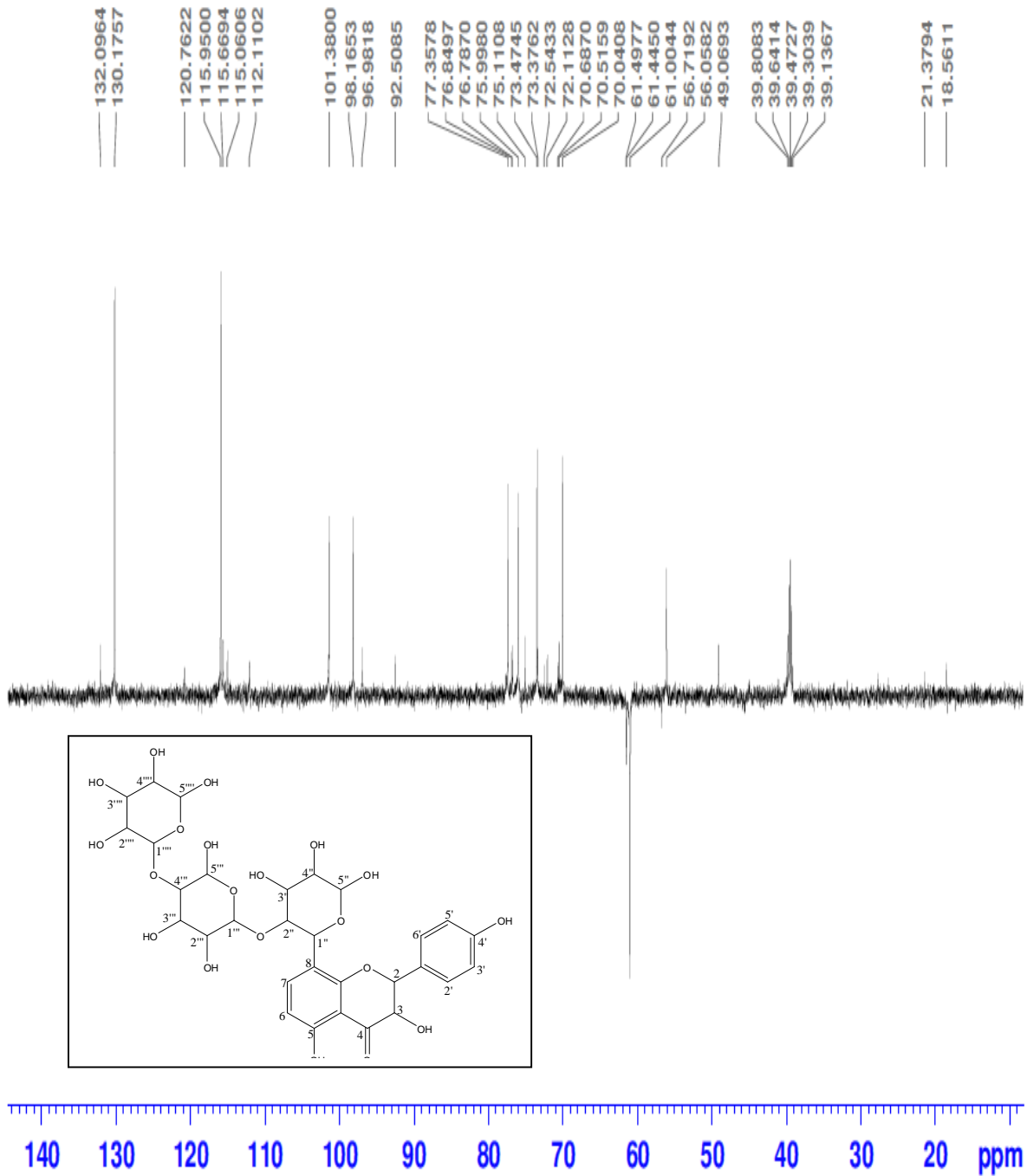
الشكل (20-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي RMN ¹H (EAY)

Alyaqout EAY
C13



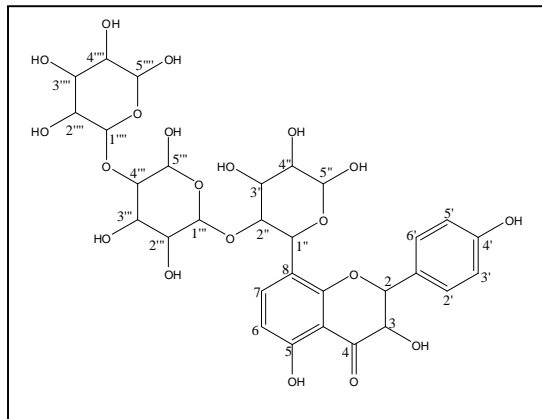
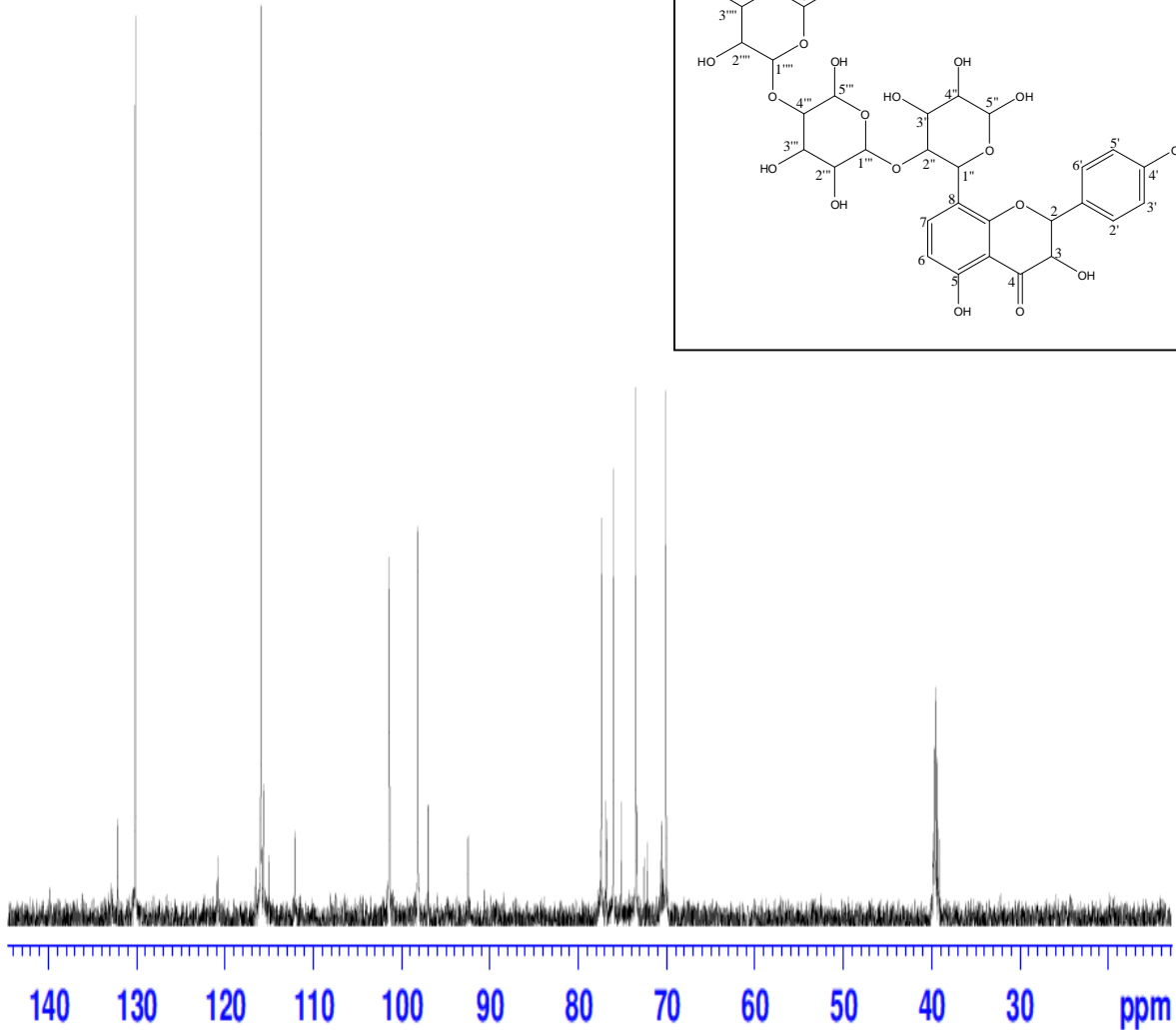
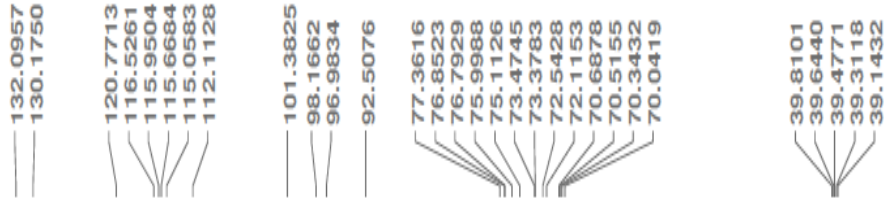
الشكل (21-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^{13}C RMN (EAY)

Alyaqout EAY
DEPT135



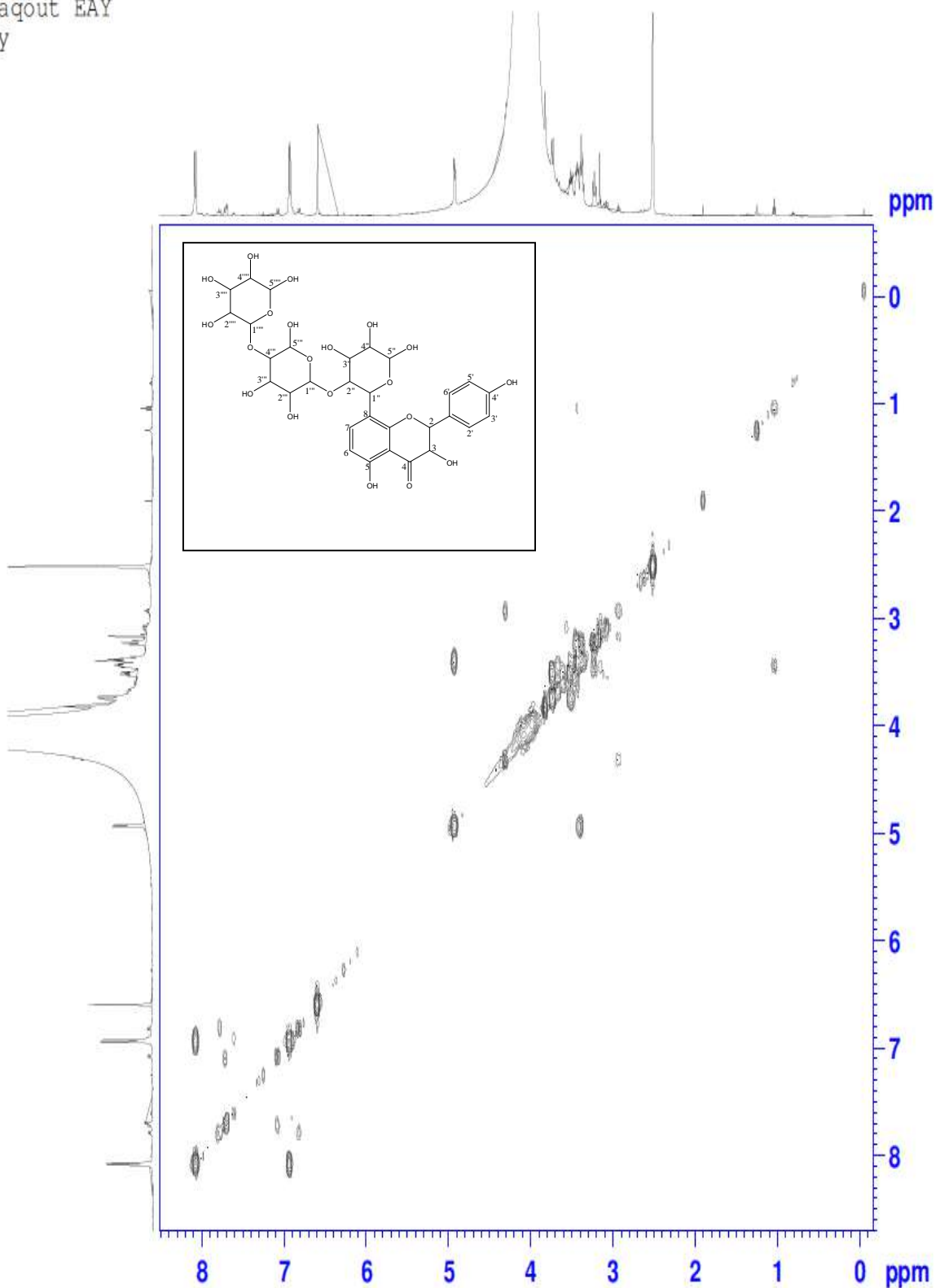
الشكل (22-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي DEPT135 (EAY)

Alyaqout EAY
DEPT90



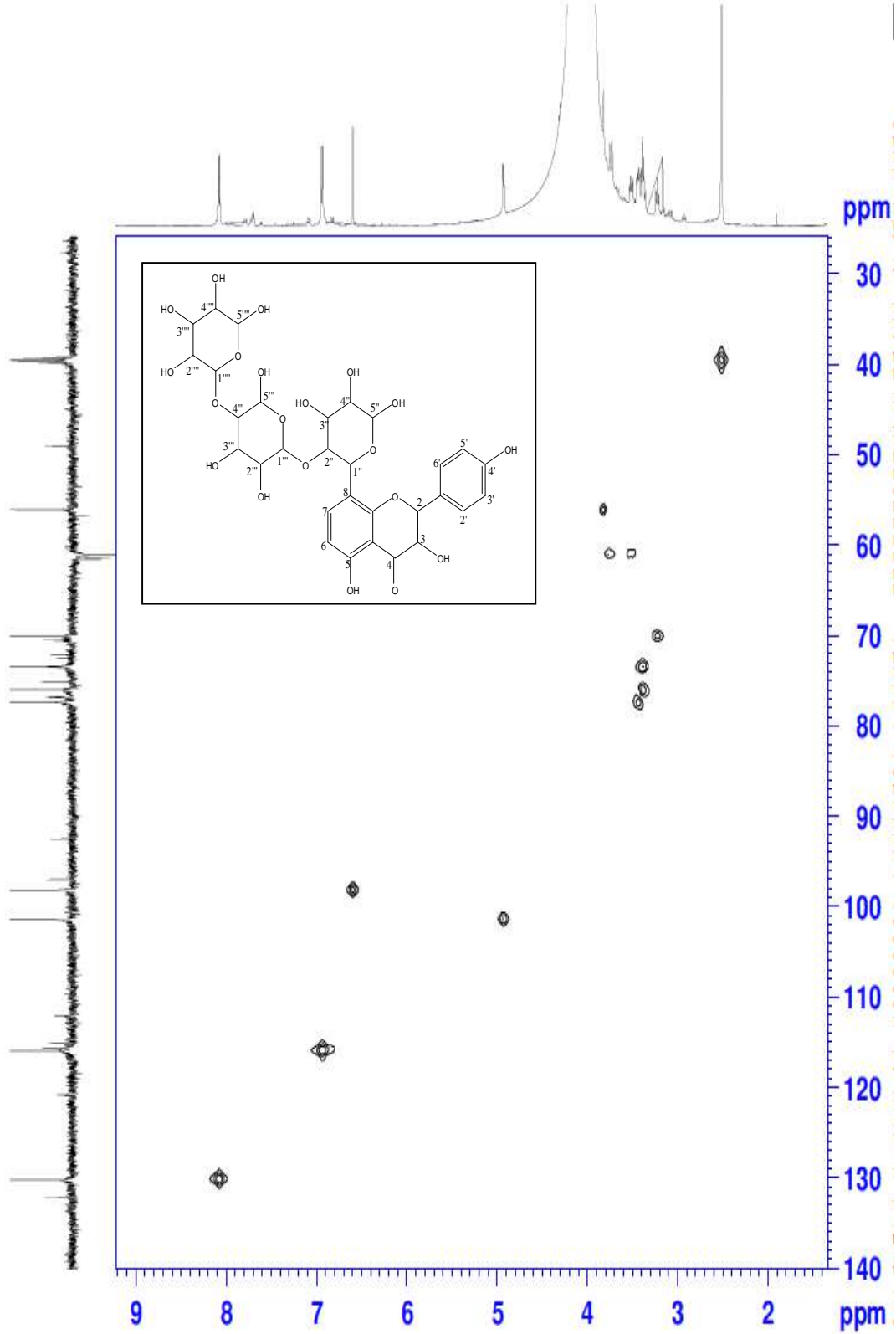
الشكل (23-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي DEPT90 (EAY)

Alyaqout EAY
cosy

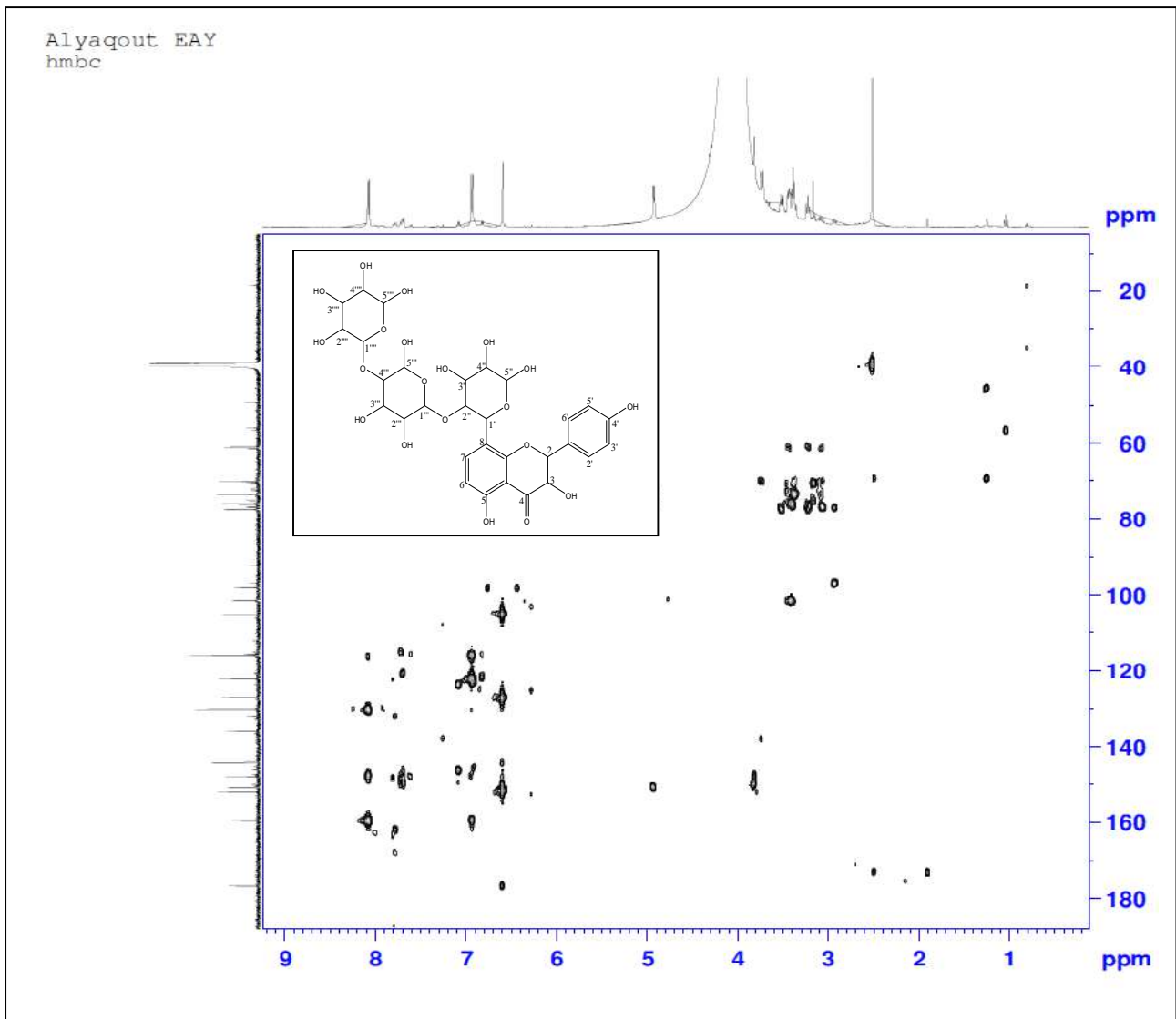


الشكل (24-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي COSY (EAY)

Alyaqout EAY
hmqc

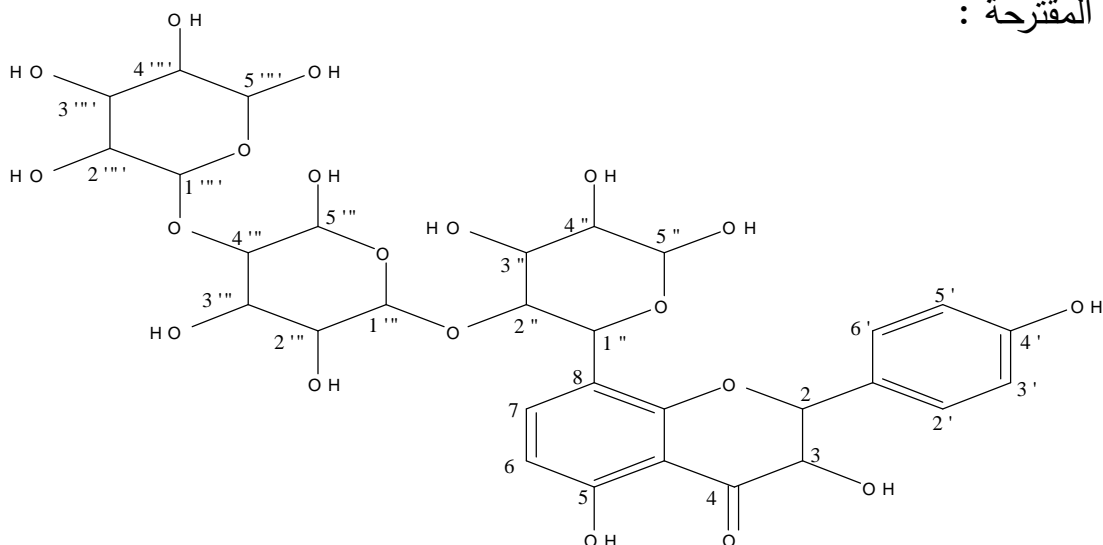


الشكل (25-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMQC (EAY)



الشكل (26-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMBC (EAY)

الصيغة المقترحة :



3,5-dihydroxy-2-(4-hydroxyphenyl)-8-(4,5,6-trihydroxy-3-(3,4,6-trihydroxy-5-(3,4,5,6-tetrahydroxy tetrahydro-2H-pyran-2-yloxy)tetrahydro-2H-pyran-2-yloxy)chroman-4-one

Chemical Formula: $C_{30}H_{36}O_{20}$
Exact Mass: 716,18

IV-1-1-4-3- التعيين البنوي للمركب : (BM11(6))

1 - الفصل الكروماتوغرافي:

تم فصل هذا المركب من مستخلص البيتانول للازهار.

2 - مطيافية الكتلة :

$[M-H]^+$	$[M-H]^+$	$[M-H]^+$	$[M-H]^+$	الصيغة المجملة
$[2M-H]^+$	$[M-H]^+$	2	1	النظايات الموافقة
927,19	463,08	343,04	255,23	m/z

الصيغة المجملة للمركب : $C_{21}H_{20}O_{12}$

الكتلة المولية للمركب : $M= 464 \text{ g/mol}$

عدد الحلقات والروابط في المركب :

$$DBE = 1 + (2 \times 21 - 20) / 2 = 12$$

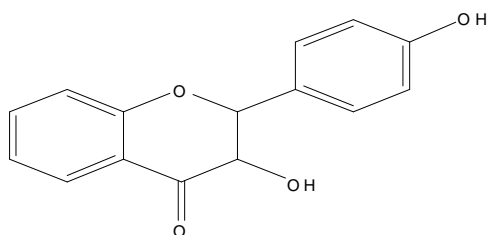
4 حلقات و 8 روابط ثنائية.

الاسم العلمي للمركب :

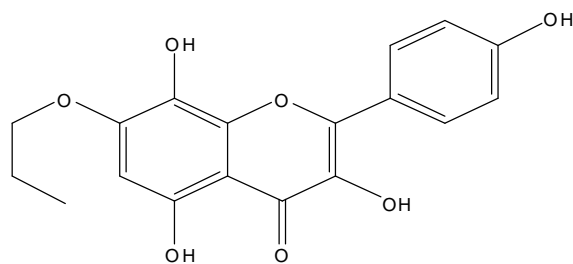
3,5,8-trihydroxy-2-(4-hydroxyphenyl)-7-[3,4,5-trihydroxy-6-

(hydroxymethyl)tetrahydro-2H-pyran-2-yloxy] -4H-chromen-4-one

النظايات الموافقة هي :



Exact Mass: 256,07



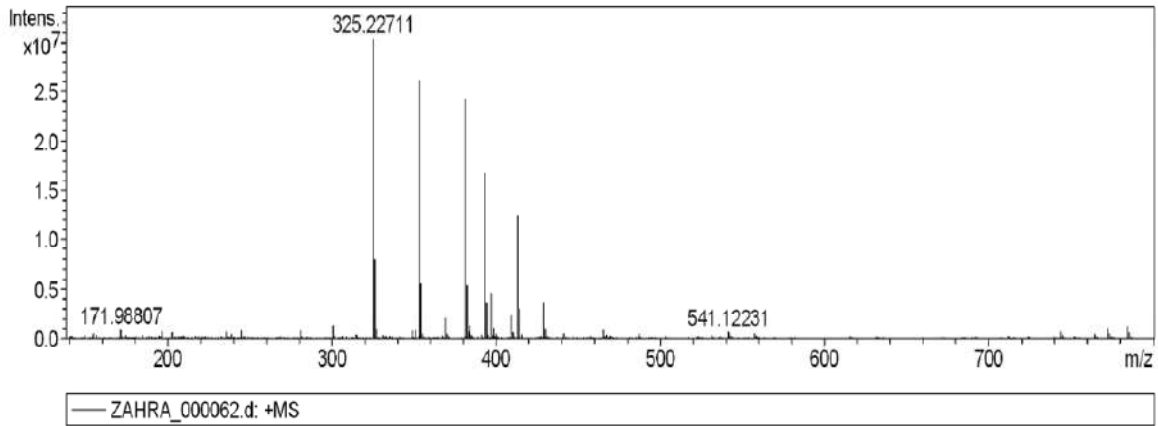
Exact Mass: 344,09

Analysis Info

Analysis Name D:\Data\2013AUG01\ZAHRA_000062.d
Method ESI pos April 17 2009
Sample Name EA1
Comment MEOH+WATER

Acquisition Date 8/14/2013 8:30:31 AM

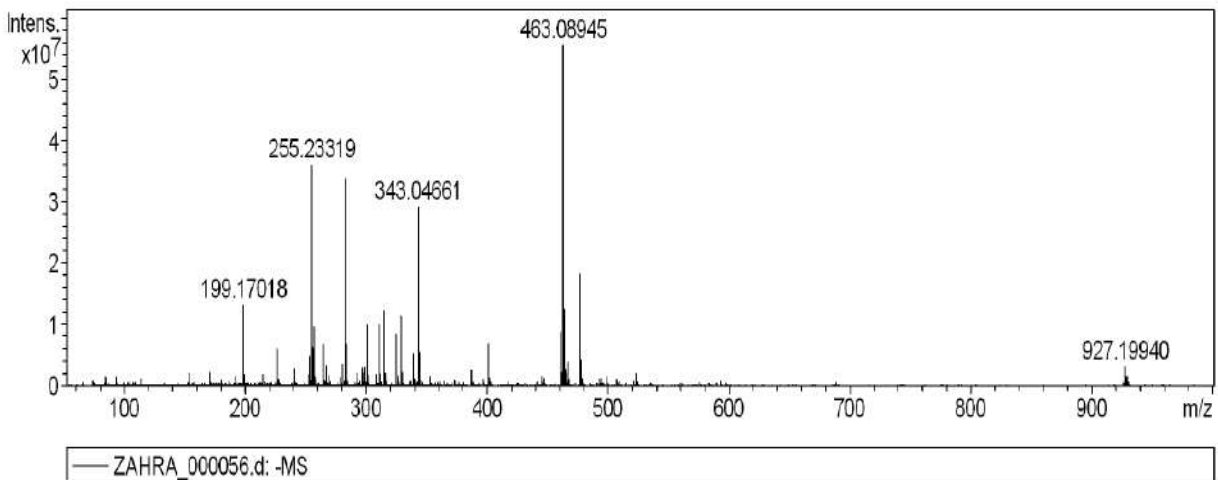
Operator FTMS User
Instrument apex-IV

Acquisition Parameter**Analysis Info**

Analysis Name D:\Data\2013AUG01\ZAHRA_000056.d
Method esp neg 28sep
Sample Name BM11(6)
Comment MEOH+H2O

Acquisition Date 8/13/2013 11:01:55 AM

Operator FTMS User
Instrument apex-IV

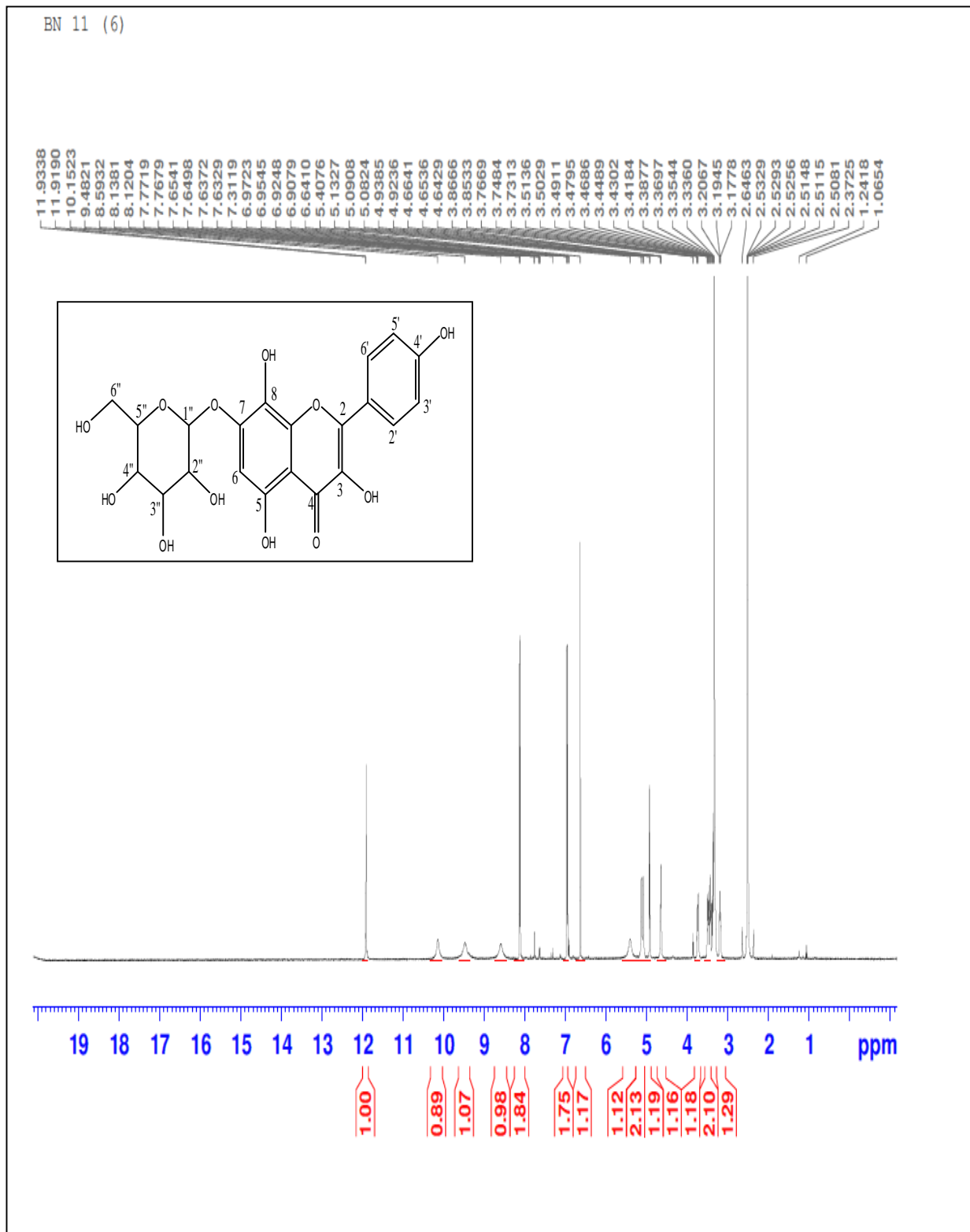
Acquisition Parameter

الشكل (27-IV) : طيف الكتلة للمركب (BM11(6))

3 - مطيافية الرنين النووي المغناطيسي RMN :

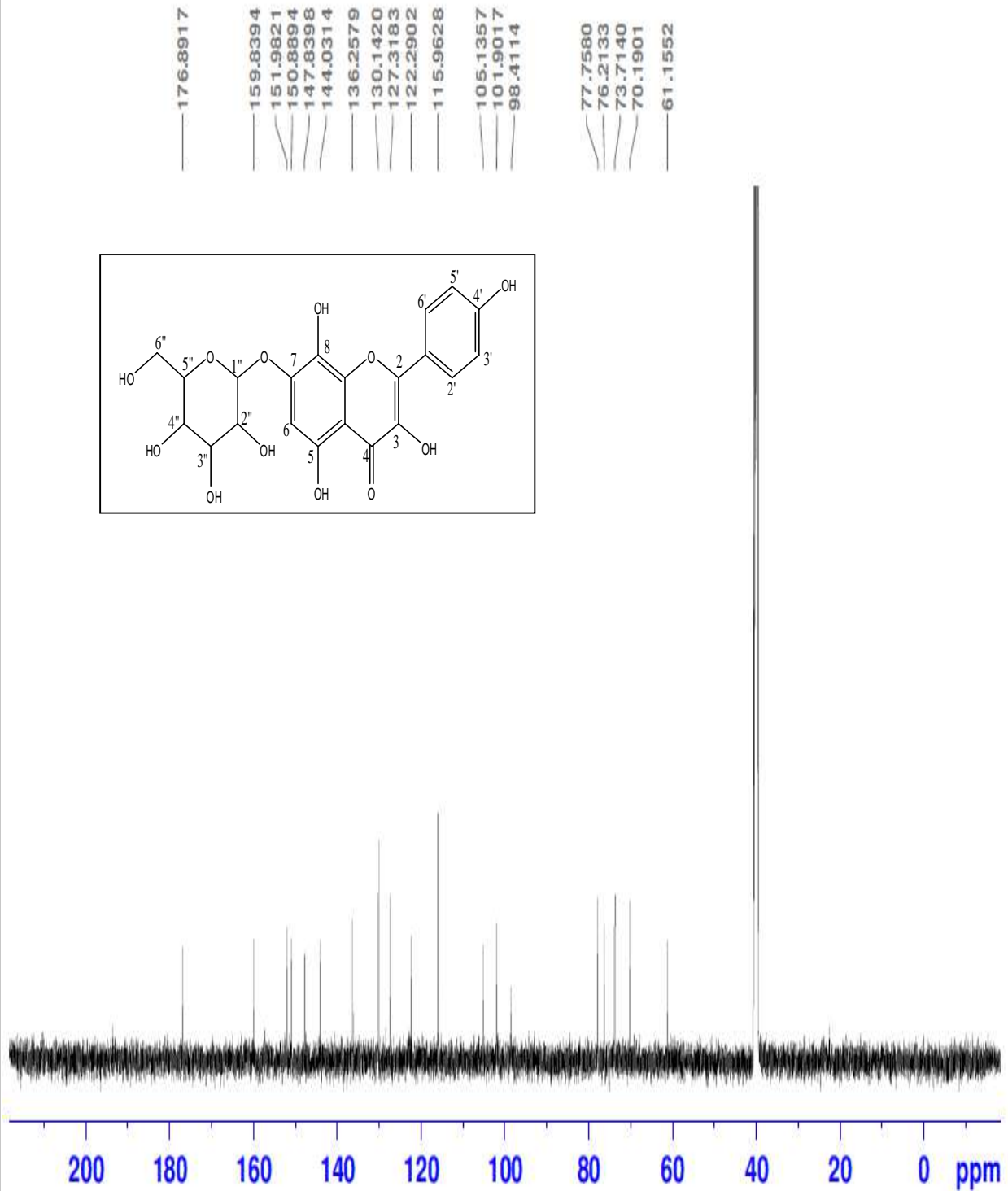
تم تطبيق مختلف مطيافية الرنين النووي المغناطيسي

RMN ^1H , RMN ^{13}C , DEPT135 , COSY , HMQC , HMBC



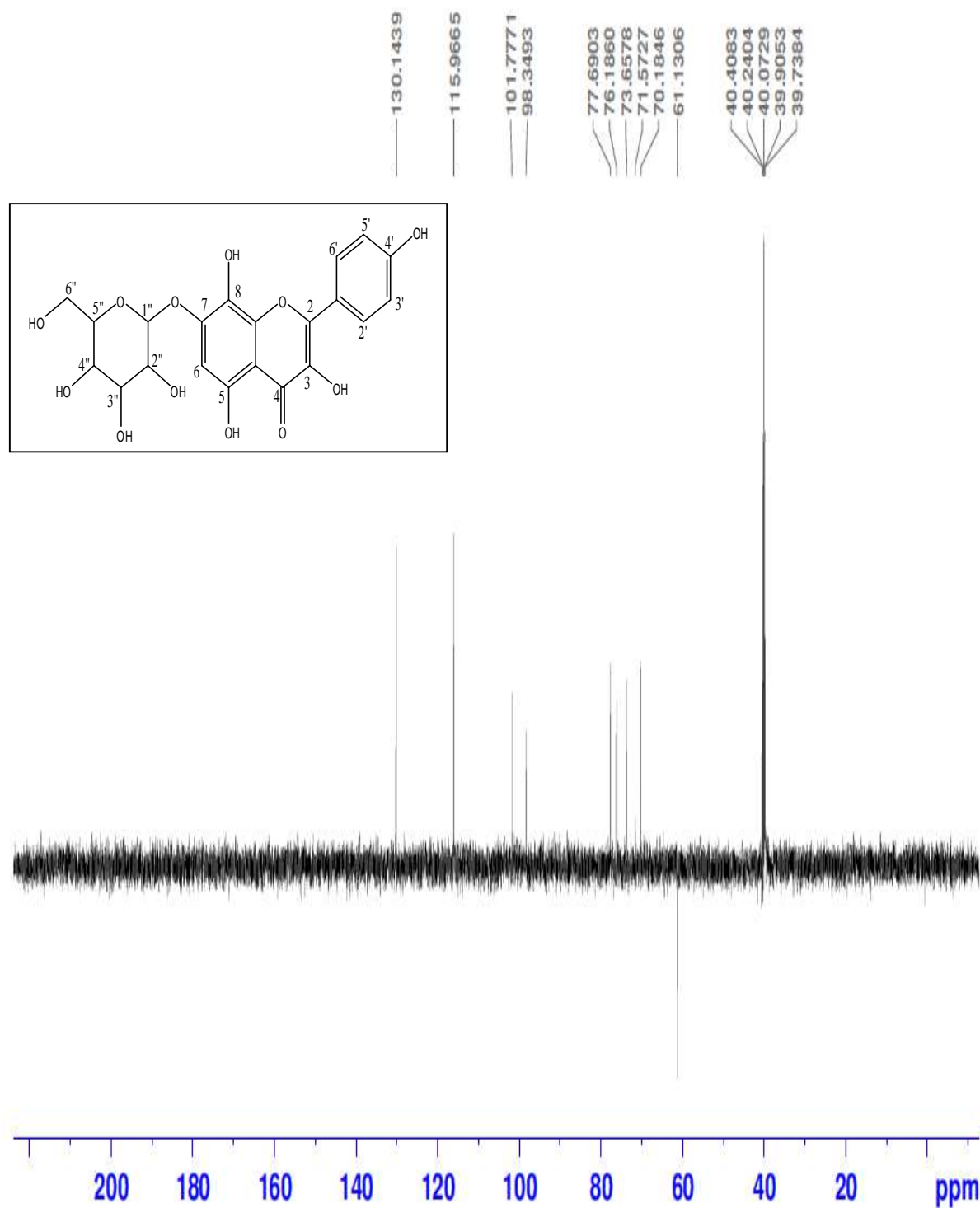
الشكل (28-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^1H RMN (BM11(6))

BN 11 (6)
C13



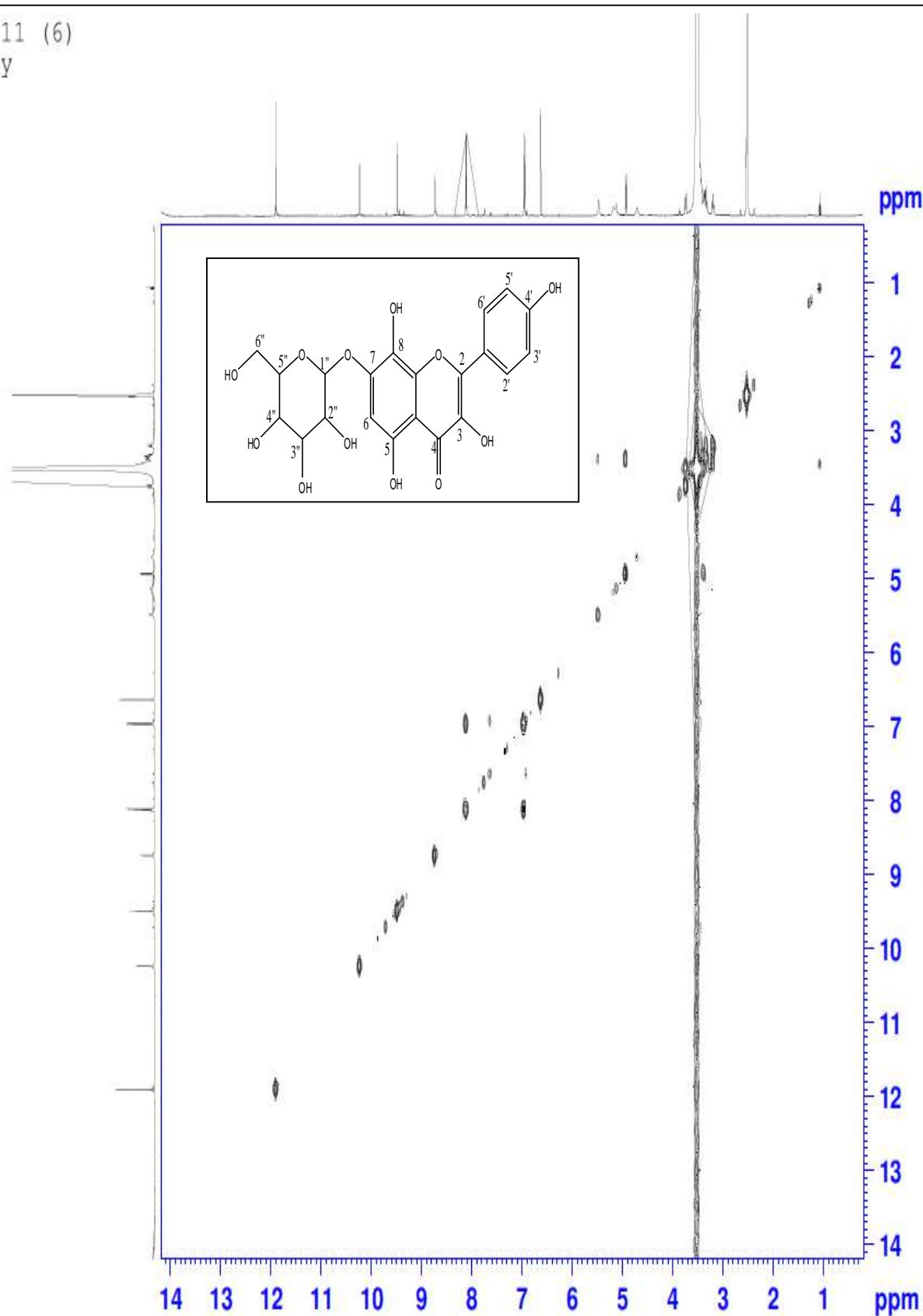
الشكل (29-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ¹³C RMN (BM11(6))

BN 11 (6)
DEPT135



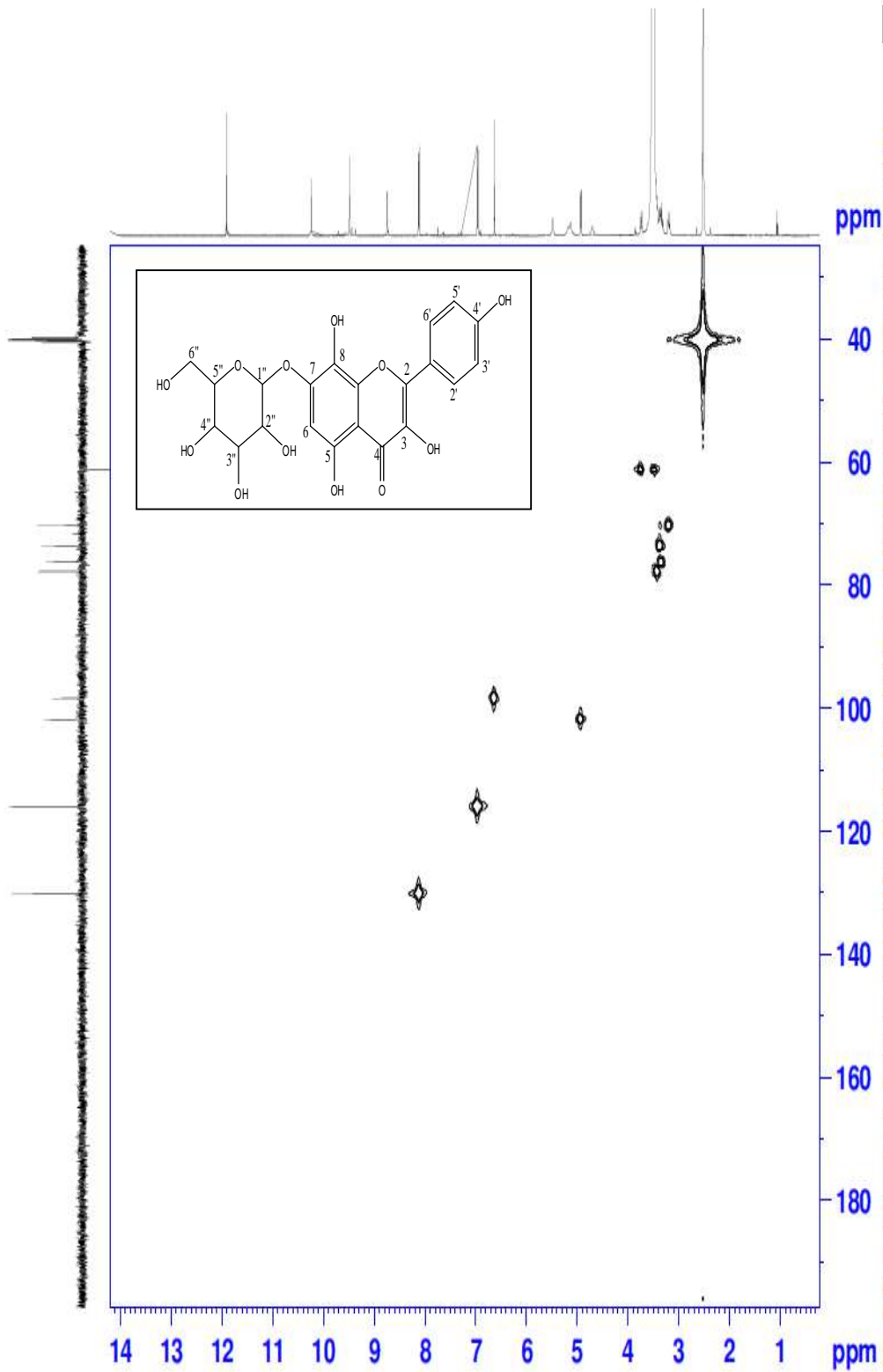
الشكل (30-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي DEPT135 (BM11(6))

BN 11 (6)
COSY

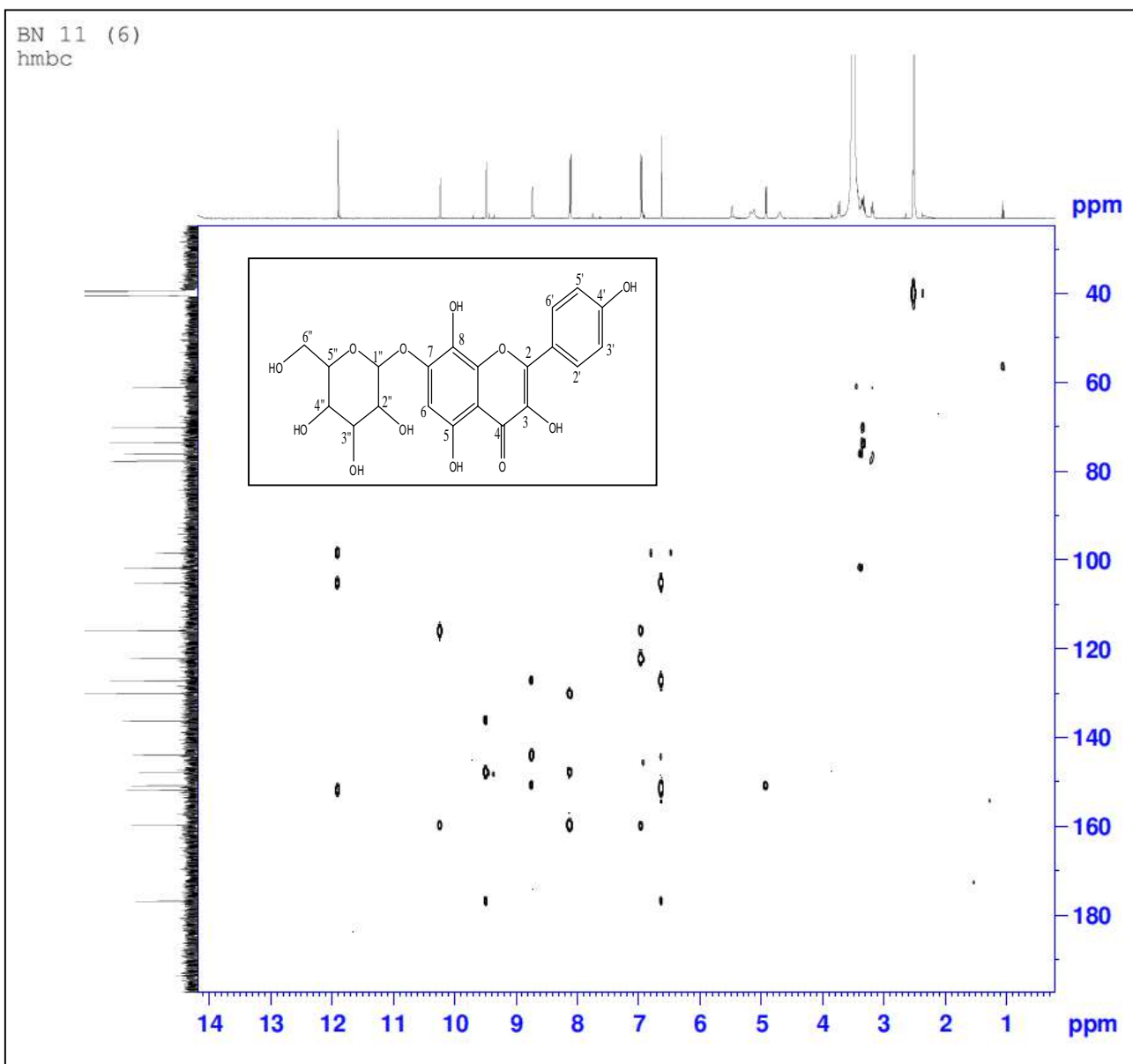


الشكل (31-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي COSY (BM11(6))

BN 11 (6)
hmqc

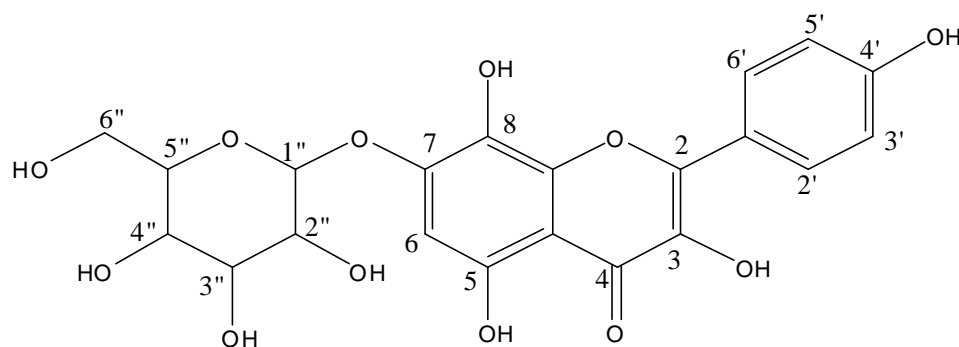


الشكل (32-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMQC (BM11(6))



الشكل (33-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMBC (BM11(6))

الصيغة المقترحة :



3,5,8-trihydroxy-2-(4-hydroxyphenyl)-7-(3,4,5-trihydroxy-6-(hydroxymethyl)tetrahydro-2H-pyran-2-yl)oxy-4H-chromen-4-one

Chemical Formula: $\text{C}_{21}\text{H}_{20}\text{O}_{12}$

Exact Mass: 464,10

IV-1-1-4-4-1- التعيين البنوي للمركب : (BM5(4))

1 - الفصل الكروماتوغرافي:

تم فصل هذا المركب من مستخلص البيتانول للازهار.

2 - مطيافية الكتلة :

$[M+H]^+$	$[M+H]^+$	$[M+H]^+$	$[M+H]^+$	$[M+H]^+$	الصيغة المجملة
$[M+H]^+$	4	3	2	1	الشظايا الموافقة
823,51	685,43	617,49	550,62	413,26	m/z

الصيغة المجملة للمركب : $C_{37}H_{42}O_{21}$

الكتلة المولية للمركب : $M= 822 \text{ g/mol}$

عدد الحلقات والروابط في المركب :

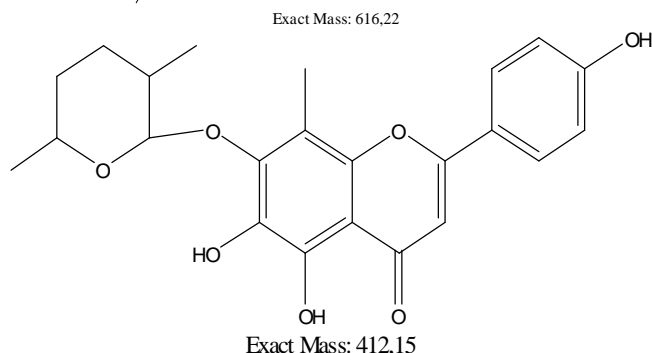
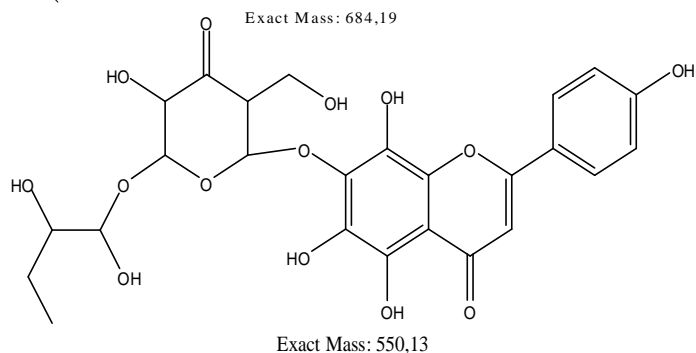
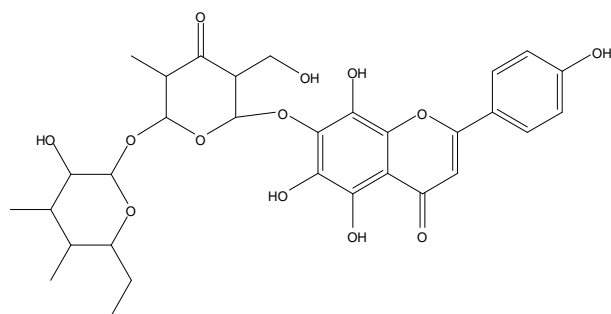
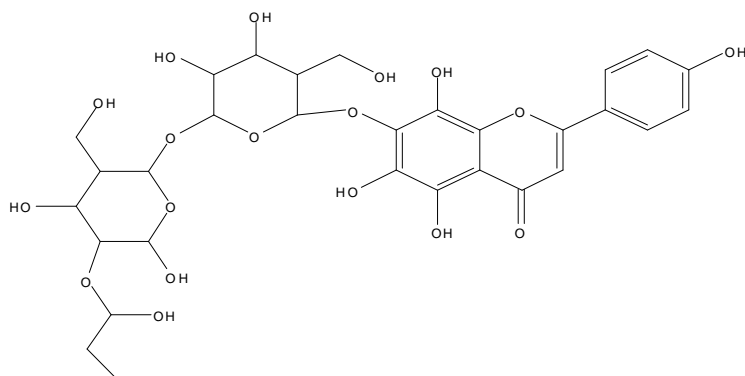
$$DBE = 1 + (2 \times 37 - 42) / 2 = 17$$

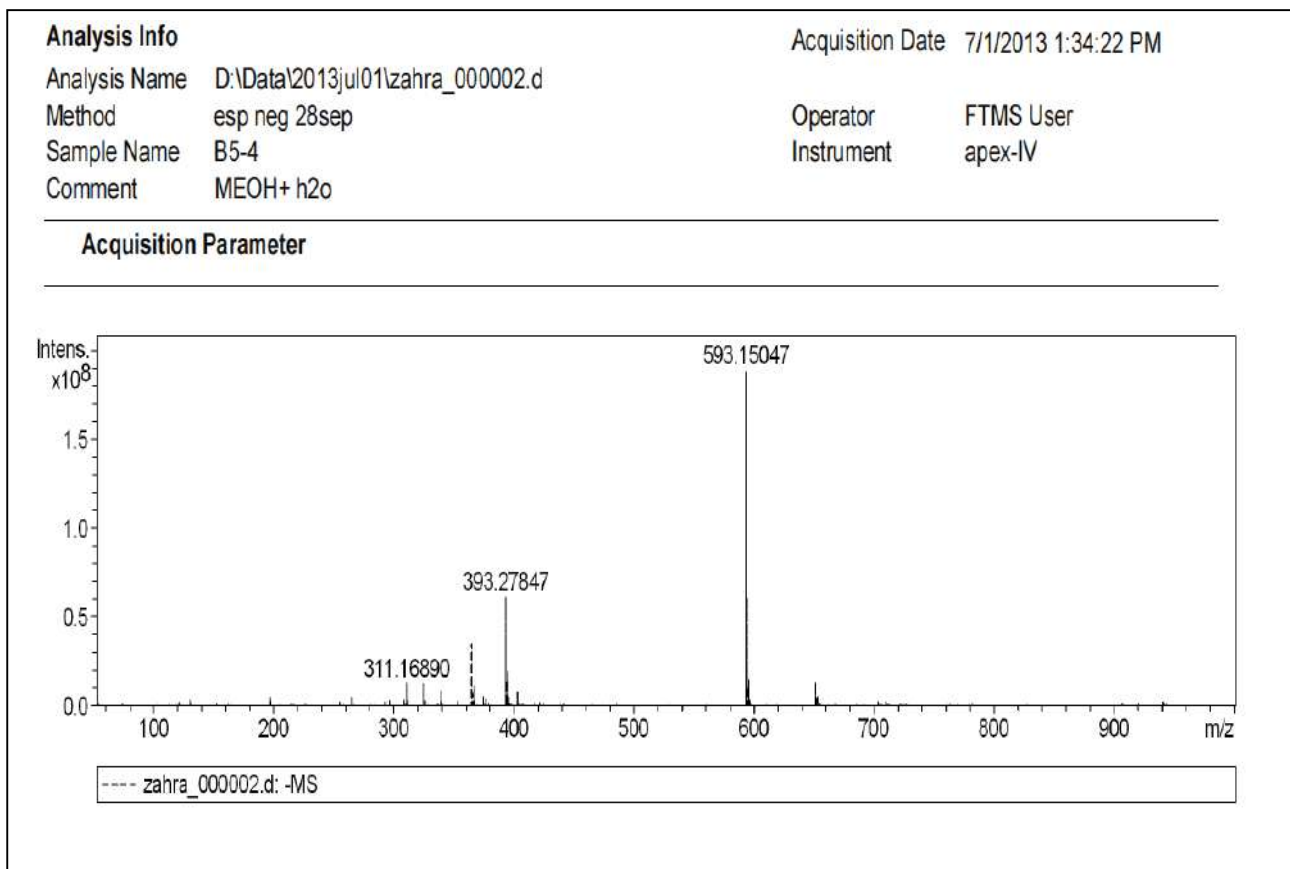
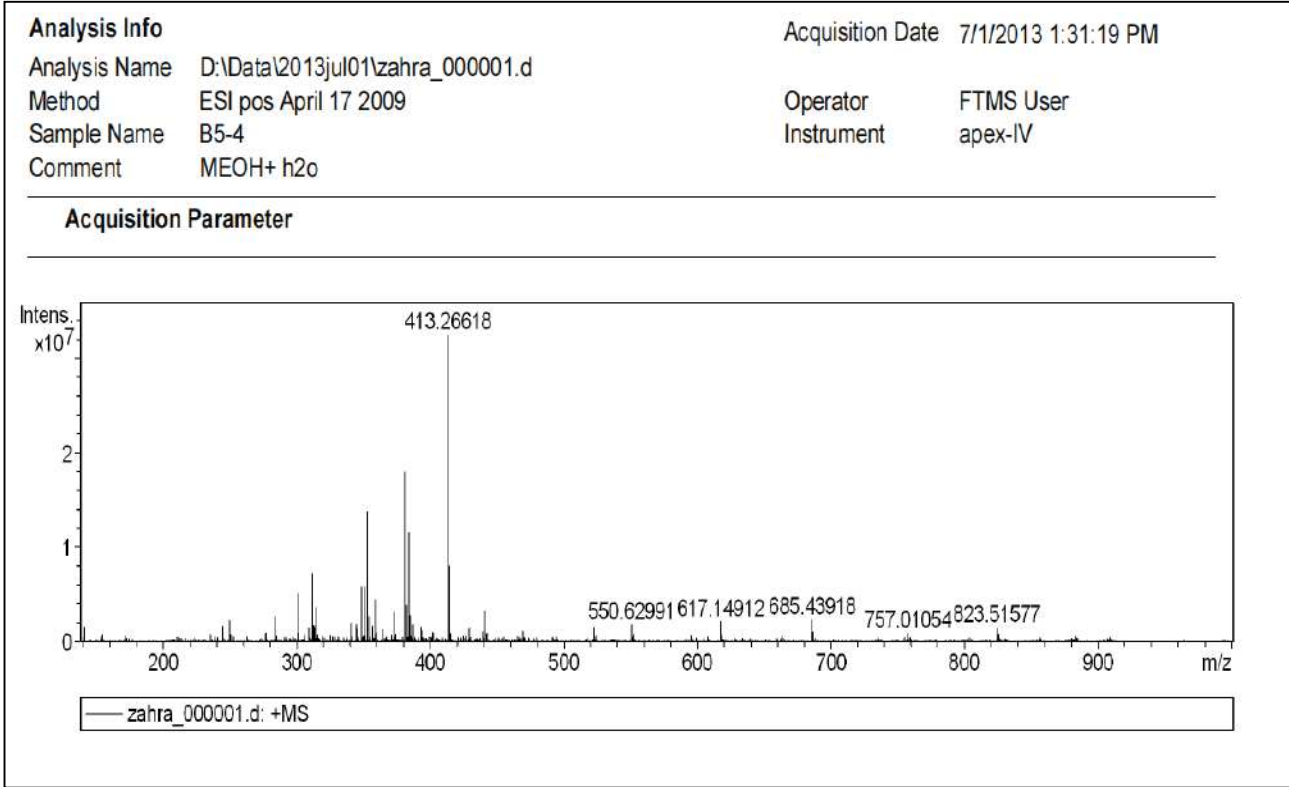
6 حلقات و 11 روابط ثنائية.

الاسم العلمي للمركب :

(4,5-dihydroxy-6-(6-(3-hydroxy-5-(hydroxymethyl)-4-oxo-6-(5,6,8-trihydroxy-2-(4-hydroxyphenyl)-4-oxo-4H-chromen-7-yloxy)tetrahydro-2H-pyran-2-yloxy)-5-(hydroxymethyl)-4-methyltetrahydro-2H-pyran-3-yloxy)-3-oxotetrahydro-2H-pyran-2-yl)methyl propionate

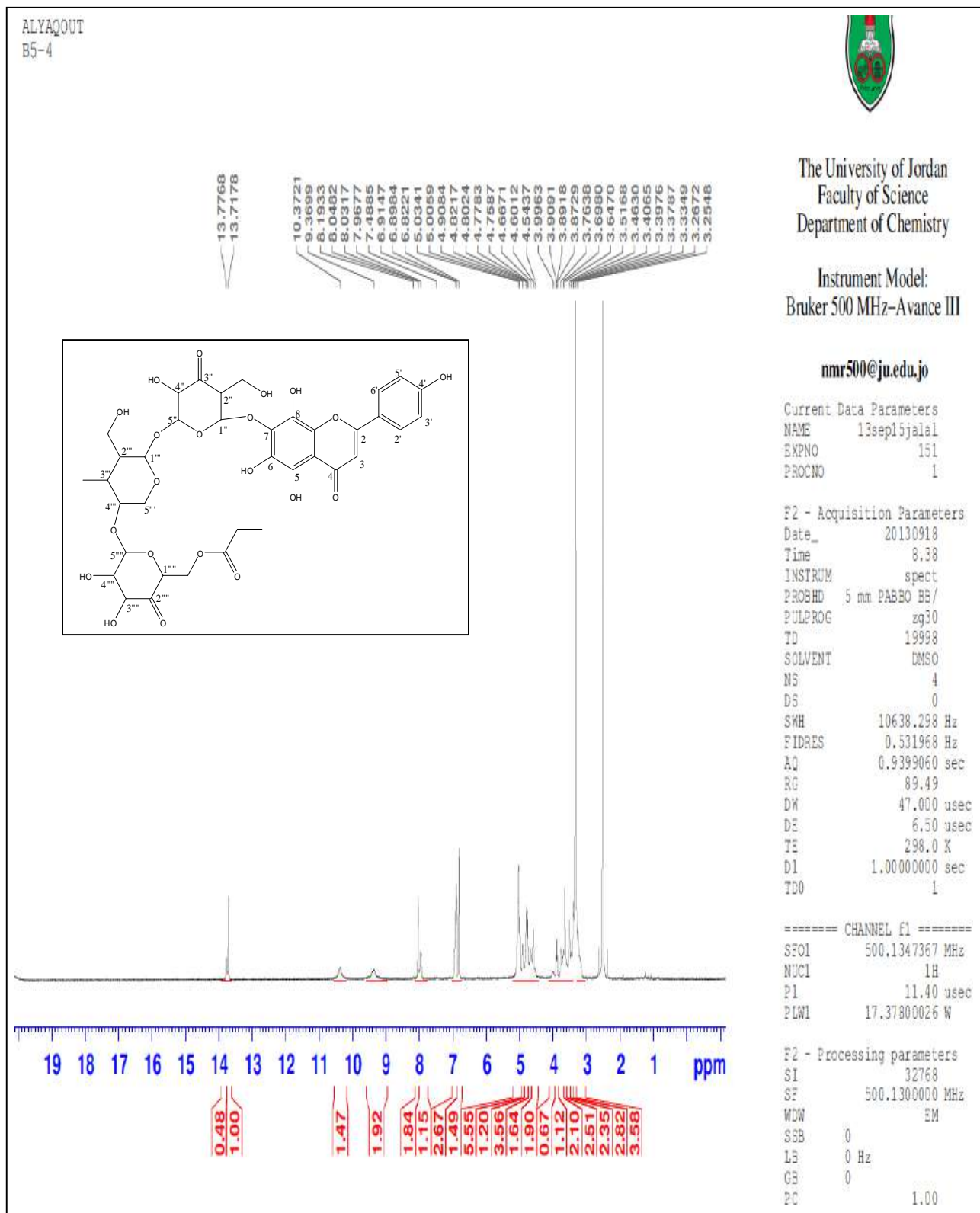
الشظايا الموافقة هي :





الشكل (34-IV) : طيف الكتلة للمركب (BM5(4))

3 - مطيافية الرنين النووي المغناطيسي RMN :
 تم تطبيق مختلف مطيافية الرنين النووي المغناطيسي
 RMN ¹H , RMN ¹³C , DEPT135 , COSY , HMQC , HMBC



الشكل (35-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي RMN ¹H (BM5(4))



The University of Jordan
Faculty of Science
Department of Chemistry

Instrument Model:
Bruker 500 MHz-Avance III

nmr500@ju.edu.jo

Current Data Parameters
NAME 13sep15jalal
EXPNO 152
PROCNO 1

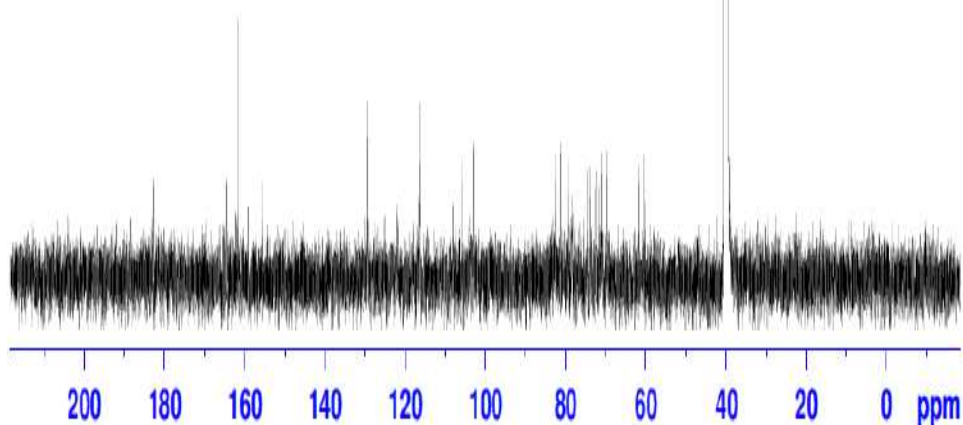
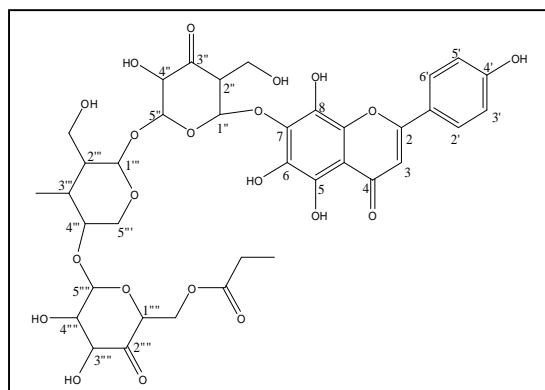
F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20130918
Time 13.16
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm PABBO BB/
PULPROG zgpg30
TD 65536
SOLVENT DMSO
NS 5120
DS 4
SWH 29761.904 Hz
FIDRES 0.454131 Hz
AQ 1.1010048 sec
RG 202.06
DW 16.800 usec
DE 6.50 usec
TE 299.0 K
D1 2.0000000 sec
D11 0.0300000 sec
TDO 1

===== CHANNEL f1 =====
SFO1 125.7703637 MHz
NUC1 13C
P1 9.80 usec
PLW1 93.32499695 W

===== CHANNEL f2 =====
SFO2 500.1320005 MHz
NUC2 1H
CPOPRG2 waltz16
PCPD2 60.00 usec
PLW2 17.37800026 W
PLW12 0.36307999 W
PLW13 0.22982000 W

F2 - Processing parameters
SI 32768
SF 125.7577890 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 1.00 Hz
GB 0
PC 0.90

206.5828
204.1111
188.5029
183.0561
182.7764
166.6374
164.5197
162.2956
161.5913
161.6828
161.5566
159.0914
155.5488
150.1343
129.6161
129.2477
125.1138
121.9912
116.4907
116.2972
108.0037
105.7685
103.7161
103.0846
83.2479
82.6540
82.3940
81.3651
79.3374
78.7907
78.3329
75.5088
74.5638
73.8444
72.4188
71.4292
71.0330
69.5543
61.7558
60.2822
42.2458
40.5951
40.5045
40.4278
40.3375
40.2607
40.1706
40.0938
40.0036
39.9261
39.8366
39.6696
39.5028
29.4911
27.5486
22.4342



الشكل (36-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^{13}C RMN (BM5(4))

ALTAGOUT
05-4
dept.135



The University of Jordan
Faculty of Science
Department of Chemistry

Instrument Model:
Bruker 500 MHz-Avance III

nmr500@ju.edu.jo

Current Data Parameters
NAME 1.bm5(4).f1
SAPRO 114
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters

Date_ 20131009
Time 5.01
INSTRUM spect
PROBHD 1 mm /5mm cp1
PULPROG zgpg30
TD 65536
SOLVENT DMSO
NS 512
DS 4
SWH 27761.304 Hz
FIDRES 0.474131 Hz
AQ 1.1010048 sec
RG 202.04
SW 18.700 MHz
AQ 6.50 sec
RG 202.04
SFO 140.900000 MHz
AQ 2.0000000 sec
RG 202.04000 sec
SFO 500.130000 MHz
RG 202.04000 sec

----- CHANNEL f1 -----

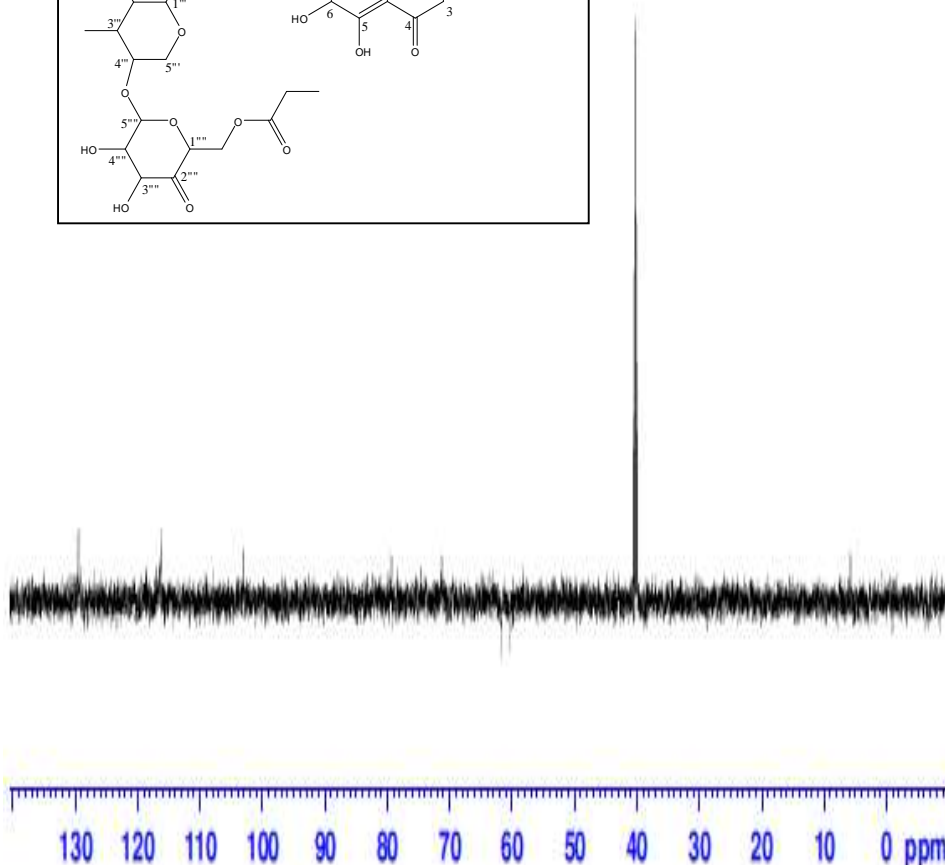
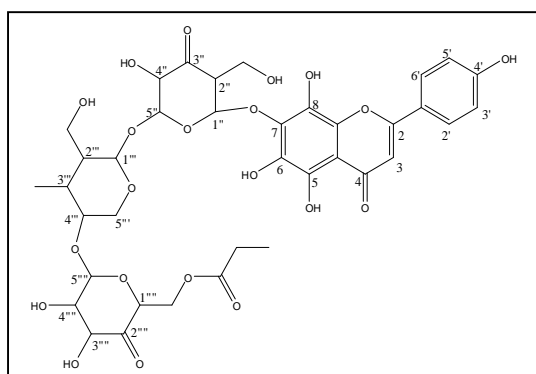
NUC1 13C
P1 3.00 sec
PL1 200.00 MHz
PL2 0 dB
PL3 0 dB
PL4 0 dB
PL5 0 dB
PL6 0 dB
PL7 0 dB
PL8 0 dB
PL9 0 dB
PL10 0 dB
PL11 0 dB
PL12 0 dB
PL13 0 dB
PL14 0 dB
PL15 0 dB
PL16 0 dB
PL17 0 dB
PL18 0 dB
PL19 0 dB
PL20 0 dB
PL21 0 dB
PL22 0 dB
PL23 0 dB
PL24 0 dB
PL25 0 dB
PL26 0 dB
PL27 0 dB
PL28 0 dB
PL29 0 dB
PL30 0 dB
PL31 0 dB
PL32 0 dB
PL33 0 dB
PL34 0 dB
PL35 0 dB
PL36 0 dB
PL37 0 dB
PL38 0 dB
PL39 0 dB
PL40 0 dB
PL41 0 dB
PL42 0 dB
PL43 0 dB
PL44 0 dB
PL45 0 dB
PL46 0 dB
PL47 0 dB
PL48 0 dB
PL49 0 dB
PL50 0 dB
PL51 0 dB
PL52 0 dB
PL53 0 dB
PL54 0 dB
PL55 0 dB
PL56 0 dB
PL57 0 dB
PL58 0 dB
PL59 0 dB
PL60 0 dB
PL61 0 dB
PL62 0 dB
PL63 0 dB
PL64 0 dB
PL65 0 dB
PL66 0 dB
PL67 0 dB
PL68 0 dB
PL69 0 dB
PL70 0 dB
PL71 0 dB
PL72 0 dB
PL73 0 dB
PL74 0 dB
PL75 0 dB
PL76 0 dB
PL77 0 dB
PL78 0 dB
PL79 0 dB
PL80 0 dB
PL81 0 dB
PL82 0 dB
PL83 0 dB
PL84 0 dB
PL85 0 dB
PL86 0 dB
PL87 0 dB
PL88 0 dB
PL89 0 dB
PL90 0 dB
PL91 0 dB
PL92 0 dB
PL93 0 dB
PL94 0 dB
PL95 0 dB
PL96 0 dB
PL97 0 dB
PL98 0 dB
PL99 0 dB
PL100 0 dB

----- CHANNEL f2 -----

NUC2 1H
P2 11.00 sec
PL2 0 dB
PL3 0 dB
PL4 0 dB
PL5 0 dB
PL6 0 dB
PL7 0 dB
PL8 0 dB
PL9 0 dB
PL10 0 dB
PL11 0 dB
PL12 0 dB
PL13 0 dB
PL14 0 dB
PL15 0 dB
PL16 0 dB
PL17 0 dB
PL18 0 dB
PL19 0 dB
PL20 0 dB
PL21 0 dB
PL22 0 dB
PL23 0 dB
PL24 0 dB
PL25 0 dB
PL26 0 dB
PL27 0 dB
PL28 0 dB
PL29 0 dB
PL30 0 dB
PL31 0 dB
PL32 0 dB
PL33 0 dB
PL34 0 dB
PL35 0 dB
PL36 0 dB
PL37 0 dB
PL38 0 dB
PL39 0 dB
PL40 0 dB
PL41 0 dB
PL42 0 dB
PL43 0 dB
PL44 0 dB
PL45 0 dB
PL46 0 dB
PL47 0 dB
PL48 0 dB
PL49 0 dB
PL50 0 dB
PL51 0 dB
PL52 0 dB
PL53 0 dB
PL54 0 dB
PL55 0 dB
PL56 0 dB
PL57 0 dB
PL58 0 dB
PL59 0 dB
PL60 0 dB
PL61 0 dB
PL62 0 dB
PL63 0 dB
PL64 0 dB
PL65 0 dB
PL66 0 dB
PL67 0 dB
PL68 0 dB
PL69 0 dB
PL70 0 dB
PL71 0 dB
PL72 0 dB
PL73 0 dB
PL74 0 dB
PL75 0 dB
PL76 0 dB
PL77 0 dB
PL78 0 dB
PL79 0 dB
PL80 0 dB
PL81 0 dB
PL82 0 dB
PL83 0 dB
PL84 0 dB
PL85 0 dB
PL86 0 dB
PL87 0 dB
PL88 0 dB
PL89 0 dB
PL90 0 dB
PL91 0 dB
PL92 0 dB
PL93 0 dB
PL94 0 dB
PL95 0 dB
PL96 0 dB
PL97 0 dB
PL98 0 dB
PL99 0 dB
PL100 0 dB

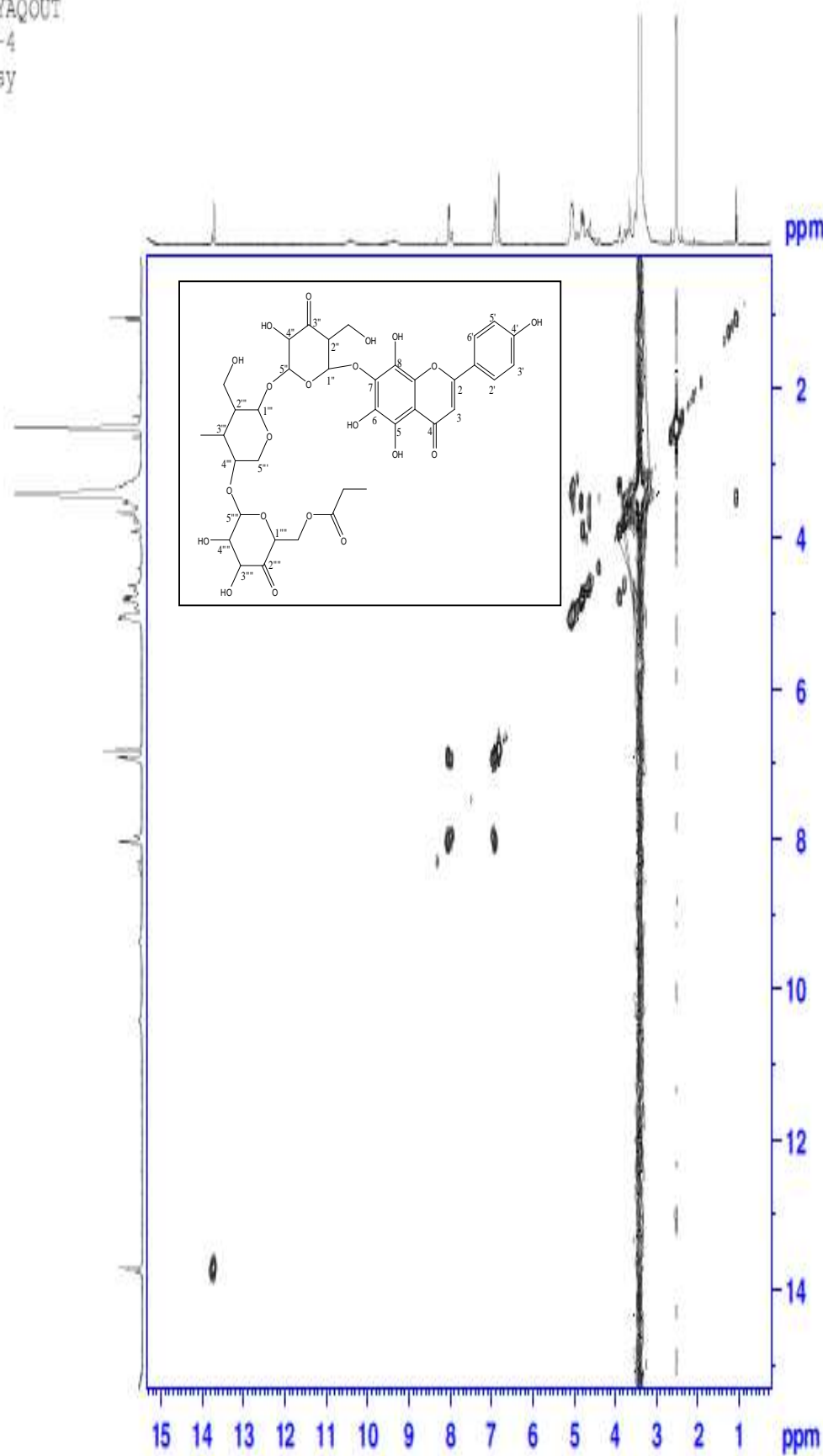
F2 - Processing parameters

SI 32768
SF 500.130000 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 1.00 Hz
GB 0
PC 1.20



الشكل (37-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي DEPT135 (BM5(4))

ALYAQOUT
B5-4
cosy



Current Data Parameters
NAME 130q05jalal
EXNO 155
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20131009
Time 9.02
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm F400 BB/CP
PULPROG zgpg30
TD 32768
SOLVENT DMSO
NS 4
DS 8
SWH 750.488 Hz
FIDRES 1.691643 Hz
AQ 0.135441 sec
RG 64.28
SQ 66.133 wsec
DE 6.50 wsec
TE 299.9 K
D0 0.0000300 sec
D1 2.0000000 sec
D11 0.0000000 sec
D12 0.0000300 sec
D13 0.0000400 sec
D14 0.0000000 sec
D15 0.0000000 sec
D16 0.0000000 sec
D17 0.0000000 sec
D18 0.0000000 sec
D19 0.0000000 sec

----- CHANNEL f1 -----
RF01 500.1336815 MHz
NUC1 13C
P0 11.40 wsec
P1 11.40 wsec
P17 2500.00 wsec
PLM1 17.37800026 W
PLM2 1.34089994 W

----- GRADIENT CHANNEL -----
GPRM11 SMO10.100
GPI1 10.00 V
P16 1000.00 wsec

F1 - Acquisition parameters
TD 32768
RF01 500.1336815 MHz
FIDRES 1.691643 Hz
SW 750.488 Hz
FANODE OF

F2 - Processing parameters
SI 32768
SF 500.1336815 MHz
WDW QFTW
SSB 0
LB 0 Hz
GB 0
PC 1.40

F1 - Processing parameters
SI 32768
SF 500.1336815 MHz
WDW QFTW
SSB 0
LB 0 Hz
GB 0

الشكل (38-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي COSY (BM5(4))

ALYAQOUT
B5-4
hmqc



Current Data Parameters
NAME 13sep15jalal
EXPNO 156
PROCNO 1

ppm F1 - Acquisition Parameters

Date_ 2013.09.09
Time 9.21
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm PABBO BB
PULPROG hmqcpgf
TD 1024
SOLVENT DMSO
NU 4
DS 16
SWH 7560.484 Hz
FIDRES 7.383285 Hz
AQ 0.0677205 sec
RG 202.06
DN 66.133 usec
DE 6.50 usec
TE 300.0 K
CNSF2 145.0000000
D0 0.0000300 sec
D1 1.5000000 sec
D2 0.00344824 sec
D1.2 0.00002000 sec
D1.3 0.00000400 sec
D1.4 0.00020000 sec
D10 0.00002050 sec

----- CHANNEL F1 -----
SFO1 500.1338815 MHz
NUC1 1H
P1 11.40 usec
P2 22.80 usec
PLM1 17.37800026 W

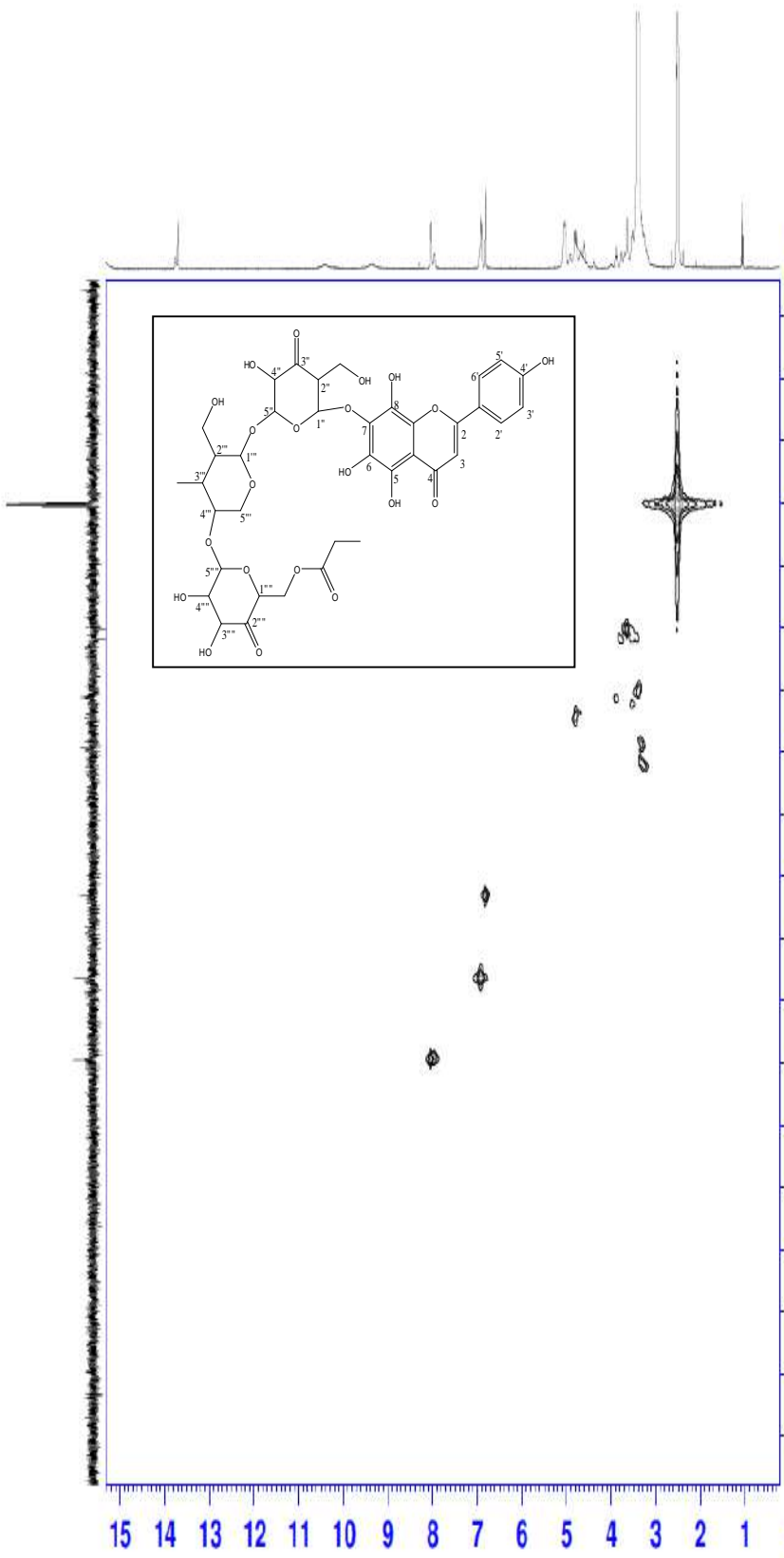
----- CHANNEL F2 -----
SFO2 125.7704698 MHz
NUC2 13C
CPDPRG2 gmp
P3 9.80 usec
POPD2 70.00 usec
PLM2 100.0000000 W
PLM2 1.96000004 W

----- GRADIENT CHANNEL -----
GPMW[1] 8000.00
GPMW[2] 8000.00
GPMW[3] 8000.00
GPZ1 50.00 %
GPZ2 30.00 %
GPZ3 40.10 %
PL6 1000.00 usec

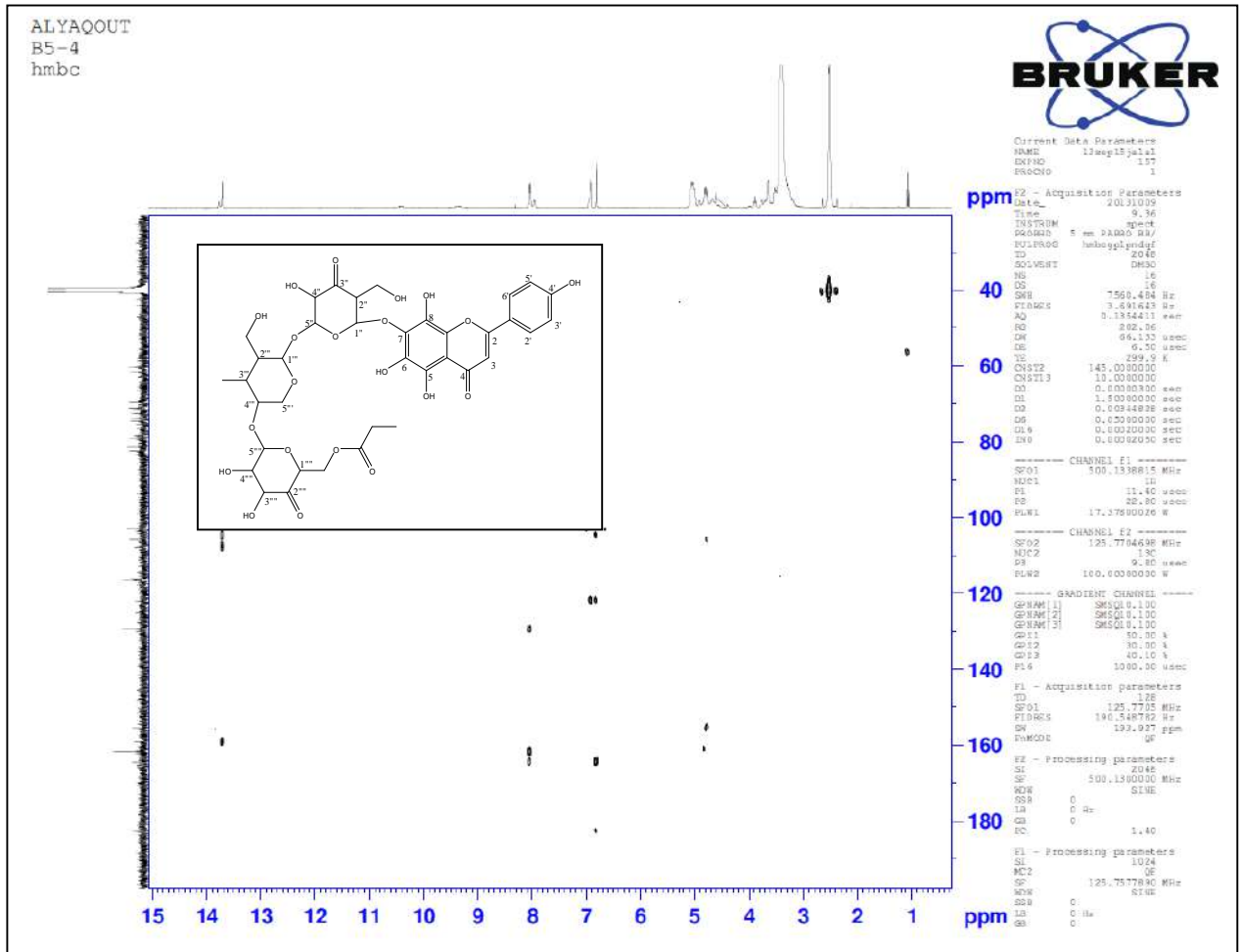
F1 - Acquisition parameters
TD 128
SFO1 125.7705 MHz
FIDRES 190.548782 Hz
SW 193.927 ppm
FNUC2 13C

F1 - Processing parameters
SI 1024
SF 500.1300000 MHz
WDW GB2ME
SSB 2
LB 0 Hz
GB 0
PC 1.40

F1 - Processing parameters
SI 1024
MC2 QF
SF 125.7577890 MHz
WDW GB2ME
SSB 2
LB 0 Hz
GB 0

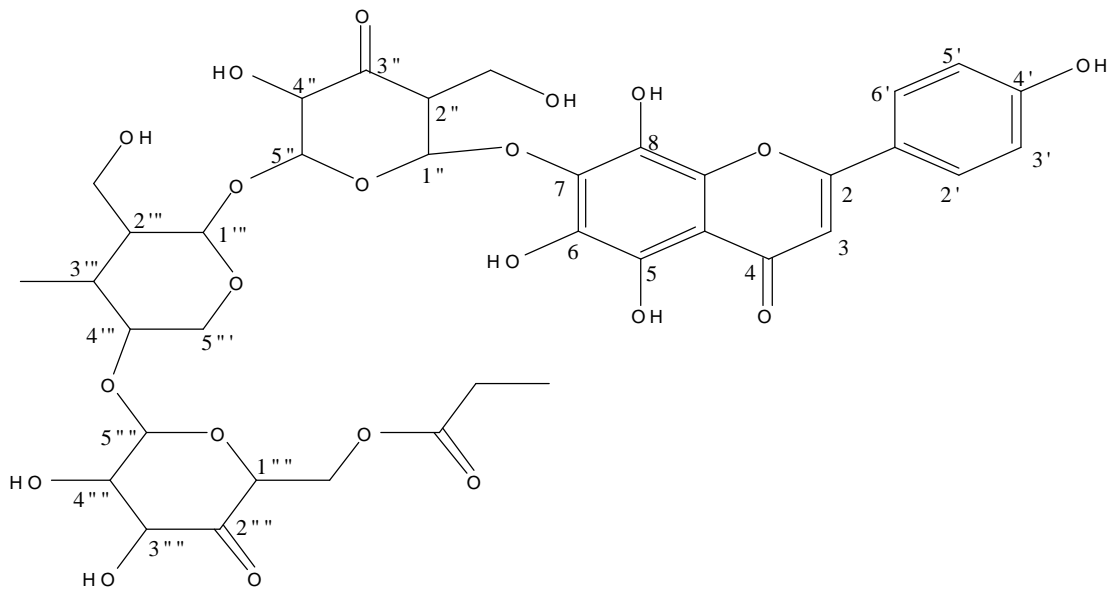


الشكل (39-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMQC (BM5(4))



الشكل (40-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMBC (BM5(4))

الصيغة المقترحة :



(4,5-dihydroxy-6-(6-(3-hydroxy-5-(hydroxymethyl)-4-oxo-6-(5,6,8-trihydroxy-2-(4-hydroxyphenyl)-4-oxo-4H-chromen-7-yloxy)tetrahydro-2H-pyran-2-yloxy)-5-(hydroxymethyl)-4-methyltetrahydro-2H-pyran-3-yloxy)-3-oxotetrahydro-2H-pyran-2-yl)methyl propionate

Chemical Formula: C₃₇H₄₂O₂₁

Exact Mass: 822,22

IV-1-1-4-5- التعيين البنوي للمركب (ACF) :

1 - التحليل الكروماتوغرافي :

تم فصل هذا المركب من مستخلص البيتانول للازهار.

2 - مطيافية الكتلة :

$[M-H]^+$	$[M-H]^+$	$[M+H]^+$	$[M+H]^+$	$[M+H]^+$	الصيغة المجملة
4	3	$[M+H]^+$	2	1	الشظايا الموافقة
687,58	393,27	739,61	711,57	353,26	m/z

الصيغة المجملة للمركب : $C_{34}H_{42}O_{18}$

الكتلة المولية للمركب : $M= 738 \text{ g/mol}$

عدد الحلقات والروابط في المركب :

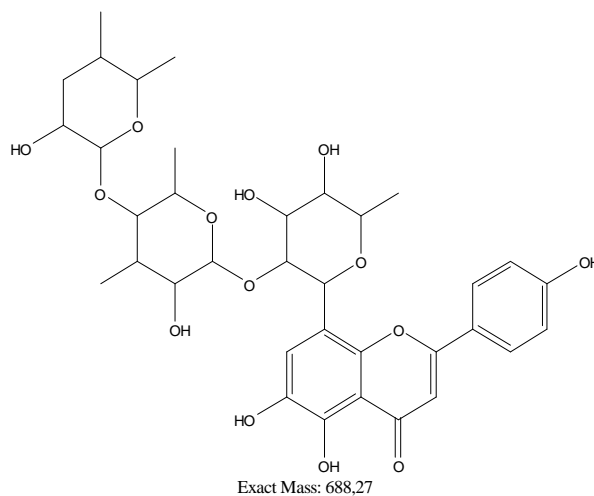
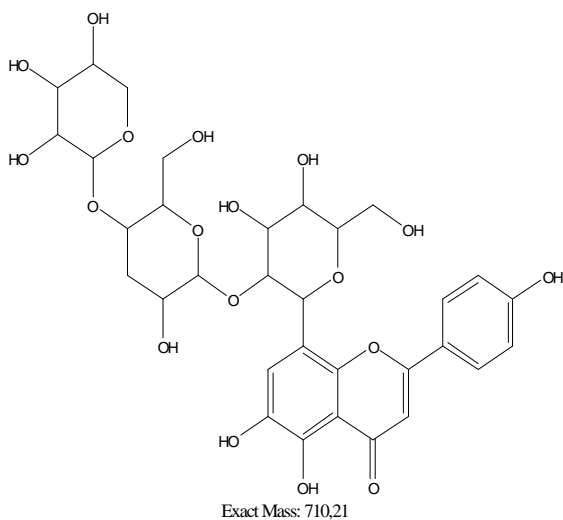
$$DBE = 1 + (2 \times 34 - 42) / 2 = 14$$

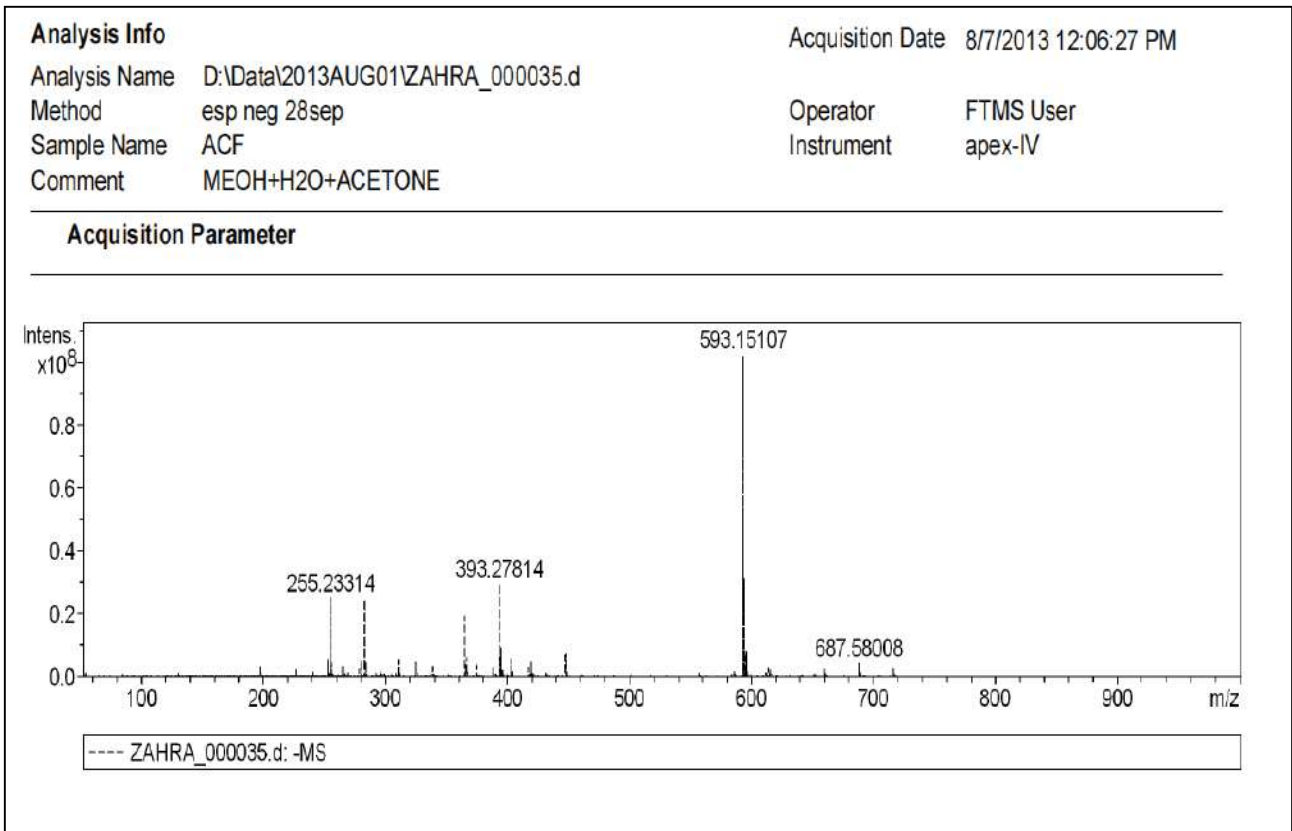
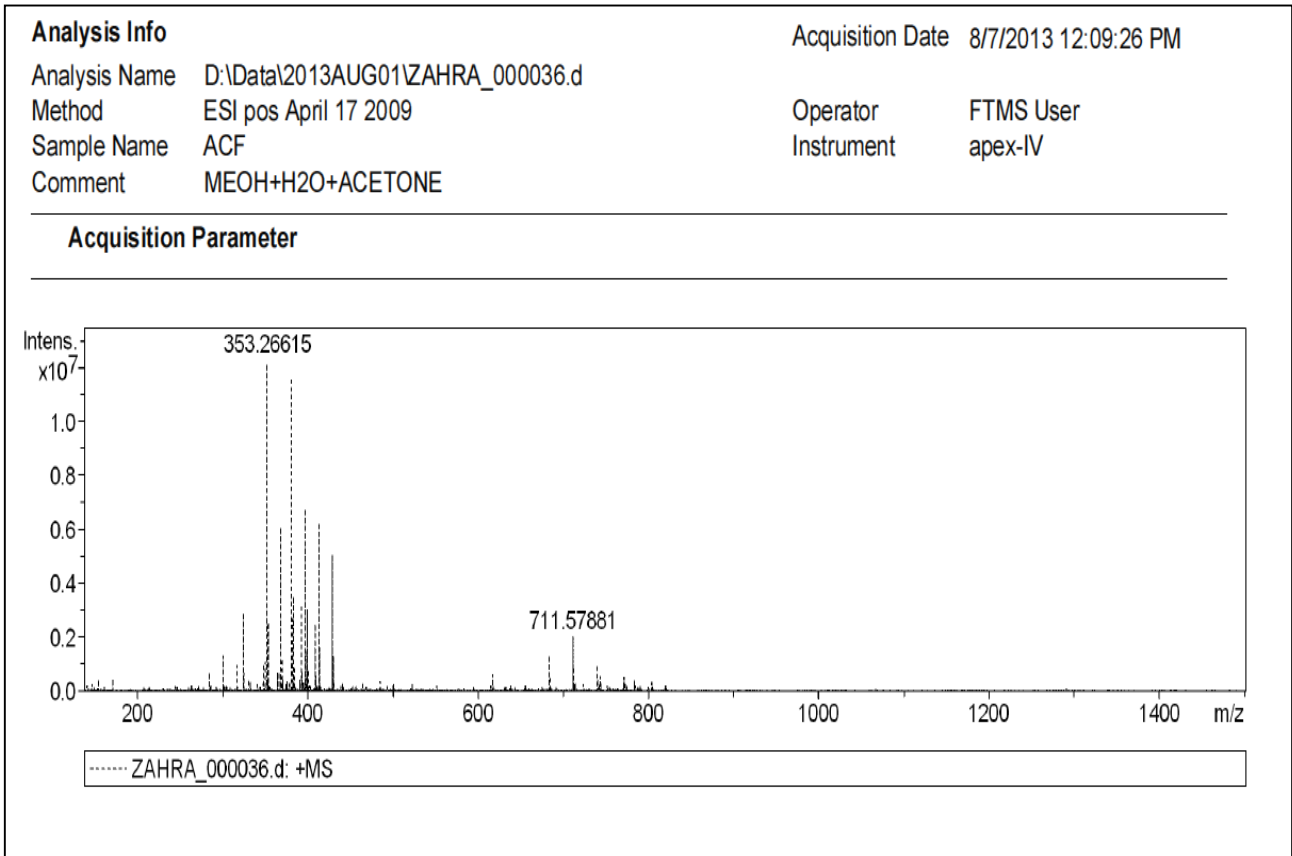
6 حلقات و 8 روابط ثنائية.

الاسم العلمي للمركب :

8-(4,5-dihydroxy-3-(3-hydroxy-6-(hydroxymethyl) -4-methyl-5-(3,4,5 -tri hydroxy-6-methyl tetrahydro-2H-pyran-2-yloxy] tetrahydro-2H-pyran-2-yloxy] -6 -hydroxymethyl)tetrahydro-2H-pyran-2-yl] -5,6-dihydroxy-2-(4-hydroxyphenyl)-4H-chromen-4-one

الشظايا الموافقة هي :



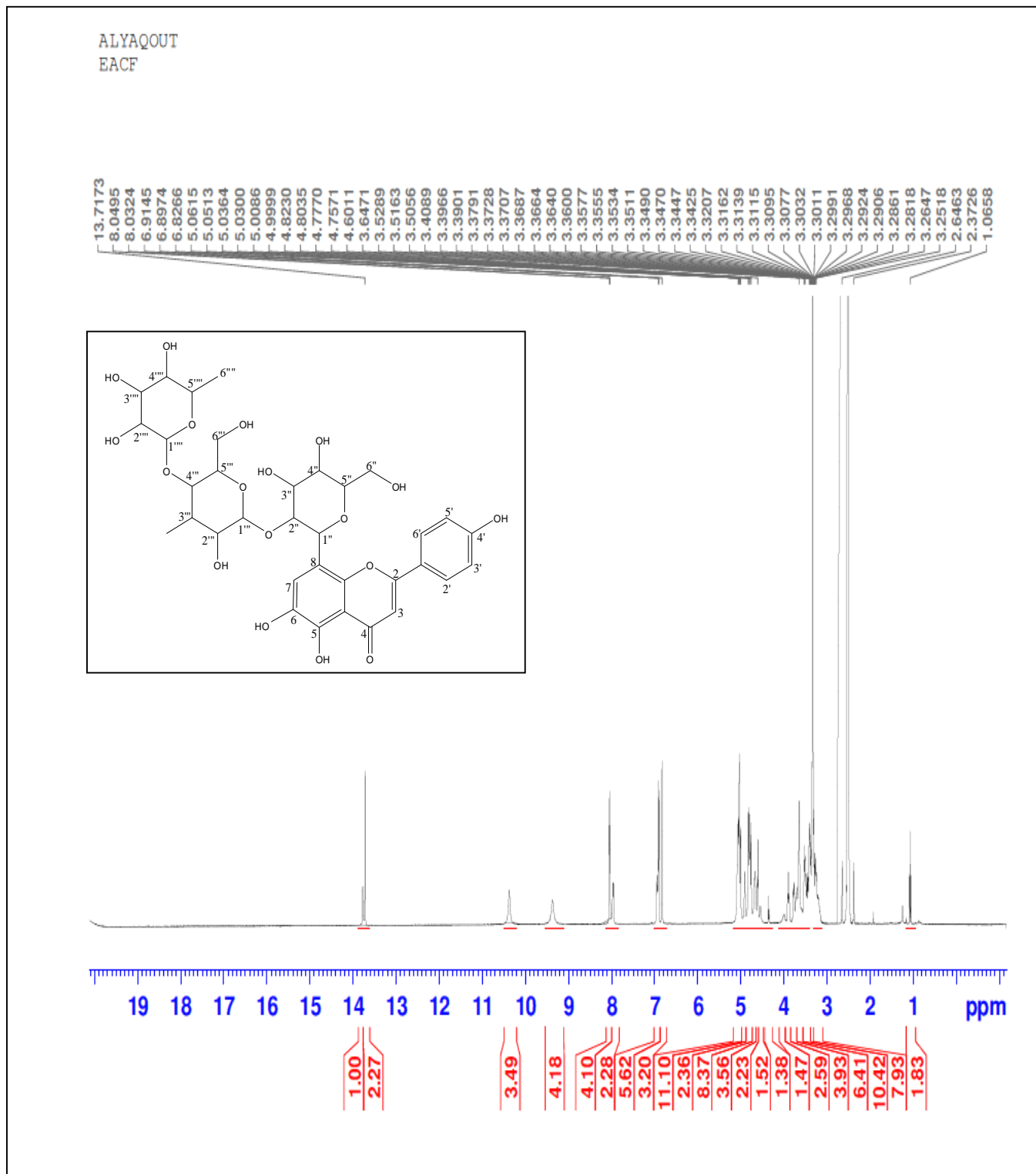


الشكل (41-IV) : طيف الكتلة للمركب ((ACF))

3 - مطيافية الرنين النووي المغناطيسي RMN :

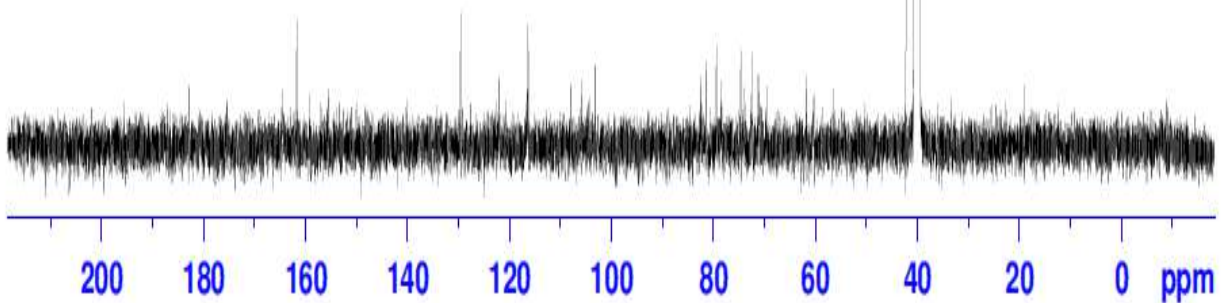
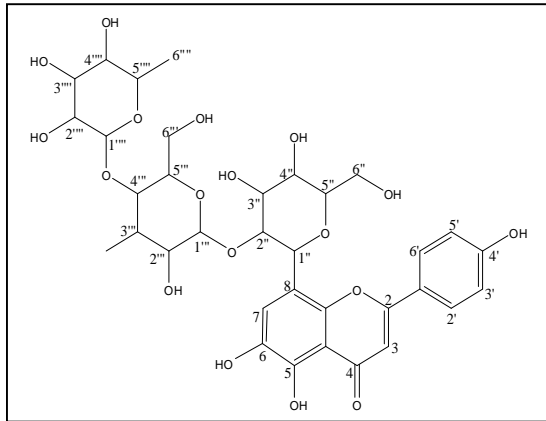
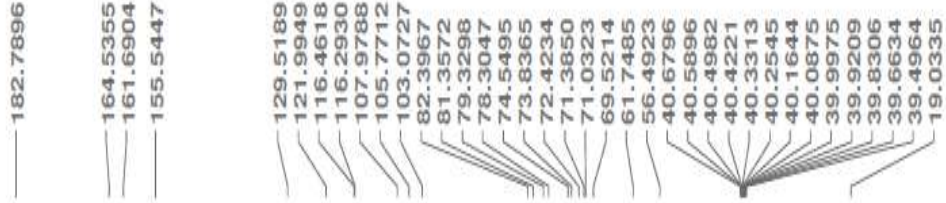
تم تطبيق مختلف مطيافية الرنين النووي المغناطيسي

RMN ^1H , RMN ^{13}C , DEPT135 , COSY , HMQC , HMBC



الشكل (42-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي (ACF) RMN ^1H

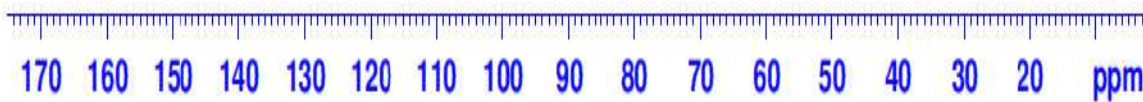
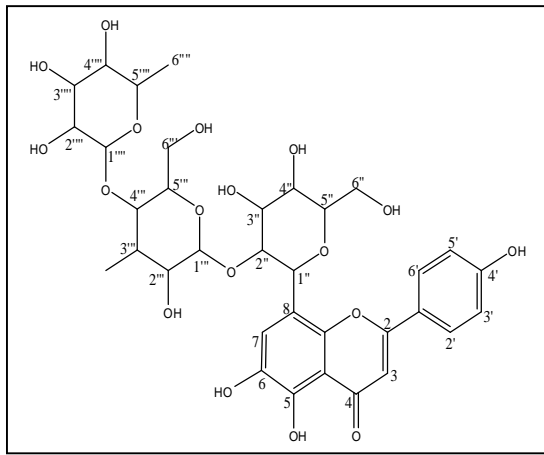
ALYAQOUT
EACF
c13



الشكل (43-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^{13}C RMN (ACF)

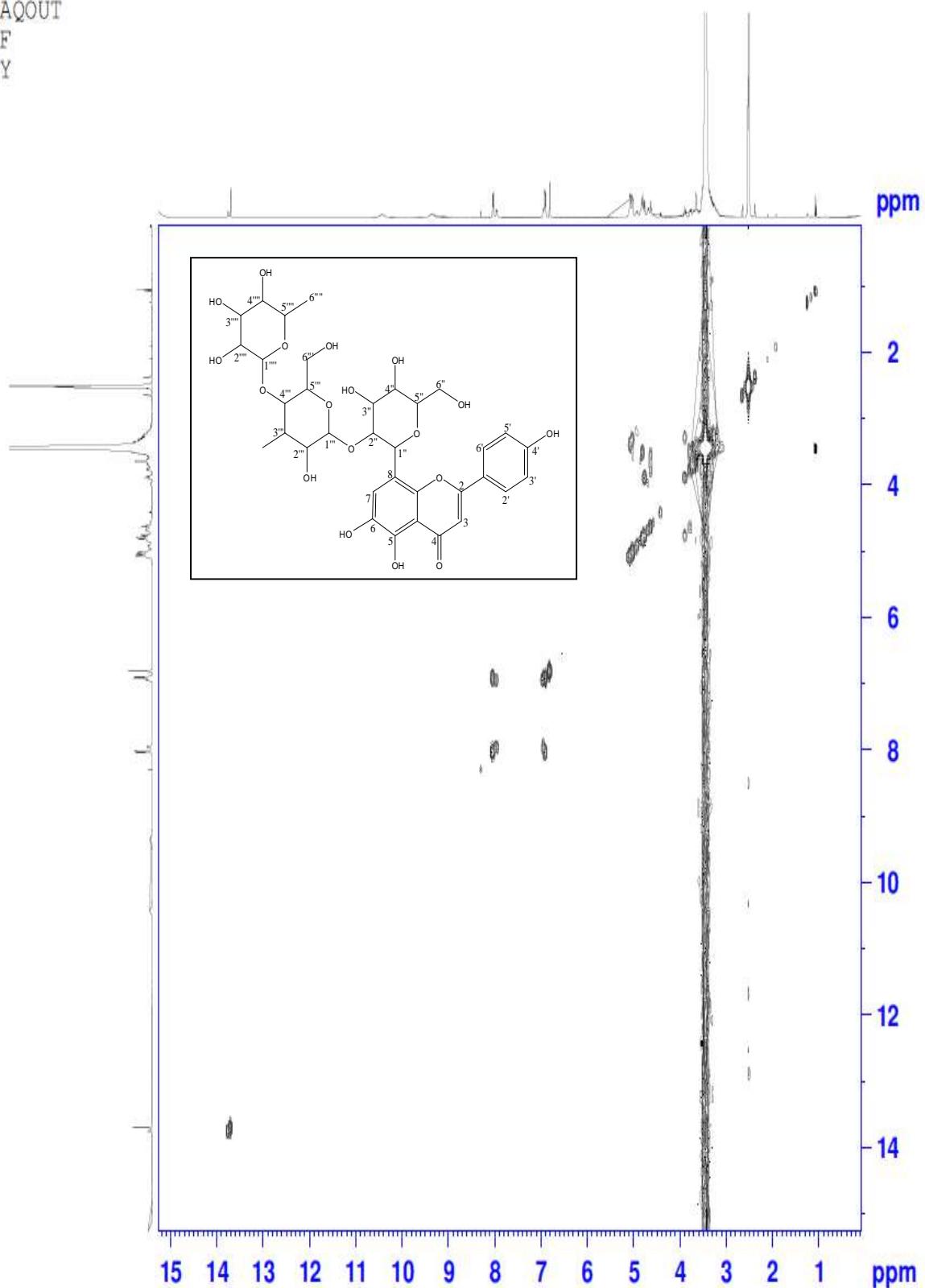
ALYAQOUT
EACF
dept 135

154.8457
138.2716
129.5003
116.3204
105.1440
103.0501
84.9555
81.3288
74.5478
71.4205
71.0246
61.7500
55.4474
40.4796
40.3108
40.1435
39.9757
39.8090
5.7342



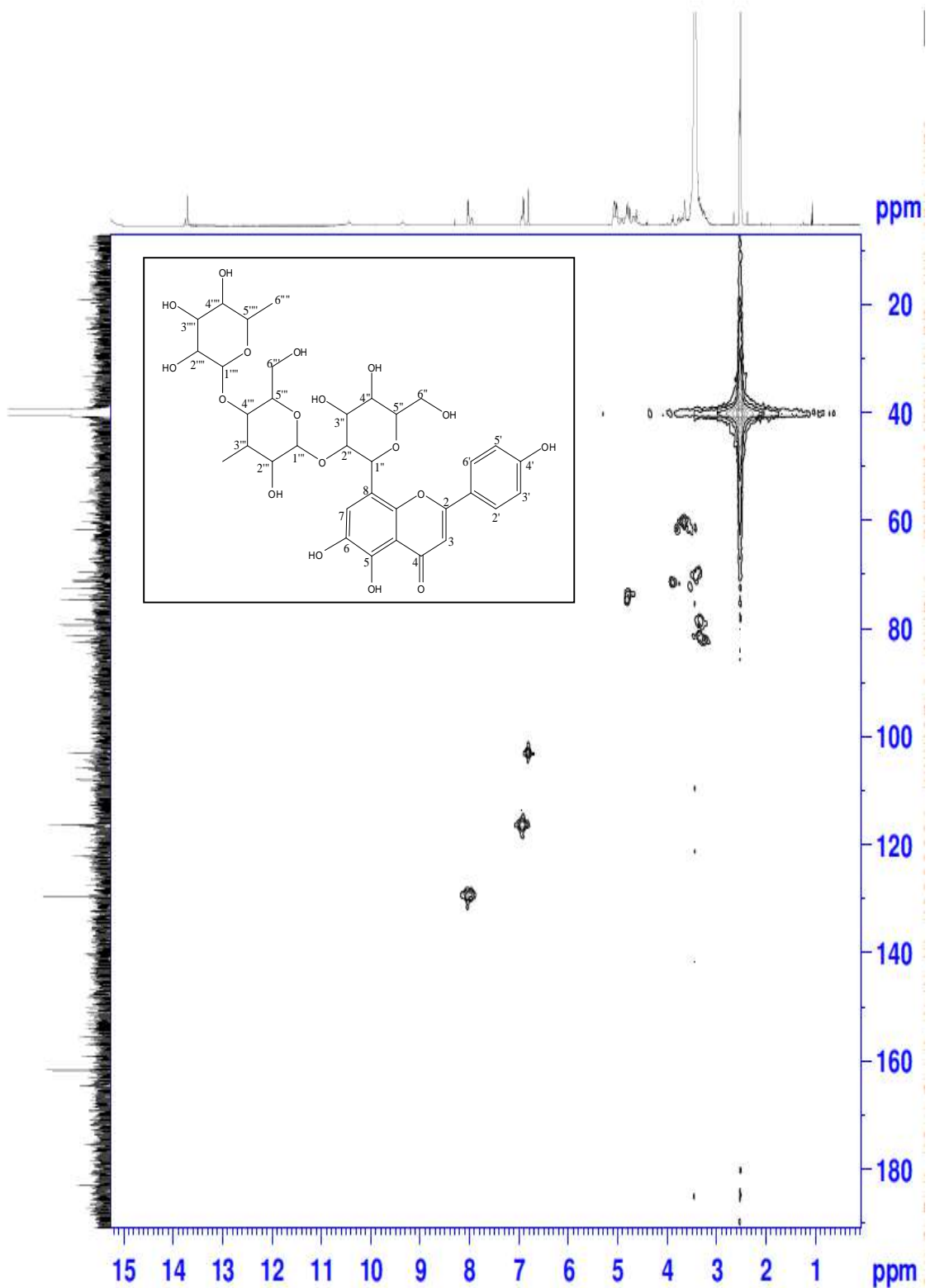
الشكل (44-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي (ACF) DEPT135

ALYAQOUT
EACF
COSY

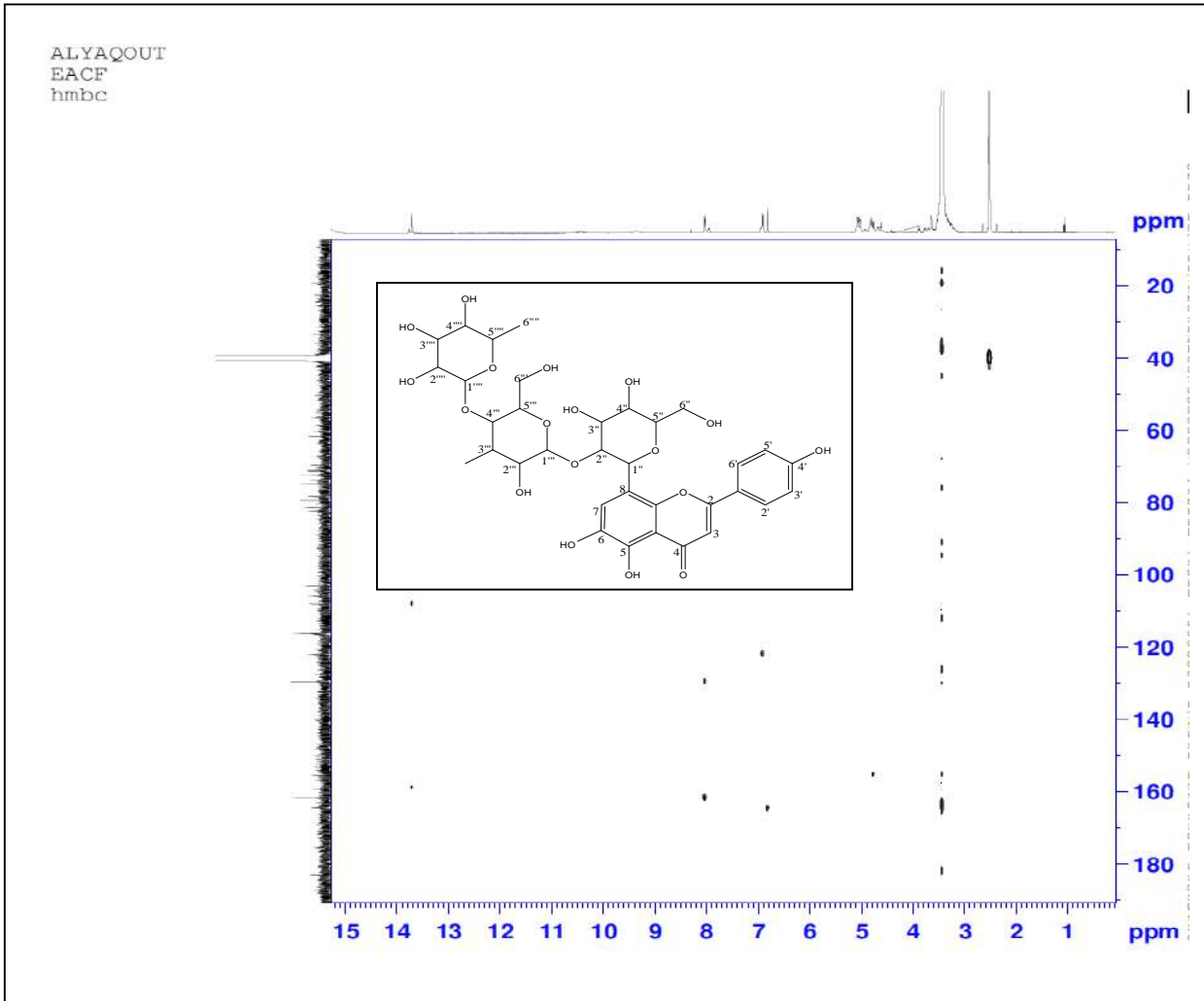


الشكل (45-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي COSY (ACF)

ALYAQOUT
EACF
hmqc

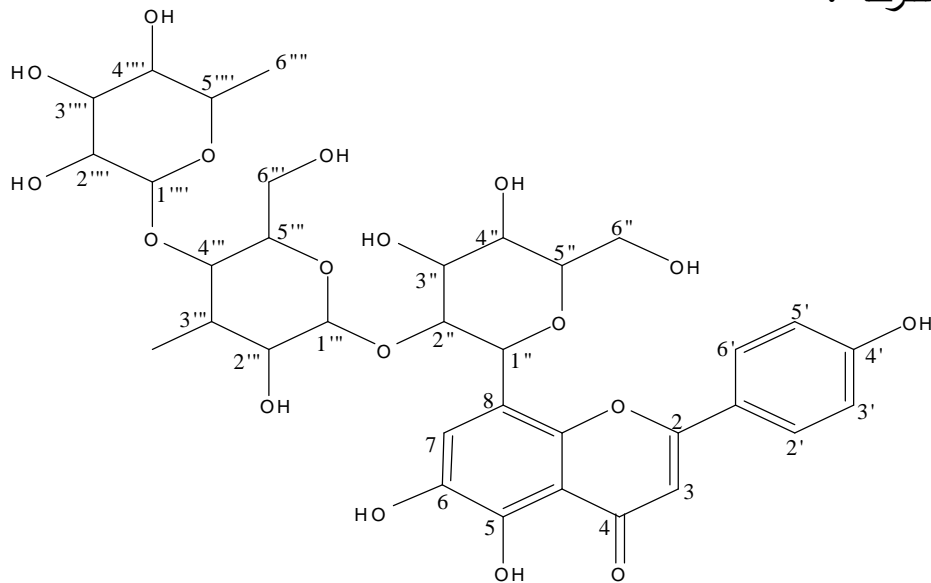


الشكل (46-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMQC (ACF)



الشكل (47-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMBc (ACF)

الصيغة المقترحة :



8-(4,5-dihydroxy-3-(3-hydroxy-6-(hydroxymethyl)-4-methyl-5-(3,4,5-trihydroxy-6-methyltetrahydro-2H-pyran-2-yloxy)tetrahydro-2H-pyran-2-yloxy)-6-(hydroxymethyl)tetrahydro-2H-pyran-2-yl)-5,6-dihydroxy-2-(4-hydroxyphenyl)-4H-chromen-4-one

Chemical Formula: $C_{34}H_{42}O_{18}$

Exact Mass: 738,24

IV-1-1-4-6- التعيين البنوي للمركب : (BM3(4))

1 - الفصل الكروماتوغرافي :

تم فصل هذا المركب من مستخلص البيتانول للازهار .

2 - مطيافية الكتلة :

[M-H] ⁺	[M+H] ⁺	[M+H] ⁺	[M+H] ⁺	الصيغة المجملة
[M-H] ⁺	3	2	1	الشظايا الموافقة
771,57	739,60	711,57	617,14	m/z

الصيغة المجملة للمركب : C₃₃H₄₀O₂₁

الكتلة المولية للمركب : M= 772 g/mol

عدد الحلقات والروابط في المركب :

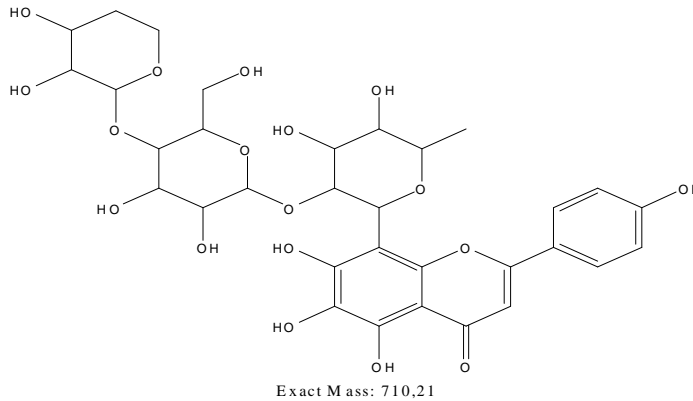
$$DBE = 1 + (2 \times 33 - 40) / 2 = 14$$

6 حلقات و 8 روابط ثنائية.

الاسم العلمي للمركب :

8-(3,4-dihydroxy -6-(hydroxymethyl) -5-(3, 4,5 -trihydroxy-6-(hydroxymethyl)tetrahydro-2H-pyran-2-yloxy] tetrahydro-2H-pyran-2-yloxy] -4,5-dihydroxy-6 -(hydroxymethyl)tetrahydro-2H-pyran-2-yl] -5, 6,7-trihydroxy-2-(4-hydroxyphenyl)-4H-chromen-4-one

الشظايا الموافقة هي :

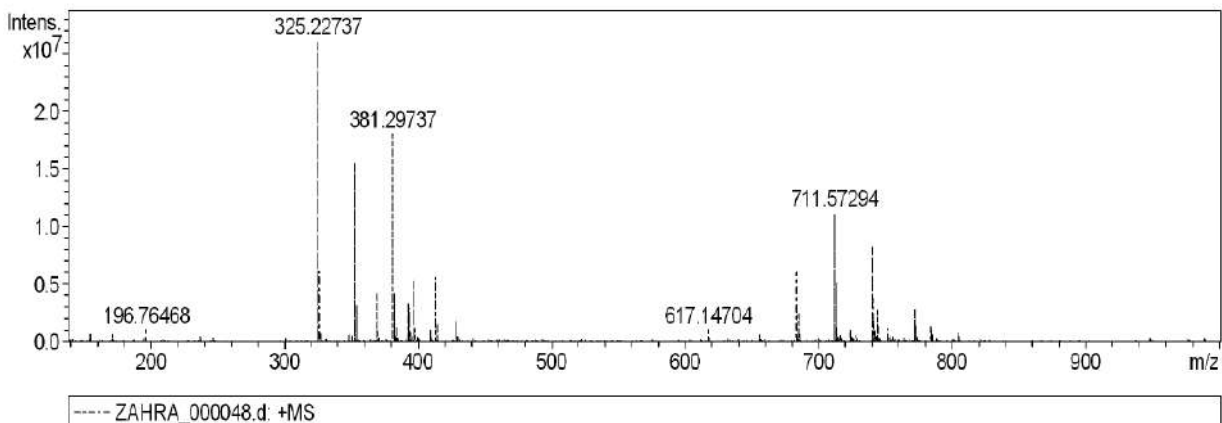


Analysis Info

Analysis Name D:\Data\2013AUG01\ZAHRA_000048.d
Method ESI pos April 17 2009
Sample Name BM3(4)
Comment MEOH+H2O

Acquisition Date 8/13/2013 10:12:13 AM

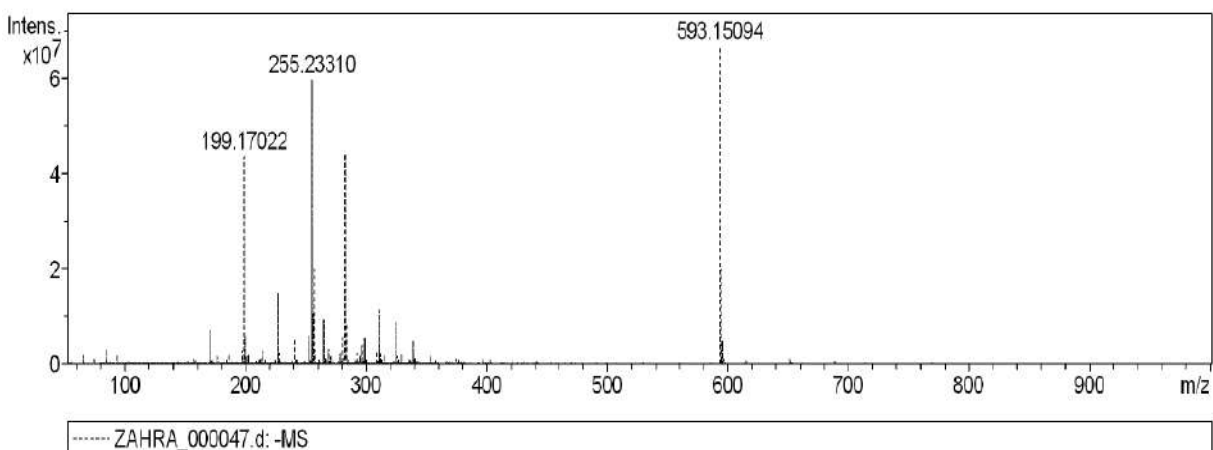
Operator FTMS User
Instrument apex-IV

Acquisition Parameter**Analysis Info**

Analysis Name D:\Data\2013AUG01\ZAHRA_000047.d
Method esp neg 28sep
Sample Name BM3(4)
Comment MEOH+H2O

Acquisition Date 8/13/2013 10:09:25 AM

Operator FTMS User
Instrument apex-IV

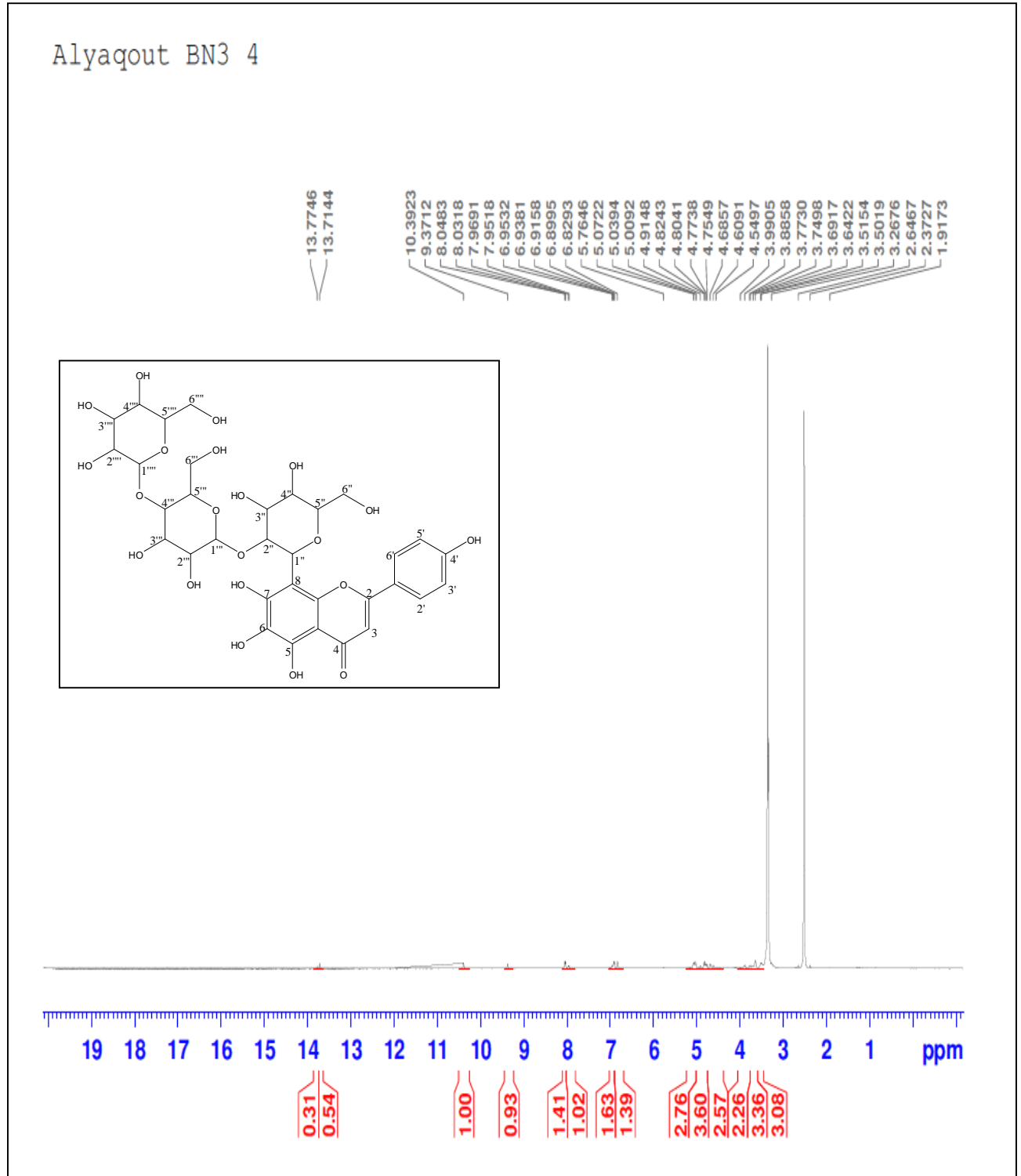
Acquisition Parameter

الشكل (48-IV) : طيف الكتلة للمركب (BM3(4))

3 - مطيافية الرنين النووي المغناطيسي RMN :

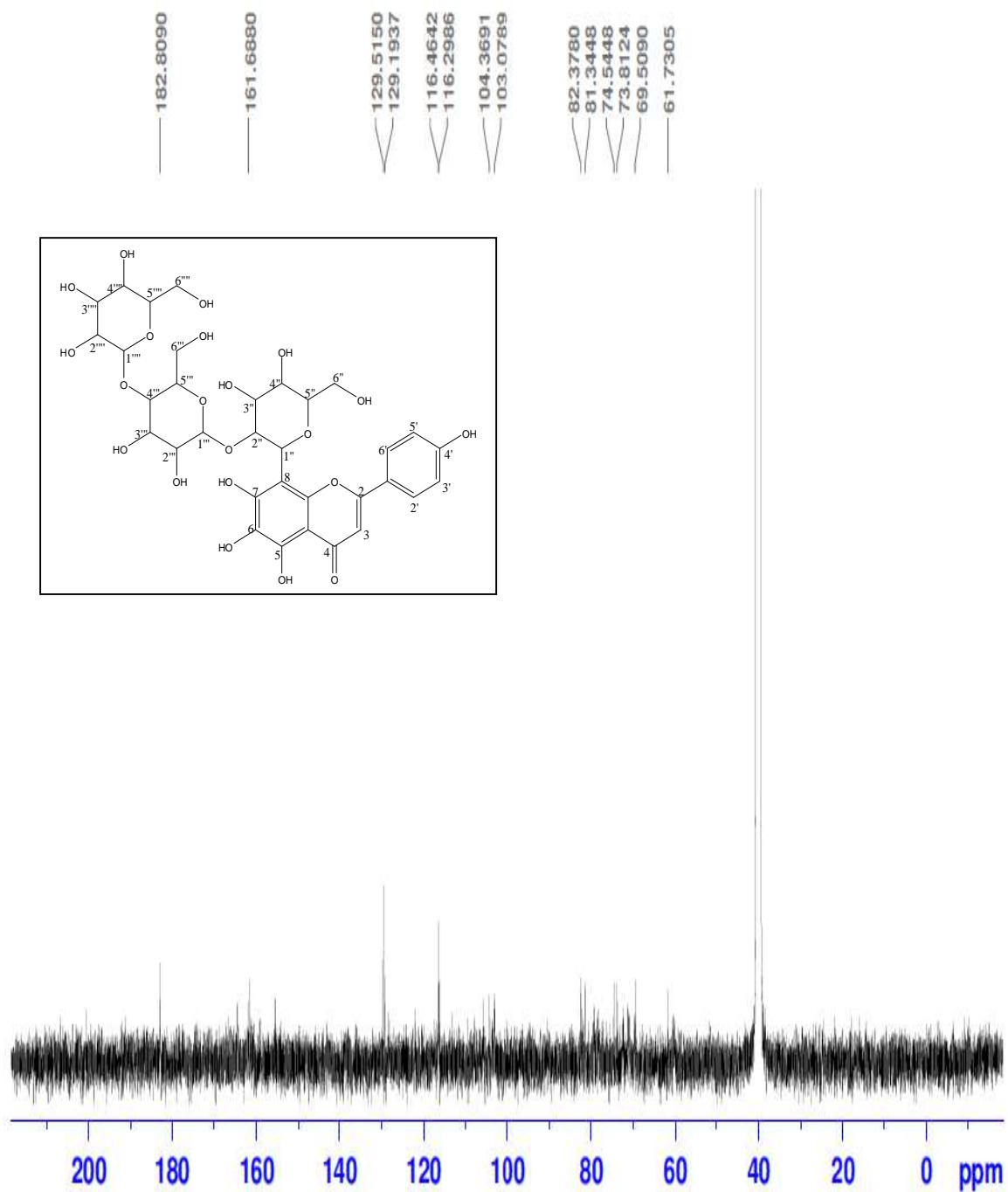
تم تطبيق مختلف مطيافية الرنين النووي المغناطيسي

RMN ¹H , RMN ¹³C , DEPT135 , DEPT90 , COSY , HMQC , HMBC



الشكل (49-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي RMN ¹H (BM3(4))

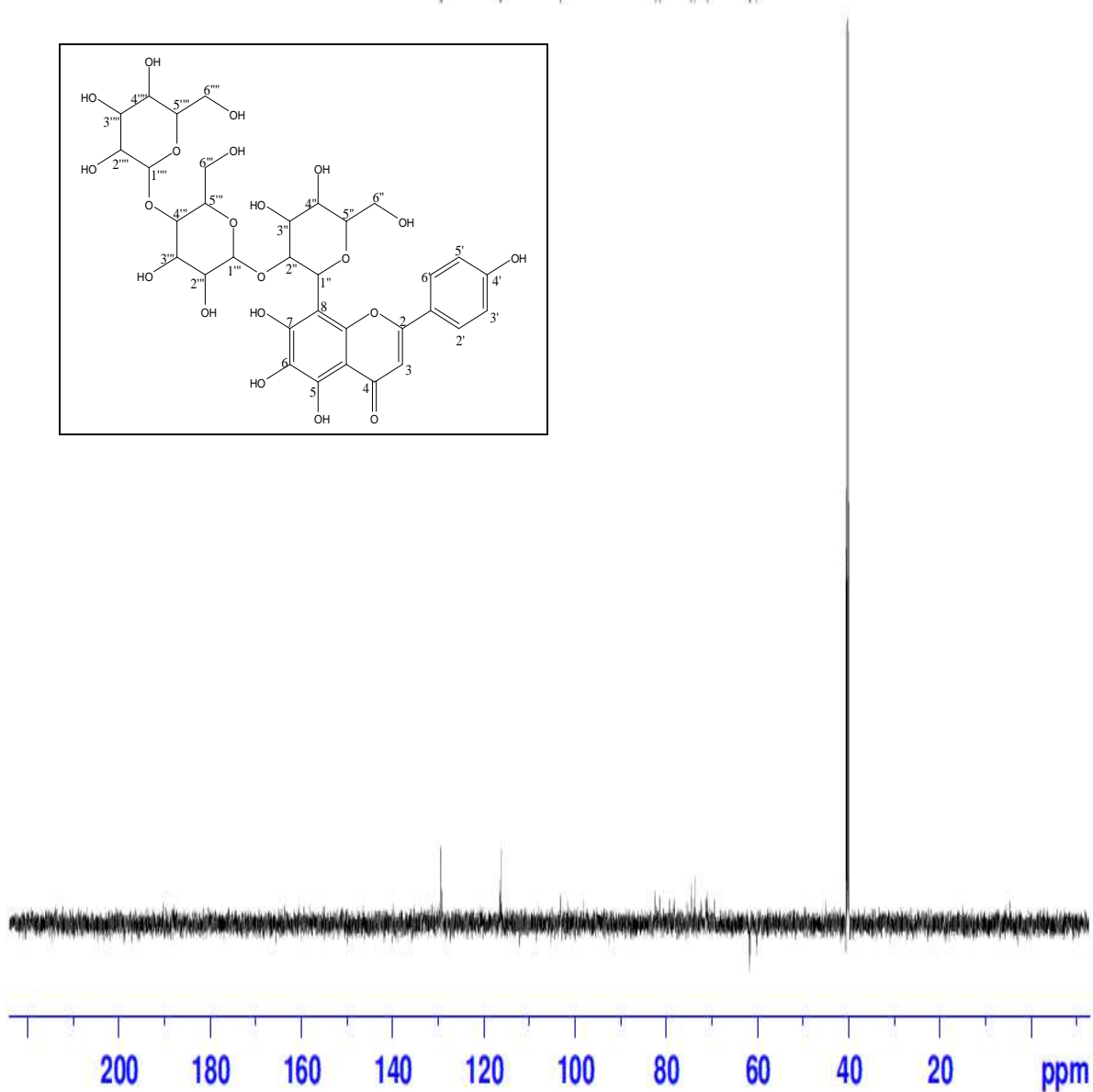
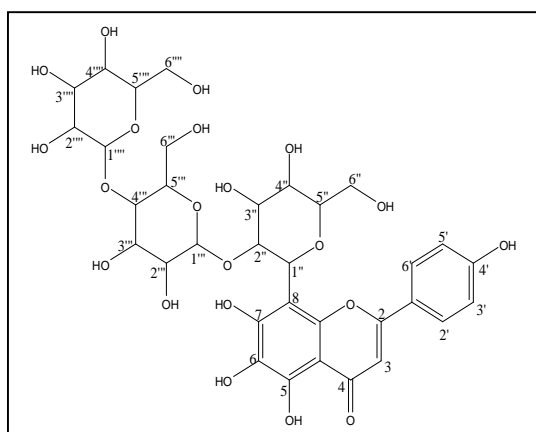
Alyaqout BN3 4
C13



الشكل (50-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^{13}C RMN (BM3(4))

Alyaqout BN3 4
DEPT135

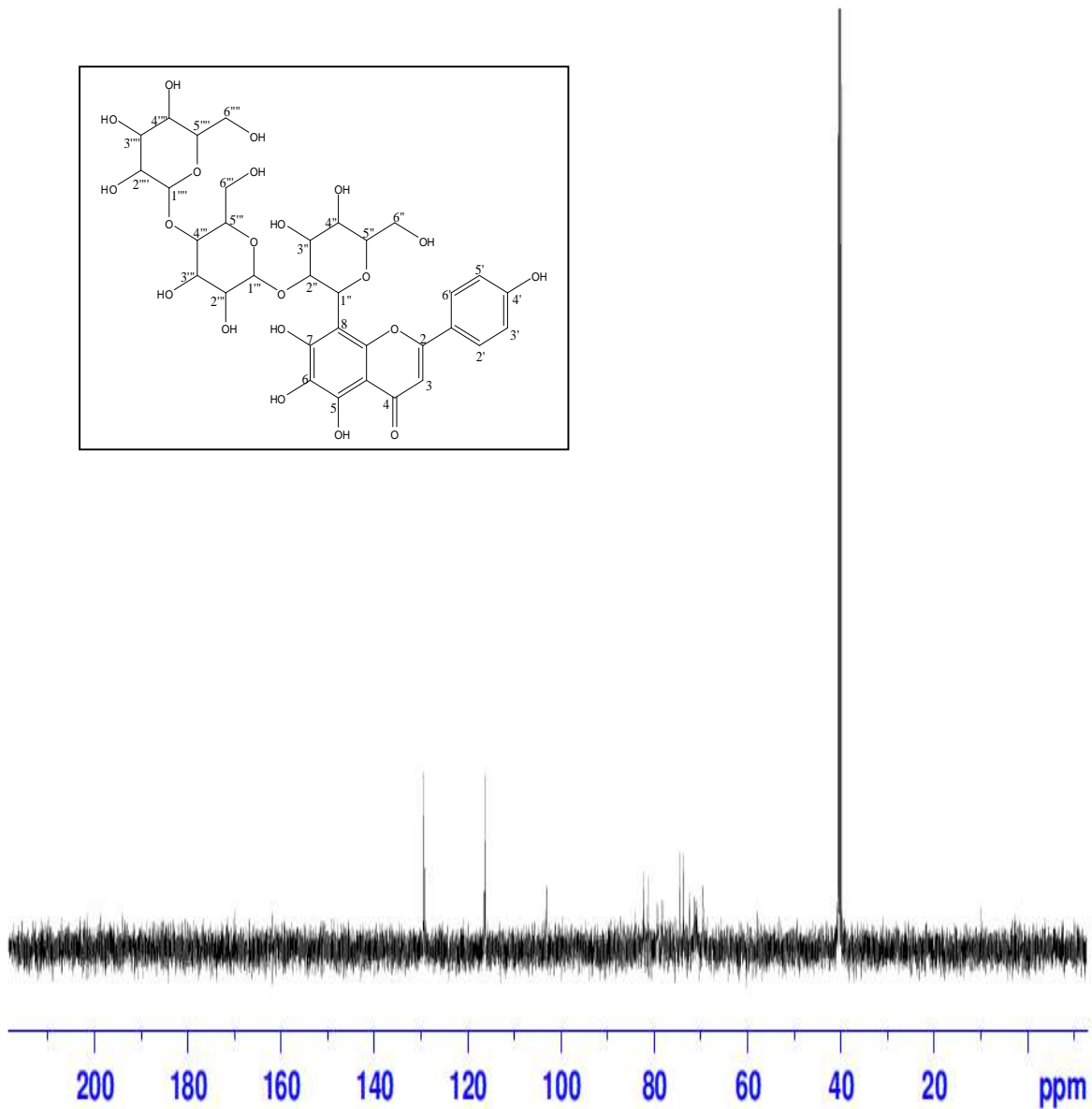
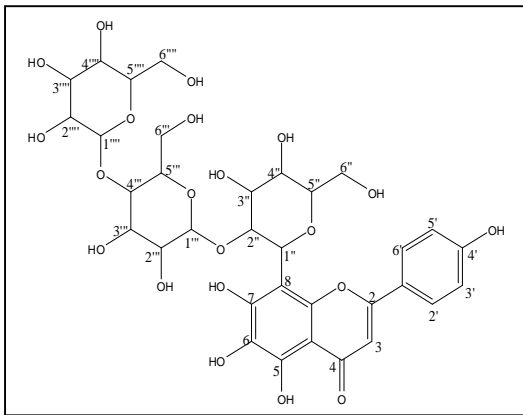
129.5173
129.2104
116.4653
116.2947
103.0624
82.3573
81.3473
74.5360
73.8095
70.9078
61.7352
61.6157
60.2687



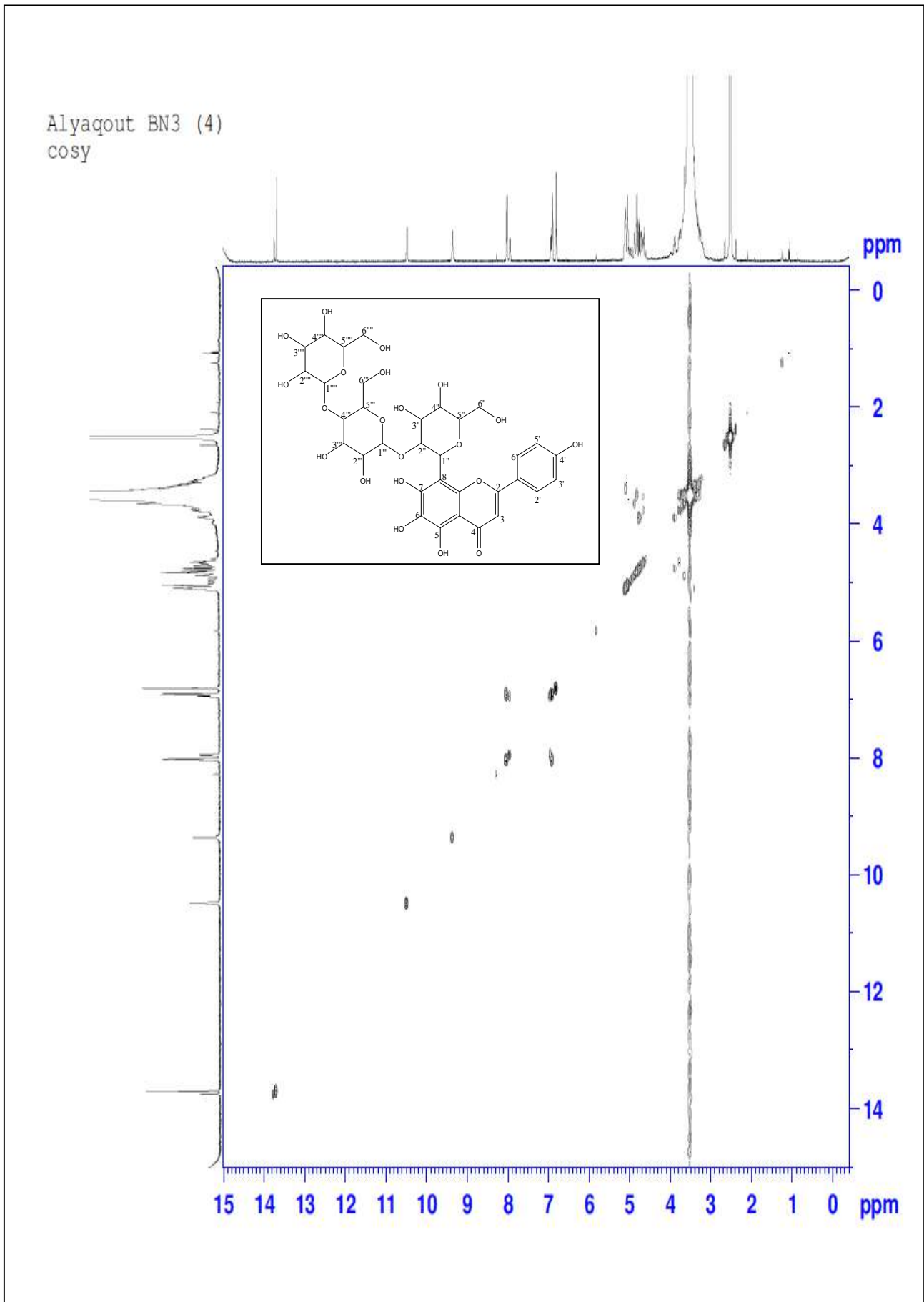
الشكل (51-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي DEPT135 (BM3(4))

Alyaqout BN3 4
DEPT90

129.5143
129.1969
116.4674
116.2934
103.0949
82.3841
81.3200
74.5402
73.8027
72.4143
69.4892

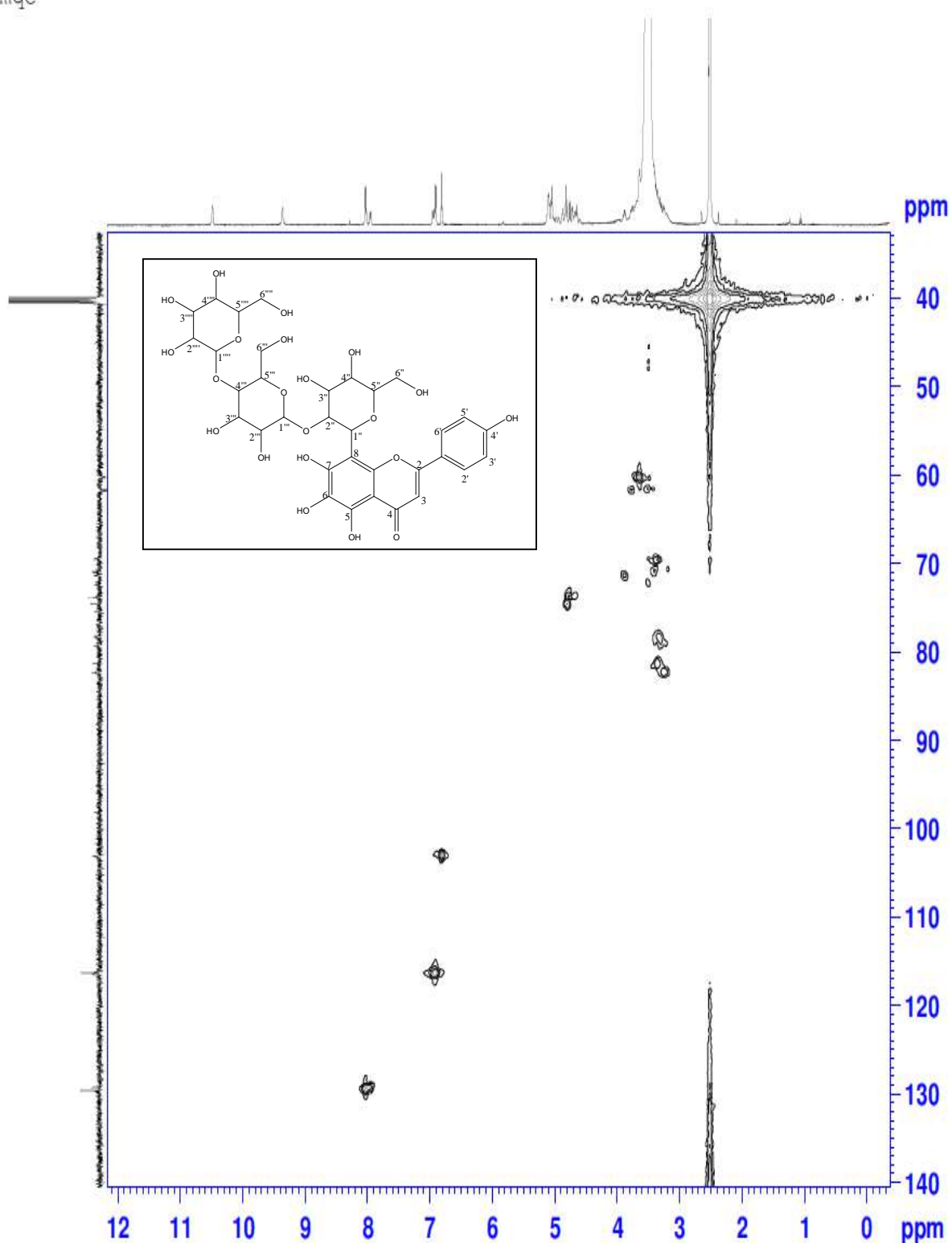


الشكل (52-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي DEPT90 (BM3(4))

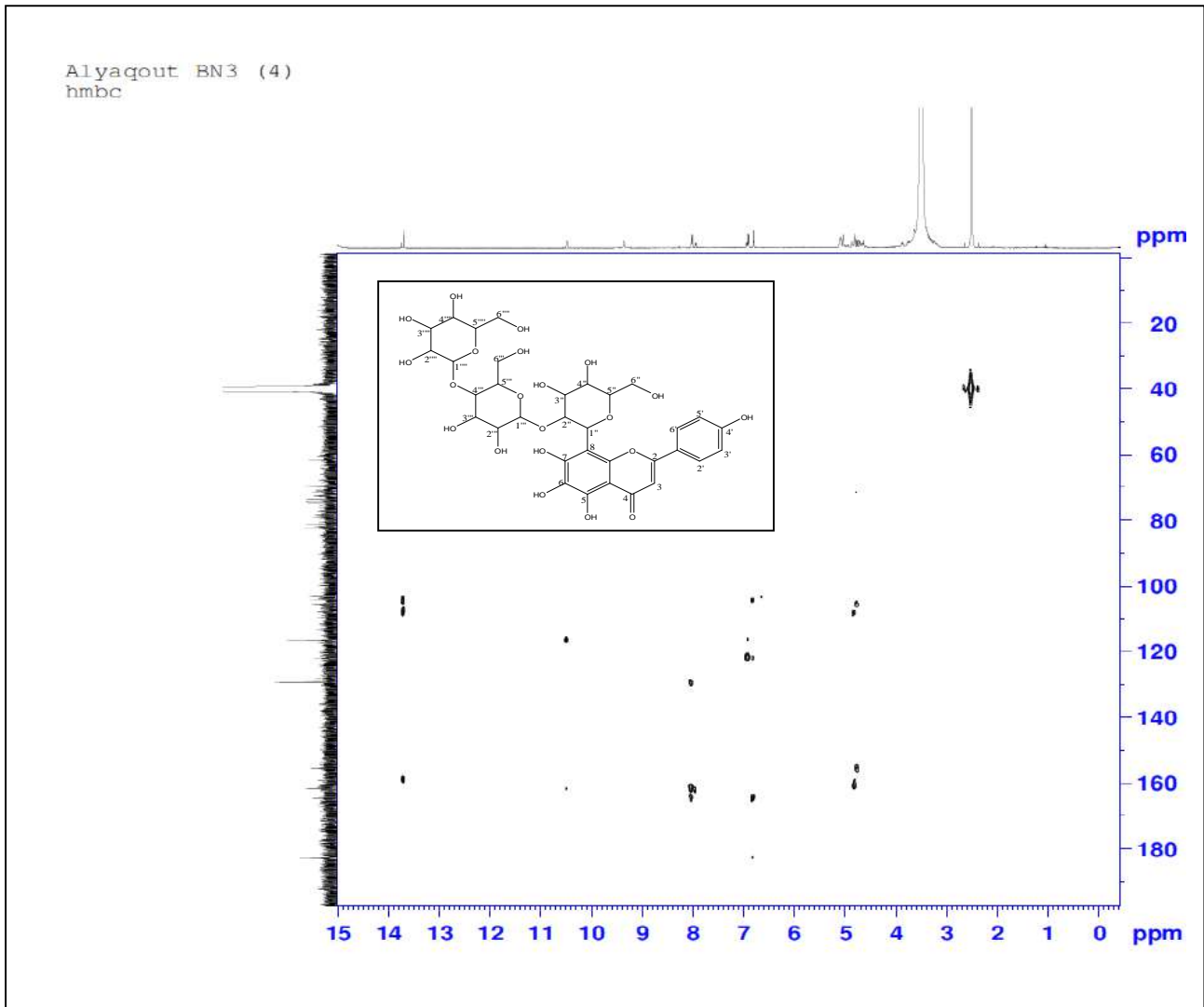


الشكل (53-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي COSY (BM3(4))

Alyaqout BN3 (4)
hmqc

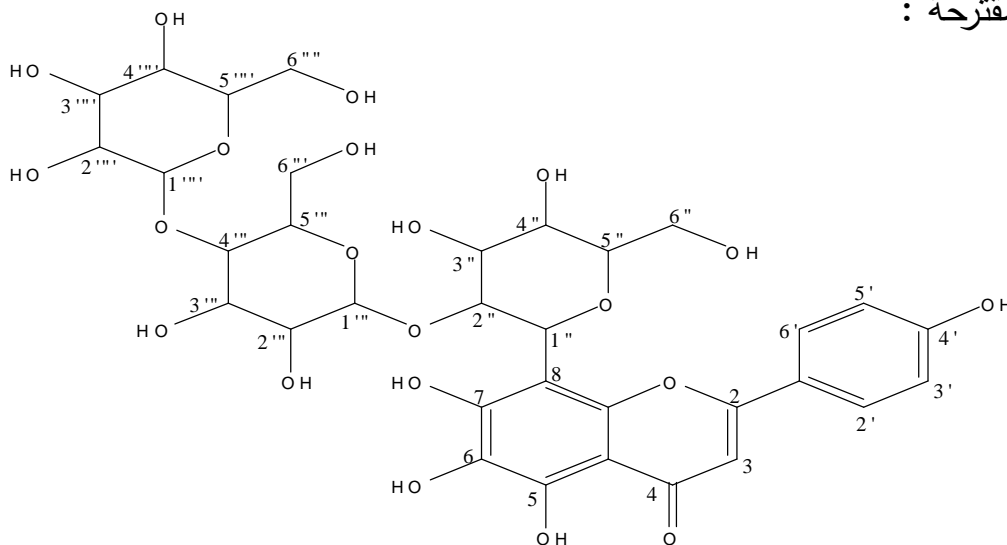


الشكل (54-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMQC (BM3(4))



الشكل (55-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMBC (BM3(4))

الصيغة المقترحة :



8-(3-(3,4-dihydroxy-6-(hydroxymethyl)-5-(3,4,5-trihydroxy-6-(hydroxymethyl)tetrahydro-2H-pyran-2-yloxy)tetrahydro-2H-pyran-2-yloxy)-4,5-dihydroxy-6-(hydroxymethyl)tetrahydro-2H-pyran-2-yl)-5,6,7-trihydroxy-2-(4-hydroxyphenyl)-4H-chromen-4-one

Chemical Formula: $C_{33}H_{40}O_{21}$

Exact Mass: 772,21

IV-1-1-1-7-4-التعيين البنوي للمركب : (BF2(6))

1 - الفصل الكروماتوغرافي :

تم فصل هذا المركب من مستخلص البيتانول للازهار .

2 - مطيافية الكتلة :

[M-H] ⁺	[M-H] ⁺	[M+H] ⁺	[M+H] ⁺	[M+H] ⁺	الصيغة المجملة
4	3	[M+H] ⁺	2	1	الشظايا الموافقة
686,44	413,26	783,48	617,10	381,29	m/z

الصيغة المجملة للمركب : C₃₆H₄₆O₁₉

الكتلة المولية للمركب : M= 782 g/mol

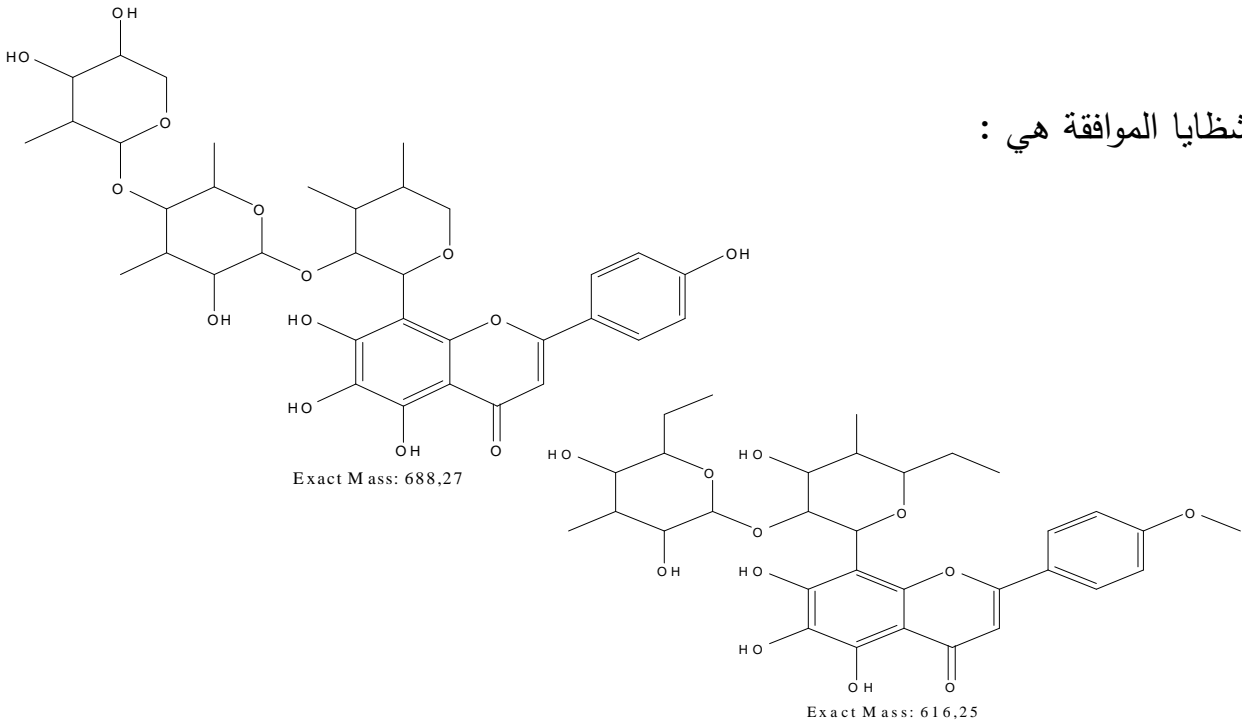
عدد الحلقات والروابط في المركب :

$$DBE = 1 + (2 \times 36 - 46) / 2 = 14$$

6 حلقات و 8 روابط ثنائية.

الاسم العلمي للمركب :

8-(3-(4,5 -dihydroxy -6-(hydroxymethyl) -3 -methyltetrahydro-2H-pyran-2-yloxy] -3-hydroxy-6 -(hydroxymethyl) -4 -methyltetrahydro-2H-pyran-2-yloxy] -4,5-dihydroxy-6 -(hydroxymethyl)tetrahydro-2H-pyran-2-yl] -5, 6,7-trihydroxy-2-(4-hydroxyphenyl)-4H-chromen-4-one

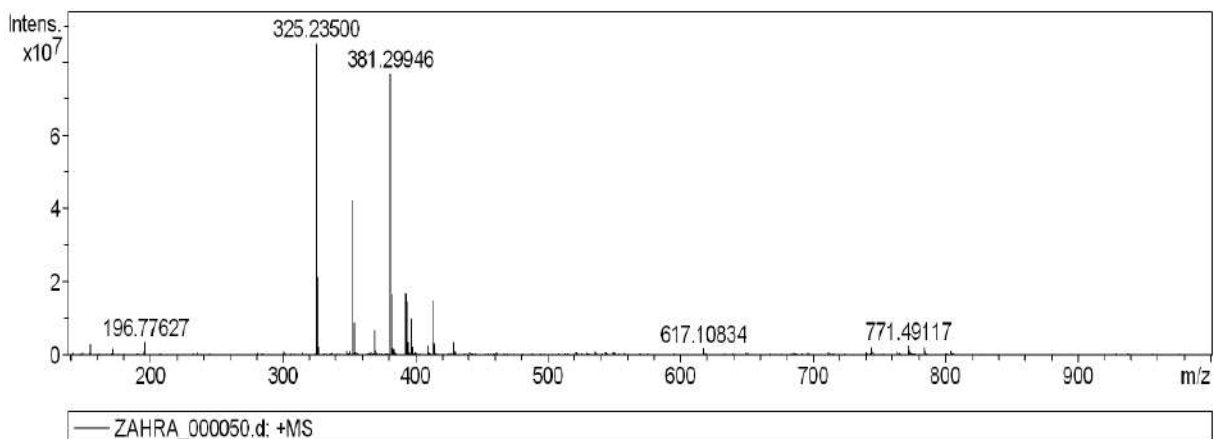


Analysis Info

Analysis Name D:\Data\2013AUG01\ZAHRA_000050.d
Method ESI pos April 17 2009
Sample Name BF2(6)
Comment MEOH+H2O

Acquisition Date 8/13/2013 10:38:52 AM

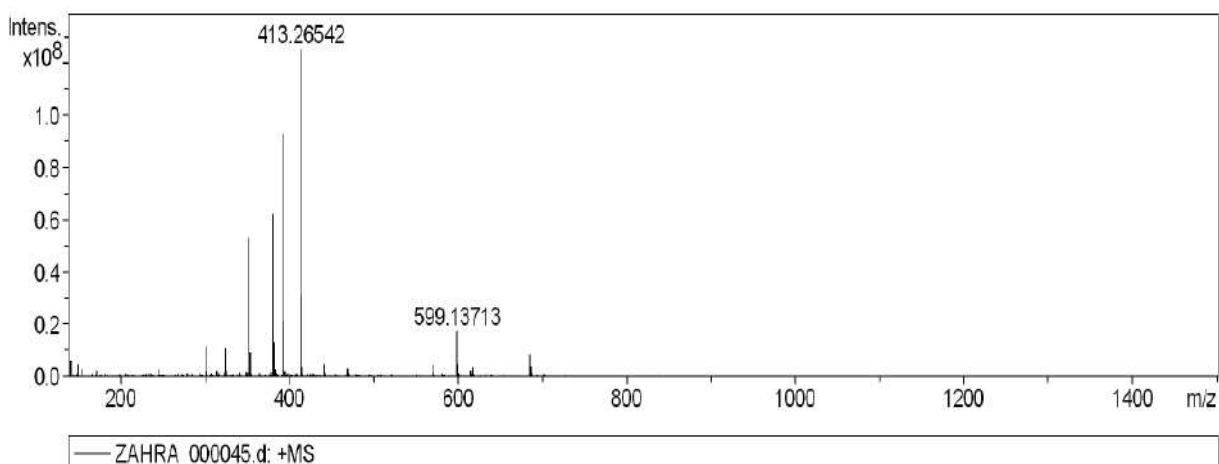
Operator FTMS User
Instrument apex-IV

Acquisition Parameter**Analysis Info**

Analysis Name D:\Data\2013AUG01\ZAHRA_000045.d
Method ESI pos April 17 2009
Sample Name BM2(6)
Comment MEOH+H2O

Acquisition Date 8/13/2013 9:53:48 AM

Operator FTMS User
Instrument apex-IV

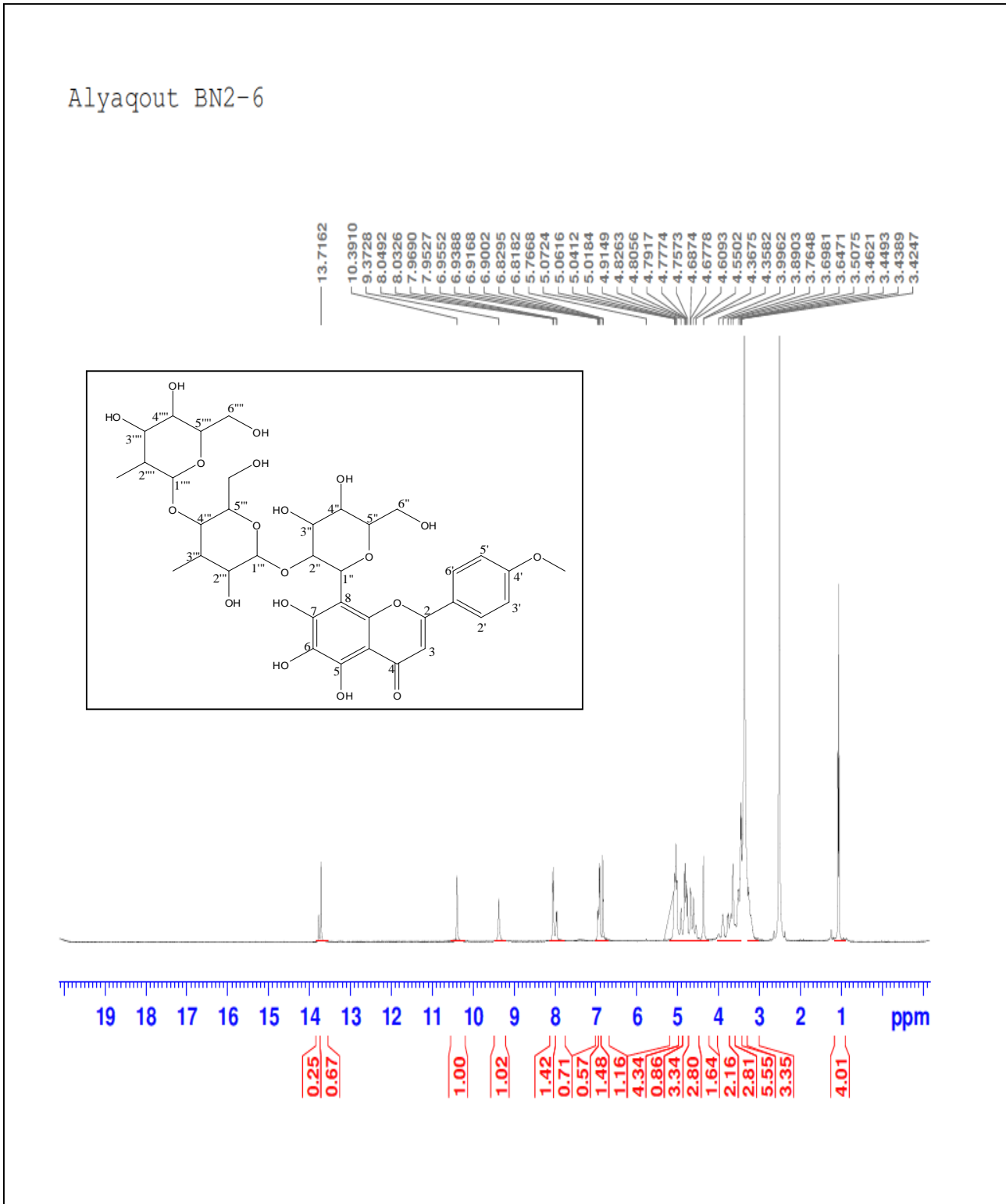
Acquisition Parameter

الشكل (56-IV) : طيف الكتلة للمركب (BF2(6))

3 - مطيافية الرنين النووي المغناطيسي RMN :

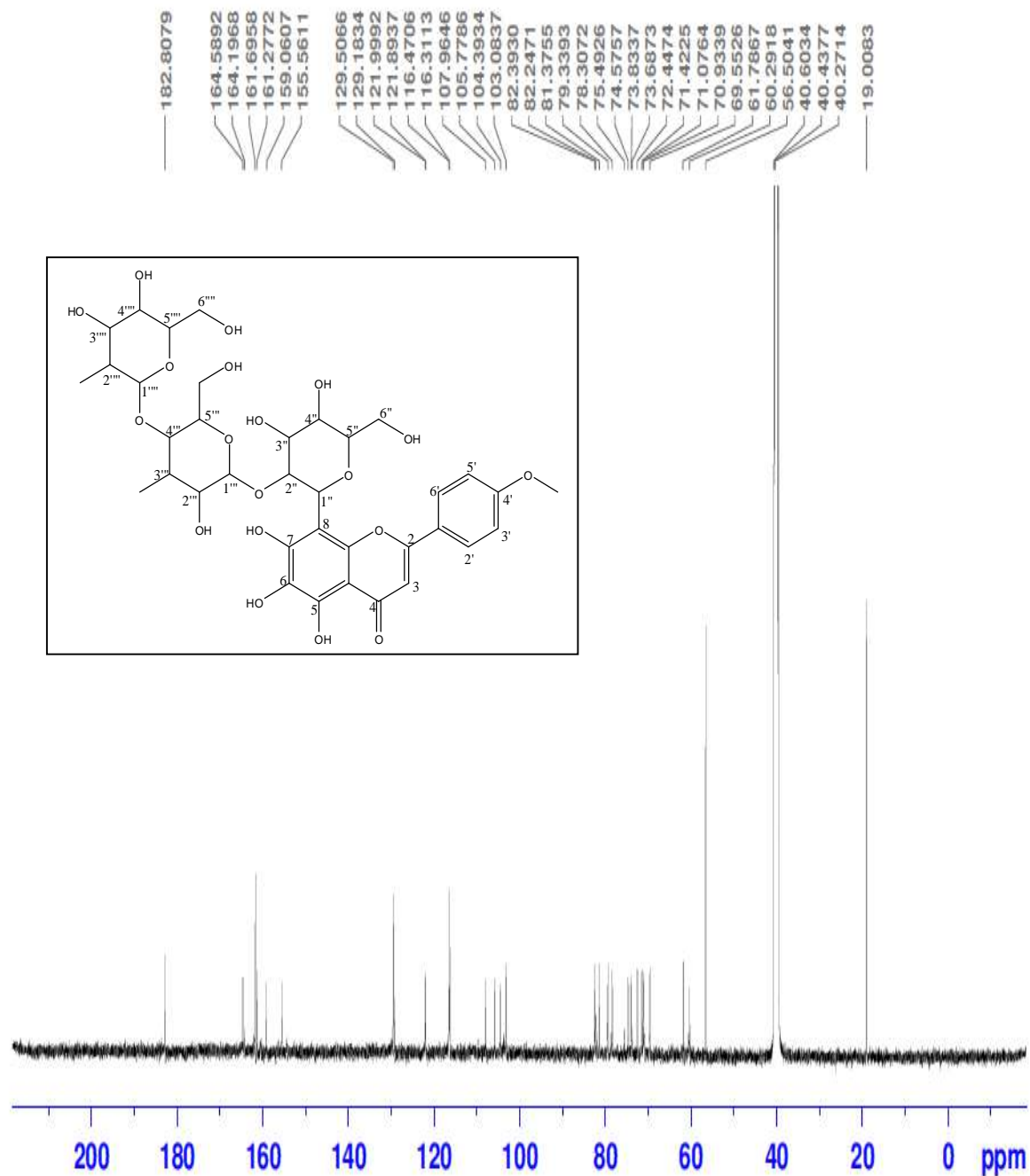
تم تطبيق مختلف مطيافية الرنين النووي المغناطيسي

RMN ¹H , RMN ¹³C , DEPT135 , DEPT90 , COSY , HMQC , HMBC



الشكل (57-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي RMN ¹H (BF2(6))

Alyaqout BN2-6
c13



الشكل (58-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^{13}C RMN (BF₂(6))

Alyaqout BN2-6
dept135

129.5099
129.1864

116.4660
116.3028

103.0786

82.3891
82.2554

81.3607
79.3218

78.5251
78.2915

75.4824
74.5595

73.8238
73.6774

72.4357
71.4000

70.9198
69.5272

61.7637
60.4991

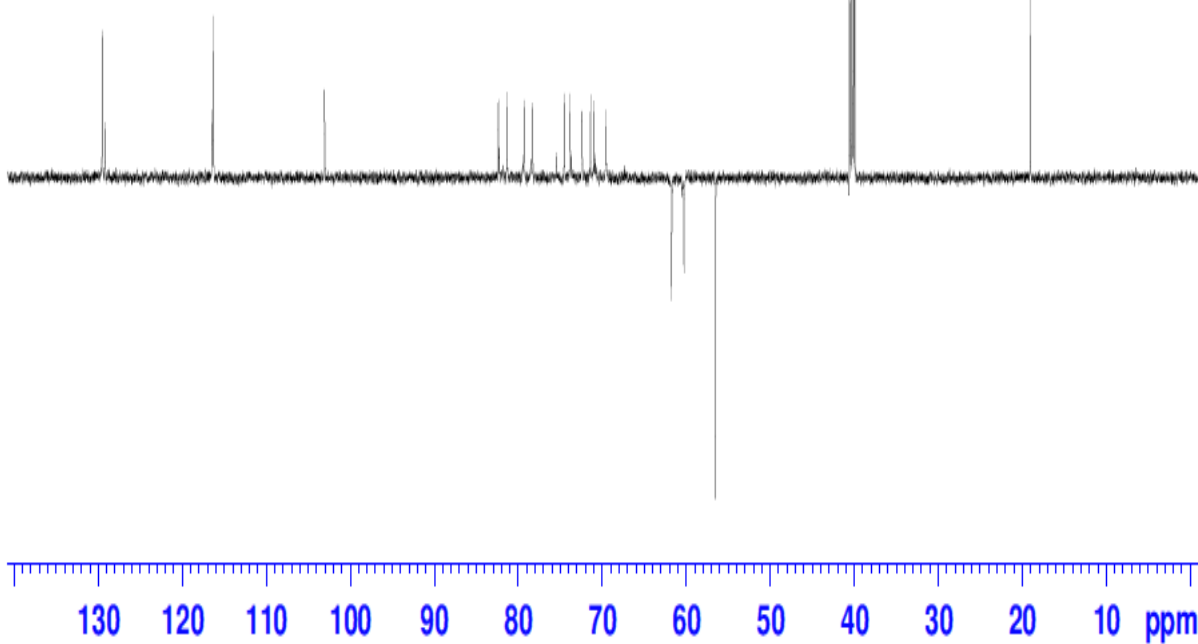
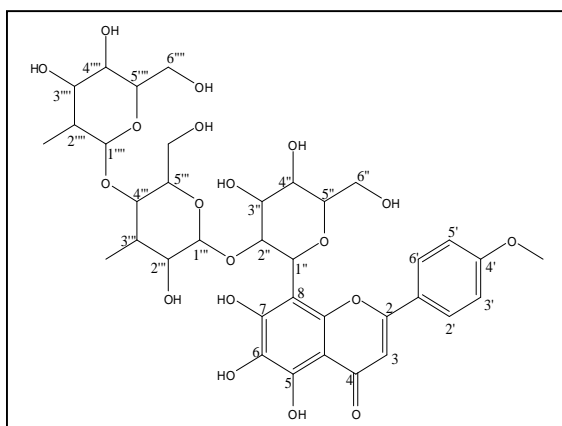
60.2687
56.5012

40.6723
40.5795

40.4118
40.2446

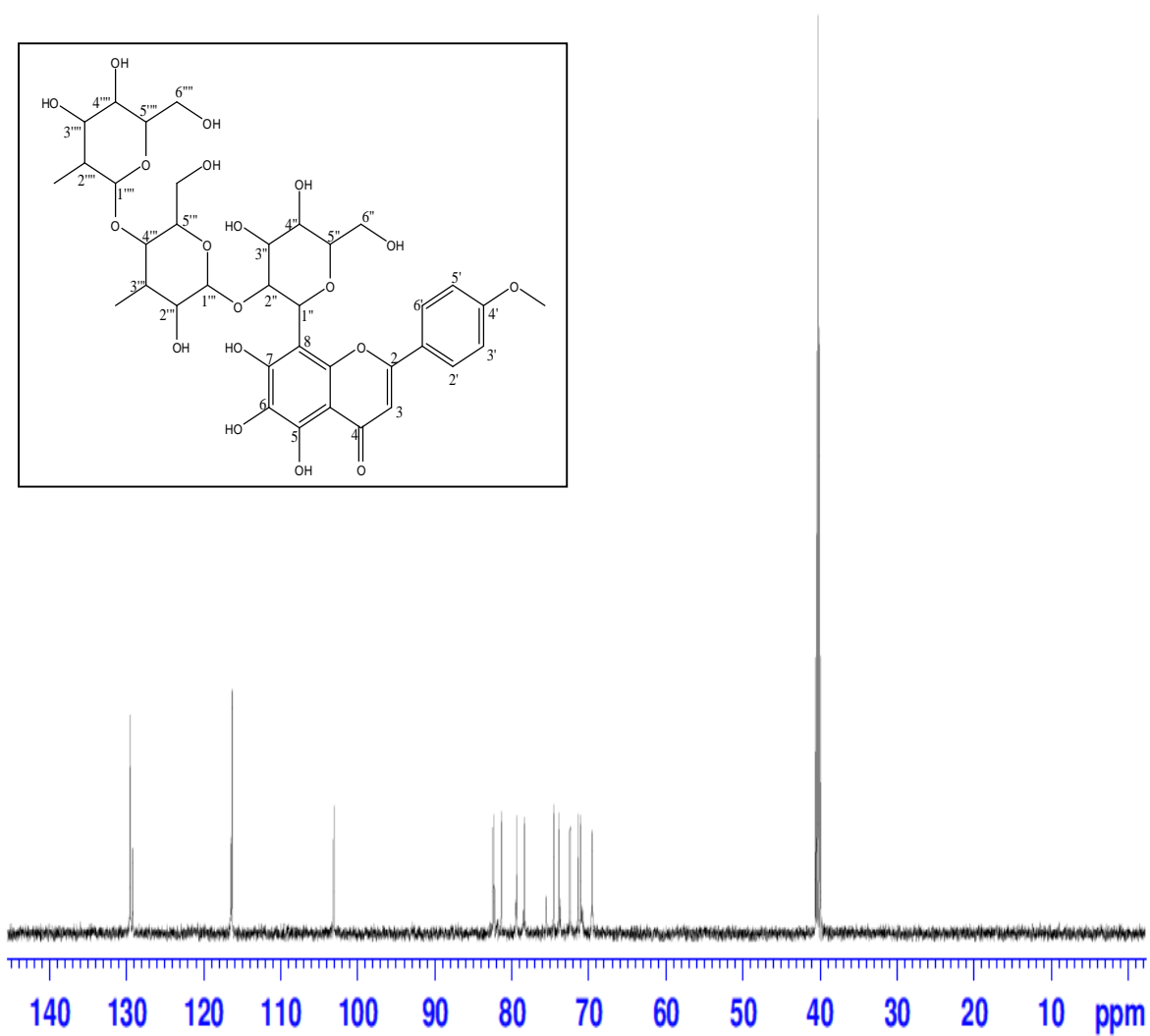
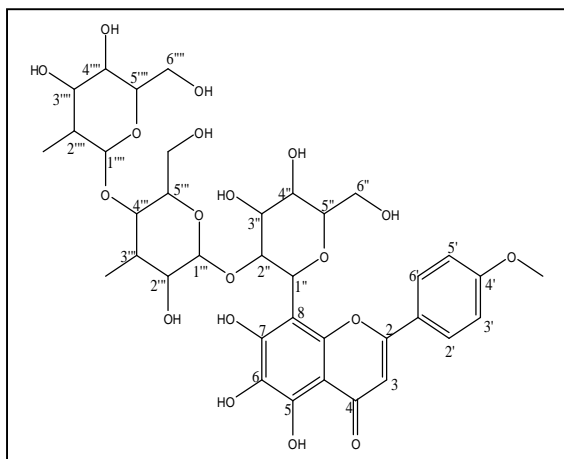
40.0772
39.9099

19.0143



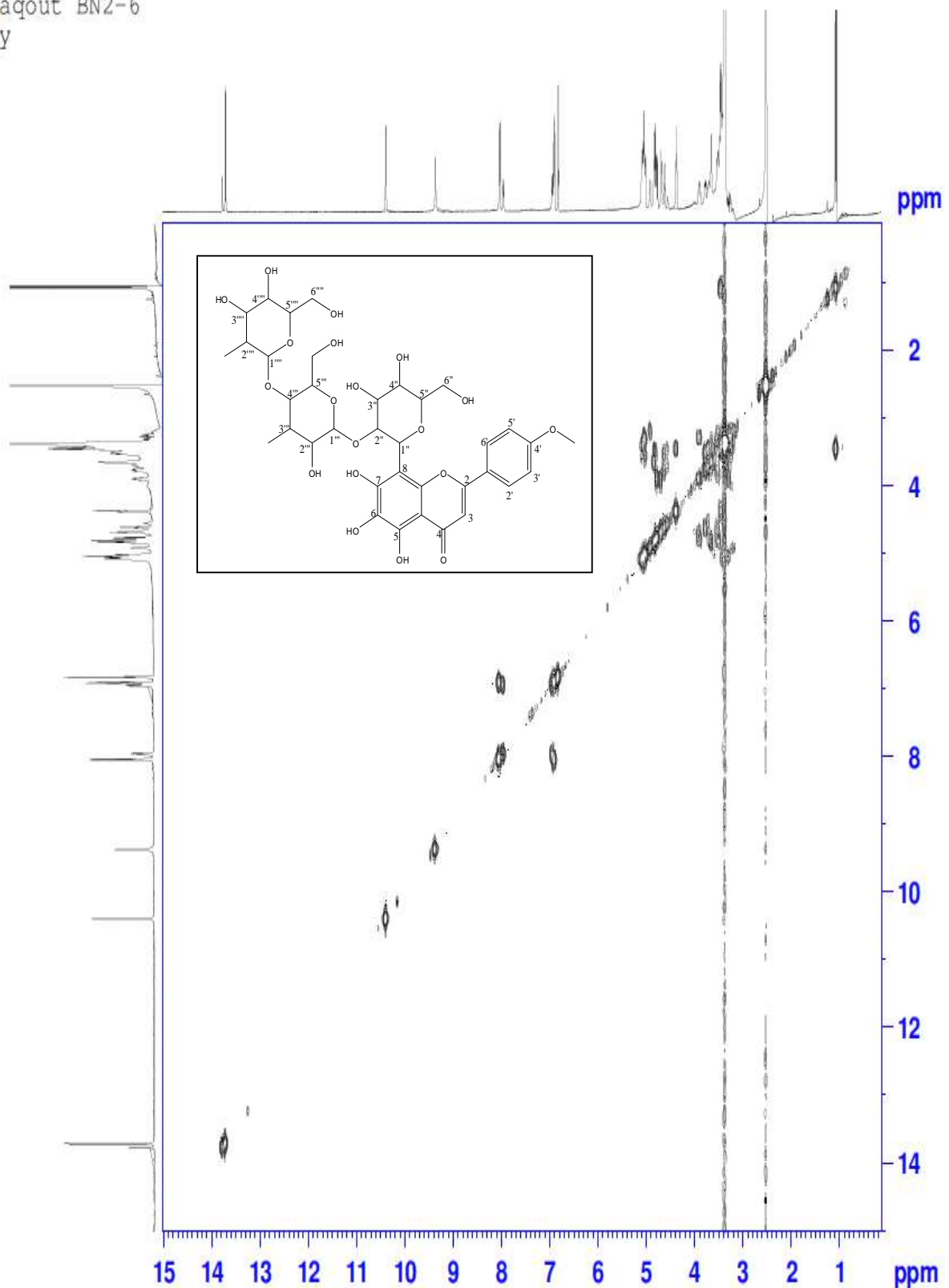
الشكل (59-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي DEPT135 (BF₂(6))

Alyaqout BN2-6
dept90



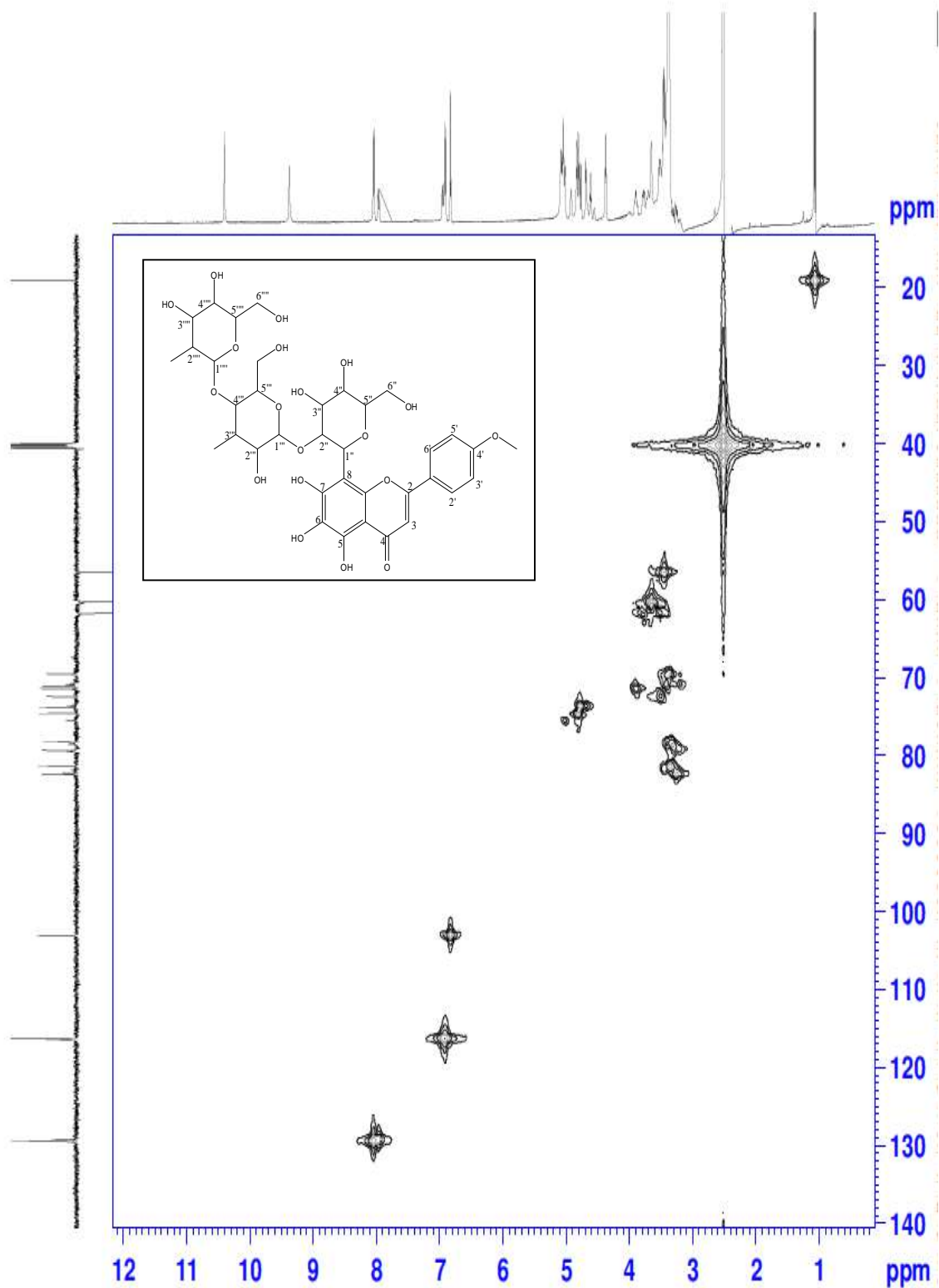
الشكل (60-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي DEPT90 (BF₂(6))

Alyaqout BN2-6
cosy

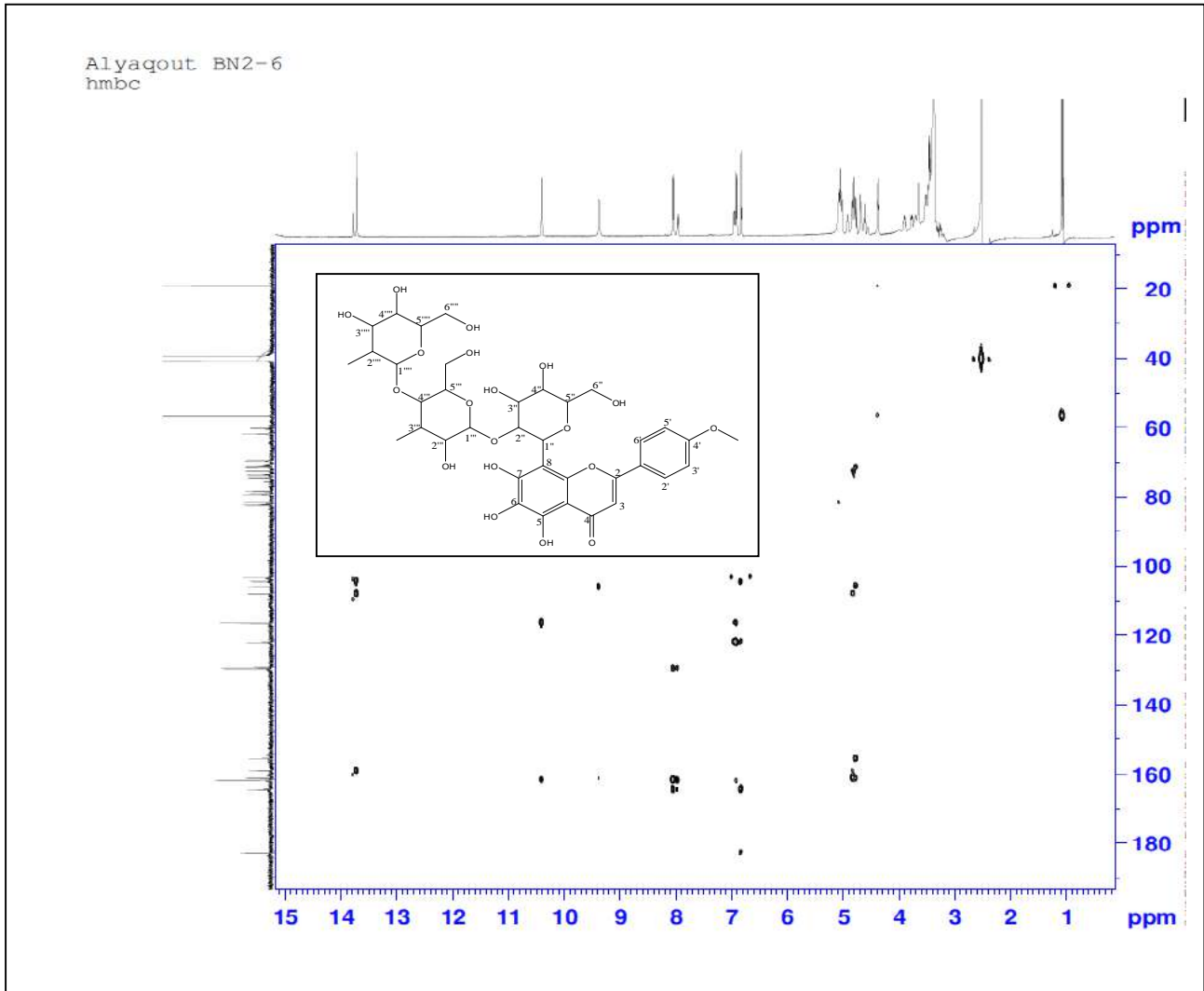


الشكل (61-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي COSY (BF2(6))

Alyaqout BN2-6
hmqc

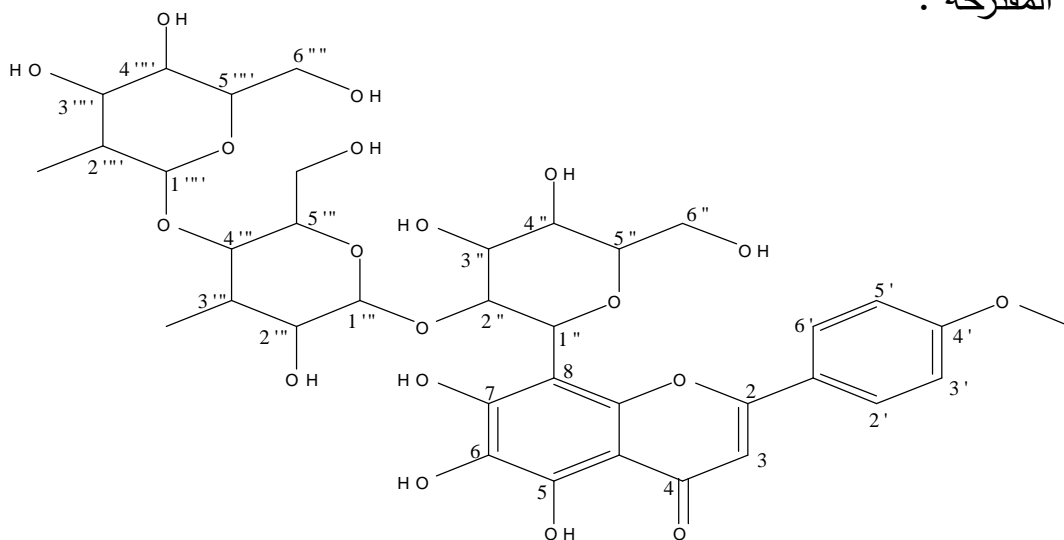


الشكل (62-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMQC (BF₂(6))



الشكل (63-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMBC (BF₂(6))

الصيغة المقترحة :



8-(3-(5-(4,5-dihydroxy-6-(hydroxymethyl)-3-methyltetrahydro-2H-pyran-2-yloxy)-3-hydroxy-6-(hydroxymethyl)-4-methyltetrahydro-2H-pyran-2-yloxy)-4,5-dihydroxy-6-(hydroxymethyl)tetrahydro-2H-pyran-2-yl)-5,6,7-trihydroxy-2-(4-methoxyphenyl)-4H-chromen-4-one

Chemical Formula: C₃₆H₄₆O₁₉

Exact Mass: 782,26

IV-1-1-4-8- التعيين البنوي للمركب : (BM6(6))

1 - التحليل الكروماتوغرافي :

تم فصل هذا المركب من مستخلص البيتانول للازهار .

2 - مطيافية الكتلة :

[M-H] ⁺	[M-H] ⁺	[M+H] ⁺	[M+H] ⁺	[M+H] ⁺	الصيغة المجملة
4	3	[M+H] ⁺	2	1	الشظايا الموافقة
593,14	393,27	739,60	711,57	325,22	m/z

الصيغة المجملة للمركب : C₂₇H₃₀O₁₅

الكتلة المولية للمركب : M= 594 g/mol

عدد الحلقات والروابط في المركب :

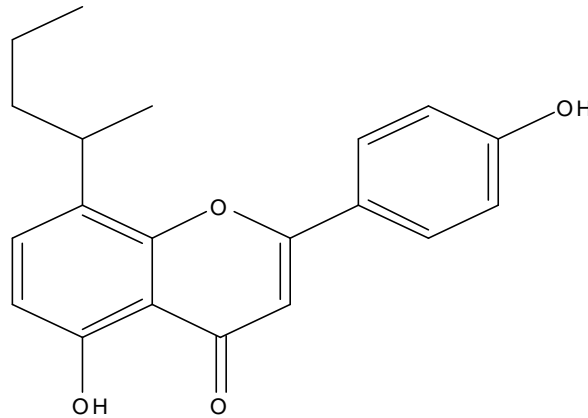
$$DBE = 1 + (2 \times 27 - 30) / 2 = 13$$

8 حلقات و 5 روابط ثنائية.

الاسم العلمي للمركب :

5,6,7-trihydroxy-2-(4-hydroxyphenyl)-8-(3,4,4',5,5'-pentahydroxy-6,6'-bis(hydroxymethyl)octahydro-2H,2'H-2,3'-bipyran-2'-yl)-4H-chromen-4-one

الشظايا الموافقة هي :



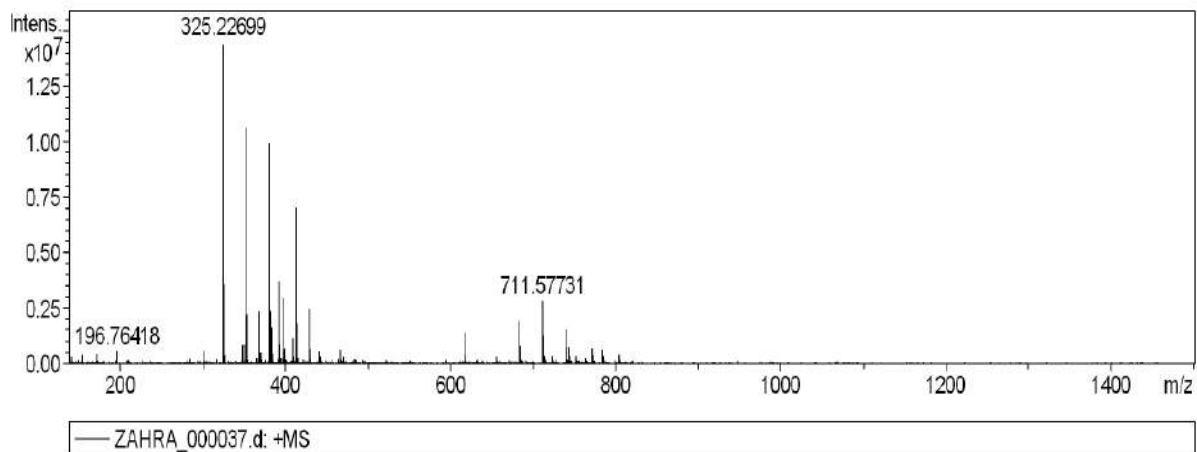
Exact Mass: 324,14

Analysis Info

Analysis Name D:\Data\2013AUG01\ZAHRA_000037.d
Method ESI pos April 17 2009
Sample Name MB(6)
Comment MEOH+H2O

Acquisition Date 8/12/2013 11:09:31 AM

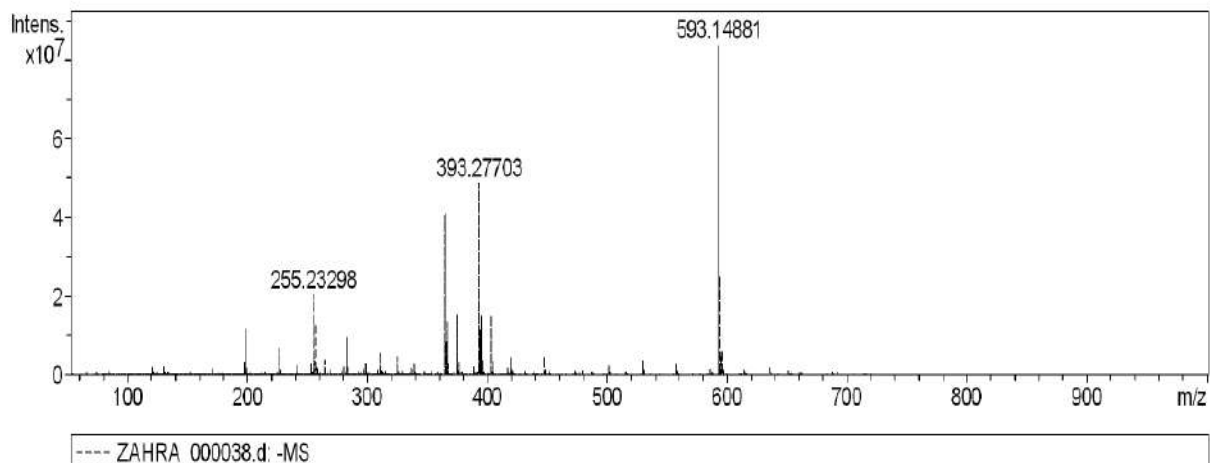
Operator FTMS User
Instrument apex-IV

Acquisition Parameter**Analysis Info**

Analysis Name D:\Data\2013AUG01\ZAHRA_000038.d
Method esp neg 28sep
Sample Name MB6(6)
Comment MEOH+H2O

Acquisition Date 8/12/2013 11:11:07 AM

Operator FTMS User
Instrument apex-IV

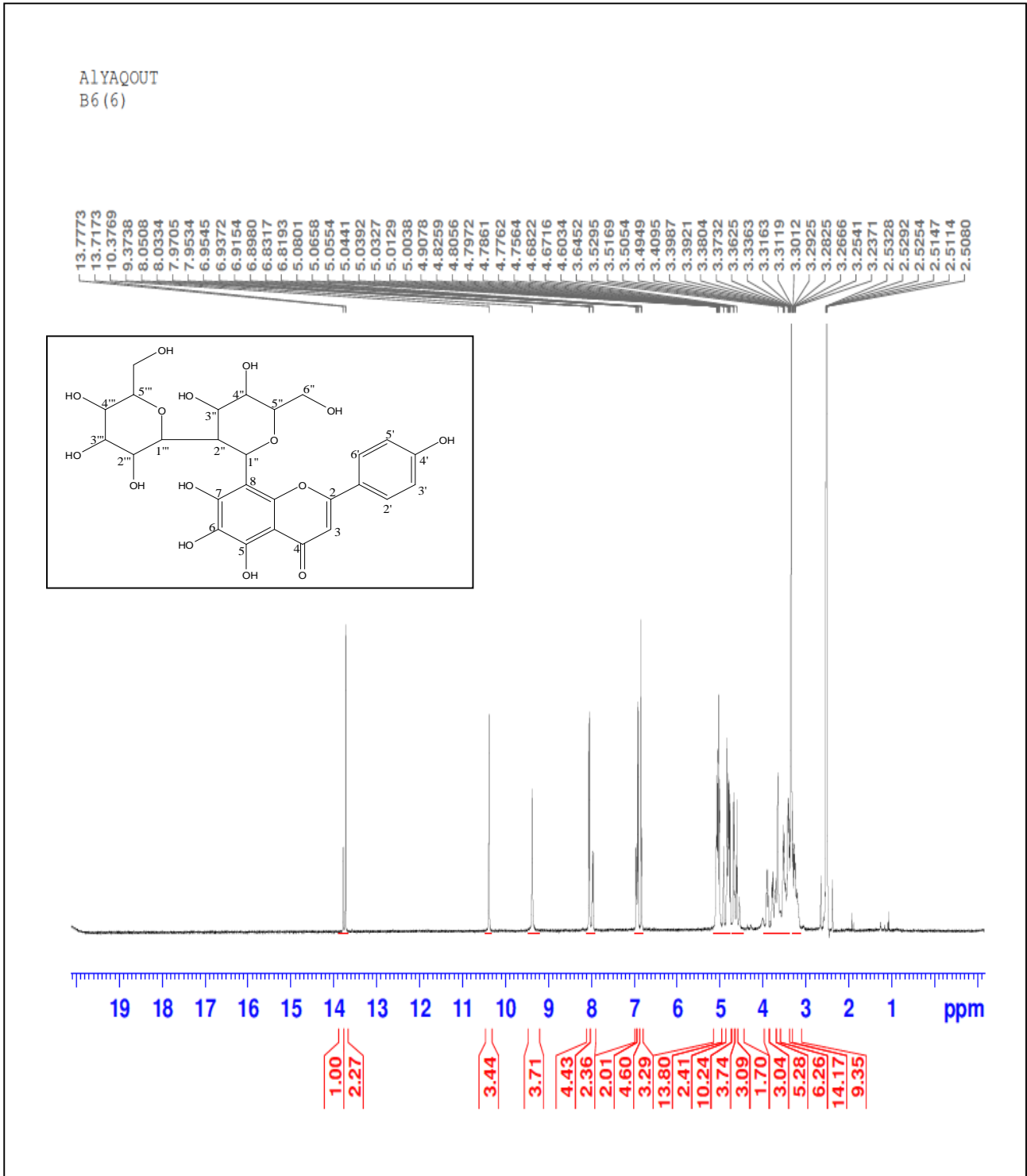
Acquisition Parameter

الشكل (64-IV) : طيف الكتلة للمركب (BM6(6))

3 - مطيافية الرنين النووي المغناطيسي RMN :

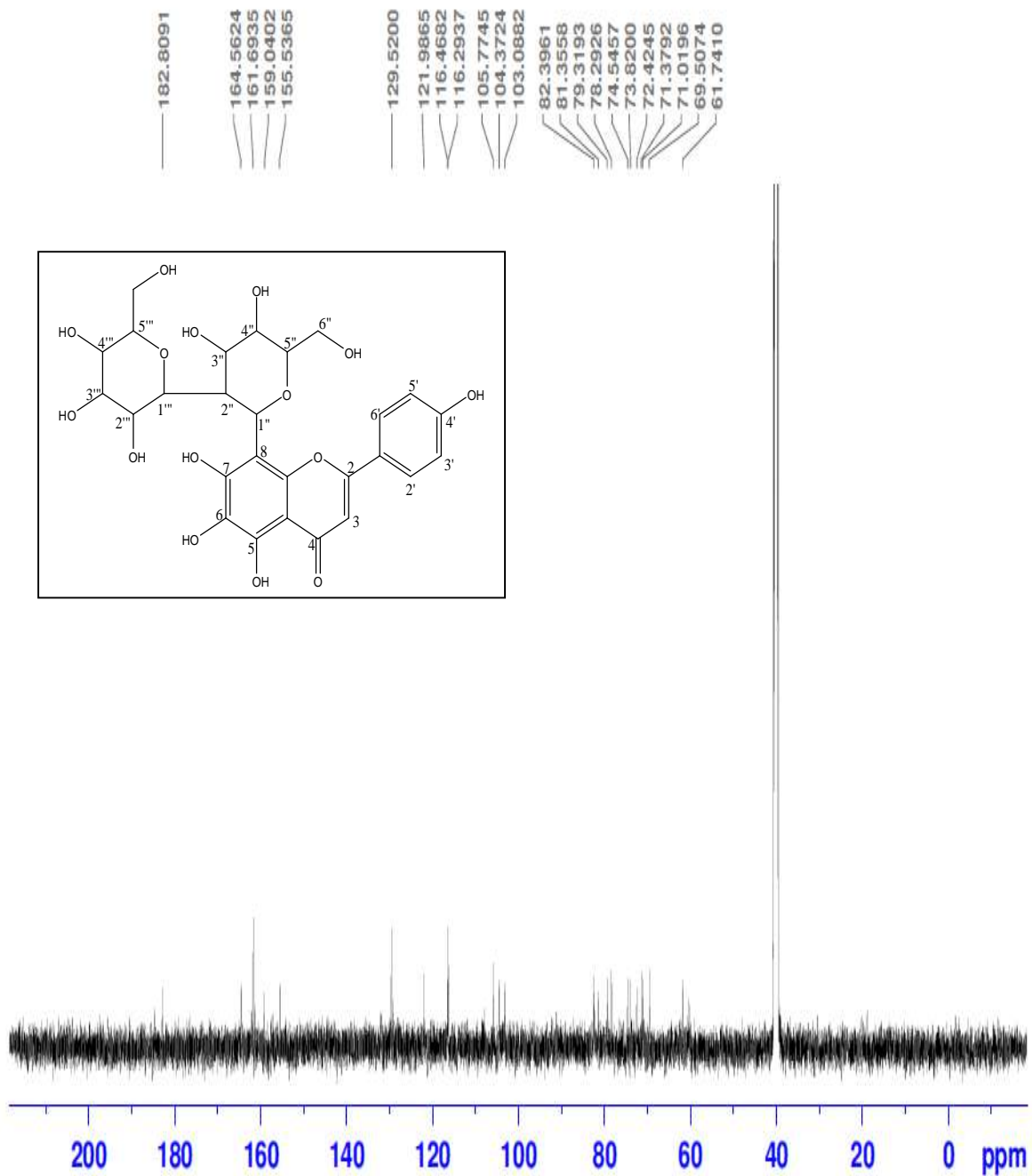
تم تطبيق مختلف مطيافية الرنين النووي المغناطيسي

RMN ^1H , RMN ^{13}C , DEPT135 , COSY , HMQC , HMBC



الشكل (65-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^1H RMN (BM6(6))

AlYAQOUT
B6(6)
c13



الشكل (66-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^{13}C RMN (BM6(6))

AIYAQOUT
B6(6)
dept135

129.5014

116.3442

103.0471

82.2901

81.2901

79.1986

78.1554

74.5279

73.7778

72.3878

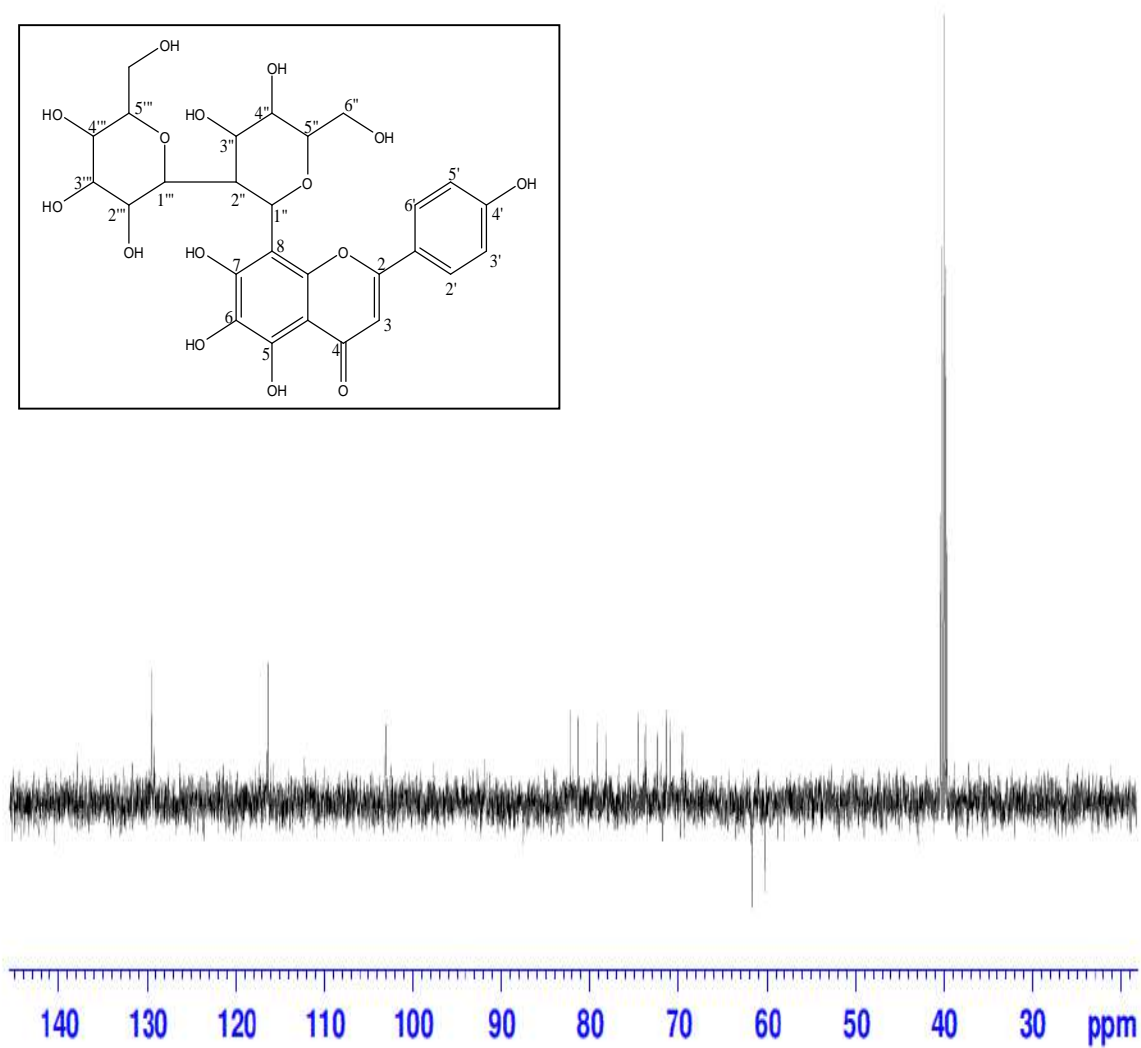
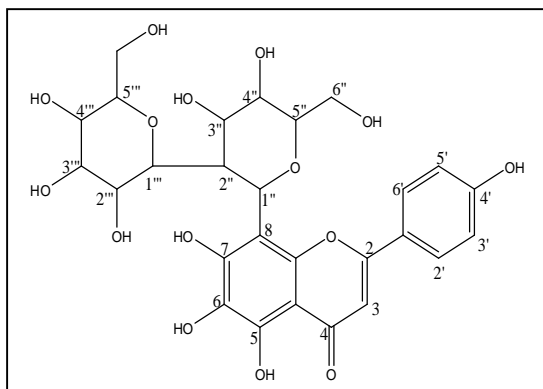
71.4246

71.0138

69.5000

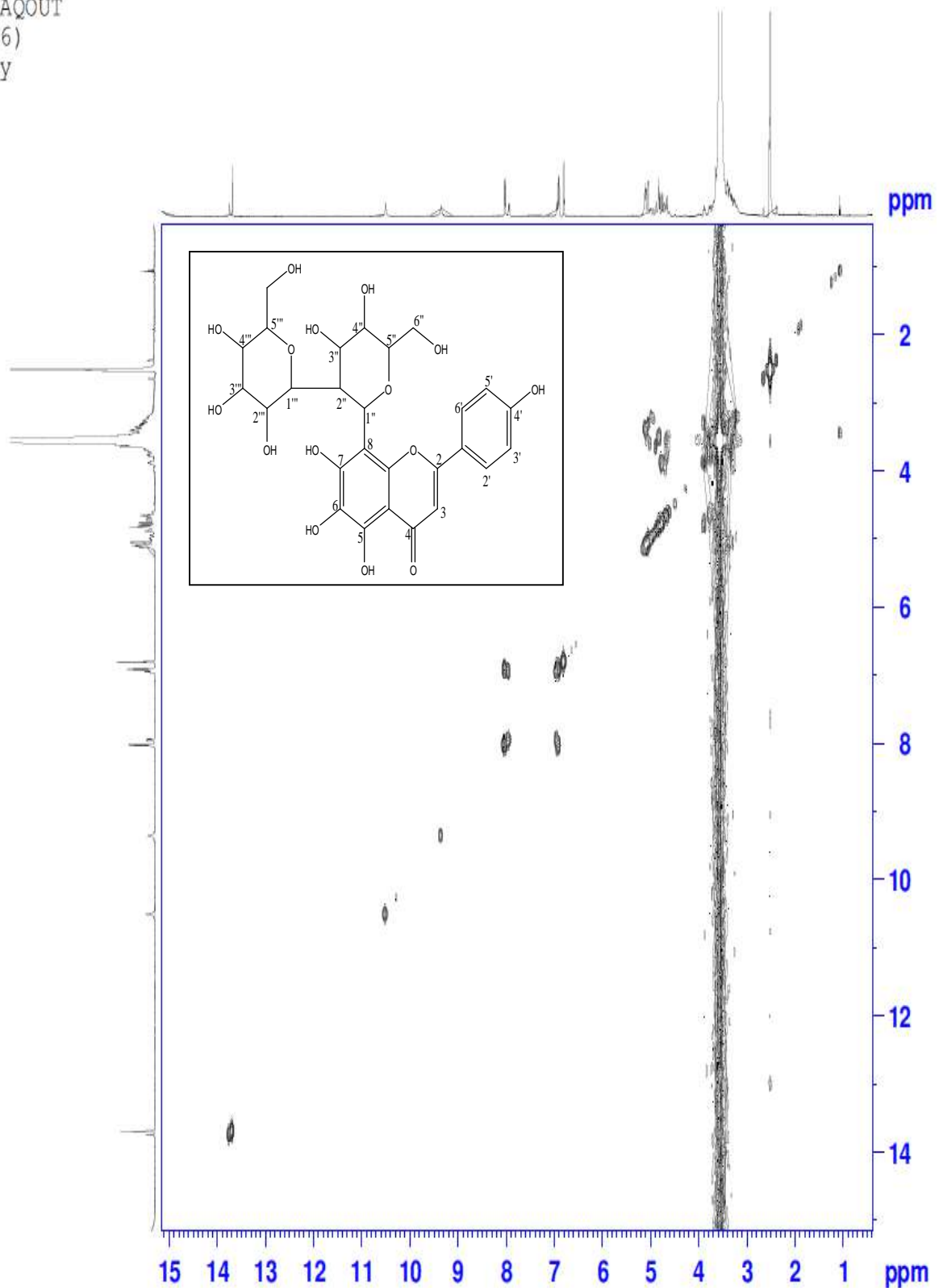
61.7336

60.2523



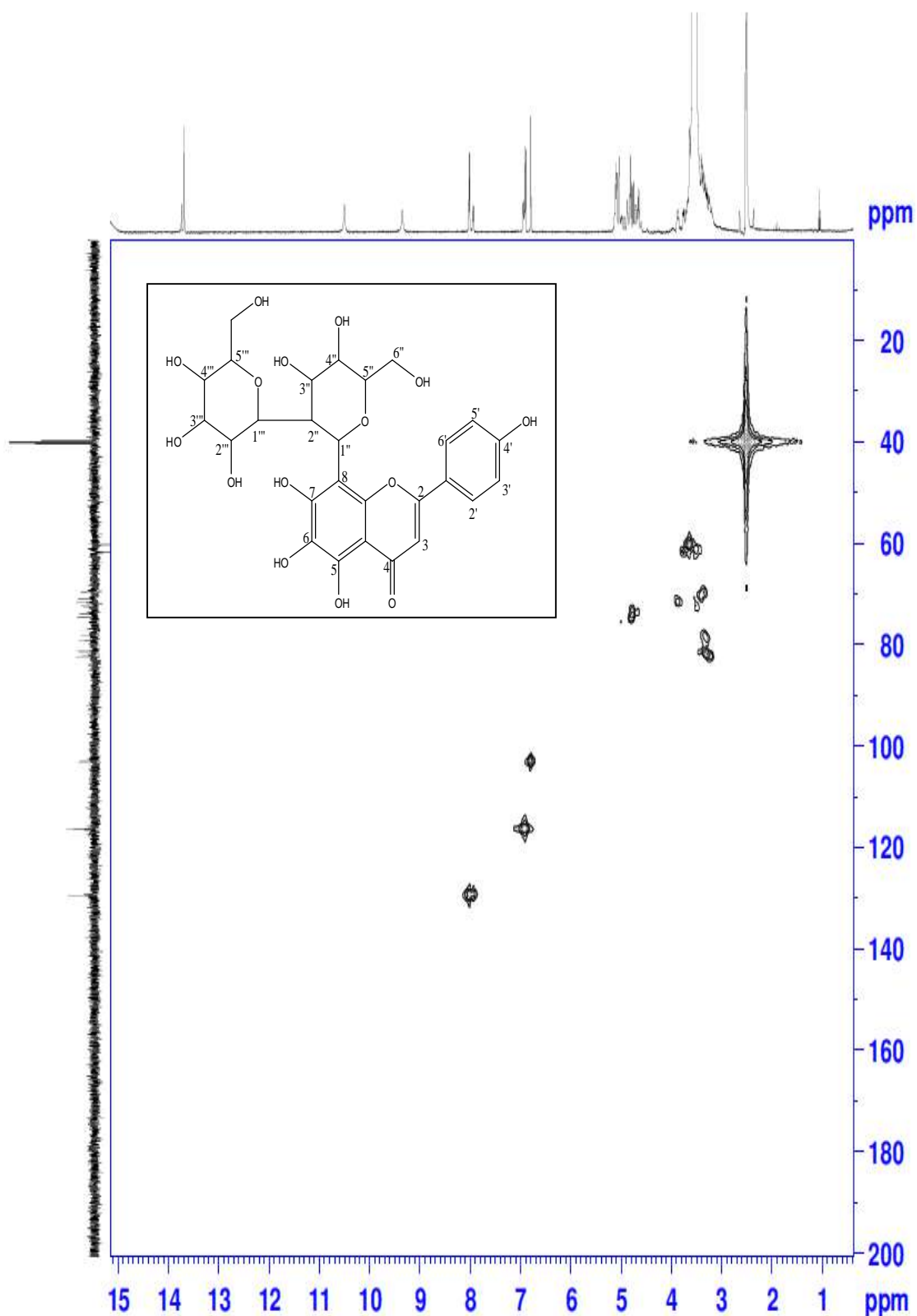
الشكل (67-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي DEPT135 (BM6(6))

ALYAQOUT
B6 (6)
cosy

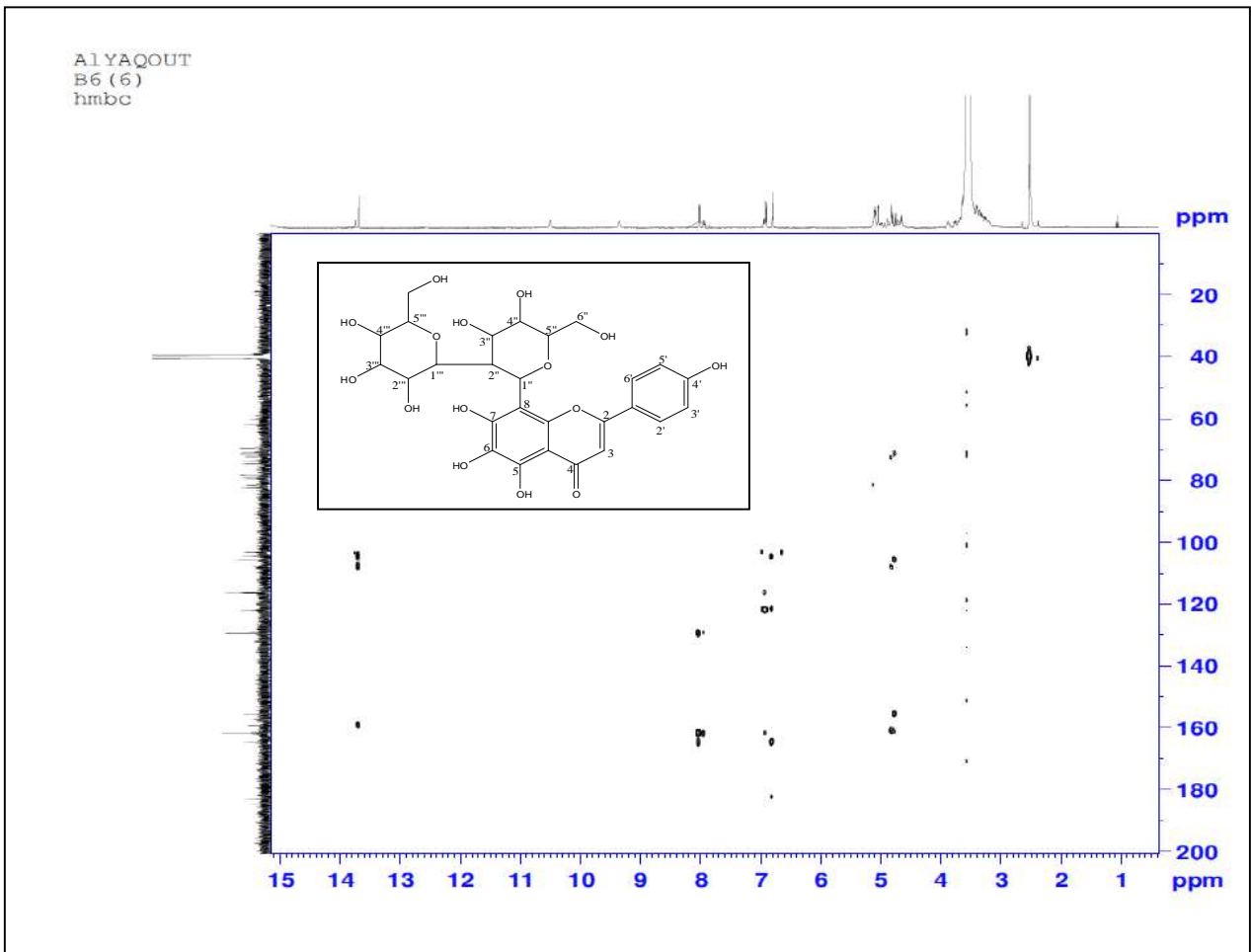


الشكل (68-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي COSY (BM6(6))

AlYAQOUT
B6 (6)
hmqc

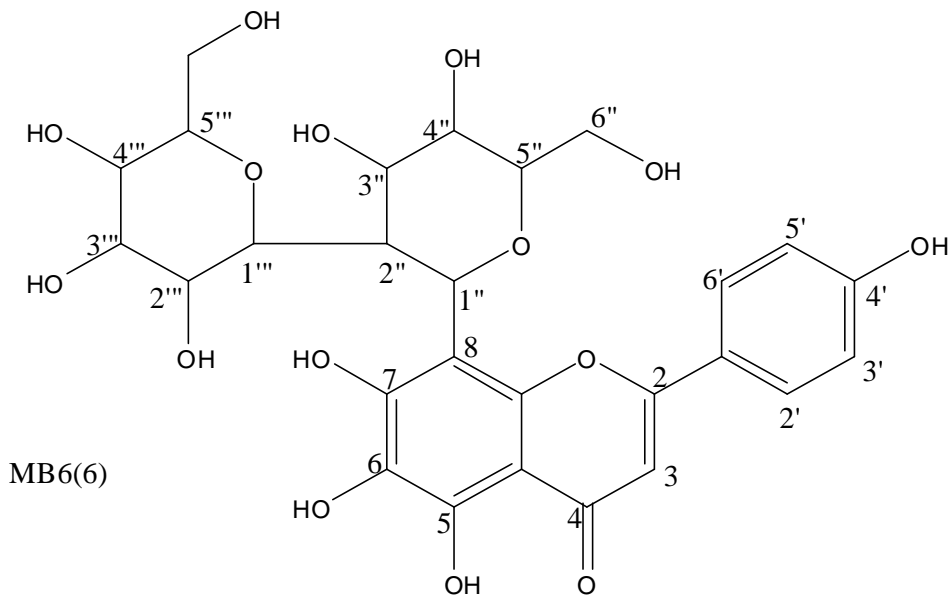


الشكل (69-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMQC (BM6(6))



الشكل (70-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMBC (BM6(6))

الصيغة المقترحة :



5,6,7-trihydroxy-2-(4-hydroxyphenyl)-8-(3,4,4',5,5'-pentahydroxy-6,6'-bis(hydroxymethyl)octahydro-2H,2'H-2,3'-bipyran-2'-yl)-4H-chromen-4-one

Chemical Formula: $C_{27}H_{30}O_{15}$

Exact Mass: 594,16

IV-1-1-1-9- التعيين البنوي للمركب : (EAN 1)

1 - التحليل الكروماتوغرافي :

تم فصل هذا المركب من مستخلص البيتانول للازهار .

2 - مطيافية الكتلة :

[M-H] ⁺	[M-H] ⁺	[M+H] ⁺	[M+H] ⁺	الصيغة المجملة
[M+H] ⁺	3	2	1	الشظايا الموافقة
640,16	613,50	393,27	311,16	m/z

الصيغة المجملة للمركب : C₂₈H₃₂O₁₇

الكتلة المولية للمركب : M= 640 g/mol

عدد الحلقات والروابط في المركب :

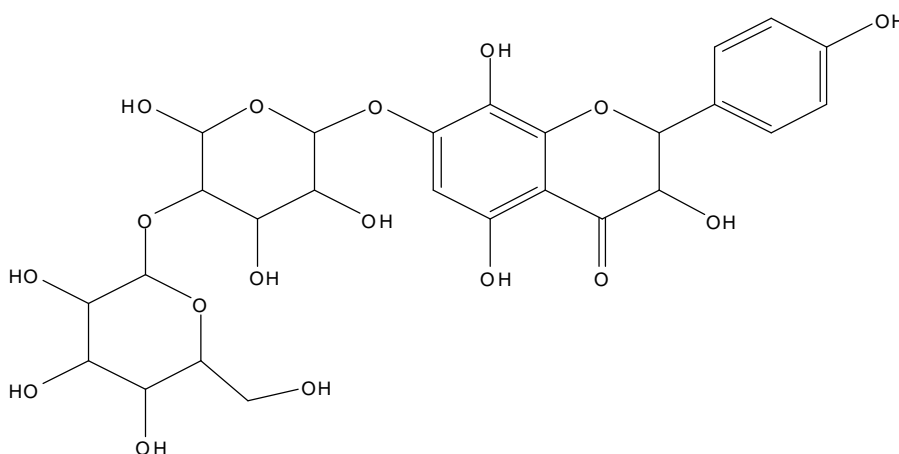
$$DBE = 1 + (2 \times 28 - 32) / 2 = 13$$

5 حلقات و 8 روابط ثنائية.

الاسم العلمي للمركب :

7-(3,4 -dihydroxy -6-(hydroxymethyl)- 5-(3,4,5 -trihydroxy -6-(hydroxymethyl)tetrahydro-2H-pyran-2-yloxy] tetrahydro-2H-pyran-2-yloxy]-3,5,8-trihydroxy-2-(4-methylphenyl)-4H-chromen-4-one

الشظايا الموافقة هي :



Exact Mass: 614,15

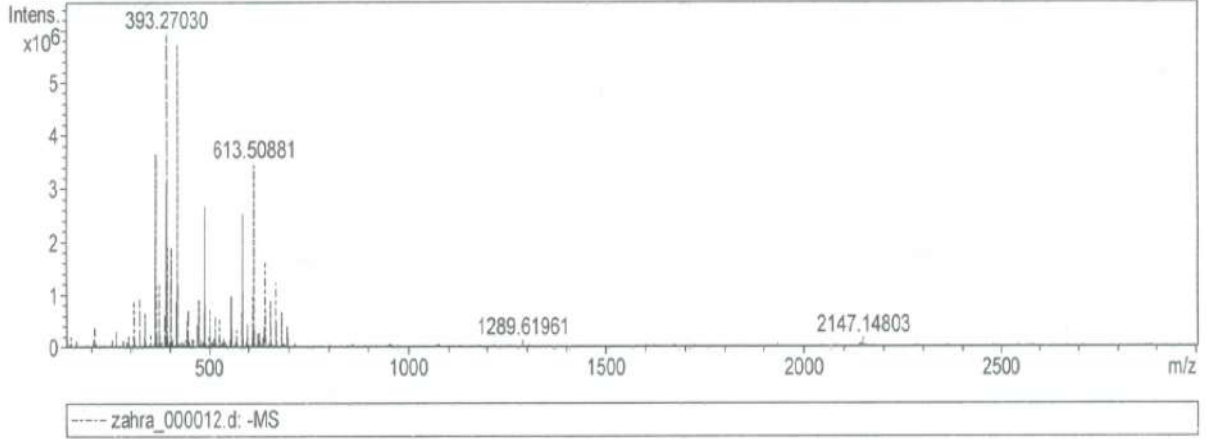
Analysis Info

Analysis Name D:\Data\2013jun16\zahra_000012.d
Method esp neg 28sep
Sample Name EBH-1
Comment MEOH+CHCL3

Acquisition Date 6/19/2013 12:28:41 PM

Operator FTMS User
Instrument apex-IV

Acquisition Parameter



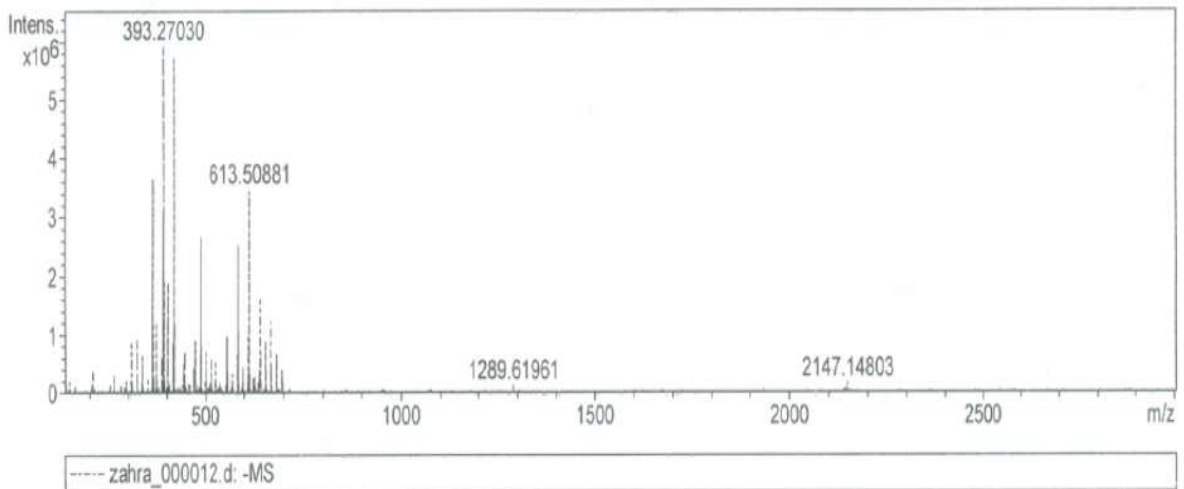
Analysis Info

Analysis Name D:\Data\2013jun16\zahra_000012.d
Method esp neg 28sep
Sample Name EBH-1
Comment MEOH+CHCL3

Acquisition Date 6/19/2013 12:28:41 PM

Operator FTMS User
Instrument apex-IV

Acquisition Parameter

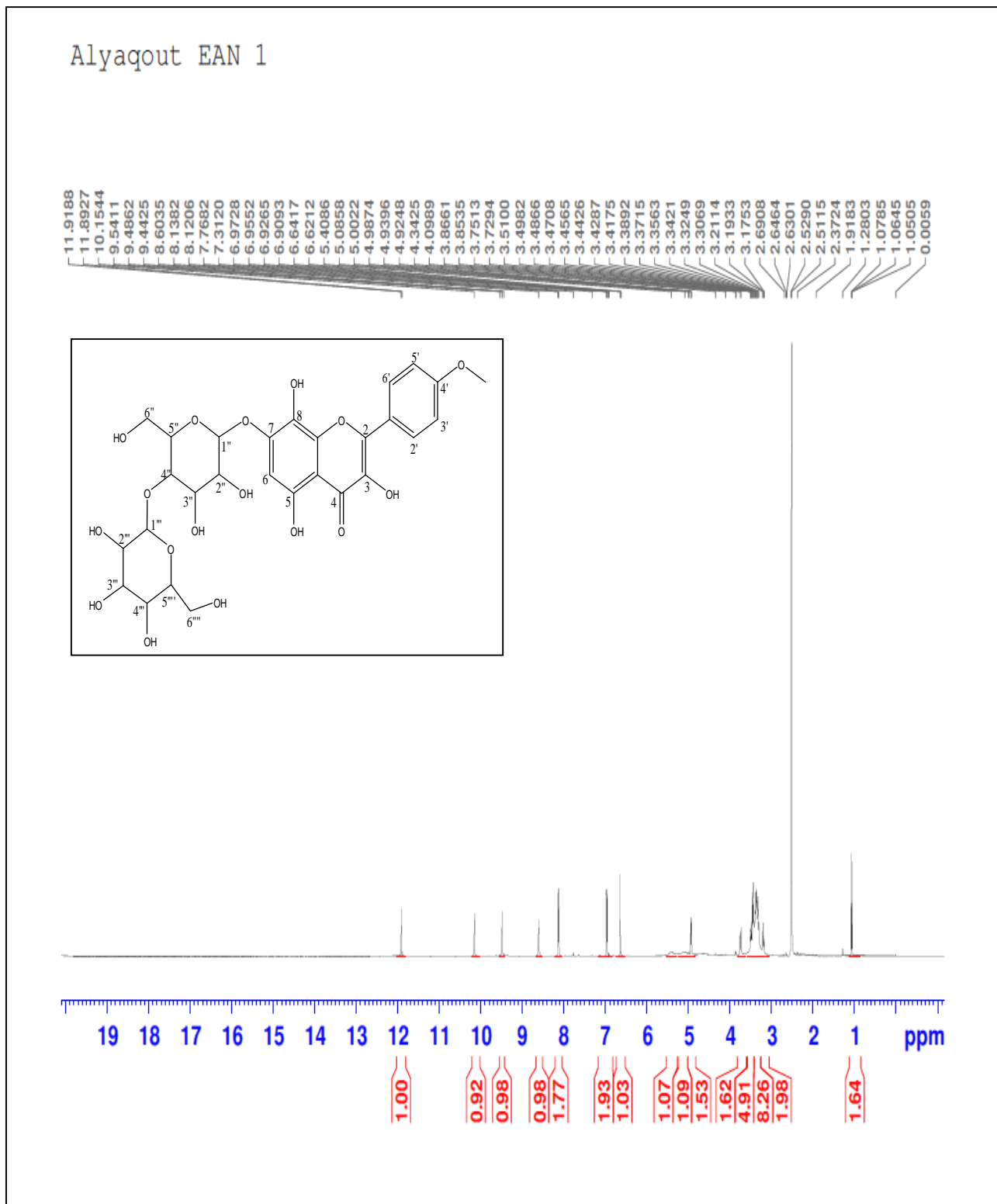


الشكل (71-IV) : طيف الكتلة للمركب (EAN (1))

3 - مطيافية الرنين النووي المغناطيسي RMN :

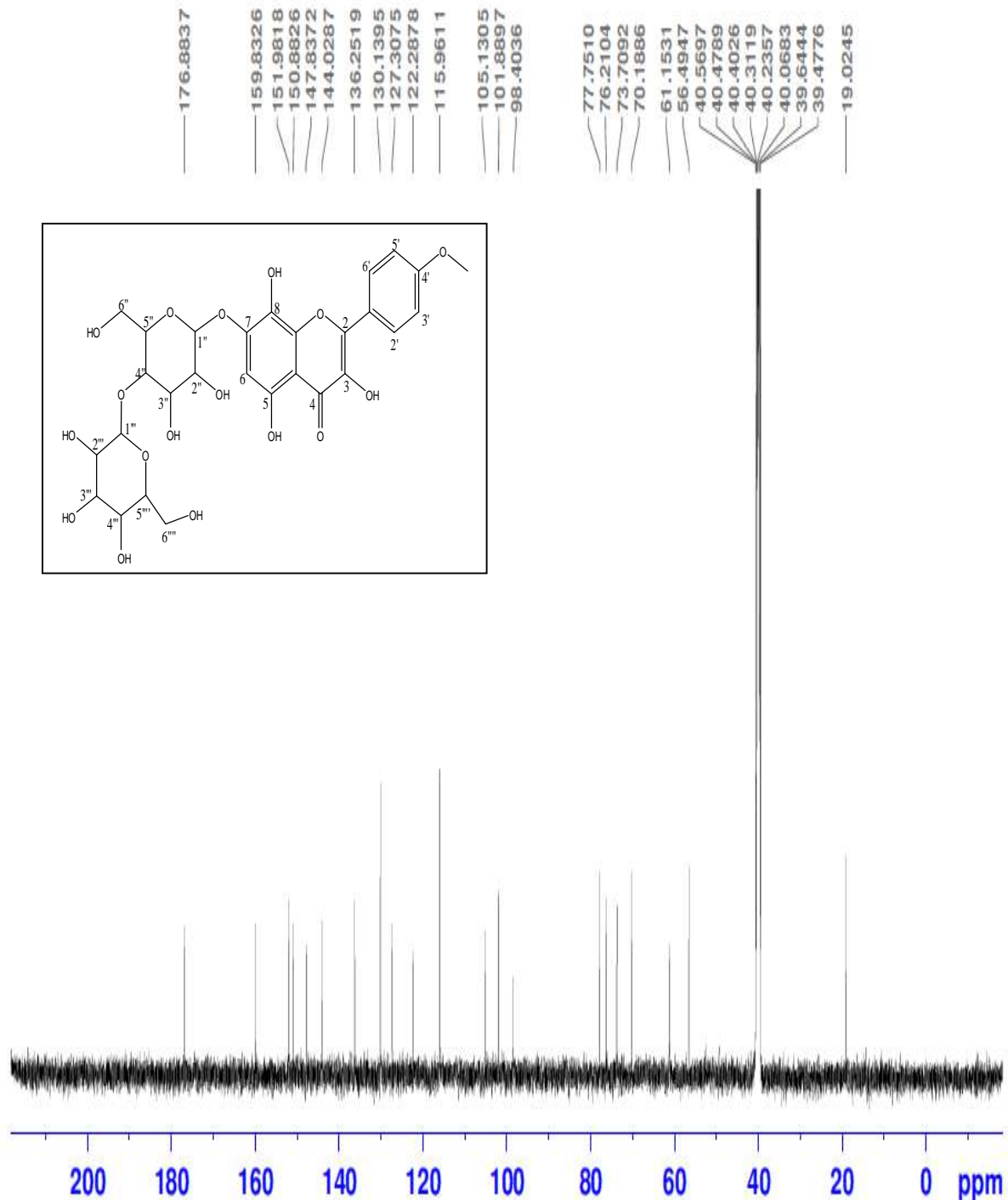
تم تطبيق مختلف مطيافية الرنين النووي المغناطيسي

RMN ¹H , RMN ¹³C , DEPT90 , COSY , HMQC , HMBC



الشكل (72-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ¹H RMN (EAN 1)

Alyaqout EAN 1
c13



الشكل (73-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ¹³C RMN (EAN (1))

dept90

130.1401

115.9615

101.8888

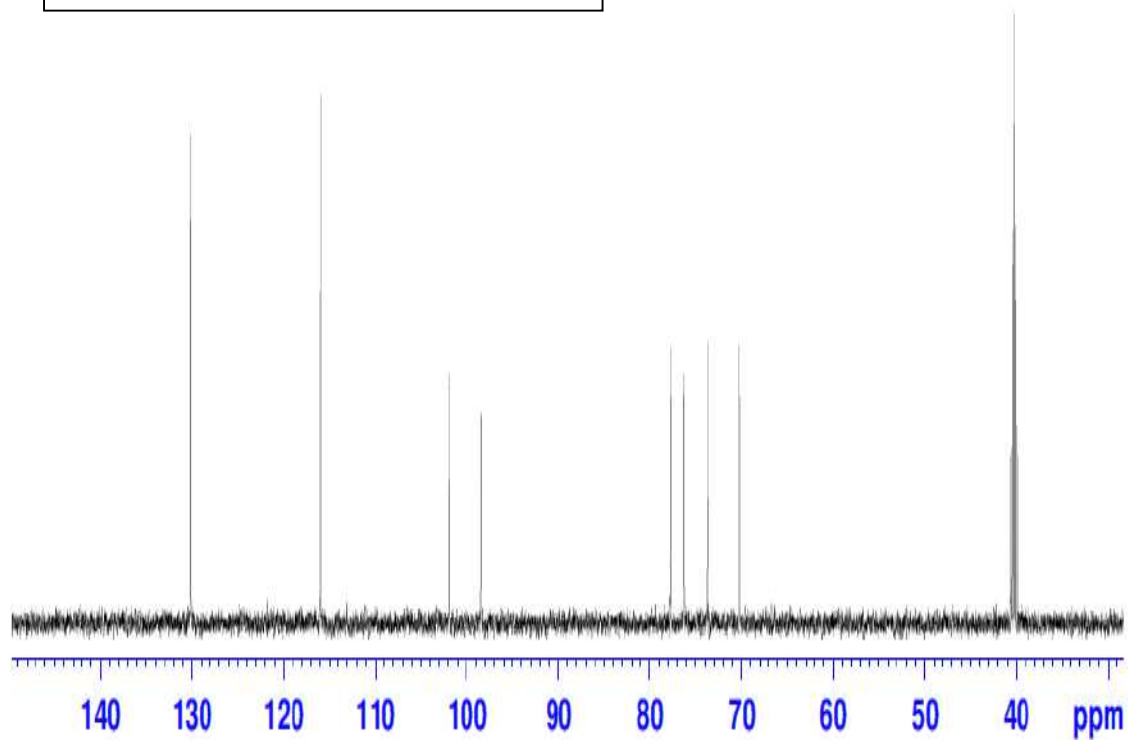
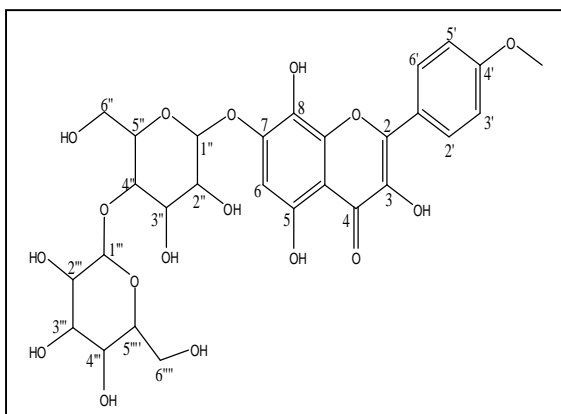
98.4021

77.7511

76.2092

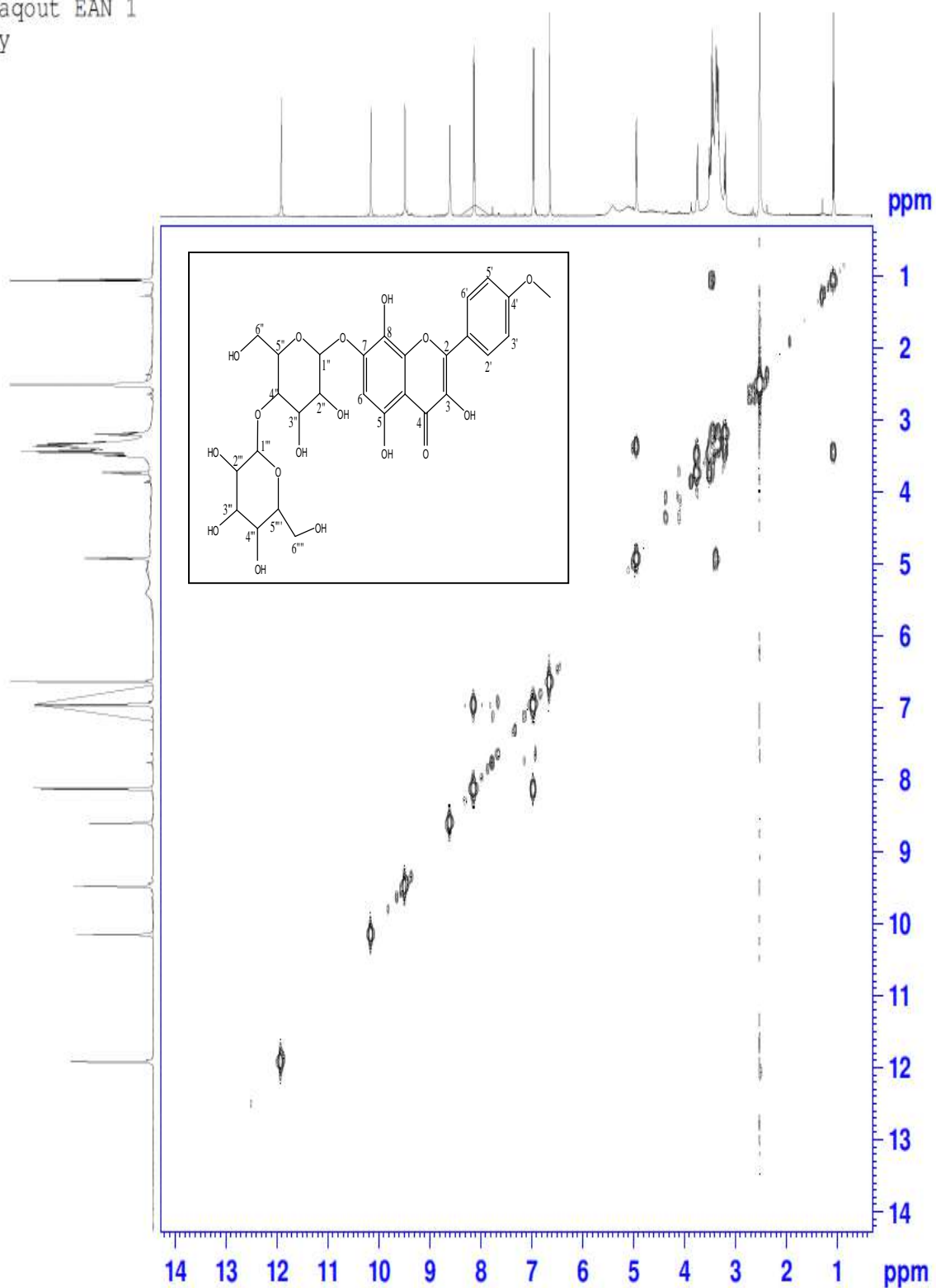
73.7099

70.1868



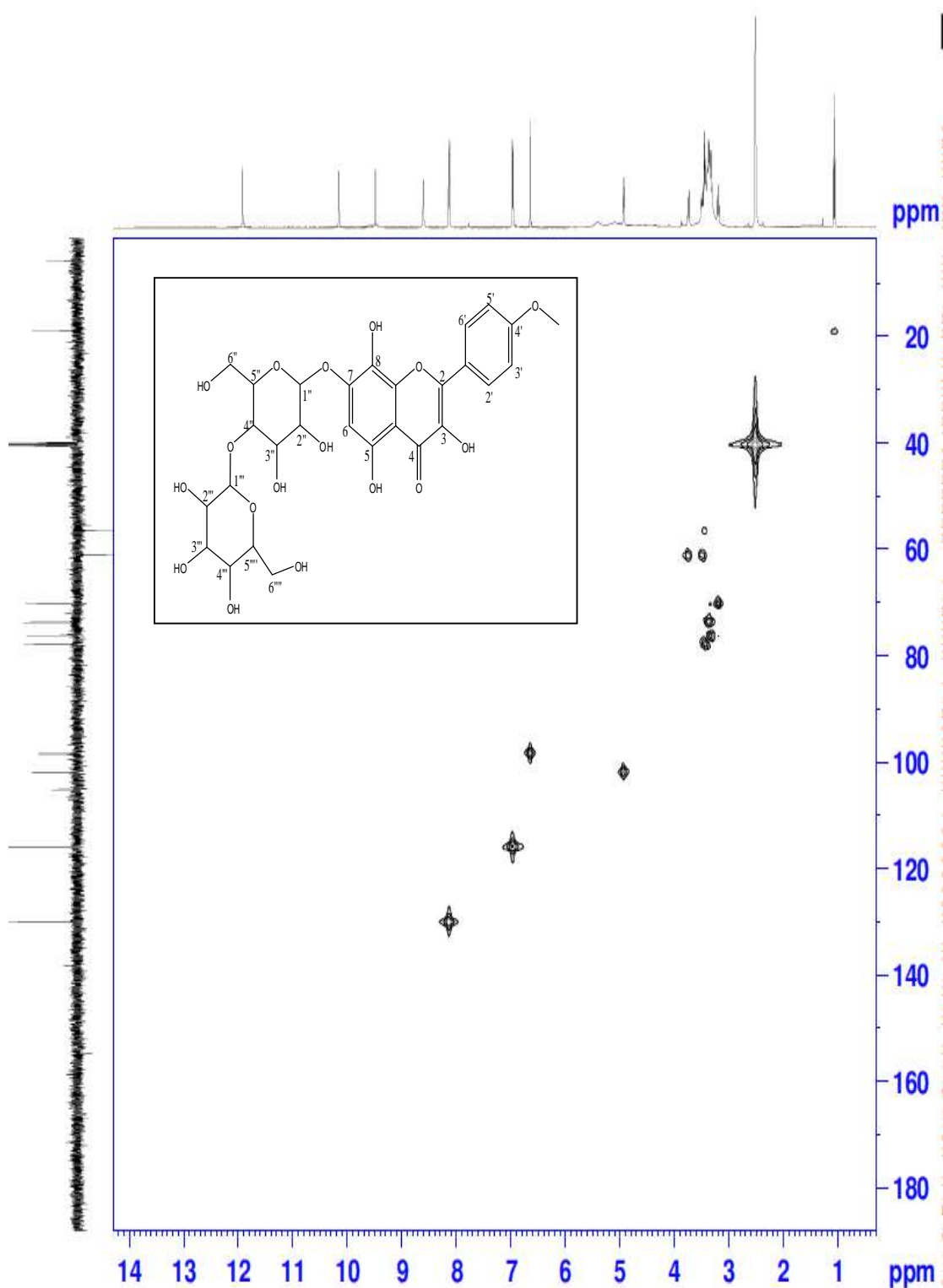
الشكل (74-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي DEPT90 (1) EAN

Alyaqout EAN 1
cosy

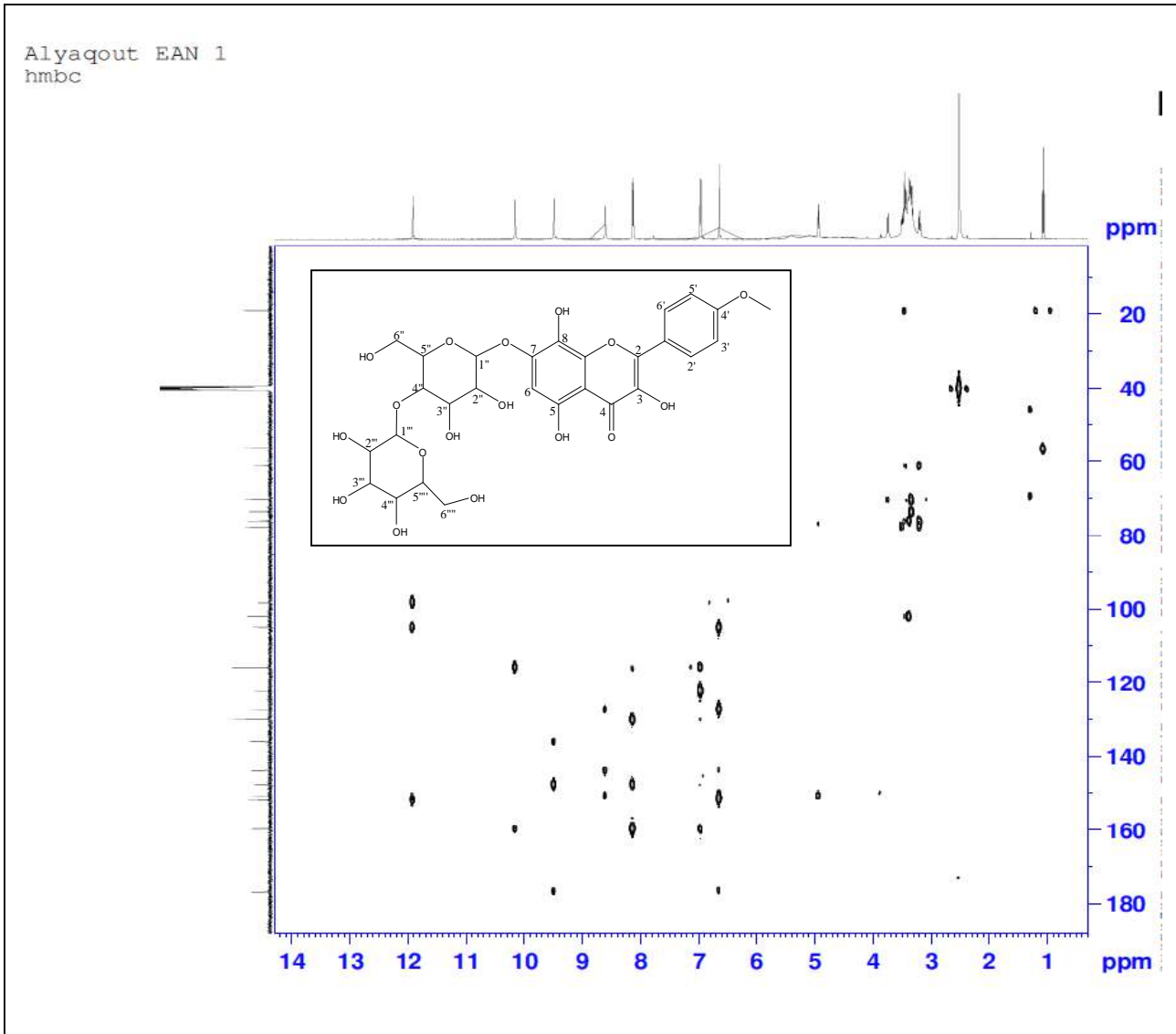


الشكل (75-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي COSY (EAN (1))

Alyaqout EAN 1
hmqc

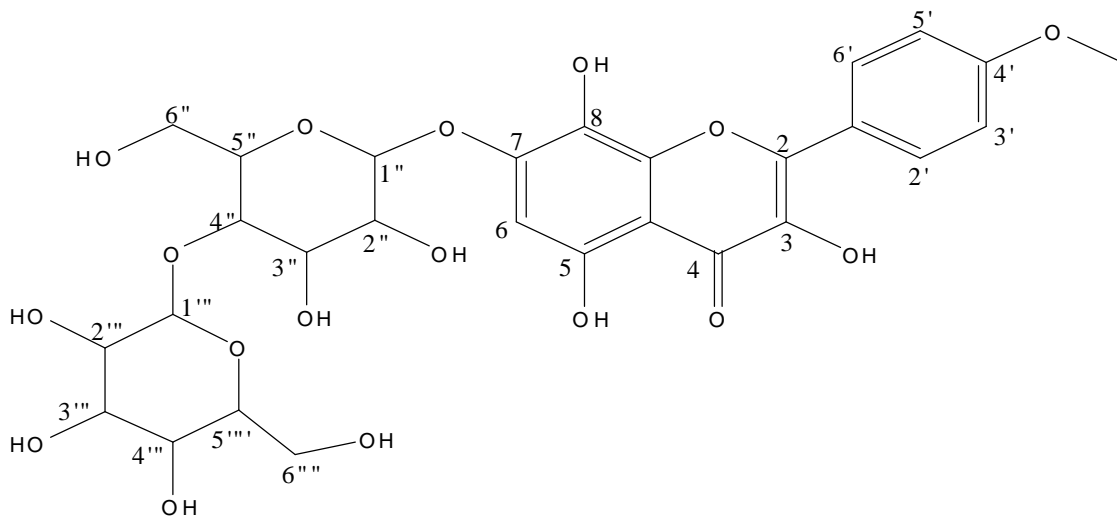


الشكل (76-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMQC (EAN 1)



الشكل (77-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMBC (EAN 1)

الصيغة المقترحة :



7-(3,4-dihydroxy-6-(hydroxymethyl)-5-(3,4,5-trihydroxy-6-(hydroxymethyl)tetrahydro-2H-pyran-2-yloxy)tetrahydro-2H-pyran-2-yloxy)-3,5,8-trihydroxy-2-(4-methoxyphenyl)-4H-chromen-4-one

Chemical Formula: $C_{28}H_{32}O_{17}$

Exact Mass: 640,16

IV-1-1-4-10- التعيين البنوي للمركب : (BM1(6))

1 - الفصل الكروماتوغرافي :

تم فصل هذا المركب من مستخلص البيتانول للازهار .

2 - مطيافية الكتلة :

[M+H] ⁺	[M+H] ⁺	[M+H] ⁺	الصيغة المجملة
[M+H] ⁺	2	1	النظاير الموافقة
652,20	617,15	381,29	m/z

الصيغة المجملة للمركب : C₃₀H₃₆O₁₆

الكتلة المولية للمركب : M= 652 g/mol

عدد الحلقات والروابط في المركب :

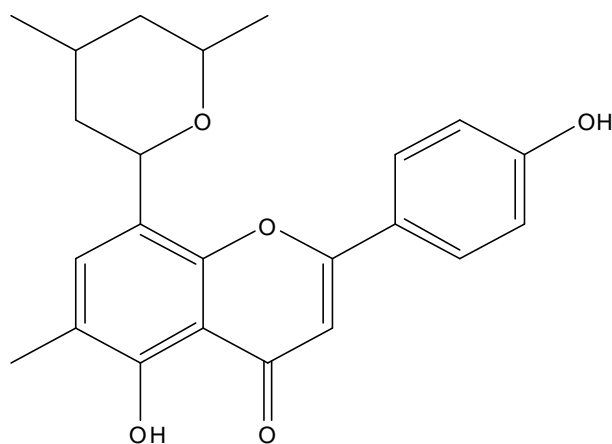
$$DBE = 1 + (2 \times 30 - 36) / 2 = 13$$

5 حلقات و 8 روابط ثنائية.

الاسم العلمي للمركب :

8-(3,5-dihydroxy-6-(hydroxymethyl)-4-(3,4,5-trihydroxy-6-(hydroxymethyl)tetrahydro-2H-pyran-2-yloxy)tetrahydro-2H-pyran-2-yl)-5-hydroxy-6,7-dimethoxy-2-(4-methoxyphenyl)-4H-chromen-4-one

النظاير الموافقة هي :



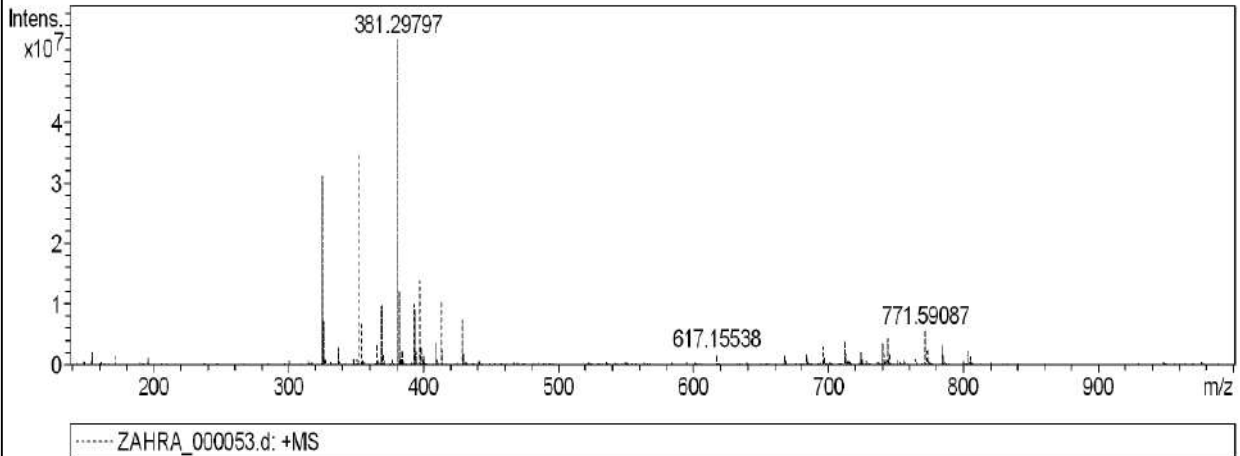
Exact Mass: 380,16

Analysis Info

Analysis Name D:\Data\2013AUG01\ZAHRA_000053.d
Method ESI pos April 17 2009
Sample Name BM1(6)
Comment MEOH+H2O

Acquisition Date 8/13/2013 10:52:43 AM

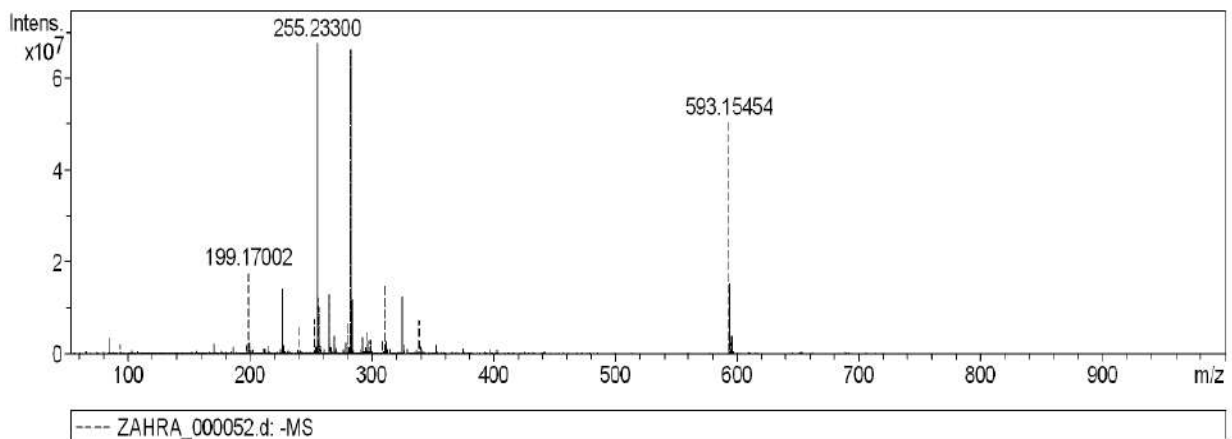
Operator FTMS User
Instrument apex-IV

Acquisition Parameter**Analysis Info**

Analysis Name D:\Data\2013AUG01\ZAHRA_000052.d
Method esp neg 28sep
Sample Name BM1(6)
Comment MEOH+H2O

Acquisition Date 8/13/2013 10:50:07 AM

Operator FTMS User
Instrument apex-IV

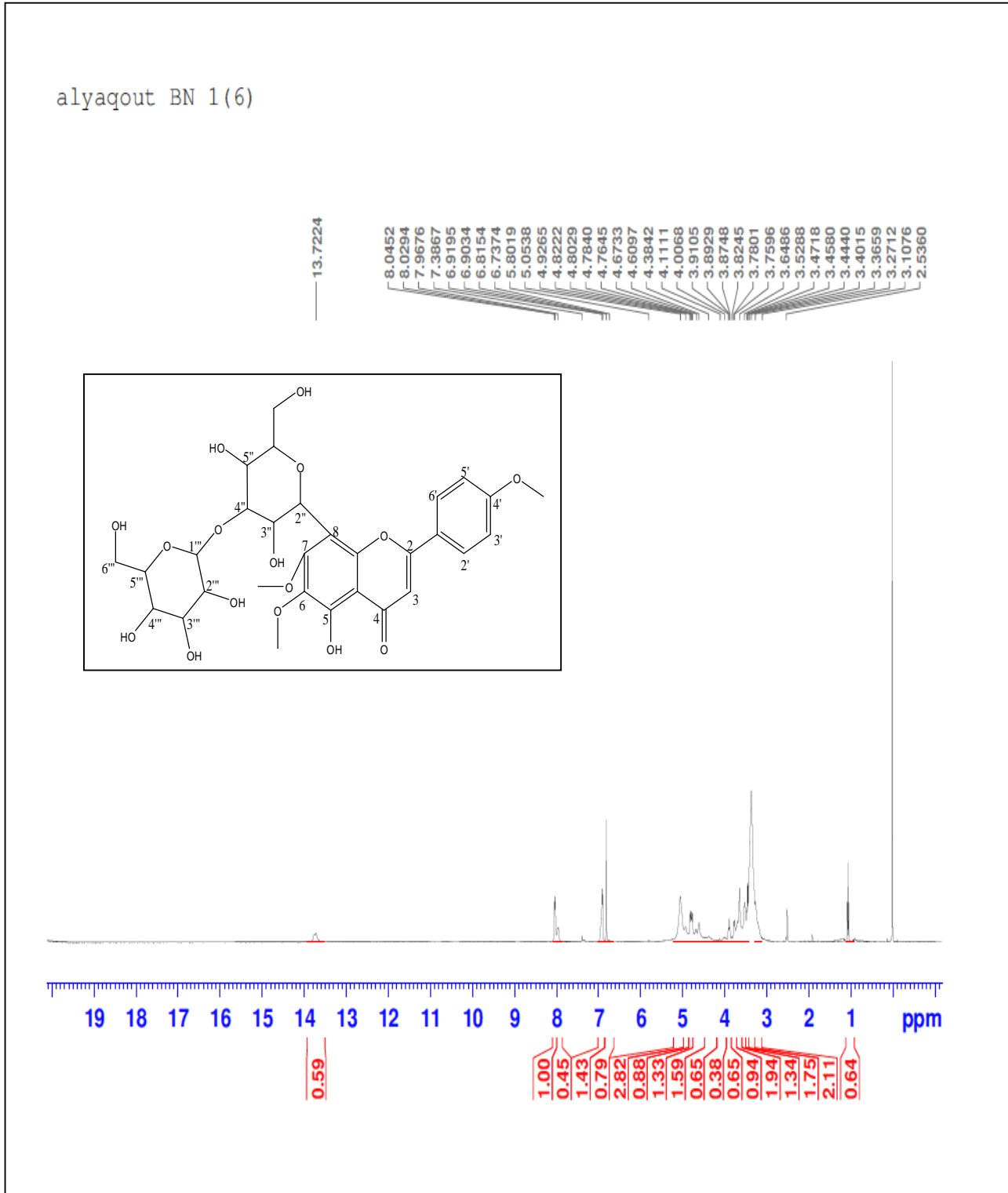
Acquisition Parameter

الشكل (78-IV) : طيف الكتلة للمركب (BM1(6))

3 - مطيافية الرنين النووي المغناطيسي RMN :

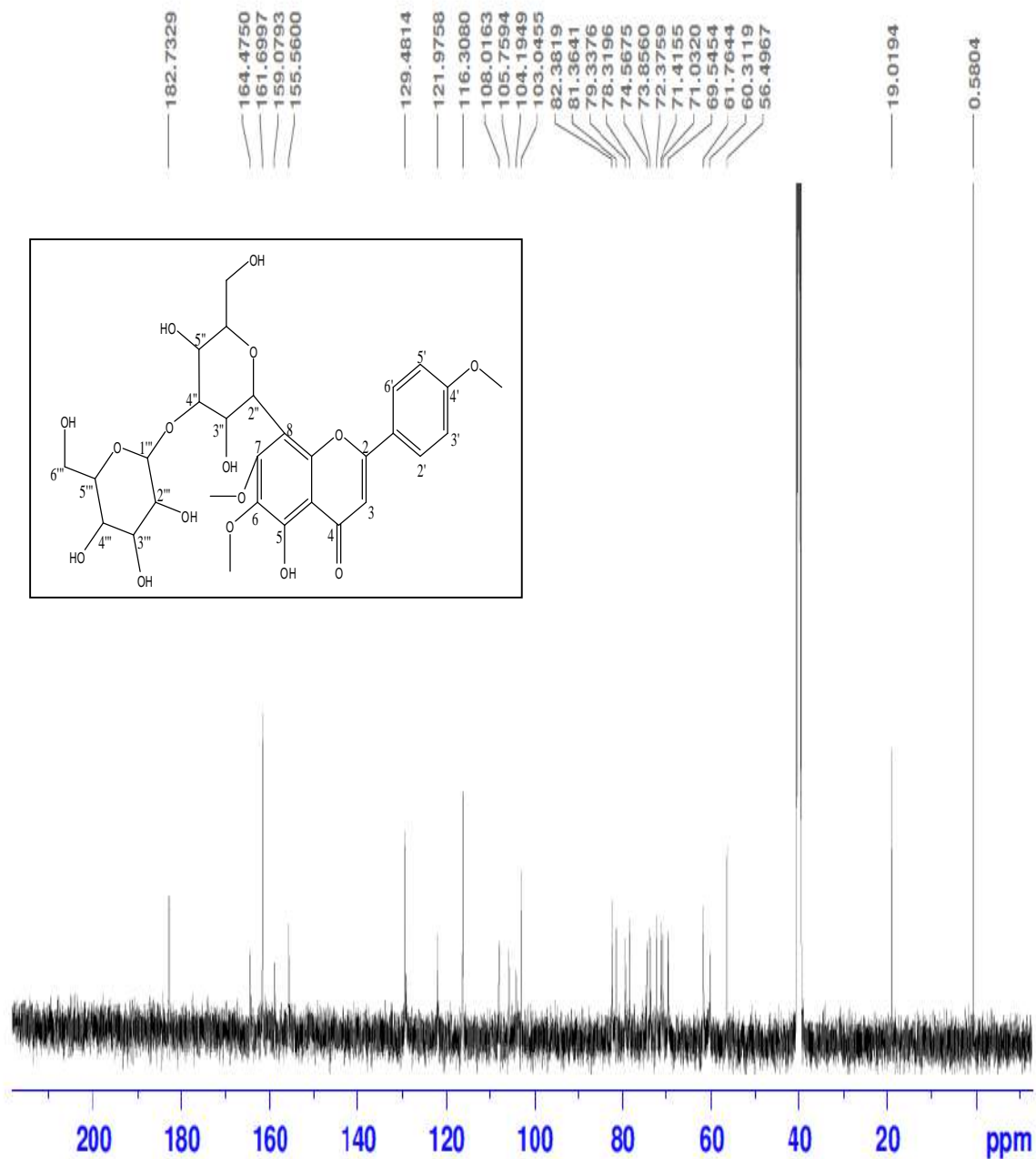
تم تطبيق مختلف مطيافية الرنين النووي المغناطيسي

RMN ¹H , RMN ¹³C , DEPT135 , DEPT90 , COSY , HMQC , HMBC



الشكل (79-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي RMN ¹H (BM1(6))

alyaqout BN 1(6)
C13



الشكل (80-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^{13}C RMN (BM1(6))

alyaqout BN 1(6)
DEPT135

129.4824

116.3037

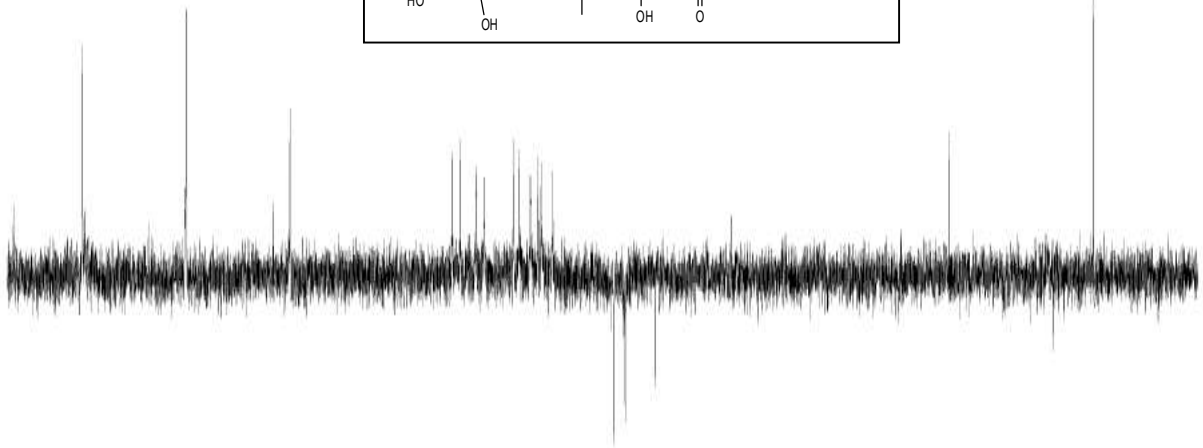
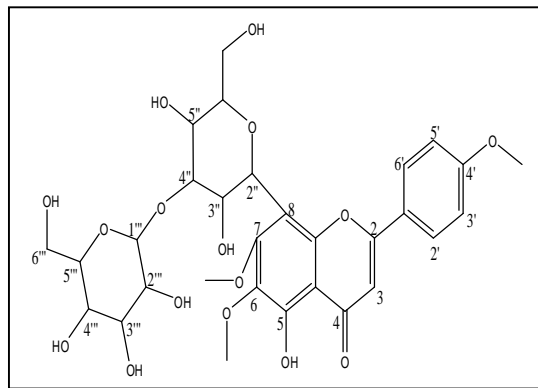
105.1443

103.0365

82.3889
81.3510
79.3261
78.3309
74.5582
73.8550
72.4078
71.4192
71.0343
69.5501
61.7554
60.2938
56.4978

19.0229

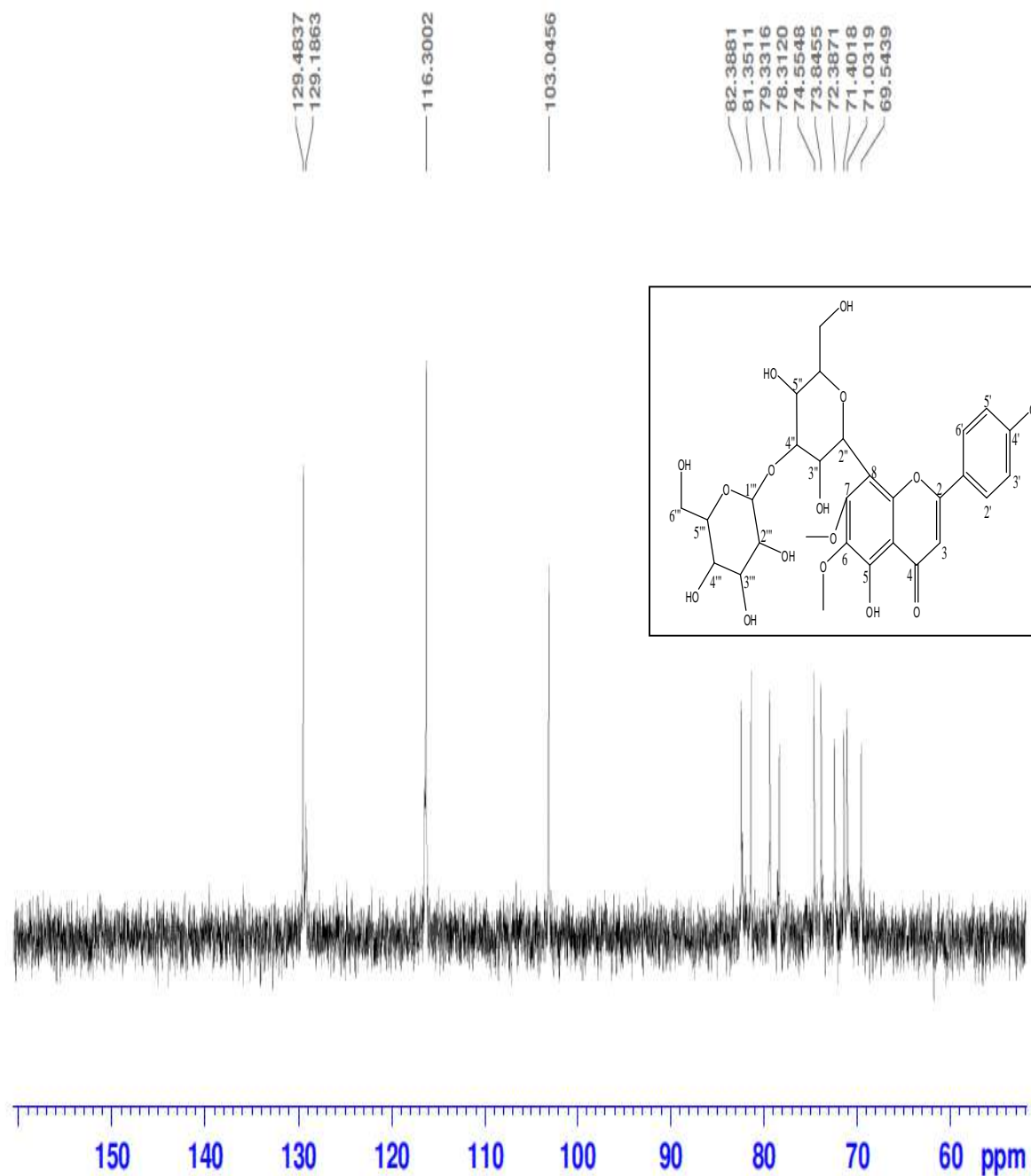
0.5841



130 120 110 100 90 80 70 60 50 40 30 20 10 0 ppm

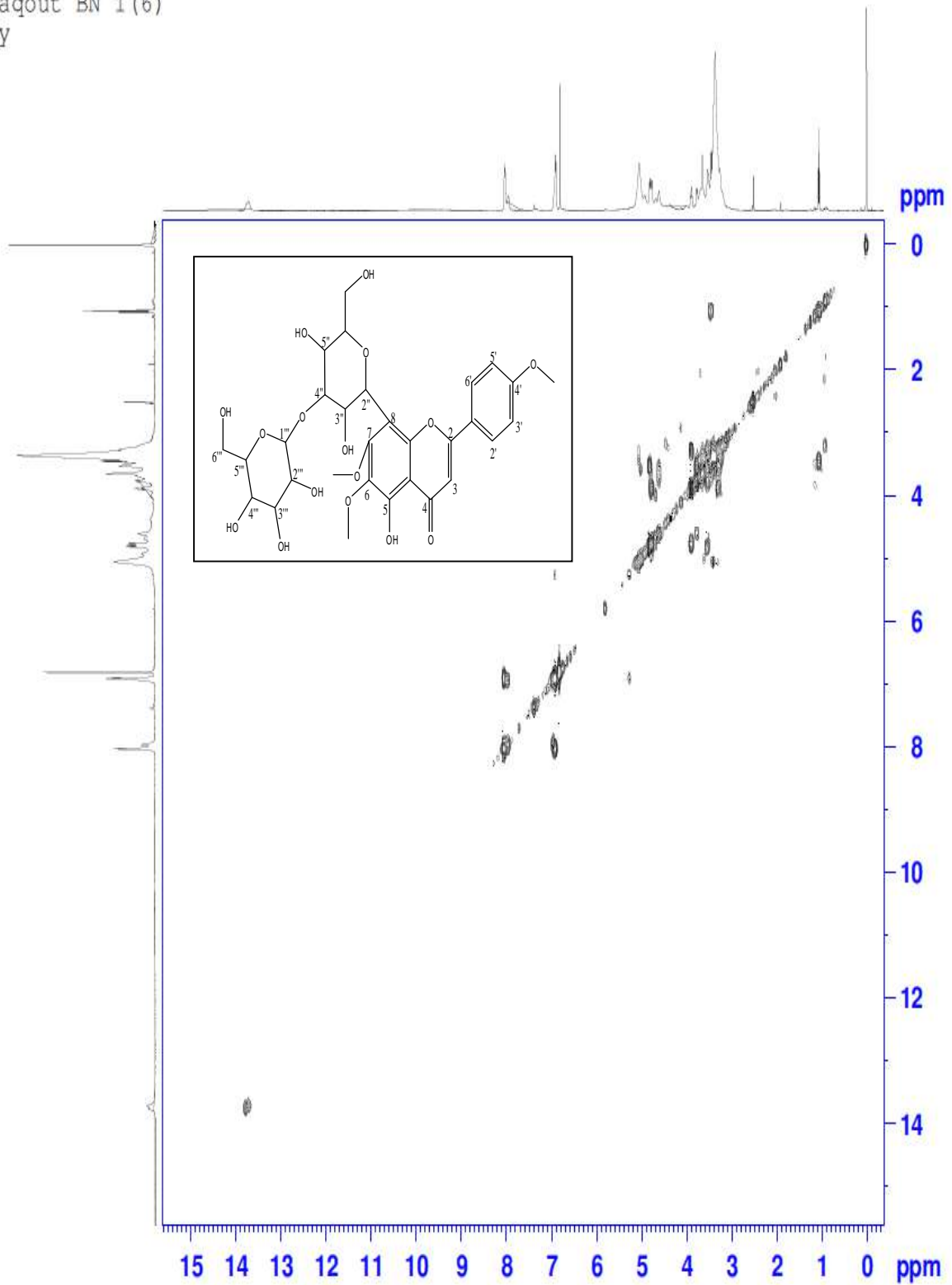
الشكل (81-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي DEPT135 (BM1(6))

alyaqout BN 1(6)
DEPT90



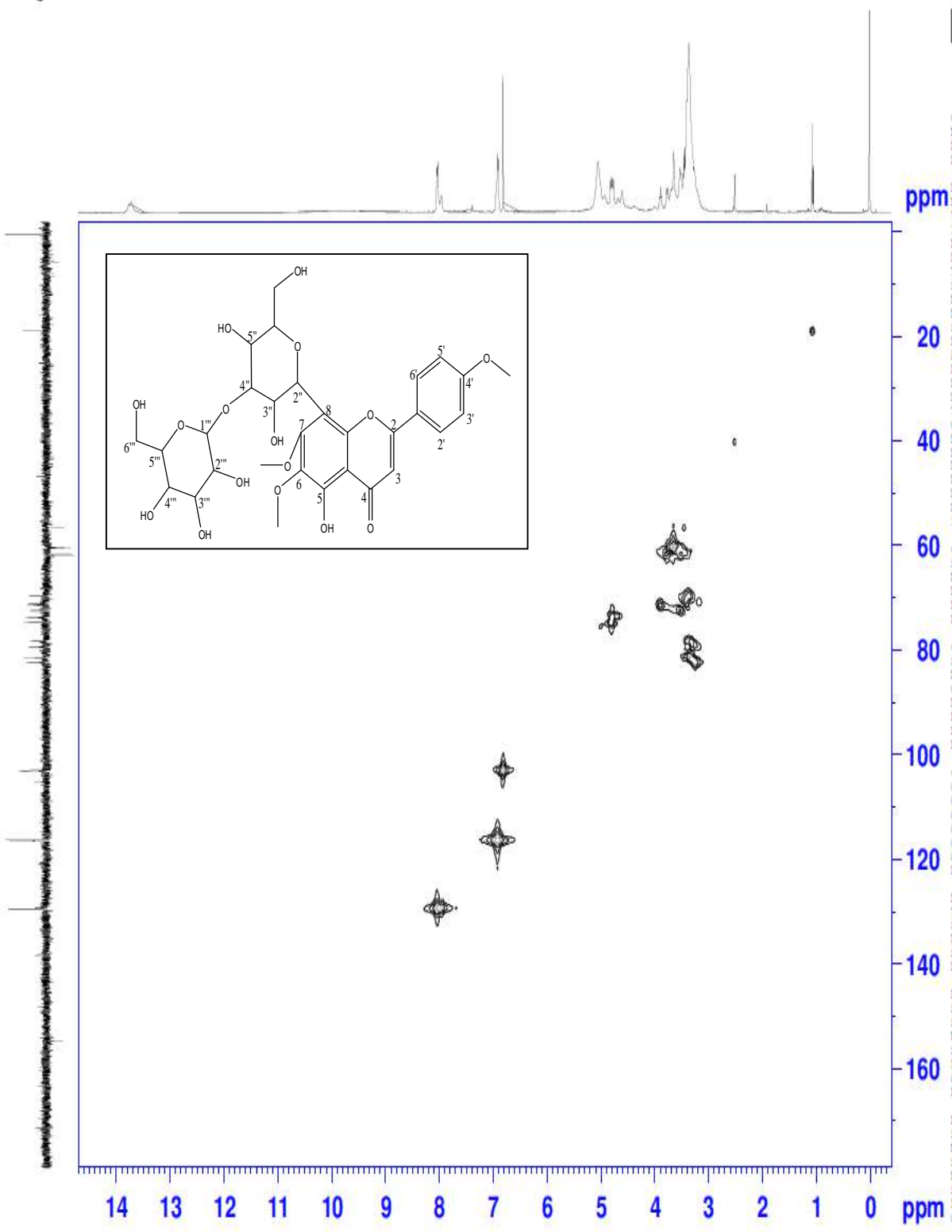
الشكل (82-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي DEPT90 (BM1(6))

alyaqout BN 1(6)
cosy



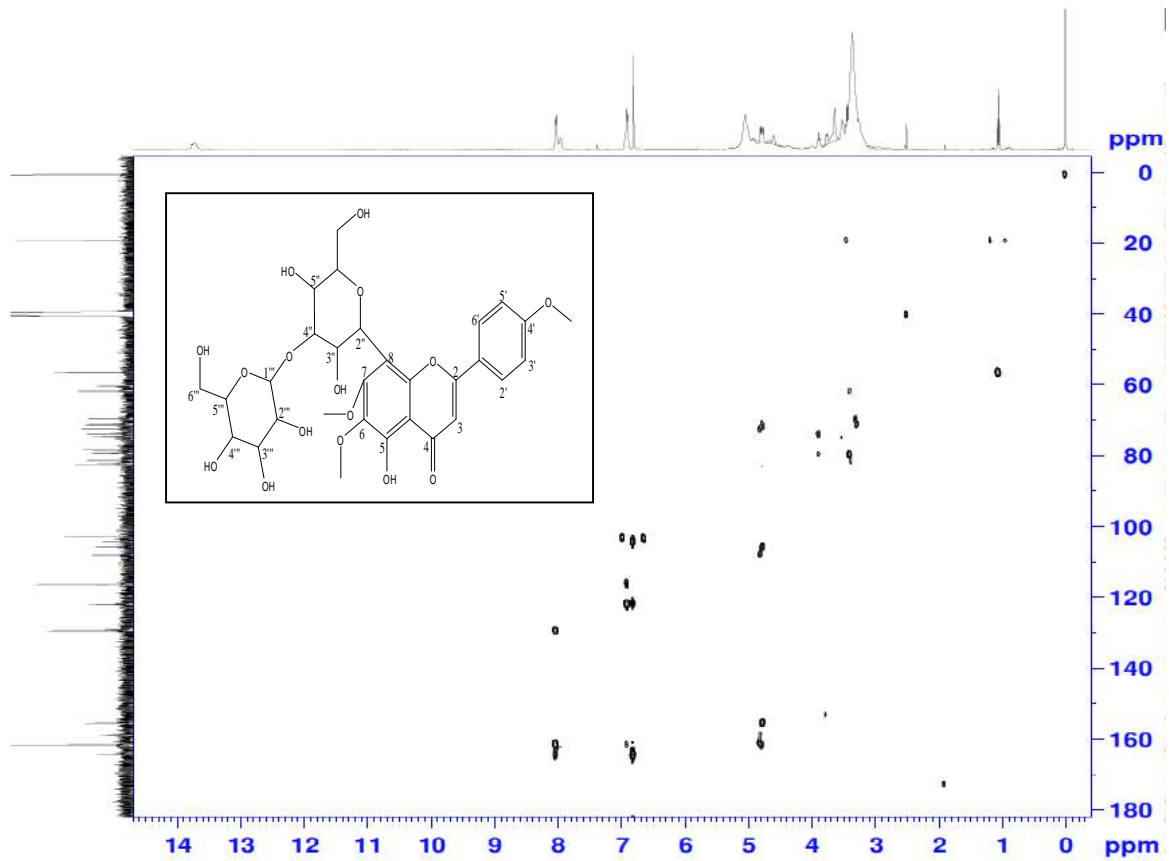
الشكل (83-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي COSY (BM1(6))

alyaqout BN 1(6)
hmqc



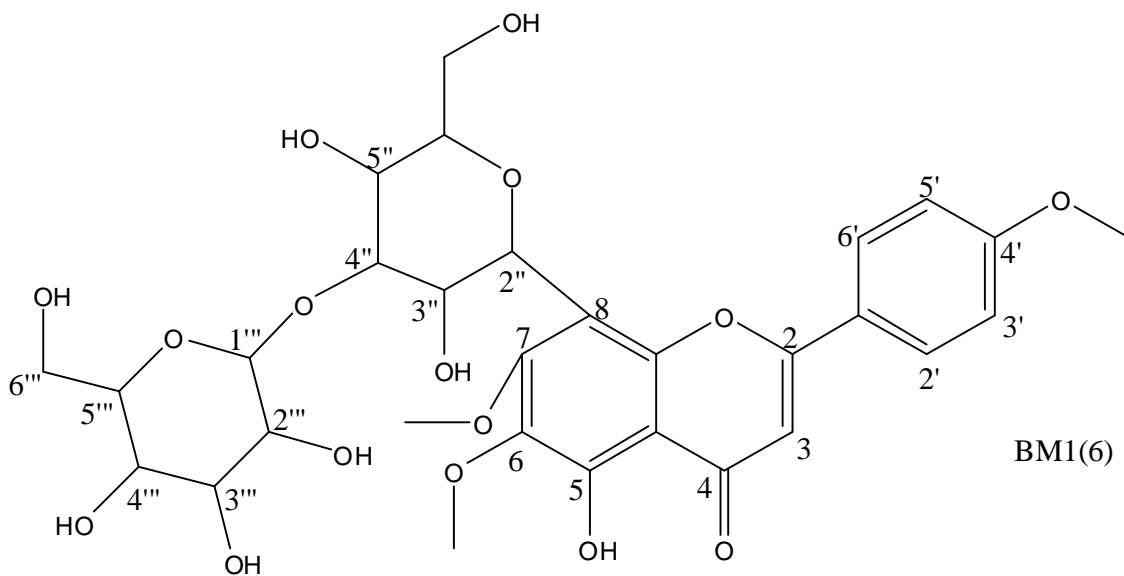
الشكل (84-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMQC BM1(6)

alyaqout BN 1 (6)
hmbc



الشكل (85-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMBC (BM1(6))

الصيغة المقترحة :



8-(3,5-dihydroxy-6-(hydroxymethyl)-4-(3,4,5-trihydroxy-6-(hydroxymethyl)tetrahydro-2H-pyran-2-yl)oxy)tetrahydro-2H-pyran-2-yl)-5-hydroxy-6,7-dimethoxy-2-(4-methoxyphenyl)-4H-chromen-4-one

Chemical Formula: $C_{30}H_{36}O_{16}$

Exact Mass: 652,20

IV -1-1-1-11- التعيين البنوي للمركب : (BM25(4))

1 - الفصل الكروماتوغرافي :

تم فصل هذا المركب من مستخلص البيتانول للازهار .

2 - مطيافية الكتلة :

[M-H] ⁺	[M+H] ⁺	[M+H] ⁺	[M+H] ⁺	[M+H] ⁺	الصيغة المجملة
4	[M+H] ⁺	3	2	1	الشظايا الموافقة
641,57	803,54	617,47	413,26	353,26	m/z

الصيغة المجملة للمركب : C₃₄H₄₂O₂₂

الكتلة المولية للمركب : M= 802 g/mol

عدد الحلقات والروابط في المركب :

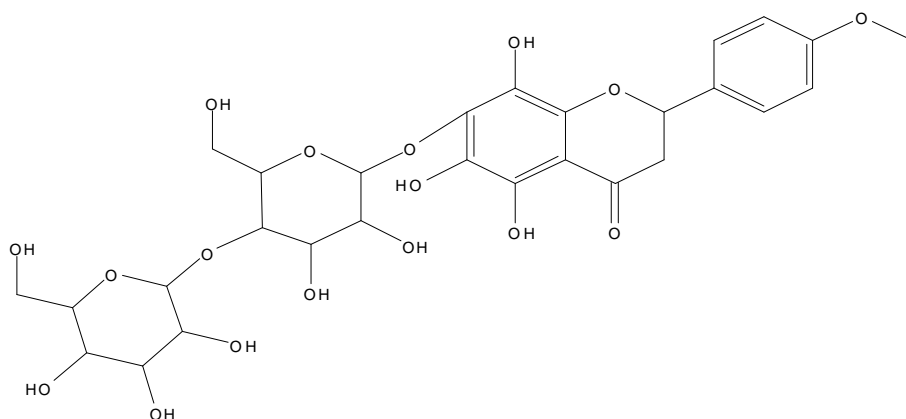
$$DBE = 1 + (2 \times 34 - 42) / 2 = 14$$

6 حلقات و 8 روابط ثنائية .

الاسم العلمي للمركب :

7-(5-(4,5 -dihydroxy -6-(hydroxymethyl)-3-(3, 4,5-trihydroxy-6 -
(hydroxymethyl)tetrahydro-2H-pyran-2-yloxy) tetrahydro-2H-pyran-2-
yloxy)-3,4-dihydroxy-6 -(hydroxymethyl)tetrahydro-2H-pyran-2-yloxy)
-5, 6,8 -trihydroxy-2-(4-methoxyphenyl)-4H-chromen-4-one

الشظايا الموافقة هي :



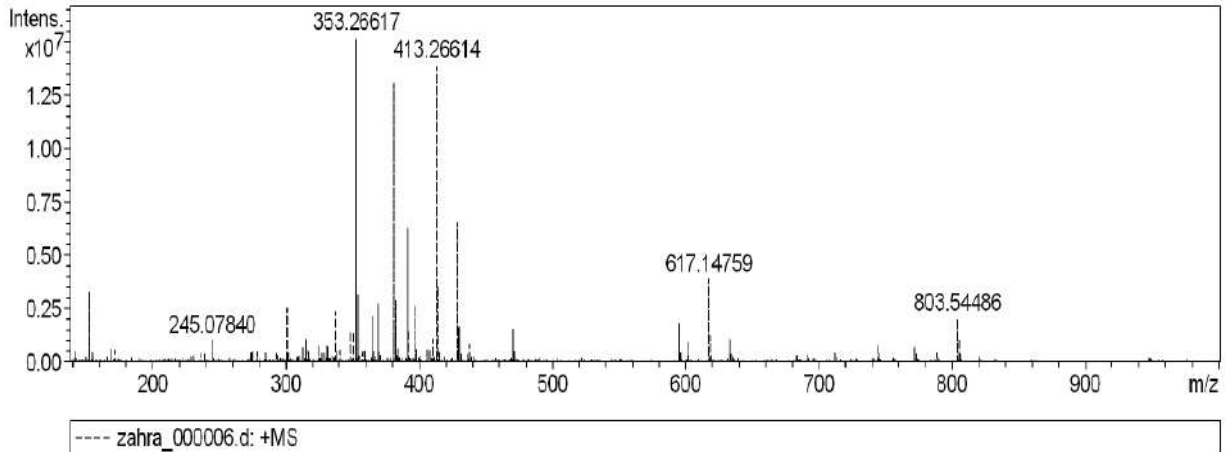
Exact Mass: 642,18

Analysis Info

Analysis Name D:\Data\2013jul01\zahra_000006.d
Method ESI pos April 17 2009
Sample Name BM25-4
Comment MEOH+ h2o

Acquisition Date 7/2/2013 3:56:10 PM

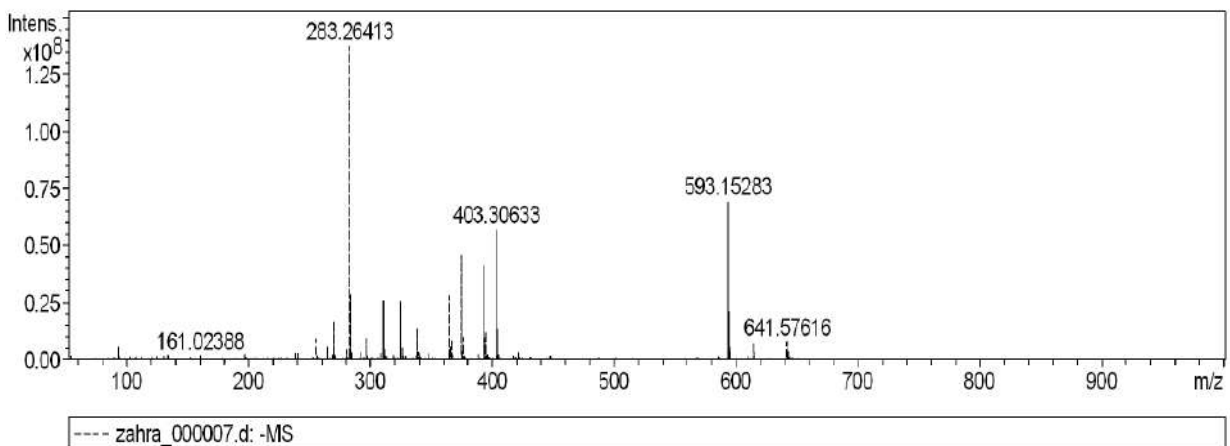
Operator FTMS User
Instrument apex-IV

Acquisition Parameter**Analysis Info**

Analysis Name D:\Data\2013jul01\zahra_000007.d
Method esp neg 28sep
Sample Name BM25-4
Comment MEOH+ h2o

Acquisition Date 7/2/2013 4:00:58 PM

Operator FTMS User
Instrument apex-IV

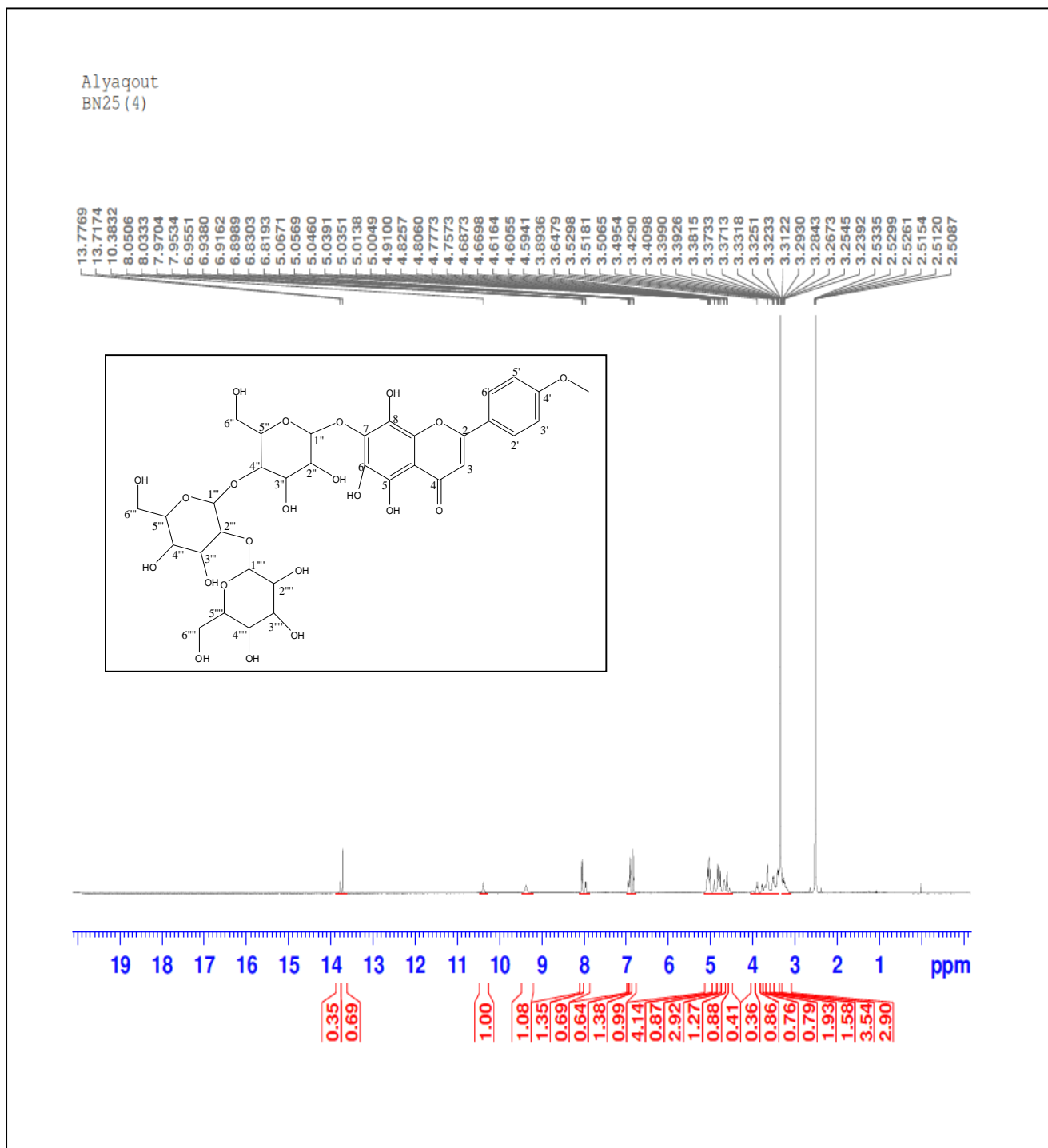
Acquisition Parameter

الشكل (86-IV) : طيف الكتلة للمركب (BM25(4))

3 - مطيافية الرنين النووي المغناطيسي RMN :

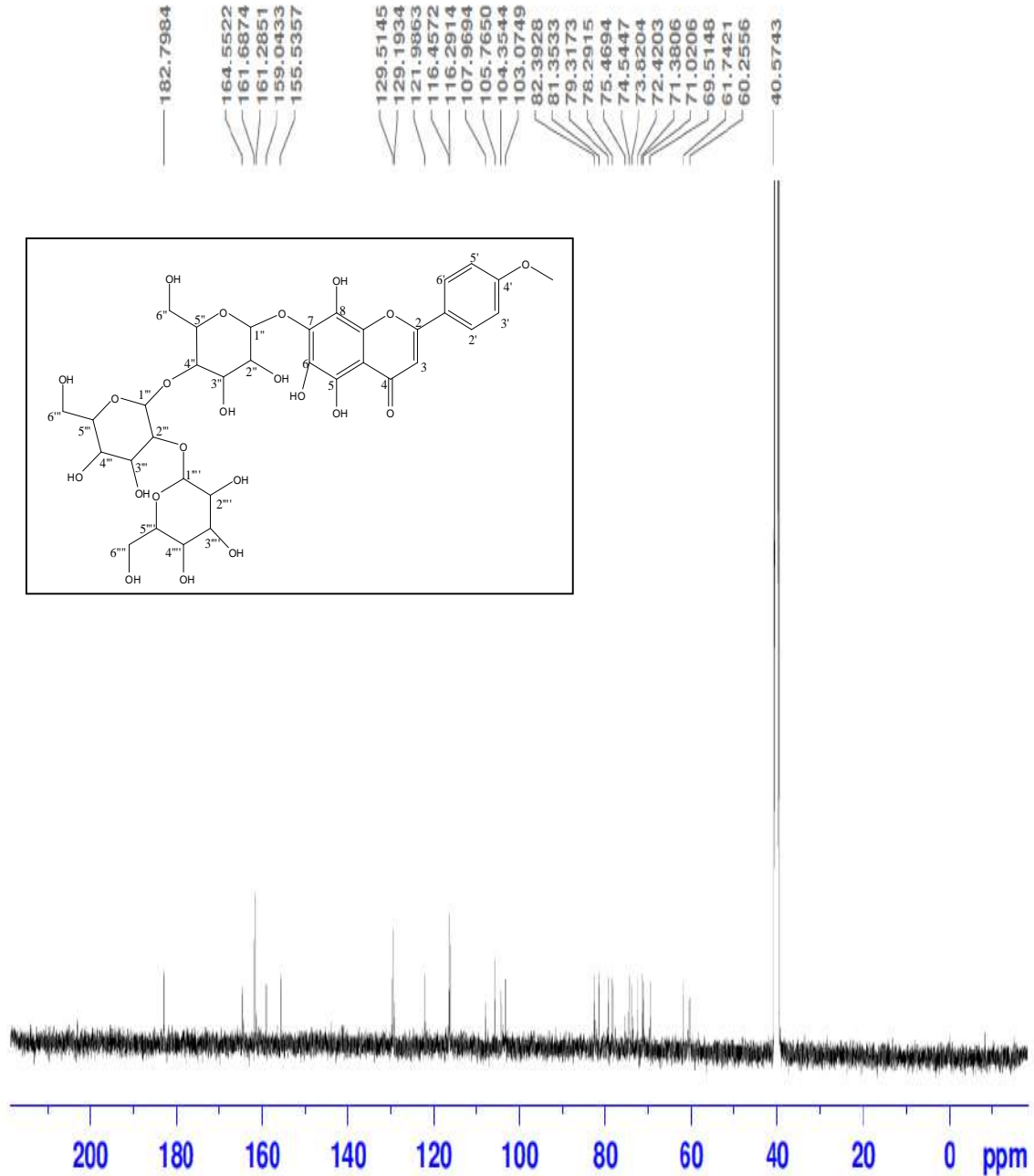
تم تطبيق مختلف مطيافية الرنين النووي المغناطيسي

RMN ^1H , RMN ^{13}C , DEPT135 , DEPT90 , COSY , HMQC , HMBC



الشكل (87-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^1H RMN (BM25(4))

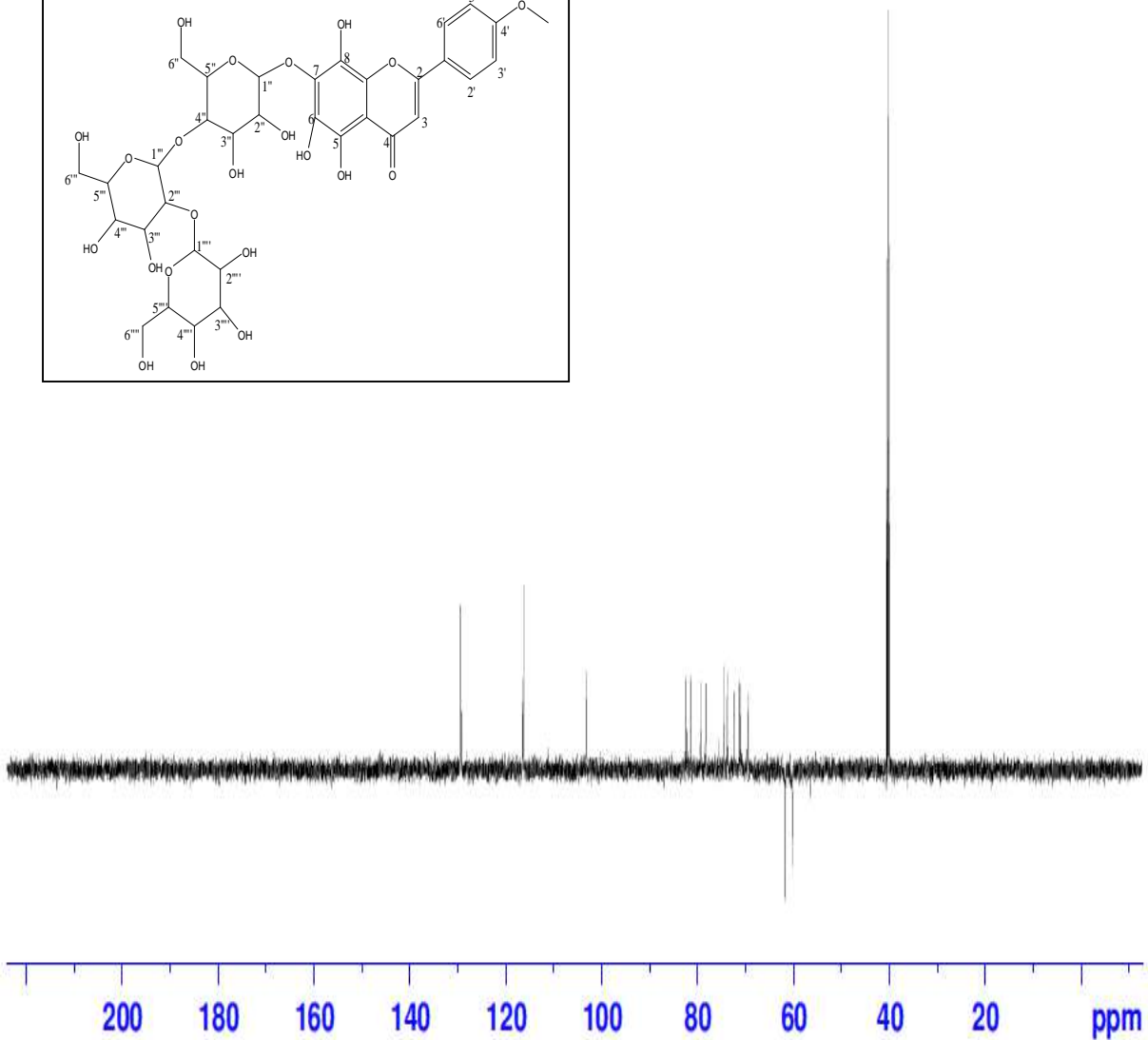
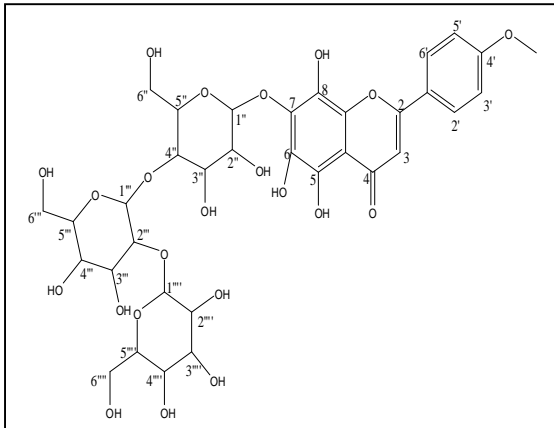
Alyaqout
BN25 (4)
C13



الشكل (88-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^{13}C RMN (BM25(4))

Alyaqout
BN25 (4)
DEPT135

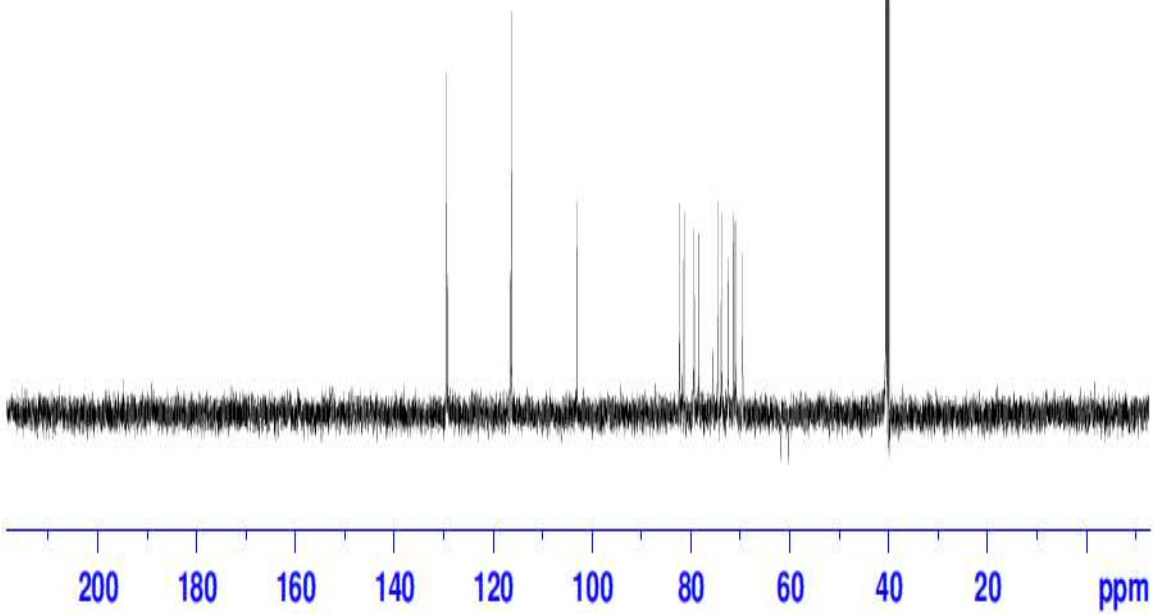
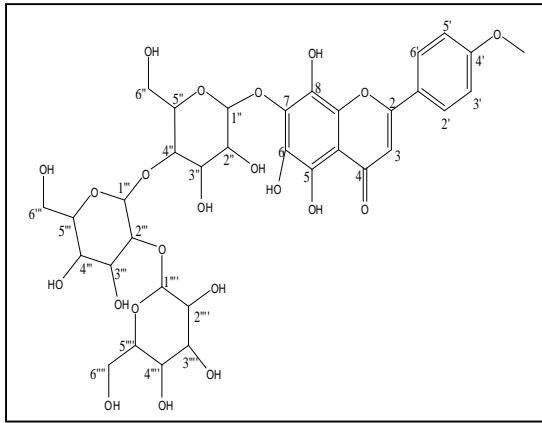
129.5138
129.1958
116.4542
116.2910
103.0739
82.3921
82.2749
81.3524
79.3152
78.2896
75.4712
74.5425
73.8178
72.4199
71.3781
71.0198
69.5086
61.7431
60.2523
56.4919
40.5730
40.4046
40.2372
40.0701
39.9027



الشكل (89-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي DEPT135 (BM25(4))

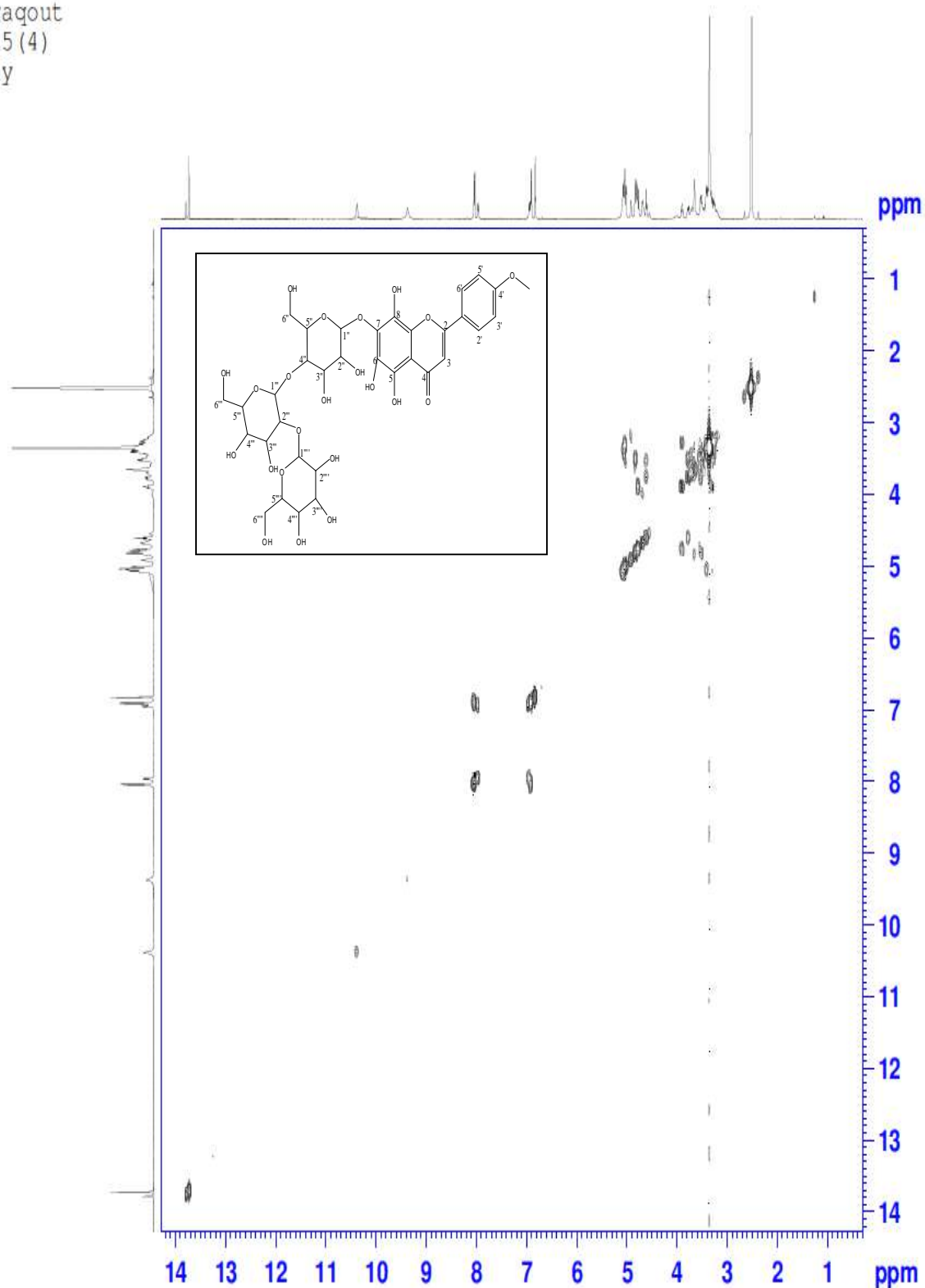
Alyaqout
BN25 (4)
DEPT90

129.5137
129.1912
116.4544
116.2687
103.0746
82.3919
82.2788
81.3523
79.3156
78.2894
75.4768
74.5449
73.8183
72.4195
71.3783
71.0227
69.5130
40.5735
40.4069
40.2388
40.0708
39.9030



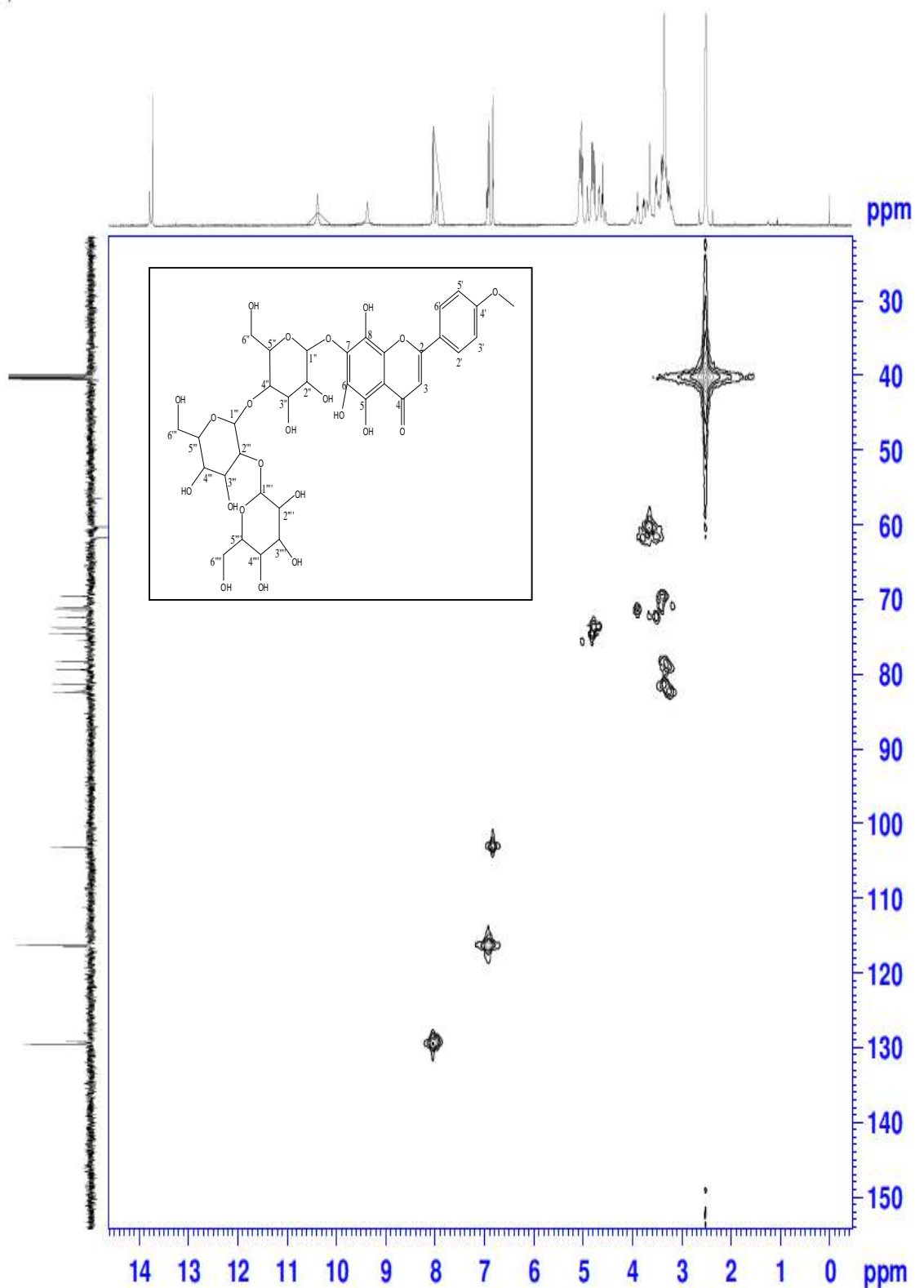
الشكل (90-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي DEPT90 (BM25(4))

Alyaqout
BN25 (4)
cosy

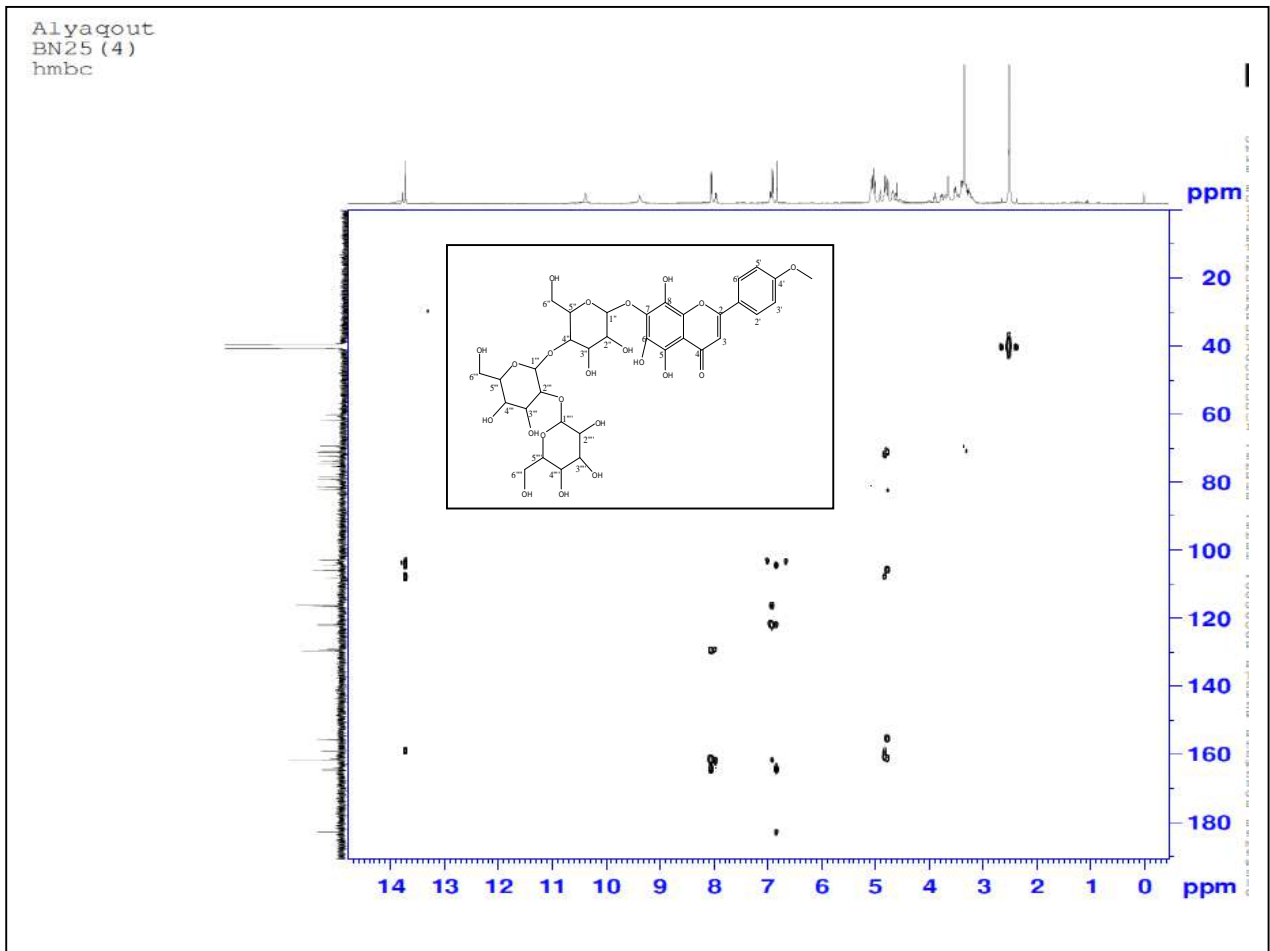


الشكل (91-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي COSY (BM25(4))

Alyaqout
BN25 (4)
hmqc

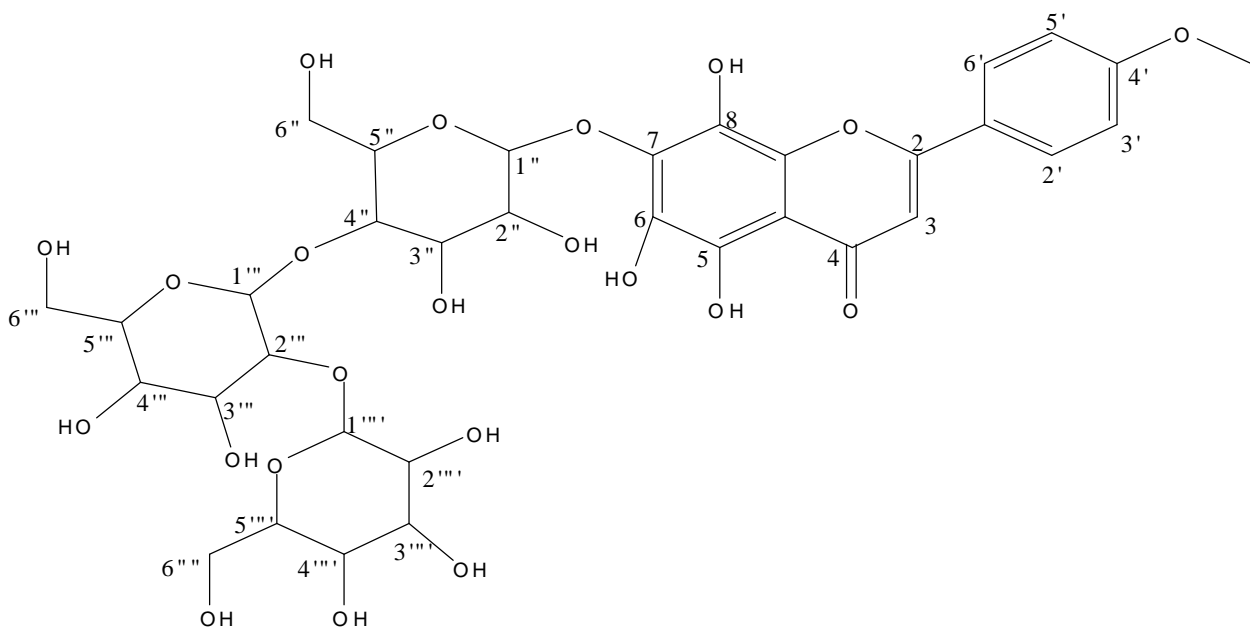


الشكل (92-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMQC (BM25(4))



الشكل (93-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMBC (BM25(4))

الصيغة المقترحة :



7-(5-(4,5-dihydroxy-6-(hydroxymethyl)-3-(3,4,5-trihydroxy-6-(hydroxymethyl)tetrahydro-2H-pyran-2-yloxy)tetrahydro-2H-pyran-2-yloxy)-3,4-dihydroxy-6-(hydroxymethyl)tetrahydro-2H-pyran-2-yloxy)-5,6,8-trihydroxy-2-(4-methoxyphenyl)-4H-chromen-4-one

Chemical Formula: $C_{34}H_{42}O_{22}$

Exact Mass: 802,22

IV-1-1-4-12- التعيين البنوي للمركب : (BM2(3))

1 - الفصل الكروماتوغرافي :

تم فصل هذا المركب من مستخلص البيتانول للازهار .

2 - مطيافية الكتلة :

[M+H] ⁺	[M+H] ⁺	الصيغة المجملة
2	1	الشظايا الموافقة
595,14	353,26	m/z

الصيغة المجملة للمركب : C₂₇H₃₀O₁₅

الكتلة المولية للمركب : M= 594 g/mol

عدد الحلقات والروابط في المركب :

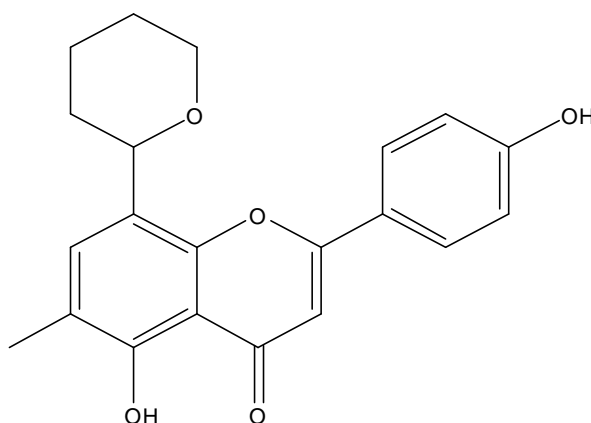
$$DBE = 1 + (2 \times 27 - 30) / 2 = 13$$

5 حلقات و 8 روابط ثنائية.

الاسم العلمي للمركب :

5,6,7-trihydroxy-2-(4-hydroxyphenyl)-8-(3,4,4',5,5'-pentahydroxy-6,6'-bis(hydroxymethyl)octahydro-2H,2'H-2,3'-bipyran-2'-yl)-4H-chromen-4-one

الشظايا الموافقة هي :



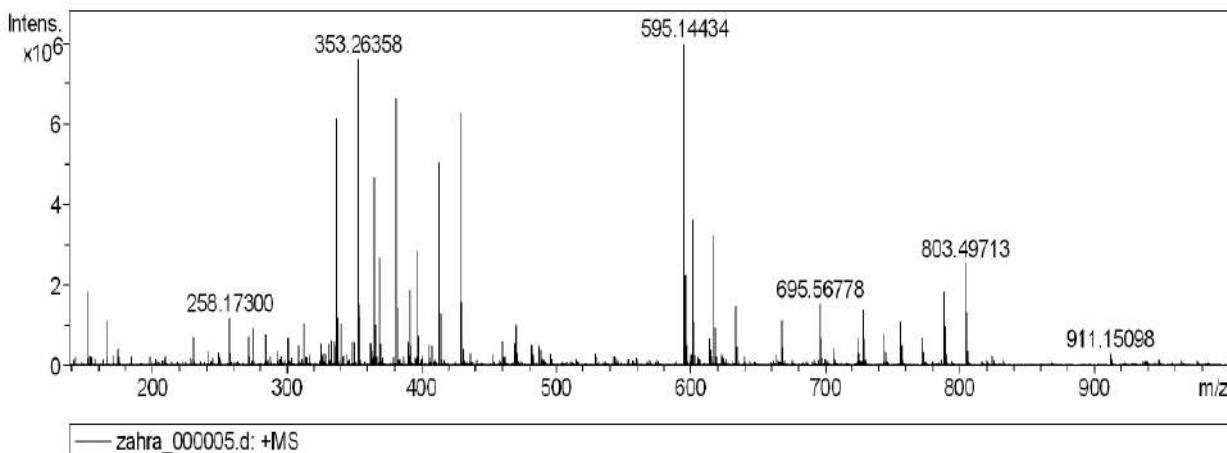
Exact Mass: 352,13

Analysis Info

Analysis Name D:\Data\2013jul01\zahra_000005.d
Method ESI pos April 17 2009
Sample Name BM2-3
Comment MEOH+ h2o

Acquisition Date 7/2/2013 3:50:15 PM

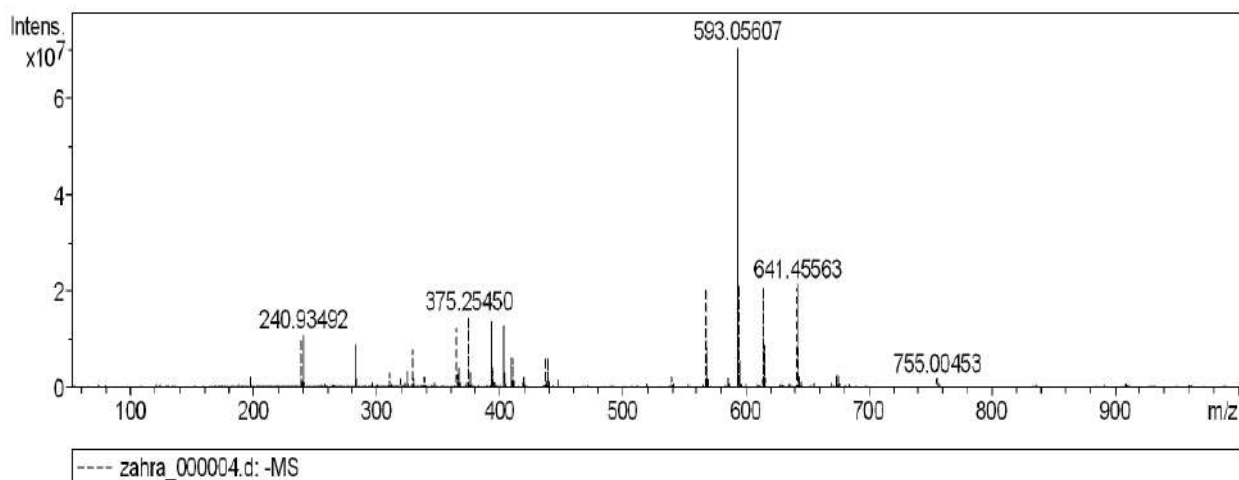
Operator FTMS User
Instrument apex-IV

Acquisition Parameter**Analysis Info**

Analysis Name D:\Data\2013jul01\zahra_000004.d
Method esp neg 28sep
Sample Name bm2-3
Comment MEOH+ H2O

Acquisition Date 7/2/2013 11:49:30 AM

Operator FTMS User
Instrument apex-IV

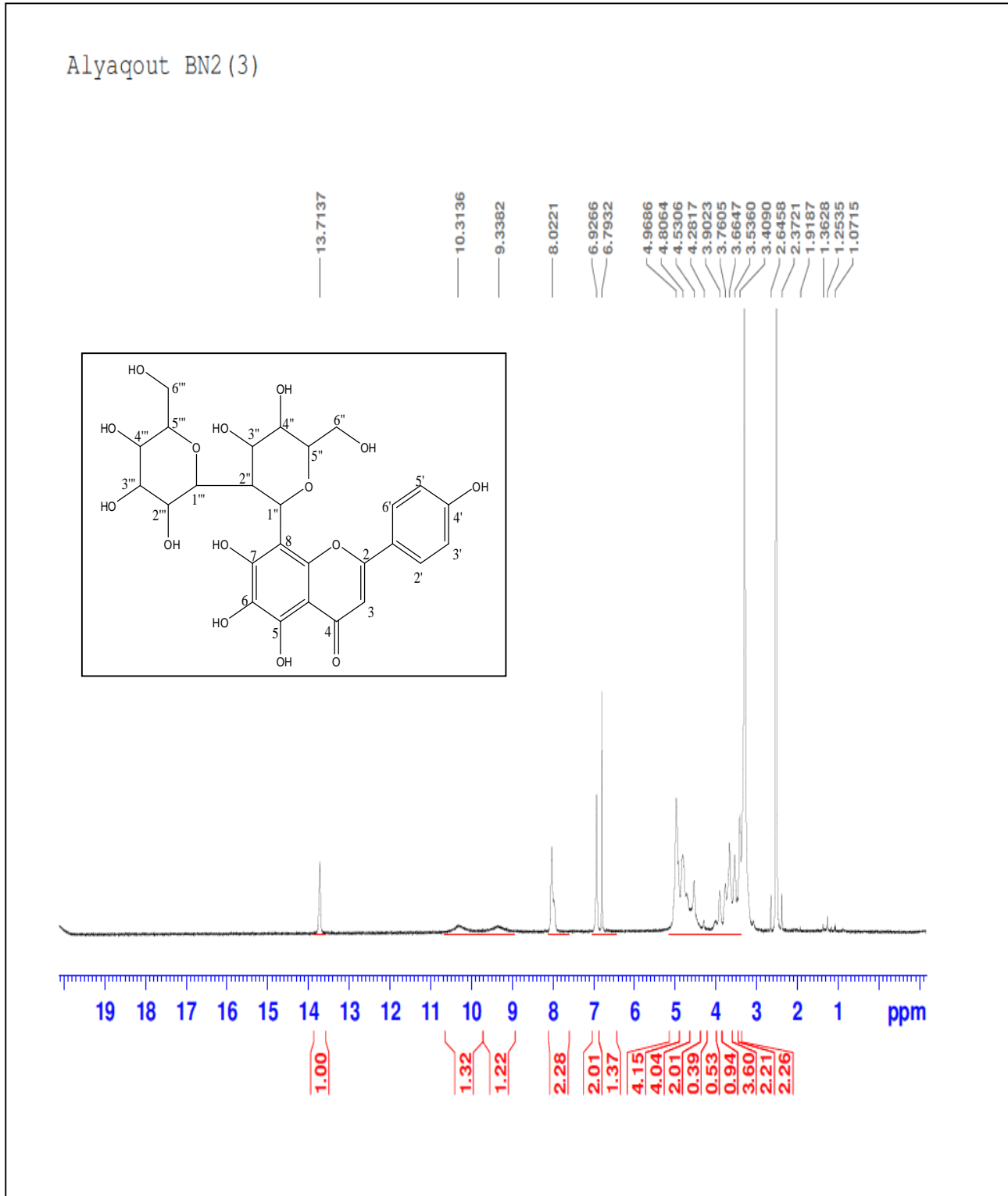
Acquisition Parameter

الشكل (94-IV) : طيف الكتلة للمركب (BM2(3))

3 - مطيافية الرنين النووي المغناطيسي RMN :

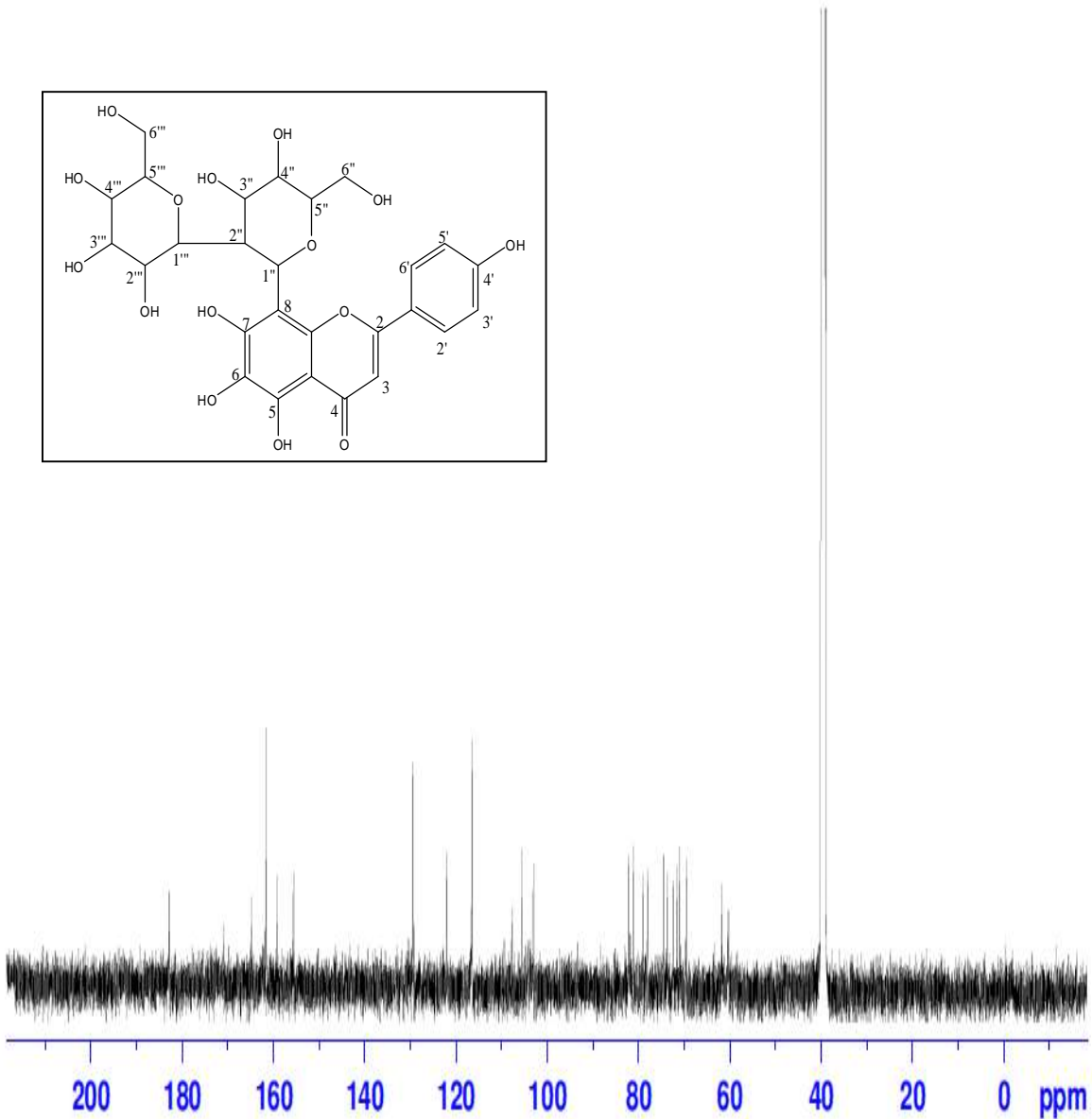
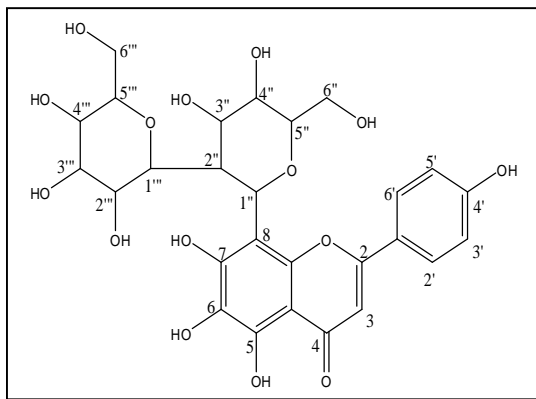
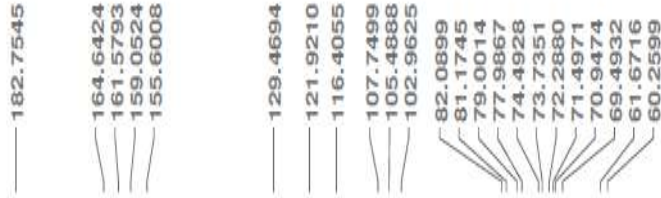
تم تطبيق مختلف مطيافية الرنين النووي المغناطيسي

RMN ^1H , RMN ^{13}C , DEPT135 , COSY , HMQC , HMBC



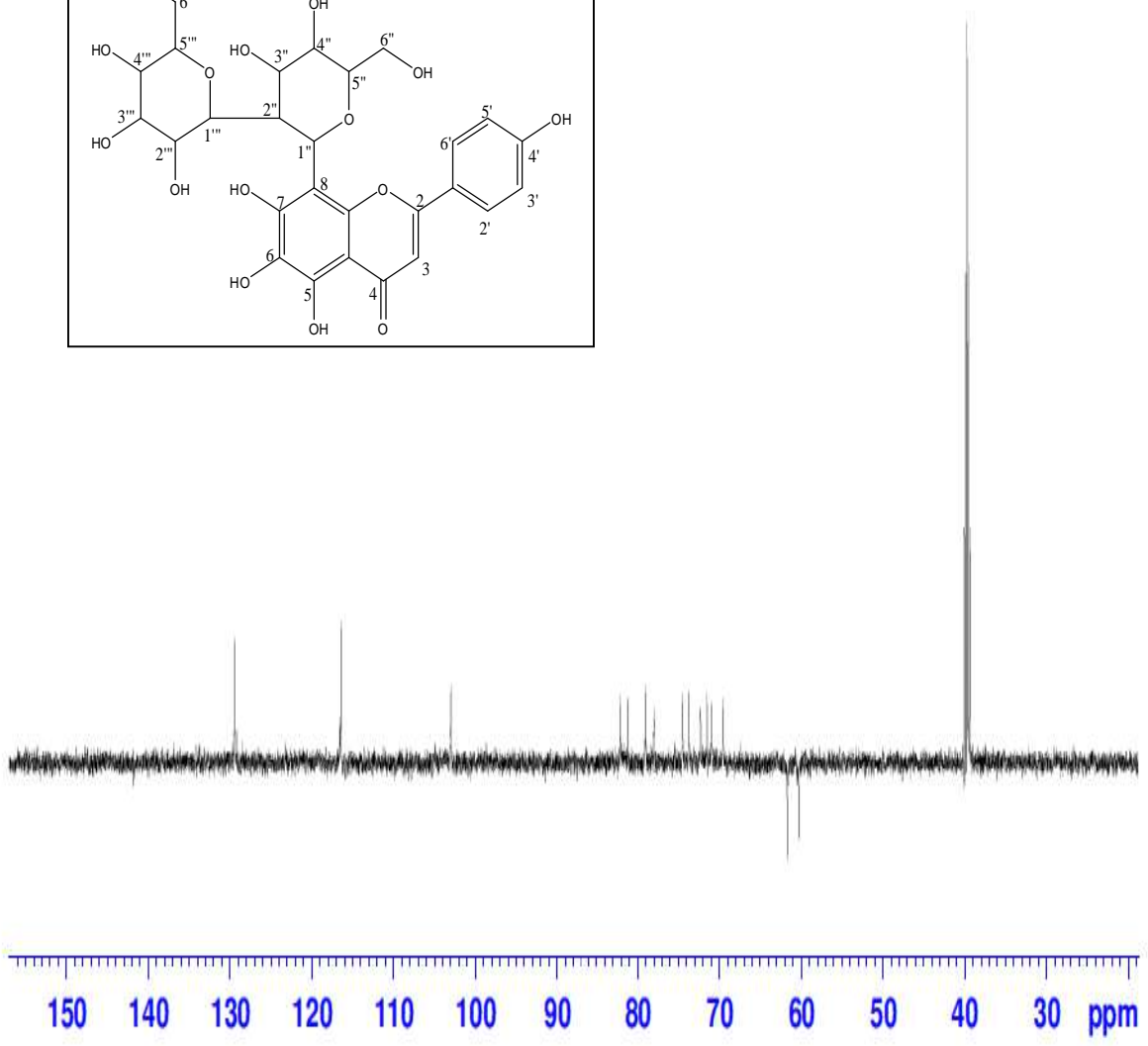
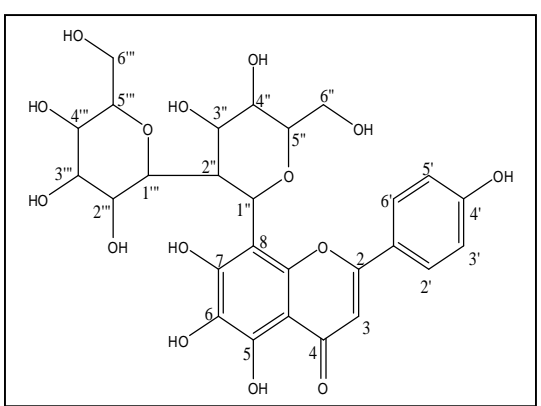
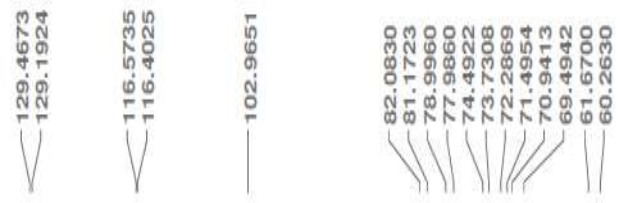
الشكل (95-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^1H RMN (BM2(3))

ALYAQOUT BN2 (3)
C13



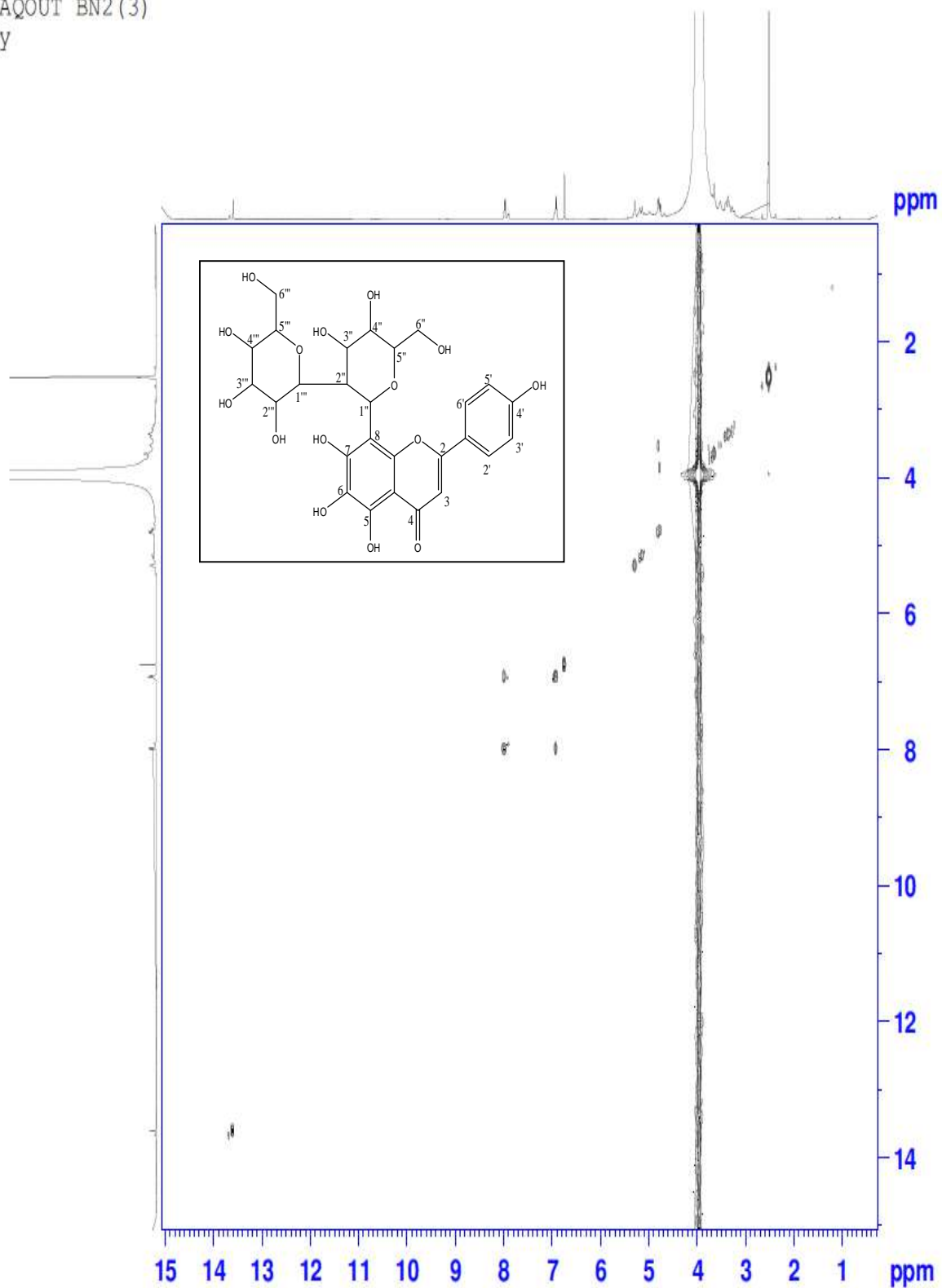
الشكل (96-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ¹³C RMN (BM2(3))

ALYAQOUT BN2 (3)
DEPT135



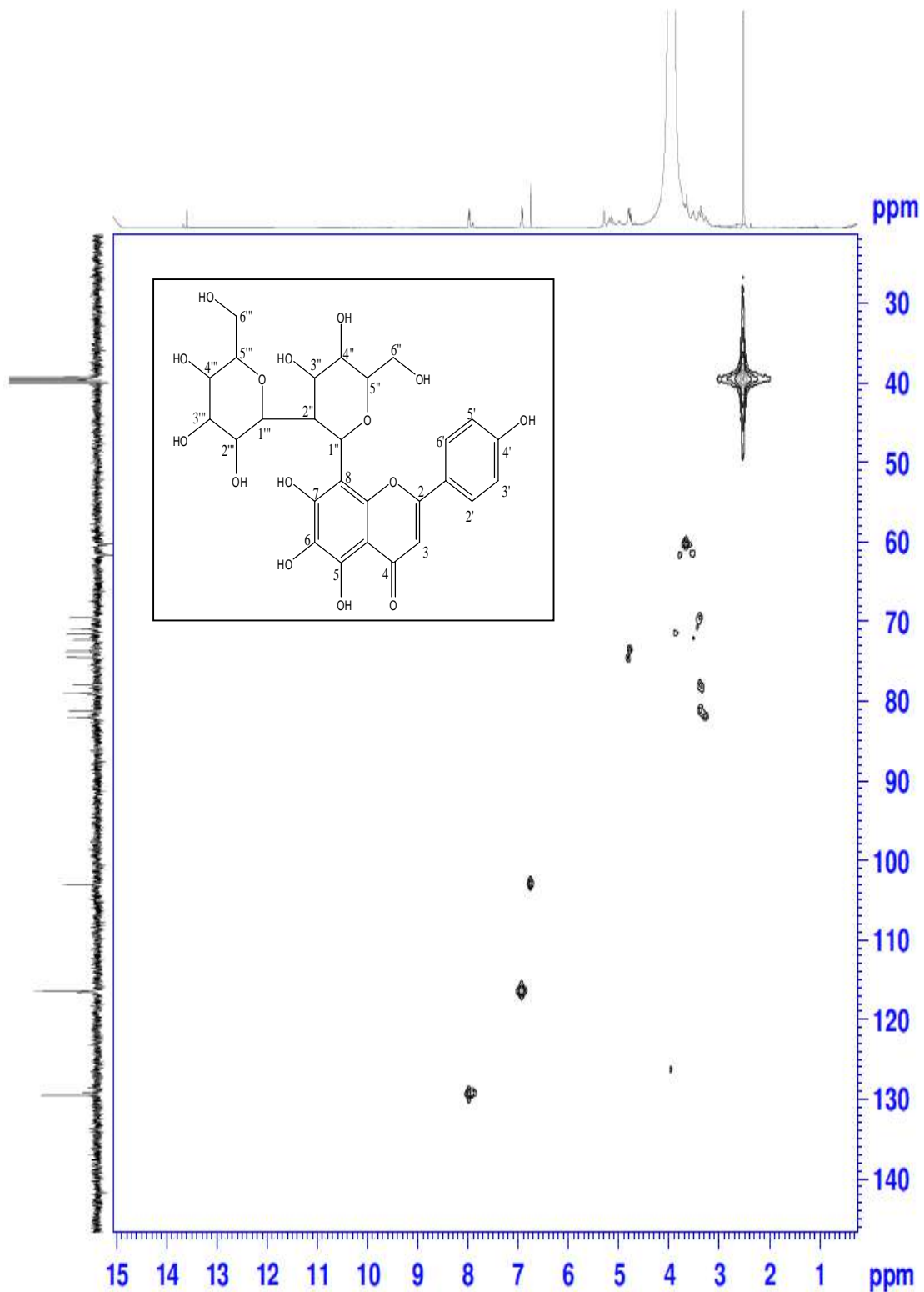
الشكل (97-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي DEPT135 (BM2(3))

ALYAQOUT BN2 (3)
cosy



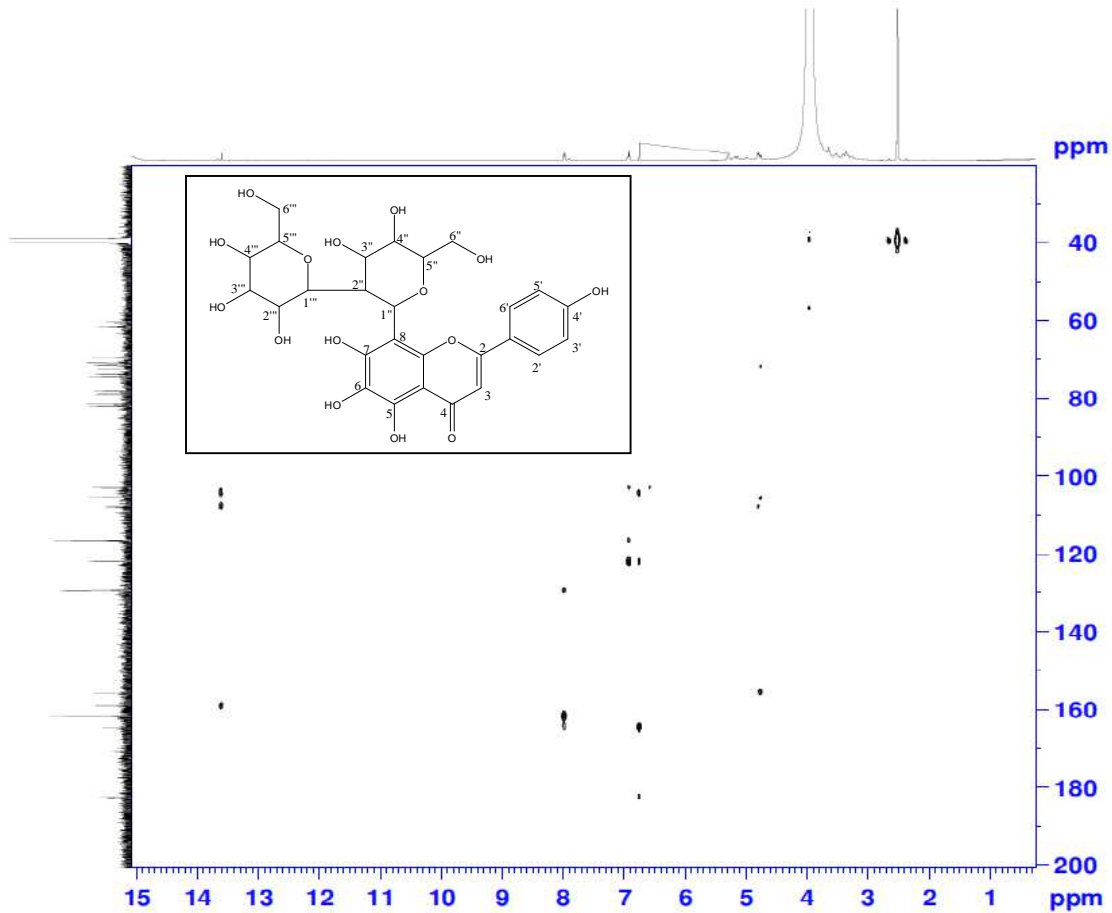
الشكل (98-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي COSY (BM2(3))

ALYAQOUT BN2 (3)
hmqc



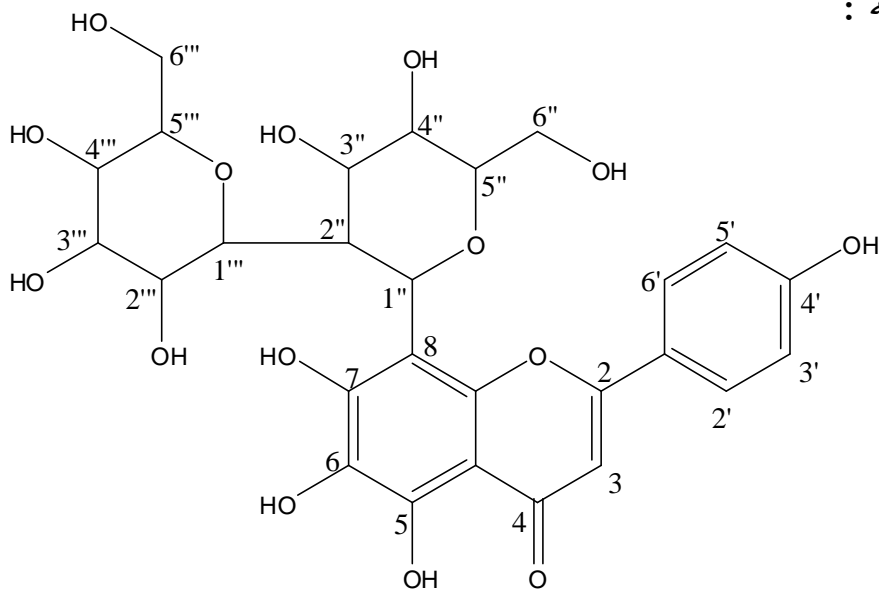
الشكل (99-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMQC (BM2(3))

ALYAQOUT BN2 (3)
hmbc



الشكل (100-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMBC (BM2(3))

الصيغة المقترحة :



5,6,7-trihydroxy-2-(4-hydroxyphenyl)-8-(3,4,4',5,5'-pentahydroxy-6,6'-bis(hydroxymethyl)octahydro-2H,2'H-2,3'-bipyran-2'-yl)-4H-chromen-4-one

Chemical Formula: $C_{27}H_{30}O_{15}$

Exact Mass: 594,16

EBN(2)-(17(4)) -13-4-1-1-IV : التعيين البنوي للمركب :

1 - الفصل الكروماتوغرافي :

تم فصل هذا المركب من مستخلص البيتانول للازهار .

2 - مطيافية الكتلة :

[M-H] ⁺	[M-H] ⁺	[M+H] ⁺	[M+H] ⁺	الصيغة المجملة
4	3	[M+H] ⁺	1	الشظايا الموافقة
593,14	393,27	617,14	325,22	m/z

الصيغة المجملة للمركب : C₂₅H₂₈O₁₈

الكتلة المولية للمركب : M= 616 g/mol

عدد الحلقات والروابط في المركب :

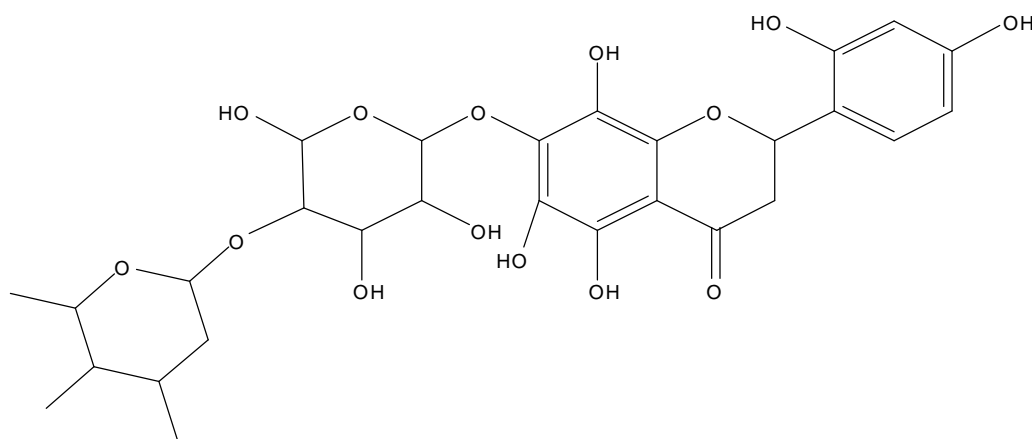
$$DBE = 1 + (2 \times 25 - 28) / 2 = 12$$

5 حلقات و 7 روابط ثنائية.

الاسم العلمي للمركب :

2-(2,4-dihydroxyphenyl) -5,6,8-trihydroxy-7-(3, 4,6-trihydroxy-5-(3,4,5,6-tetrahydroxytetrahydro-2H-pyran-2-yloxy) tetrahydro-2H-pyran-2-yloxy)chroman-4-one

الشظايا الموافقة هي :



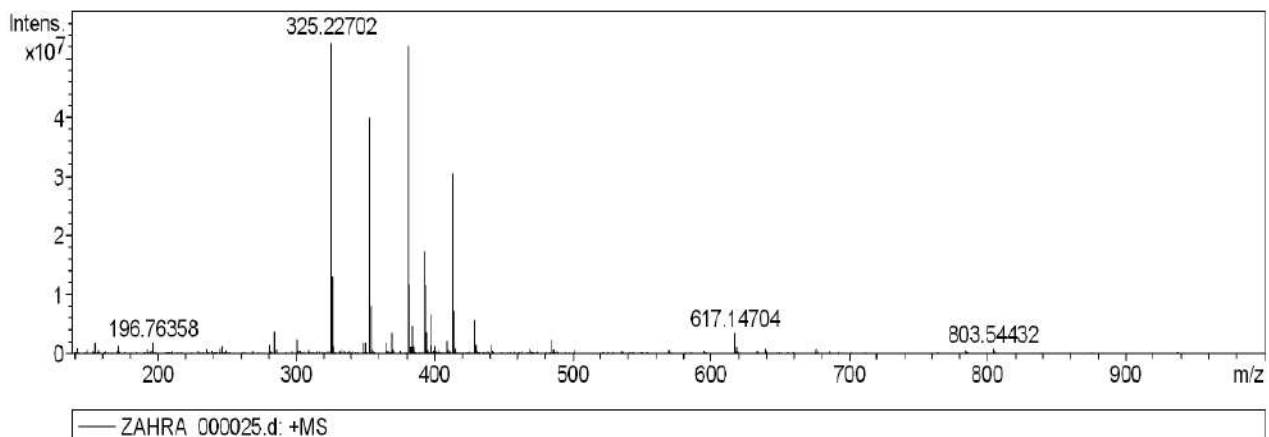
Exact Mass: 594,19

Analysis Info

Analysis Name D:\Data\2013AUG01\ZAHRA_000025.d
Method ESI pos April 17 2009
Sample Name B17-4
Comment MEOH+H2O+ACETONE

Acquisition Date 8/7/2013 11:30:17 AM

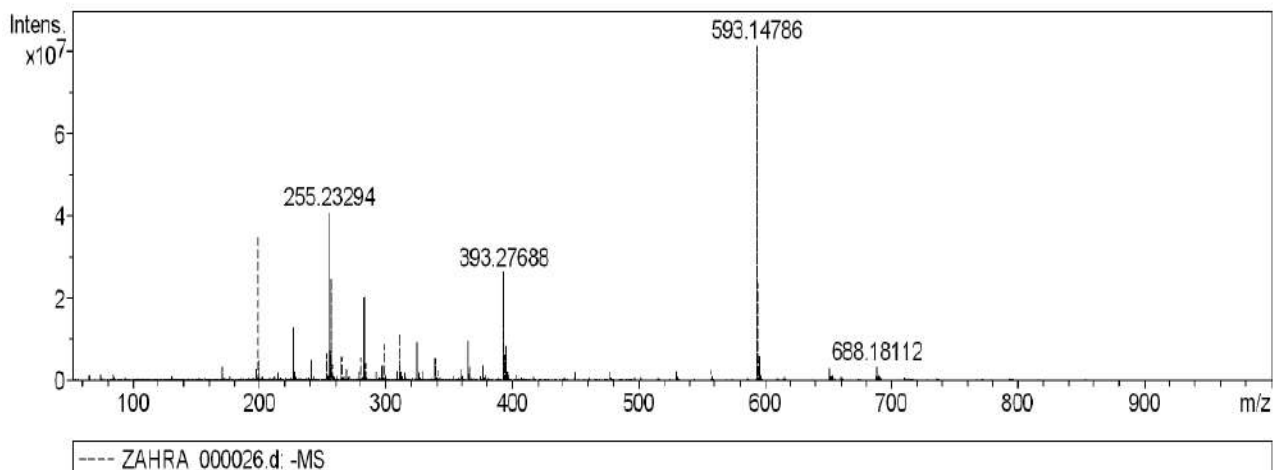
Operator FTMS User
Instrument apex-IV

Acquisition Parameter**Analysis Info**

Analysis Name D:\Data\2013AUG01\ZAHRA_000026.d
Method esp neg 28sep
Sample Name B17-4
Comment MEOH+H2O+ACETONE

Acquisition Date 8/7/2013 11:33:08 AM

Operator FTMS User
Instrument apex-IV

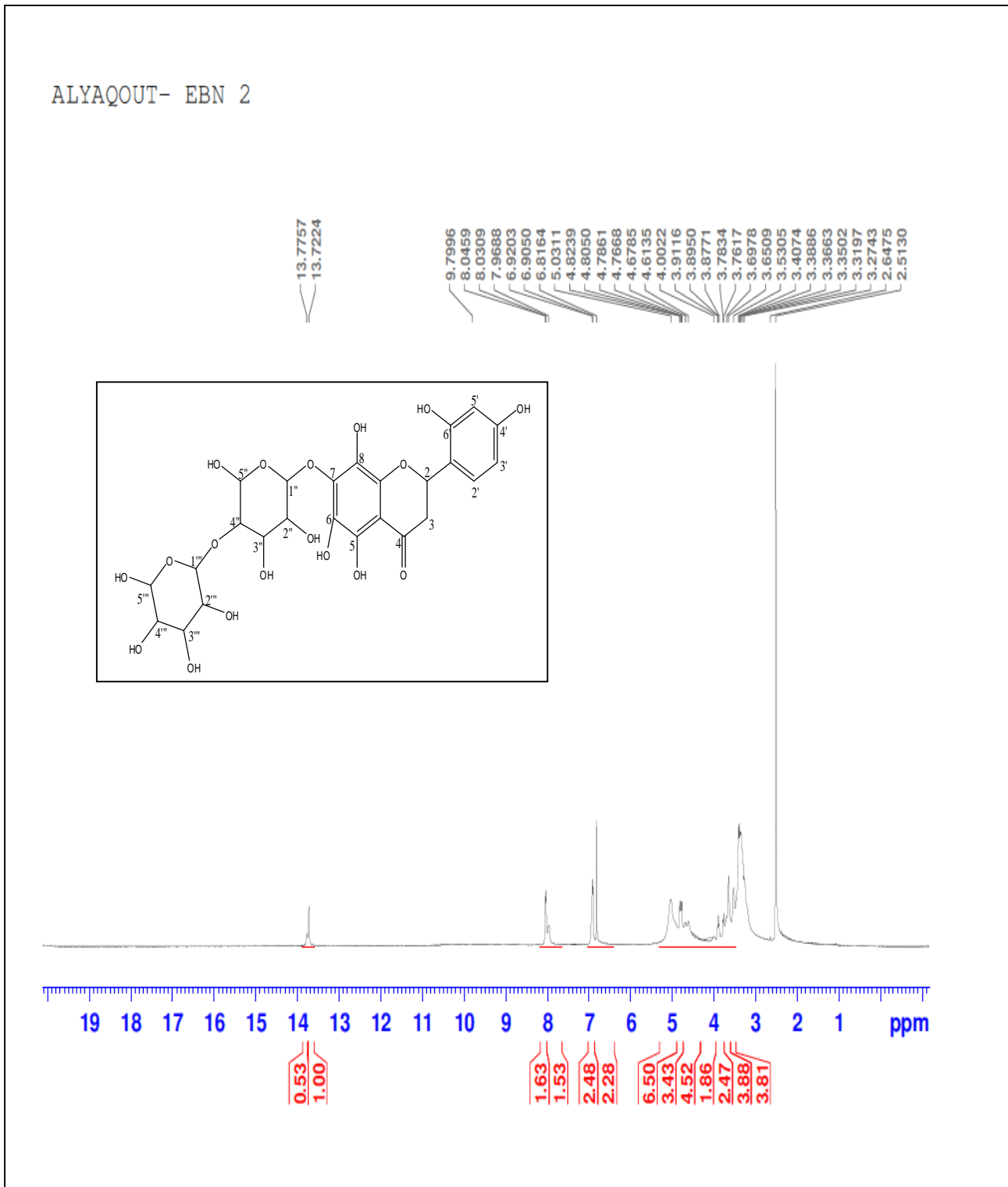
Acquisition Parameter

الشكل (101-IV) : طيف الكتلة للمركب (17(4))

3 - مطيافية الرنين النووي المغناطيسي RMN :

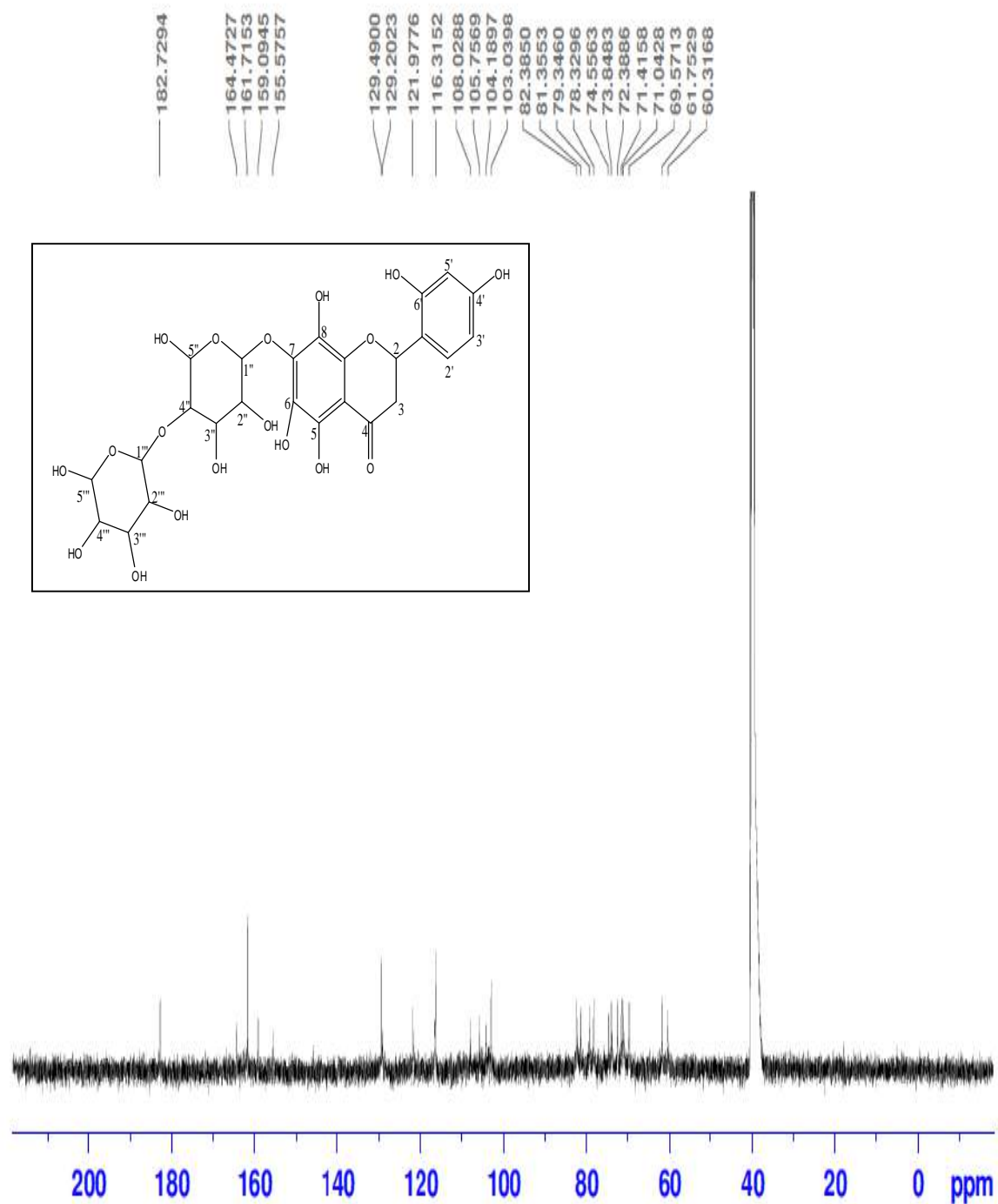
تم تطبيق مختلف مطيافية الرنين النووي المغناطيسي

RMN ^1H , RMN ^{13}C , DEPT135 , COSY , HMQC , HMBC



الشكل (102-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^1H RMN (17(4))

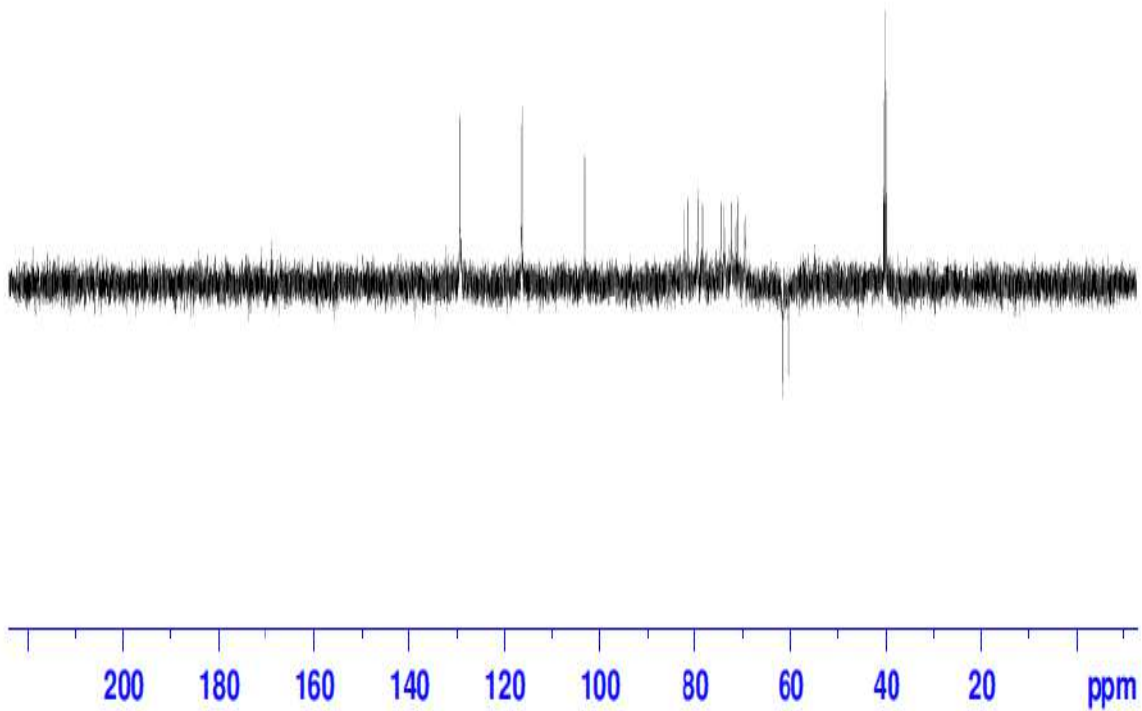
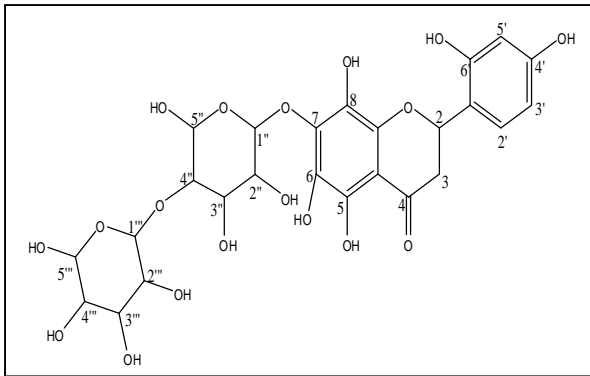
ALYAQOUT- EBN 2
c13



الشكل (103-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^{13}C RMN (17(4))

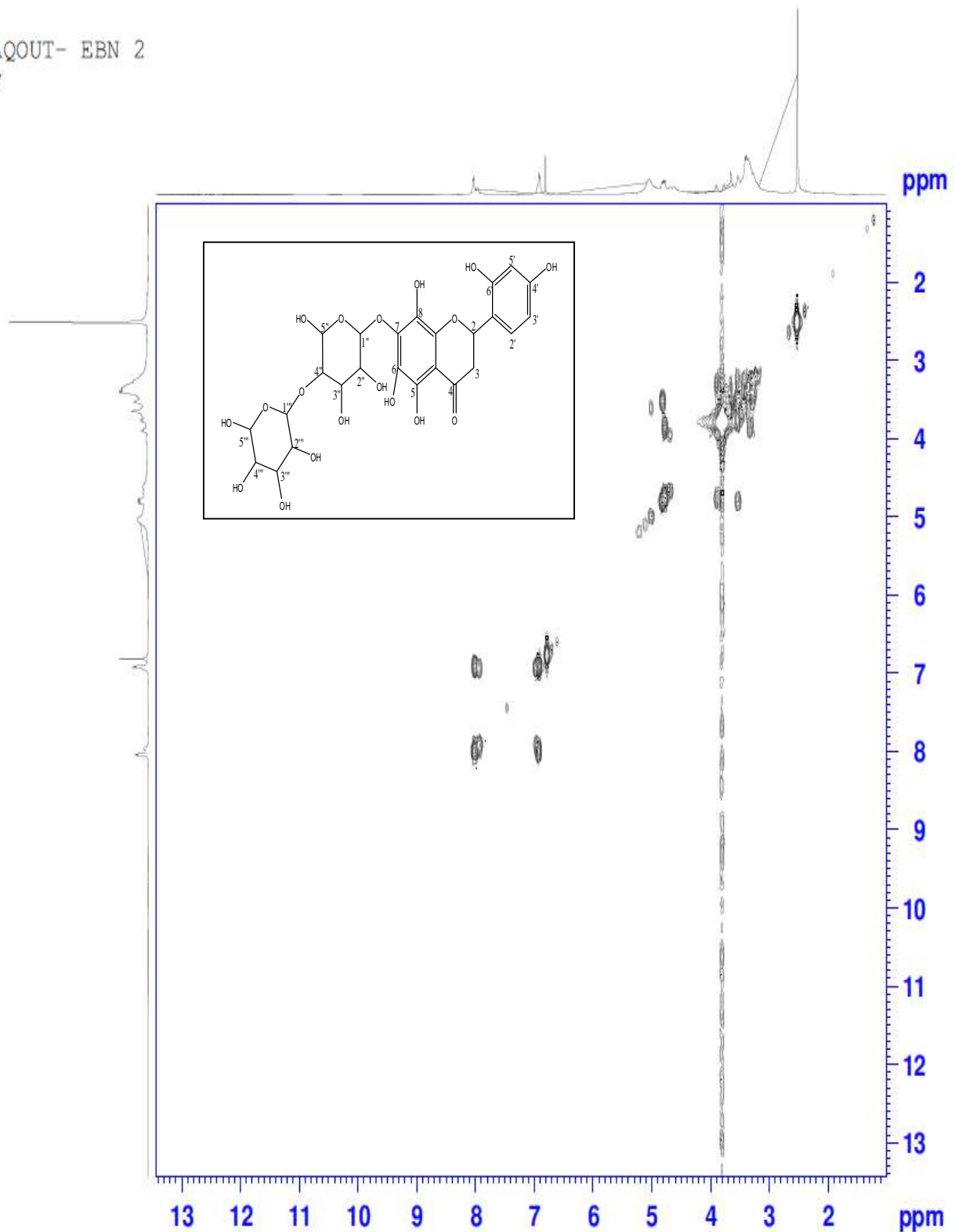
ALYAQOUT- EBN 2
dept135

129.4889
116.3094
103.0443
82.3838
81.3534
79.3362
78.3403
74.5508
73.8541
72.3941
71.4142
71.0455
69.5606
61.7698
60.3003



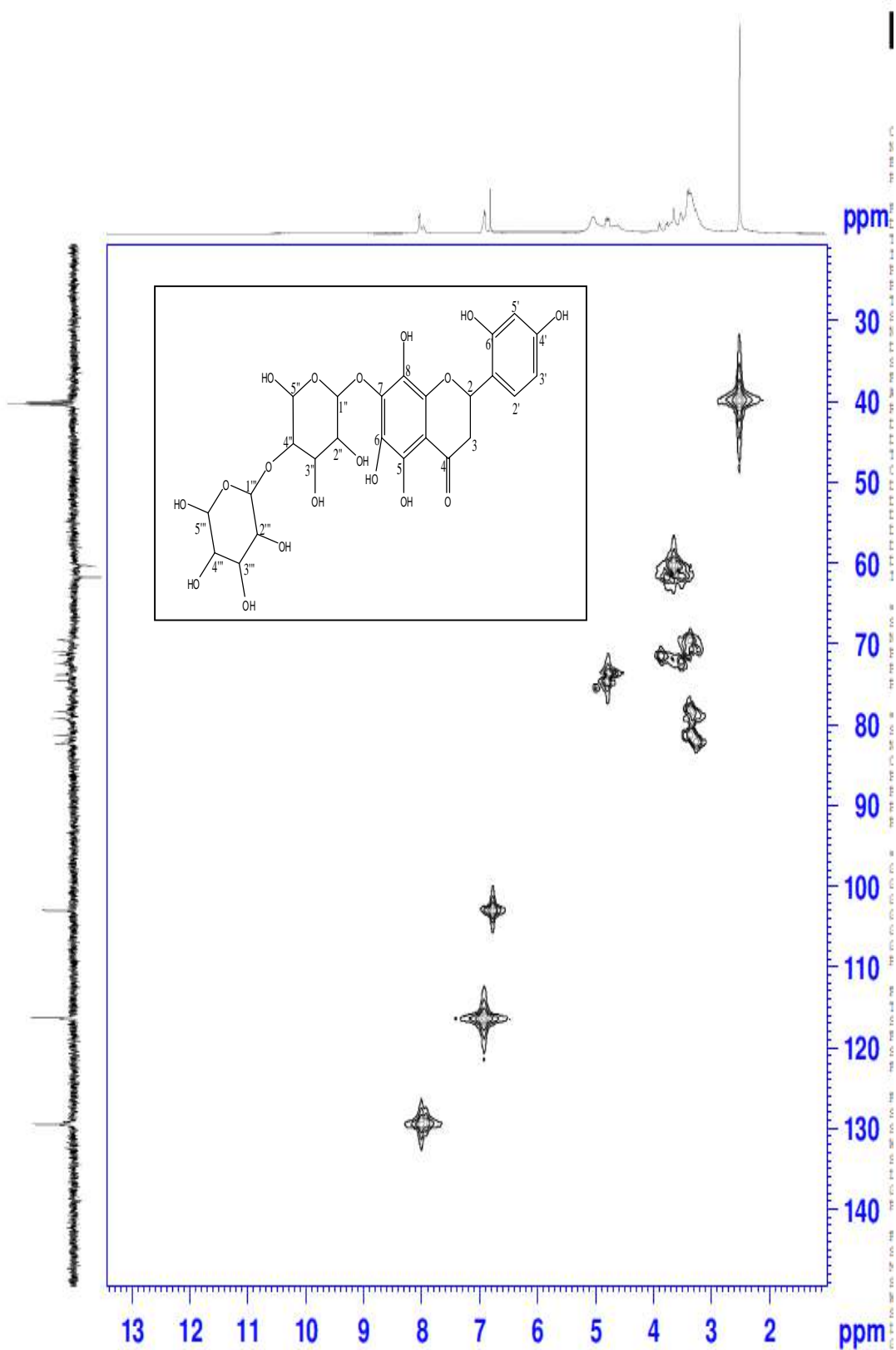
الشكل (104-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي DEPT135 (17(4))

ALYAQOUT- EBN 2
cosy



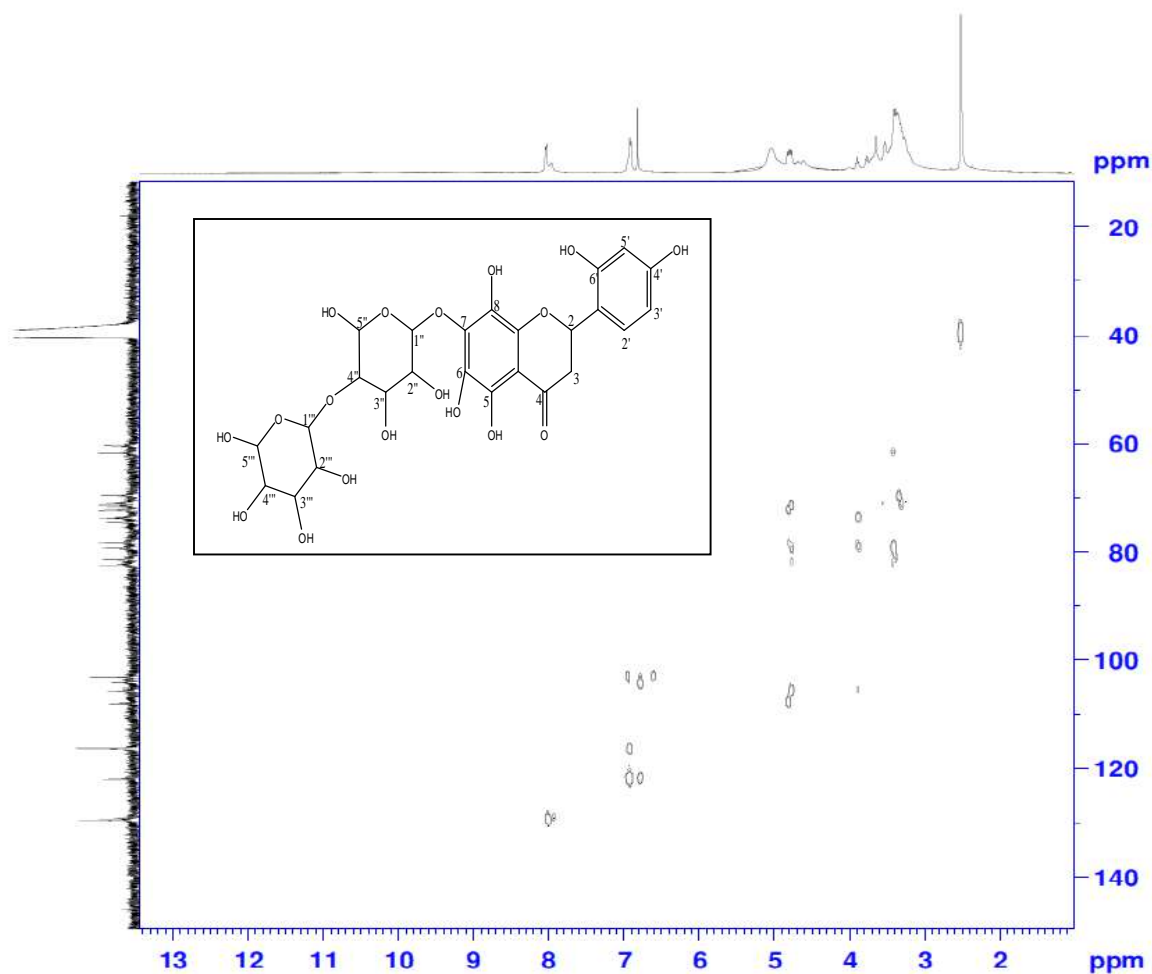
الشكل (105-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي COSY (17(4))

ALYAQOUT- EBN 2
hmqc



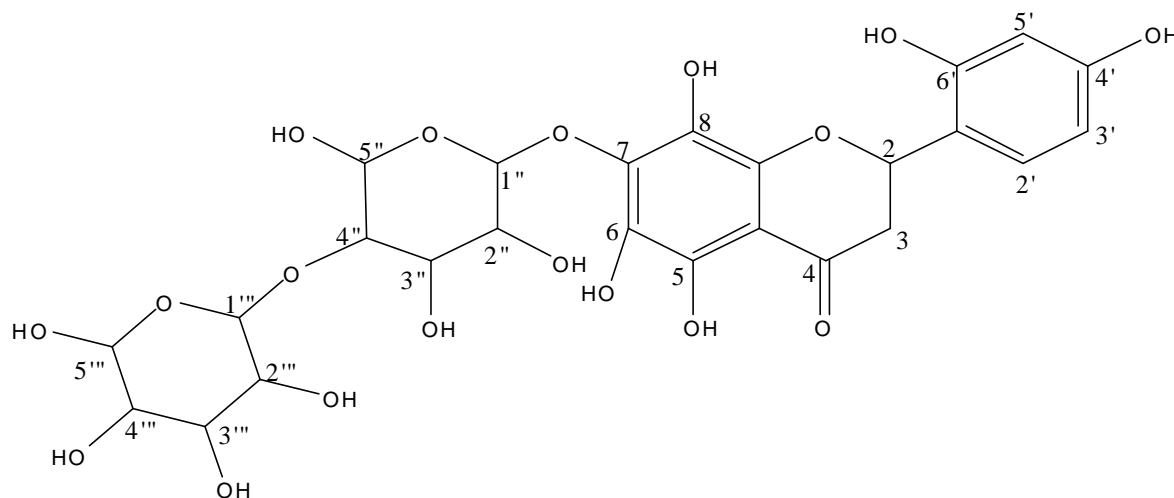
الشكل (106-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMQC (17(4))

ALYAQOUT- EBN 2
hmbc



الشكل (107-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMBC (17(4))

الصيغة المقترحة :



2-(2,4-dihydroxyphenyl)-5,6,8-trihydroxy-7-(3,4,6-trihydroxy-5-(3,4,5,6-tetrahydroxytetrahydro-2H-pyran-2-yloxy)tetrahydro-2H-pyran-2-yloxy)chroman-4-one

Chemical Formula: $C_{25}H_{28}O_{18}$

Exact Mass: 616,13

IV-1-1-4-14- التعيين البنوي للمركب : (EBN (1))

1 - الفصل الكروماتوغرافي :

تم فصل هذا المركب من مستخلص البيتانول للازهار .

2 - مطيافية الكتلة :

[M-H] ⁺	[M-H] ⁺	[M+H] ⁺	[M+H] ⁺	الصيغة المجملة
3	2	[M+H] ⁺	1	الشظايا الموافقة
593,15	255,23	610,15	353,26	m/z

الصيغة المجملة للمركب : C₂₇H₃₀O₁₆

الكتلة المولية للمركب : M= 610 g/mol

عدد الحلقات والروابط في المركب :

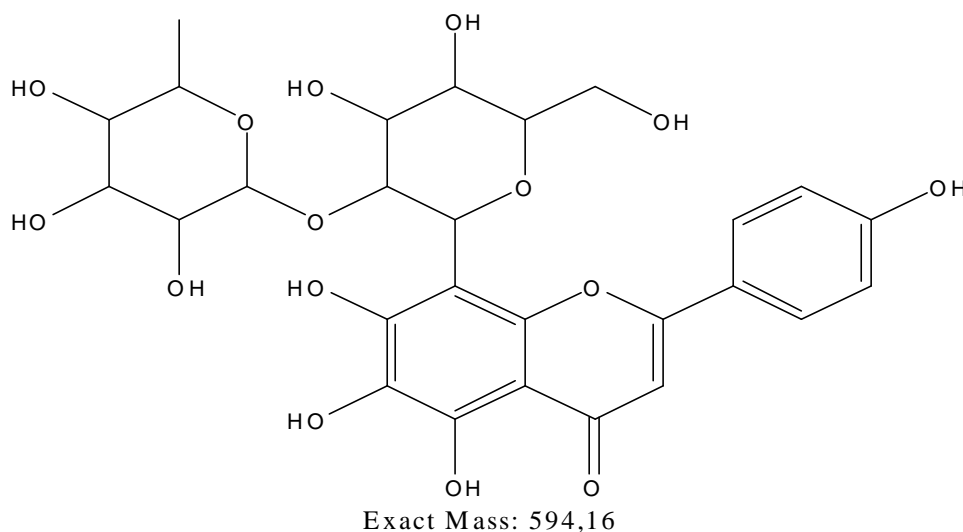
$$DBE = 1 + (2 \times 27 - 30) / 2 = 13$$

5 حلقات و 8 روابط ثنائية.

الاسم العلمي للمركب :

8-(4,5-dihydroxy-6-(hydroxymethyl)-3-(3,4,5-trihydroxy-6-(hydroxymethyl)tetrahydro-2H-pyran-2-yloxy)tetrahydro-2H-pyran-2-yl)-5,6,7-trihydroxy-2-(4-hydroxyphenyl)-4H-chromen-4-one

الشظايا الموافقة هي :

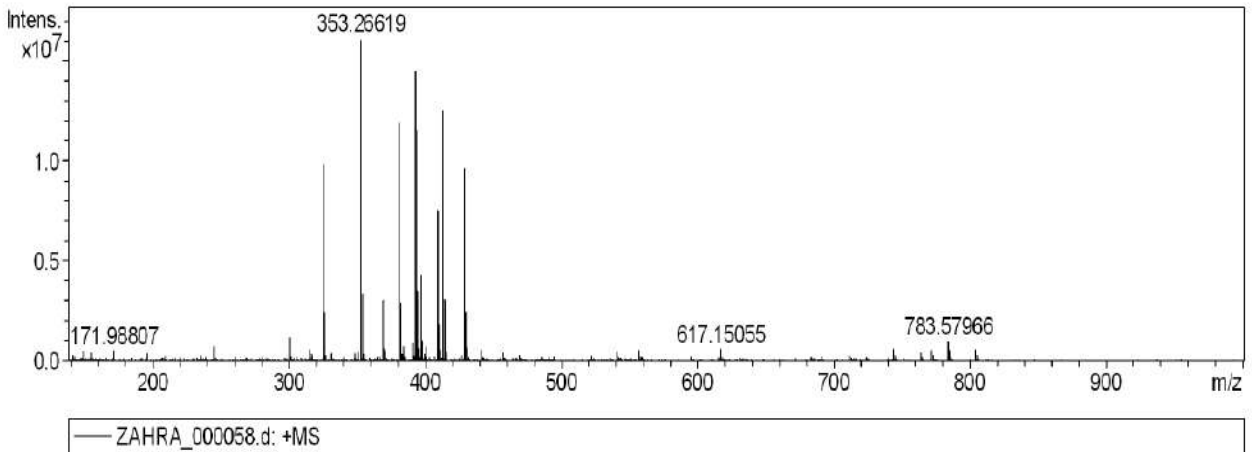


Analysis Info

Analysis Name D:\Data\2013AUG01\ZAHRA_000058.d
Method ESI pos April 17 2009
Sample Name E1
Comment MEOH+H2O

Acquisition Date 8/13/2013 11:06:59 AM

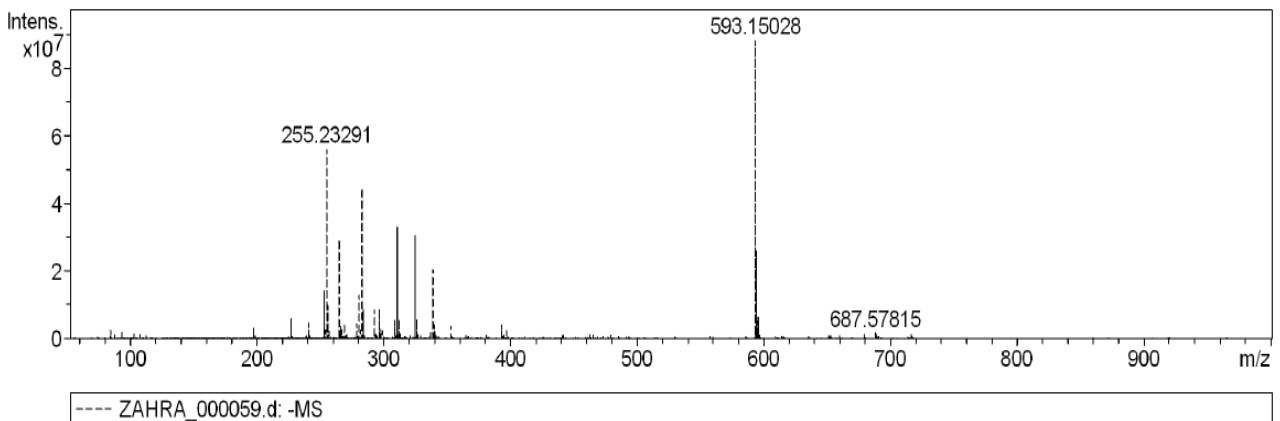
Operator FTMS User
Instrument apex-IV

Acquisition Parameter**Analysis Info**

Analysis Name D:\Data\2013AUG01\ZAHRA_000059.d
Method esp neg 28sep
Sample Name E1
Comment MEOH+H2O

Acquisition Date 8/13/2013 11:21:47 AM

Operator FTMS User
Instrument apex-IV

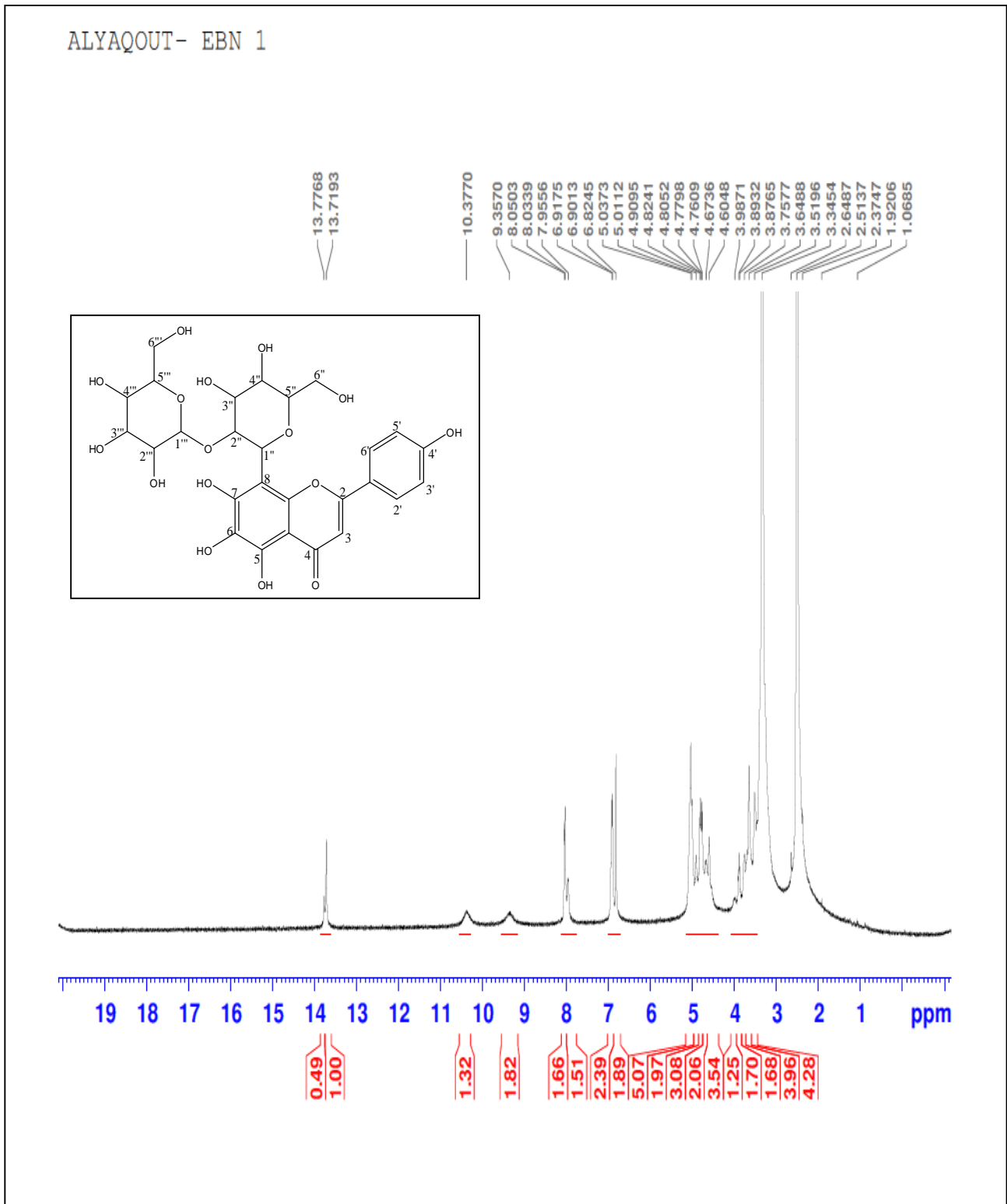
Acquisition Parameter

الشكل (108-IV) : طيف الكتلة للمركب (EBN (1))

3 - مطيافية الرنين النووي المغناطيسي RMN :

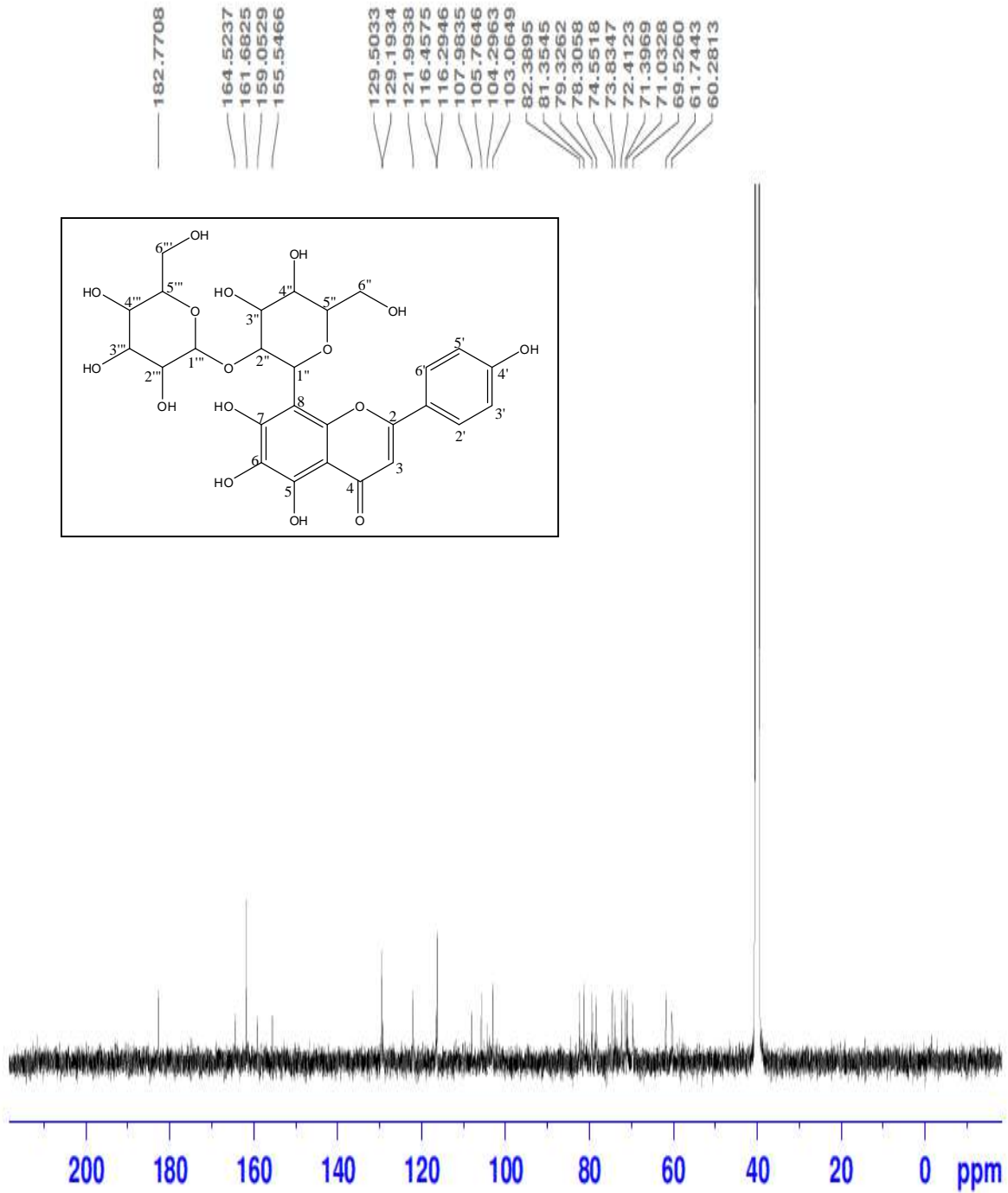
تم تطبيق مختلف مطيافية الرنين النووي المغناطيسي

RMN ^1H , RMN ^{13}C , DEPT135 , COSY , HMQC , HMBC



الشكل (109-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^1H RMN (EBN (1))

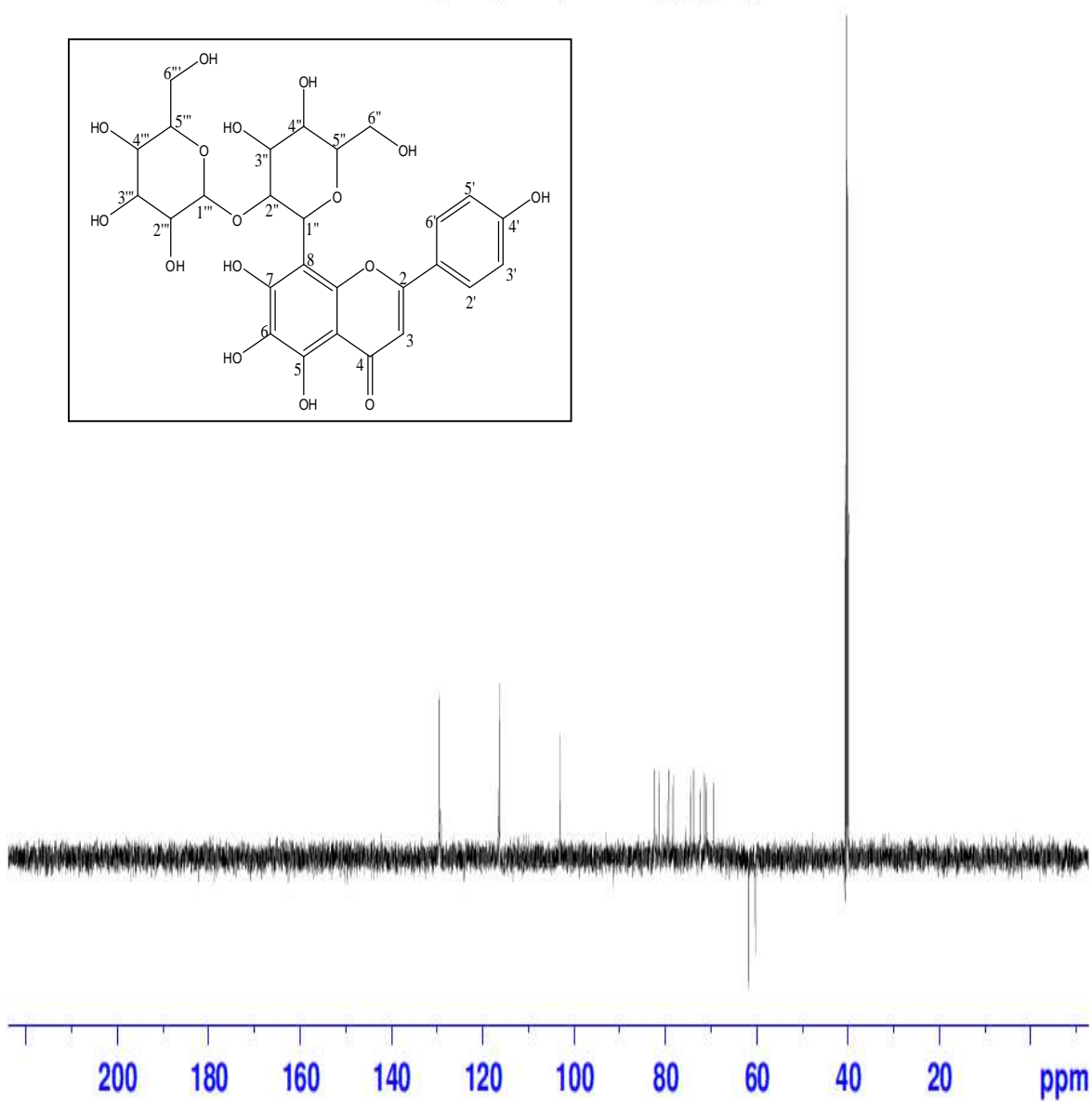
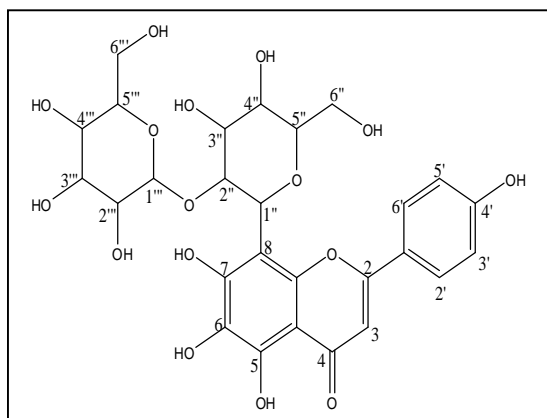
ALYAQOUT- EBN 1
C13



الشكل (110-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^{13}C RMN (EBN (1))

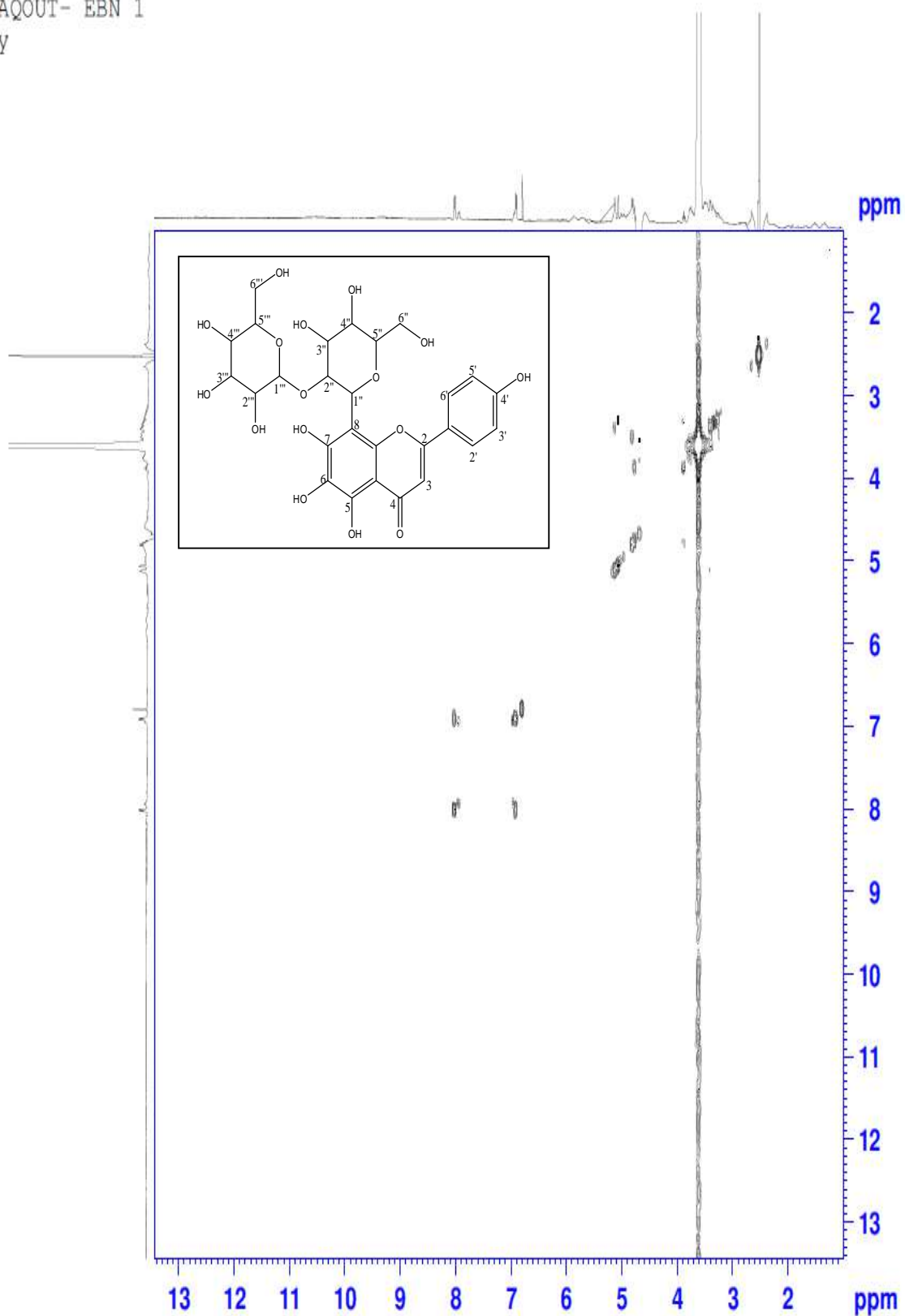
ALYAQOUT- EBN 1
DEPT135

129.5044
129.1973
116.4535
116.2918
103.0639
82.3867
81.3524
79.3280
78.3056
74.5575
73.8255
72.4093
71.3932
71.0301
69.5286
61.7495
60.2766



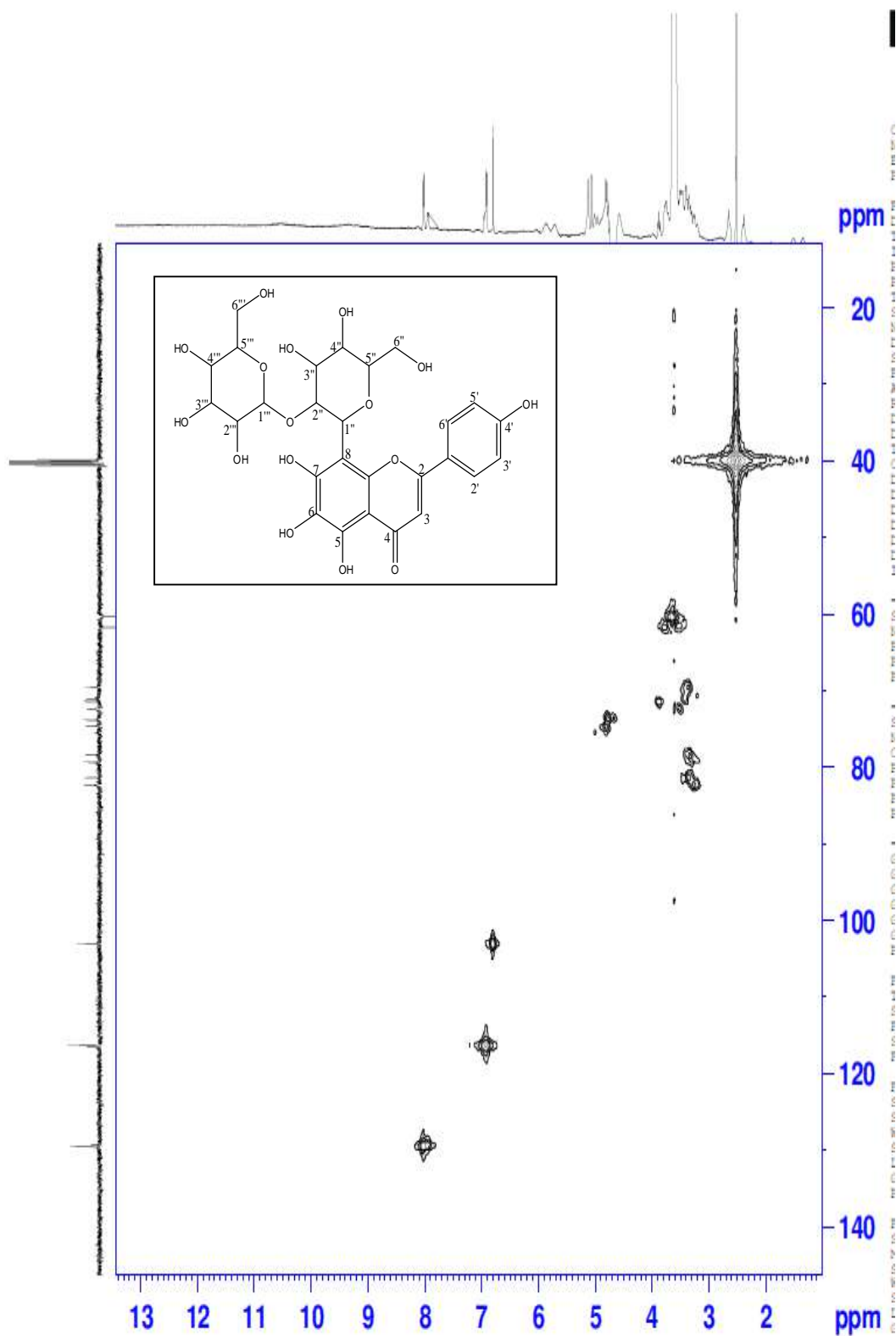
الشكل (111-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي DEPT135 (EBN 1)

ALYAQOUT- EBN 1
COSY



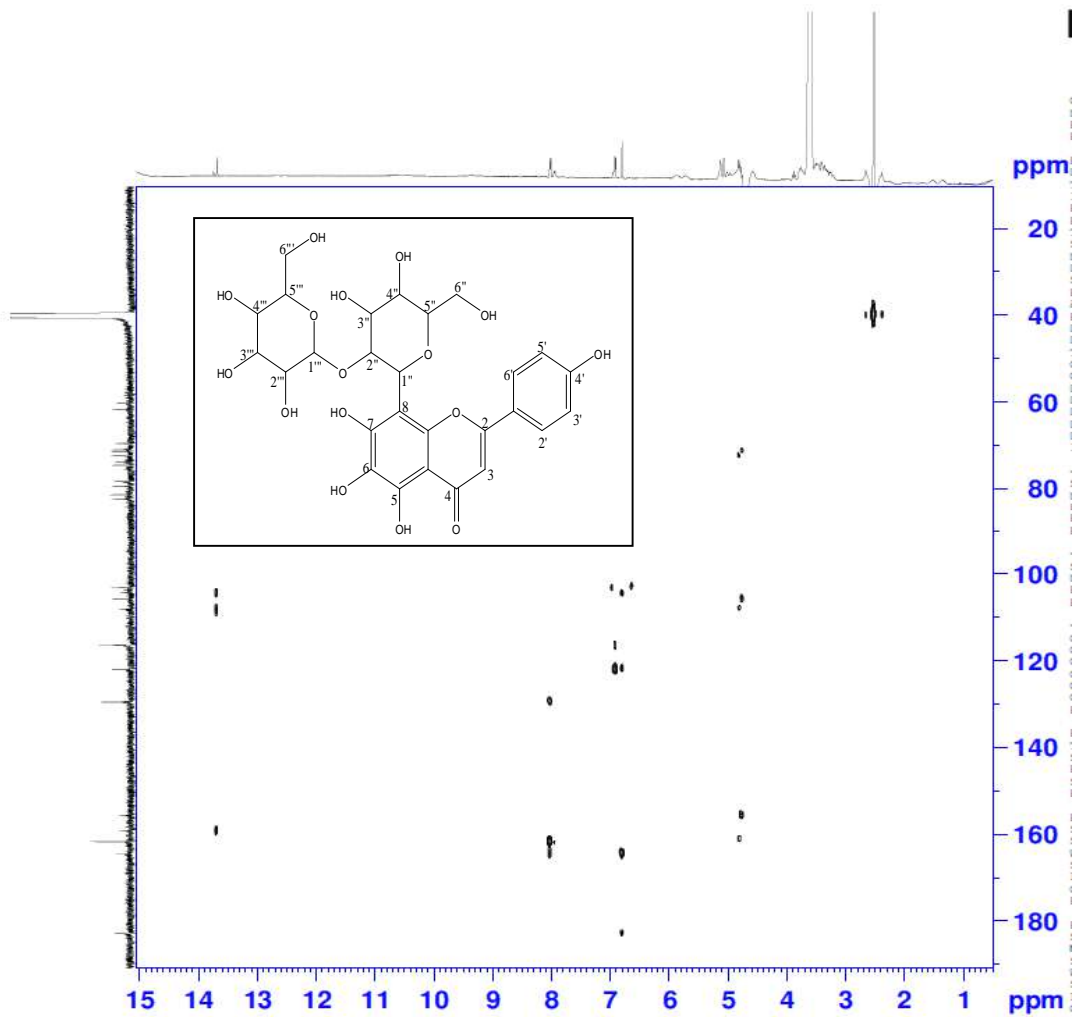
الشكل (112-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي COSY (EBN 1)

ALYAQOUT- EBN 1
hmqc



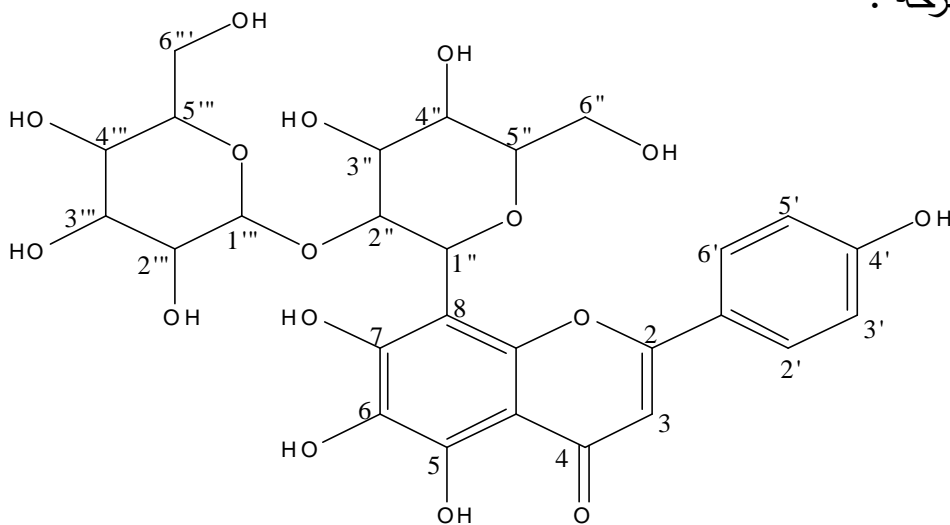
الشكل (113-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMQC (EBN (1))

ALYAQOUT- EBN 1
hmbc



الشكل (114-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMBC (EBN 1)

الصيغة المقترحة :



8-(4,5-dihydroxy-6-(hydroxymethyl)-3-(3,4,5-trihydroxy-6-(hydroxymethyl)tetrahydro-2H-pyran-2-yl)oxy)tetrahydro-2H-pyran-2-yl)-5,6,7-trihydroxy-2-(4-hydroxyphenyl)-4H-chromen-4-one

Chemical Formula: $C_{27}H_{30}O_{16}$

Exact Mass: 610,15

IV-1-1-4-15- التعيين البنوي للمركب : (DER)

1 - الفصل الكروماتوغرافي :

تم فصل هذا المركب من مستخلص ثنائي كلوروميثان للازهار.

2 - مطيافية الكتلة :

[M-H] ⁺	[M-H] ⁺	[M+H] ⁺	[M+H] ⁺	الصيغة المجملة
4	3	[M+H] ⁺	1	الشظايا الموافقة
593,14	255,23	783,58	413,26	m/z

الصيغة المجملة للمركب : C₄₄H₃₀O₁₄

الكتلة المولية للمركب : M= 782 g/mol

عدد الحلقات والروابط في المركب :

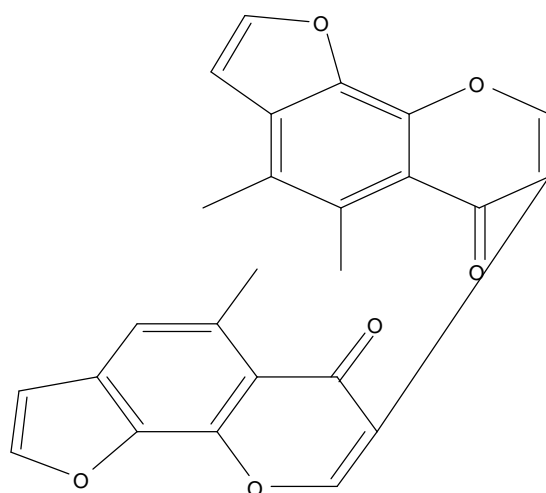
$$DBE = 1 + (2 \times 44 - 30) / 2 = 30$$

10 حلقات و 20 روابط ثنائية.

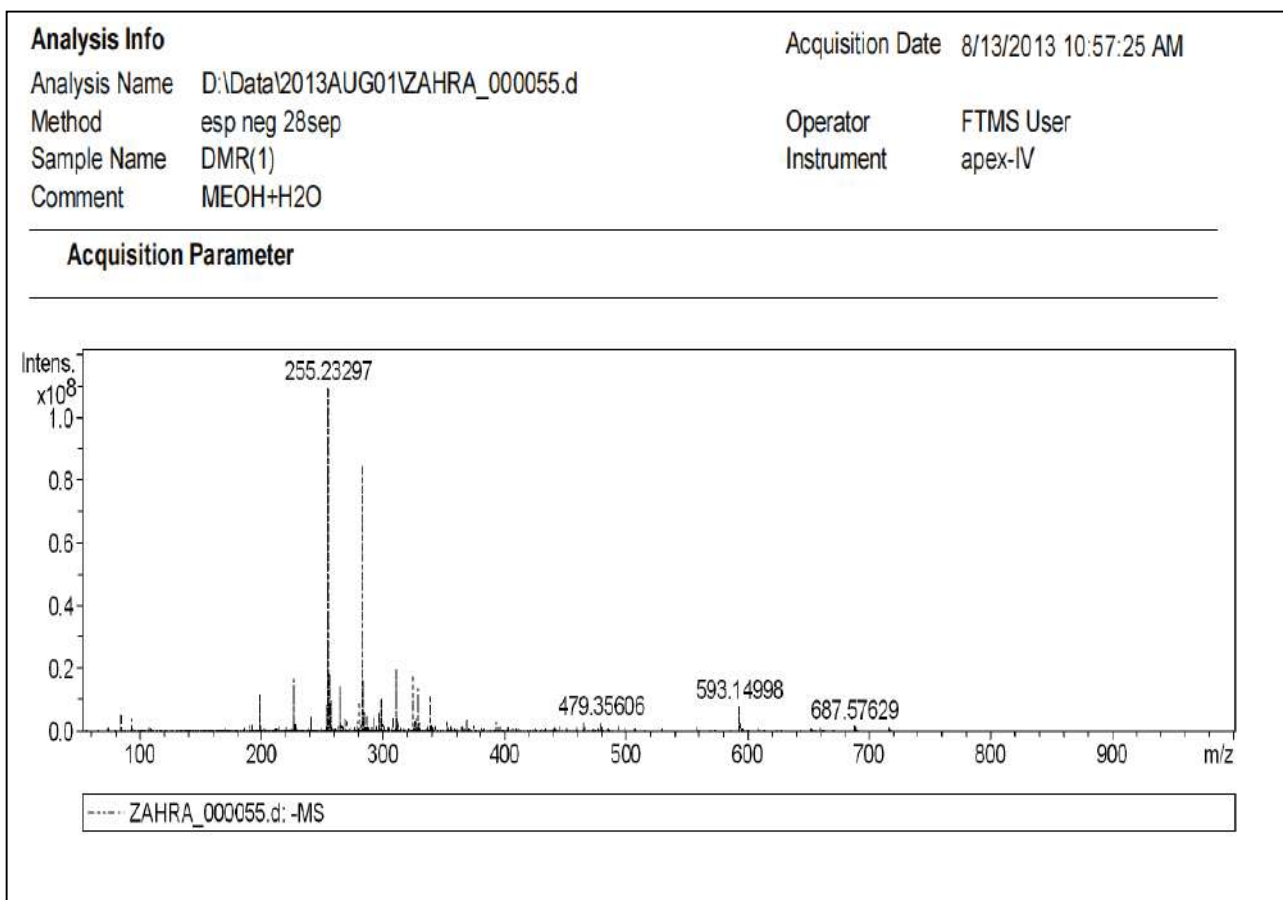
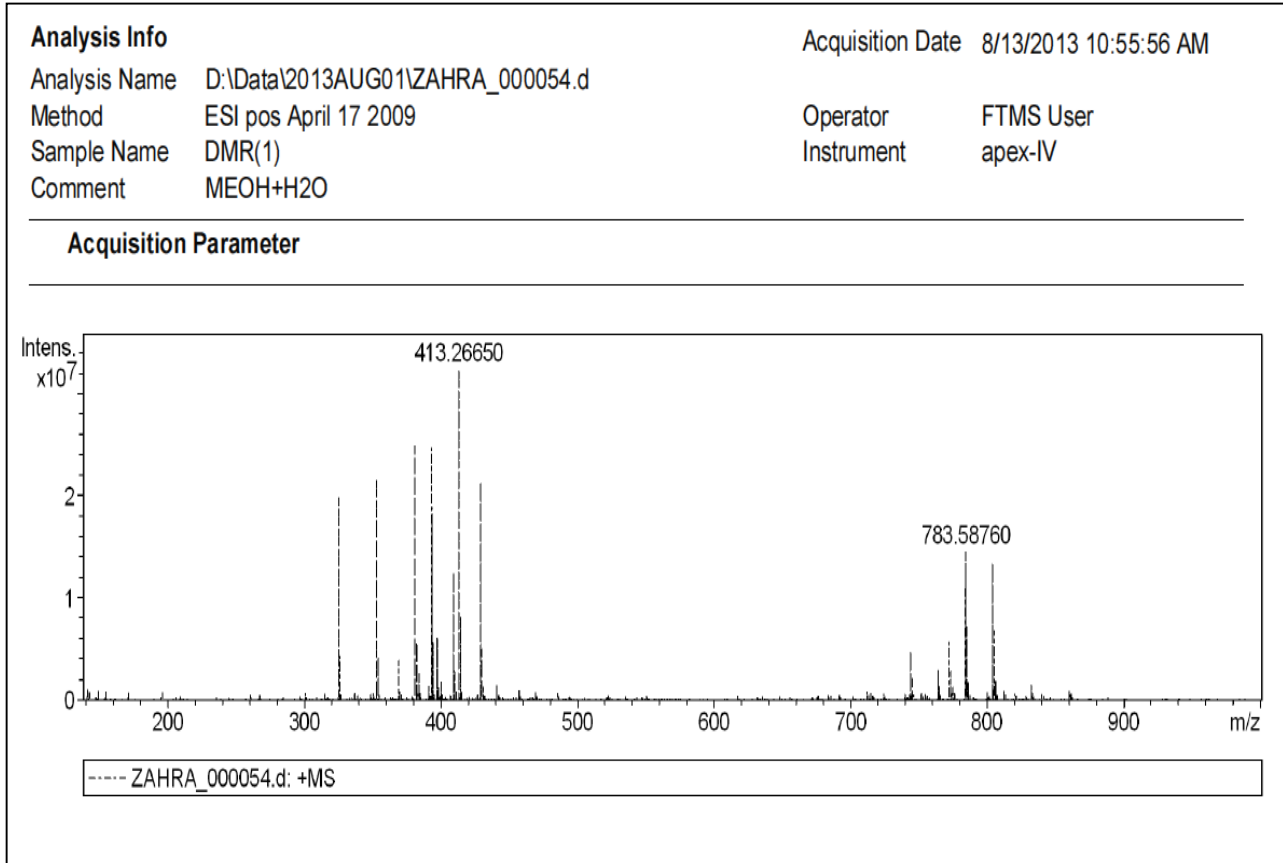
الاسم العلمي للمركب :

8,8-bis(7,8-dihydroxy-2-methyl-2H-chromen-5-yl)-5,5'-dihydroxy-4,4'-dimethyl-6H,6'H-7,7'-bifuro[3,2-h]chromene-6,6'-dione

الشظايا الموافقة هي :



Exact Mass: 412,09

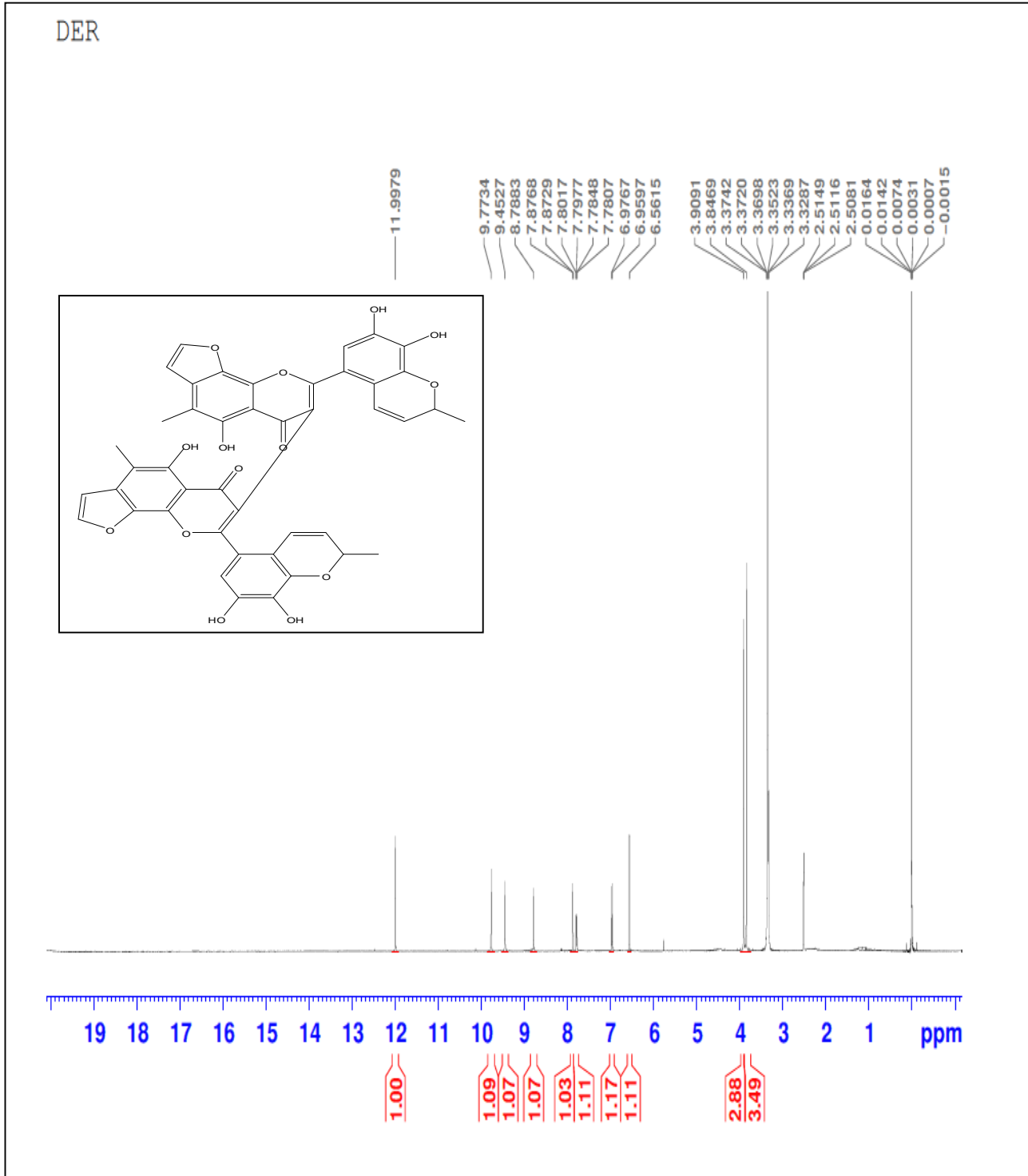


الشكل (115-IV) : طيف الكتلة للمركب (DER)

3 - مطيافية الرنين النووي المغناطيسي RMN :

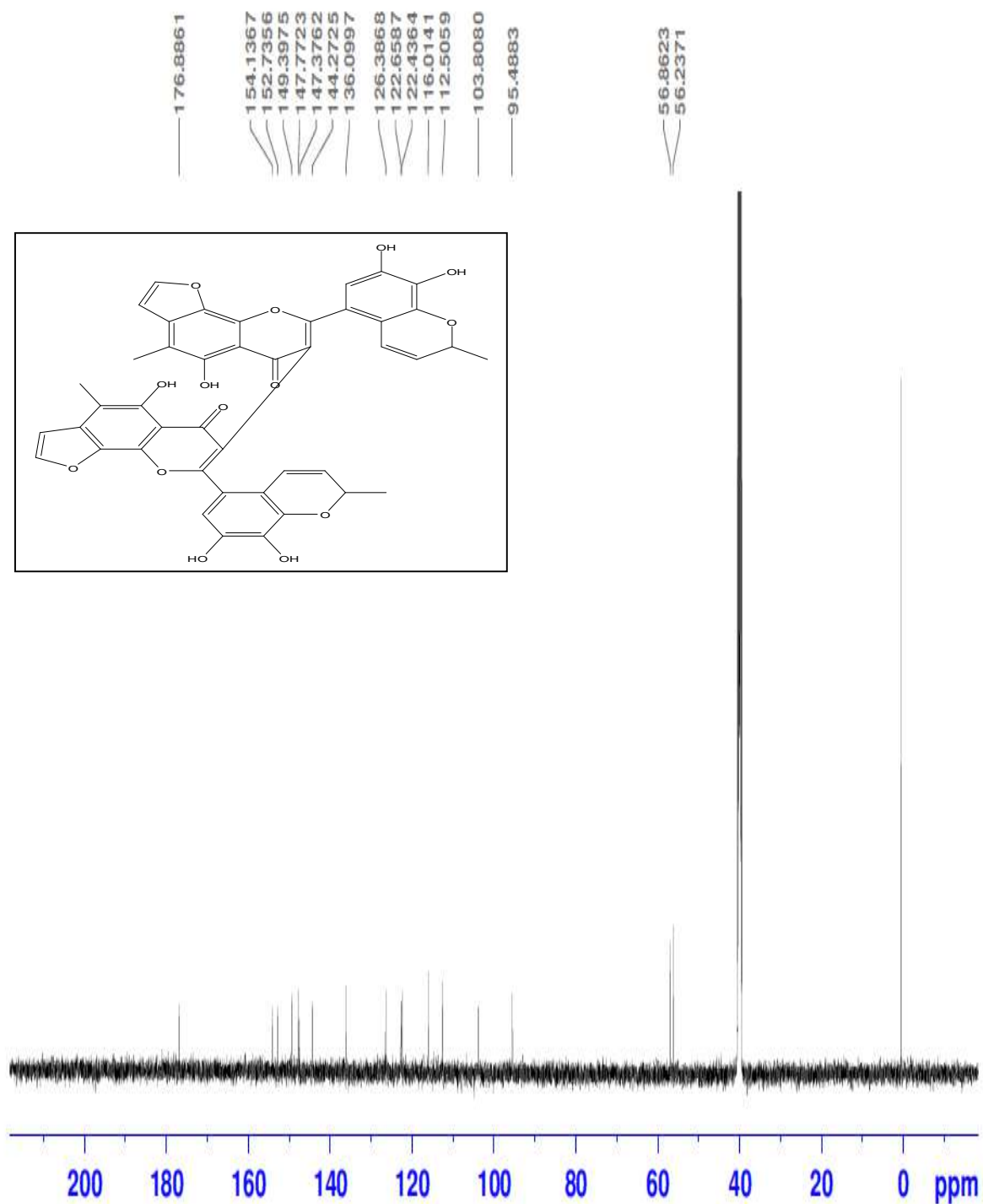
تم تطبيق مختلف مطيافية الرنين النووي المغناطيسي

RMN^1H , $RMN^{13}C$, DEPT135 , COSY , HMQC , HMBC



الشكل (116-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي RMN^1H (DER)

DER



الشكل (117-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^{13}C RMN (DER)

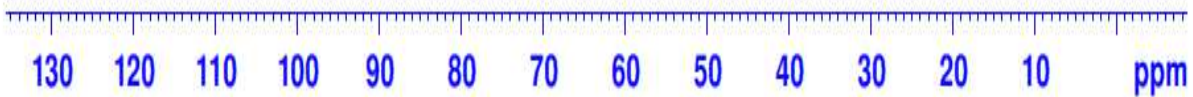
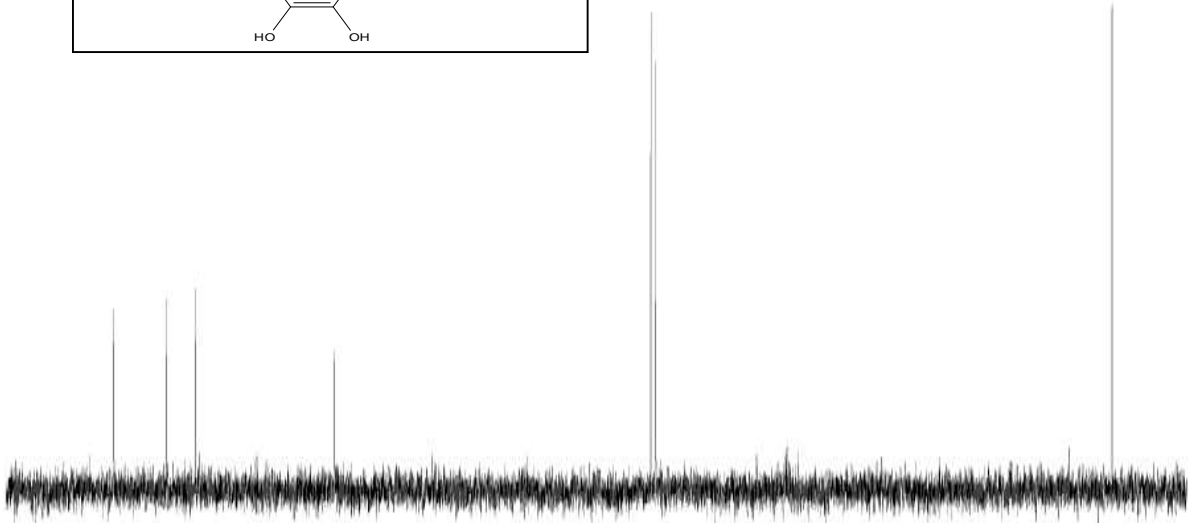
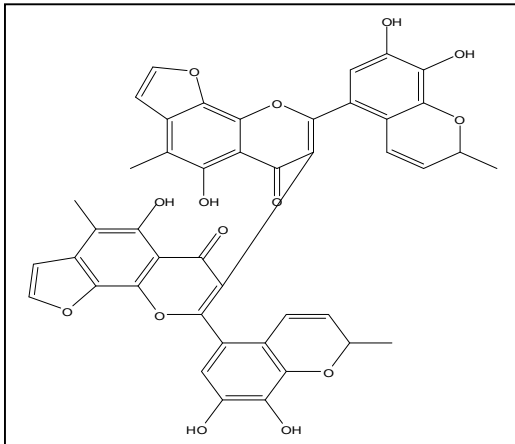
DER

122.4328
116.0113
112.5012

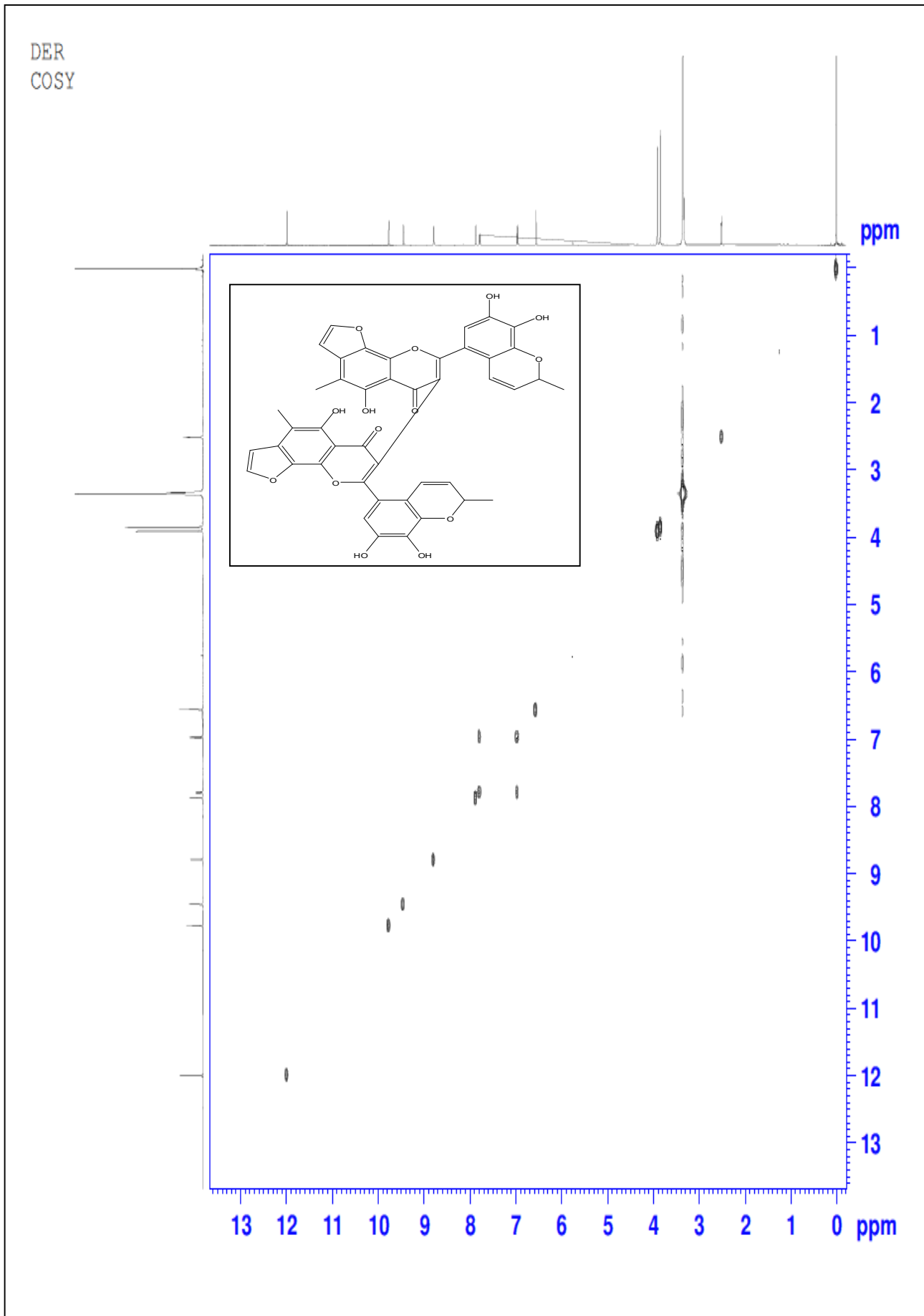
95.4857

56.8608
56.2346

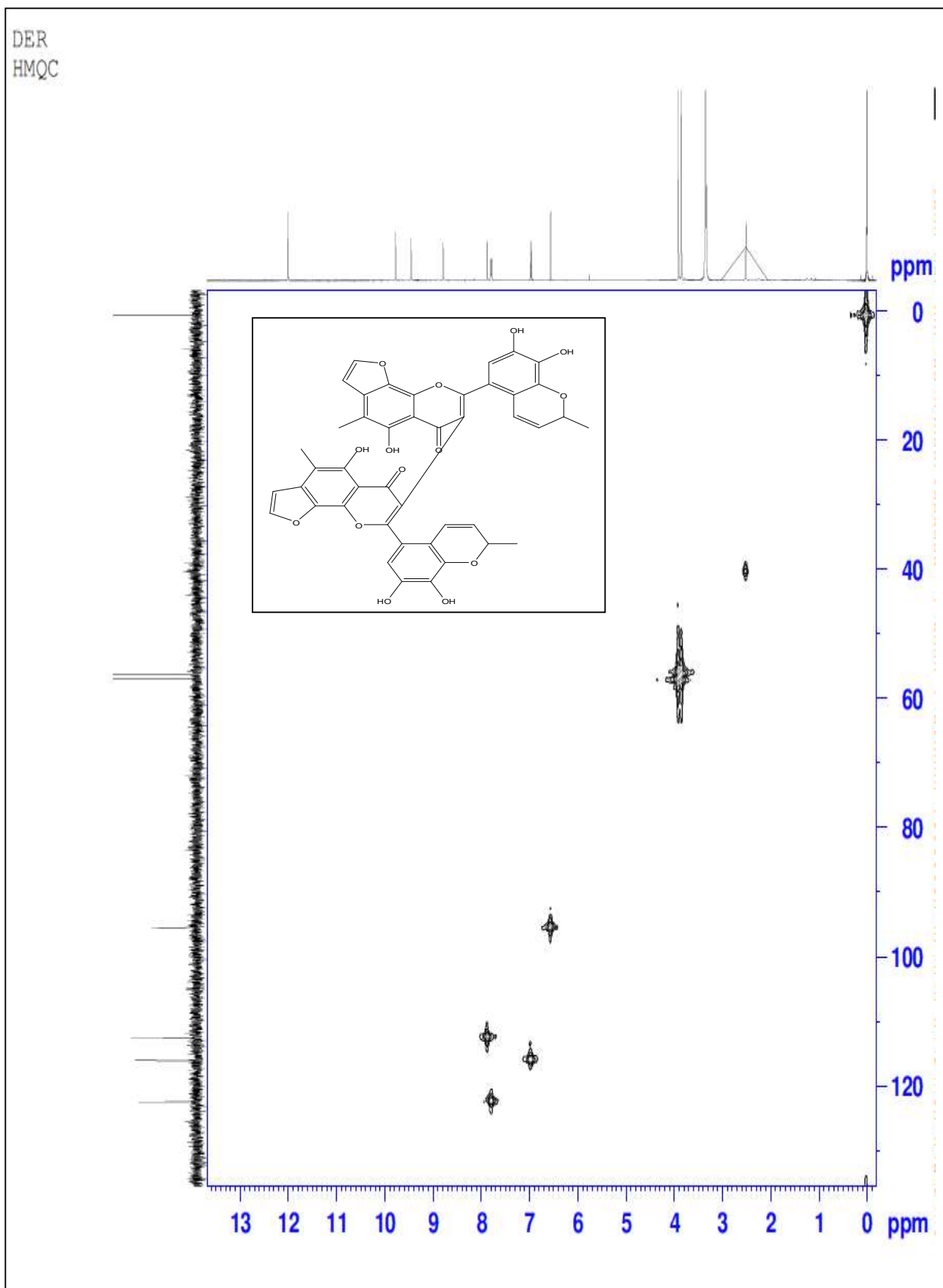
0.5727



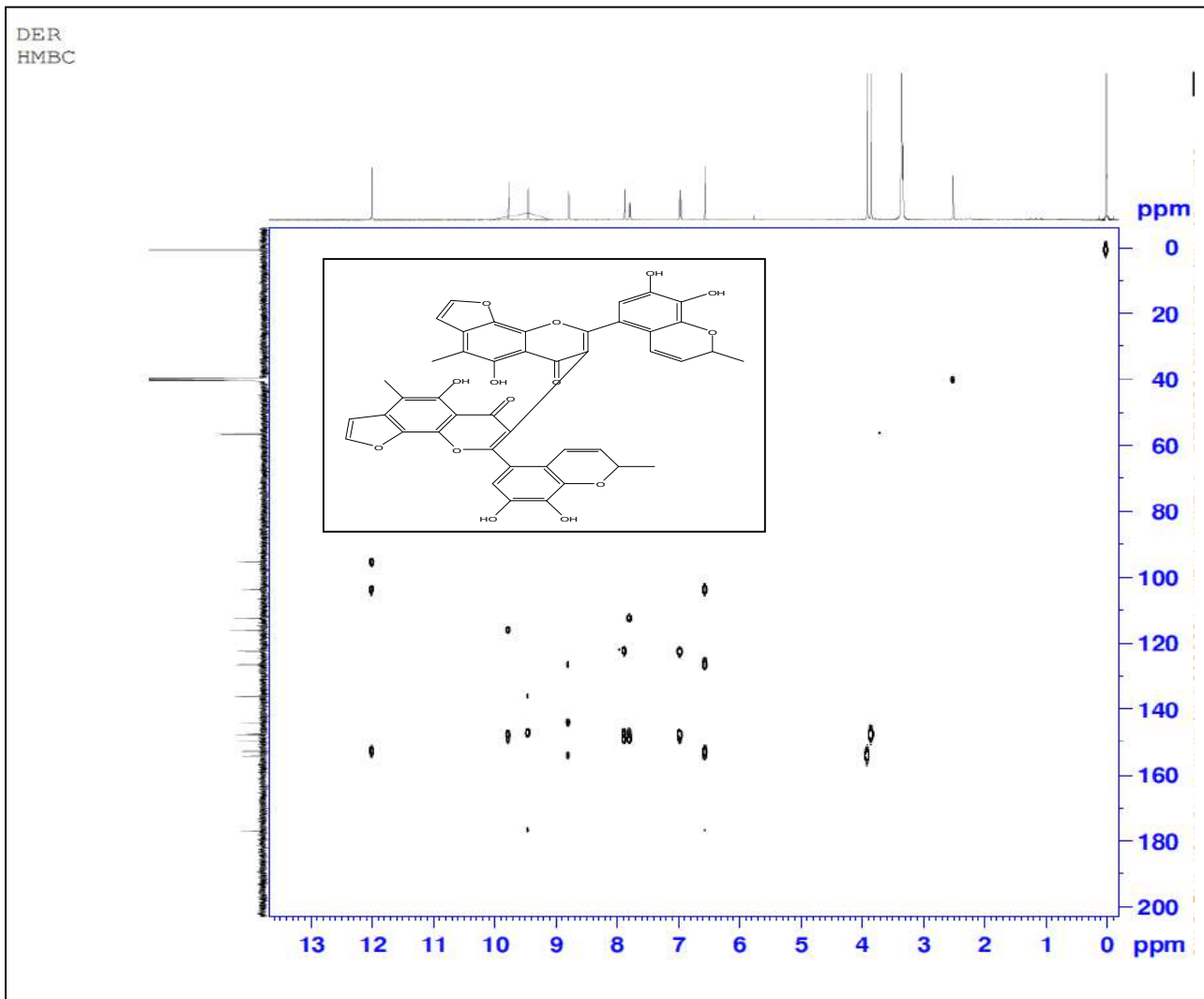
الشكل (118-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي DEPT135 (DER)



الشكل (119-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي COSY (DER)

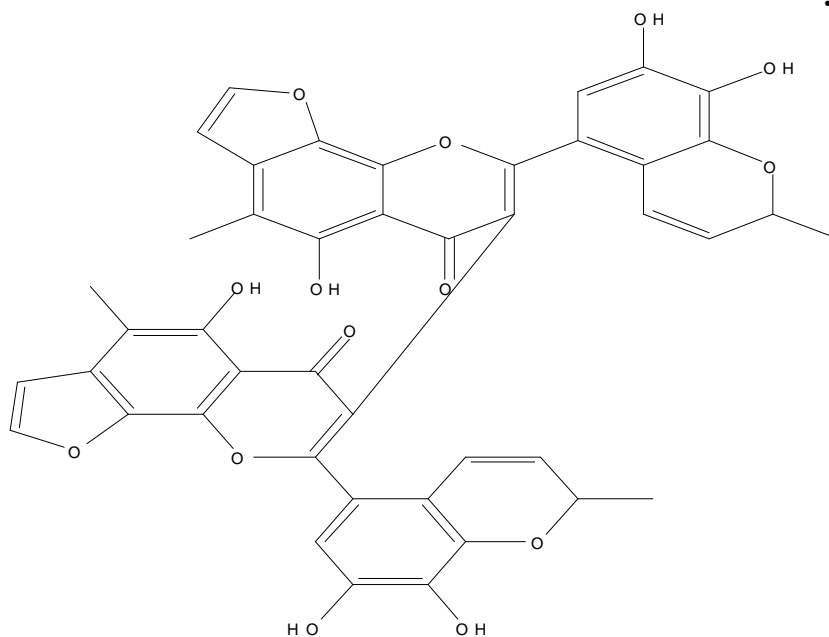


الشكل (120-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMQC (DER)



الشكل (121-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMBC (DER)

الصيغة المقترحة :



8,8'-bis(7,8-dihydroxy-2-methyl-2H-chromen-5-yl)-5,5'-dihydroxy-4,4'-dimethyl-6H,6'H-7,7'-bifuro[3,2-h]chromene-6,6'-dione
Chemical Formula: $C_{44}H_{30}O_{14}$
Exact Mass: 782.16

16-4-1-1-IV-التعيين البنوي للمركب : (B31(4))

1 - الفصل الكروماتوغرافي :

تم فصل هذا المركب من مستخلص ثنائي البيتانول للازهار .

2 - مطيافية الكتلة :

[M-H] ⁺	[M+H] ⁺	[M+H] ⁺	[M+H] ⁺	[M+H] ⁺	الصيغة المجملة
[M-H] ⁺	4	3	2	1	الشظايا الموافقة
826,56	819,52	803,54	711,57	413,26	m/z

الصيغة المجملة للمركب : C₄₇H₇₂O₁₂

الكتلة المولية للمركب : M= 828 g/mol

عدد الحلقات والروابط في المركب :

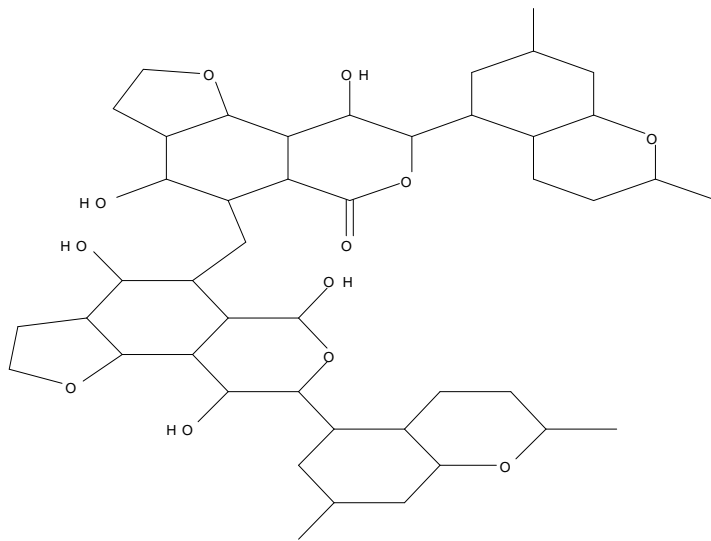
$$DBE = 1 + (2 \times 47 - 72) / 2 = 12$$

10 حلقات و 2 روابط ثنائية.

الاسم العلمي للمركب :

5,5'-methylenebis-(8-(2,7-dimethyloctahydro)-2H-chromen-5-yl)-9-hydroxy-4-methoxyoctahydro-2H-furo[2,3-f]-isochromen-6(34)-one

الشظايا الموافقة هي :



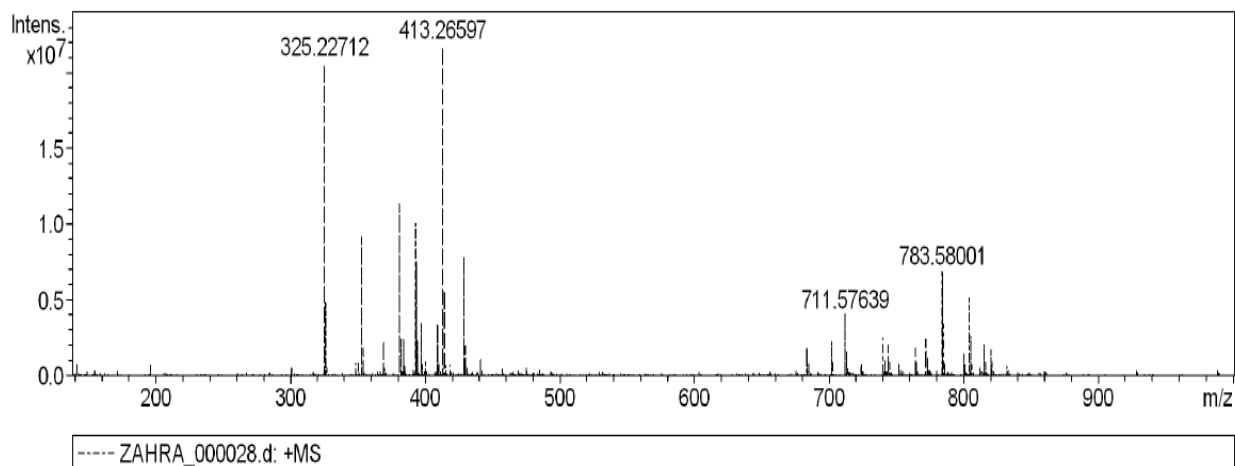
Exact Mass: 802,49

Analysis Info

Analysis Name D:\Data\2013AUG01\ZAHRA_000028.d
Method ESI pos April 17 2009
Sample Name B31-4
Comment MEOH+H2O+ACETONE

Acquisition Date 8/7/2013 11:41:57 AM

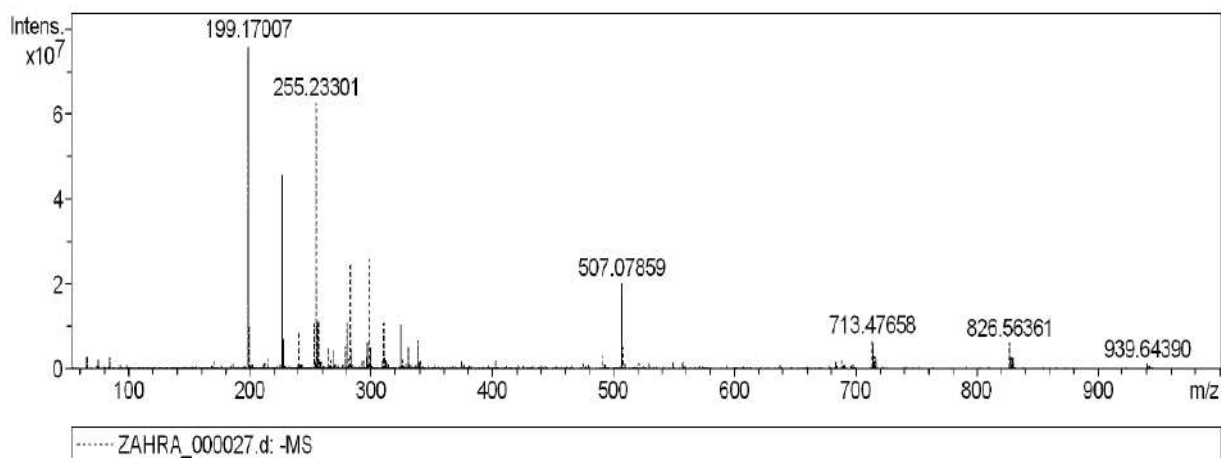
Operator FTMS User
Instrument apex-IV

Acquisition Parameter**Analysis Info**

Analysis Name D:\Data\2013AUG01\ZAHRA_000027.d
Method esp neg 28sep
Sample Name B31-4
Comment MEOH+H2O+ACETONE

Acquisition Date 8/7/2013 11:38:46 AM

Operator FTMS User
Instrument apex-IV

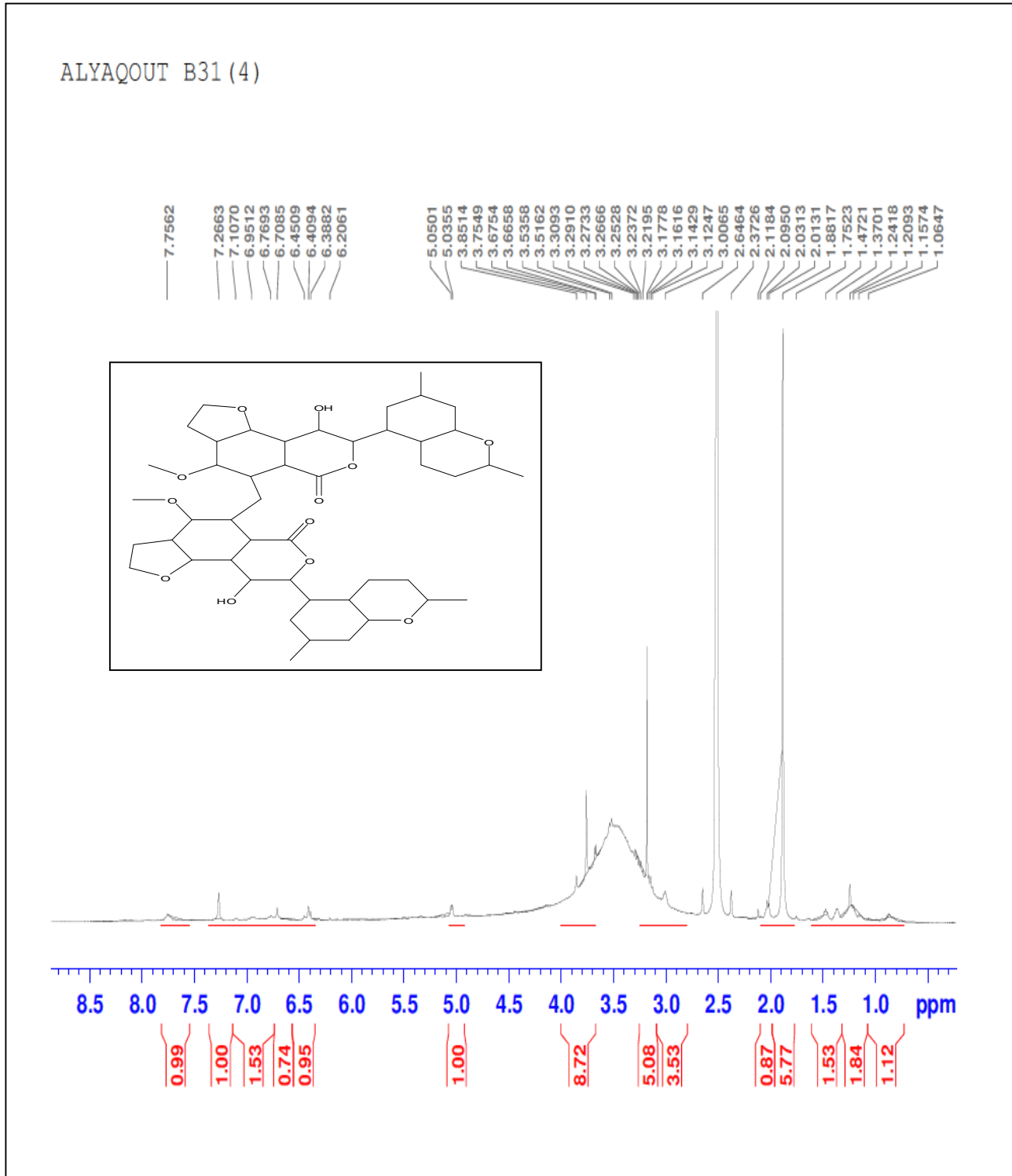
Acquisition Parameter

الشكل (122-IV) : طيف الكتلة للمركب (B31(4))

3 - مطيافية الرنين النووي المغناطيسي RMN :

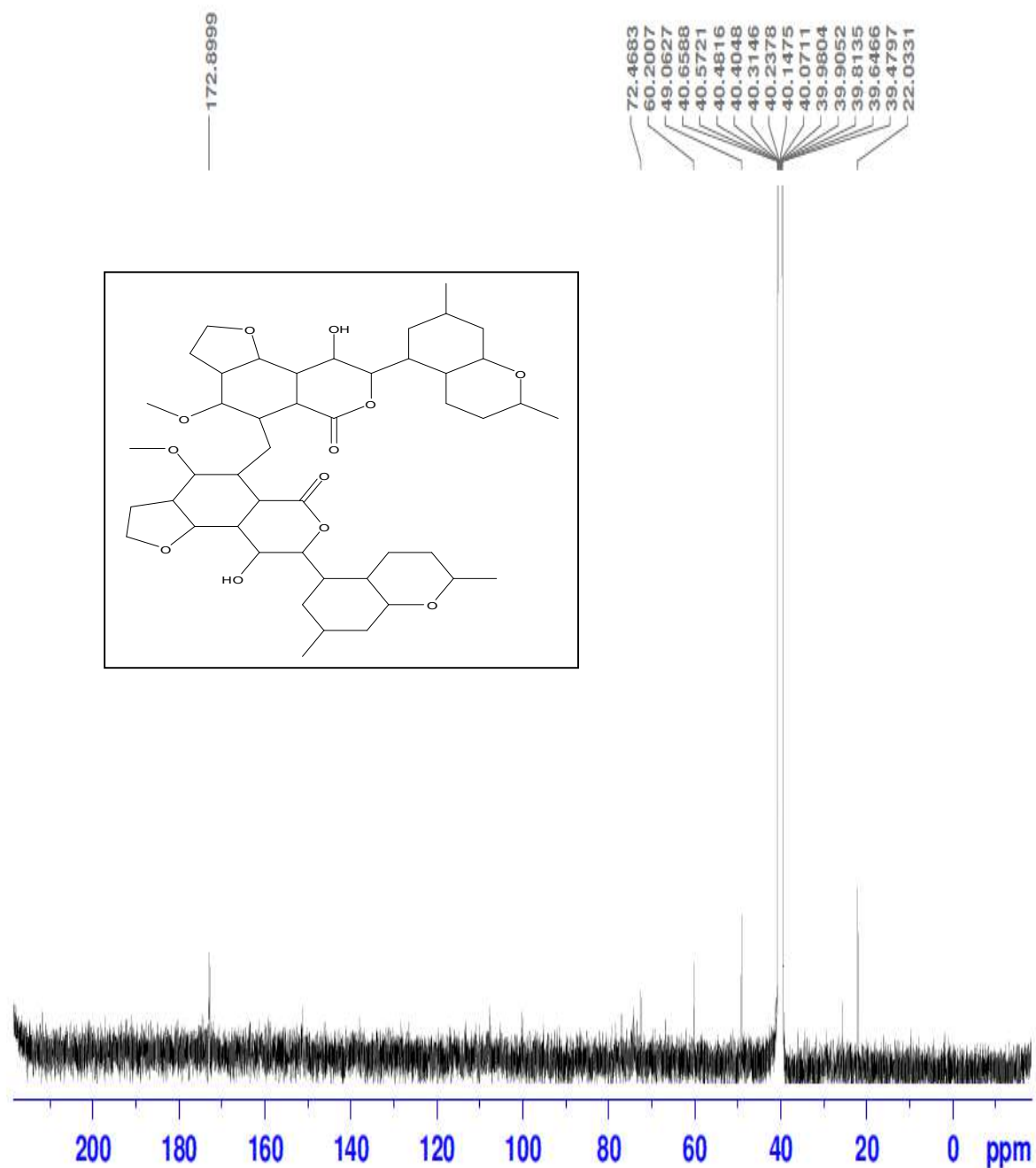
تم تطبيق مختلف مطيافية الرنين النووي المغناطيسي

RMN ^1H , RMN ^{13}C , DEPT135 , COSY , HMQC , HMBC



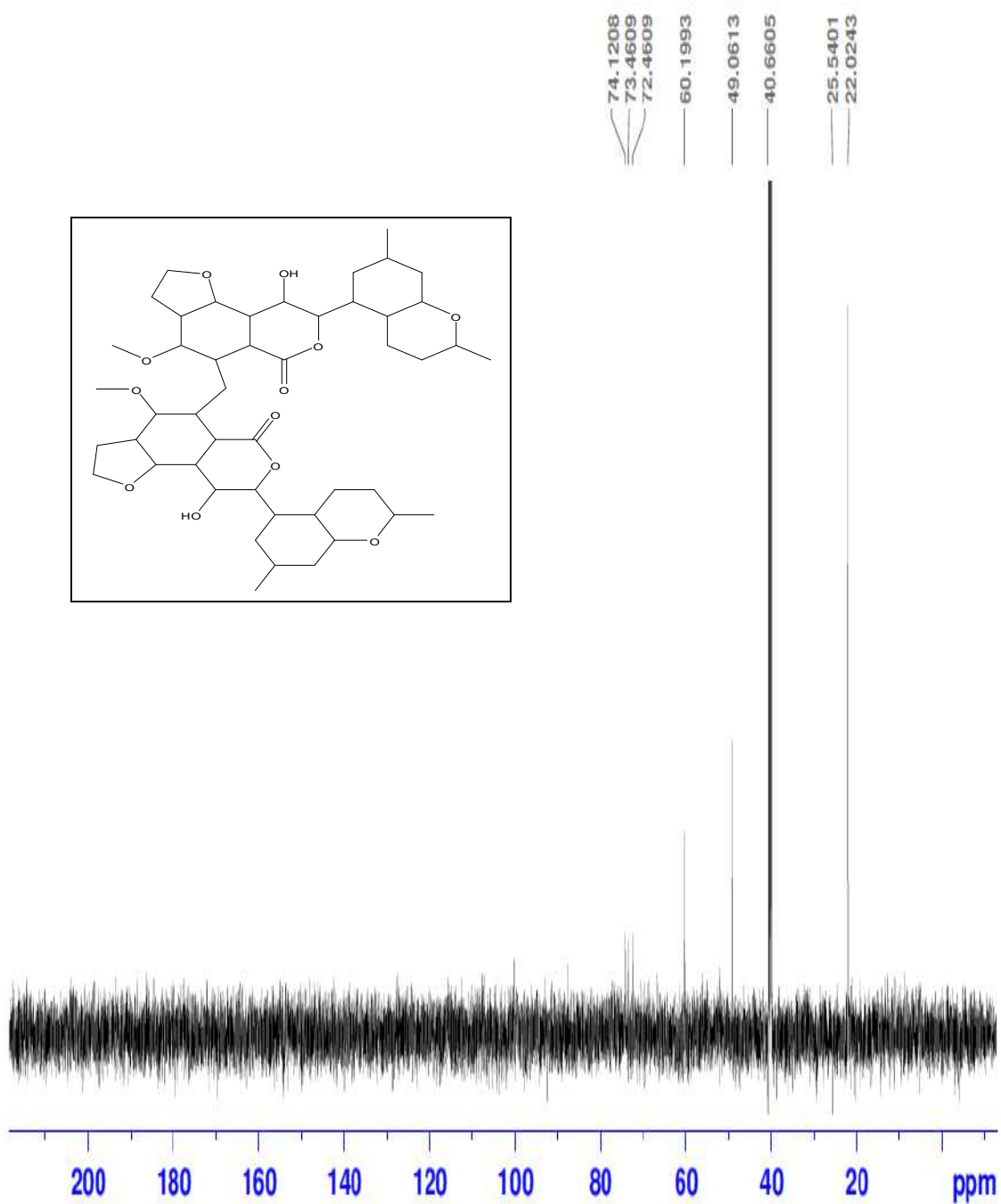
الشكل (123-IV): طيف الرنين النووي المغناطيسي ^1H RMN (B31(4))

ALYAQOUT B31(4)
c13



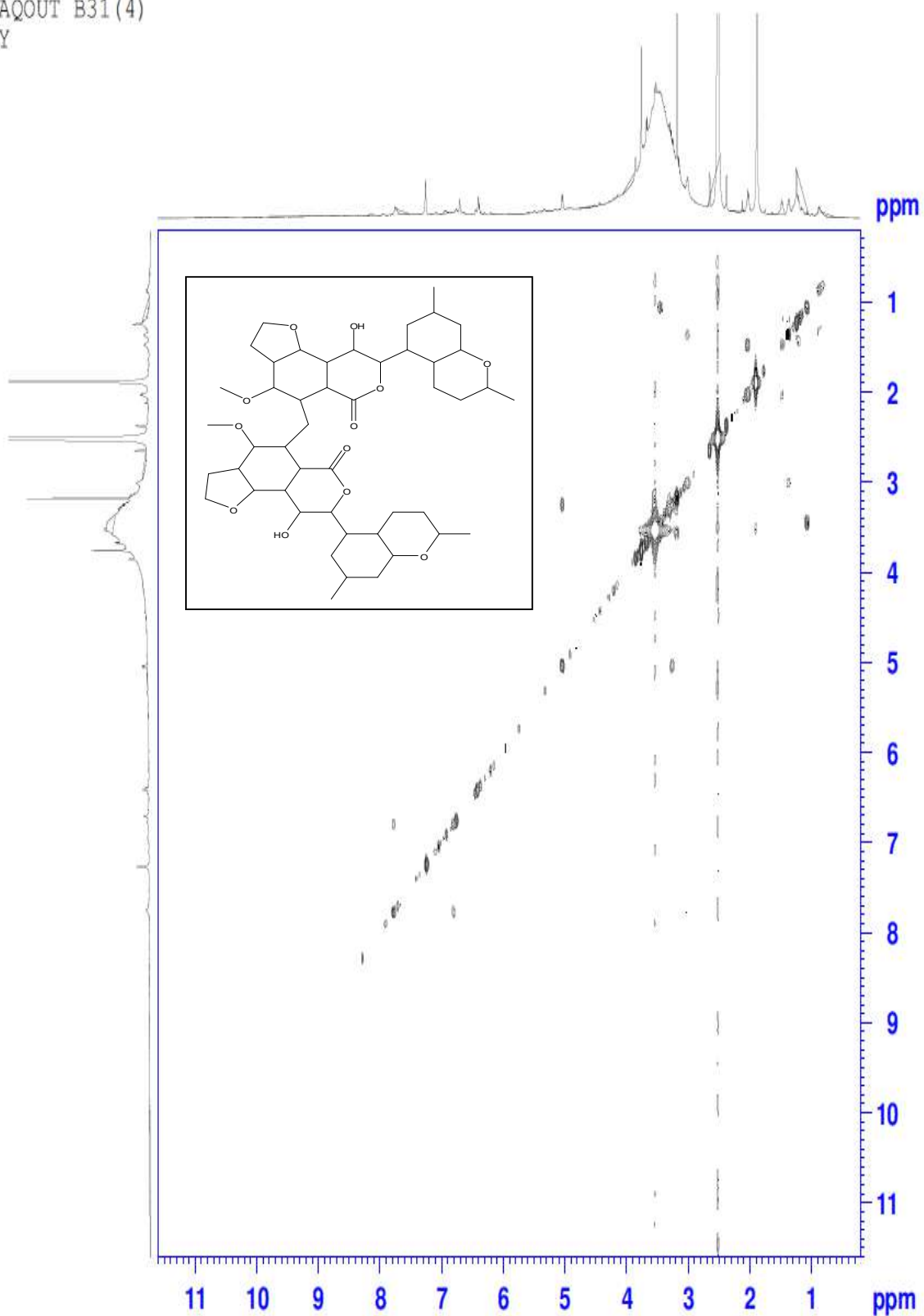
الشكل (124-IV): طيف الرنين النووي المغناطيسي ¹³C RMN (B31(4))

ALYAQOUT B31 (4)
dept135



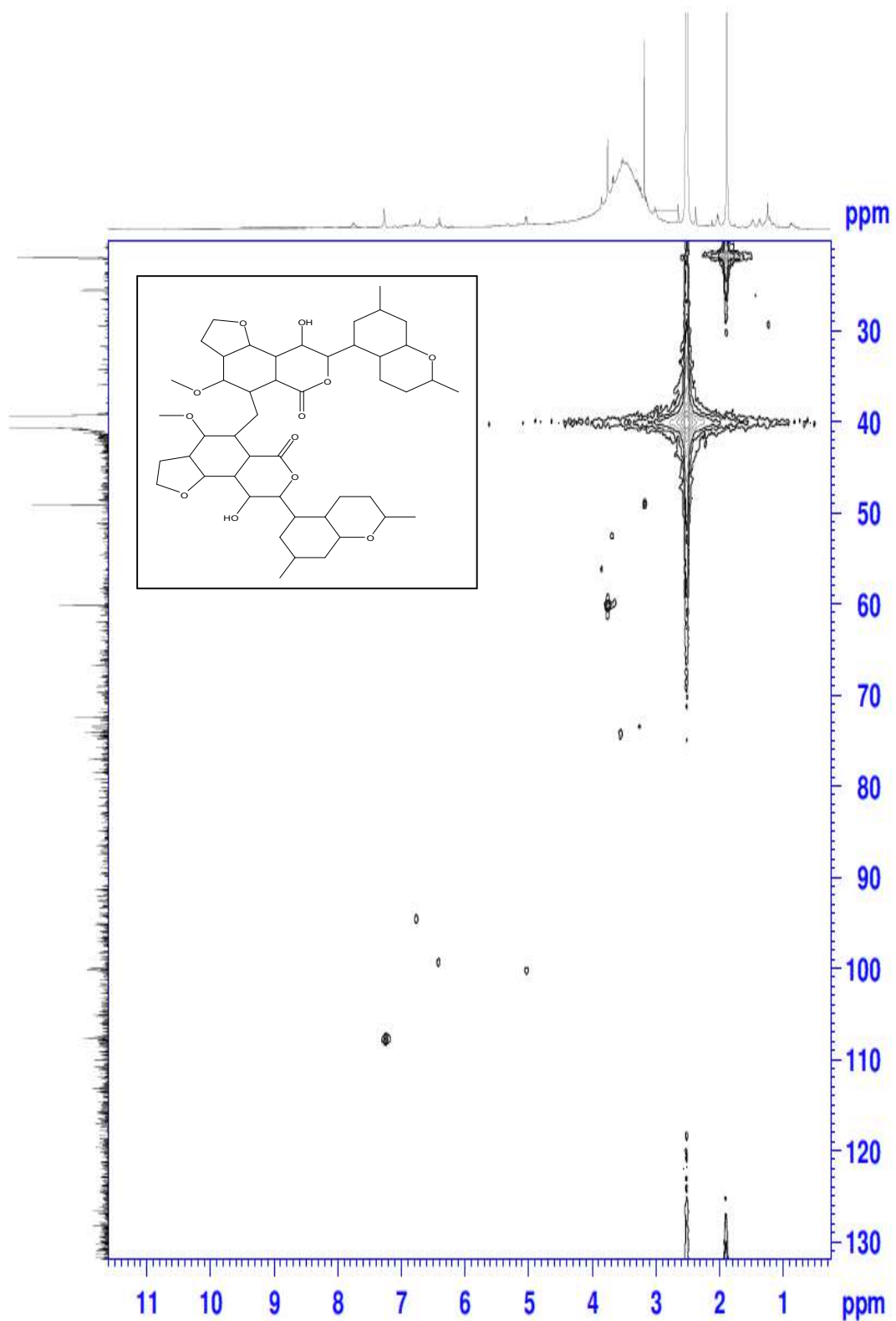
الشكل (125-IV): طيف الرنين النووي المغناطيسي DEPT135 (B31(4))

ALYAQOUT B31(4)
COSY

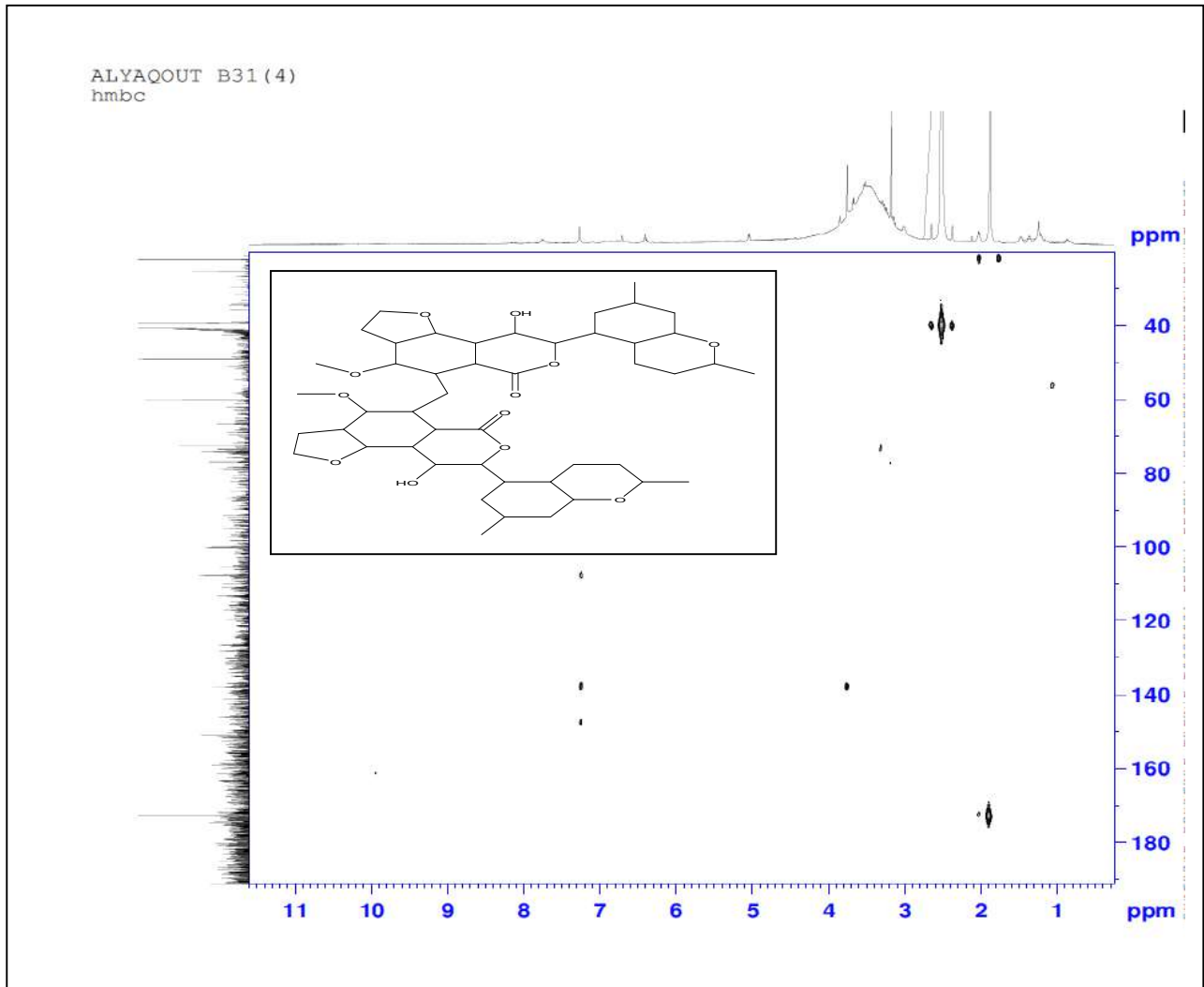


الشكل (126-IV): طيف الرنين النووي المغناطيسي COSY (B31(4))

ALYAQOUT B31(4)
hmqc

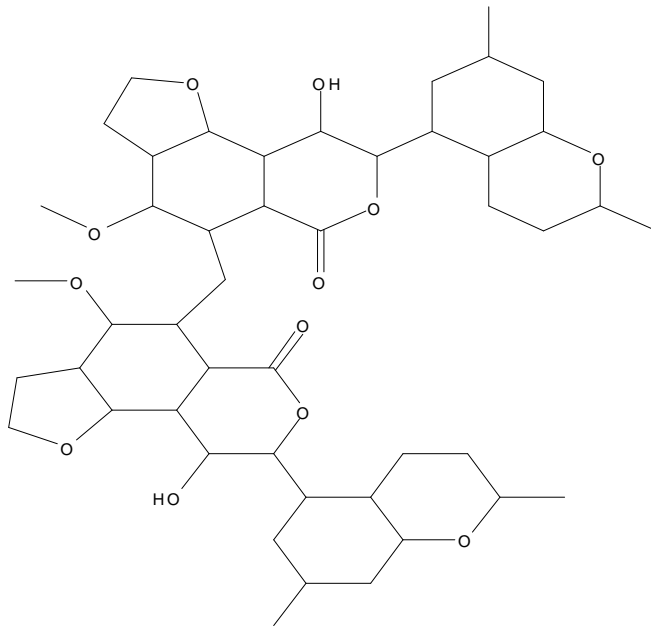


الشكل (127-IV): طيف الرنين النووي المغناطيسي HMQC (B31(4))



الشكل (128-IV): طيف الرنين النووي المغناطيسي HMBC (B31(4))

الصيغة المقترحة:



5,5'-methylenebis(8-(2,7-dimethyloctahydro-2H-chromen-5-yl)-9-hydroxy-4-methoxyoctahydro-2H-furo[2,3-f]isochromen-6(3H)-one)

Chemical Formula: C₄₇H₇₂O₁₂

Exact Mass: 828,50

IV-2- الدراسة الكيميائية لنبات السدر :

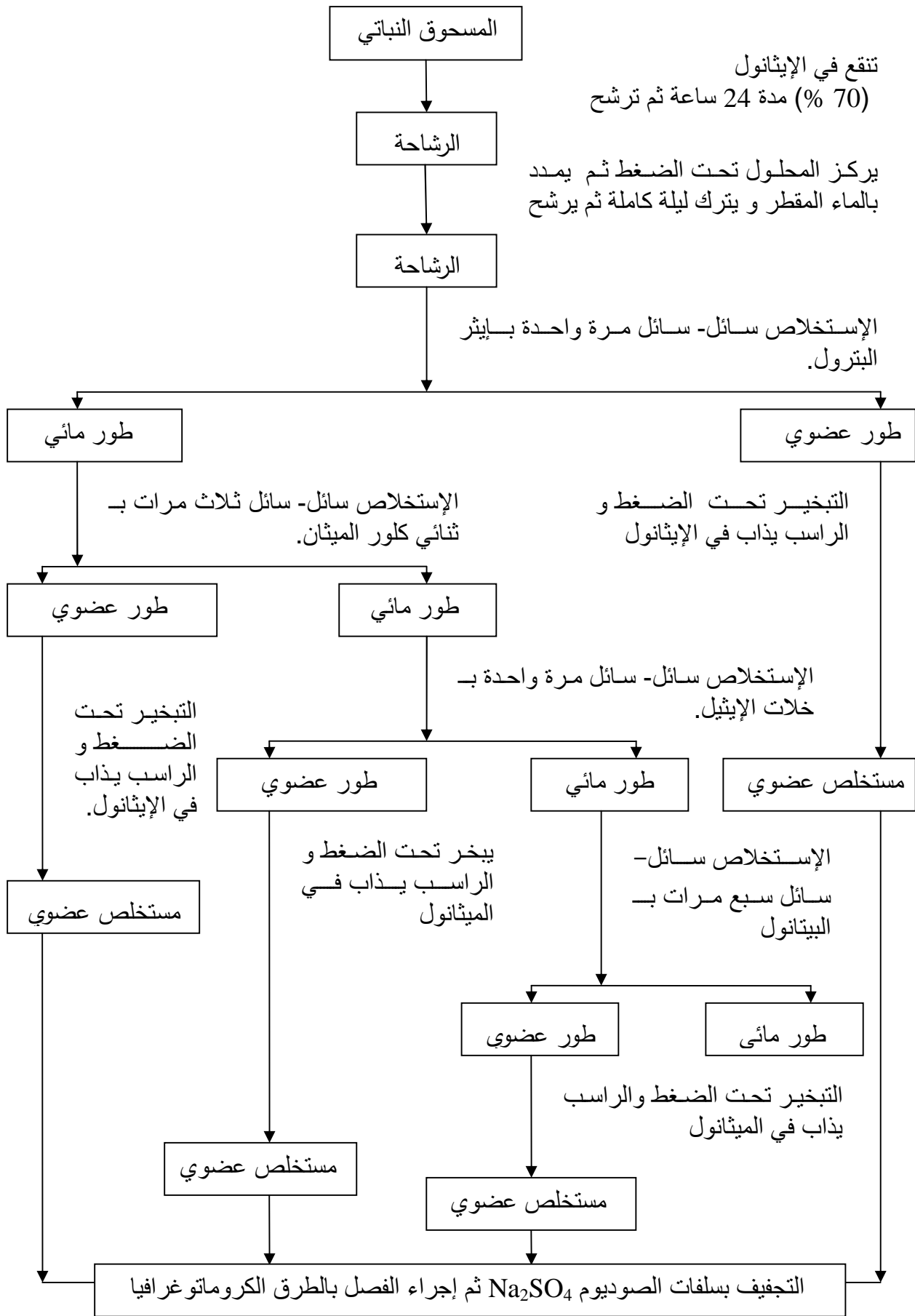
IV-2-1- المادة النباتية وفصل المركبات الفلافونيدية :

IV-2-1-1- المادة النباتية :

تم جمع الأجزاء الهوائية لنبات السدر من مدينة ورقلة وثمار السدر من غرداية وتم فصل الأوراق عن الأزهار ثم التجفيف في الظل (معرضة للهواء) مع التقليب حتى لا تتعفن ثم السحق ثم عملية الحفظ.

IV-2-1-2- الاستخلاص :

تم نقع 400g من الثمار في الايثر البترولي لمدة 24 ساعة من اجل التخلص من الدهون والكلوروفيل بعد التخلص من الايثر بعملية الترشيح ينقع المسحوق النباتي بعد التجفيف في خليط ايثانول- ماء (30/70)% يترك مدة 24 ساعة ويرج من حين إلى آخر ثم يرشح وتعاد الكرة 4 مرات متتالية حتى استنفاد كل المادة الفعالة ثم يركز المحلول الناتج في جهاز التبخير الدوراني تحت ضغط منخفض حتى التخلص الكلي من الكحول، المسخلص المائي المركز يضاف اليه الماء المقطر ثم يترك 24 ساعة بعد ذلك يرشح ثم يستخلص بثنائي كلوروميثان $100\text{ml} \times 3$ يليه الاستخلاص باسيئات الايثيل $100\text{ml} \times 1$ وفي الأخير يستخلص بالبيتانول $150\text{ml} \times 7$. بعد جمع مستخلصات ثنائي كلوروميثان والاسيئات والبيتانول تركز تحت ضغط منخفض حتى الجفاف ثم يذاب الراسب في كمية قليلة من الايثانول يمثل الشكل (IV-129) مختلف خطوات الاستخلاص.



الشكل (IV-129) : مراحل الإستخلاص الفلافونيدات

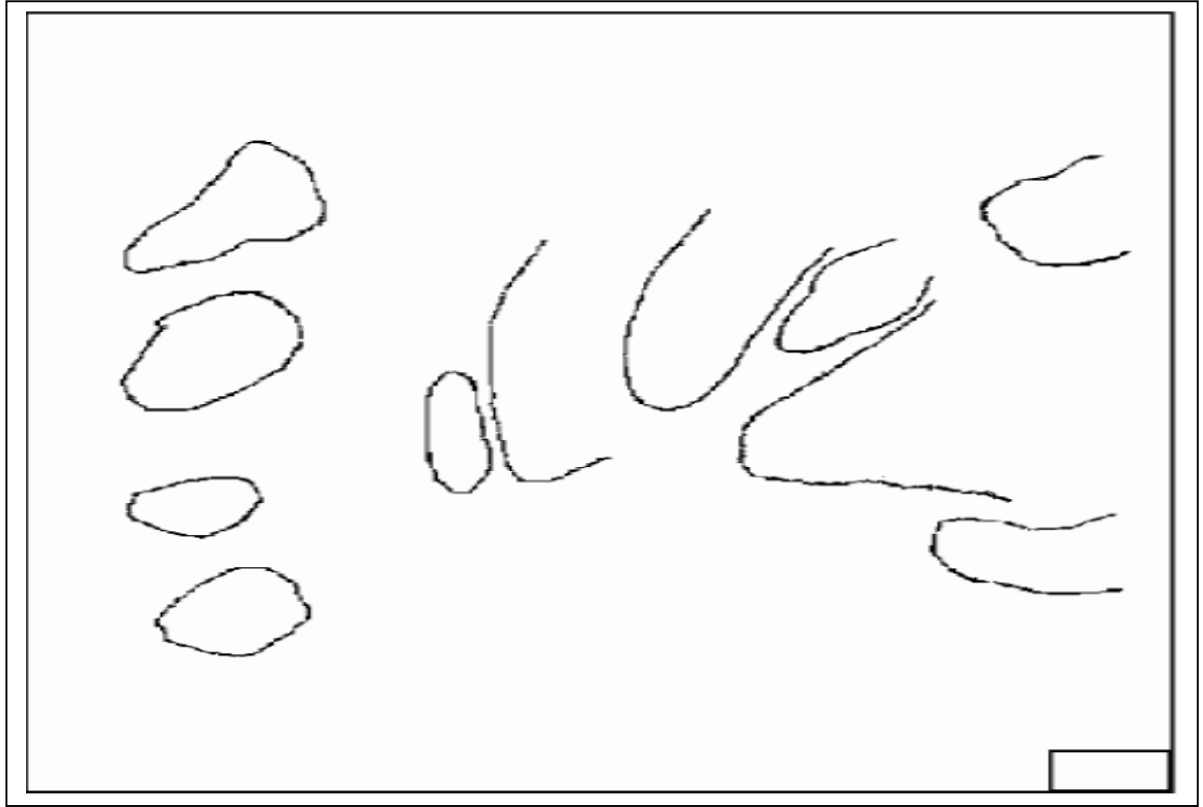
IV-2-1-3- الفصل بواسطة الكروماتوغرافيا :

IV-2-1-3-1- كروماتوغرافيا الورق :

تم فحص مستخلص البيتانول والاسيتات الاثيل بكروماتوغرافيا الورق ذات البعدين لنبات العنودة فتحصلنا على الخريطة الفلافونيدية التالية المبينة في الشكل باستعمال أوراق السيلولوز (Whatman N°:1) كطور ساكن ابعادها 47cm×57cm والطور المتحرك يتمثل في البعدين

البعد الأول (10: 6: 5) (AAW(Amyl Alcohol : AcOH : H₂O))

والبعد الثاني (2% HCOOH).

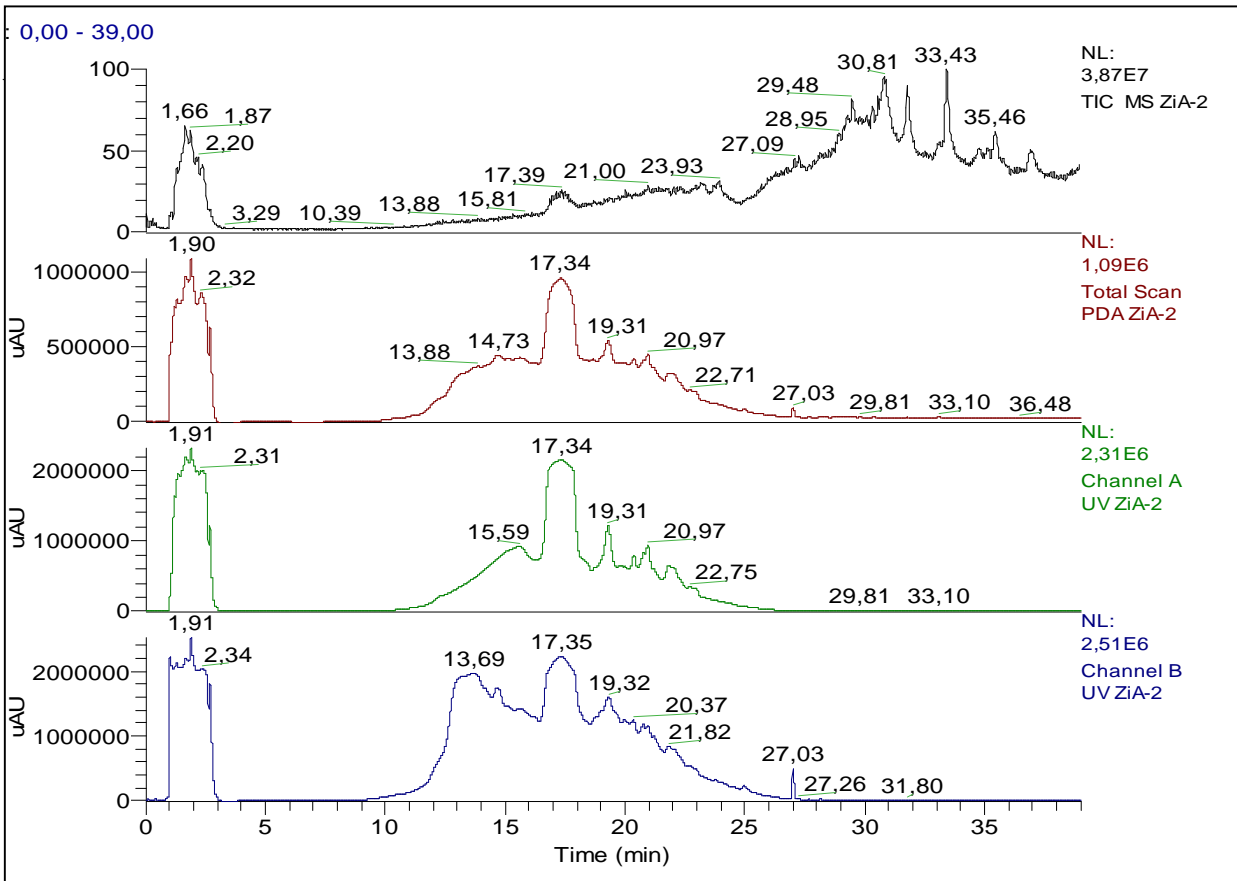
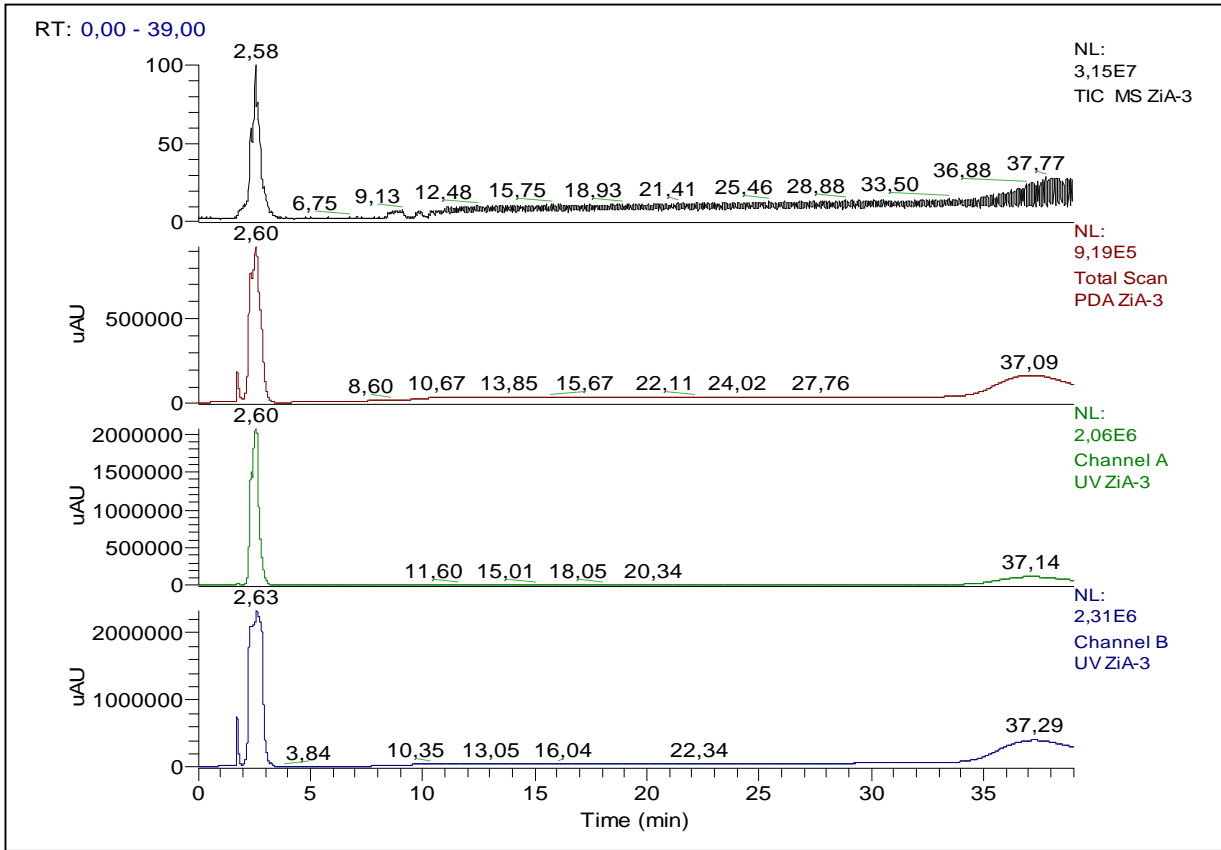


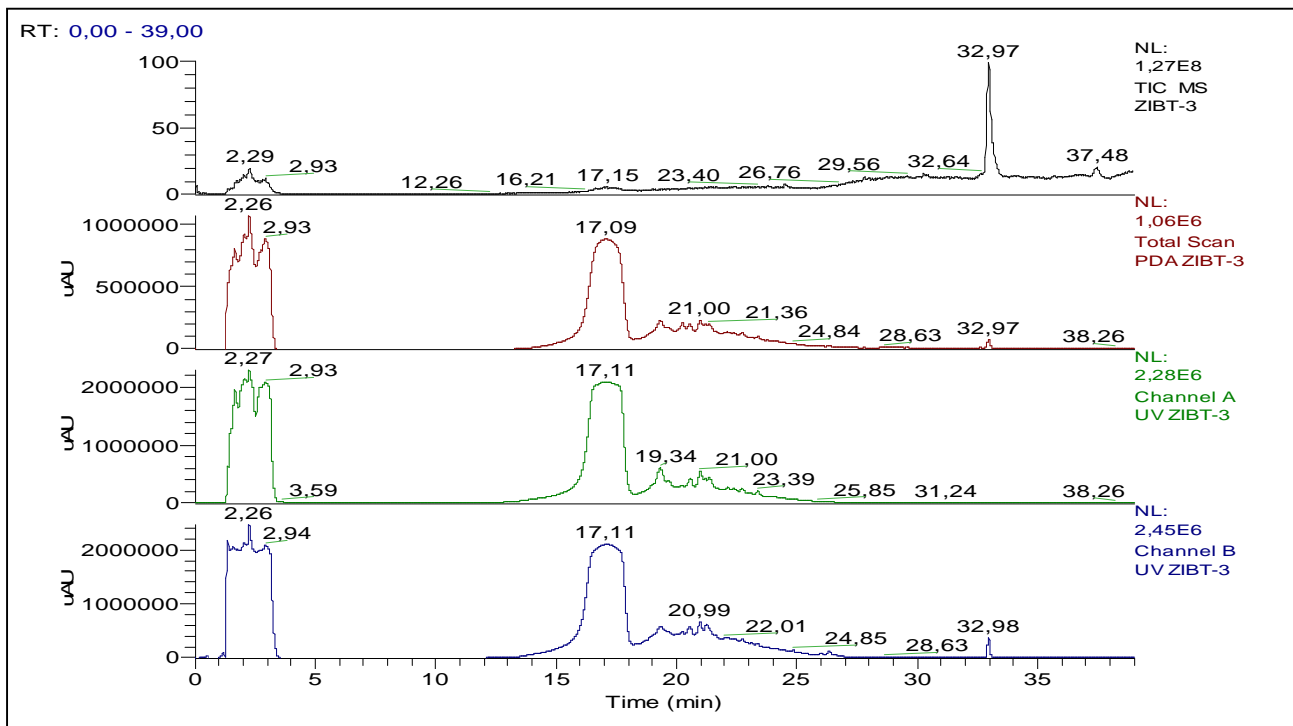
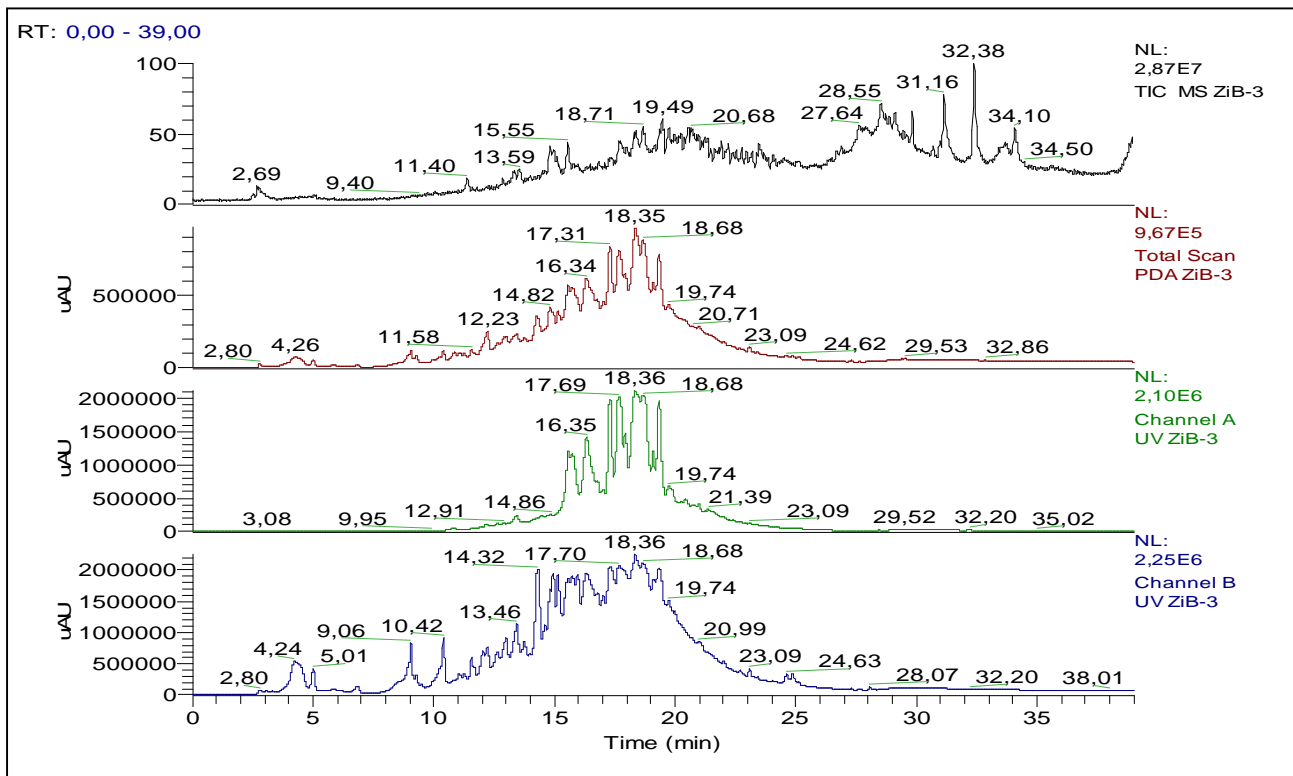
(Amyl Alcohol;Acetic acid;Water) (10/6/5) ←

الشكل (130-IV) : الخريطة الفلافونيدية للمستخلص البيتانولي لنبات السدر

IV-2-3-1-2- كروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة (TLC) :

تم فحص مستخلص البيتانول والاسيتات الاثيل لنبات السدر باستعمال طبقات هلام السيليكا كطور ساكن وجملة المذيبات أهمها: (26) (100:11:11: 26) (EtOAc:HCOOH:HOAc:H₂O) و (CHCl₃ : MeOH) كطور متحرك.





الشكل (131-IV) : كروماتوغرام (HPLC-MS-UV) للمستخلص البيتانولي لثمار السدر

IV-2-4-1- التعيين البنوي للمركب : (ZBN(2))

1 - الفصل الكروماتوغرافي :

تم فصل هذا المركب من مستخلص البيتانول للثمار .

2 - مطيافية الكتلة :

[M-H] ⁺	[M-H] ⁺	[M+H] ⁺	[M+H] ⁺	[M+H] ⁺	الصيغة المجملة
4	3	[M+H] ⁺	2	1	الشظايا الموافقة
683,22	431,14	707,22	413,26	365,10	m/z

الصيغة المجملة للمركب : C₃₄H₅₈O₁₅

الكتلة المولية للمركب : M= 706 g/mol

عدد الحلقات والروابط في المركب :

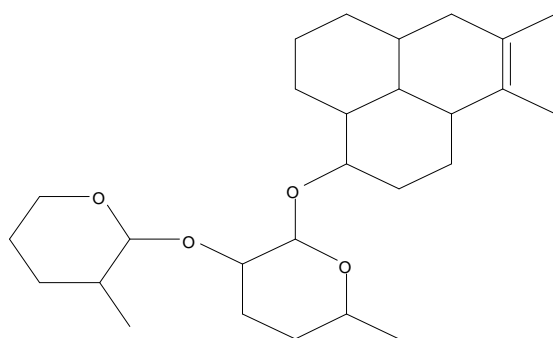
$$DBE = 1 + (2 \times 34 - 58) / 2 = 6$$

6 حلقات و 0 روابط ثنائية.

الاسم العلمي للمركب :

6,6'-(5-hydroxy -6-methyl-2-(4,5,8-trimethyldodehydro-1H-phenalen-1-yloxy)tetrahydro-2H-pyran-3, 4-diyl)bis(oxy)bis(2-(hydroxymethyl)tetrahydro-2H-pyran-3,4,5-triol)

الشظايا الموافقة هي :



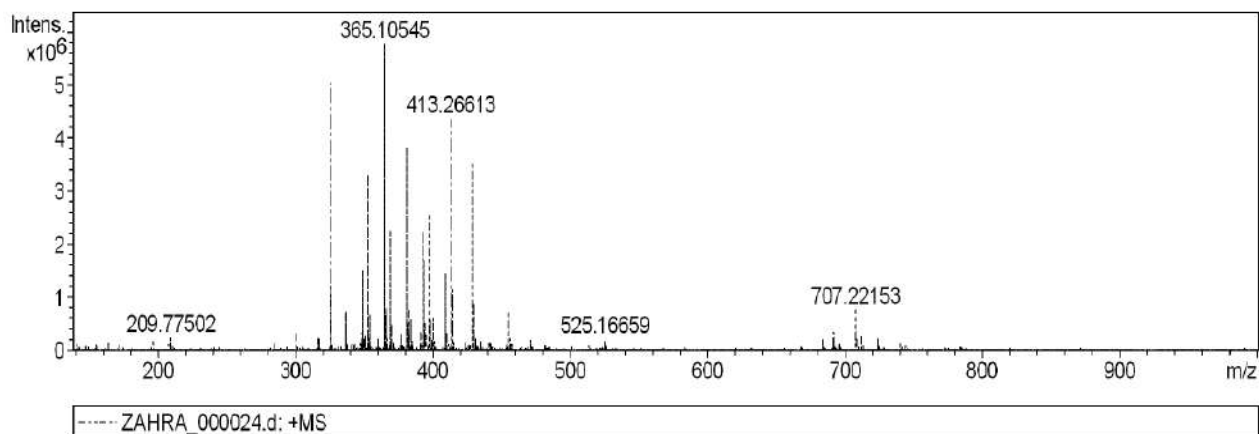
Exact Mass: 432,32

Analysis Info

Analysis Name D:\Data\2013AUG01\ZAHRA_000024.d
Method ESI pos April 17 2009
Sample Name ZBM-2
Comment MEOH+H2O+ACETONE

Acquisition Date 8/7/2013 11:17:56 AM

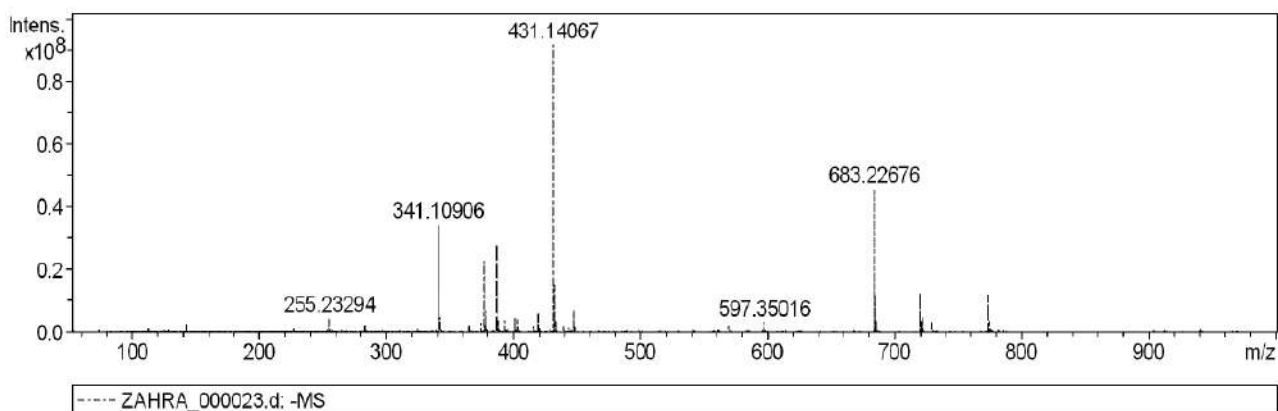
Operator FTMS User
Instrument apex-IV

Acquisition Parameter**Analysis Info**

Analysis Name D:\Data\2013AUG01\ZAHRA_000023.d
Method esp neg 28sep
Sample Name ZBM-2
Comment MEOH+H2O+ACETONE

Acquisition Date 8/7/2013 10:12:21 AM

Operator FTMS User
Instrument apex-IV

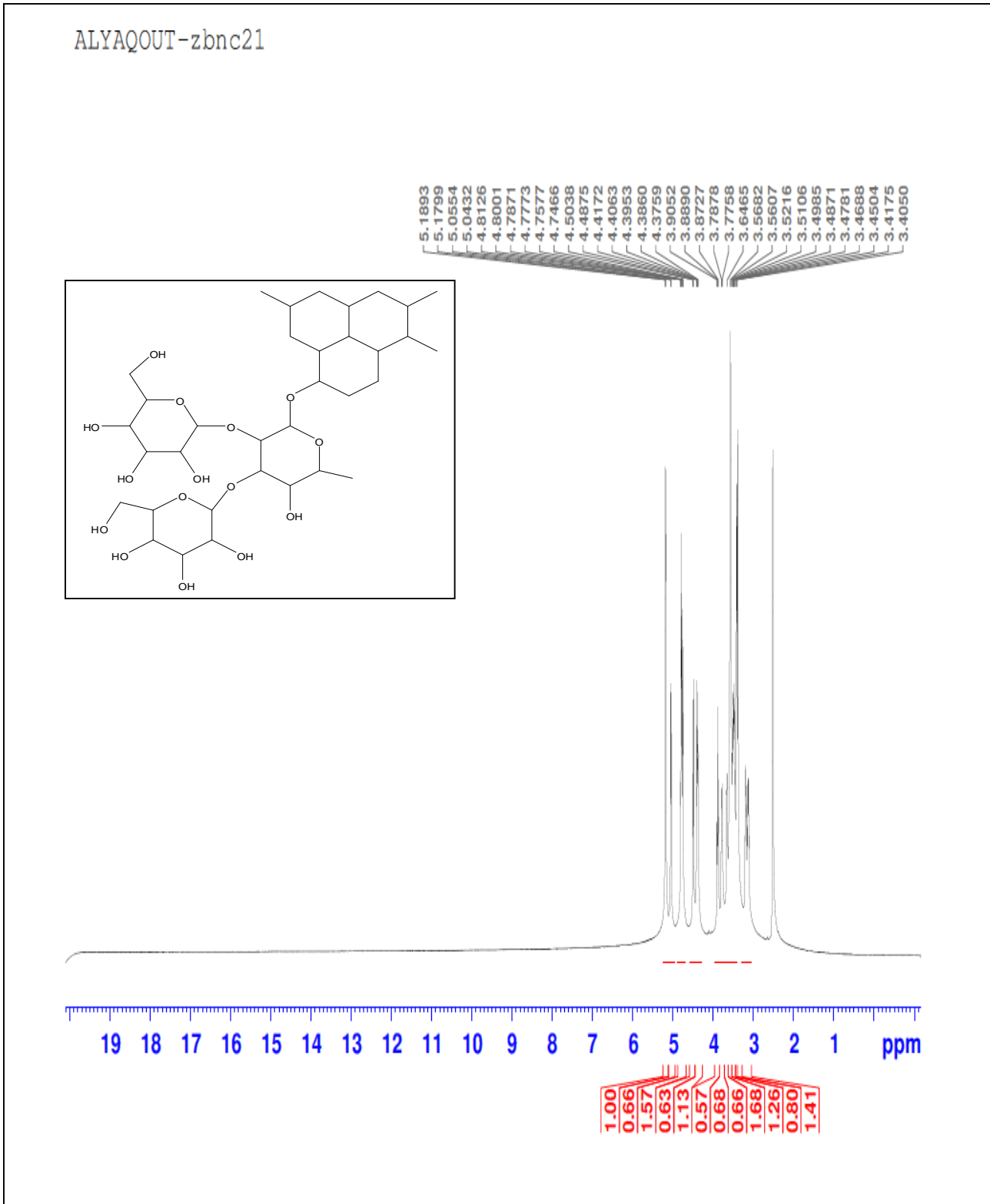
Acquisition Parameter

الشكل (132-IV) : طيف الكتلة للمركب (ZBN(2))

3 - مطيافية الرنين النووي المغناطيسي RMN :

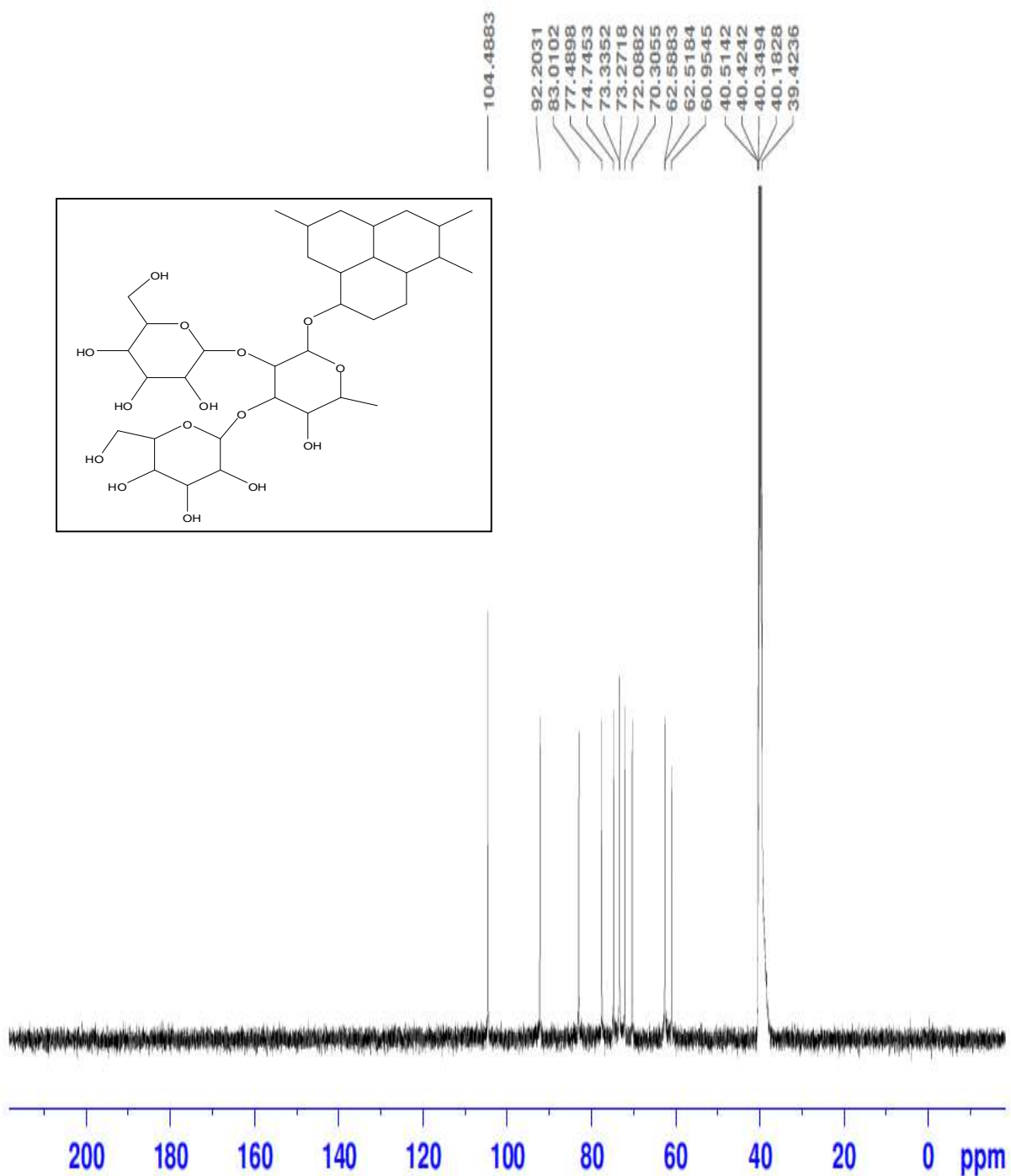
تم تطبيق مختلف مطيافية الرنين النووي المغناطيسي

RMN ¹H , RMN ¹³C , DEPT135 , COSY , HMQC , HMBC



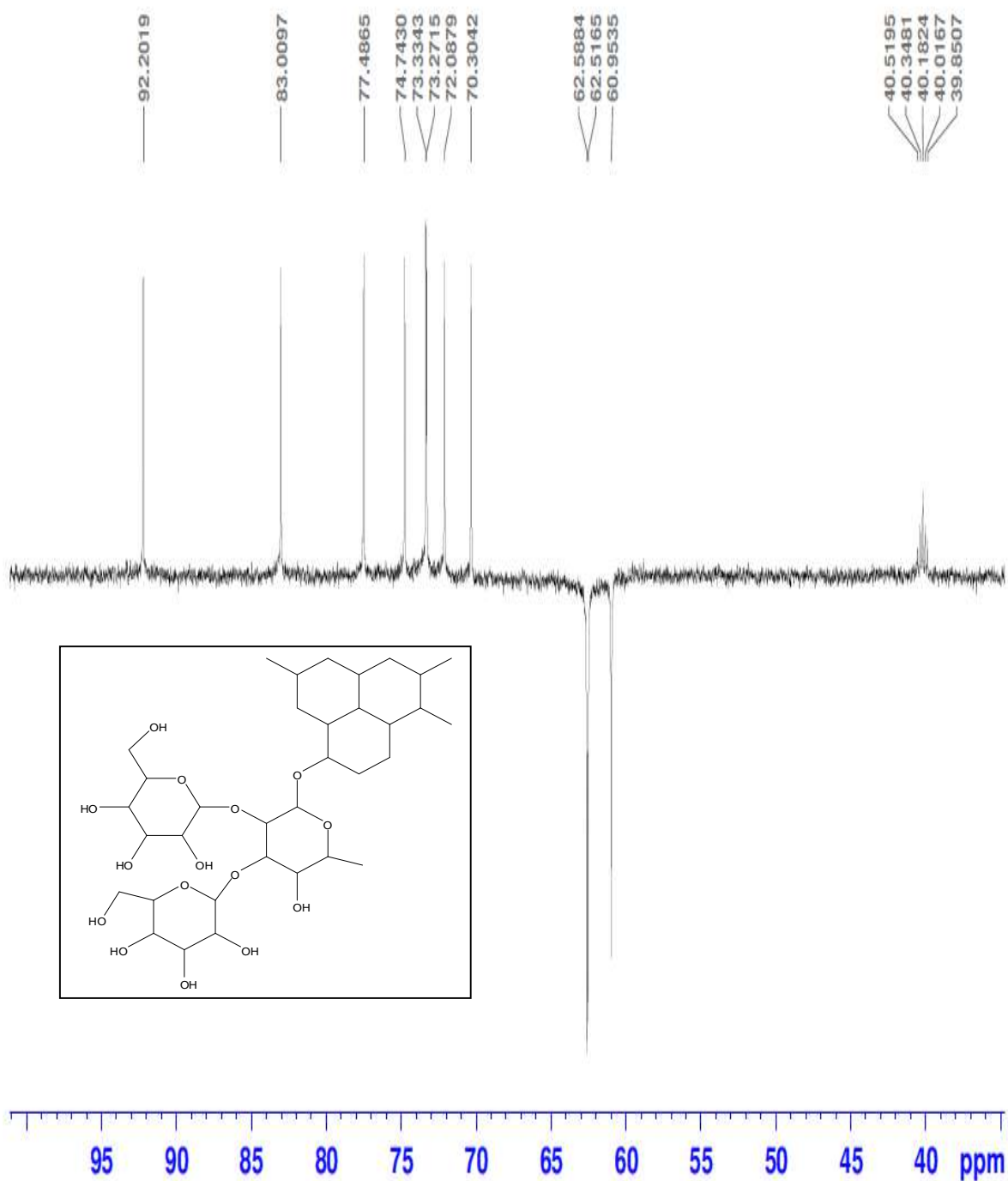
الشكل (133-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي RMN ¹H (ZBN(2))

ALYAQOUT-zbnc21
c13

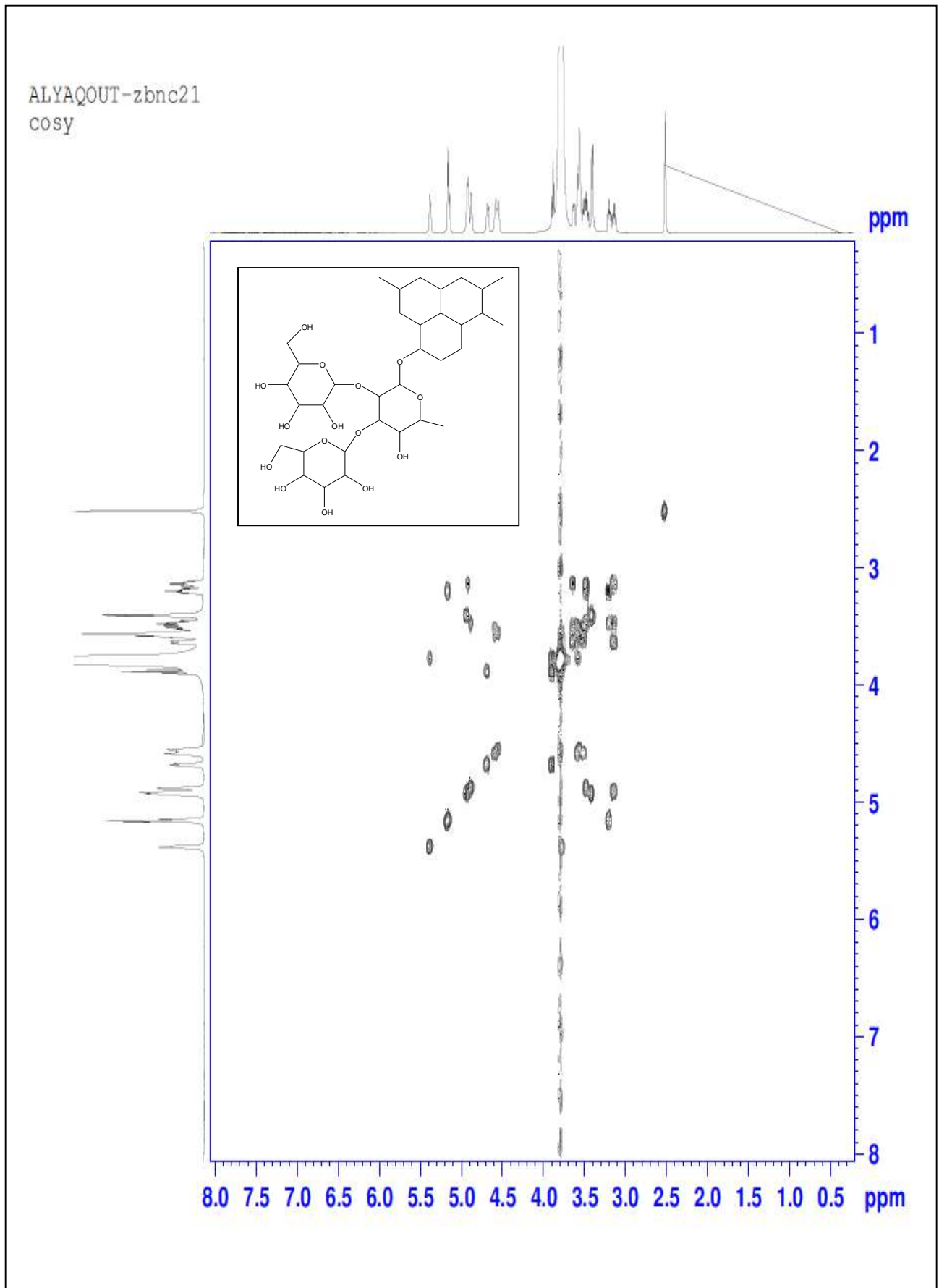


الشكل (134-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ¹³C RMN (ZBN(2))

ALYAQOUT-zbnc21
dept135

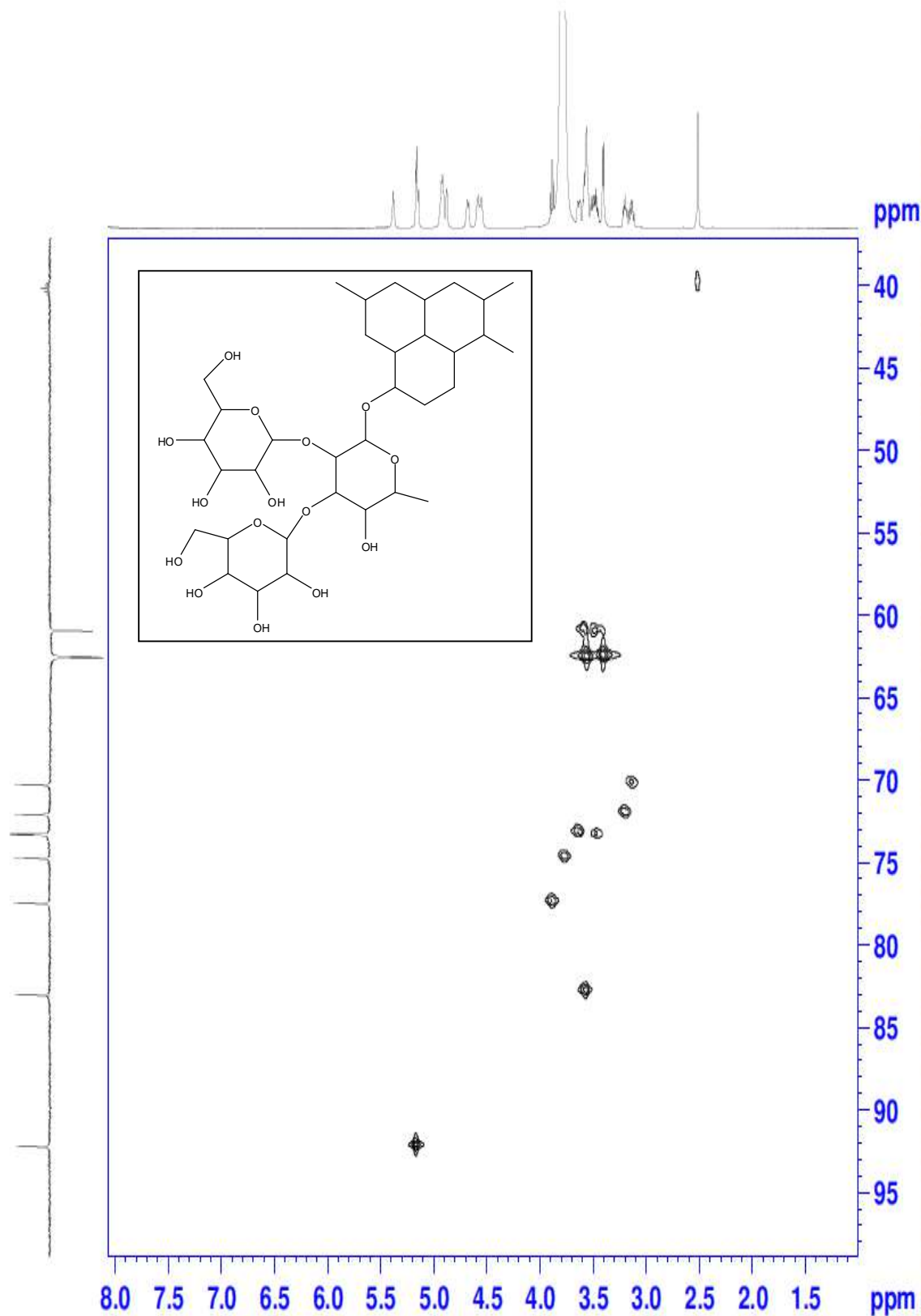


الشكل (135-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي DEPT135 (ZBN(2))

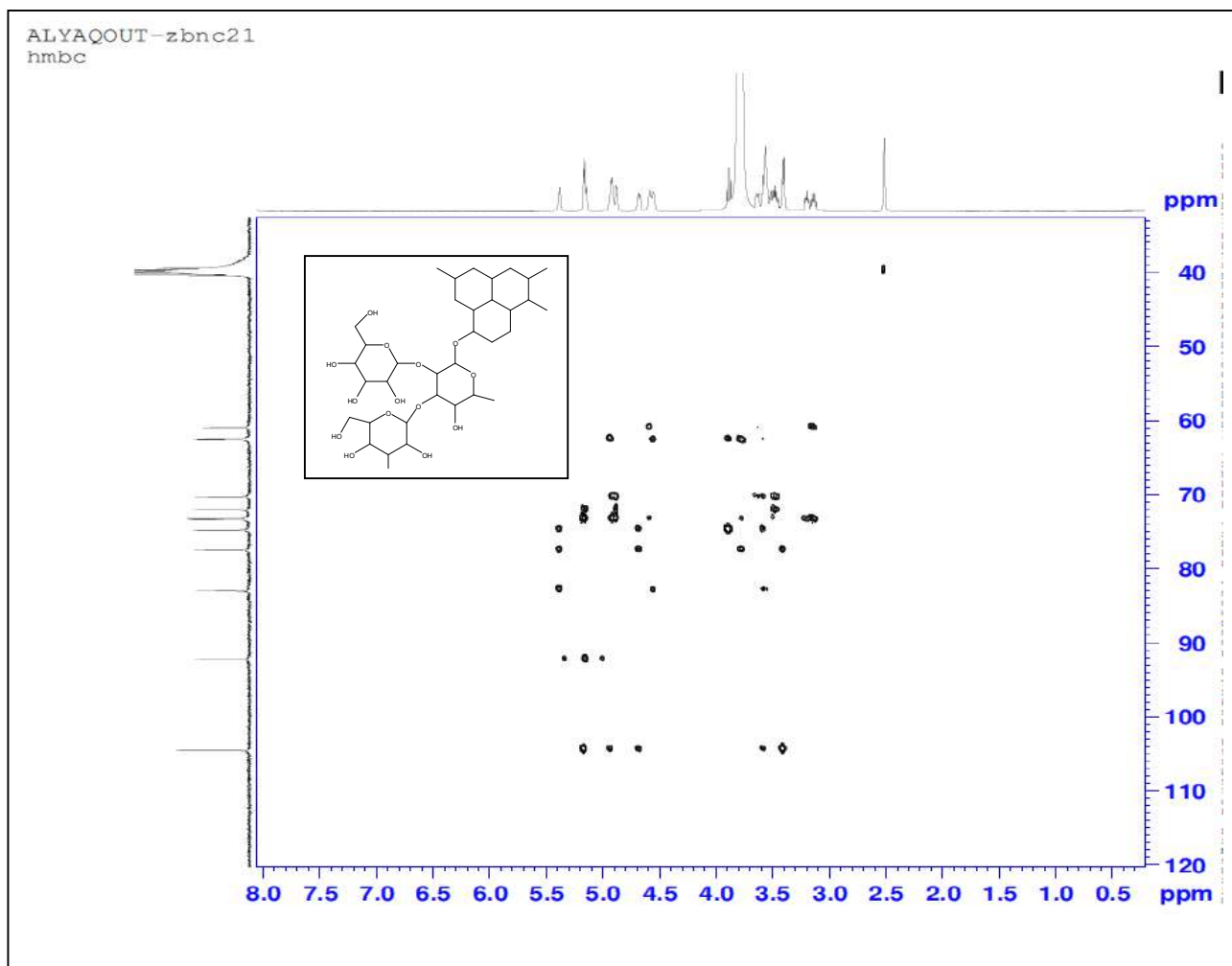


الشكل (136-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي COSY (ZBN(2))

ALYAQOUT-zbnc21
hmqc

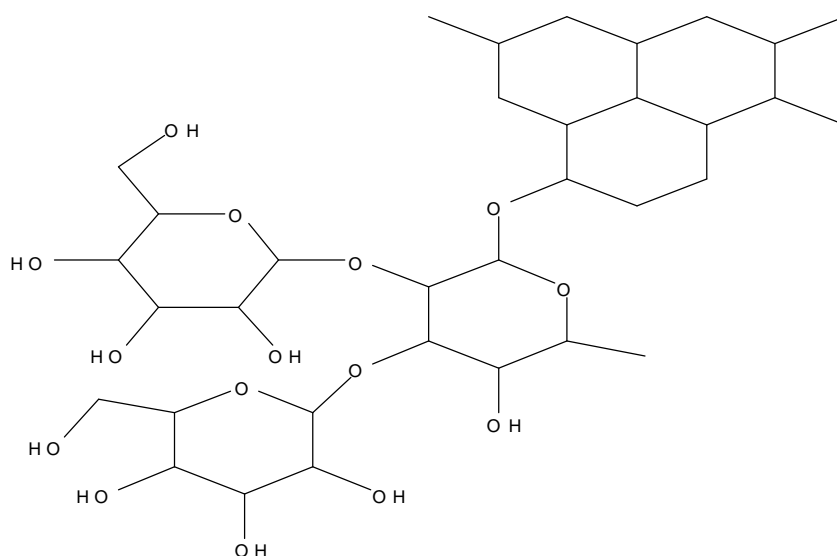


الشكل (137-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMQC (ZBN(2))



الشكل (138-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMBC (ZBN(2))

الصيغة المقترحة :



6,6'-(5-hydroxy-6-methyl-2-(4,5,8-trimethyldecahydro-1H-phenalen-1-yl)oxy)tetrahydro-2H-pyran-3,4-diyl)bis(oxy)bis(2-(hydroxymethyl)tetrahydro-2H-pyran-3,4,5-triol)

Chemical Formula: $C_{34}H_{58}O_{15}$

Exact Mass: 706,38

1-4-2-IV-التعيين البنيوي للمركب : (ZL)

1 - الفصل الكروماتوغرافي :

تم فصل هذا المركب من مستخلص البيتانول للثمار .

2 - مطيافية الكتلة :

[M-H] ⁺	[M-H] ⁺	[M+H] ⁺	[M+H] ⁺	[M+H] ⁺	الصيغة المجملة
5	4	3	2	1	الشظايا الموافقة
683,21	431,13	1049,32	707,21	365,10	m/z

الصيغة المجملة للمركب : C₅₈H₉₆O₃₁

الكتلة المولية للمركب : M= 1289 g/mol

عدد الحلقات والروابط في المركب :

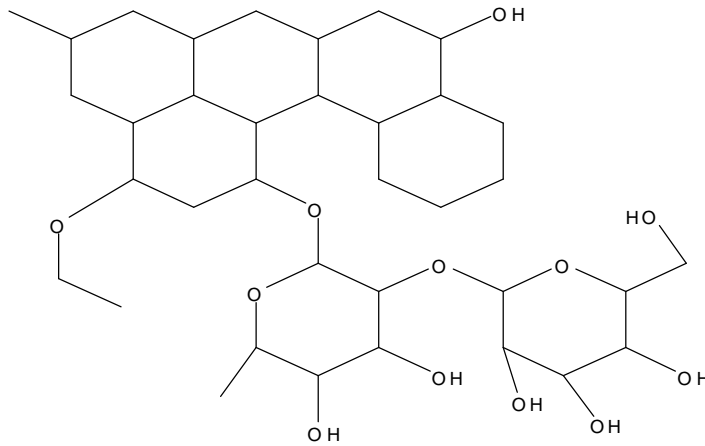
$$DBE = 1 + (2 \times 58 - 96) / 2 = 11$$

11 حلقات و 0 روابط ثنائية.

الاسم العلمي للمركب :

6,6'-(5-hydroxy -6-methyl-2-(4,5,8-trimethyldodehydro-1H-phenalen-1-yloxy)tetrahydro-2H-pyran-3, 4-diyl)bis(oxy)bis(2-(hydroxymethyl)tetrahydro-2H-pyran-3,4,5-triol)

الشظايا الموافقة هي :



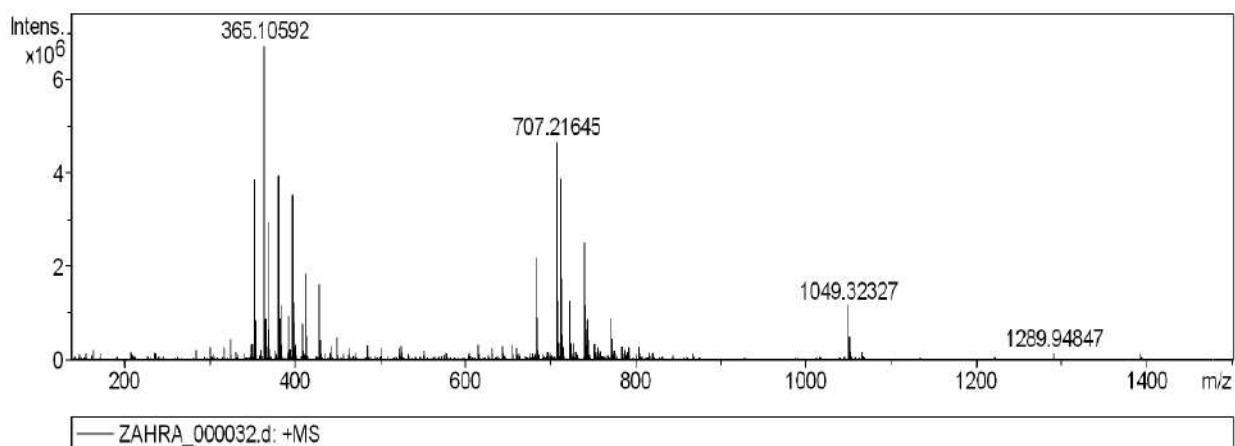
Exact Mass: 684,41

Analysis Info

Analysis Name D:\Data\2013AUG01\ZAHRA_000032.d
Method ESI pos April 17 2009
Sample Name ZL
Comment MEOH+H2O+ACETONE

Acquisition Date 8/7/2013 11:56:51 AM

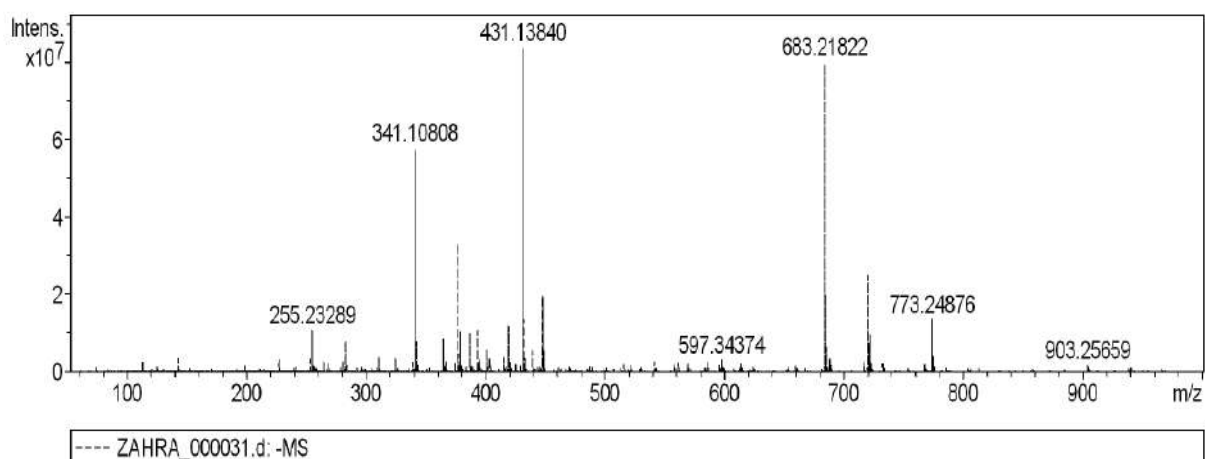
Operator FTMS User
Instrument apex-IV

Acquisition Parameter**Analysis Info**

Analysis Name D:\Data\2013AUG01\ZAHRA_000031.d
Method esp neg 28sep
Sample Name ZL
Comment MEOH+H2O+ACETONE

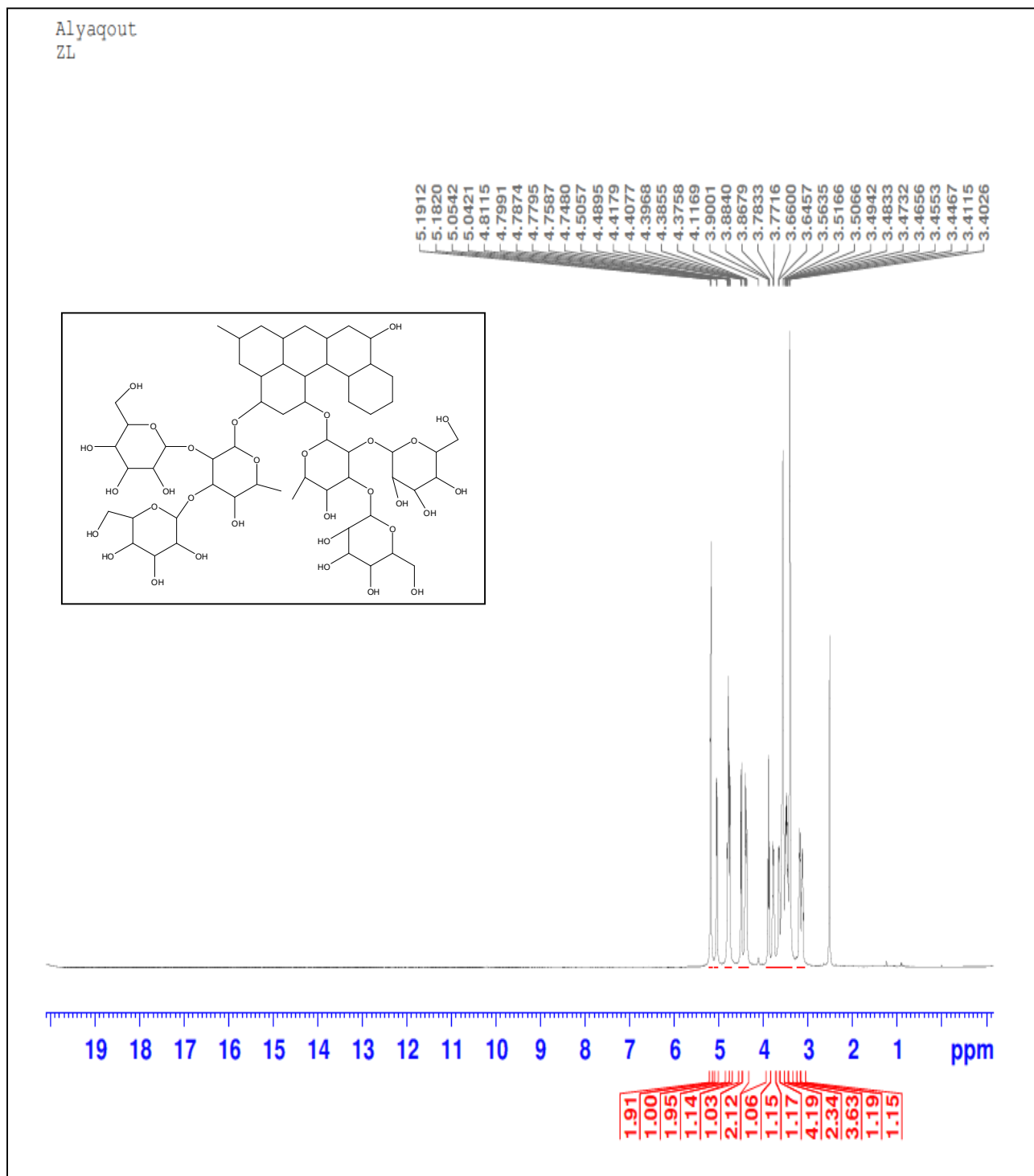
Acquisition Date 8/7/2013 11:53:28 AM

Operator FTMS User
Instrument apex-IV

Acquisition Parameter

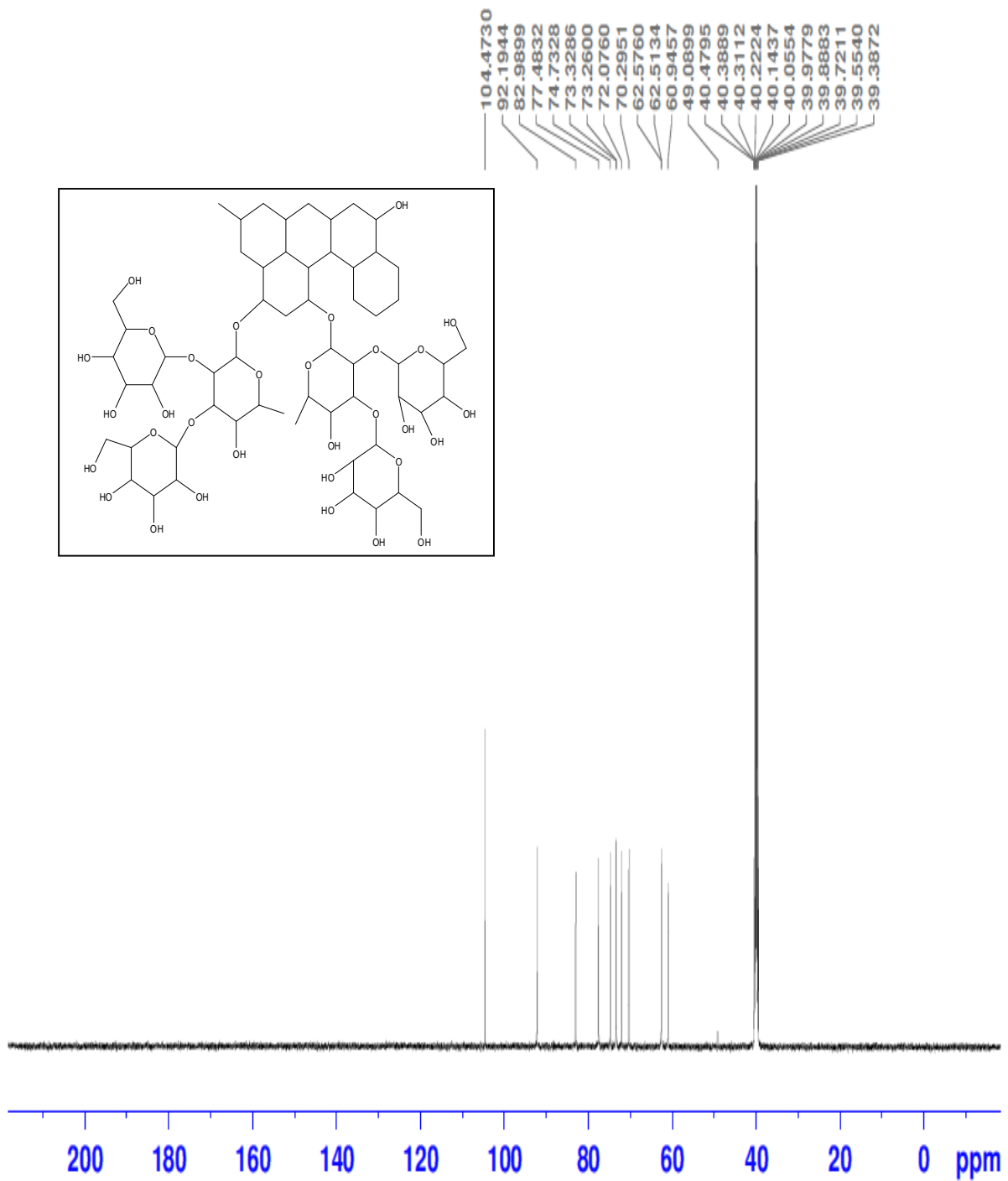
الشكل (IV-139) : طيف الكتلة للمركب (ZL)

3 - مطيافية الرنين النووي المغناطيسي RMN :
 تم تطبيق مختلف مطيافية الرنين النووي المغناطيسي
 RMN ¹H , RMN ¹³C , DEPT135 , COSY , HMQC , HMBC



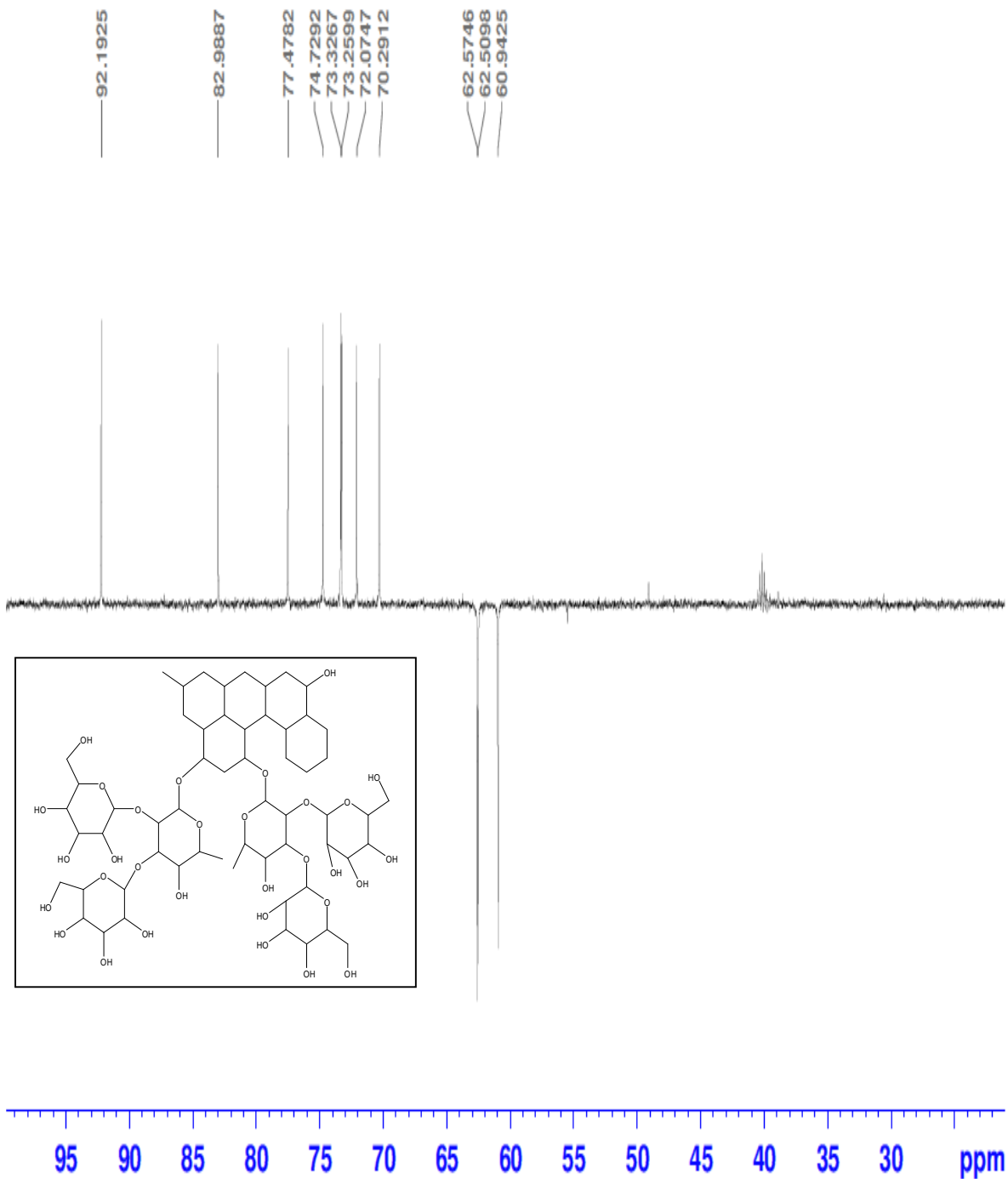
الشكل (140-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ¹H RMN (ZL)

Alyaqut
ZL
c13



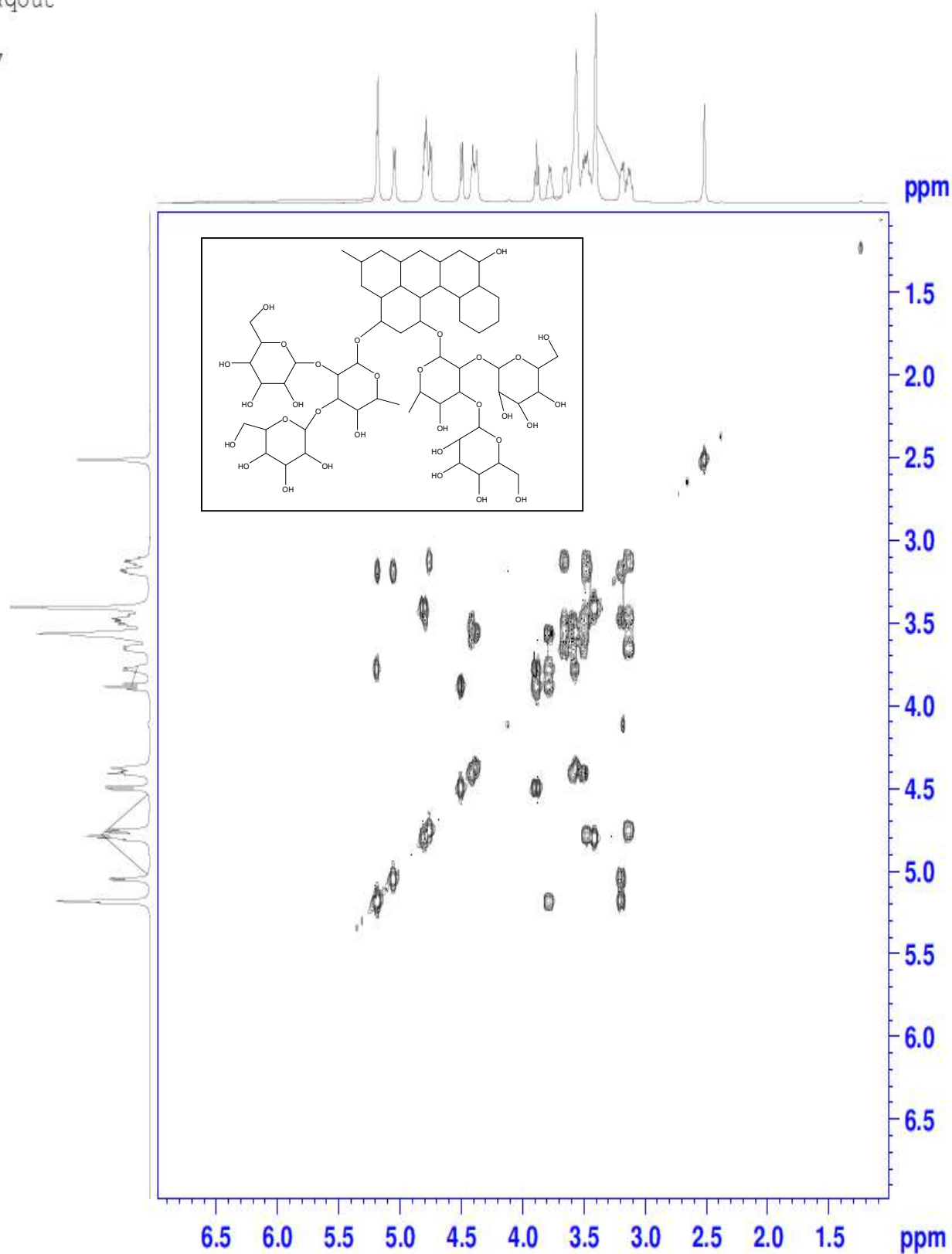
الشكل (141-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^{13}C RMN (ZL)

Alyaqout
ZL
dept:135



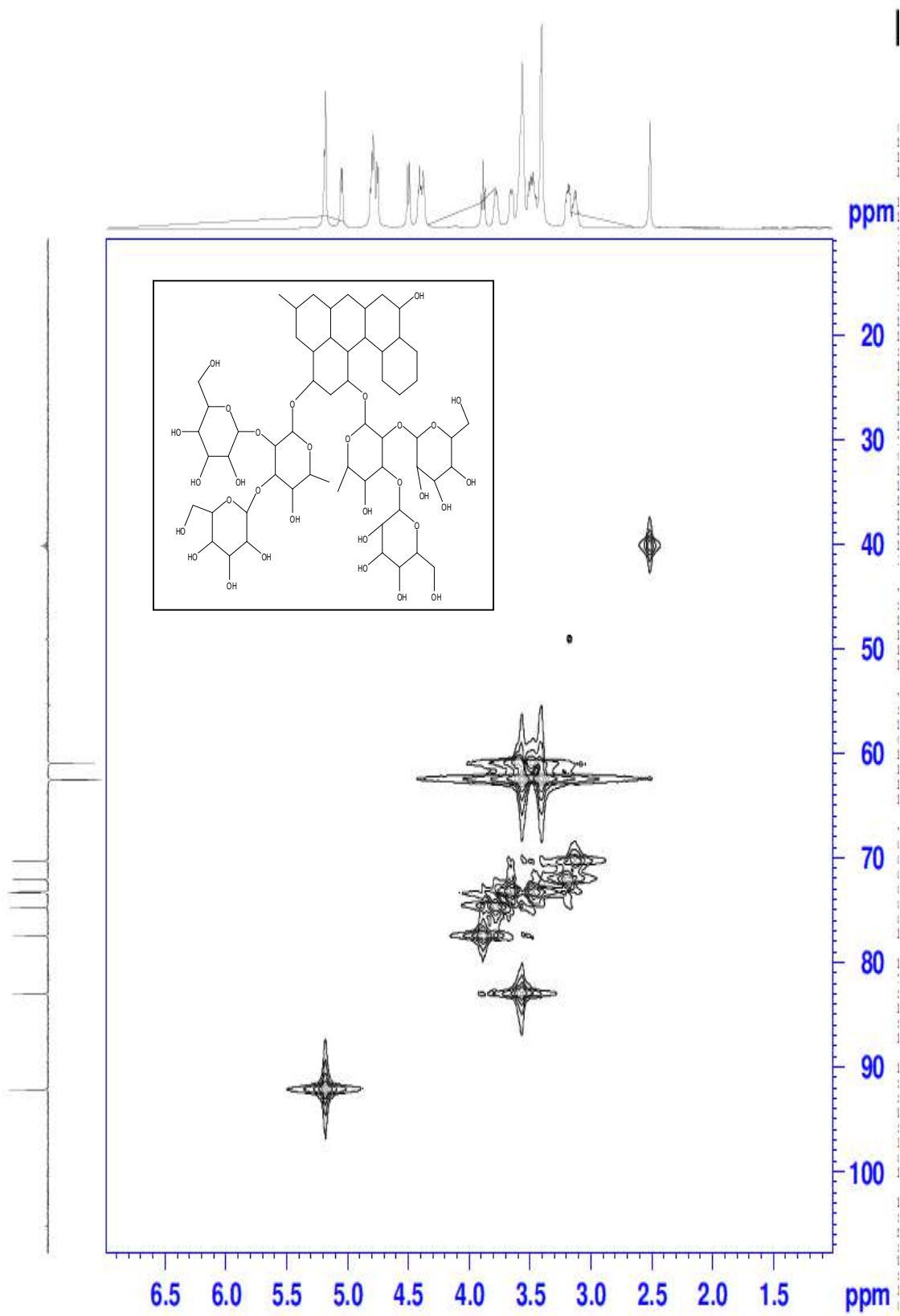
الشكل (142-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي (ZL) DEPT135

Alyaqout
ZL
cosy

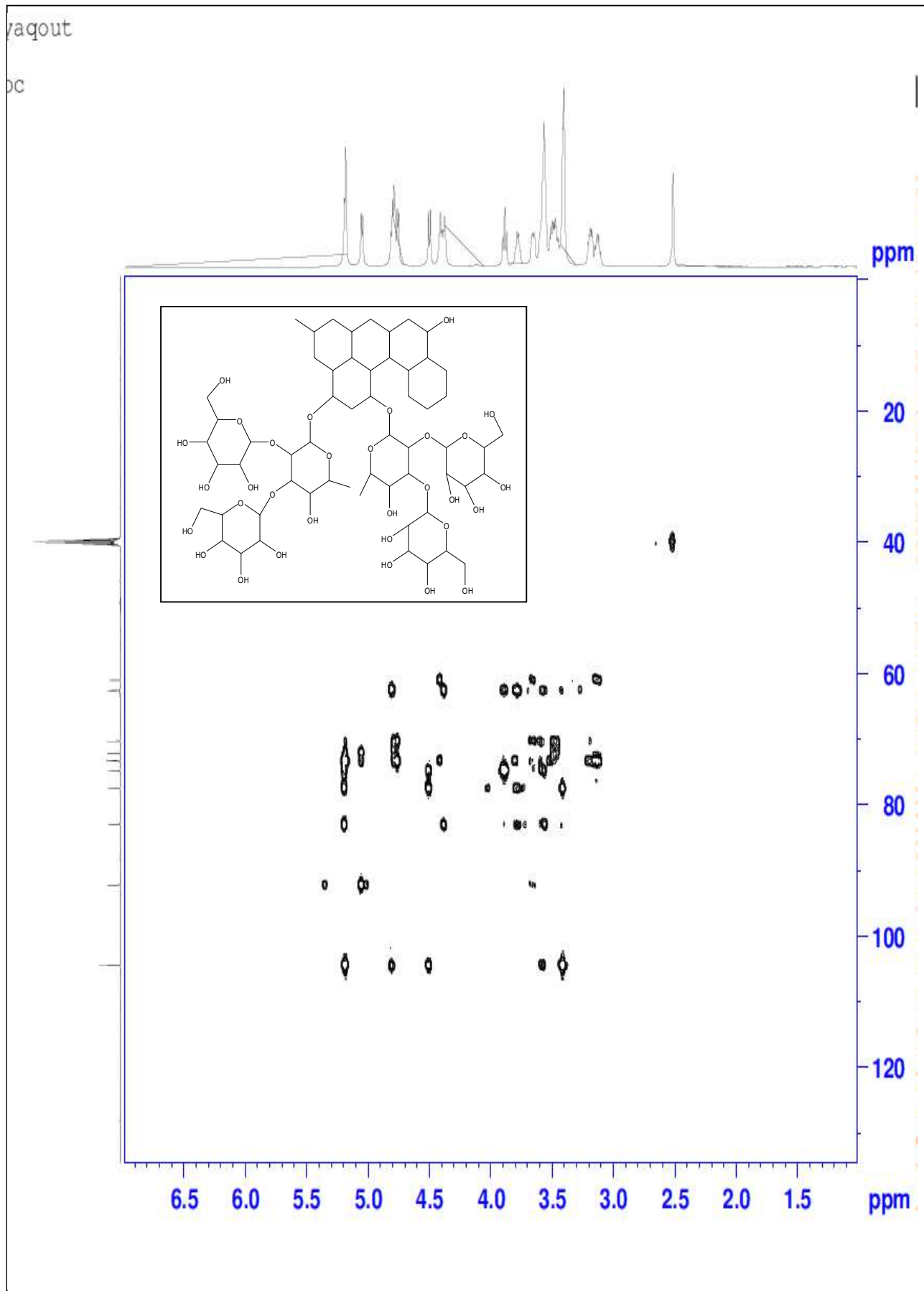


الشكل (143-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي COSY (ZL)

Alyaqout
ZL
hmqc

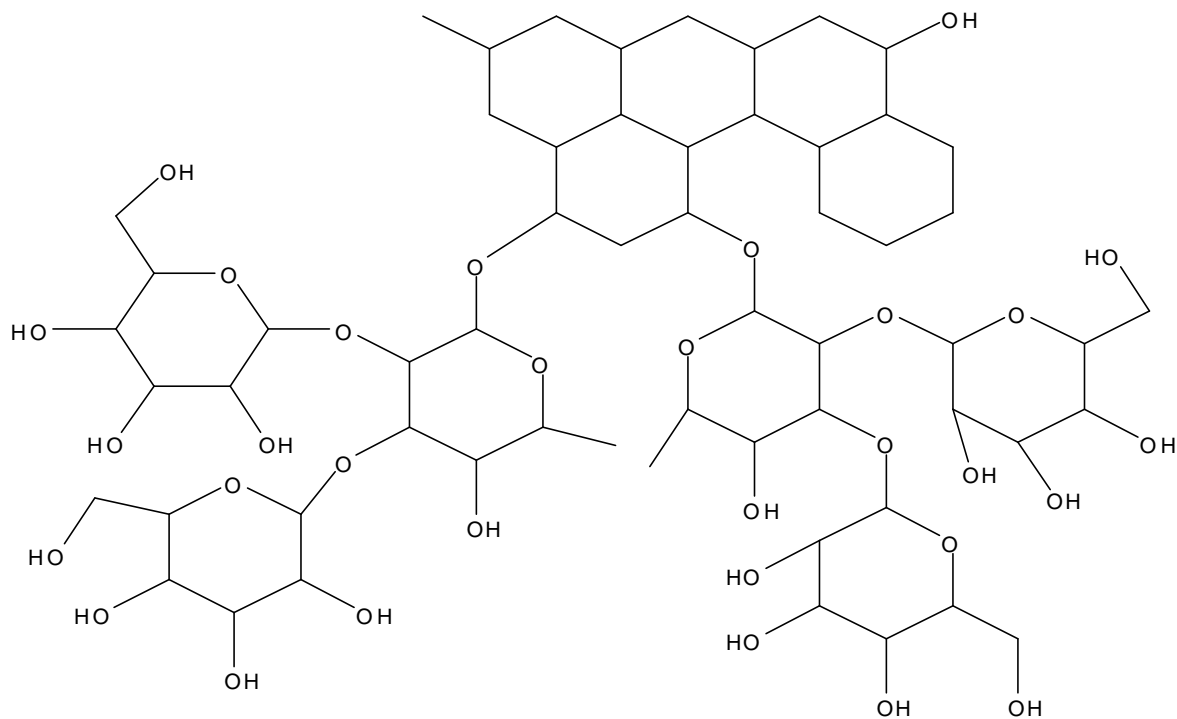


الشكل (144-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMQC (ZL)



الشكل (145-IV) : طيف الرنين النووي المغناطيسي HMBC (ZL)

الصيغة المقترحة :



Chemical Formula: $C_{58}H_{96}O_{31}$
Exact Mass: 1288,59

الفصل الرابع

V- الدراسة الكيميائية للقلويدات :

V-1- الدراسة الكيميائية لنبات العنودة :

V-1-1- المستخلص الأول :

تم فصل مركبين من مستخلص ثنائي كلوروميثان واعتمدنا في التعرف على بنية المركبات النقية على :

1 - التحليل الكروماتوغرافي

2 - مطيافية الكتلة

RMN ¹H , RMN ¹³C , DEPT135 , DEPT90 , COSY , HMQC : RMN- 3
.HMBC

V-1-4-1-1- التعيين البنوي للمركب : (DESN)

1 - الفصل الكروماتوغرافي :

تم فصل هذا المركب عن طريق إعادة البلورة

2 - مطيافية الكتلة :

[M-H] ⁺	[M-H] ⁺	[M-H] ⁺	[M+H] ⁺	[M+H] ⁺	[M+H] ⁺	الصيغة المجملة
6	5	4	3	2	1	الشظايا الموافقة
255,23	393,27	687,57	820,52	413,26	209,77	m/z

الصيغة المجملة للمركب : C₄₂H₆₄N₂O₁₄

الكتلة المولية للمركب : M= 820,44 g/mol

عدد الحلقات والروابط في المركب :

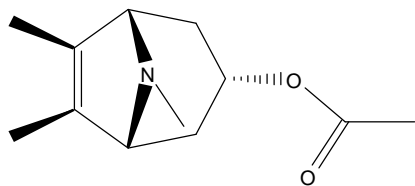
$$DBE = 1 + (2 \times 42 - 64 + 2) / 2 = 12$$

4 حلقات و 8 روابط ثنائية.

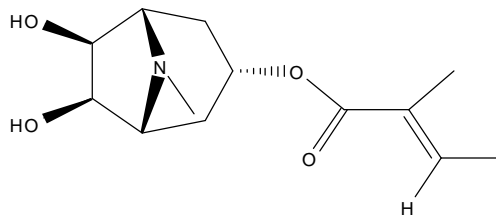
الاسم العلمي للمركب :

R,3R,5R,6R,7S,E)-6-hydroxy-4-(((1S,3R,5R,6R,7S)-6-hydroxy-8-1)
methyl-3-((E)-2-methylbut-2-enoyloxy)-7-(3-methylbutanoyloxy)-8-
azabicyclo[3.2.1]octan-2-yl)methylene)-8-methyl-3-((E)-2-methylbut-2-
enoyloxy)-8-azabicyclo[3.2.1]octane-2,7-diyl bis(2-hydroxy-3-
(methylbutanoate

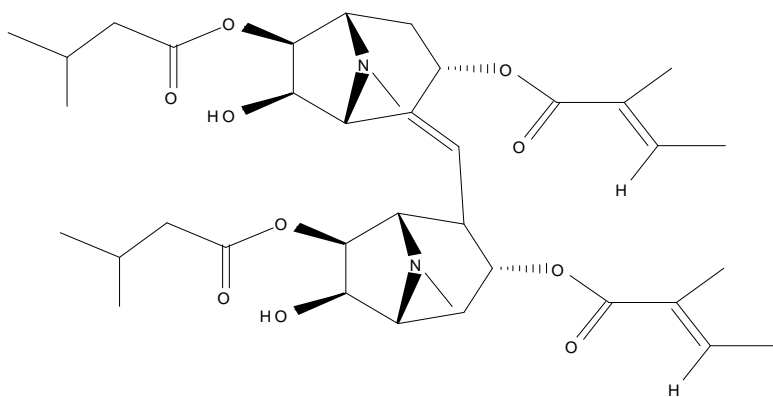
الشظايا الموافقة هي :



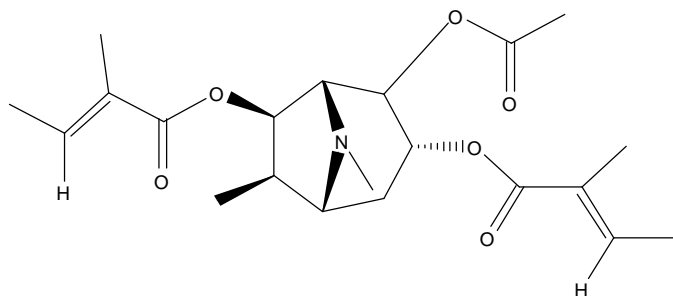
Exact Mass: 209,14



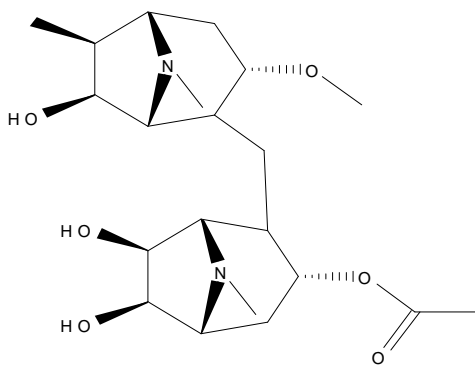
Exact Mass: 255,15



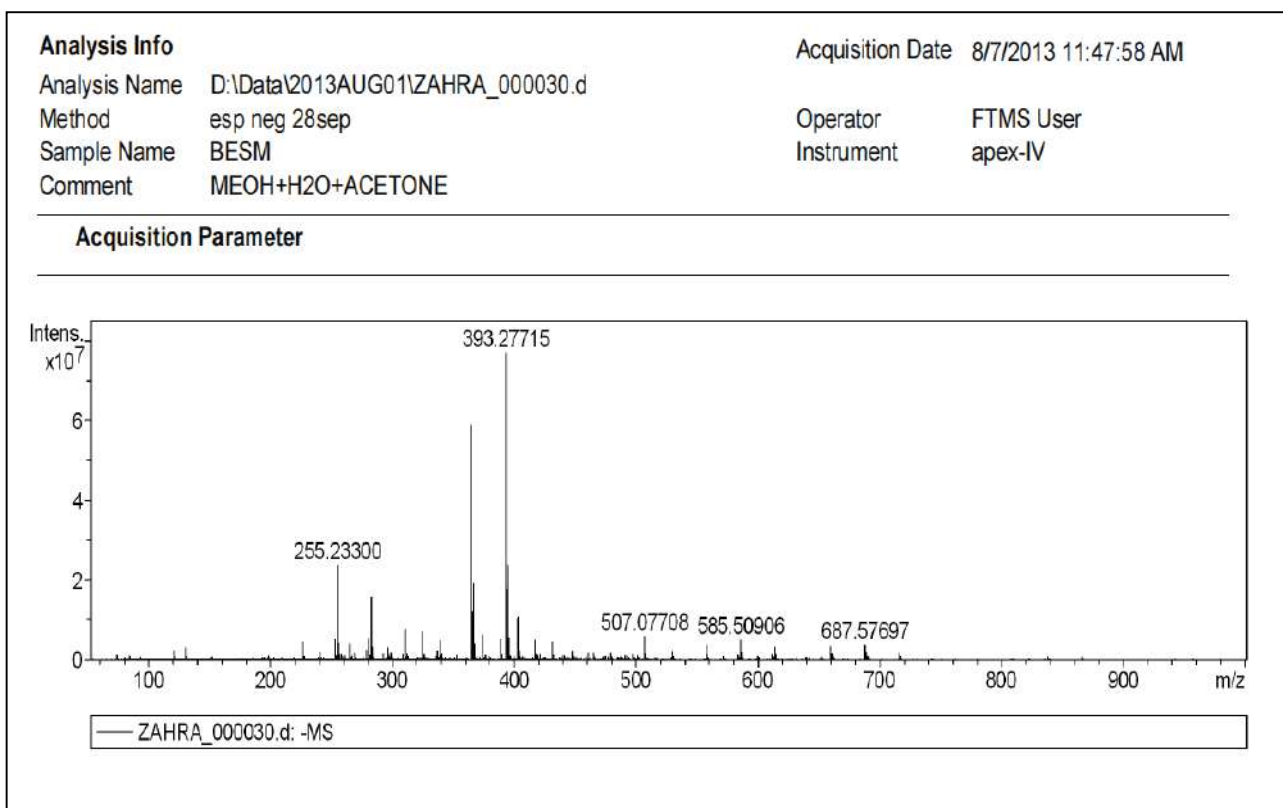
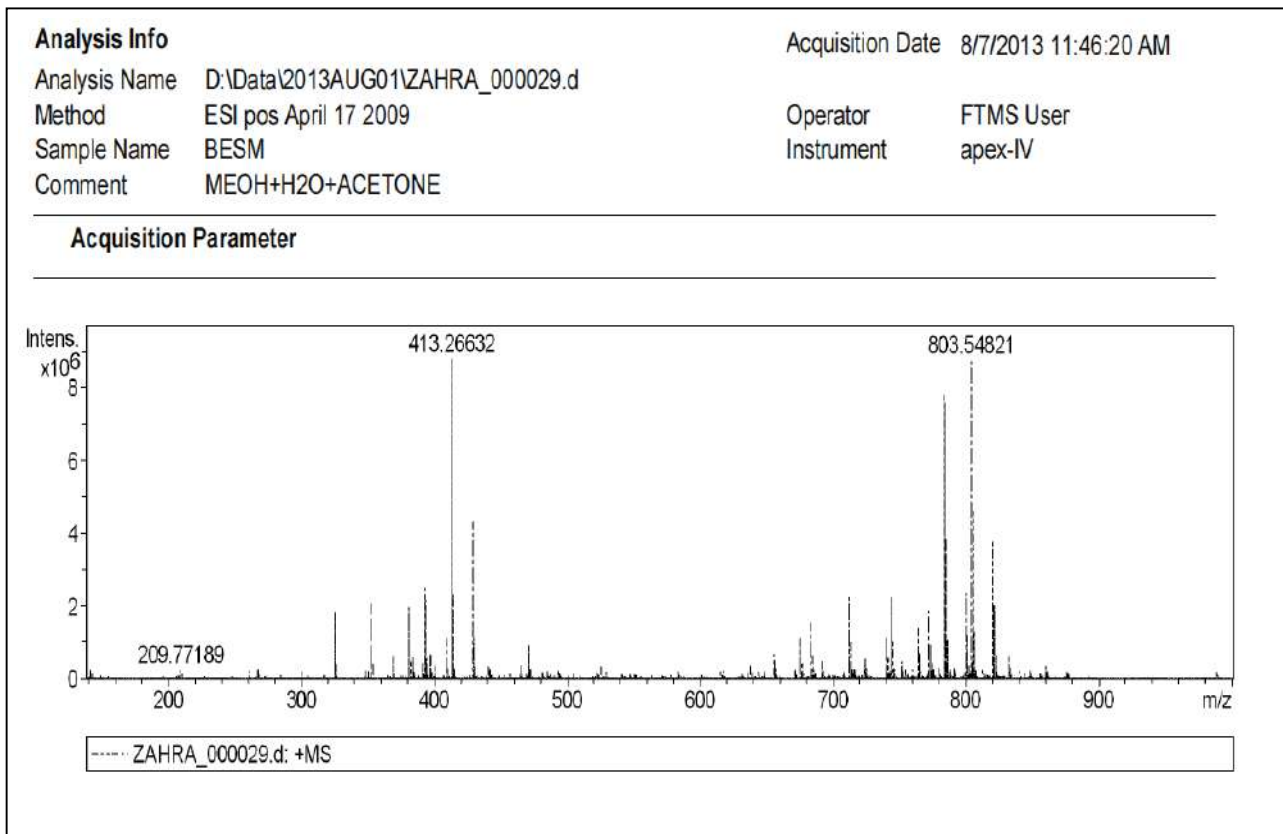
Exact Mass: 688,39



Exact Mass: 393,22



Exact Mass: 412,26

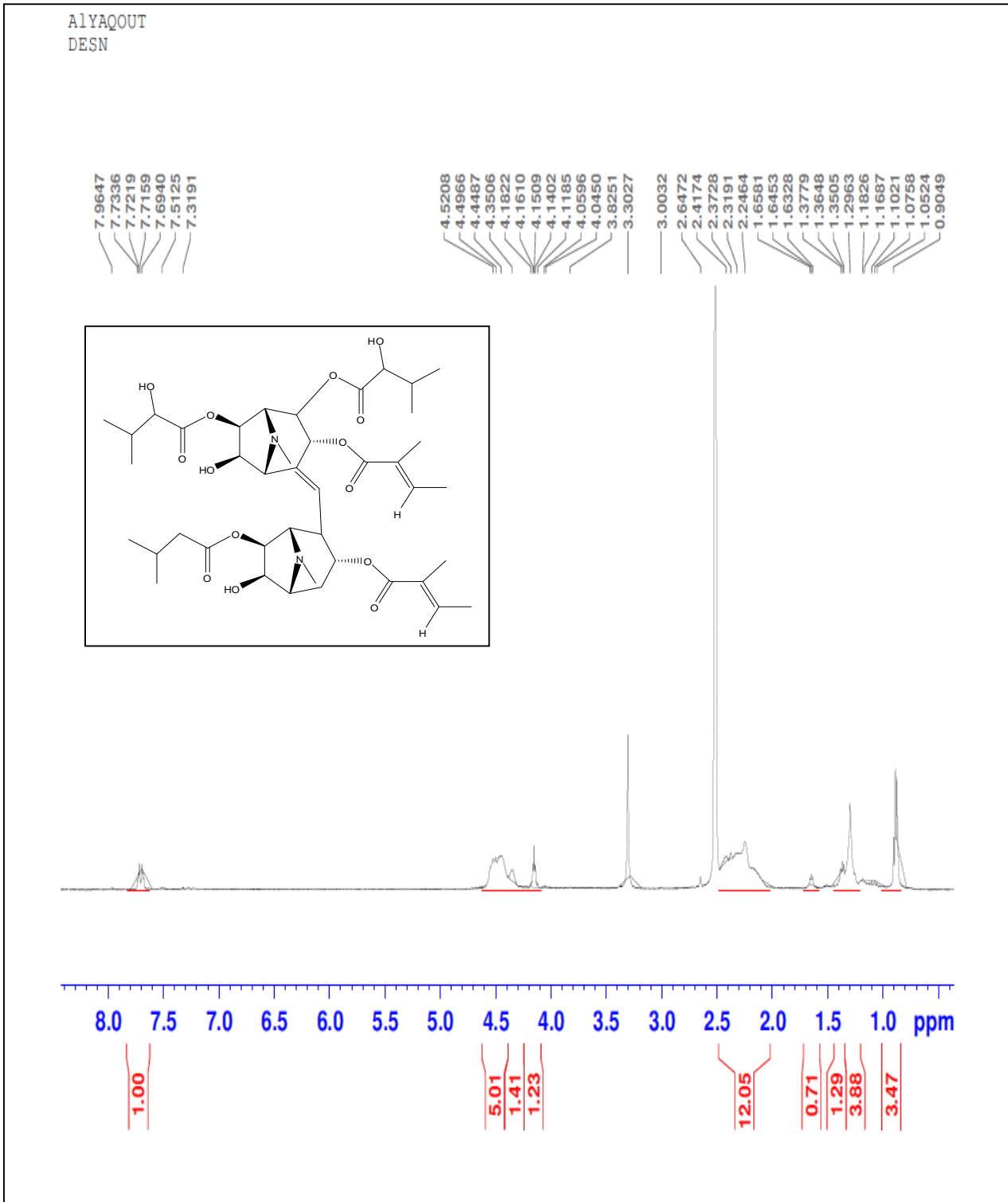


الشكل (1-V) : طيف الكتلة للمركب (DESN)

3 - مطيافية الرنين النووي المغناطيسي RMN :

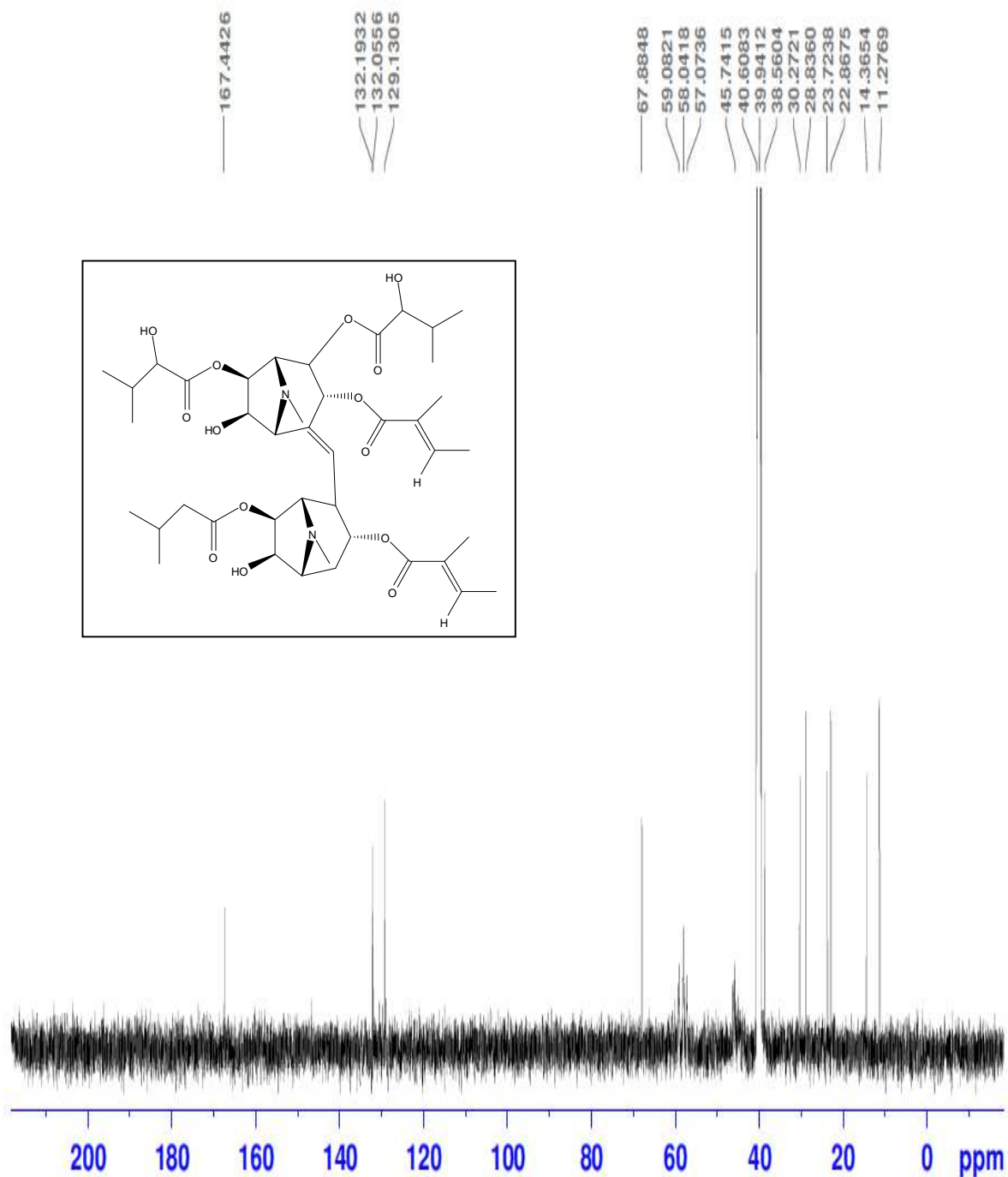
تم تطبيق مختلف مطيافية الرنين النووي المغناطيسي

RMN^1H , $RMN^{13}C$, DEPT135 , COSY , HMQC , HMBC



الشكل (2-V) : طيف الرنين النووي المغناطيسي RMN^1H (DESN)

ALYAQOUT
DESN



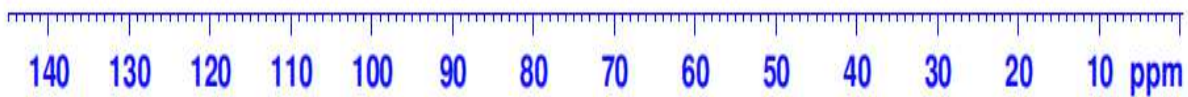
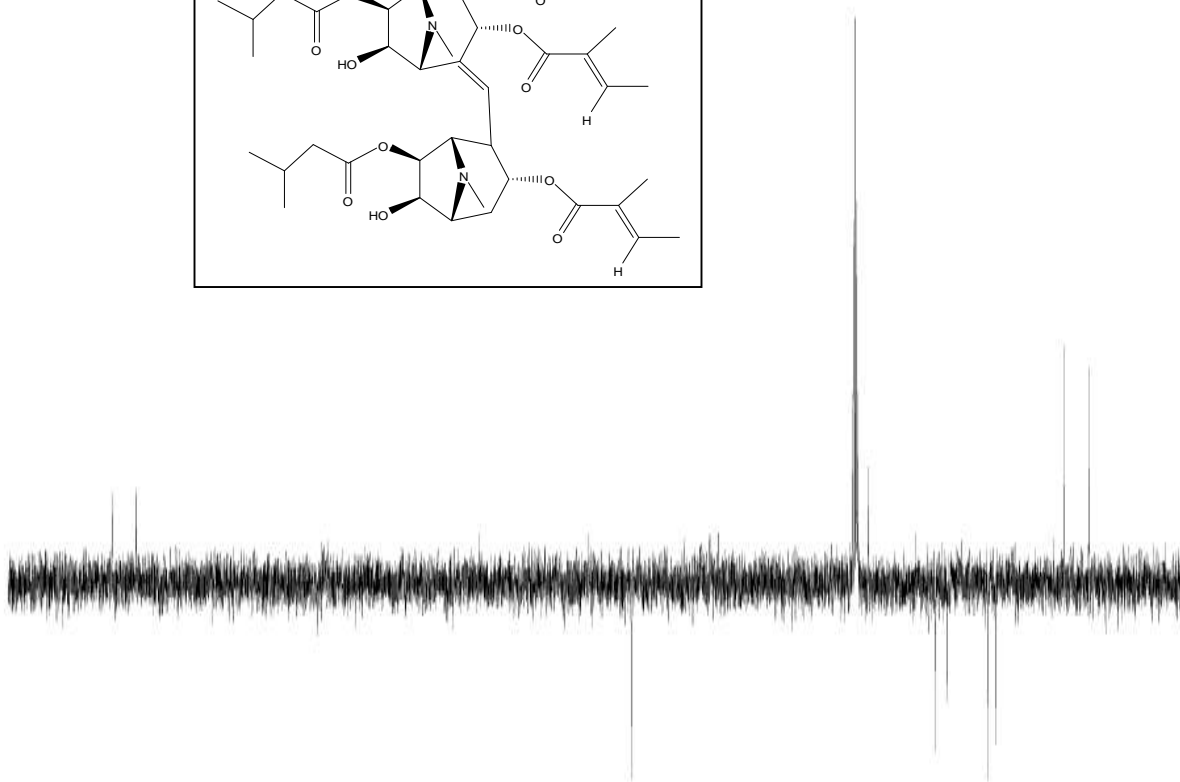
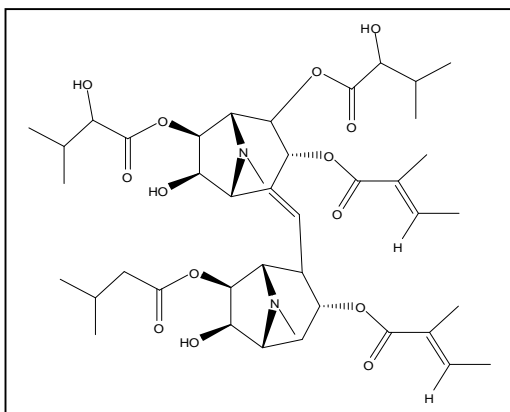
الشكل (3-V) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^{13}C RMN (DESN)

ALYAQOUT
DESN
DEPT135

132.0793
129.1224

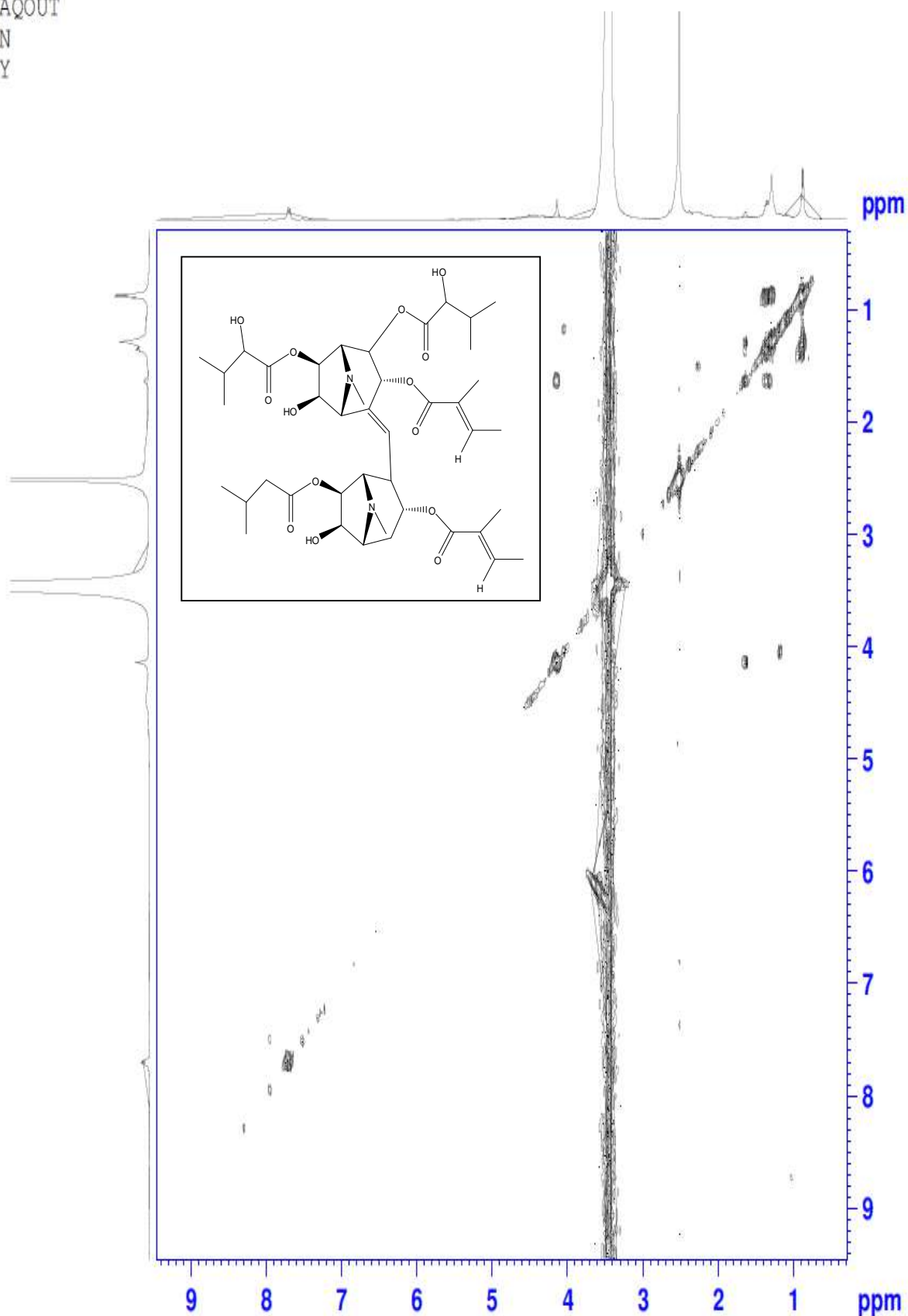
67.9056

40.4796
40.3121
40.1448
39.9772
39.8094
38.5405
30.2529
28.8159
23.7114
22.8434
14.3434
11.2596



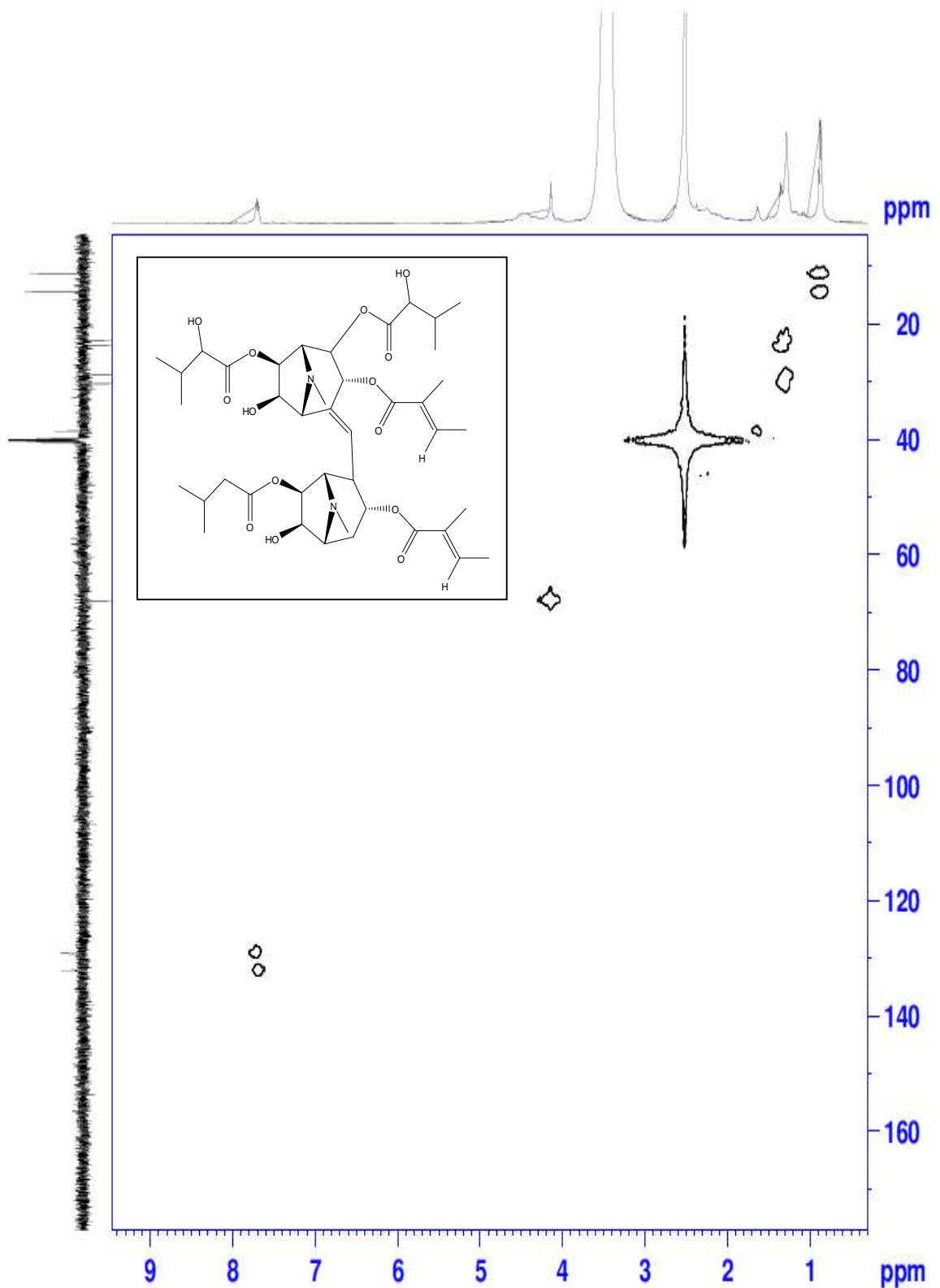
الشكل (4-V) : طيف الرنين النووي المغناطيسي (DESN) DEPT135

ALYAQOUT
DESN
COSY

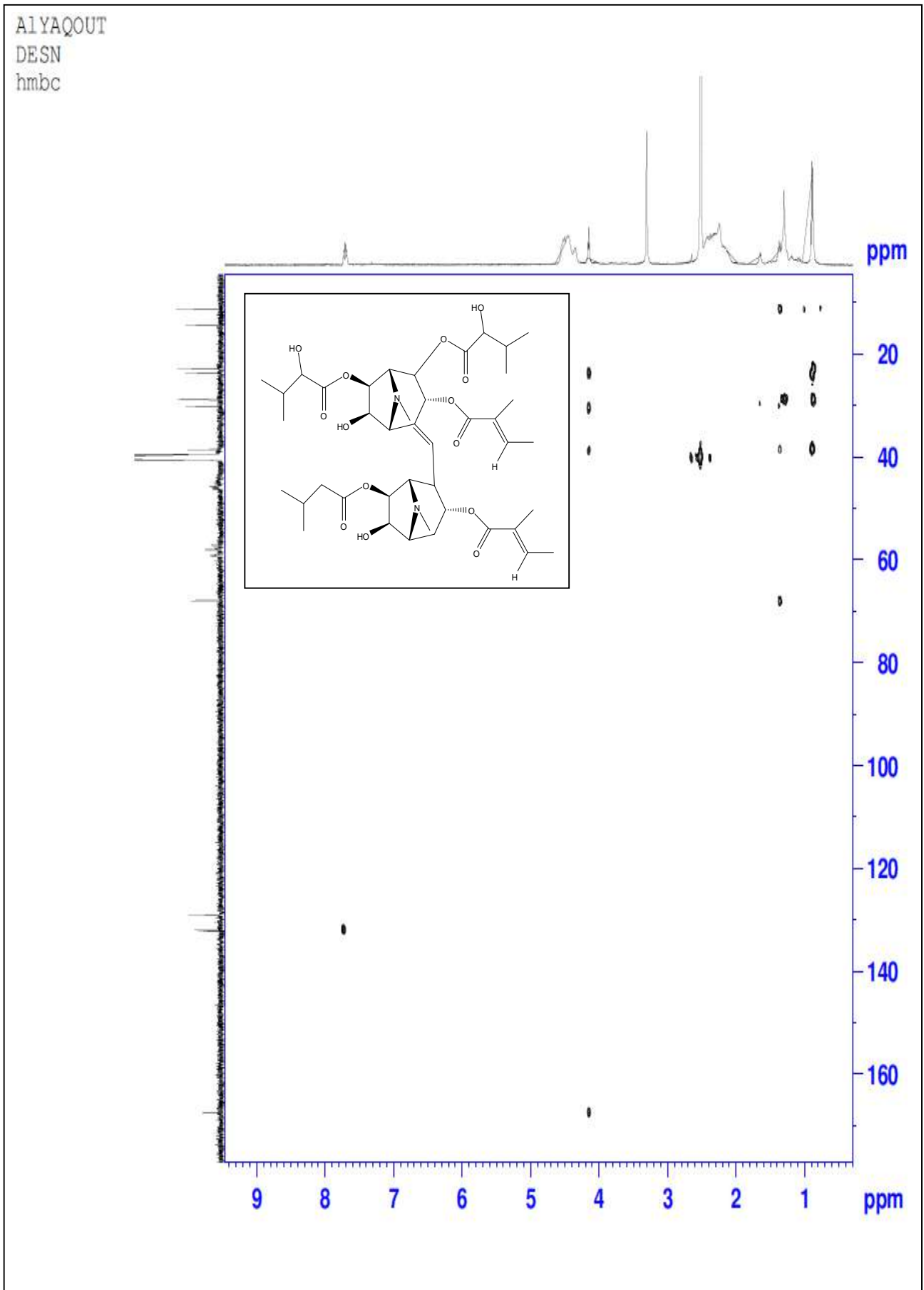


الشكل (5-V) : طيف الرنين النووي المغناطيسي (DESN) COSY

ALYAQOUT
DESN
hmqc

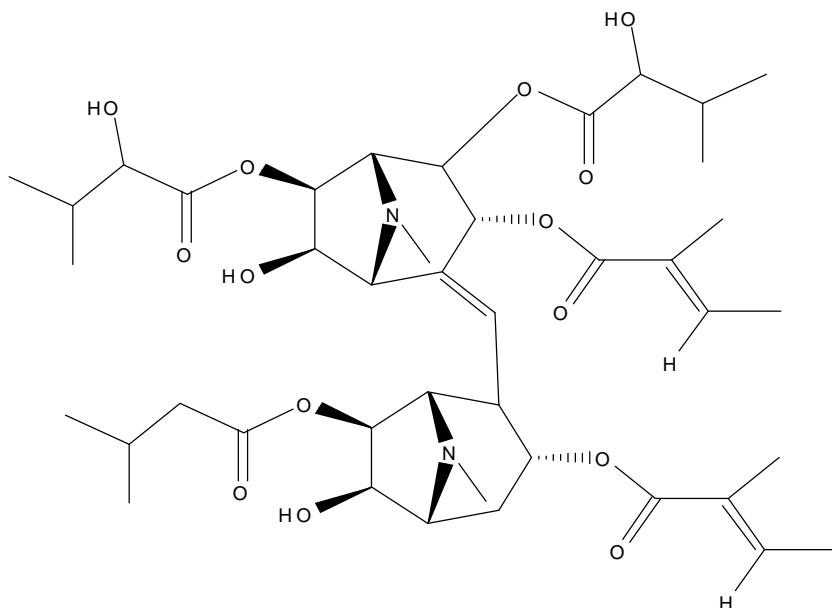


الشكل (6-V) : طيف الرنين النووي المغناطيسي (DESN) HMQC



الشكل (7-V) : طيف الرنين النووي المغناطيسي (DESN) HMBC

الصيغة المقترحة :



(1*R*,3*R*,5*R*,6*R*,7*S*,*E*)-6-hydroxy-4-(((1*S*,3*R*,5*R*,6*R*,7*S*)-6-hydroxy-8-methyl-3-((*E*)-2-methylbut-2-enyloxy)-7-(3-methylbutanoyloxy)-8-azabicyclo[3.2.1]octan-2-yl)methylene)-8-methyl-3-((*E*)-2-methylbut-2-enyloxy)-8-azabicyclo[3.2.1]octane-2,7-diyl bis(2-hydroxy-3-methylbutanoate)

Chemical Formula: C₄₂H₆₄N₂O₁₄

Exact Mass: 820,44

1-4-1-1-VI-التعيين البنوي للمركب : (DEY)

1 - الفصل الكروماتوغرافي :

تم فصل هذا المركب عن طريق إعادة البلورة

2 - مطيافية الكتلة :

[M-H] ⁺	[M-H] ⁺	[M-H] ⁺	الصيغة المجملة
3	2	1	الشظايا الموافقة
393,28	339,20	152,73	m/z

الصيغة المجملة للمركب : C₂₁H₃₁NO₆

الكتلة المولية للمركب : M= 393 g/mol

عدد الحلقات والروابط في المركب :

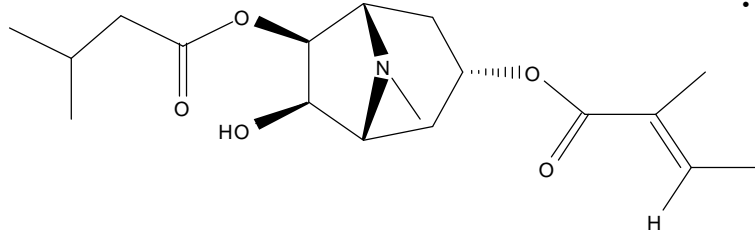
$$DBE = 1 + (2 \times 21 - 31 + 1) / 2 = 7$$

2 حلقات و 5 روابط ثنائية

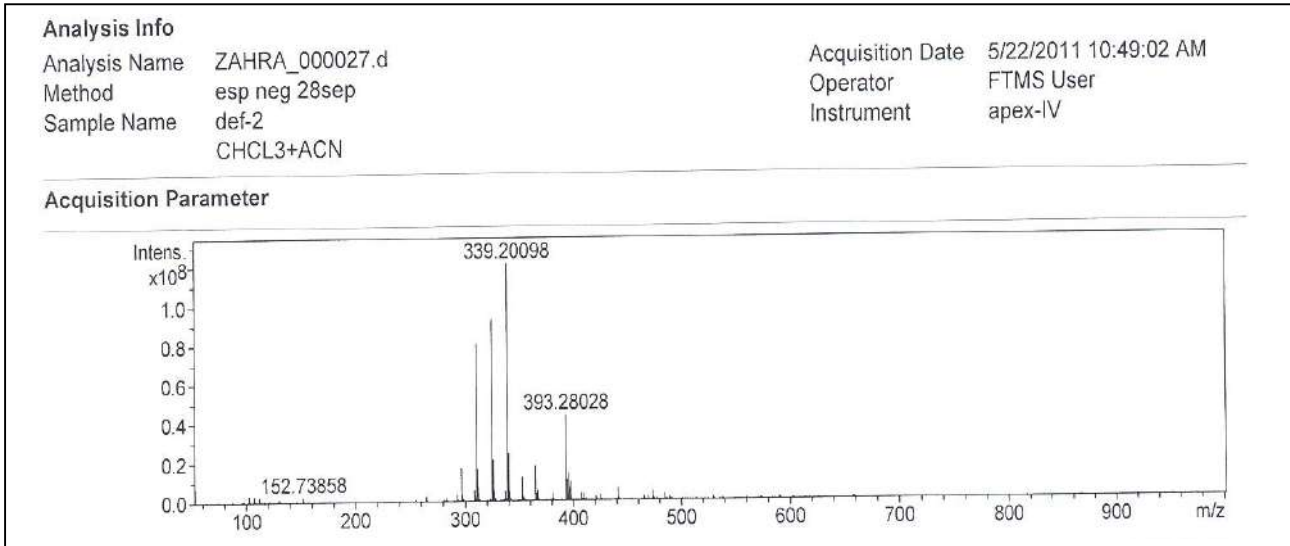
الاسم العلمي للمركب :

(1*R*,3*R*,5*S*,6*S*,7*R*)-7-hydroxy-8-methyl-3-((*E*)-2-methylbut-2-enyloxy)-4-(prop-1-en-2-yloxy)-8-azabicyclo[3.2.1]octan-6-yl 3-methylbut-2-enoate

الشظايا الموافقة هي :



Exact Mass: 339,20

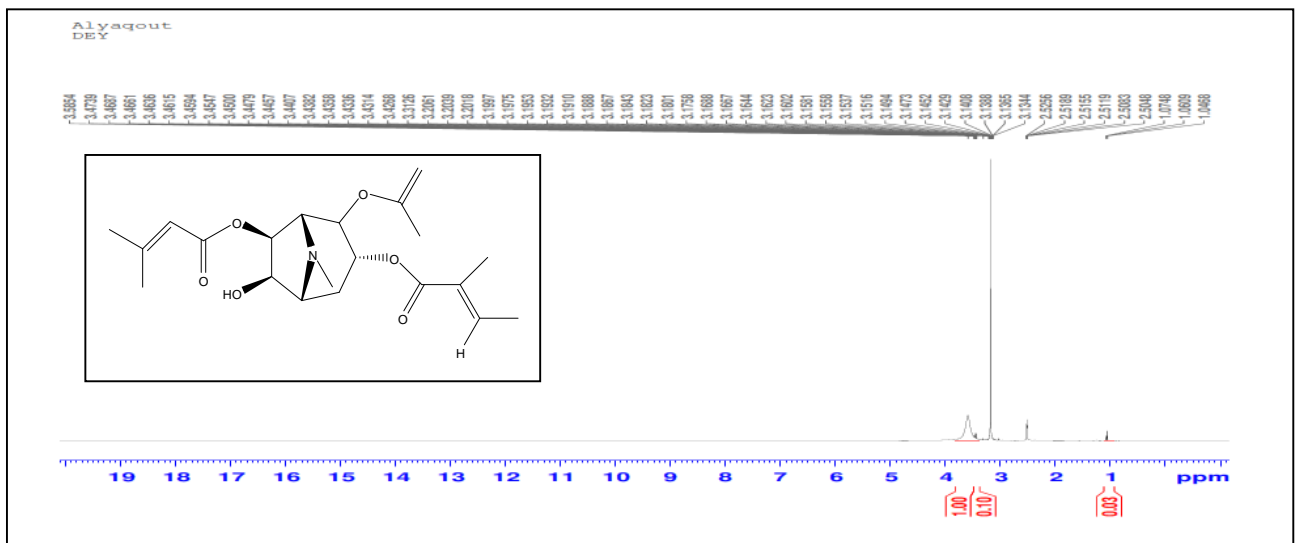


الشكل (8-V) : طيف الكتلة للمركب (DEY)

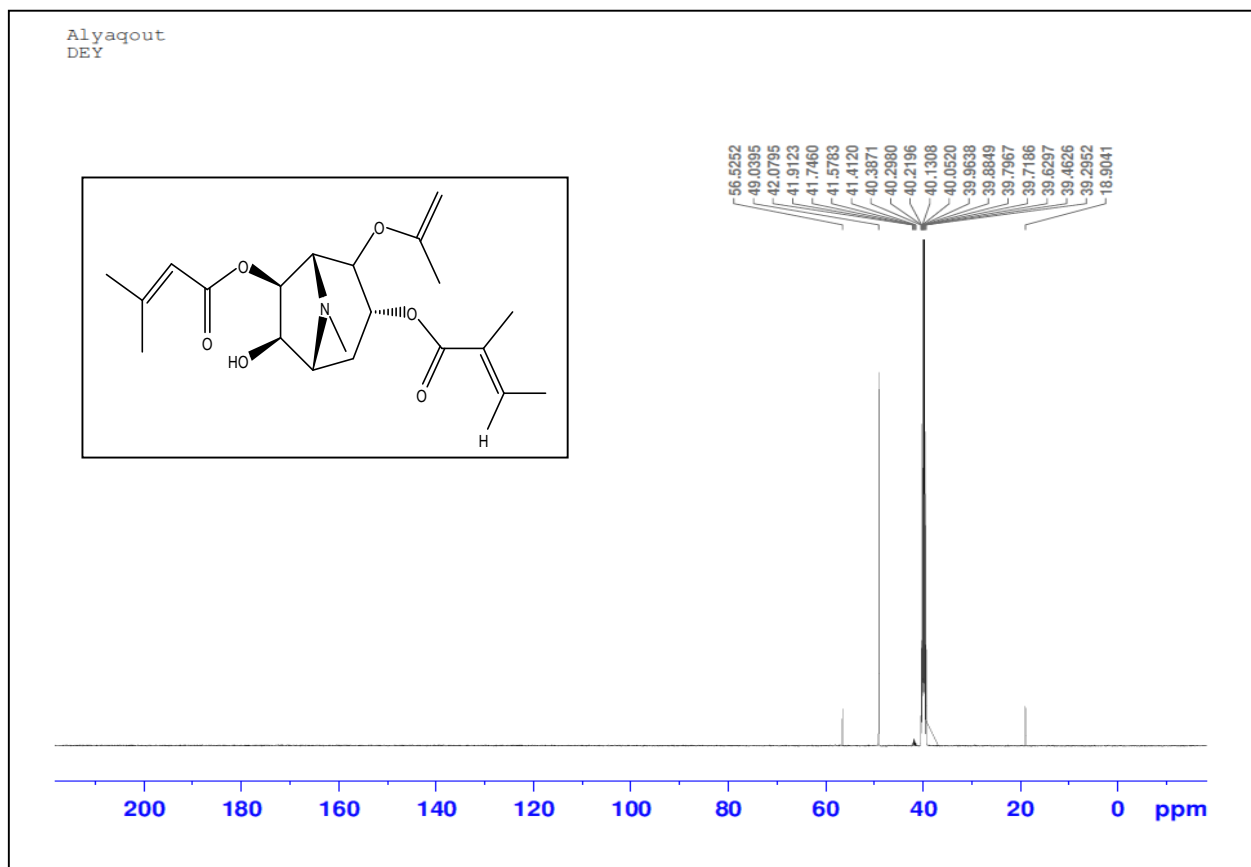
3 - مطيافية الرنين النووي المغناطيسي RMN :

تم تطبيق مختلف مطيافية الرنين النووي المغناطيسي

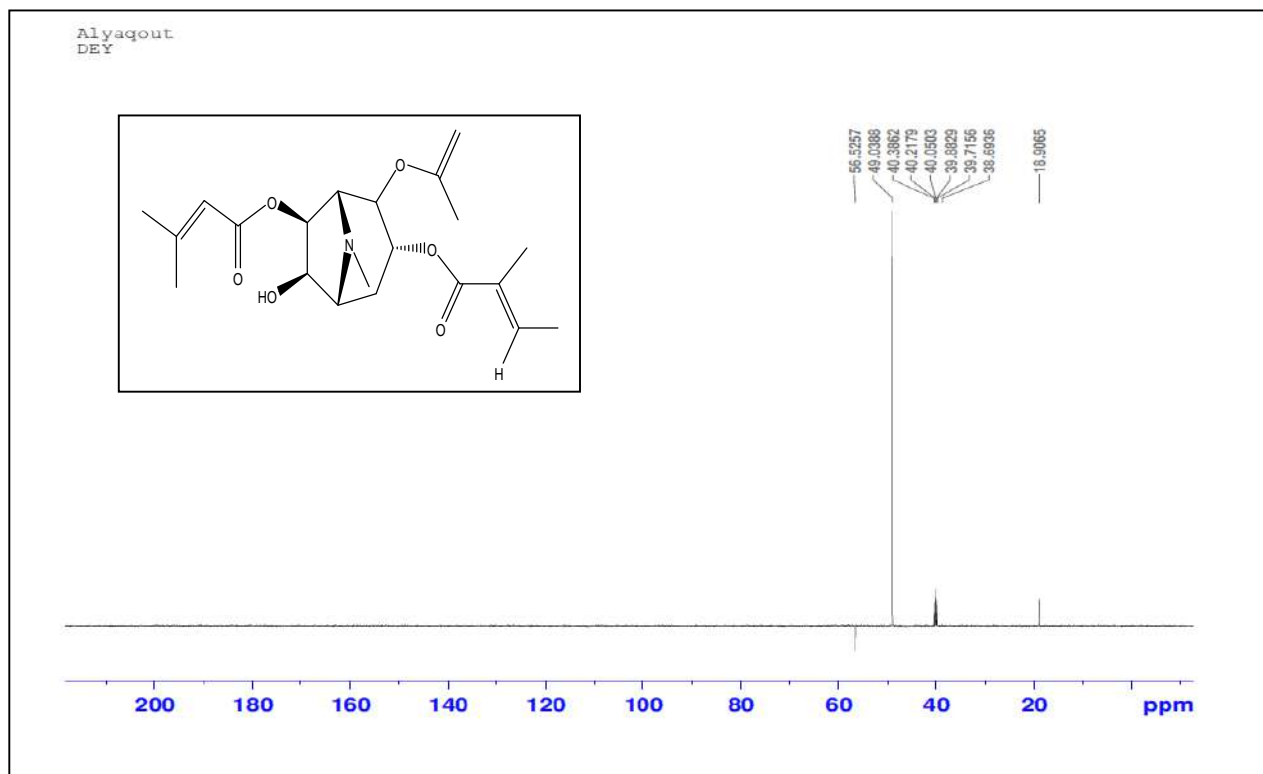
RMN ¹H , RMN ¹³C , DEPT135



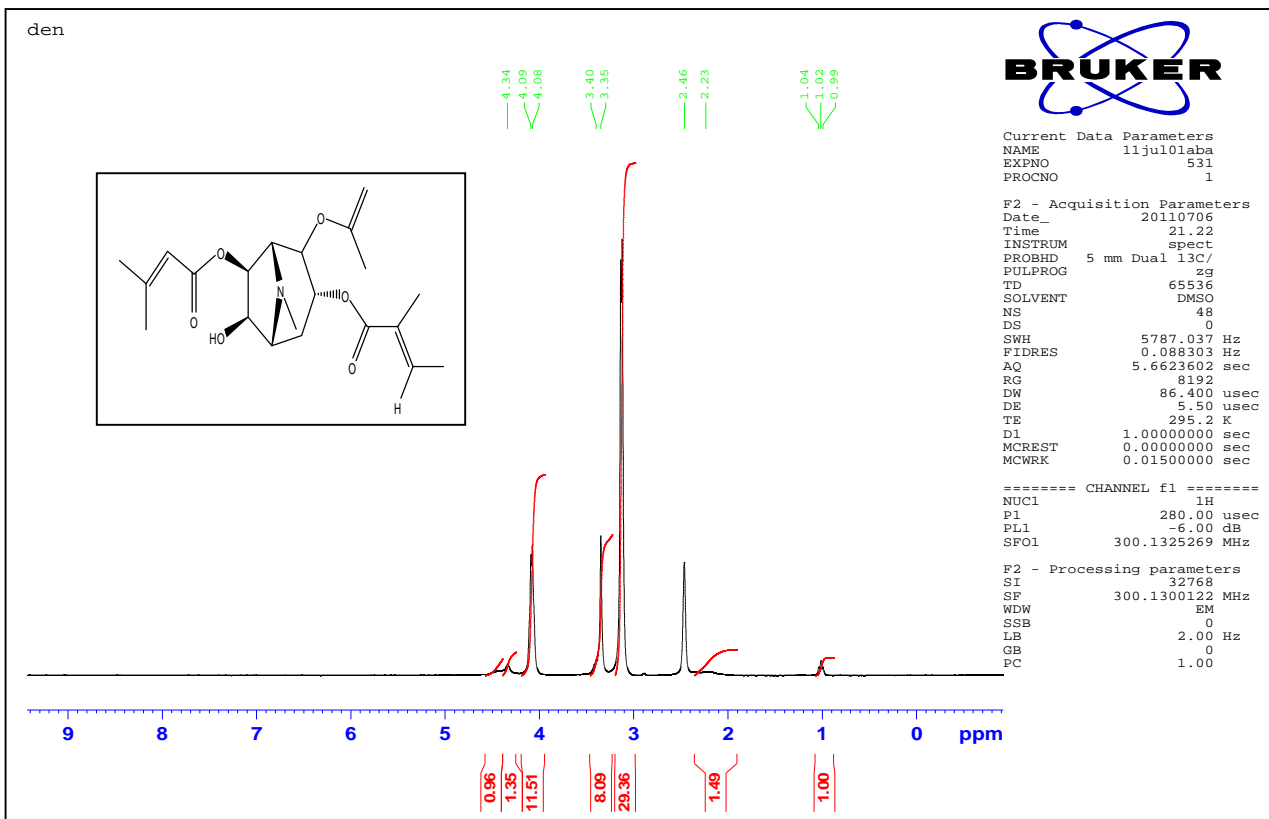
الشكل (9-V) : طيف الرنين النووي المغناطيسي RMN ¹H (DEY)



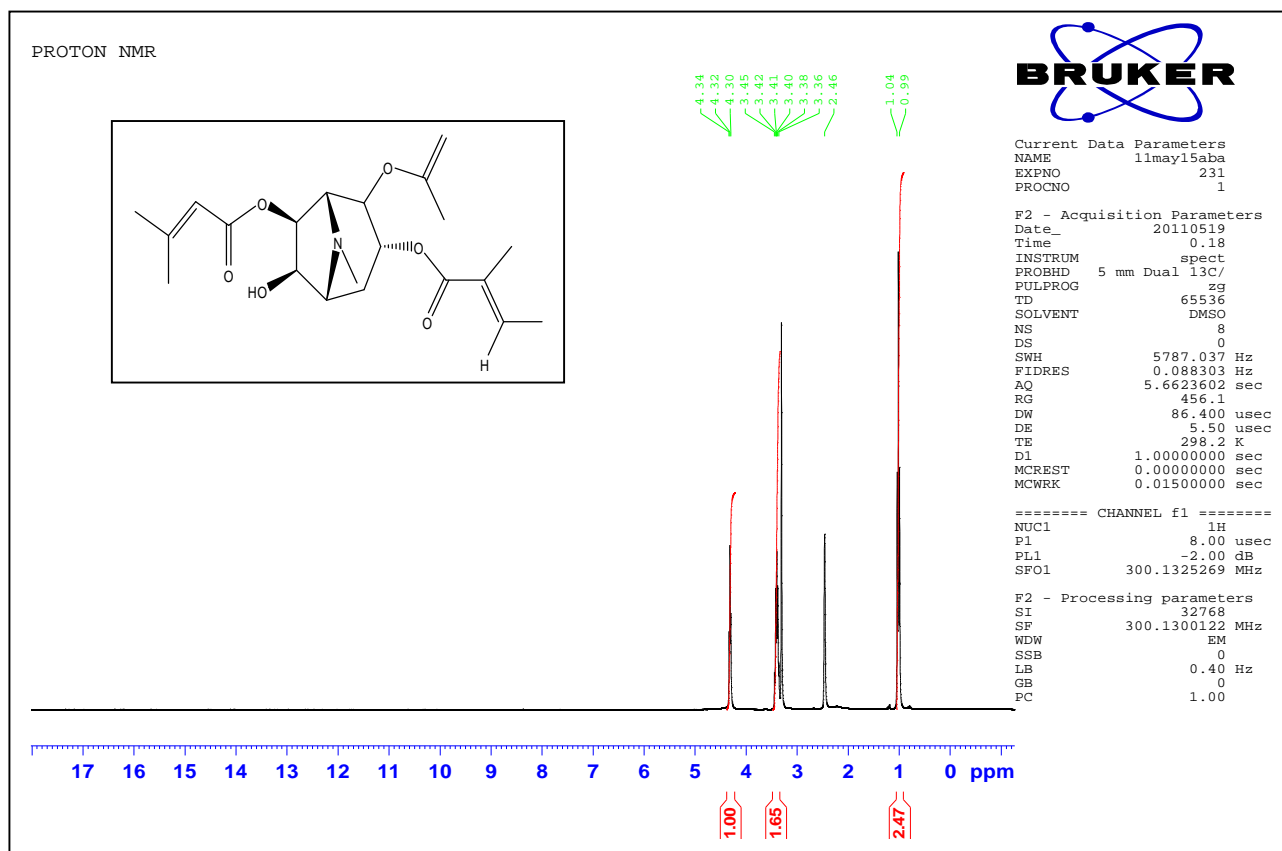
الشكل (10-V) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^{13}C RMN (DEY)



الشكل (11-V) : طيف الرنين النووي المغناطيسي DEPT135 (DEY)



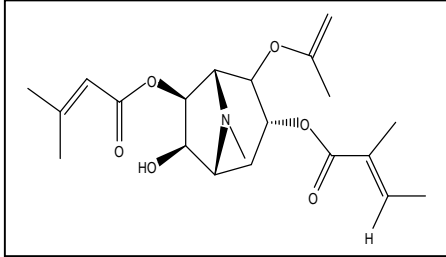
الشكل (12-V) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^1H RMN (DEN)



الشكل (13-V) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^1H RMN (DN)

13C NMR

56.82
40.82
40.54
40.26
39.99
39.71
39.43
39.15
19.03



Current Data Parameters
NAME 11may15aba
EXPNO 232
PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
Date_ 20110519
Time 0.35
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm Dual 13C/
PULPROG zgdc
TD 32768
SOLVENT Acetic
NS 678
DS 4
SWH 23640.662 Hz
FIDRES 0.721456 Hz
AQ 0.6930932 sec
RG 12288
DW 21.150 usec
DE 5.50 usec
TE 298.2 K
D1 3.00000000 sec
d11 0.03000000 sec
MCREST 0.00000000 sec
MCWRK 0.01500000 sec

==== CHANNEL f1 =====
NUC1 13C
P1 11.00 usec
PL1 -2.00 dB
SFO1 75.4784171 MHz

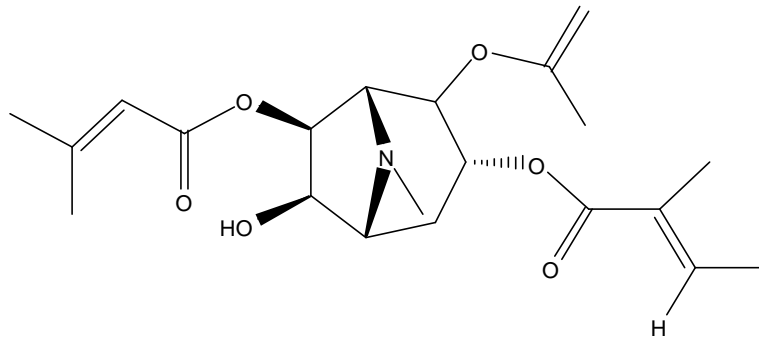
==== CHANNEL f2 =====
CPDPRG2 waltz16
NUC2 1H
PCPD2 100.00 usec
PL2 120.00 dB
PL12 17.00 dB
SFO2 300.1325260 MHz

F2 - Processing parameters
SI 65536
SF 75.4677463 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 1.00 Hz
GB 0
PC 1.00

280 260 240 220 200 180 160 140 120 100 80 60 40 20 ppm

الشكل (14-V) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ^{13}C RMN (DN)

الصيغة المقترحة :



(1R,3R,5S,6S,7R)-7-hydroxy-8-methyl-3-((E)-2-methylbut-2-enyloxy)-4-(prop-1-en-2-yloxy)-8-azabicyclo[3.2.1]octan-6-yl 3-methylbut-2-enoate

Chemical Formula: $\text{C}_{21}\text{H}_{31}\text{NO}_6$

Exact Mass: 393,22

VI-1-2- المستخلص الثاني :

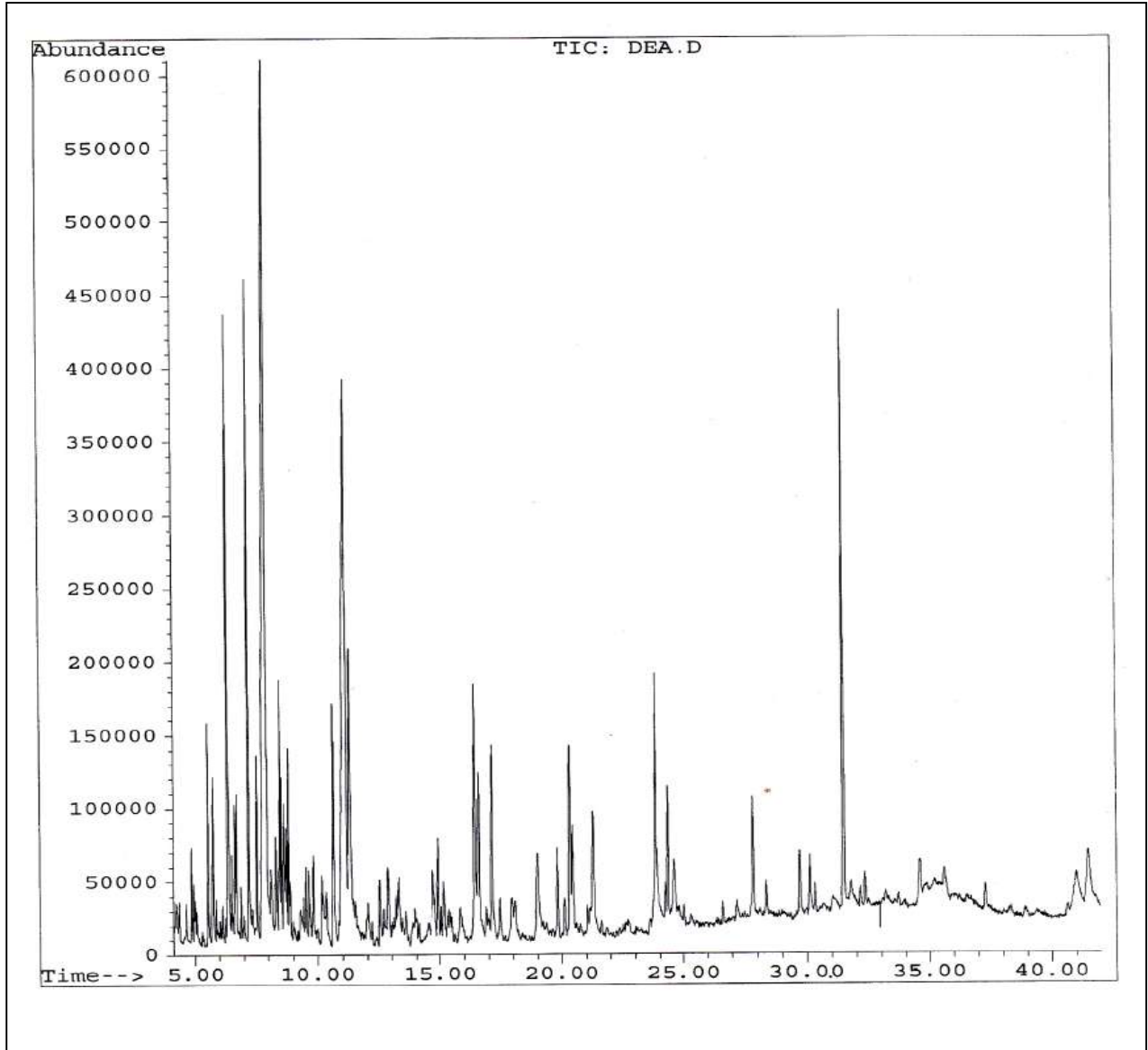
تم تحليل مستخلص ثنائي كلوروميثان لازهار وأوراق نبات العنّدة على جهاز كروماتوغرافيا الطور الغازي مرفقة بجهاز الكتلة (MS) فتحصلنا على الكروماتوغرام المبين في الأشكال باستعمال الشروط التالية :

نوع الجهاز : HP 5890 Series II

العمود الكروماتوغرافي : (0,32 diameter ,30M) Colonne HP5-MS:

نوع الكاشف : Mass HP 5972

درجة حرار الحقن : 280°C

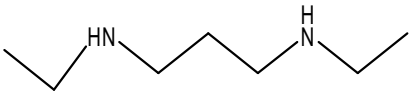
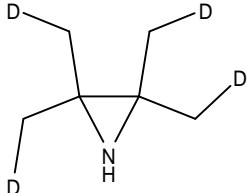
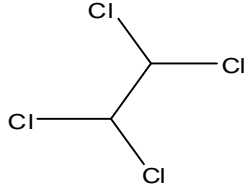
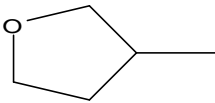
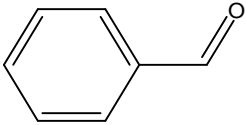
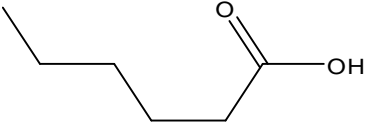
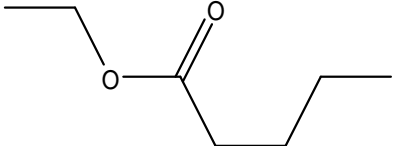
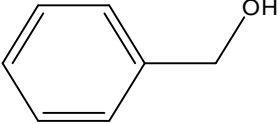
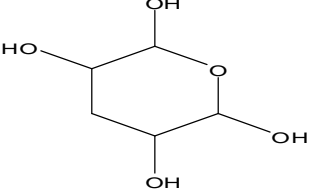
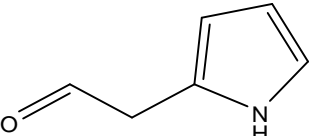
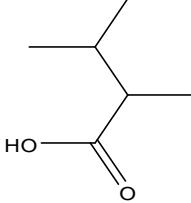
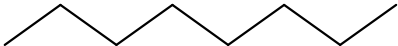
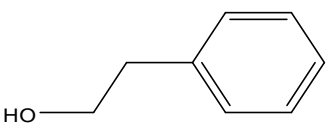
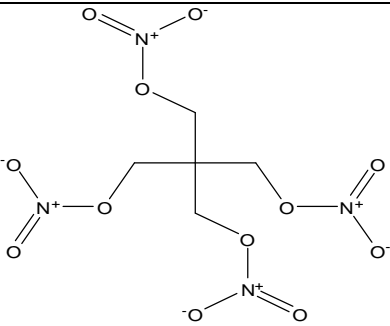
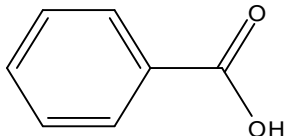
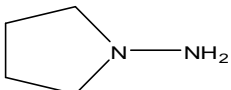
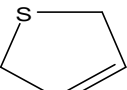
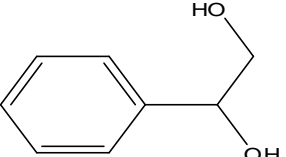


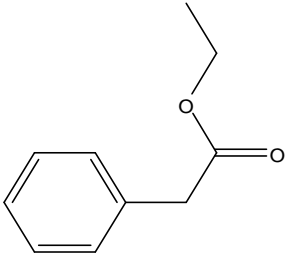
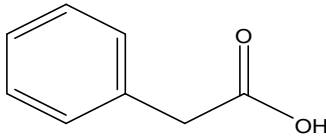
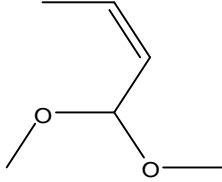
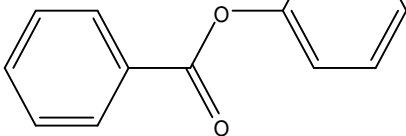
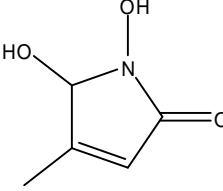
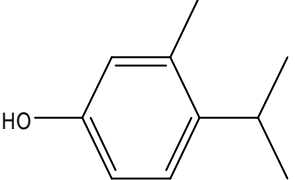
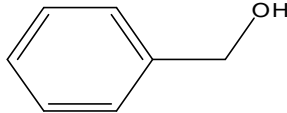
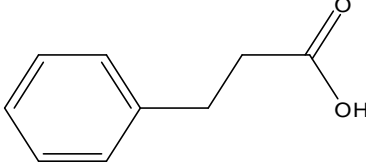
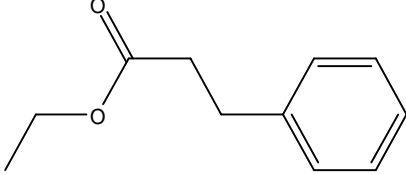
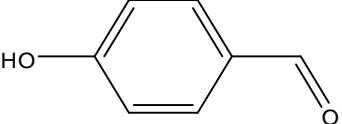
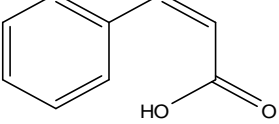
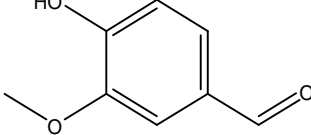
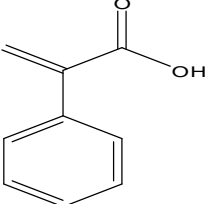
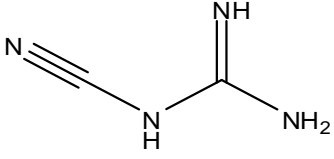
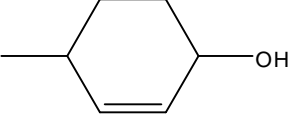
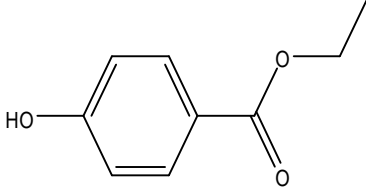
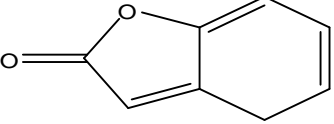
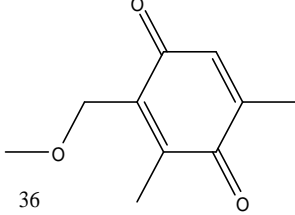
الشكل (V-15) : كروماتوغرام (GC-MS) لمستخلص ثنائي كلوروميثان لأزهار العنّدة

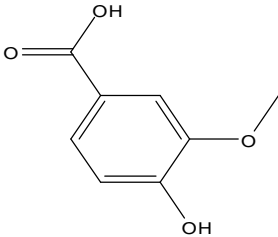
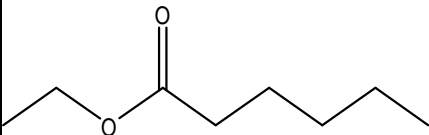
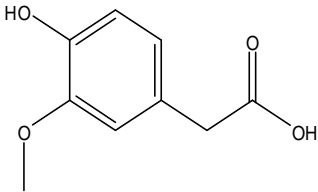
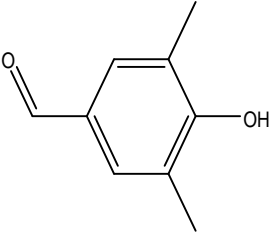
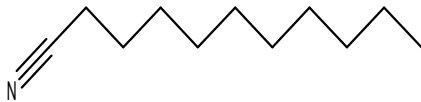
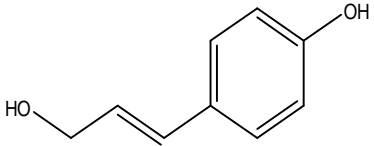
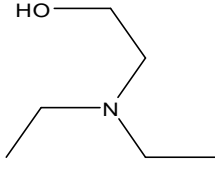
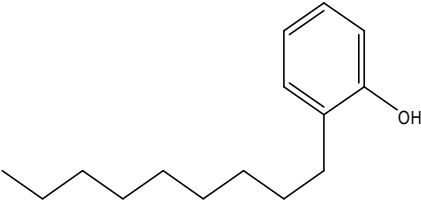
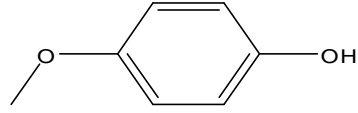
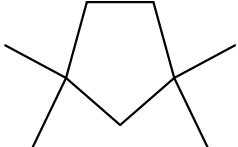
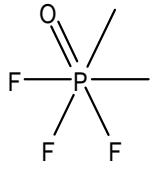
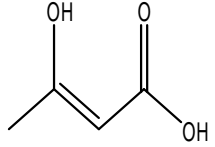
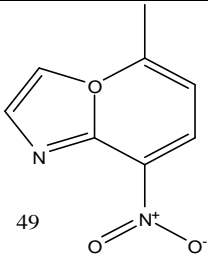
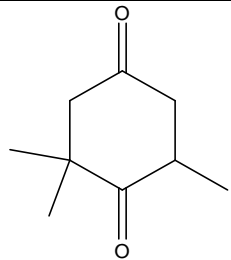
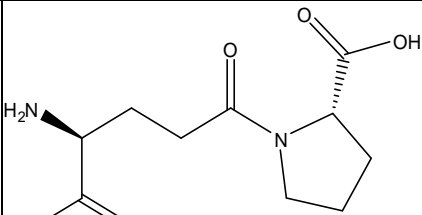
الجدول رقم (1-V): المركبات المتحصل عليها من مستخلص ثنائي كلوروميثان إزهار العنودة

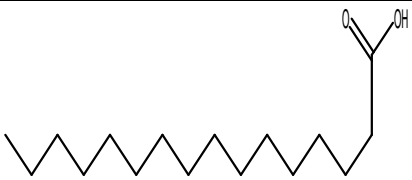
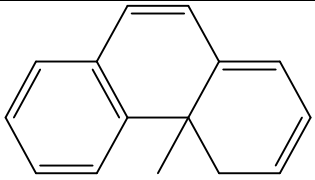


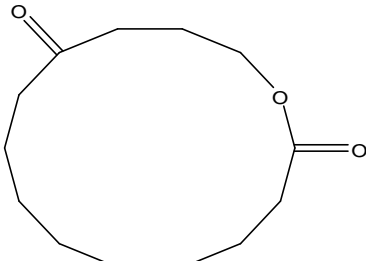
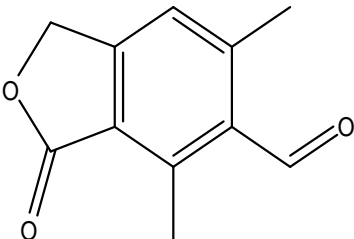


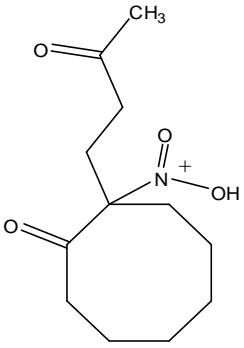
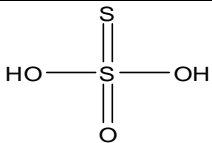
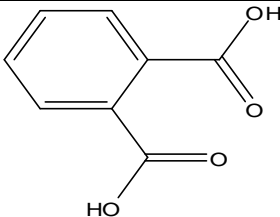

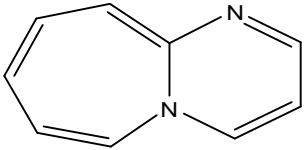
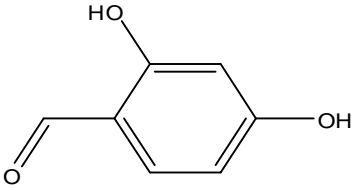
Ratio %	Area%	T _R	المركب	الرقم
1.723	0.291	4.64	N ¹ ,N ³ -diethylpropane-1,3-diamine	1
2.725	0.460	4.87	2,2, 3, 3-Tetramethyl-1-D1-Aziridine	2
1.192	0.201	4.95	Ethane ,1,1, 2,2-Tetrachloro-	3
1.062	0.179	5.00	Furan, Tetrahydro-3-methyl	4
6.706	1.132	5.53	Benzaldehyde	5
7.978	1.346	5.75	Hexanoic acid	6
1.671	0.282	5.87	Pentanoic acid, ethyl ester	7
21.782	3.675	6.34	Benzenemethanol	8
3.102	0.523	6.50	Gamma-D2- Tetrahydropyran	9
4.413	0.745	6.65	Ethanone ,1- (1H-pyrrol-2-yl)	10
4.381	0.739	6.71	Butanoic acid, 3-methyl, 2-methyl	11
1.953	0.330	6.90	Octane	12
21.603	3.645	7.21	Benzeneethanol	13
6.538	1.103	7.55	Pentaerythritol, tetranitrate	14
100.000	16.874	7.94	Benzoic acid	15
5.440	0.918	8.12	1-Amino-Pyrrolidine	16
6.380	1.077	8.32	Thiophene ,2,5-dihydro	17
10.065	1.698	8.48	1, 2-Ethandiol, 1-Phenyl	18
4.604	0.777	8.55	Benzeneacetic acid, ethyl ester	19
7.597	1.282	8.65	Benzeneacetic acid	20
4.202	0.709	8.76	2-Butene, 1, 1-di methoxy	21
6.104	1.030	8.83	Benzoic acid, phenyl ester	22
2.718	0.459	8.89	2H -Pyrrol-2-one, 1, 5-dihydro-1- methyl	23
1.859	0.314	9.43	Phenol , 5- methyl -2-(1-methylethyl)	24
3.682	0.621	9.54	Benzenemethanol	25
4.142	0.699	9.66	Benzenepropanoic acid	26
4.308	0.727	9.84	Ethyl , 3-Phenylpropionate	27
5.054	0.853	10.18	Benzaldehyde, 4-hydroxy	28
3.339	0.563	10.35	(Z) - 3-Phenyl-2- Propenoic acid	29
12.116	2.044	10.64	Benzaldehyde, 4-hydroxy- 3-methoxy	30
67.876	11.453	11.15	2- Propenoic acid , 3- phenyl	31
25.732	4.342	11.31	Guanidine, cyano	32
4.311	0.727	12.04	4-Methylcyclohexa- 2-EN -1-OL	33

4.037	0.681	12.51	Benzoic acid, 4-hydroxy, ethyl ester	34
6.551	1.105	12.86	2(4H) -Benzofuranone	35
2.318	0.391	13.17	2,6-Dimethyl-3-(methoxymethyl)-p-benzoquinone	36
6.353	1.072	13.29	Benzoic acid, 4-hydroxy- 3-methoxy	37
1.900	0.321	14.64	Hexanoic acid, ethyl ester	38
4.402	0.743	14.72	Benzeneacetic acid, 4-hydroxy- 3-methoxy	39
6.153	1.038	14.95	Benzaldehyde, 4-hydroxy-3,5-dimethyl	40
4.208	0.710	15.19	Undecanenitrile	41
18.148	3.062	16.44	phenol, 4-(3-hydroxy-1- Propenyl) - 2	42
14.089	2.377	16.62	Ethanol , 2-(diethylamino)- , hydroc	43
13.115	2.213	17.14	Nonylphenol	44
3.134	0.529	17.47	Phenol, 4- methoxy	45
4.311	0.727	17.96	Cyclopentane ,1,1,3,3-tetramethyl	46
3.590	0.606	18.09	Phosphine oxide , dimethyl (trifluor)	47
10.329	1.743	19.00	2-Propenoic acid, 3-(4- hydroxy- 3-methyl)	48
5.348	0.902	19.83	5-methyl-8-nitro-imidazo(1,2-A)pyrane	49
2.275	0.384	20.12	1,4-Cyclohexanedione , 2, 2, 6-trimethyl	50
11.820	1.995	20.35	N-(gamma,-L-Glutamyl)-L-proline	51
5.699	0.962	20.46	Hexadecanoic acid	52
9.961	1.681	21.29	4a-Methyl-4,4a-dihydrophenanthren	53
19.163	3.233	23.84	9- Hexadecenoic acid	54
1.690	0.285	24.23	1-Hexadecanol	55
5.487	0.926	24.34	Oxacyclotetradecane-2,11-dione	56
4.552	0.768	24.59	6-Formyl-5,7-dimethylphthalide	57
6.931	1.169	27.85	9- Octadecenamide	58
2.023	0.341	28.38	Heneicosane	59
4.717	0.796	29.74	2- Nitro-2-(3-oxobutyl)cyclooctanon	60
3.753	0.633	30.13	Thiosulfuric acid	61
30.295	5.112	31.48	1,2-Benzenedicarboxylic acid, diis	62
2.585	0.436	34.58	Heneicosane	63
0.230	0.039	40.97	Pyrimido[1,2-a]azepine	64
7.115	1.201	41.47	Benzaldehyde, 2, 4-dihydroxy	65

 <p>1 <i>N</i>¹,<i>N</i>³-diethylpropane-1,3-diamine</p>	 <p>2 2,2,3,3-Tetramethyl-1-D1-Aziridine</p>	 <p>3 Ethane ,1,1, 2,2-Tetrachloro-</p>
 <p>4 Furan, Tetrahydro-3-methyl</p>	 <p>5 Benzaldehyde</p>	 <p>6 Hexanoic acid</p>
 <p>7 Pentanoic acid, ethyl ester</p>	 <p>8 Benzenemethanol</p>	 <p>9 Gamma-D2- Tetrahydropyran</p>
 <p>10 Ethanone ,1- (1H-pyrrol-2-yl)</p>	 <p>11 Butanoic acid, 3-methyl, 2-methyl</p>	 <p>12 Octane</p>
 <p>13 Benzeneethanol</p>	 <p>14 Pentaerythritol, tetranitrate</p>	 <p>15 Benzoic acid</p>
 <p>16 1-Amino-Pyrrolidine</p>	 <p>17 Thiophene ,2,5-dihydro</p>	 <p>18 1, 2-Ethenediol, 1-Phenyl</p>

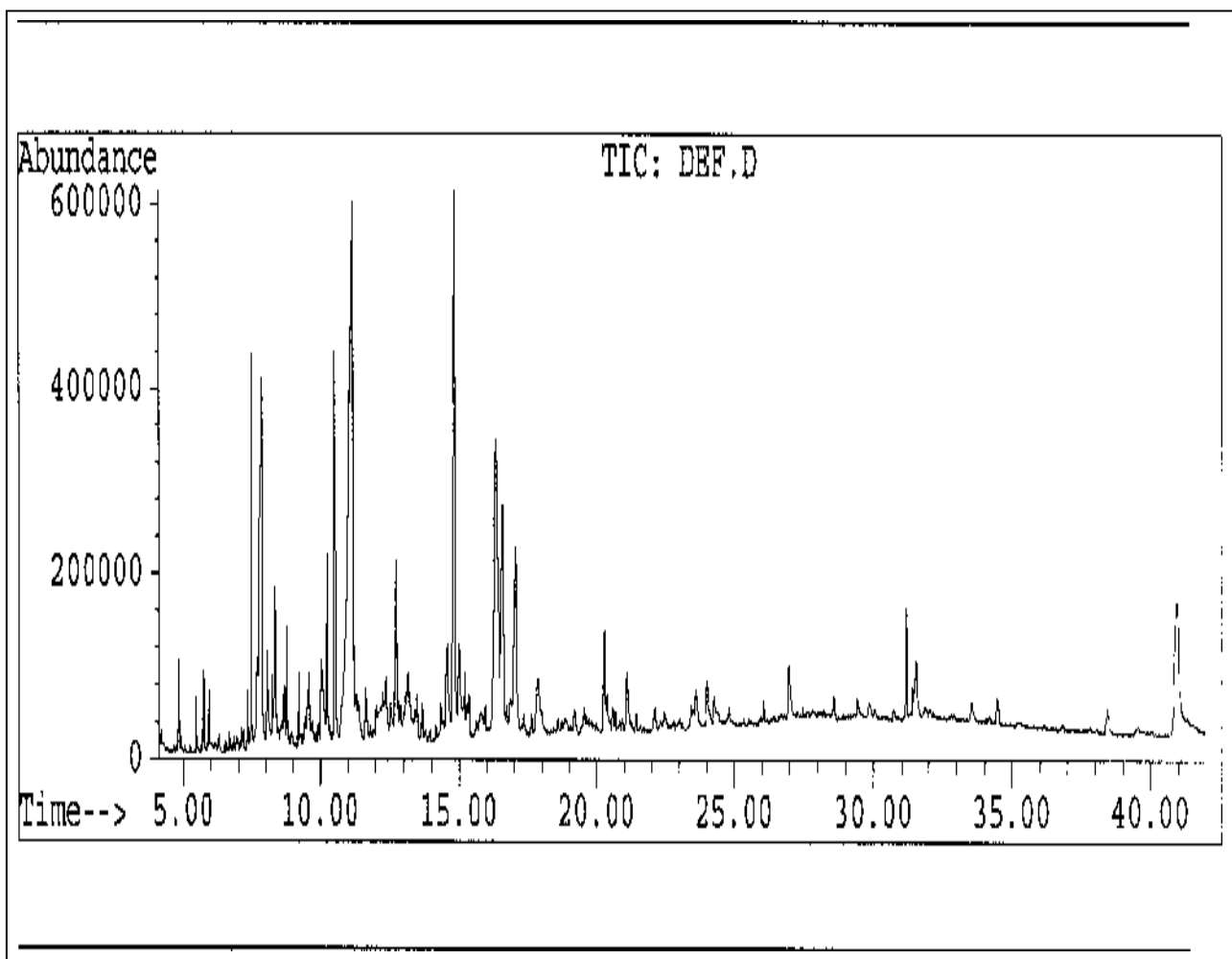
 <p>19 Benzeneacetic acid, ethyl ester</p>	 <p>20 Benzeneacetic acid</p>	 <p>21 2-Butene, 1,1-di methoxy</p>
 <p>22 Benzoic acid, phenyl ester</p>	 <p>23 2H-Pyrrol-2-one, 1,5-dihydro-1-methyl</p>	 <p>24 Phenol, 5-methyl-2-(1-methylethyl)</p>
 <p>25 Benzenemethanol</p>	 <p>26 Benzenepropanoic acid</p>	 <p>27 Ethyl, 3-Phenylpropionate</p>
 <p>28 Benzaldehyde, 4-hydroxy</p>	 <p>29 (Z)-3-Phenyl-2-Propenoic acid</p>	 <p>30 Benzaldehyde, 4-hydroxy-3-methoxy</p>
 <p>31 2-Propenoic acid, 3-phenyl</p>	 <p>32 Guanidine, cyano</p>	 <p>33 4-Methylcyclohexa-2-EN-1-OL</p>
 <p>34 Benzoic acid, 4-hydroxy, ethyl ester</p>	 <p>35 2(4H)-Benzofuranone</p>	 <p>36 2,6-Dimethyl-3-(methoxymethyl)-benzoquinone</p>

 <p>37 Benzoic acid, 4-hydroxy-3-methoxy</p>	 <p>38 Hexanoic acid, ethyl ester</p>	 <p>39 Benzeneacetic acid, 4-hydroxy-3-methoxy</p>
 <p>40 Benzaldehyde, 4-hydroxy-3,5-dimethyl</p>	 <p>41 Undecanenitrile</p>	 <p>42 phenol, 4-(3-hydroxy-1-Propenyl)</p>
 <p>43 Ethanol, 2-(diethylamino)-</p>	 <p>44 Nonylphenol</p>	 <p>45 Phenol, 4-methoxy</p>
 <p>46 Cyclopentane, 1,1,3,3-tetramethyl</p>	 <p>47 Phosphine oxide, dimethyl (trifluor)</p>	 <p>48 2-Propenoic acid, 3-(4-hydroxy-3-methyl)</p>
 <p>49 5-methyl-8-nitro-imidazo(1,2-A)pyrane</p>	 <p>50 1,4-Cyclohexanedione, 2,2,6-trimethyl</p>	 <p>51 N-(gamma-L-Glutamyl)-L-proline</p>

 <p>52 Hexadecanoic acid</p>	 <p>53 4a-Methyl-4,4a-dihydrophenanthren</p>	 <p>54 9-Hexadecenoic acid</p>
 <p>55 1-Hexadecanol</p>	 <p>56 Oxacyclotetradecane-2,11-dione</p>	 <p>57 6-Formyl-5,7-dimethylphthalide</p>
 <p>58 9-Octadecenamide</p>	 <p>59 Heneicosane</p>	 <p>60 2-Nitro-2-(3-oxobutyl)cyclooctanone</p>
 <p>61 Thiosulfuric acid</p>	 <p>62 1,2-Benzenedicarboxylic acid</p>	 <p>63 Heneicosane</p>
 <p>64 Pyrimido[1,2-a]azepine</p>	 <p>65 Benzaldehyde, 2,4-dihydroxy</p>	

الشكل (16-V): الصيغ الكيميائية للمركبات المفصولة من مستخلص ثنائي كلوروميثان أزهار

العنقدة



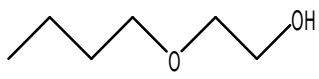
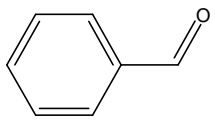
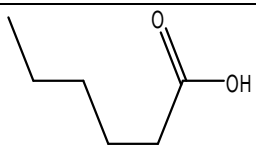
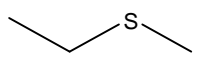
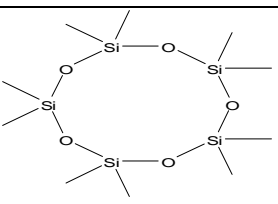
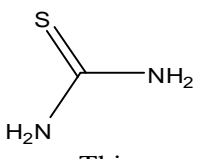
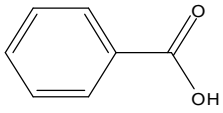
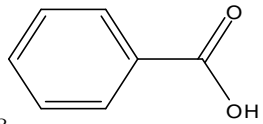
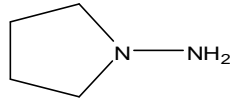
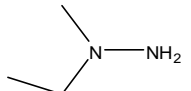
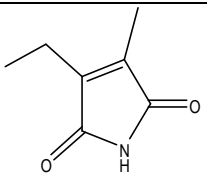
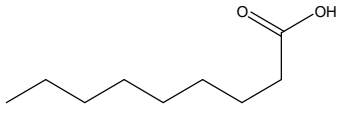
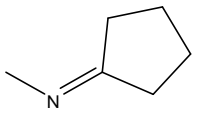
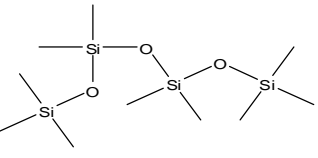
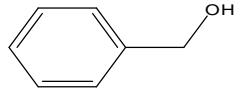
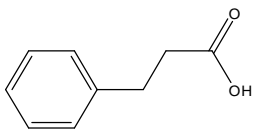
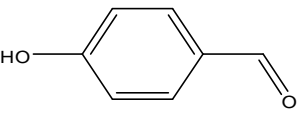
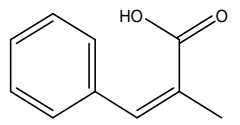
الشكل (17-V) : كروماتوغرام (GC-MS) لمستخلص ثنائي كلوروميثان لأوراق العنقدة

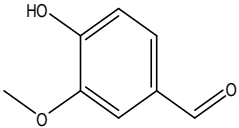
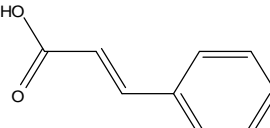
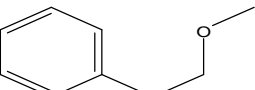
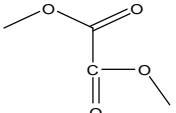
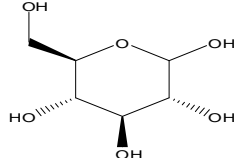
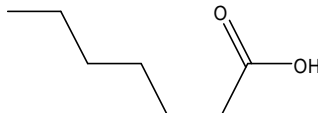
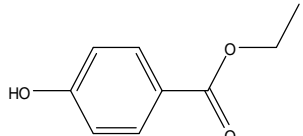
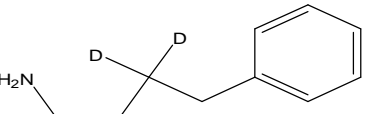
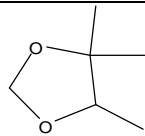
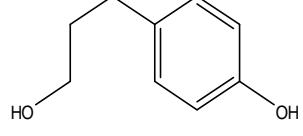
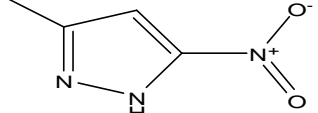
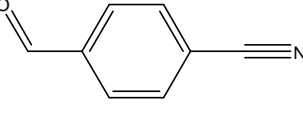
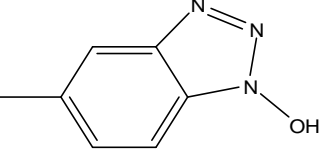
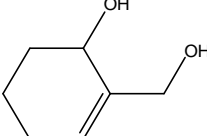
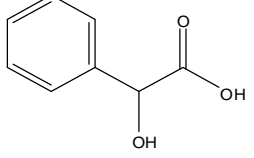
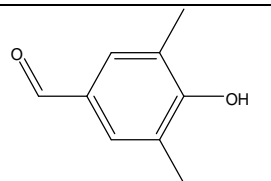
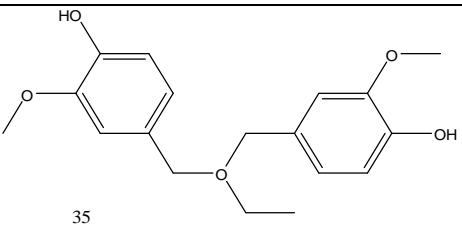
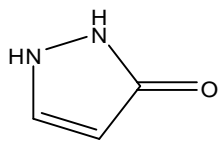
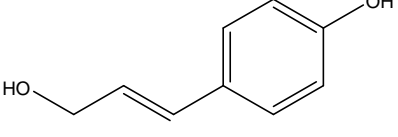
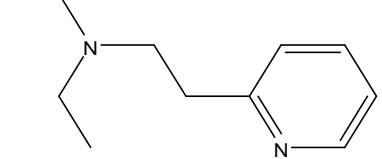
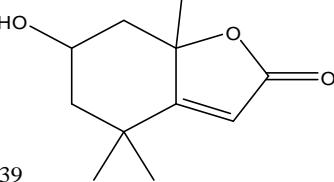
الجدول رقم (2-V): المركبات المتحصل عليها من مستخلص ثنائي كلوروميثان أوراق العنقدة

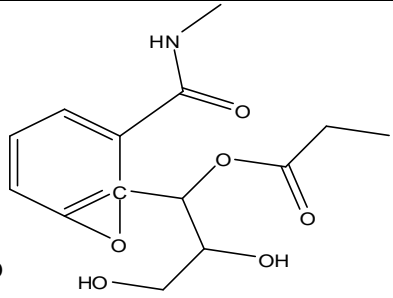
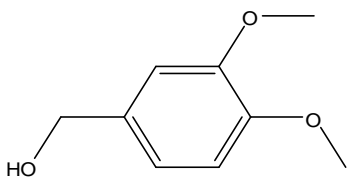
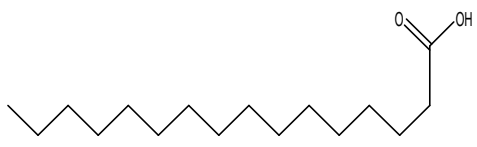
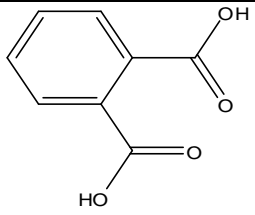
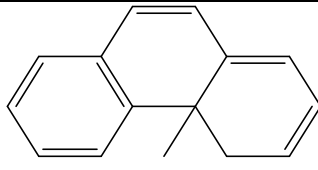
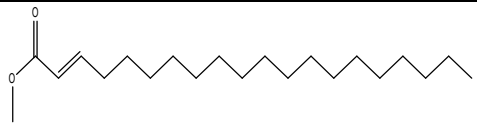

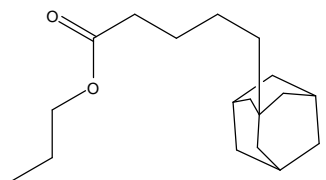
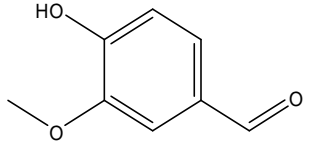
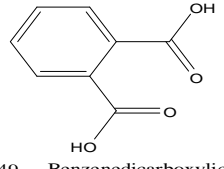
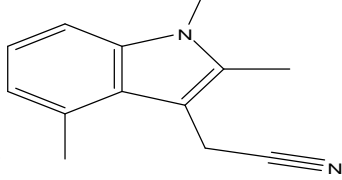
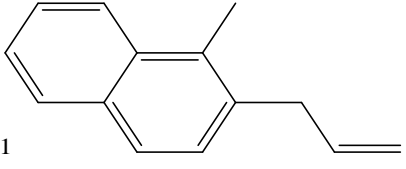
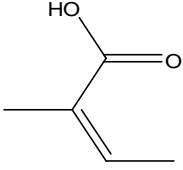
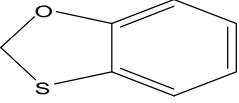
Ratio %	Area%	T _R	المركب	الرقم
2.349	0.427	4.79	Ethanol , 2-Butoxy	1
2.629	0.478	5.44	Benzaldehyde	2
4.991	0.908	5.71	Hexanoic acid	3
4.328	0.787	5.89	Ethane ,(methylthio)	4
1.234	0.225	7.31	Cyclopentasiloxane , decamethyl	5
11.998	2.183	7.45	Thiourea	6
5.044	0.918	7.64	Benzoic acid	7
41.790	7.603	7.83	Benzoic acid	8
8.999	1.637	8.05	1-Amino-Pyrrolidine	9

4.528	0.824	8.24	Thiophene, 2, 5- dihydro	10
7.936	1.444	8.32	1H -Pyrrole-2, 5-dione -3- ethyl-4- methyl	11
3.932	0.715	8.65	Nonanoic acid	12
5.300	0.964	8.76	2H-pyrrol-2-one, 1, 5-dihydro-1-methyl	13
2.416	0.440	9.18	Tetrasiloxane,decamethyl	14
1.701	0.309	9.40	Benzenemethanol	15
6.321	1.150	9.56	Benzenepropanoic acid	16
10.517	1.913	10.02	Benzaldehyde, 4-hydroxy	17
11.918	2.168	10.19	2-Propenoic acid, 3-Phenyl , methyl	18
24.076	4.381	10.49	Benzaldehyde, 4-hydroxy- 3-methoxy	19
100.000	18.194	11.12	2-Propenoic acid, 3-Phenyl	20
4.851	0.883	11.18	Benzene, (2-methoxyethyl)	21
3.923	0.714	11.61	Ethanedioic acid, (trimethyl)	22
2.355	0.429	12.02	1,6-Anhydro-Beta-D-Glucopyranose	23
8.272	1.505	12.23	Heptanoic acid	24
6.437	1.171	12.33	Benzoic acid, 4-hydroxy, ethyl ester	25
3.635	0.661	12.51	3,3-Dideuterio-4-Phenylbutylamine	26
19.027	3.462	12.70	1,3-Dioxolane,4,4,5 -trimethyl	27
4.214	0.767	13.05	Benzenepropanol, 4-hydroxy	28
9.350	1.701	13.12	3-Methyl-5-Nitropyrazole	29
3.449	0.628	13.46	Benzonitrile, 4-formyl	30
1.803	0.328	13.63	1-Hydroxy-5-Methylbenzotriazole	31
1.886	0.343	14.32	Cyclohexene-1-methanol, 5-hydrox	32
7.849	1.428	14.55	Benzeneacetic acid, .alpha.-hydrox	33
38.673	7.036	14.80	Benzaldehyde, 4-hydroxy-3,5-dimethyl	34
6.271	1.141	14.99	Ethyl Vanillylether	35
2.993	0.545	15.17	3H-Pyrazol-3-one, 1,2-dihydro	36
43.315	7.881	16.31	Phenol, 4-(3-hydroxy-1- propenyl)	37
21.481	3.908	16.55	N,N-Diethyl-2-Pyridylethylamine	38
20.157	3.667	17.03	(-)-Loliolide	39
4.744	0.863	17.85	N-Methyl-2-(2-propinyl) oxybenzamid	40
2.456	0.447	19.53	Benzenemethanol, 3,4-dimethoxy	41
6.654	1.211	20.27	Hexadecanoic acid	42
2.865	0.521	20.37	1,2-Benzenedicarboxylic acid, mono	43
3.806	0.693	21.10	4a-Methyl-4,4a-dihydrophenanthren	44
4.182	0.761	23.60	Eicosenoic acid, methyl ester	45
3.728	0.678	24.00	Octadecanoic acid	46
3.040	0.553	24.26	Tricyclo(3,3,1,1(3,7))decane-2-car	47

5.372	0.977	26.97	Benzaldehyde, 4-hydroxy-3-methoxy	48
7.755	1.411	31.17	Benzenedicarboxylic acid	49
2.179	0.396	31.41	1H-Indole-3-acetonitrile, (trimethyl)	50
6.333	1.152	31.53	2-Allyl-1-methylnaphthalene	51
2.101	0.382	34.47	Propenoic acid, dimethyl	52
22.455	4.086	40.95	1,3-Benzoxathiole	53

 1 Ethanol, 2-butoxy	 2 Benzaldehyde	 3 Hexanoic acid
 4 Ethane, (methylthio)-	 5 Cyclopentasiloxane, decamethyl-	 6 Thiourea
 7 Benzoic acid	 8 Benzoic acid	 9 1-Amino-Pyrrolidine
 10 1-AMINO-PYRROLIDINE	 11 3-ethyl-4-methyl-1H-pyrrole-2,5-dione	 12 Nonanoic acid
 13 Methylamine, N-cyclopentylidene	 14 Tetrasiloxane, decamethyl	 15 Benzenemethanol
 16 Benzenepropanoic acid	 17 Benzaldehyde, 4-hydroxy	 18 2-Propenoic acid, 3-phenyl-, methyl

 <p>19 Benzaldehyde, 4-hydroxy-3-methoxy</p>	 <p>20 2-Propenoic acid, 3-phenyl</p>	 <p>21 Benzene, (2-methoxyethyl)-</p>
 <p>22 Ethanedioic acid, (trimethyl)</p>	 <p>23 1,6-Anhydro-Beta-D-Glucopyranose</p>	 <p>24 Heptanoic acid</p>
 <p>25 Benzoic acid, 4-hydroxy-, ethyl ester</p>	 <p>26 3,3-Dideuterio-4-Phenylbutylamine</p>	 <p>27 1,3-Dioxolane, 4,4,5-trimethyl</p>
 <p>28 Benzenepropanol, 4-hydroxy</p>	 <p>29 3-Methyl-5-Nitropyrazole</p>	 <p>30 Benzonitrile, 4-formyl</p>
 <p>31 1-Hydroxy-5-Methylbenzotriazole</p>	 <p>32 Cyclohexene-1-methanol, 5-hydrox</p>	 <p>33 Benzeneacetic acid, .alpha.-hydrox</p>
 <p>34 Benzaldehyde, 4-hydroxy-3,5-dimethyl</p>	 <p>35 Ethyl Vanillylether</p>	 <p>36 3H-Pyrazol-3-one, 1,2-dihydro</p>
 <p>37 Phenol, 4-(3-hydroxy-1-propenyl)</p>	 <p>38 N,N-Diethyl-2-Pyridylethylamine</p>	 <p>39 (-)-Loliolide</p>

<p>40</p>  <p>Methyl-2-(propinyl) oxybenzamid</p>	<p>41</p>  <p>41 Benzenemethanol, 3,4-dimethoxy</p>	<p>42</p>  <p>42 Hexadecanoic acid</p>
<p>43</p>  <p>1,2-Benzenedicarboxylic acid, mono</p>	<p>44</p>  <p>44a-Methyl-4,4a-dihydrophenanthren</p>	<p>45</p>  <p>45 Eicosenoic acid, methyl ester</p>
<p>46</p>  <p>46 Octadecanoic acid</p>	<p>47</p>  <p>47 Tricyclo[3.3.1.1(3,7)]decane-Pentanoic acid, propyl ester</p>	<p>48</p>  <p>48 Benzaldehyde, 4-hydroxy-3-methoxy</p>
<p>49</p>  <p>49 Benzenedicarboxylic acid</p>	<p>50</p>  <p>50 1H-Indole-3-acetonitrile, (trimethyl)</p>	<p>51</p>  <p>51 2-Allyl-1-methylnaphthalene</p>
<p>52</p>  <p>52 Propenoic acid, dimethyl</p>	<p>53</p>  <p>53 1,3-Benzoxathiole</p>	

الشكل (18-V): الصيغ الكيميائية للمركبات المفصولة من مستخلص ثنائي كلوروميثان أوراق العنقدة

VI-1-2- المستخلص الثالث :

تم فحص مستخلص ثنائي كلوروميثان لآزهار نبات العنقدة على جهاز الكروماتوغرافيا السائلة عالية الأداء مرفقة بجهاز الكتلة (MS) والأشعة المرئية (UV) فتحصلنا على الكروماتوغرام المبين في الأشكال باستعمال الشروط التالية :

نوع الجهاز : Agilent Prep - C18 scalar PN 440905 - 902

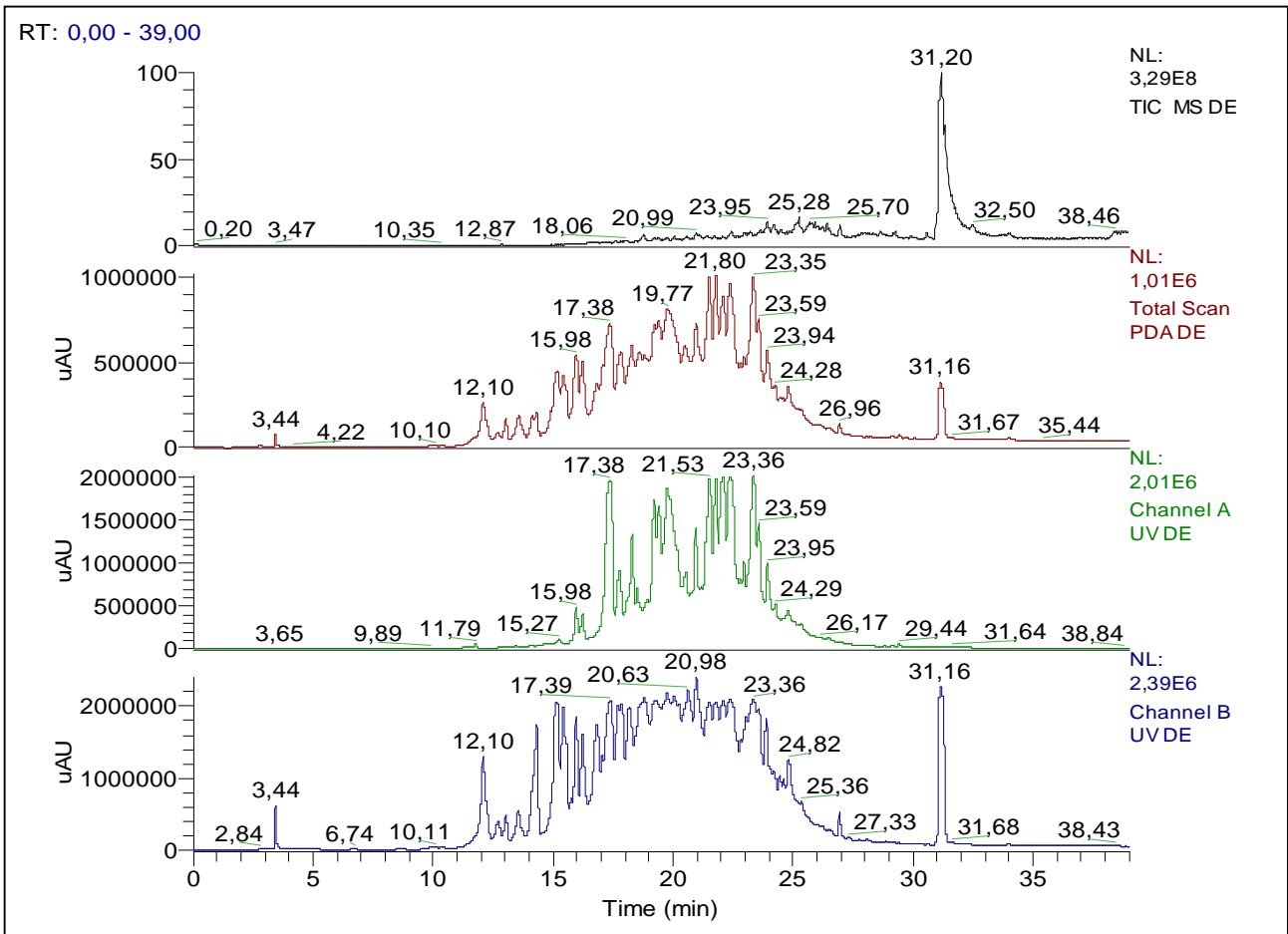
SN : USAWSO1038, LN : PR045203

العمود الكروماتوغرافي : (4,6*250mm,5M) colonne Agilent

الطور الثابت : هلام السيليكا مستبدل (C-18)

الطور المتحرك : ماء/ميثانول/حمض الخل (eau/méthanol/acide acétique)

حجم الحقن : 10µl



الشكل (V-19): كروماتوغرام (HPLC-MS-UV) لمستخلص ثنائي كلوروميثان لآزهار

العنقدة

VI-1-2- المستخلص الرابع :

تم فحص مستخلص القلويدات اوراق نبات العنقدة على جهاز الكروماتوغرافيا السائلة عالية الأداء مرفقة بجهاز الكتلة (MS) والأشعة المرئية (UV) فتحصلنا على الكروماتوغرام المبين في الأشكال باستعمال الشروط التالية :

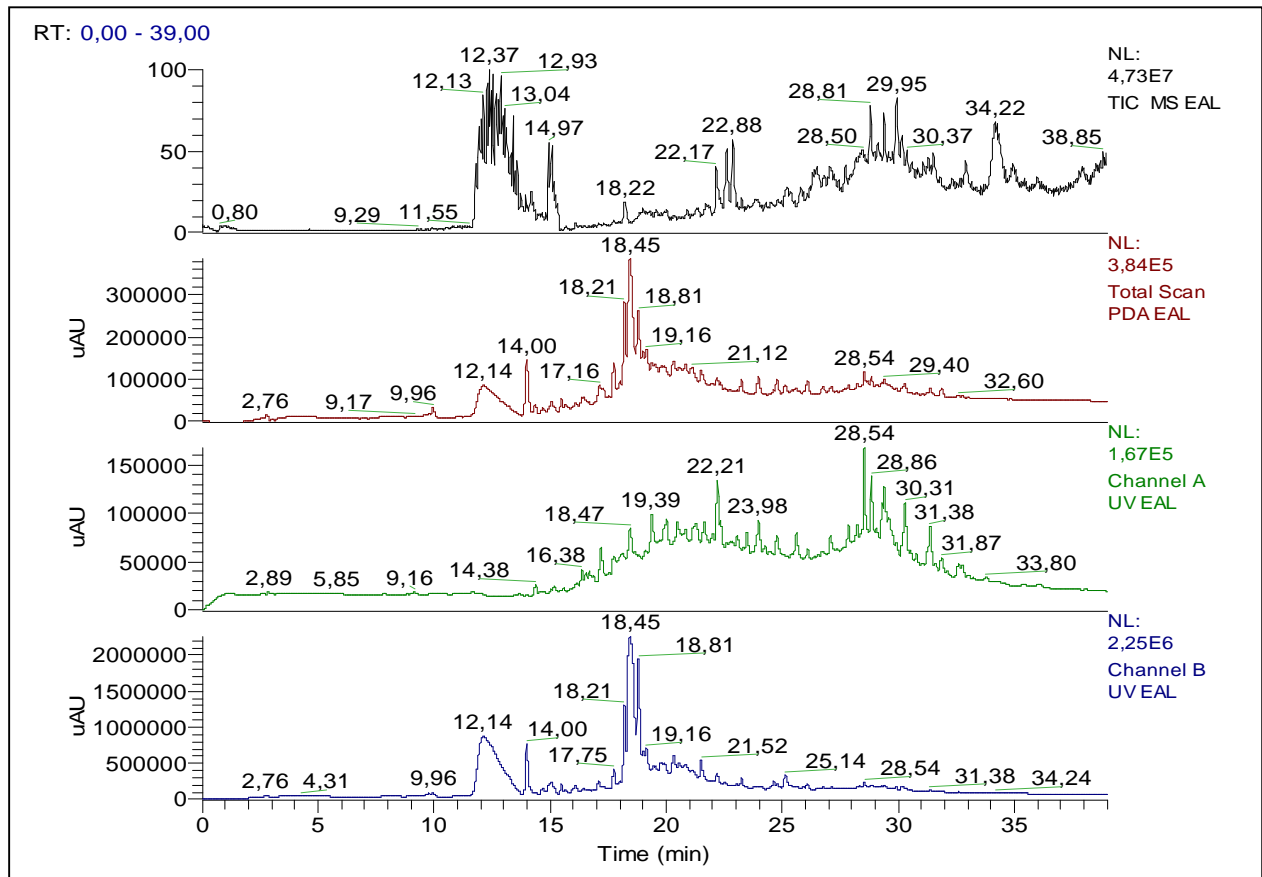
نوع الجهاز : Agilent Prep - C18 scalar PN 440905 - 902

SN : USAWSO1038, LN : PR045203

العمود الكروماتوغرافي : (4,6*250mm,5M) colonne Agilent

الطور الثابت : هلام السيليكا مستبدل (C-18)

الطور المتحرك : ماء/ميثانول/حمض الخل (eau/méthanol/acide acétique)



الشكل (20-V) : كروماتوغرام (HPLC-MS-UV) لمستخلص قلويدات اوراق العنقدة

VI-2- الدراسة الكيميائية لنبات السدر:

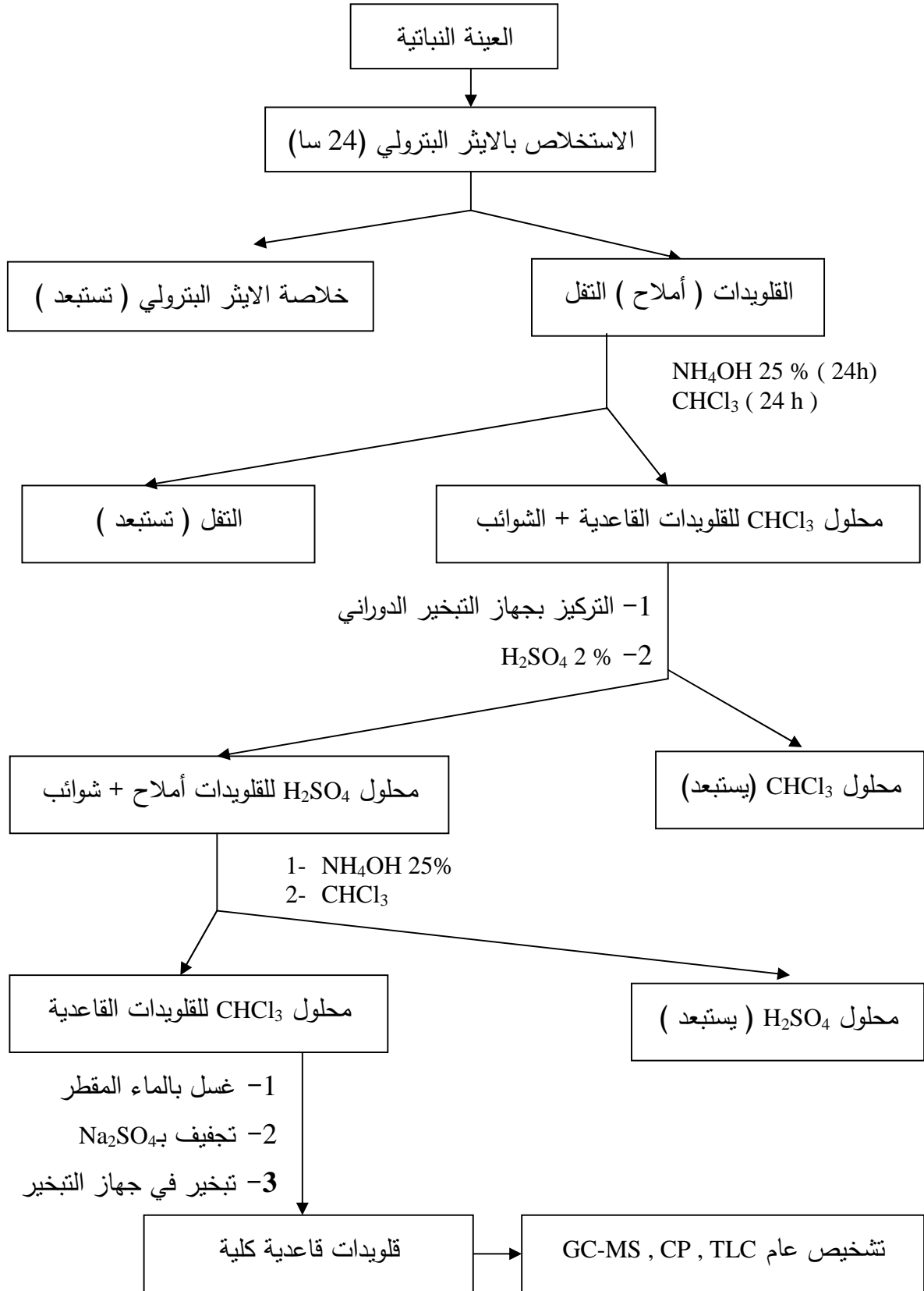
VI-2-1- المستخلص الاول :

1- المادة النباتية :

تم جمع مختلف الأجزاء لشجرة السدر من مدينة ورقلة في شهر سبتمبر إلى ديسمبر وفصل كل عضوا لوحده الأوراق والازهار والثمار والاعصان والجذع والجذور ثم التجفيف في الظل (معرضة للهواء) مع التقليب حتى لا تتعفن ثم السحق ثم عملية الحفظ.

2- الاستخلاص :

نأخذ 100g من كل عضو (اوراق وازهار وجذور والجذع والثمار والاعصان) وتتقع في الايتر البترولي لمدة 24 ساعة ثم ترشح وبعدها يضاف لها النشادر لمدة 24 ساعة تم يضاف لها الكلوروفورم ثم ترج جيدا من حين إلى آخر وتترك لمدة 24 ساعة بعدها نسحب الطور العضوي الذي يحتوي على القلويدات الخام بعدها ننقي هذا المستخلص بتمريره إلى الطور المائي حمضي تم استخلاصه مرة أخرى بالكلوروفورم وبعدها غسله بالماء وتجفيفه وبعدها التبخير في جهاز التبخير الدوراني والحفظ في قليل من خليط كلوروفورم وميثانول أو ايثانول، يمثل الشكل (V-21) مختلف خطوات الاستخلاص.



الشكل (21-V) : مراحل الإستخلاص القلويدات

VI-3-3-1- كروماتوغرافيا الغاز - مطيافية الكتلة (GC-MS) :

تم فحص مستخلص القلويدات لنبات السدر لمختلف الاعضاء على جهاز الكروماتوغرافيا الغازية مرفقة بجهاز الكتلة (MS) فتحصلنا على المركبات باستعمال الشروط التالية :

نوع الجهاز الكروماتوغرافي : (GC-MS THERMOPHEST (TRAC))

نوع العمود الكروماتوغرافي : (5% Phenyl , 95% méthyl HP5 , Polysilokane)

الغاز الناقل : الهيليوم

تقنية الحقن : سبلاي

درجة حرارة عند الحقن : 250 C°

برنامج الحرارة : - 80 C° لمدة 5 ثواني

- 80 C° الى 295 C° بزيادة 3 C° في كل ثانية

- 295 C° لمدة 5 ثواني

معدل التدفق : 1,5 ml/s

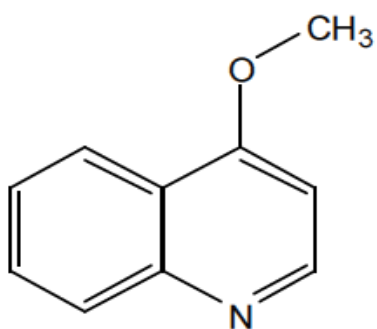
الكمية المحقونة : 0,2 µL

نوع الكاشف : مطيافية الكتلة

كمون التاين : 70 ev

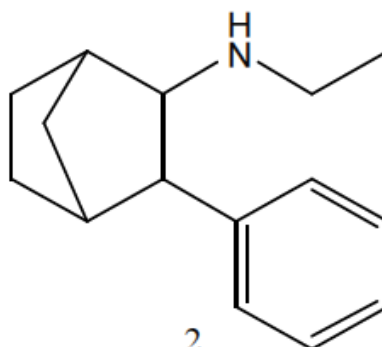
الجدول رقم (3-V): القلويدات المتحصل عليها من نبات السدر

الرقم	المركب	العضو	[M ⁺](%) (100.0)	m/z
1	4-Methoxyquinoline	الزهور	159.07	159, 160,
2	N-ethyl-3-phenylbicyclo[2.2.1]heptan-2-amine	الجنذور	215.17	215, 216,
3	(Z)-4-((3,4-dihydro-2H-pyran-2-ylidene)methyl)morpholine	الجنذور	181.11	181, 182,
4	2,3,5-Trimethylpyrazine	الجزء الهوائي	122.08	122, 123,
5	2-Fluoro-3-(1-hydroxy-2-(methylamino)ethyl)phenol	الزهور	185.09	167, 119,
6	3-Fluoro-4-(1-hydroxy-2-(isopropylamino)ethyl)benzene-1,2-diol	الجنذور والزهور	229.11	215, 72, 32, 28
7	1,4-Diphenyl-1,2-dihydrophthalazine	الثمار	284.13	284, 208,
8	Methyl 3-propionamidobenzoate	الثمار	207.09	207, 208,
9	9-Amino-1-methyl-1H-purine-2,6(8H,9H)-dione	الاوراق	181.06	181, 182,
10	(2-(4-Amino-2-methylphenyl)-7-methyl-1H-indol-3-yl)(4-chlorophenyl)methanone	الزهور	374.12	374, 376,



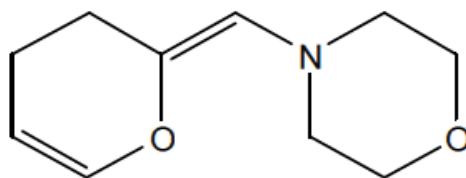
1

4-methoxyquinoline
 Chemical Formula: C₁₀H₉NO
 Exact Mass: 159,07



2

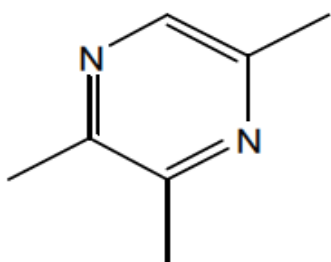
N-ethyl-3-phenylbicyclo[2.2.1]heptan-2-amine
 Chemical Formula: C₁₅H₂₁N
 Exact Mass: 215,17



3

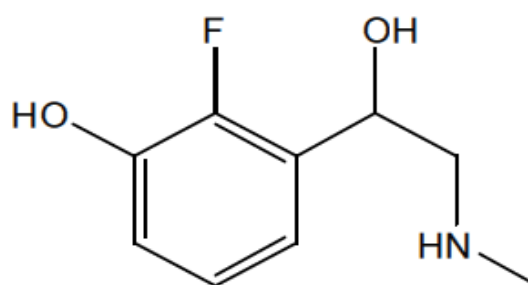
(*Z*)-4-((3,4-dihydro-2*H*-pyran-2-ylidene)methyl)
 morpholine

Chemical Formula: C₁₀H₁₅NO₂
 Exact Mass: 181,11



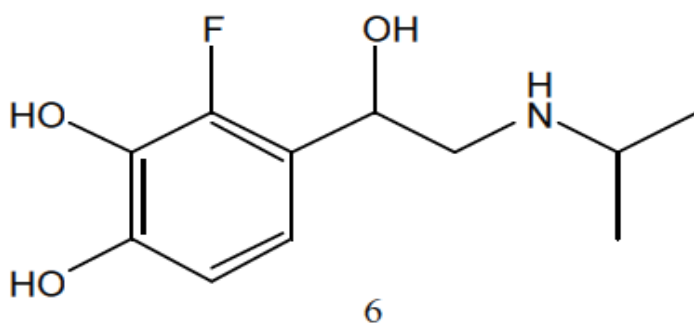
4

2,3,5-trimethylpyrazine
 Chemical Formula: C₇H₁₀N₂
 Exact Mass: 122,08



5

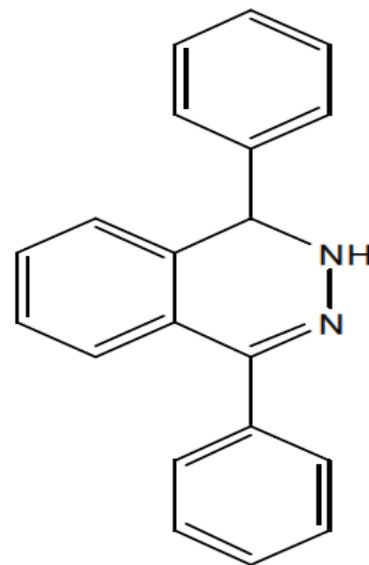
2-fluoro-3-(1-hydroxy-2-(methylamino)ethyl)phenol
 Chemical Formula: C₉H₁₂FNO₂
 Exact Mass: 185,09



6
3-fluoro-4-(1-hydroxy-2-(isopropylamino)
ethyl)benzene-1,2-diol

Chemical Formula: $C_{11}H_{16}FNO_3$

Exact Mass: 229,11

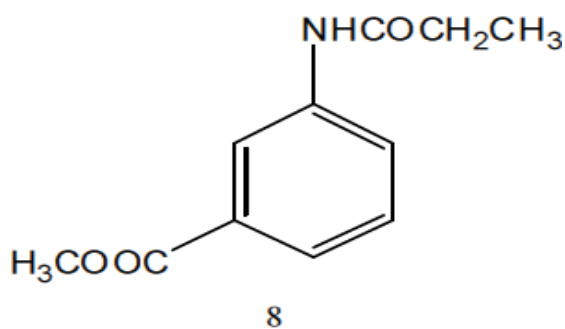


7

1,4-diphenyl-1,2-dihydrophthalazine

Chemical Formula: $C_{20}H_{16}N_2$

Exact Mass: 284,13

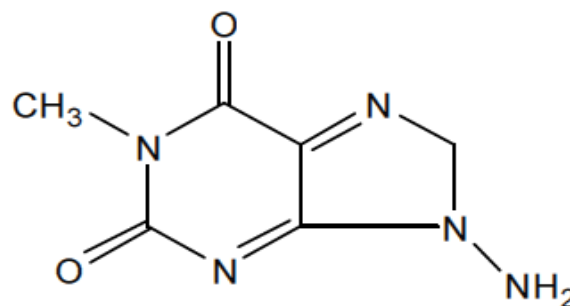


8

methyl 3-propionamido benzoate

Chemical Formula: $C_{11}H_{13}NO_3$

Exact Mass: 207,09

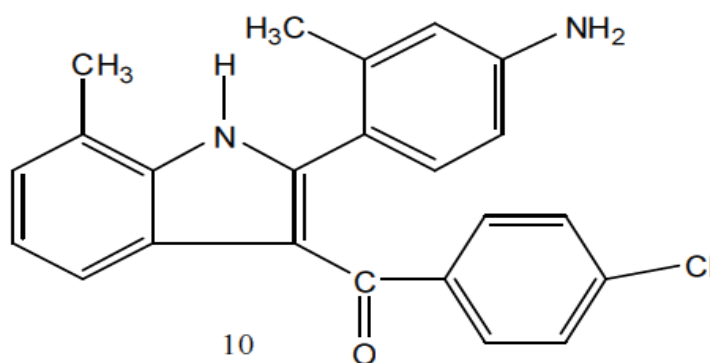


9

9-amino-1-methyl-1H-purine-2,6(8H,9H)-dione

Chemical Formula: $C_6H_7N_5O_2$

Exact Mass: 181,06



10

(2-(4-amino-2-methylphenyl)-7-methyl-1H-indol-3-yl)(4-chlorophenyl)methanone

Chemical Formula: $C_{23}H_{19}ClN_2O$

Exact Mass: 374,12

الشكل (22-V) : الصيغ الكيميائية للقلويدات المفصولة من السدر

الفصل الخامس

VI-1- الدراسة النظرية للبكتريا :

VI-1-1- مدخل :

الجرثومة أو البكتيريا (Bacteria) وباللغوية القديمة (Bakterion) كائنات حية دقيقة وحيدة الخلية منها المكورات والعصيات وهي تتجمع مع بعضها وتأخذ أشكالا متعددة مثل عقد أو سبحة فتسمى مكورات عقدية أو على شكل عنقود فتسمى مكورات عنقودية. تتراوح أبعاد البكتريا بين 0.5-5 ميكرومتر مع أن التنوع الواسع للبكتريا يمكن أن يظهر تعدد أشكال كبير جدا. تدرس البكتريا في ما يدعى علم البكتيريا أو الباكترولوجيا الذي يعتبر فرعاً من فروع علم الأحياء الدقيقة [5-1].

بيئات البكتريا متنوعة جدا فهي قادرة على العيش في أي مسكن أو بيئة مناسبة على وجه الأرض حتى التربة والمياه العميقة وقشرة الأرض حتى ضمن بيئات ذات نسب عالية بالفضلات النووية والكبريتية الحمضية. عادة يوجد حوالي عشرة مليار خلية بكتيرية في الغرام الواحد من التربة ومئات الآلاف من الخلايا في الملمتر المكعب من ماء البحر. ضمن دورات البيئة تلعب البكتيريا دوراً أساسياً وحيوياً في تدوير المغذيات البيئية، فالعديد من الخطوات المهمة في دورة التغذية تتم بواسطة البكتيريا وأهم هذه الخطوات تثبيت النتروجين من الغلاف الجوي [5-1].

تعتبر البكتريا أيضاً مكوناً طبيعياً من مكونات الجسم البشري فهناك من الخلايا البكتيرية على الجسم البشري ما يفوق عدد خلاياه نفسها، فعليا مجمل الجلد عند الإنسان والفم والجهاز الهضمي مليء بالبكتيريا وهي بمقدار ما يشاع عن ضررها وتسببها بالأمراض، مفيدة أيضاً للصحة حيث تساعد على الهضم، لكنها أيضاً تسبب أمراضاً خطيرة مثل الهیضة والسُّل. تاريخياً تسببت البكتيريا بأمراض خطيرة مثل الطاعون والجذام لكن اكتشاف المضادات الحيوية خفف كثيراً من هذه الأخطار وقلص أعداد الوفيات الناتجة عنها [5-1].

للبيكتريا أهمية صناعية حيث يستفاد من عملياتها البيولوجية لإجراء ما يصعب إجراءه صناعياً مثل معالجة المياه القذرة ومؤخراً إنتاج المضادات الحيوية وغيرها من الكيمياويات [5-1].

VI-1-2- مقدمة : [5-1]

قد نشرت أول رسوم للجراثيم عام 1676م بواسطة الهولندي أنطوني فان ليفينهوك، كائنات بدائية النواة (لا تحوي غشاء نووي ومكونات النواة مبعثره في الهيولى) جسمها يتكون فقط من خلية واحده تقوم بجميع الوظائف الحيوية.

VI-1-3- بيئة البكتيريا : [5-1]

نجدها في كل مكان تحت الأرض إلى مسافة 400m ارتفاعات شاهقة في الهواء، في درجات حرارة عالية حول فوهات البراكين في المناطق القطبية، داخل أجسام الكائنات (الحيوانات في الجهاز الهضمي والتنفسي) غذاؤها هو ثاني أكسيد الكربون وتنتج أكسجين هذا في حالة البكتريا اللاهوائية بينما البكتريا الهوائية تحتاج للأكسجين مثل البكتريا المستخدمه في بعض أنظمة معالجة مياه الصرف الصحي.

VI-1-4- تركيب الخلية البكتيريا : [5-1]

1- الغلاف الخلوي: ويتكون الغلاف الخلوي من الجدار الخلوي، ويقوم بالوظائف التالية :

- تحديد شكل الخلية - يوفر الصلابة للخلية البكتيرية - يوفر القوة للخلية البكتيرية - يوفر الحماية للخلية البكتيرية.

يتكون جدار الخلية كيميائياً، من جزيئات كبيرة معقدة التركيب يطلق عليها اسم Peptidoglycan وتختلف سماكة جدار الخلية باختلاف سلالة البكتيريا، فبعض أنواع البكتيريا التي تسمى البكتيريا موجبة صبغة جرام تملك جدار خلية سميكاً، بينما البكتيريا التي تسمى سالبة صبغة جرام يكون الجدار الخلوي لديها رقيقاً وذلك تبعاً لاختلاف كمية الـ Peptidoglycan .

هناك بعض أنواع البكتيريا والتي يطلق عليها البكتيريا الفطرية لا تمتلك جدار خلية.

2- الغشاء الهولي: وهو غشاء رقيق يحيط بمحتويات الخلية البكتيرية ويتحكم بمرور المواد من وإلى الستوبلازم الخلية، ويتصل بالغشاء الخلوي الكثير من الإنزيمات والتي تقوم بالمساعدة في العديد من عمليات الايض التي تتم في تلك المنطقة. ومن خلال المجهر الإلكتروني لاحظ العلماء

وجود ثنيات باتجاه الداخل، حيث يعتقد أن عملية التنفس تتم في تلك الأماكن. ويتركب كميائياً من البروتين وفوسفاتيد (Phospholipid).

3- الهولي: شبه سائل ويتكون من ماء، انزيمات، أكسجين مذاب، بروتين، كربوهيدرات، ودهون.

4- الصبغيات : وتعني الجسيمات الملونة، تتكون الصبغيات في الجراثيم من جزيئ (DNA) واحد، طويل، كروي الشكل كثير الالتفاف حول نفسه، وحيث يعمل كمركز تحكم بال الانقسام الخلوي، مضاعفة الخلية، ومختلف وظائف الخلية الأخرى.

5- السياط : وتتكون السياط من بروتين، تكون بين (10 إلى 20nm) في السمك، وظيفتها مساعدة خلية البكتيريا على الحركة.

VI-5-1-5-1- تصنيف البكتيريا : [5-1]

يمكن تصنيف البكتيريا اعتماداً على الخصائص التالية :

- 1- الشكل الخارجي للخلية وتجمعها
- 2- الاستجابة لتلوين غرام (سلبية الغرام أو إيجابية الغرام)
- 3- طريقة التغذية (تكافلية، رمامية، تطفلية)
- 4- السياط : مسوطة أو غير مسوطة
- 5- تكوين الأبواغ

يصنف العلماء البكتيريا وفق تصنيفات من حيث الشكل إلى :

1- بكتيريا عصوية : (Bacilli)

العُصَيَّات : مفردُها عُصَيَّة (باللاتينية: Bacillus) وهو مصطلح يستخدم لوصف أي بكتيريا عصوية الشكل أو غير كروية. أن مصطلح عصويات يشير تصنيفياً إلى عائلة من البكتيريا Bacillaceae والذي تندرج تحتها عدة أحناس.

قد توجد العصيات على شكل منفرد أو ثنائية أو على شكل تجمع سبحي أو سياجية (خلاياها مترابطة بشكل عمودي على شكل سياج).

أمثلة على عصيات إيجابية الغرام وسلبية الغرام التي نحن بصدد دراستها.

VI-5-1- العصوية الرقيقة (*Bacillus subtilis*): [6-13]

نوع من البكتيريا إيجابية الغرام وموجبة تتواجد في التربة. العصوية الرقيقة لديها القدرة على تكوين بوغ داخلي صلب واقٍ يسمح لها بتحمل الظروف البيئية غير الملائمة.

التصنيف العلمي :

المملكة : البكتيريا

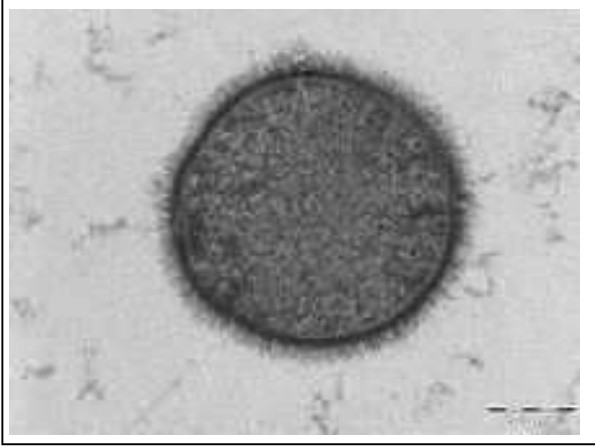
الشعبة : متينات الجدار

الطائفة : عصيات

الرتبة : Bacillales

الفصيلة : عصويات

الجنس : عصوية



(*Bacillus subtilis*)

النوع : العصوية الرقيقة (*Bacillus subtilis*)

VI-5-2- الإشريكية القولونية (*Escherichia coli*): [14-19]

الإشريكية القولونية هي نوع من البكتيريا محددة للغاية موجود بكميات كبيرة في محتويات الأمعاء، ولكن كولاي في كثير من الأحيان أضعف من بعض البكتيريا المسببة للأمراض.

التصنيف العلمي :

النطاق : بكتيريا

الشعبة : بروتيوباكتريا

الطائفة : بروتيوباكتريا غاما

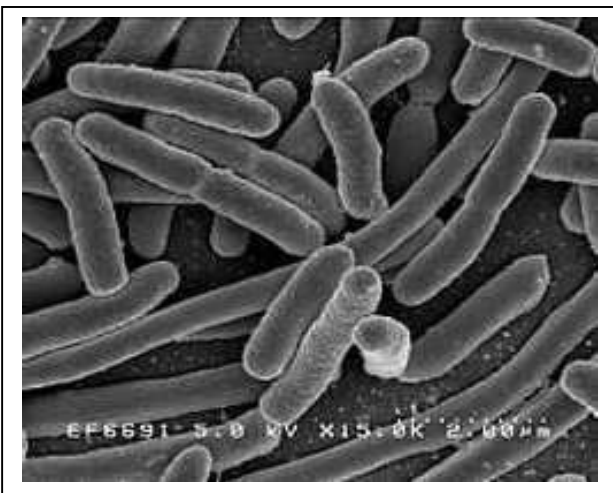
الرتبة : البكتيريا المعوية

الفصيلة : بكتيريا معوية

الجنس : الإشريكية

النوع : الإشريكية القولونية

الاسم العلمي : *Escherichia coli*



(*Escherichia coli*)

هي من أهم أنواع البكتيريا التي تعيش في أمعاء الثدييات. اكتشفها ثيودور إيشيرش وتعرف أيضا باسم جرثومة الأمعاء الغليظة.

الإشريكية القولونية جرثوم سلبي الغرام يسكن أمعاء الإنسان، ويؤلف نحو 80% من نبيتها الهوائي، علماً أن الجراثيم اللاهوائية هي الغالبة في أمعائه.

VI-3-5- السلمونيلا (*Salmonella*) : [25-20]

جنس من العصيات المعوية سلبية الغرام لا هوائية لا تشكل أبواغاً وتنتج كبريت الهيدروجين. طولها بين 1 و 7 ميكرون، وسمكها 0.3-0.7 ميكرون. بين أنواعها مسببات التيفية ونظيرة التيفية والتسمات الغذائية وأدواء السلمونيلات عند الإنسان والحيوان. جنس السلمونيلا موجودة في جميع أنواع الحيوانات الأليفة والبرية.

تمت تسمية الجنس على اسم دانيال سالمون (1850-1914)، وهو اختصاصي أمريكي بالباثولوجيا البيطرية .



(*Salmonella*)

التصنيف العلمي :

النطاق : بدائيات النوى

المملكة : عديمات النواة

الشعبة : المتقلبات

الطائفة : متقلبات غاما

الرتبة : الأمعائيات

الفصيلة : الأمعائيات

الجنس : سلمونيلا

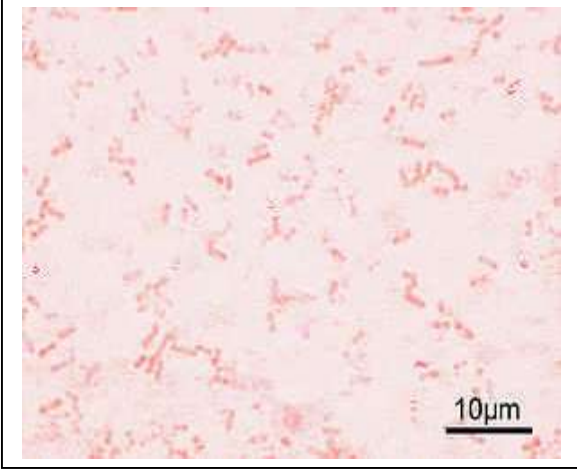
النوع : *Salmonella*

السلمونيلا المعوية

أغلب أنواعها قادر على الحركة بفضل الأهداب المحيطية. تشكل مستعمرات مستديرة بيضاء ضاربة إلى الرمادي على أوساط الزرع الصلبة، وفي الأوساط السائلة تشكل عكراً وراسباً وأحياناً أغشية. تخمر السكريات والكحولات مع تشكيل حمض وأحياناً غاز .

VI-5-4- شيجيلة فلكنسرية (*Shigella flexneri*) : [26-34]

هو أحد أنواع البكتيريا التابع لجنس الشيجيلة ضمن شعبة المتقلبات. يضم هذا النوع ستة أنماط مصلية مختلفة.



(*Shigella flexneri*)

التصنيف العلمي :

النطاق : بكتيريا

المملكة : بكتيريا

الشعبة : متقلبات

الطائفة : متقلبات غاما

الرتبة : البكتيريا المعوية

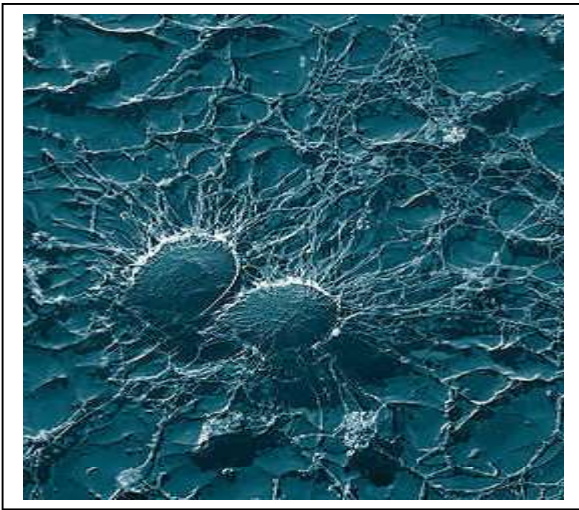
الفصيلة : بكتيريا معوية

الجنس : شيجيلة

النوع : شيجيلة فلكنسرية (*Shigella flexneri*)

VI-5-5- العنقوديات الذهبية (*Staphylococcus aureus*) : [35-43]

العنقوديات الذهبية أو ستافيلوكوكس ايريس (باللاتينية : *Staphylococcus aureus*) نوع من البكتيريا إيجابية الغرام، عادة ما تعيش على جلد الإنسان أو في جوف الأنف. يتصف هذا النوع من الجراثيم بعدة صفات: إيجابية التخثير، واستهلاكه للسكر من نوع المانيتول.



(*Staphylococcus aureus*)

التصنيف العلمي :

النطاق : بكتيريا

المملكة : الجراثيم الحقيقية

الشعبة : متينات الجدار

الطائفة : عصيات

الرتبة : Bacillales

الفصيلة : عنقوديات

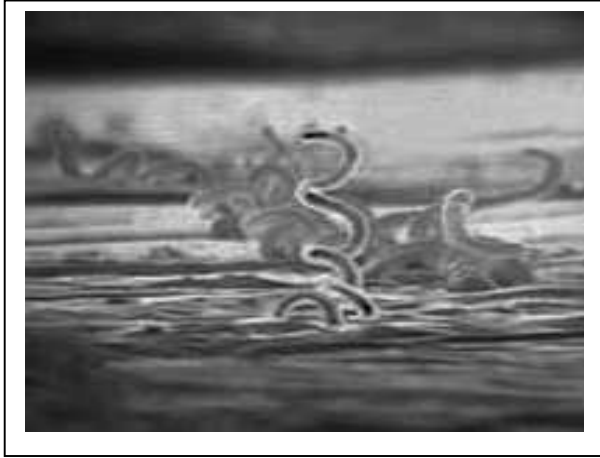
الجنس : عنقودية

النوع : العنقودية الذهبية *Staphylococcus aureus*

أحد الأمراض التي يسببها هذا النوع من الجراثيم هو متلازمة الصدمة التسممية، التي تؤدي إلى مرض شديد يصاحبه حمى، طفح أحمر واسع الانتشار مع تأثر أعضاء أخرى في الجسم.

VI-5-6- اللولبية الشاحبة (*Treponema pallidum*) : [44-51]

جرثومة اللولبية سلبية الغرام طولها (20-8µm) وسمكها (0.35-0.25µm)، عمق اللولب 1-0.8µm وطول الفتلة 1µm، متحركة بفضل وجود سياط داخلية. لا تتلون بالملونات الأنيلينية بسبب كثرة المكونات الكارهة للماء في الهيولى، وتتلون بالوردي الشاحب، وهذا ما دعا إلى تسميتها باللولبية الشاحبة. تسبب أمراضاً للإنسان. اكتشفها في 1905 عالما جراثيم ألمانيان هما فريتز شاودين وإريخ هوفمان.



(*Treponema pallidum*)

التصنيف العلمي :

المملكة : بكتيريا

الشعبة : Spirochaetes

الطائفة : Spirochaetes

الرتبة : الملتويات

الفصيلة : الملتويات

الجنس : اللولبية

النوع : اللولبية الشاحبة (*Treponema pallidum*)

VI-5-7- سراتية ذابلة (*Serratia marcescens*) : [52-56]

هي احدي أنواع البكتريا الاهوائية التي تصيب الانسان وهي بكتريا عصوية وسالبة الغرام. واخطر عامل للاصابة بهذه البكتريا عن طريق المستشفيات، حقن ملوثة، أجهزة تكون غير معقمة، ومن الممكن عند تغيير صمامات القلب تدخل البكتريا للجسم. ومن الممكن أن تنتقل عن طريق الماء الملوث ببكتريا. لذا يجب التخلص من فضلات المستشفيات بطريقة صحيحة مثل الابر وغيرها. وتصيب هذه البكتريا الجهاز التنفسي والمسالك البولية والتهاب السحايا.



(*Serratia marcescens*)

التصنيف العلمي :

النطاق : بكتيريا

المملكة : الجراثيم الحقيقية

الشعبة : Proteobacteria

الطائفة : Gamma Proteobacteria

الرتبة : Enterobacteriales

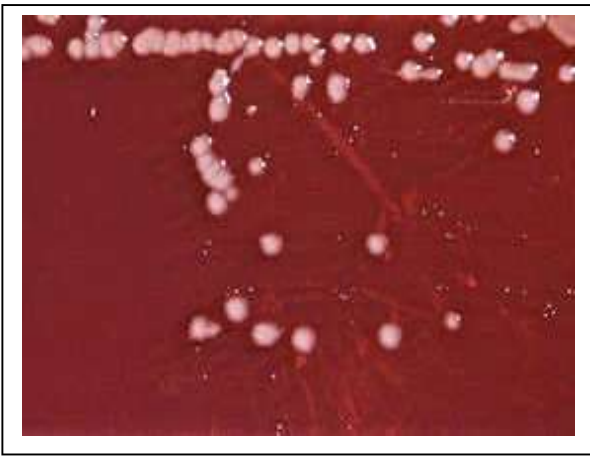
الفصيلة : Enterobacteriaceae

الجنس : *Serratia*

النوع : *Serratia marcescens*

VI-5-8- الزائفة الزنجارية (*Pseudomonas aeruginosa*) : [57-65]

اكتشفت الزائفة بسبب وقوعها على نطاق واسع في مجال المياه والبذور النباتية مثل ثنائيات الفلقة لوحظت في وقت مبكر في تاريخ علم الأحياء المجهرية. وزائفة اسم عام غامض إلي حد ما وجد لهذه الكائنات في عام 1894 على أنها بكتيريا سلبية الغرام، عصوية الشكل وقضبية السوط. لها القدرة على الازدهار في ظروف قاسية نتيجة لصلابة جدار الخلية مقاومتها للمضادات الحيوية، الزائفة ايريجونوزا تصنف كأحد عوامل العدوى الانتهازية المرتبطة بالمجال الطبي.



(*Pseudomonas aeruginosa*)

التصنيف العلمي :

النطاق : بكتيريا

المملكة : البكتيريا

الشعبة : بروتيوباكتريا

الطائفة : بروتيوباكتريا غاما

الرتبة : زوافات

الفصيلة : زوائف

الجنس : الزائفة

النوع : *Pseudomonas aeruginosa*

VI-5-9- المكورات المعوية (*Enterococcus faecalis*) : [66-70]

تتمثل الميكروبات البشرية (أو المجهرية البشرية) في مجموعة الكائنات الحية الدقيقة التي تسكن سطح الجلد أو طبقاته العميقة، أو التي توجد في اللعاب والغشاء المخاطي للفم وفي الملتحمة والقنوات الهضمية. وتشمل البكتيريا والفطريات والعتائق. وتؤدي بعض هذه الكائنات مهامًا مفيدة للإنسان. وعلى الرغم من ذلك، فإن غالبية هذه الكائنات ليس لها أي تأثير مفيد أو ضار.

التصنيف العلمي :

النطاق : بكتيريا

المملكة : Eubacteria

الشعبة : Firmicutes

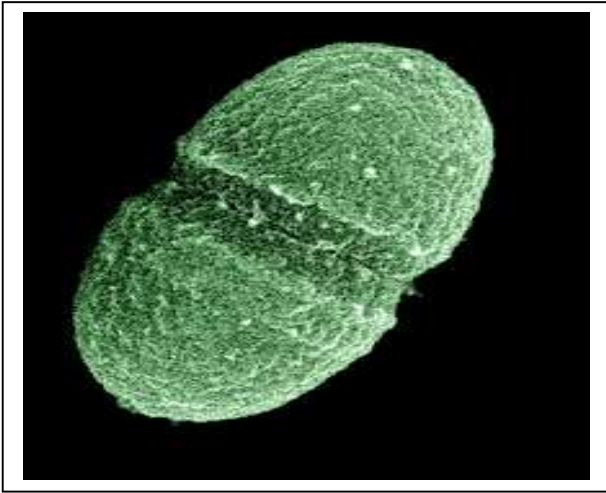
الطائفة : Bacilli

الرتبة : Lactobacillales

الفصيلة : Enterococcaceae

الجنس : Enterococcus

النوع : *Enterococcus faecalis*



(*Enterococcus faecalis*)

الهدف من دراستنا هو تقدير الفعالية المضادة للبكتيريا لمستخلص نبتة طبية على سلالات بكتيرية متنوعة موجبة الغرام (+) Gram و سالبة الغرام (-) Gram وقد تم اختيار هذه السلالات باعتبارها مسؤولة عن عدد كبير من الأمراض التي قد تصيب الإنسان.

VI-الدراسة البيولوجية للفلافونيدات :

VI-1- الدراسة البيولوجية للفلافونيدات لنبات العنّدة :

VI-1-1- المستخلص النباتي:

ثم إجراء الاختبارات البيولوجية على ثلاث مستخلصات لنبات العنّدة مستخلص ثنائي كلوروميثان ومستخلص اسيتات الاثيل ومستخلص البيتانول فكانت النتائج قطر التآكل ب (cm) بدلالة التركيز ($\mu\text{g/mL}$) مسجلة في الجداول من (1- 6) كما يلي :

الجدول رقم (VI-1) : قطر التآكل للمستخلص البيتانولي لأزهار العنّدة ب (cm)

قطر التآكل (cm)					اسم البكتريا
1000 $\mu\text{g/mL}$	666 $\mu\text{g/mL}$	500 $\mu\text{g/mL}$	400 $\mu\text{g/mL}$	333 $\mu\text{g/mL}$	
0	0	0	0	0	<i>Serratia marcescens</i> ATCC 13880
1,3	0	0,8	0	0	<i>Pseudomonas aeruginosa</i> ATCC 10145
-	1	1,3	1,1	0,7	<i>Bacillus subtilis</i> ATCC 6051
1	0,9	0	0	0	<i>Escherichia coli</i> ATCC 25922
-	0,7	0,9	0	0,6	<i>Enterococcus faecalis</i> ATCC 29212
1	0,9	1,3	0,9	1,5	<i>Staphylococcus aureus</i> ATCC 25923
1,3	0,8	1	-	1	<i>Bacillus cereus</i> ATCC 11778
1,3(d)	-	-	-	-	<i>Methicillin -resistant Staphylococcus aureus (MRSA)</i> ATCC 013300
1	-	-	-	-	<i>Staphylococcus aureus</i> ATCC 29213

الجدول رقم (VI-2) : قطر التآكل لمستخلص اسيتات الاثيل لأزهار العنّدة ب (cm)

قطر التآكل (cm)					اسم البكتريا
1000 $\mu\text{g/mL}$	666 $\mu\text{g/mL}$	500 $\mu\text{g/mL}$	400 $\mu\text{g/mL}$	333 $\mu\text{g/mL}$	
1	0,7	0,7	0	0	<i>Serratia marcescens</i> ATCC 13880
0,9	0,8	0,7	0,8	0,7	<i>Pseudomonas aeruginosa</i> ATCC 10145
1,5	1,5	1,5	1,3	1	<i>Bacillus subtilis</i> ATCC 6051
1	0,9	0,8	0,6	0	<i>Escherichia coli</i> ATCC 25922
1,5	1,2	1,2	1	1,1	<i>Enterococcus faecalis</i> ATCC 29212
1,5	1,3	1,5	1,3	1,3	<i>Staphylococcus aureus</i> ATCC 25923
1,4	1,2	-	-	-	<i>Bacillus cereus</i> ATCC 11778
-	-	-	-	-	<i>Methicillin -resistant Staphylococcus aureus (MRSA)</i> ATCC 013300
-	-	-	-	-	<i>Staphylococcus aureus</i> ATCC 29213

الجدول رقم (VI - 3): قطر التآكل لمستخلص ثنائي كلوروميثان لأزهار العنقدة ب (cm)

قطر التآكل (cm)				اسم البكتريا
1000 µg/mL	666 µg/mL	500 µg/mL	400 µg/mL	
0,7	0,8	0,6	0,8	<i>Serratia marcescens</i> ATCC 13880
0,7	0,7	0,7	0,8	<i>Pseudomonas aeruginosa</i> ATCC 10145
1,1	1	0,8	1	<i>Bacillus subtilis</i> ATCC 6051
0,7	0,8	0,6	0,9	<i>Escherichia coli</i> ATCC 25922
0	0,7	0,7	0,7	<i>Enterococcus faecalis</i> ATCC 29212
1,2	0,8	0,9	0,7	<i>Staphylococcus aureus</i> ATCC 25923
1	-	-	-	<i>Bacillus cereus</i> ATCC 11778
-	-	-	-	<i>Methicillin -resistant Staphylococcus aureus (MRSA)</i> ATCC 013300
-	-	-	-	<i>Staphylococcus aureus</i> ATCC 29213

الجدول رقم (VI - 4) : قطر التآكل للمستخلص البيتانولي لأوراق العنقدة ب (cm)

قطر التآكل (cm)					اسم البكتريا
1000 µg/mL	666 µg/mL	500 µg/mL	400 µg/mL	333 µg/mL	
0	0	0	0	0	<i>Serratia marcescens</i> ATCC 13880
0	0	0,7	0	0	<i>Pseudomonas aeruginosa</i> ATCC 10145
1,3	1	0,9	0,9	0	<i>Bacillus subtilis</i> ATCC 6051
0	0	0,8	0	0	<i>Escherichia coli</i> ATCC 25922
0	0	0	0	0	<i>Enterococcus faecalis</i> ATCC 29212
0,7	0,8	0,8	0	0,8	<i>Staphylococcus aureus</i> ATCC 25923
0,8	-	-	-	-	<i>Bacillus cereus</i> ATCC 11778
-	-	-	-	-	<i>Methicillin -resistant Staphylococcus aureus (MRSA)</i> ATCC 013300
-	-	-	-	-	<i>Staphylococcus aureus</i> ATCC 29213

الجدول رقم (VI - 5) : قطر التآكل لمستخلص اسيتات الاثيل لأوراق العنقدة ب (cm)

قطر التآكل (cm)		اسم البكتريا
1000 µg/mL	500 µg/mL	
0	0	<i>Serratia marcescens</i> ATCC 13880
0	0	<i>Pseudomonas aeruginosa</i> ATCC 10145
1,7	1.6	<i>Bacillus subtilis</i> ATCC 6051
0	0	<i>Escherichia coli</i> ATCC 25922
0	0	<i>Enterococcus faecalis</i> ATCC 29212
1,2	1,4	<i>Staphylococcus aureus</i> ATCC 25923
1,2	-	<i>Bacillus cereus</i> ATCC 11778

الجدول رقم (VI - 6): قطر التآكل لمستخلص ثنائي كلوروميثان لأوراق العنقدة ب (cm)

قطر التآكل (cm)		اسم البكتريا
1000 µg/mL	500 µg/mL	
0	0	<i>Serratia marcescens</i> ATCC 13880
0,8	0	<i>Pseudomonas aeruginosa</i> ATCC 10145
1,2	0	<i>Bacillus subtilis</i> ATCC 6051
0	0	<i>Escherichia coli</i> ATCC 25922
0	0	<i>Enterococcus faecalis</i> ATCC 29212
1,1	1,1	<i>Staphylococcus aureus</i> ATCC 25923
1,1	-	<i>Bacillus cereus</i> ATCC 11778

VI-1-2- المركبات المفصولة :

لقد تم إجراء الاختبارات البيولوجية على المركبين ZBN(2) والمركب EAN(1) لسلاطات المذكورة وأعطت نتائج جيدة وهي في طور الانجاز النهائي.

- [1]- E.G.Zézérov .(2002). Abrégé de microbiologie générale et d'immunologie:188-193.
- [2]- J. Mainil.(2005).Bacteriologie Generale .(1):61-63.
- [3]- Y.Anzai, H.Kim, J.Y.Park and H.Wakabayashi. (2000). Phylogenetic affiliation of the pseudomonads based on 16S rRNA sequence. 50 (4): 1563-1589.
- [4]- Y.Anzai, Y.Kudo and H.Oyaizu.(1997).The phylogeny of the genera Chryseomonas, Flavimonas, and Pseudomonas supports synonymy of these three genera. 47(2): 249-251.
- [5]- J. Huang.(1986). Ultrastructure of Bacterial Penetration in Plants . 24: 141-157.
- [6]- B.Vale, C.Stephane, K.Frank, L.Patricia, M.Guillaume, S. Agnieszka , D.Vallenet, W.Tingzhang, M.Ivan, C.Me and D Antoine.(2009).From a consortium sequence to a unified sequence the Bacillus subtilis 168 reference genome decade later. 155: 1758-1775.
- [7]- D.Hoang, T.Trang and S.Wolfgang.(2011). Analysis and application of Bacillus subtilis sortases to anchor recombinant proteins on the cell wall. 1:22 .
- [8]- M. Schallmey, A. Singh and O.P. Ward.(2004). Developments in the use of Bacillus species for industrial production . 50: 1-17 .
- [9]- Palleroni and J. Norberto. (2010). The Pseudomonas Story. 12 (6): 1377-1 383.
- [10]- M.F.Noïrot-Gros and al . (2002). An expanded view of bacterial DNA replication. 99(12): 8342-8347.
- [11]- L.W.Hamoen and al .(2006).A novel FtsZ-interacting protein required for a late step in cell division. 59(3): 89-99.
- [12]- R. Carballido-Lopez and al . (2006). Actin homolog MreBH governs cell morphogenesis by localization of the cell wall hydrolase LytE. 11(3): 399-409.
- [13]- E.Dervyn and al .(2004).The bacterial condensin/cohesin-like protein complex acts in DNA repair and regulation of gene expression. 51(6): 1629-1640.
- [14]- M.G. Ribeiro, E.Costa, D.S. Leite, H. Langoni, F. Garino Júnior, C. Victoria and al.(2006).Fatores de virulência em linhagens de

- Escherichia coli* isoladas de mastite bovina. 58: 724-731
- [15]- O.M.Radostits, C.C.Gay, K.W.Hinchcliff and P.D Constable.(2007).Diseases associated with *Escherichia Coli*. In: Veterinary medicine - a textbook of the diseases of cattle, sheep, pigs, goats and horses. 847-858.
- [16]- C. DebRoy, E. Roberts.(2006).Screening petting zoo animals for the presence of potentially pathogenic *Escherichia coli*. J Vet Diagn Invest.18(6):597-600.
- [17]- J.R.Dunn, J.E.Keen, D.Moreland and T.Alex.(2004).Prevalence of *Escherichia coli* O157:H7 in white-tailed deer from Louisiana. J Wildl Dis.40(2):361-365.
- [18]- L.M. Avery, A.P. Williams, K. Killham and D.L. Jones.(2008).Survival of *Escherichia coli* O157:H7 in waters from lakes, rivers, puddles and animal-drinking troughs. Sci Total Environ. 389(2-3):378-385.
- [19]- R.L.Buchanan and M.P.Doyle.(1997).Foodborne disease significance of *Escherichia coli* O157:H7 and other enterohemorrhagic *E coli*. Food Technol. 51(10): 69-76.
- [20]- D.Gendrel.(1997). Salmonelloses de l'enfant. 8-018-A-10: 8.
- [21]- Y.L.Pennec and M.Garre .(2003). Salmonelloses de l'adulte. 8-018-A-15:9.
- [22]- A.J.Baumler, R.M.Tsolis, T.A.Ficht and L.G.Adams.(1998). Evolution of host adaptation in *Salmonella enterica*. Infection and Immunity. 66: 4579-4587.
- [23]- A. Dovonou, T. Adoukonou, A. Sanni and P. Gandaho.(2011). Salmonelloses majeures au Bénin. 71: 634-635.
- [24]- A.Cantor and V.H.McFarlane .(1948).*Salmonella* organisms on and in chicken eggs. Poultry Science .27: 350-355.
- [25]- P. F.M.Teunis, F.Kasuga, A.Fazil, I.D.Ogden, O.Rotariu and N.J.C. Strachan .(2010). Dose-response modeling of *Salmonella* using outbreak data.144(2): 243-249.
- [26]- A.A. Salyers and D.D.Whitt .(2001). *Shigella*. In: Bacterial Pathogenesis : A molecular approach. American Society for Microbiology.
- [27]- H.F. Gomez and T.G. Cleary.(1998). *Shigella* in Feigin and Cherry Textbook of Pediatric Infectious disease Ed 4th . 1: 1307-1317.
- [28]- T.G.Neglia, T.J.Marr, A.T.Davis.(1976).*Shigella* dysentery with secondary *Klebsiella* sepsis. 63:253 - 254.

- [29]- D.M. Mel, A.L. Terzin and L. Vuksic .(1965). Studies on vaccination against bacillary dysentery. 3. Effective oral immunization against *Shigella flexneri* 2a in a field trial. Bulletin of the World Health Organization. 32:647-655.
- [30]- T.S. Naimi and al .(2003). Concurrent outbreaks of *Shigella sonnei* and enterotoxigenic *Escherichia coli* infections associated with parsley: Implications for surveillance and control of foodborne illness. 66(4) :535-541.
- [31]- H.C. Lewis and al .(2009). Outbreaks of *Shigella sonnei* infections in Denmark and Australia linked to consumption of imported raw baby corn. 137:326-334.
- [32]- M.L. Bennish and B.J. Wojtyniak .(1991). Mortality due to shigellosis : Community and hospital data . 13: 245-251.
- [33]- W.H. Ewing .(1986). The genus *Shigella*. In Edwards and Ewing's identification of Enterobacteriaceae. 135-172.
- [34]- J.M. Janda and S.L. Abbott.(1988). The genus *Shigella*. In: The Enterobacteria, Lippincott-Raven, Philadelphia. 66-79.
- [35]- M.L.D. Buyser and L. Sutra.(2005). *Staphylococcus aureus*. In : Federighi M. Bactériologie alimentaire - Compendium d'hygiène des aliments. 25-51.
- [36]- M. Hugas, M. Garriga and J.M. Monfort .(2002). New mild technologies in meat processing: high pressure as a model technology. 62. 359-371.
- [37]- F.C. Tenover, J.W. Biddle and M.V. Lancaster.(2001). Increasing Resistance to Vancomycin and Other Glycopeptides in *Staphylococcus aureus*. 7(2) :327-332.
- [38]- K. Hiramatsu .(2001). Vancomycin-resistant *Staphylococcus aureus*: a new model of antibiotic resistance. 1:147-155.
- [39]- K. Hiramatsu, N. Aritaka, H. Hanaki and al.(1997). Dissemination in Japanese hospitals of strains of *Staphylococcus aureus* heterogeneously resistant to vancomycin. 350: 1668-1671.
- [40]- Y.L. Loir et M. Gautier. (2009). *Staphylococcus aureus*, collection : Monographies de microbiologie .
- [41]- M. F. Patterson .(2005). Microbiology of pressure-treated foods. 98. 1400-1409.
- [42]- V. Rizzi .(2011). Update on EFSA activities and *S. aureus* reporting in animals and food. Workshop of the NRLs for Coagulase Positive Staphylococci .
- [43]- F.C. Tenover, M.V. Lancaster, B.C. Hill and al.(1998).

- Characterization of staphylococci with reduced susceptibility to vancomycin and other glycopeptide. 36: 1020-1027.
- [44]- D.R.Akins , E.Robinson , D.Shevchenko , C. Elkins , D.L.Cox and J.D.Radolf .(1997). Tromp1, a putative rare outer membrane protein, is anchored by an uncleaved signal sequence to the *Treponema pallidum* cytoplasmic membrane. 179: 5076-5086.
- [45]- J.F.Alderete, K.M.Peterson and J.B.Baseman .(1988). Affinities of *Treponema pallidum* for human lactoferrin and transferrin.64:359-363.
- [46]- J.F. Alderete and J.B.Baseman .(1989).Serum lipoprotein binding by *Treponema pallidum*: possible role for proteoglycans. Genitourin. 65: 177-182.
- [47]- F.E.Austin, J.T.Barbieri , R.E.Corin , K.E.Grigas and C.D.Cox .(1981). Distribution of superoxide dismutase, catalase, and peroxidase activities among *Treponema pallidum* and other spirochetes. 33: 372-379.
- [48]- M.J.Bailey , C.W. Penn and A. Cockayne.(1985). Evidence for the presence of lipopolysaccharide in *Treponema phagedenis* (biotype Reiterii) but not in *Treponema pallidum* (Nichols). FEMS Microbiol. Lett. 27: 117-121.
- [59]- S.A.Baker-Zander , J.M. Shaffer and S.A. Lukehart .(1993).VDRL antibodies enhance phagocytosis of *Treponema pallidum* by macrophages. 167: 1100-1105.
- [50]- J.T.Barbieri and C.D. Cox.(1979). Glucose incorporation by *Treponema pallidum*. 24: 291-293.
- [51]- J.T.Barbieri , F.E. Austin and C.D.Cox .(1981). Distribution of glucose incorporated into macromolecular material by *Treponema pallidum*. Infect. Immun. 31: 1071-1077.
- [52]- F.Grimont and P.A.D. Grimont .(2006).The Genus *Serratia*.6:219-244
- [53]- P.A.D. Grimont and F.Grimont.(1978).The Genus *Serratia*.32:221-248.
- [54]- R. Priyamvada,A.H. Nishat and K.Grover. (2014). Non-pigmented Strain of *Serratia Marcescens*: An Unusual Pathogen Causing Pulmonary Infection in a Patient with Malignancy. 8 (6): 5-6.
- [55]- N. R. Krieg, T.Williams and Wilkins.(1985).Bergey's Manual of Systematic Bacteriology. 35 (3): 408.
- [56]- L. Williams and Wilkins. (1999). Systematic Bacteriology. 29 (4): 925.
- [57]- K.Audenaert , T.Pattery , P.Cornelis and M.Hofte .(2002) . Induction

- of systemic resistance to *Botrytis cinerea* in tomato by *Pseudomonas aeruginosa* 7NSK2: role of salicylic acid, pyochelin, and pyocyanin. 15: 1147-1156.
- [58]- N.Bano and J.Musarrat.(2003).Characterization of a new *Pseudomonas aeruginosa* strain NJ-15 as a potential biocontrol agent. 46: 324-328.
- [59]- M.R.Brown and J.H.Foster. (1970) .A simple diagnostic milk medium for *Pseudomonasaeruginosa*. 23: 172-177.
- [60]- P.A.Castric. (1975). Hydrogen cyanide, a secondary metabolite of *Pseudomonas aeruginosa*. 21: 613-618.
- [61]- Y.Anzai, H.Kim, J.Y.Park and H.Wakabayashi. (2000). Phylogenetic affiliation of the pseudomonads based on 16S rRNA sequence. 50 (4): 1563-1589.
- [62]- Y.Anzai, Y.Kudo and H.Oyaizu .(1997). The phylogeny of the genera *Chryseomonas*, *Flavimonas*, and *Pseudomonas* supports synonymy of these three genera. 47 (2): 249-251.
- [63]- Palleroni and J. Norberto. (2010). The *Pseudomonas* Story. 12 (6): 1377-1 383.
- [64]- O. Prakash, K. Kumari and R. Lal.(2007). *Pseudomonas delhiensis* sp. nov. from a fly ash dumping site of a thermal power plant. 57: 527-531
- [65]- J. Yoon, H. Kim, K.H.Kang, T.Oh and Y.Park. (2003).Transfer of *Pseudomonas elongata* Humm 1946 to the genus *Microbulbifer* as *Microbulbifer elongatus* comb. 53(6): 1357-1361.
- [66]- H.Liu, J.Ling, W.Wang and X.Huang.(2010). Biofilm formation capability of *Enterococcus faecalis* cells in starvation phase and its susceptibility to sodium hypochlorite. 36(4): 630-635.
- [67]- I. Portenier, T.M.T. Waltimo , M. Haapasalo.(2003). *Enterococcus faecalis*-the root canal survivor and ‘star’ in post treatment disease. *Endodontic Topics*. 6: 135-59.
- [68]- C.H. Stuart, S. A.Schwartz, T. J. Beeson, C. Owatz.(2006). B-*Enterococcus faecalis* Its role in root canal treatment failure and current concepts in retreatment. 32(2):93-98.
- [69]- G.Kayaoglu and D.Orstavik. (2004) .Virulence factors of *faecalis*:relationship to endodontic disease. *Enterococcus Crit Rev Oral Biol Med*. 15(5): 308-320.
- [70]- M.T.Arias-Moliz, C.M.Ferrer-Luque, M.P.Gonzalez-Rodriguez, M. J.Valderaama and P.Baca .(2010) .Eradication of

Enterococcus faecalis biofilms by ceftrimide and
Chlorhexidine. 36(1):87- 90.

الخاتمة

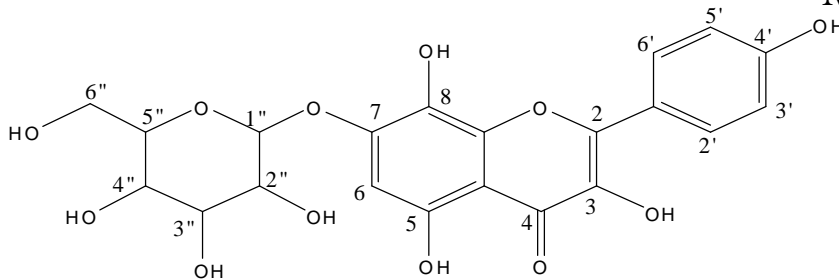
الخاتمة :

لقد تم التعرف على أهم المركبات الفعالة الموجودة في نبات السدر والعلندة وتحديد الصيغ الكيميائية لهما.

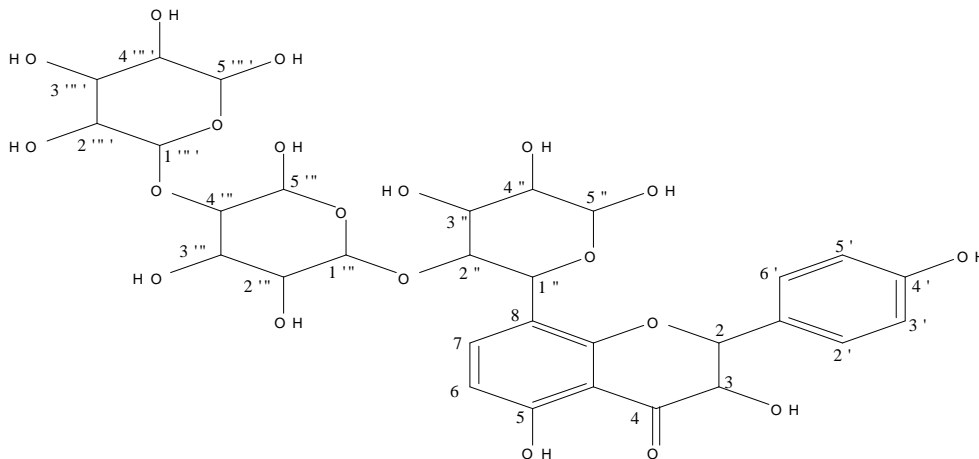
1- تحديد الصيغ الكيميائية 16 فلافونيد تم فصلها من نبات العندة بتطبيق مختلف الطرق الطيفية - مطيافية الرنين النووي المغناطيسي RMN : $RMN^1H, RMN^{13}C, DEPT135, DEPT90$.COSY, HMQC, HMBC

- مطيافية الكتلة MS

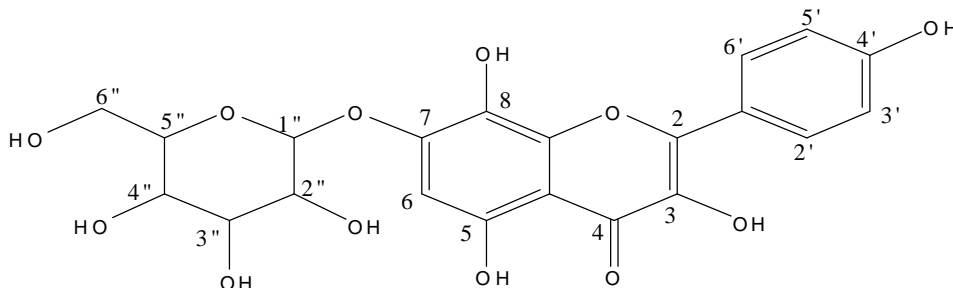
المركبات هي :



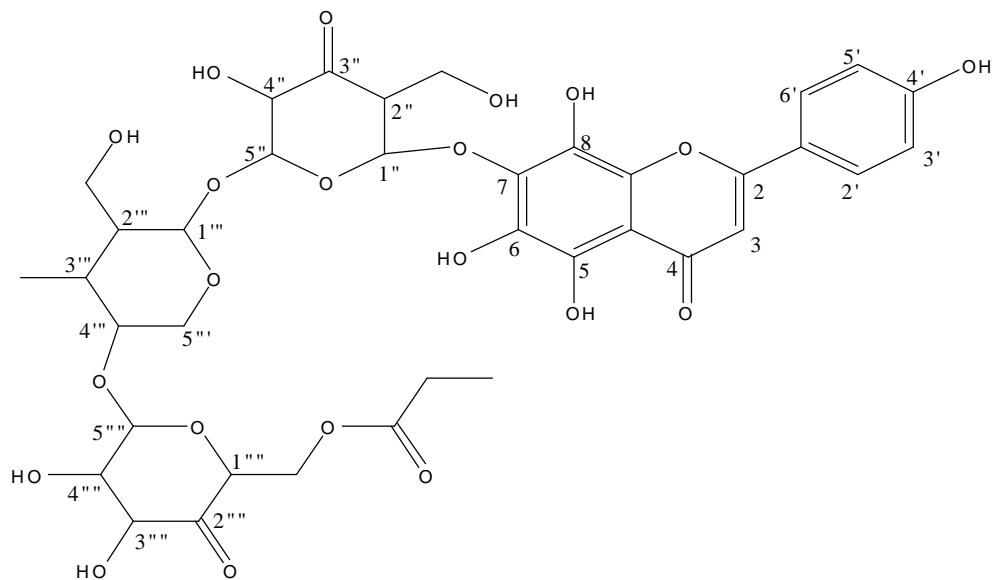
3,5,8-trihydroxy-2-(4-hydroxyphenyl)-7-(3,4,5-trihydroxy-6-(hydroxymethyl)tetrahydro-2H-pyran-2-yloxy)-4H-chromen-4-one
Chemical Formula: $C_{21}H_{20}O_{12}$
Exact Mass: 464,10



3,5-dihydroxy-2-(4-hydroxyphenyl)-8-(4,5,6-trihydroxy-3-(3,4,6-trihydroxy-5-(3,4,5,6-tetrahydroxytetrahydro-2H-pyran-2-yloxy)tetrahydro-2H-pyran-2-yloxy)tetrahydro-2H-pyran-2-yl)chroman-4-one
Chemical Formula: $C_{30}H_{36}O_{20}$
Exact Mass: 716,18



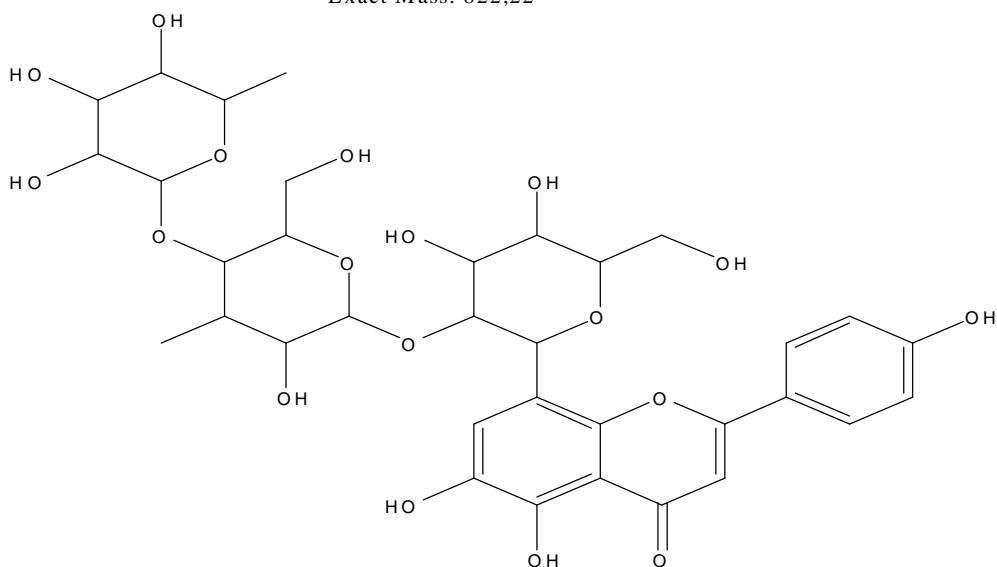
3,5,8-trihydroxy-2-(4-hydroxyphenyl)-7-(3,4,5-trihydroxy-6-(hydroxymethyl)tetrahydro-2H-pyran-2-yloxy)-4H-chromen-4-one
Chemical Formula: $C_{21}H_{20}O_{12}$
Exact Mass: 464,10



(4,5-dihydroxy-6-(6-(3-hydroxy-5-(hydroxymethyl)-4-oxo-6-(5,6,8-trihydroxy-2-(4-hydroxyphenyl)-4-oxo-4H-chromen-7-yloxy)tetrahydro-2H-pyran-2-yloxy)-5-(hydroxymethyl)-4-methyltetrahydro-2H-pyran-3-yloxy)-3-oxotetrahydro-2H-pyran-2-yl)methyl propionate

Chemical Formula: $C_{37}H_{42}O_{21}$

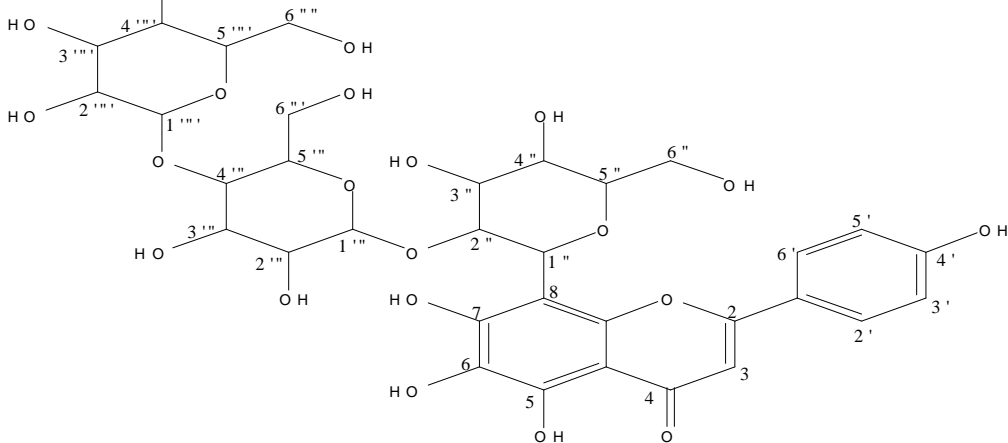
Exact Mass: 822,22



8-(4,5-dihydroxy-3-(3-hydroxy-6-(hydroxymethyl)-4-methyl-5-(3,4,5-trihydroxy-6-methyltetrahydro-2H-pyran-2-yloxy)tetrahydro-2H-pyran-2-yloxy)-6-(hydroxymethyl)tetrahydro-2H-pyran-2-yl)-5,6-dihydroxy-2-(4-hydroxyphenyl)-4H-chromen-4-one

Chemical Formula: $C_{34}H_{42}O_{18}$

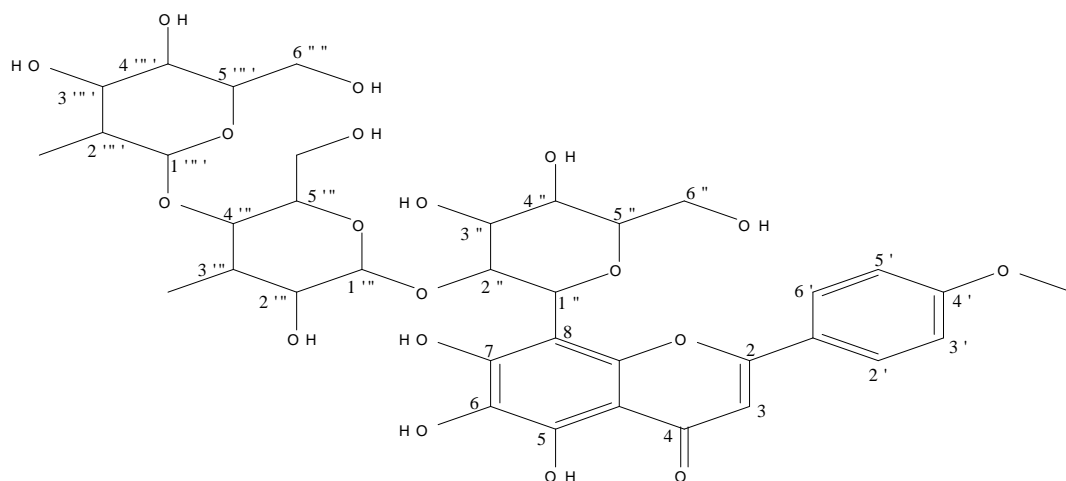
Exact Mass: 738,24



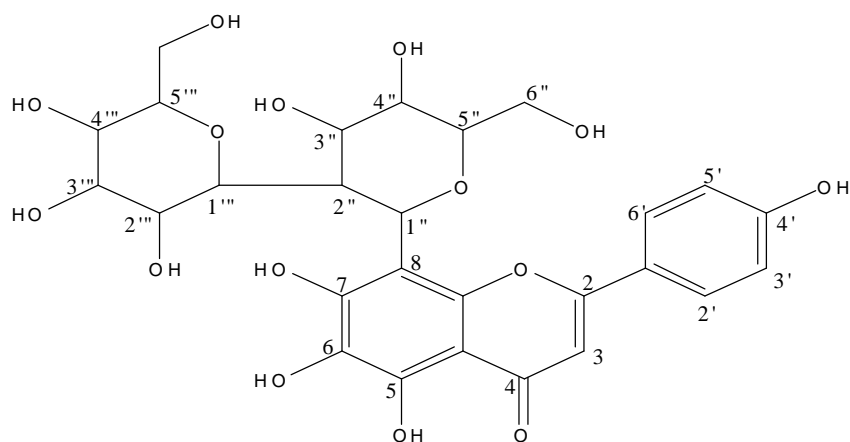
8-(3-(3,4-dihydroxy-6-(hydroxymethyl)-5-(3,4,5-trihydroxy-6-(hydroxymethyl)tetrahydro-2H-pyran-2-yloxy)tetrahydro-2H-pyran-2-yloxy)-4,5-dihydroxy-6-(hydroxymethyl)tetrahydro-2H-pyran-2-yl)-5,6,7-trihydroxy-2-(4-hydroxyphenyl)-4H-chromen-4-one

Chemical Formula: $C_{33}H_{40}O_{21}$

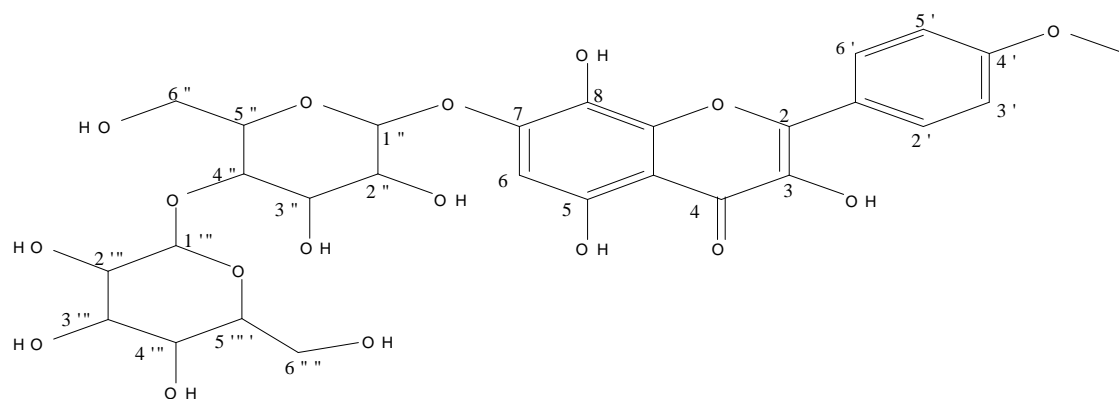
Exact Mass: 772,21



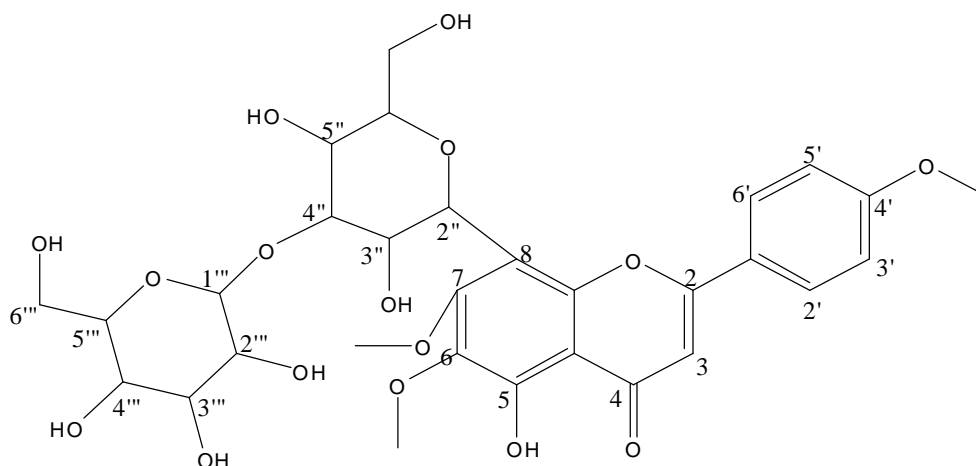
8-(3-(5-(4,5-dihydroxy-6-(hydroxymethyl)-3-methyltetrahydro-2*H*-pyran-2-yloxy)-3-hydroxy-6-(hydroxymethyl)-4-methyltetrahydro-2*H*-pyran-2-yloxy)-4,5-dihydroxy-6-(hydroxymethyl)tetrahydro-2*H*-pyran-2-yl)-5,6,7-trihydroxy-2-(4-methoxyphenyl)-4*H*-chromen-4-one
 Chemical Formula: $C_{36}H_{46}O_{19}$
 Exact Mass: 782,26



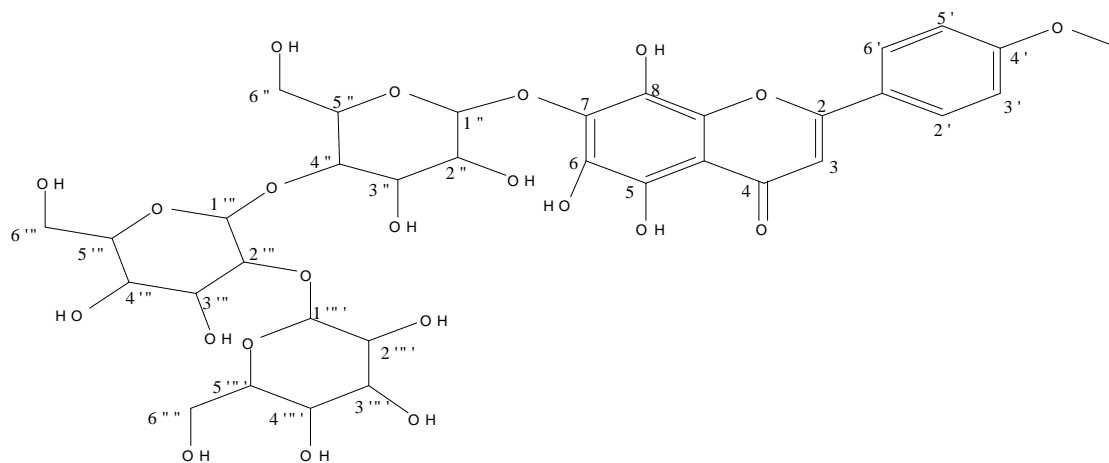
5,6,7-trihydroxy-2-(4-hydroxyphenyl)-8-(3,4,4',5,5'-pentahydroxy-6,6'-bis(hydroxymethyl)octahydro-2*H*,2'*H*-2,3'-bipyran-2'-yl)-4*H*-chromen-4-one
 Chemical Formula: $C_{27}H_{30}O_{15}$
 Exact Mass: 594,16



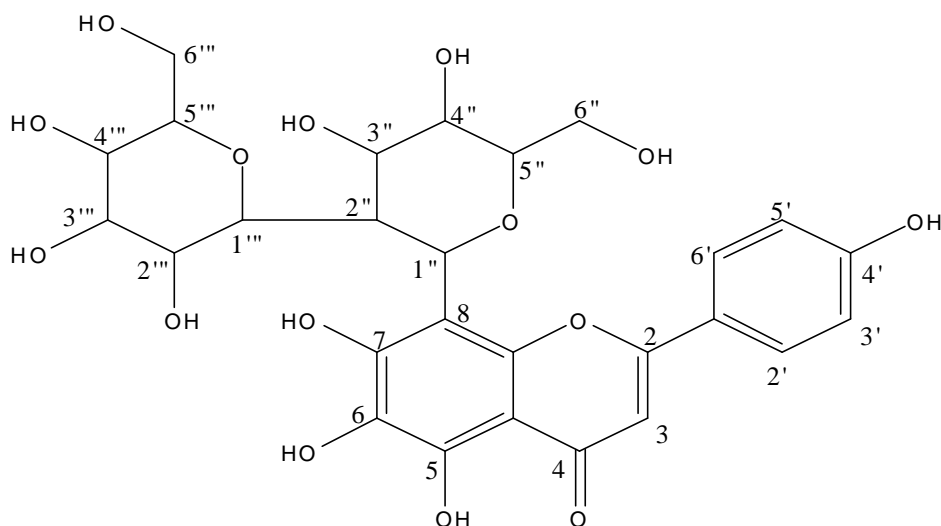
7-(3,4-dihydroxy-6-(hydroxymethyl)-5-(3,4,5-trihydroxy-6-(hydroxymethyl)tetrahydro-2*H*-pyran-2-yloxy)tetrahydro-2*H*-pyran-2-yloxy)-3,5,8-trihydroxy-2-(4-methoxyphenyl)-4*H*-chromen-4-one
 Chemical Formula: $C_{28}H_{32}O_{17}$
 Exact Mass: 640,16



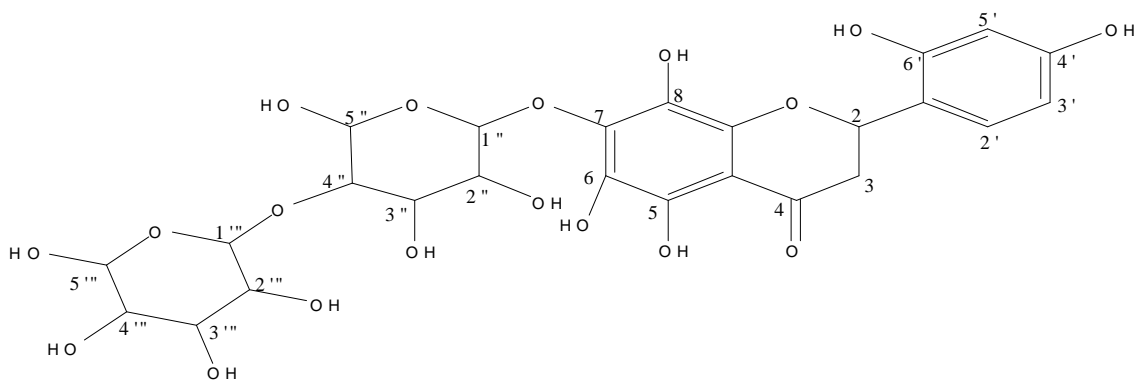
8-(3,5-dihydroxy-6-(hydroxymethyl)-4-(3,4,5-trihydroxy-6-(hydroxymethyl)tetrahydro-2*H*-pyran-2-yloxy)tetrahydro-2*H*-pyran-2-yl)-5-hydroxy-6,7-dimethoxy-2-(4-methoxyphenyl)-4*H*-chromen-4-one
 Chemical Formula: $C_{30}H_{36}O_{16}$
 Exact Mass: 652,20



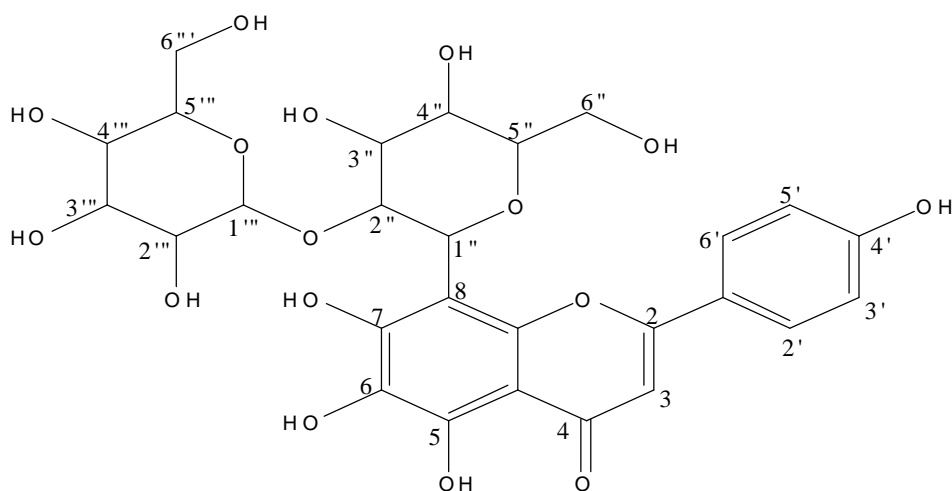
7-(5-(4,5-dihydroxy-6-(hydroxymethyl)-3-(3,4,5-trihydroxy-6-(hydroxymethyl)tetrahydro-2*H*-pyran-2-yloxy)tetrahydro-2*H*-pyran-2-yloxy)-3,4-dihydroxy-6-(hydroxymethyl)tetrahydro-2*H*-pyran-2-yloxy)-5,6,8-trihydroxy-2-(4-methoxyphenyl)-4*H*-chromen-4-one
 Chemical Formula: $C_{34}H_{42}O_{22}$
 Exact Mass: 802,22



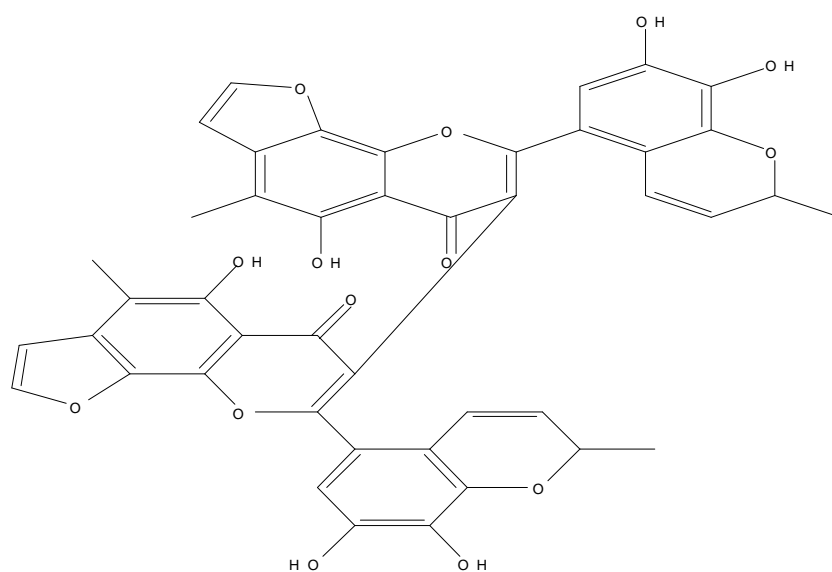
5,6,7-trihydroxy-2-(4-hydroxyphenyl)-8-(3,4,4',5,5'-pentahydroxy-6,6'-bis(hydroxymethyl)octahydro-2*H*,2'*H*-2,3'-bipyran-2'-yl)-4*H*-chromen-4-one
 Chemical Formula: $C_{27}H_{30}O_{15}$
 Exact Mass: 594,16



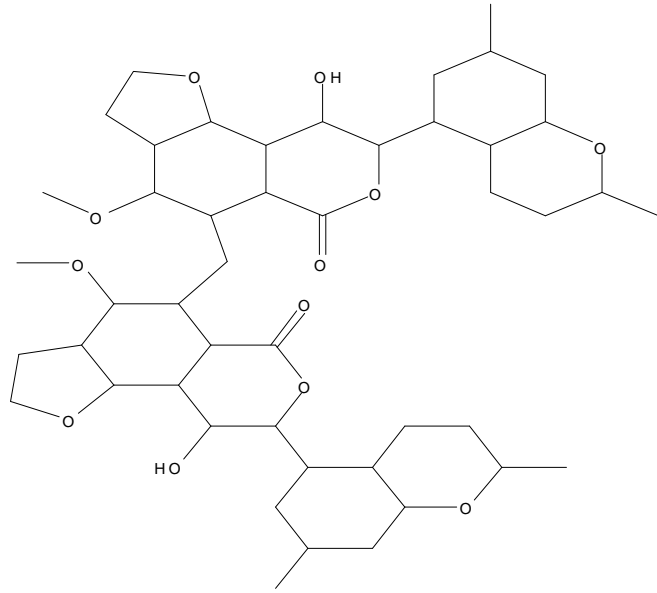
2-(2,4-dihydroxyphenyl)-5,6,8-trihydroxy-7-(3,4,6-trihydroxy-5-(3,4,5,6-tetrahydroxytetrahydro-2H-pyran-2-yloxy)tetrahydro-2H-pyran-2-yloxy)chroman-4-one
 Chemical Formula: $C_{25}H_{28}O_{18}$
 Exact Mass: 616,13



8-(4,5-dihydroxy-6-(hydroxymethyl)-3-(3,4,5-trihydroxy-6-(hydroxymethyl)tetrahydro-2H-pyran-2-yloxy)tetrahydro-2H-pyran-2-yl)-5,6,7-trihydroxy-2-(4-hydroxyphenyl)-4H-chromen-4-one
 Chemical Formula: $C_{27}H_{30}O_{16}$
 Exact Mass: 610,15

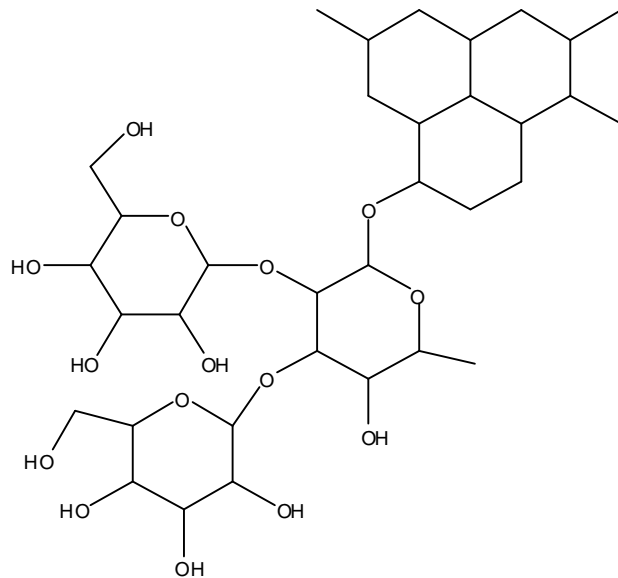


8,8'-bis(7,8-dihydroxy-2-methyl-2H-chromen-5-yl)-5,5'-dihydroxy-4,4'-dimethyl-6H,6'H-7,7'-bifuro[3,2-h]chromene-6,6'-dione
 Chemical Formula: $C_{44}H_{30}O_{14}$
 Exact Mass: 782,16

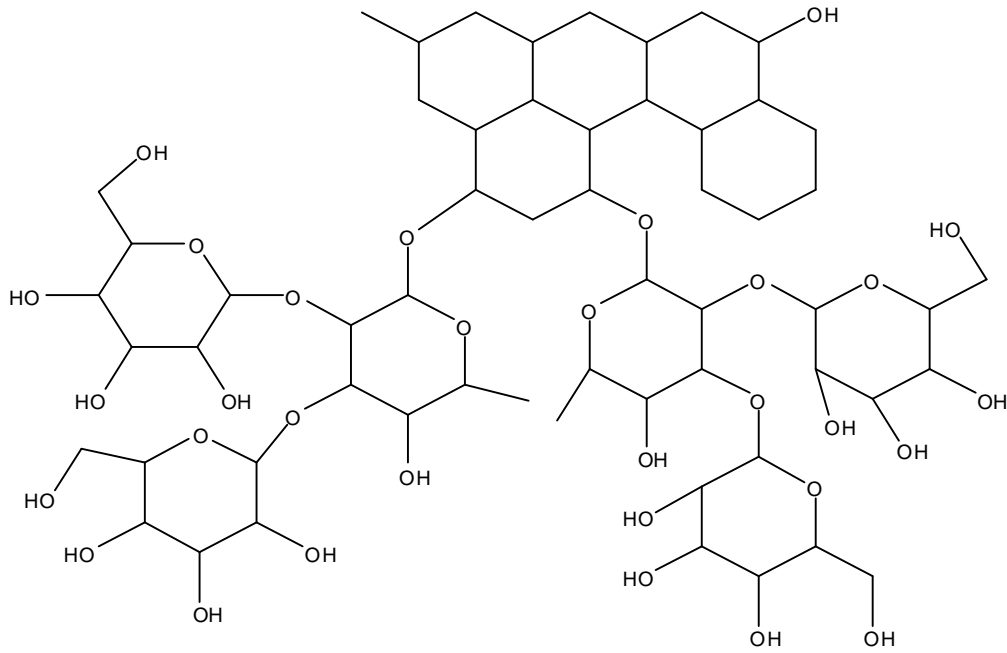


5,5'-methylenebis(8-(2,7-dimethyloctahydro-2H-chromen-5-yl)-9-hydroxy-4-methoxyoctahydro-2H-furo[2,3-f]isochromen-6(3H)-one)
 Chemical Formula: $C_{47}H_{72}O_{12}$
 Exact Mass: 828,50

- 2- تحديد الصيغ الكيميائية لمركبين تم فصلهما من نبات السدر بتطبيق مختلف الطرق الطيفية
 - مطيافية الرنين النووي المغناطيسي $RMN^1H, RMN^{13}C, DEPT135, DEPT90$: RMN
 . COSY, HMQC, HMBC
 - مطيافية الكتلة MS
 - المركبات المقترحة هي :



6,6'-(5-hydroxy-6-methyl-2-(4,5,8-trimethyldodecahydro-1H-phenalen-1-yl)oxy)tetrahydro-2H-pyran-3,4-diol)bis(oxy)bis(2-(hydroxymethyl)tetrahydro-2H-pyran-3,4,5-triol)
 Chemical Formula: $C_{34}H_{58}O_{15}$
 Exact Mass: 706,38



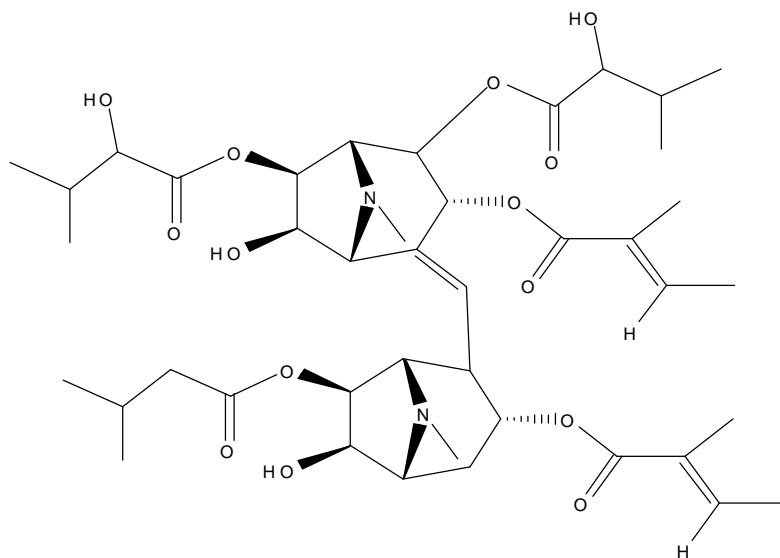
Chemical Formula: $C_{58}H_{96}O_{31}$
 Exact Mass: 1288,59

3- تحديد الصيغ الكيميائية 2 من القلويدات تم فصلها من نبات العنيدة بتطبيق مختلف الطرق الطيفية.

- مطيافية الرنين النووي المغناطيسي RMN^1H , $RMN^{13}C$, DEPT135 : RMN . DEPT90 , COSY , HMQC , HMBC

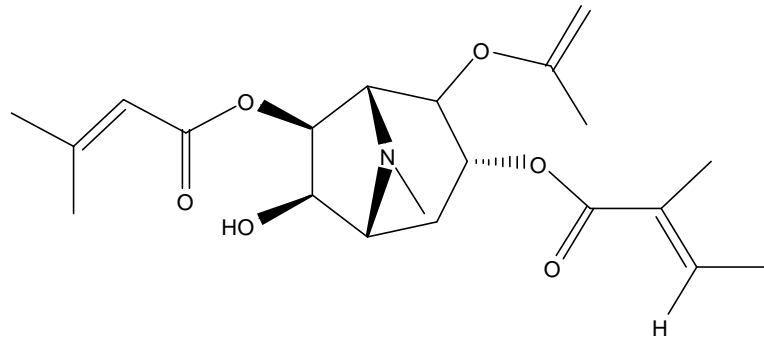
- مطيافية الكتلة MS

المركبات هي :



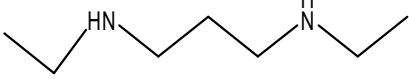
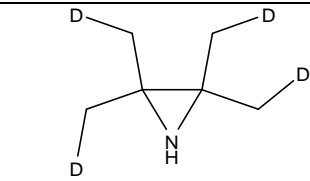
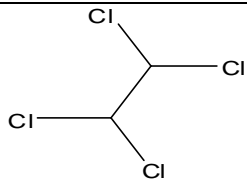
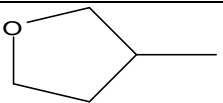
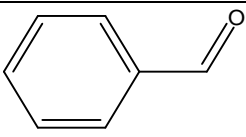
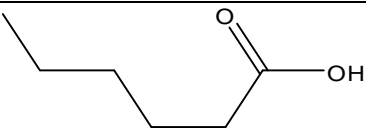
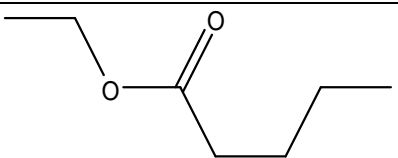
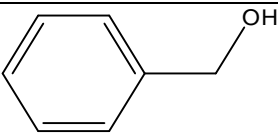
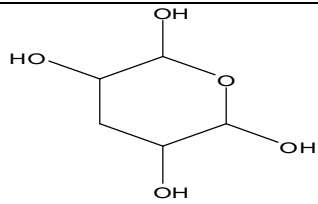
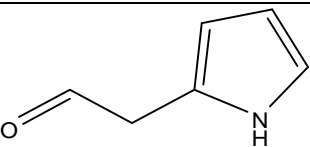
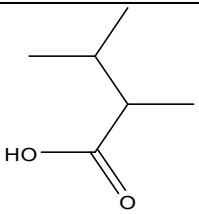
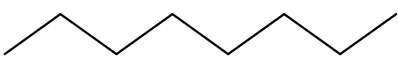
(1*R*,3*R*,5*R*,6*R*,7*S*,*E*)-6-hydroxy-4-(((1*S*,3*R*,5*R*,6*R*,7*S*)-6-hydroxy-8-methyl-3-((*E*)-2-methylbut-2-enoyloxy)-7-(3-methylbutanoyloxy)-8-azabicyclo[3.2.1]octan-2-yl)methylene)-8-methyl-3-((*E*)-2-methylbut-2-enoyloxy)-8-azabicyclo[3.2.1]octane-2,7-diyl bis(2-hydroxy-3-methylbutanoate)

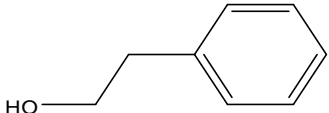
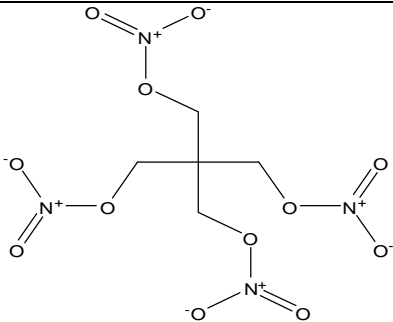
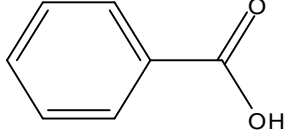
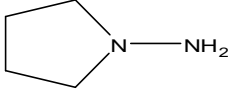
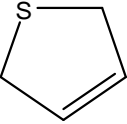
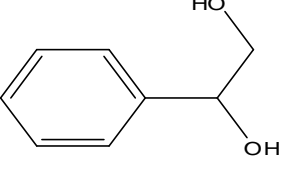
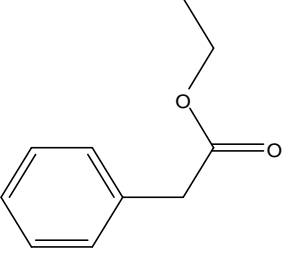
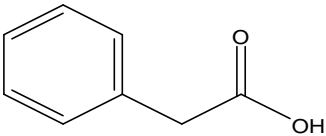
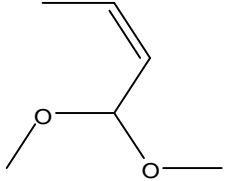
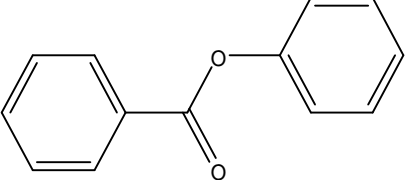
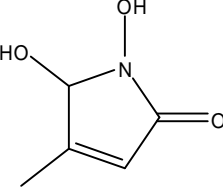
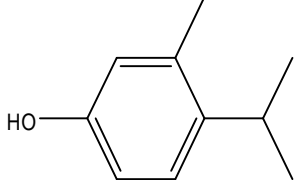
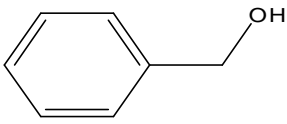
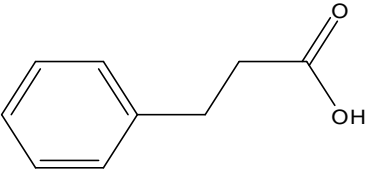
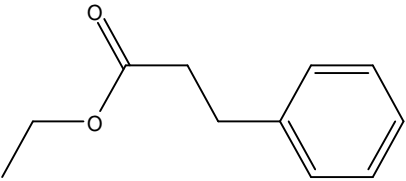
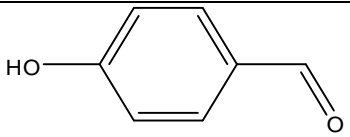
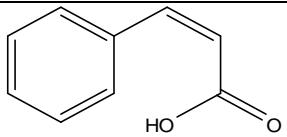
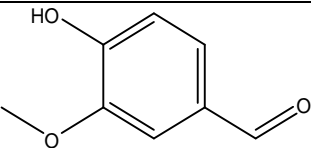
Chemical Formula: $C_{42}H_{64}N_2O_{14}$
 Exact Mass: 820,44

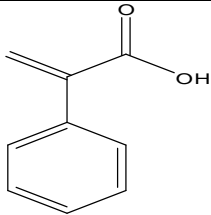
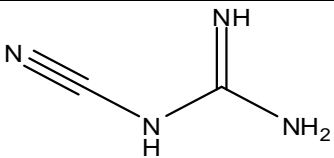
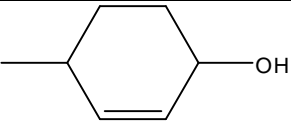
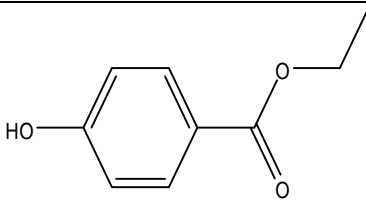
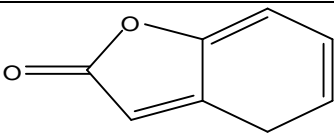
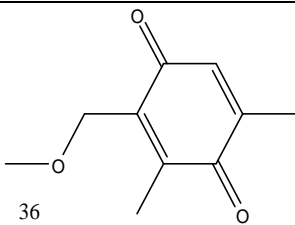
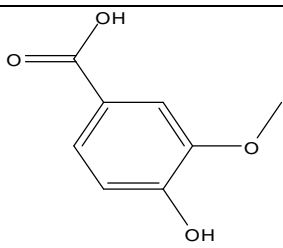
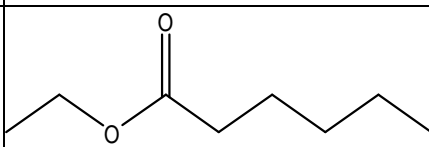
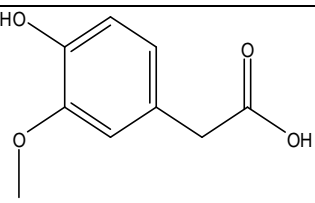
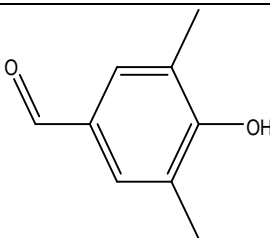
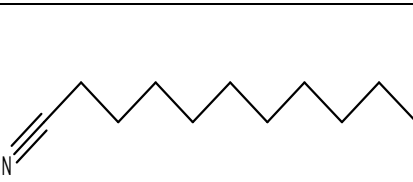
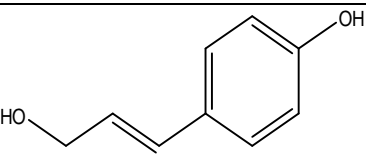
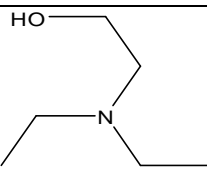
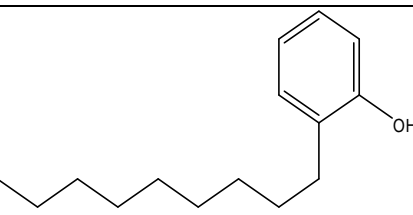
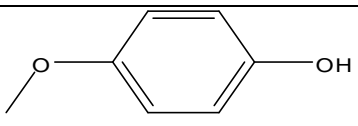
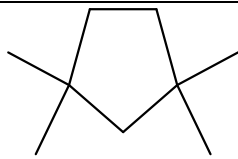
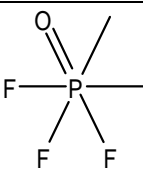
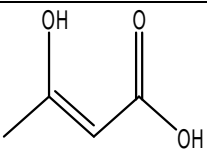


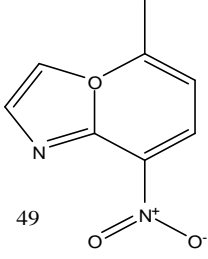
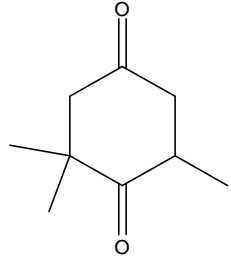
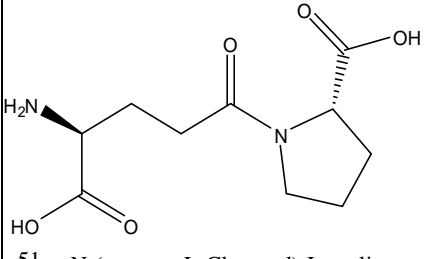

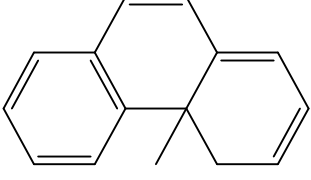


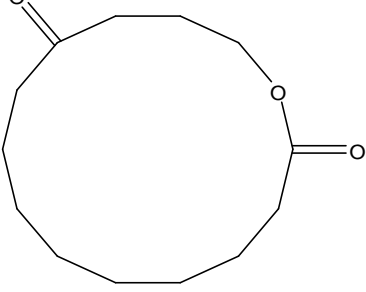
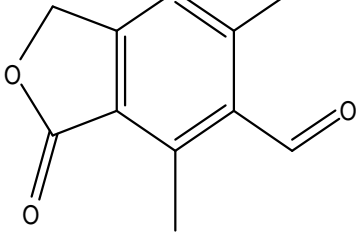


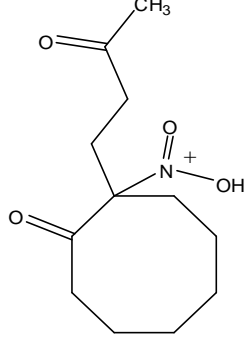
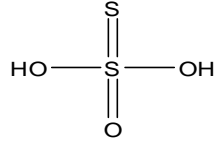
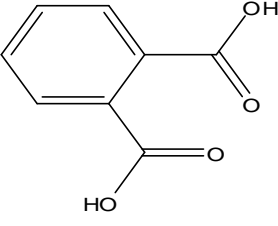

(1*R*,3*R*,5*S*,6*S*,7*R*)-7-hydroxy-8-methyl-3-((*E*)-2-methylbut-2-enoyloxy)-4-(prop-1-en-2-yloxy)-8-azabicyclo[3.2.1]octan-6-yl 3-methylbut-2-enoate
 Chemical Formula: C₂₁H₃₁NO₆
 Exact Mass: 393,22

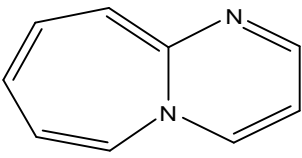
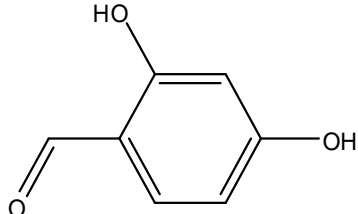
4- تحديد الصيغ الكيميائية 65 مركب تم فصلها من نبات ازهار العنقدة على جهاز الكروماتوغرافيا الغازية مرفقة بجهاز الكتلة (GC-MS).

 1 N ¹ ,N ³ -diethylpropane-1,3-diamine	 2 2,2,3,3-Tetramethyl-1-D1-Aziridine	 3 Ethane ,1,1, 2,2-Tetrachloro-
 4 Furan, Tetrahydro-3-methyl	 5 Benzaldehyde	 6 Hexanoic acid
 7 Pentanoic acid, ethyl ester	 8 Benzenemethanol	 9 Gamma-D2- Tetrahydropyran
 10 Ethanone ,1- (1H-pyrrol-2-yl)	 11 Butanoic acid, 3-methyl, 2-methyl	 12 Octane

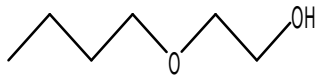
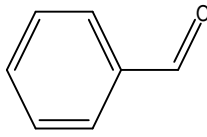
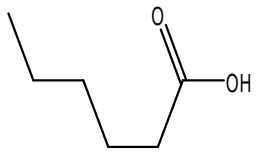
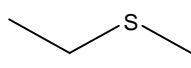
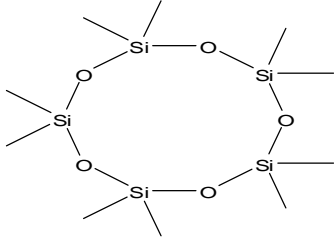
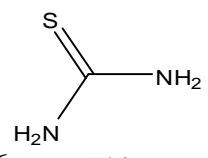
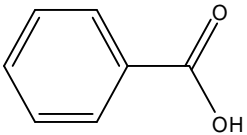
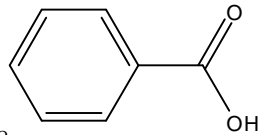
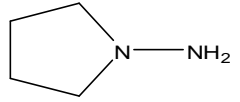
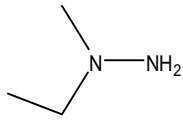
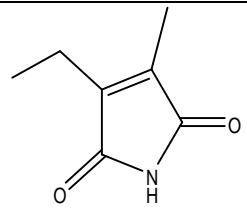
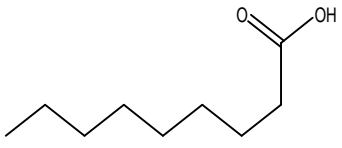
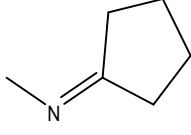
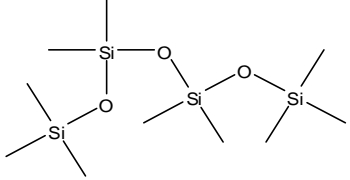
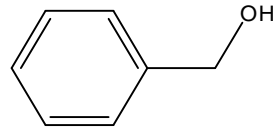
 <p>13 Benzeneethanol</p>	 <p>14 Pentaerythritol, tetranitrate</p>	 <p>15 Benzoic acid</p>
 <p>16 1-Amino-Pyrrolidine</p>	 <p>17 Thiophene, 2,5-dihydro</p>	 <p>18 1, 2-Ethandiol, 1-Phenyl</p>
 <p>19 Benzeneacetic acid, ethyl ester</p>	 <p>20 Benzeneacetic acid</p>	 <p>21 2-Butene, 1, 1-di methoxy</p>
 <p>22 Benzoic acid, phenyl ester</p>	 <p>23 2H -Pyrrol-2-one, 1, 5-dihydro-1- methyl</p>	 <p>24 Phenol, 5- methyl -2-(1-methylethyl)</p>
 <p>25 Benzenemethanol</p>	 <p>26 Benzenepropanoic acid</p>	 <p>27 Ethyl, 3-Phenylpropionate</p>
 <p>28 Benzaldehyde, 4-hydroxy</p>	 <p>29 (Z) - 3-Phenyl-2- Propenoic acid</p>	 <p>30 Benzaldehyde, 4-hydroxy- 3-methoxy</p>

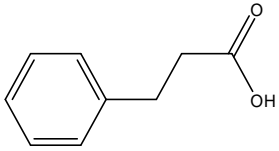
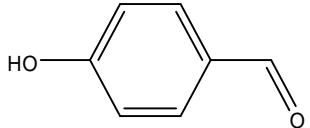
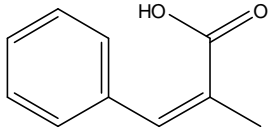
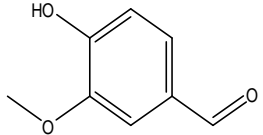
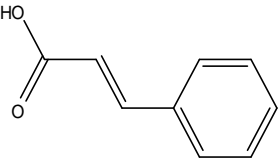
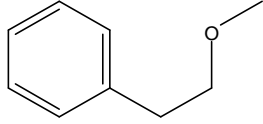
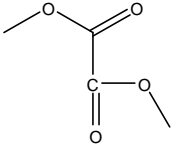
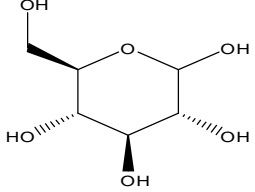
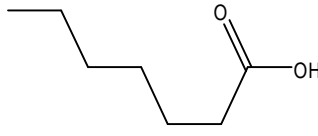
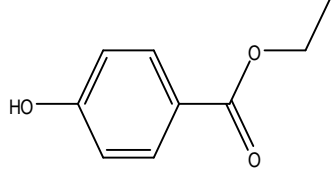
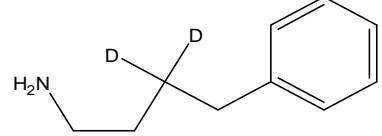
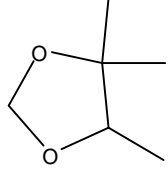
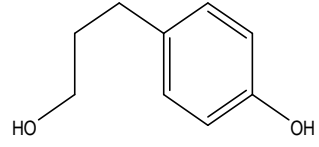
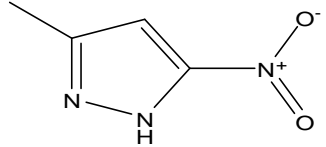
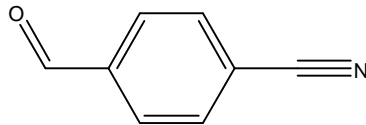
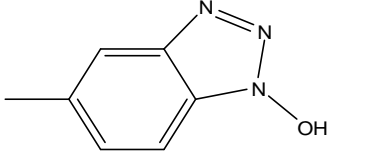
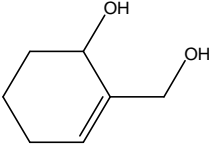
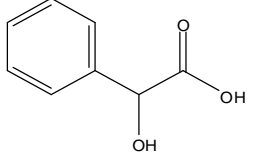
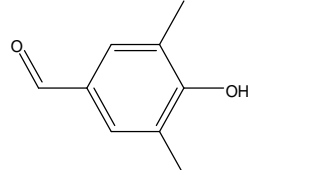
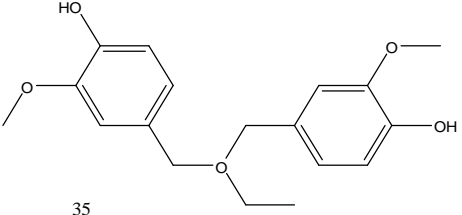
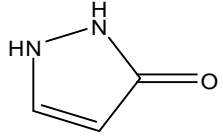
 <p>31 2- Propenoic acid , 3- phenyl</p>	 <p>32 Guanidine, cyano</p>	 <p>33 4-Methylcyclohexa- 2-EN -1-OL</p>
 <p>34 Benzoic acid, 4-hydroxy, ethyl ester</p>	 <p>35 2(4H) -Benzofuranone</p>	 <p>36 2,6-Dimethyl-3-(methoxymethyl)-benzoquinone</p>
 <p>37 Benzoic acid, 4-hydroxy- 3-methoxy</p>	 <p>38 Hexanoic acid, ethyl ester</p>	 <p>39 Benzeneacetic acid, 4-hydroxy- 3-methoxy</p>
 <p>40 Benzaldehyde, 4-hydroxy-3,5-dimethyl</p>	 <p>41 Undecanenitrile</p>	 <p>42 phenol, 4-(3-hydroxy-1- Propenyl)</p>
 <p>43 Ethanol , 2-(diethylamino)-</p>	 <p>44 Nonylphenol</p>	 <p>45 Phenol, 4- methoxy</p>
 <p>46 Cyclopentane ,1,1,3,3-tetramethyl</p>	 <p>47 Phosphine oxide , dimethyl (trifluor)</p>	 <p>48 2-Propenoic acid, 3-(4- hydroxy- 3-methyl)</p>

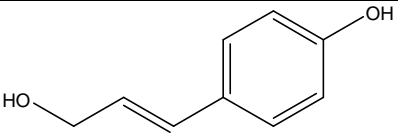
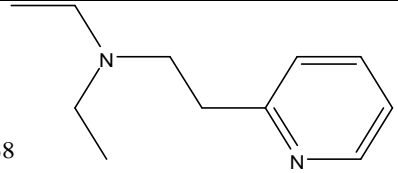
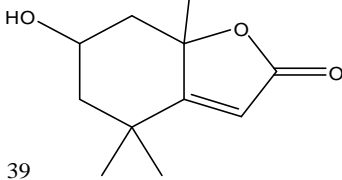
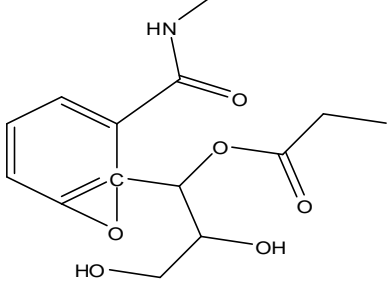
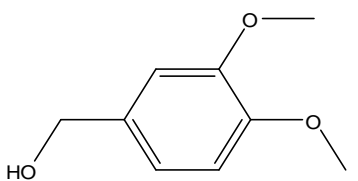
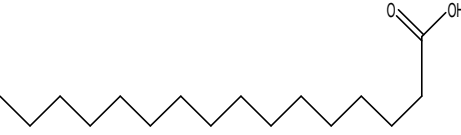
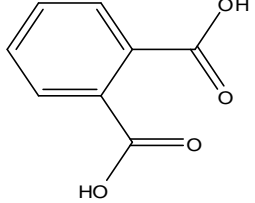
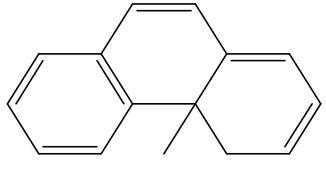
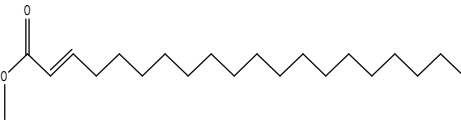

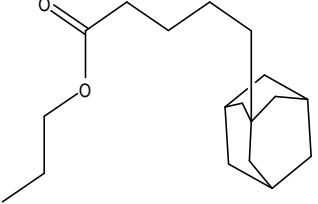
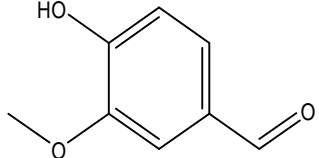
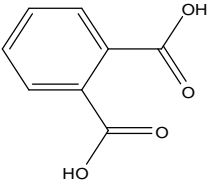
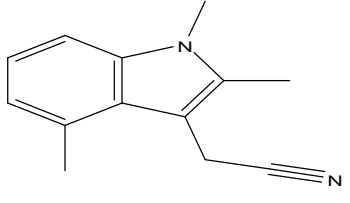
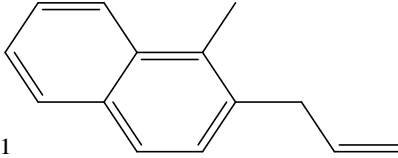
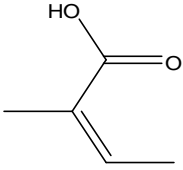
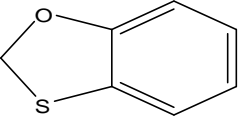
 <p>49 5-methyl-8-nitro-imidazo(1,2-A)pyrane</p>	 <p>50 1,4-Cyclohexanedione , 2, 2, 6-trimethyl</p>	 <p>51 N-(gamma,-L-Glutamyl)-L-proline</p>
 <p>52 Hexadecanoic acid</p>	 <p>53 4a-Methyl-4,4a-dihydrophenanthren</p>	 <p>54 9-Hexadecenoic acid</p>
 <p>55 1-Hexadecanol</p>	 <p>56 Oxacyclotetradecane-2,11-dione</p>	 <p>57 6-Formyl-5,7-dimethylphthalide</p>
 <p>58 9-Octadecenamide</p>	 <p>59 Heneicosane</p>	 <p>60 2-Nitro-2-(3-oxobutyl)cyclooctanone</p>
 <p>61 Thiosulfuric acid</p>	 <p>62 1,2-Benzenedicarboxylic acid</p>	 <p>63 Heneicosane</p>

 <p>64 Pyrimido[1,2-a]azepine</p>	 <p>65 Benzaldehyde, 2, 4-dihydroxy</p>	
--	--	--

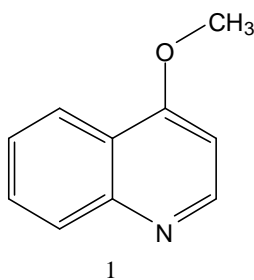
5- تحديد الصيغ الكيميائية 53 مركب تم فصلها من نبات اوراق العنقدة على جهاز الكروماتوغرافيا الغازية مرفقة بجهاز الكتلة (GC-MS).

 <p>1 Ethanol, 2-butoxy</p>	 <p>2 Benzaldehyde</p>	 <p>3 Hexanoic acid</p>
 <p>4 Ethane, (methylthio)-</p>	 <p>5 Cyclopentasiloxane, decamethyl-</p>	 <p>6 Thiourea</p>
 <p>7 Benzoic acid</p>	 <p>8 Benzoic acid</p>	 <p>9 1-Amino-Pyrrolidine</p>
 <p>10 1-AMINO-PYRROLIDINE</p>	 <p>11 3-ethyl-4-methyl-1H-pyrrole-2,5-dione</p>	 <p>12 Nonanoic acid</p>
 <p>13 Methylamine, N-cyclopentylidene</p>	 <p>14 Tetrasiloxane, decamethyl</p>	 <p>15 Benzenemethanol</p>

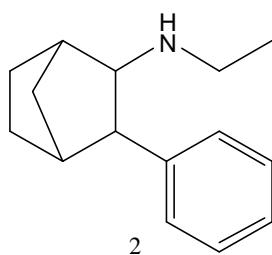
 <p>16 Benzenepropanoic acid</p>	 <p>17 Benzaldehyde, 4-hydroxy</p>	 <p>18 2-Propenoic acid, 3-phenyl-, methyl</p>
 <p>19 Benzaldehyde, 4-hydroxy-3-methoxy</p>	 <p>20 2-Propenoic acid, 3-phenyl</p>	 <p>21 Benzene, (2-methoxyethyl)-</p>
 <p>22 Ethanedioic acid, (trimethyl)</p>	 <p>23 1,6-Anhydro-Beta-D-Glucopyranose</p>	 <p>24 Heptanoic acid</p>
 <p>25 Benzoic acid, 4-hydroxy-, ethyl ester</p>	 <p>26 3,3-Dideuterio-4-Phenylbutylamine</p>	 <p>27 1,3-Dioxolane, 4,4,5-trimethyl</p>
 <p>28 Benzenepropanol, 4-hydroxy</p>	 <p>29 3-Methyl-5-Nitropyrazole</p>	 <p>30 Benzonitrile, 4-formyl</p>
 <p>31 1-Hydroxy-5-Methylbenzotriazole</p>	 <p>32 Cyclohexene-1-methanol, 5-hydrox</p>	 <p>33 Benzeneacetic acid, .alpha.-hydrox</p>
 <p>34 Benzaldehyde, 4-hydroxy-3,5-dimethyl</p>	 <p>35 Ethyl Vanillylether</p>	 <p>36 3H-Pyrazol-3-one, 1,2-dihydro</p>

<p>37</p>  <p>Phenol, 4-(3-hydroxy-1-propenyl)</p>	<p>38</p>  <p>N,N-Diethyl-2-pyridylethylamine</p>	<p>39</p>  <p>(-)-Loliolide</p>
<p>40</p>  <p>Methyl-2-(propinyl)oxybenzamid</p>	<p>41</p>  <p>Benzenemethanol, 3,4-dimethoxy</p>	<p>42</p>  <p>Hexadecanoic acid</p>
<p>43</p>  <p>1,2-Benzenedicarboxylic acid, mono</p>	<p>44</p>  <p>4a-Methyl-4,4a-dihydrophenanthren</p>	<p>45</p>  <p>Eicosenoic acid, methyl ester</p>
<p>46</p>  <p>Octadecanoic acid</p>	<p>47</p>  <p>Tricyclo[3.3.1.1(3,7)]decane-Pentanoic acid, propyl ester</p>	<p>48</p>  <p>Benzaldehyde, 4-hydroxy-3-methoxy</p>
<p>49</p>  <p>Benzenedicarboxylic acid</p>	<p>50</p>  <p>1H-Indole-3-acetonitrile, (trimethyl)</p>	<p>51</p>  <p>2-Allyl-1-methylnaphthalene</p>
<p>52</p>  <p>Propenoic acid, dimethyl</p>	<p>53</p>  <p>1,3-Benzoxathiole</p>	

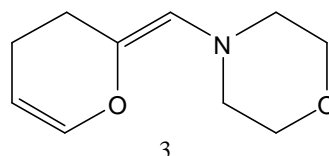
6- تحديد الصيغ الكيميائية 10 قلويدات تم فصلها من نبات النوع الثاني من السدر من مختلف الاعضاء على جهاز كروماتوغرافيا الغازية مرفقة بجهاز الكتلة (GC-MS).



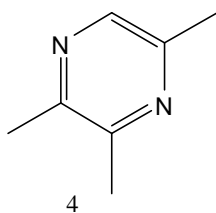
1
4-methoxyquinoline
Chemical Formula: $C_{10}H_9NO$
Exact Mass: 159,07



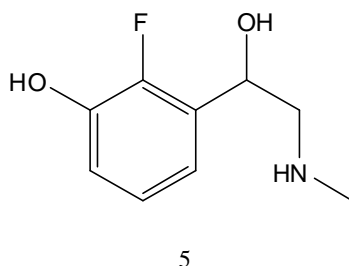
2
N-ethyl-3-phenylbicyclo[2.2.1]heptan-2-amine
Chemical Formula: $C_{15}H_{21}N$
Exact Mass: 215,17



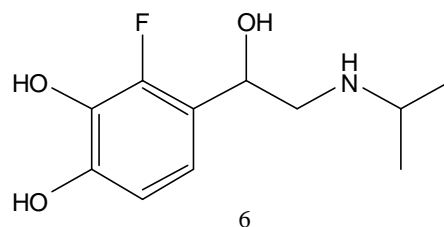
3
(*Z*)-4-((3,4-dihydro-2*H*-pyran-2-ylidene)methyl)morpholine
Chemical Formula: $C_{10}H_{15}NO_2$
Exact Mass: 181,11



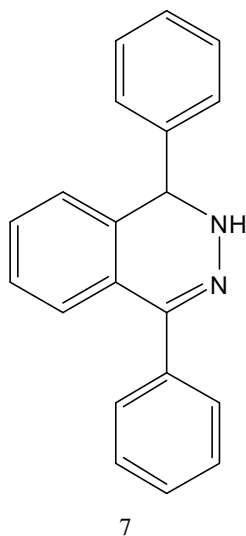
4
2,3,5-trimethylpyrazine
Chemical Formula: $C_7H_{10}N_2$
Exact Mass: 122,08



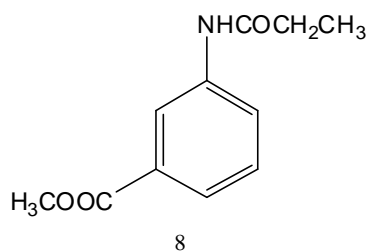
5
2-fluoro-3-(1-hydroxy-2-(methylamino)ethyl)phenol
Chemical Formula: $C_9H_{12}FNO_2$
Exact Mass: 185,09



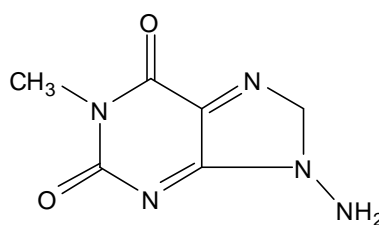
6
3-fluoro-4-(1-hydroxy-2-(isopropylamino)ethyl)benzene-1,2-diol
Chemical Formula: $C_{11}H_{16}FNO_3$
Exact Mass: 229,11



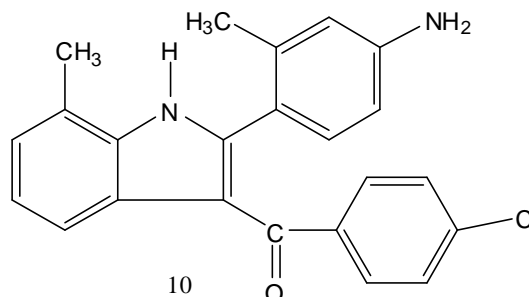
7
1,4-diphenyl-1,2-dihydrophthalazine
Chemical Formula: $C_{20}H_{16}N_2$
Exact Mass: 284,13



8
methyl 3-propionamidobenzoate
Chemical Formula: $C_{11}H_{13}NO_3$
Exact Mass: 207,09



9
9-amino-1-methyl-1*H*-purine-2,6(8*H*,9*H*)-dione
Chemical Formula: $C_6H_7N_5O_2$
Exact Mass: 181,06



10
(2-(4-amino-2-methylphenyl)-7-methyl-1*H*-indol-3-yl)(4-chlorophenyl)methanone
Chemical Formula: $C_{23}H_{19}ClN_2O$
Exact Mass: 374,12

7- في هذه الدراسة كشفت الأهمية الطبية للفلافونيدات الخام المستخرجة من نبات العلندة (*Ephedra alata*) من خلال دراسة الفعالية المضادة للميكروبات لمستخلصات اسيتات اتيل والبيتانول وثنائي كلوروميثان للاوراق والازهار حيث يمنع نمو العصوية الرقيقة ATCC6051 والمكورات العنقودية الذهبية ATCC25923 والعصوية الشمعية ATCC11778 في مستخلصات الأوراق وفعالية ضد معظم أنواع البكتيريا التي شملت الدراسة بالنسبة لمستخلصات الزهو.

8- دراسة الفعالية المضادة للبكتريا لبعض المركبات المفصولة .
لقد تم إجراء الاختبارات البيولوجية على المركبين ZBN(2) والمركب EAN(1) لسلاطات المذكورة وأعطت نتائج جيدة وهي في طور الانجاز النهائى.

9- دراسة الفعالية المضادة للتآكل الفولاذ بواسطة المستخلص الحمضي.
لقد أعطي المستخلص الحمضي لازهار نبات العلندة نتائج جيدة في تثبيط التآكل على المعدن الفولاذ.

الملحق

Full Length Research Paper

Gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) analysis of the crude alkaloid extract of *Ziziphus mauritiana* Lam., grown in Algerian

Elyacout Chebouat¹, Belkhir Dadamoussa¹, Azeddine Kabouche², Messaouda Allaoui¹,
Messaoud Gouamid¹, Abdelkrim cheriti³ and Nouredine Gherraf^{2*}

¹Kasdi Merbah University, Ouargla 30000, Algeria.

²Process Engineering Department, Larbi ben M'hidi University, Oum Elbouaghi 04000, Algeria.

³Phytochemistry and Organic Synthesis Laboratory, University of Bechar, Bechar 08000, Algeria.

Accepted 5 May, 2013

The identification of the crude alkaloid extract of the Algerian *Ziziphus mauritiana* Lam. was carried out using gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) analysis. The identified ten alkaloids seem to be reported for the first time in this plant species.

Key words: Rhamnaceae, alkaloids, gas chromatography-mass spectrometry (GC/MS), *Ziziphus mauritiana*.

INTRODUCTION

Jujube (*Ziziphus* spp.) belongs to the Rhamnaceae family and involves approximately 40 species. Jujube is overspread mainly in tropical and subtropical parts of the world (Mukhtar et al., 2004). *Ziziphus mauritiana* and *Ziziphus jujuba* are cultivated deliberately in many parts of the world for economic purpose. Jujube fruits are consumed fresh dried, and processed (jams, loaf, cakes, jelly, etc.) throughout the world (Pareek, 2002). The jujube fruits exhibit high sugar content and high levels of vitamins A, C and B complexes, in addition to phosphorus and calcium (Pareek, 2002). Fruits, leaves, seeds, roots and bark of jujube have been commonly used as a source of simple remedies in folk medicine (Belford, 1994). Flowers of Chinese jujube have been reported to contain high-quality nectar, and the leaves are consumed as tea (Zhao et al., 2008). Alkaloids, flavonoids, sterols, tannins, saponins, and fatty acids have been detected in many species of the genus *Ziziphus* (Croueour et al., 2002). Some phenolics, such as chlorogenic acid, caffeic acid, catechin, epicatechin

and rutin, were isolated from jujube fruit (Croueour et al., 2002). Phenolics play a major physiological role in fruit, especially in resistance to various stress factors, and in fruit quality. In addition, phenolic compounds have significant levels of antioxidant activity and are free radical scavengers (Li et al., 2005). Moreover, the phytochemicals used in the treatment of diabetes are generally polysaccharides, including mucilages and glycans (Perez et al., 1998).

As far as *Z. mauritiana* is concerned, it was reported that the leaves can be used as healing, hemostatic, antiseptic, stimulant, tonic, anti-diarrhea (Malgras, 1992) and diabetes agents (Yansambou, 2002). Various activities of the plant have been confirmed (Fortin et al., 1997): antiscorbutic, anti-inflammatory, diuretic, emollient, hypotensive and sedative. Some anti-complementary polysaccharides (arabinans) were isolated from the leaves of *Z. mauritiana* (Yamada et al., 1985). Previous phytochemical studies reported that seven cyclopeptide alkaloids were isolated from root

*Corresponding author. E-mail: gherrafn@yahoo.com.

Table 1. Alkaloids of *Ziziphus mauritiana*.

Compound	Found in	[M ⁺] (%)	m/z
4-Methoxyquinoline (1)	Flowers	159.07 (100.0)	159, 160, 161, 144, 129, 116, 89, 63, 28
N-ethyl-3-phenylbicyclo[2.2.1]heptan-2-amine(2)	Roots	215.17 (100.0)	215, 216, 217, 187, 172, 96, 92, 91, 43
(Z)-4-((3,4-dihydro-2H-pyran-2-ylidene)methyl)morpholine (3)	Roots	181.11 (100.0)	181, 182, 153, 113, 69, 56
2,3,5-Trimethylpyrazine (4)	Aerial parts	122.08 (100.0)	122, 123, 124, 81, 54, 39
2-Fluoro-3-(1-hydroxy-2-(methylamino)ethyl)phenol (5)	Flowers	185.09 (100.0)	167, 119, 44
3-Fluoro-4-(1-hydroxy-2-(isopropylamino)ethyl)benzene-1,2-diol(6)	Roots and flowers	229.11 (100.0)	215, 72, 32, 28
1,4-Diphenyl-1,2-dihydrophthalazine (7)	Fruits	284.13 (100.0)	284, 208, 207
Methyl 3-propionamidobenzoate (8)	Fruits	207.09 (100.0)	207, 208, 209, 148, 28
9-Amino-1-methyl-1H-purine-2,6(8H,9H)-dione (9)	Leaves	181.06 (100.0)	181, 182, 183, 153, 113, 69
(2-(4-Amino-2-methylphenyl)-7-methyl-1H-indol-3-yl)(4-chlorophenyl)methanone (10)	Flowers	374.12 (100.0)	374, 376, 181, 165

barks of *Z. mauritiana* (Yamada et al., 1985). Gas-chromatography/mass-spectrometry (GC/MS) proved to be a suitable method to investigate complex mixtures of different alkaloid groups (Kreh et al., 1995). In order to increase the volatility of the alkaloids and make them suitable for GC/MS investigation, the alkaloid mixtures can be silylated before analyses, but the spectra obtained gave limited information (Wink et al., 1983). Much more informative appeared to be the spectra of underivatized alkaloids. There are only a few reports on GC/MS of underivatized alkaloid mixtures from Rhamnaceae plants which showed that the alkaloids retain their characteristic electronic impact mass spectrometry (EIMS) fragmentation pattern under GC/MS conditions (Wink et al., 1983).

In the present report, the alkaloid composition of *Ziziphus mauritiana* plant from South Algeria (Ouargla city) has been carried out using GC/MS analysis of the alkaloid fractions from leaves, flowers, fruits, stump, twigs and roots. To the best of our knowledge no studies have been reported dealing with alkaloid composition of *Ziziphus mauritiana* from Algeria Southern part.

MATERIALS AND METHODS

Plants

Samples of *Z. mauritiana* were collected in September, 2011 from Ouargla Algeria. A voucher specimen was kept at the Herbarium of VPRS Laboratory, University of Ouargla, under the code Number CE 7.

Isolation of the alkaloid fractions

Dry powder plant parts were dampened with a weak base (ammonia 25% NH₄OH) which leads to the liberation of alkaloids from their salts. Then, the samples were extracted with chloroform (3×). After filtration, the organic extracts containing alkaloids and impurities were concentrated in a rotary evaporator, acidified with 3% sulfuric acid to reach a pH of 1 to 2 and defatted with chloroform (3×). After that, the acidic aqueous phase was alkalized with 25% NH₄OH to pH = 9 and the alkaloids were extracted three times with chloroform. The chloroform extracts were combined, dried over anhydrous Na₂SO₄ and then evaporated. The residues obtained were dissolved in methanol and subjected to GC/MS analysis.

GC/MS analysis

The GC/MS were recorded on a Hewlett Packard

5890/MSD 5972A instrument operating in EI mode at 70 eV. A HP5 MS column (30 m × 0.25 mm × 0.25 μm) was used. The temperature program was 80 to 280°C at 10°C min⁻¹ and held for 10 min at 280°C. The injector temperature was 280°C. The flow rate of carrier gas (He) was 0.8 ml min⁻¹. The identification of the alkaloids was confirmed by comparing the mass spectral data with those of authentic compounds and with data obtained from the literature.

RESULTS AND DISCUSSION

We investigated the alkaloid composition of leaves, flowers, fruits, stump, twigs and roots of *Z. mauritiana* so as to highlight the presence of biologically active alkaloids in different tissues and to confirm the traditional use of the plant in folk medicine. Ten compounds were identified and to the best of our knowledge they are reported for the first time in *Z. mauritiana* (Table 1 and Figure 1). Alkaloids are: (1) 4-methoxyquinoline, (2) N-ethyl-3-phenylbicyclo[2.2.1]heptan-2-amine, (3) (Z)-4-((3,4-dihydro-2H-pyran-2-ylidene)methyl)morpholine, (4) 2,3,5-trimethylpyrazine, (5) 2-fluoro-3-(1-hydroxy-

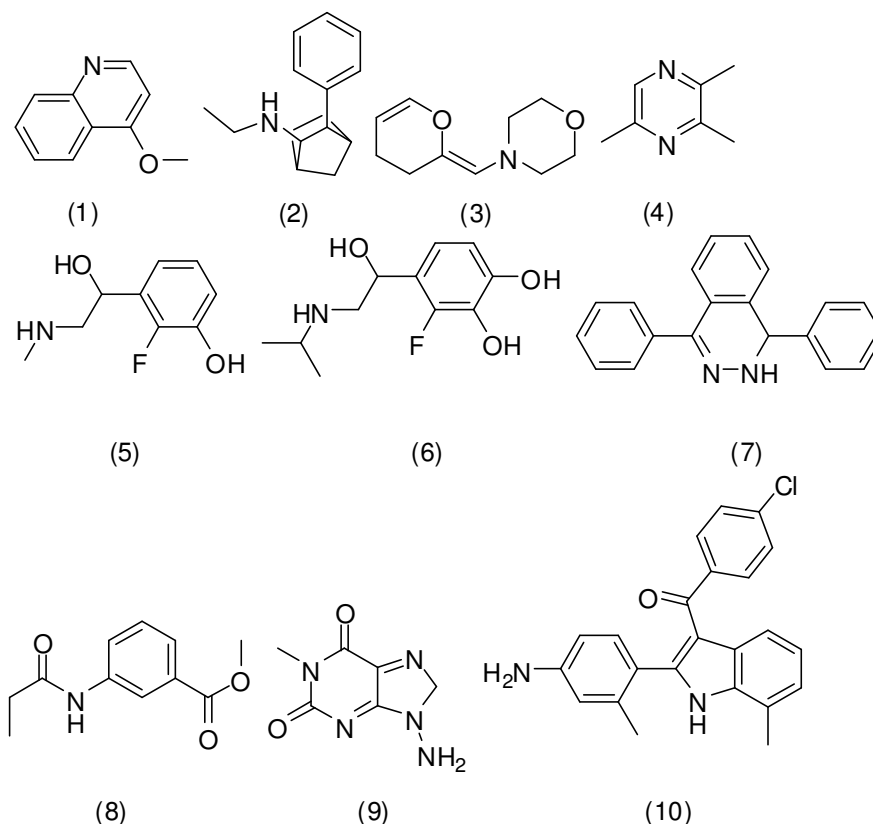


Figure 1. Structures of alkaloids identified in *Ziziphus mauritiana*. Alkaloids were generally present in trace amounts in the alkaloid mixtures extracted from plants and it seems that the most effective method for their identification is GC/MS rather than the ordinary separation. In the study at hand, the crude extract of alkaloids has undergone GC/MS analysis to yield ten alkaloids whose characteristic mass spectral fragmentations are listed in Table I.

2(methylamino)ethyl)phenol, (6) 3-fluoro-4-(1-hydroxy-2-(isopropylamino)ethyl)benzene-1,2diol, (7) 1,4-diphenyl-1,2-dihydrophthalazine, (8) methyl,3-propionamidobenzoate, (9) 9-amino-1-methyl-1H-purine-2,6(8H,9H)-dione, (10) (2-(4-amino-2-methylphenyl)-7-methyl-1H-indol-3-yl)(4-chlorophenyl)methanone.

Conclusion

Taking into account the complexity of the alkaloid fractions is the method of choice for a rapid analysis which requires minimum of plant material and allows the identification of numerous compounds, some of them of pharmacological interest. GC/MS analysis of *Z. mauritiana* alkaloids afforded ten alkaloids which confirm the use of the plant in healing many ailments and incite further investigations seeking natural bioactive products.

REFERENCES

- Belford R (1994). Chinese herbal medicine treatment of chronic hepatitis. *Aust. J. Med. Herbalism* 6(4):94-98.
- Croueour GL, Thepenier P, Richard B, Petermann C, Ghedira K, Zeches-Hanrot M (2002). Lotusine G: a new cyclopeptide alkaloid from *Ziziphus lotus*. *Fitoterapia* 73(1):63-68.
- Fortin D, Lô M, Maynard G (1997). Plantes médicinales du Sahel, série Études et Recherches nos 187-188-189, Enda-Éditions, Dakar p 280.
- Kreh M, Matusch R, Witte L (1995). Capillary gas chromatography-mass spectrometry of Amaryllidaceae alkaloids. *Phytochemistry* 38(3):773-776.
- Li JW, Ding SD, Ding XL (2005). Comparison of antioxidant capacities of extracts from five cultivars of Chinese jujube. *Process Biochem.* 40(11):3607-3613.
- Malgras D (1992). Arbres et arbustes guérisseurs des savanes maliennes, Éditions ACCT, Karthala, Comores p 478.
- Mukhtar HM, Ansari SH, Ali M, Naved T (2004). New compounds from *Ziziphus vulgaris*. *Pharm. Biol.* 42(7):508-511.
- Pareek OP (2002). Ber-ziziphus Mauritania. Available by International centre for underutilized crops (online). Available: <http://www.civil.soton.ac.uk/icuc/cd-icuc-ber-tamarind/content/ber/ber-book-html> via the INTERNET. Accessed 2004 Apr. 6.
- Perez RM, Zavala MA, Perez S, Perez C (1998). *Phytomedicine* 5(1): 55-78.
- Wink M, Witte L, Hartmann T, Theuring C, Volz V (1983). Accumulation of quinolizidine alkaloids in plants and cell suspension cultures: genera *Lupinus*, *Cytisus*, *Baptisia*, *Genista*, *Laburnum*, and *Sophora*. *Planta Med.* 48(4):253-257.

Yamada H, Nagai T, Cyong JC, Otsuka Y, Tomoda M, Schimizu N, Shimada K (1985). Carbohydr. Res. 144:101-111.
Yansambou HB (2002). Étude phytochimique et de l'activité hypoglycémiant de *Ziziphus mauritiana* Lam (Rhamnaceae), thèse en pharmacie, Bamako p 82.

Zhao ZH, Liu MJ, Tu PF (2008). Characterization of water soluble polysaccharides from organs of Chinese jujube (*Ziziphus jujuba* Mill. cv. Dongzao). Eur. Food Res. Technol. 226(5):985-989.



Scholars Research Library

Der Pharmacia Lettre, 2014, 6 (3):27-30
(<http://scholarsresearchlibrary.com/archive.html>)



Assessment of antimicrobial activity of flavonoids extract from *Ephedra alata*

Elyacout Chebouat¹, Belkhir Dadamoussa², Samer Gharabli¹, Nouredine Gherraf^{3*},
Messaouda Allaoui¹, Abdelkrim Cheriti⁴, Adnan Lahham¹ and Amar Zellagui⁵

¹Laboratory School of Applied Medical Sciences German Jordanian University

²Laboratory maintenance of ecosystems in arid and semi-arid University Kasdi Merbah Ouargla

³Laboratoire des Ressources Naturelles et Aménagement des milieux sensibles, Larbi ben M'hidi
University, Oum Elbouaghi, Algeria

⁴Phytochemistry & Organic Synthesis Laboratory, University of Bechar, Bechar

⁵Laboratory of Natural Products and Organic Synthesis Algeria, Department of Chemistry Faculty of
Science University Mentouri, Constantine

ABSTRACT

The study of the antibacterial activity of flavonoid extracts of *Ephedra alata* was carried out on Gram positive and Gram negative pathogenic bacteria. The results exhibited variable susceptibilities of microorganisms for different concentrations of flavonoid extracts. The activity was associated with high concentration. Using plate methods, the extracts of *Ephedra alata* displayed relatively important effects with a variable diameter of growth inhibition zones in most types of bacteria. However no effect was recorded against *Serratia marcescens* ATCC 13880 with butanol extracts of flowers and leaves and ethyl acetate and dichloromethane extracts of leaves as well as with butanol, ethyl acetate, and dichloromethane extracts of leaves against *Enterococcus faecalis* ATCC 29212.

Keywords: *Ephedra alata*, Flavonoids, Ephedraceae, antibacterial activity.

INTRODUCTION

Plants constituted the basis of traditional medicine systems that have been in existence for thousands of years. Such extensive dependence of human being on "Mother Nature" has invoked tremendous interest in the scientific world, which ultimately led to the isolation of a vast number of chemical agents with potentials for multipurpose uses [1]. Plants are sources of bioactive phyto-compounds and they are used directly as therapeutic agents, as well as starting materials for the synthesis of drugs or as models for pharmacologically active compounds. There is a growing interest in the use of natural substances, generally known as bioactive phyto-compounds and antimicrobial agents. This need is prompted by various reasons including inadequate access to drugs, incidents of epidemic drug resistant microorganisms and emergence of hitherto unknown diseases. Antimicrobial resistance is one of the biggest challenges facing global public health [2]. Even though pharmacological industries have produced a number of new antibiotics in the last decades, resistance to these drugs by microorganisms has increased. In general, bacteria have the genetic ability to transmit and acquire resistance to drugs, which are utilized as therapeutic agents. Such a fact is a cause for concern, because of the number of patients in hospitals who have suppressed immunity, and due to new bacterial strains, which are multi-resistant. Consequently, new infections can occur in hospitals resulting in high mortality [3].

Flavonoids are a large group of compounds naturally occurring in lower and higher plants. Flavonoids have been shown to be able to affect various biological functions: capillary permeability, cellular secretary processes involved in the inflammatory response and inhibition of enzymes, receptors and carriers [2]. The inhibitory activities of flavonoids against bacteria and yeast have been investigated by a number of researchers, especially in Latin

America. More than four hundred flavonoids have been identified in plants. Flavonoids are beneficial nutrients for health and a diet for optimal immunity. These nutrients enhance the activity of white blood cells and boost the body's defenses against a broad range of bacterial and viral infections, from urinary tract infections to HIV [3]. Studies have found that the flavonoids in these foods protect against heart disease and cancer [4].

Ephedra, a medicinal plant belonging to the Ephedraceae family, is a genus of non-flowering seed plants belonging to the Gnetales, the closest living relative of the Angiosperms. *Ephedra* has been used for more than 5000 years in Traditional Chinese Medicine to treat allergies, bronchial asthma, chills, colds, coughs, edema, fever, flu, headaches, common cold and nasal congestion and has been a natural product [5,6].

Ephedra species are characterized by alkaloids of the ephedrine series. Their flavonoid constituents include diglycosylflavones, flavonol-3-O-glycosides and proanthocyanidins [2,3]. Among these species, *Ephedra alata* grows wild in the desert and provides extracts used in folk medicine as depurative, hypotensive, Antiasthmatic, sympathomimetic and astringent agents. The branches are chewed for cephalalgia, used in miscarriage and as a bronchodilator [7], antifungal, and antimicrobial [8,9].

Ephedra alata (Flowers and leaves) were collected in Mars, 2011 from Ouargla Algeria.

MATERIALS AND METHODS

Flowers and leaves of *Ephedra alata* (1400 g) were macerated four times with 70% EtOH solution by replacing the solvent every day with fresh solvent. The hydro-alcoholic solutions were concentrated under reduced pressure to dryness and the residue was dissolved in water and kept in cold overnight. After filtration, the aqueous solution was successively extracted with CH₂Cl₂, EtOAc and *n*-BuOH for three times for each solvent, then the CH₂Cl₂, EtOAc and *n*-BuOH extracts were concentrated to dryness [10].

Preparation of the bacterial culture media:

3.7% of Mueller Hinton agar was mixed with hot distilled water and autoclaved at (121°C, 15 Psi, 15 minutes). After autoclaving, it was allowed to cool to 45 -50 °C in a water bath. Then the medium was poured into sterilized petri dishes with a uniform depth of approximately 5 mm [11].

Preparations of plant extract impregnated discs:

Whatman N°1 filter paper was used to prepare discs of 5 mm in diameter. Discs were sterilized by autoclaving and then dried during the autoclaving cycle. They were then impregnated with the extract of the plants dissolved in DMSO [12].

Disc diffusion method:

Disc diffusion method for antimicrobial susceptibility test was carried out according to the standard method by Kirby-Bauer to assess the presence of antimicrobial activities of plant extracts. A bacterial suspension adjusted to 0.5 McFarland standard (1.5×10^8 CFU/ml) was used to inoculate Mueller Hinton agar plates evenly using a sterile swab. The discs impregnated with the plant extracts were placed individually on the Mueller Hinton agar surface with flamed forceps and gently pressed down to ensure contact with the agar surface. The discs were spaced far enough to avoid both reflection waves from the edges of the petri dishes and overlapping rings of inhibition.

The plate was then incubated at 37°C for 18 hours in inverted position to look for zones of inhibition. Zones of inhibitions produced by the sensitive organisms were demarcated by a circular area of clearing around the plant extract impregnated discs.

The diameter of the zone of inhibition through the center of the disc was measured to the nearest millimeter [13] [14].

RESULTS

Results of disc diffusion test (table 1-6) showed that the flavonoids extract of *Ephedra alata*, if properly processed, could be used to treat some stubborn *Bacillus subtilis* ATCC 6051, *Enterococcus faecalis* ATCC 29212, *Staphylococcus aureus* ATCC 25923 and *Bacillus cereus* ATCC 11778 infections with Butanol extract of flowers whereas it is ineffective against *Serratia marcescens* ATCC 13880. Ethyl acetate and dichloromethane extracts of flowers are effective in most types of bacteria. This is in agreement with results reported by of Al-Qarawi *et al* [15].

The Butanol extract of leaves are effective against most the studied species but ineffective against *Serratia*

marcescens ATCC 13880 and *Enterococcus faecalis* ATCC 29212. Ethyl Acetate and Dichloromethane extracts of leaves are effective only against *Bacillus subtilis* ATCC 6051, *Staphylococcus aureus* ATCC 25923 and *Bacillus cereus* ATCC 11778 [15].

Table 1: Diameter of inhibition zone at different extract concentrations: butanol extract of flowers (µg/mL)

Name of cultured Bacteria	Diameter of Inhibition zone (cm)				
	1000	666	500	400	333
<i>Serratia marcescens</i> ATCC 13880	0	0	0	0	0
<i>Pseudomonas aeruginosa</i> ATCC 10145	1,3	0	0,8	0	0
<i>Bacillus subtilis</i> ATCC 6051	-	1	1,3	1,1	0,7
<i>Escherichia coli</i> ATCC 25922	1	0,9	0	0	0
<i>Enterococcus faecalis</i> ATCC 29212	-	0,7	0,9	0	0,6
<i>Staphylococcus aureus</i> ATCC 25923	1	0,9	1,3	0,9	1,5
<i>Bacillus cereus</i> ATCC 11778	1,3	0,8	1	-	1
Methicillin -resistant <i>Staphylococcus aureus</i> (MRSA)ATCC 013300	1,3 (double)	-	-	-	-
<i>Staphylococcus aureus</i> ATCC 29213	1	-	-	-	-

Table 2: Diameter of inhibition zone at different extract concentrations: Ethyl Acetate extract of flowers (µg/mL)

Name of cultured Bacteria	Diameter of Inhibition zone (cm)				
	1000	666	500	400	333
<i>Serratia marcescens</i> ATCC 13880	1	0,7	0,7	0	0
<i>Pseudomonas aeruginosa</i> ATCC 10145	0,9	0,8	0,7	0,8	0,7
<i>Bacillus subtilis</i> ATCC 6051	1,5	1,5	1,5	1,3	1
<i>Escherichia coli</i> ATCC 25922	1	0,9	0,8	0,6	0
<i>Enterococcus faecalis</i> ATCC 29212	1,5	1,2	1,2	1	1,1
<i>Staphylococcus aureus</i> ATCC 25923	1,5	1,3	1,5	1,3	1,3
<i>Bacillus cereus</i> ATCC 11778	1,4	1,2	-	-	-
Methicillin -resistant <i>Staphylococcus aureus</i> (MRSA)ATCC 013300	-	-	-	-	-
<i>Staphylococcus aureus</i> ATCC 29213	-	-	-	-	-

Table 3: Diameter of inhibition zone at different extract concentrations: Dichloromethane extract of flowers (µg/mL)

Name of cultured Bacteria	Diameter of Inhibition zone (cm)			
	1000	666	500	400
<i>Serratia marcescens</i> ATCC 13880	0,7	0,8	0,6	0,8
<i>Pseudomonas aeruginosa</i> ATCC 10145	0,7	0,7	0,7	0,8
<i>Bacillus subtilis</i> ATCC 6051	1,1	1	0,8	1
<i>Escherichia coli</i> ATCC 25922	0,7	0,8	0,6	0,9
<i>Enterococcus faecalis</i> ATCC 29212	0	0,7	0,7	0,7
<i>Staphylococcus aureus</i> ATCC 25923	1,2	0,8	0,9	0,7
<i>Bacillus cereus</i> ATCC 11778	1	-	-	-
Methicillin -resistant <i>Staphylococcus aureus</i> (MRSA)ATCC 013300	-	-	-	-
<i>Staphylococcus aureus</i> ATCC 29213	-	-	-	-

Table 4: Diameter of inhibition zone at different extract concentrations: butanol extract of leaves (µg/mL)

Name of cultured Bacteria	Diameter of Inhibition zone (cm)				
	1000	666	500	400	333
<i>Serratia marcescens</i> ATCC 13880	0	0	0	0	0
<i>Pseudomonas aeruginosa</i> ATCC 10145	0	0	0,7	0	0
<i>Bacillus subtilis</i> ATCC 6051	1,3	1	0,9	0,9	0
<i>Escherichia coli</i> ATCC 25922	0	0	0,8	0	0
<i>Enterococcus faecalis</i> ATCC 29212	0	0	0	0	0
<i>Staphylococcus aureus</i> ATCC 25923	0,7	0,8	0,8	0	0,8
<i>Bacillus cereus</i> ATCC 11778	0,8	-	-	-	-
Methicillin -resistant <i>Staphylococcus aureus</i> (MRSA)ATCC 013300	-	-	-	-	-
<i>Staphylococcus aureus</i> ATCC 29213	-	-	-	-	-

Table 5: Diameter of inhibition zone at different extract concentrations: Ethyl Acetate extract of leaves (µg/mL)

Name of cultured Bacteria	Diameter of Inhibition zone (cm)	
	1000	500
<i>Serratia marcescens</i> ATCC 13880	0	0
<i>Pseudomonas aeruginosa</i> ATCC 10145	0	0
<i>Bacillus subtilis</i> ATCC 6051	1,7	1,6
<i>Escherichia coli</i> ATCC 25922	0	0
<i>Enterococcus faecalis</i> ATCC 29212	0	0
<i>Staphylococcus aureus</i> ATCC 25923	1,2	1,4
<i>Bacillus cereus</i> ATCC 11778	1,2	-

Table 6: inhibition Diameter at different extract concentrations: dichloromethane extract of leaves ($\mu\text{g/mL}$)

Name of cultured Bacteria	Diameter of Inhibition zone (cm)	
	1000	500
<i>Serratia marcescens</i> ATCC 13880	0	0
<i>Pseudomonas aeruginosa</i> ATCC 10145	0.8	0
<i>Bacillus subtilis</i> ATCC 6051	1.2	0
<i>Escherichia coli</i> ATCC 25922	0	0
<i>Enterococcus faecalis</i> ATCC 29212	0	0
<i>Staphylococcus aureus</i> ATCC 25923	1.1	1.1
<i>Bacillus cereus</i> ATCC 11778	1.1	-

DISCUSSION

Many studies pertaining to the use of the plant as therapeutic agents were being carried out, especially those thought to have an effect against antibiotic resistant bacteria. In the present study crude flavonoids of *Ephedra alata* revealed the medical importance of this plant through the antimicrobial potential. The six crude flavonoids extracts averred effective against several bacteria strains because the sites and the number of hydroxyl groups are thought to be related to the toxicity against bacteria. It is thought that the increased increased hydroxylation results in increased toxicity. The antimicrobial properties of plant have been investigated by a number of researchers worldwide. It was documented that leaves extracts (butanol, ethyl acetate, dichloromethane) of this plant, inhibited the growth of *Bacillus subtilis* ATCC 6051, *Staphylococcus aureus* ATCC 25923 and *Bacillus cereus* ATCC 11778. On the other hand the three flowers extracts were reported to be effective against most types of studied bacteria.

REFERENCES

- [1] TP Lalitha and P Jayanthi, *Asian Journal of Plant Science and Research*, **2012**, 2 (2),115-122
- [2] A Bansa, and A Mann, *Journal of Applied Biosciences*, **2008**, 12, 665 -670
- [3] GGF Nascimento1, JLocatelli, PC Freitas, GL Silva, *Braz. J. Microbiol.* **2000**, 31(4) 247-256
- [4] S Rhama and S Madhavan, *International Journal of PharmTech Research*. **2011**, 3(3), 1407-1409.
- [5] A Parsaeimehr, E Sargsyan and K Javidnia . (2010) *Molecules*, **2010** 15(3) 1668-78.
- [6] S Bagheri-Gavkosh , M Bigdeli , M Shams-Ghahfarokhi , M Razzaghi-Abyaneh . *Mycopathologia*. **2009** 168 249-255
- [7] MAM Nawwar, H El-Sissi and H Bar. *Phytochemistry*, **1984** 23(12) 2937-2939
- [8] S Caveney, DA Charlet, H Freitag, M Maier-Stolte, and AN Starratt, *Am J Bot.*, **2001** 88(7) 1199-1208.
- [9] AA Al-Qarawi1, EF Abd Allah, And A Hashem, *Pakistan Journal Of Botany*, **2012** 44 (1) 425
- [10] F Moussaoui, A Zellagui, N Segueni, A Touil and S Rhouati . *Records of Natural Products*, **2010** 4 (1) 91-95 .
- [11] H Ali and S Dixit, *Asian Pacific Journal of Tropical Disease*, **2012** S396-S398.
- [12] A Hussain, S Wahab, I Zarin and MD S Hussain. *Advances in Biological Research*, **2010** 4 (5) 241-248
- [13] D Djenane, J Yangüela, F Derriche, L Bouarab, P Roncales. *Nature & Technologie* **2012** 7 53- 61
- [14] SH Taleb-Contini, M J Salvador, E Watanabe, IY Ito, DCR Oliveira, *Brazilian Journal of Pharmaceutical Sciences*, **2003** 39(4) 403-408.
- [15] AA Al-Qarawi, EF Abd_Allah, and H Abeer, *African Journal of Microbiology Research*, **2011** 5(16) 2297-2303

Short Communication

Inhibition of Mild Steel Corrosion in 1N HCl Medium by Acid Extract of *Ephedra alata*

E. Chebouat¹, B. Dadamoussa¹, N. Gherraf^{2,*}, M. Gouamid¹, M. Allaoui¹, A. Cheriti³, A. Khiari²

¹Laboratory of maintenance of ecosystems in arid and semi-arid, University Kasdi Merbah, Ouargla 30000, Algeria

²Laboratoire des Ressources Naturelles et Aménagement des milieux sensibles, Larbi ben M'hidi university, Oum Elbouaghi,

³Phytochemistry & Organic Synthesis Laboratory, University of Bechar, 08000 Algeria

*E-mail: ngherraf@yahoo.com

Received: 27 July 2013 / Accepted: 29 August 2013 / Published: 25 September 2013

The inhibition action of the acid extract of *Ephedra alata* leaves against corrosion of mild steel in 1N HCl medium was investigated. Experimental measurements including potentiodynamic polarization and impedance studies were performed. The corrosion rate and the inhibition efficiencies of the extract were calculated. The findings show that the extract could serve as an effective inhibitor for the corrosion of mild steel in HCl media. The results reveal that acid extract of *Ephedra alata* leaves could serve as a good corrosion inhibitor of a mixed type with cathodic predominance and having efficiency as high as 86.90 % at a concentration of 1.65 % v/v of the inhibitor.

Keywords: *Ephedra alata*, Corrosion inhibitor, Plant products, Mild steel, acid medium.

1. INTRODUCTION

Mild steel finds application in many industries due to its easy availability, ease of fabrication, low cost and good tensile strength besides various other desirable properties. Nevertheless it is easily vulnerable to corrosion when it comes in contact with acid solutions during acid cleaning, acid transportation, descaling, storage of acids and other chemical processes.

The heavy loss of metal as a result of its contact with acids can be minimized to a great extent by the use of corrosion inhibitors. Inorganic compounds like chromates, phosphates, molybdates and a variety of organic compounds containing heteroatom like nitrogen, sulphur and oxygen can be used as inhibitors.

Pure synthetic chemicals are costly and some of them are not easily biodegradable and their disposal creates pollution problems. Plant extracts are environment friendly, biodegradable, non-toxic, easily available and of potentially low cost. The possible replacement of some expensive chemicals as corrosion inhibitors for metal in acid cleaning process can be done by naturally occurring substances. Natural products of plant origin contain different organic compounds (alkaloids, tannins, amino acids etc.) and most of them are known to have inhibitive action. Caffeine has been used as inhibitor in controlling corrosion of mild steel immersed in an aqueous solution .

Most of the naturally occurring substances are safe and can be extracted by simple procedures. Recent literature is full of researches which test different extracts for corrosion inhibition applications. Many of these naturally occurring substances proved their ability to act as corrosion inhibitors for the corrosion of different metals and alloys in different aggressive media [1-11].

The aim of the present study is to investigate the corrosion inhibition effect of *Ephedra alata* (Alanda) leaves as a cheap and environment friendly corrosion inhibitor for mild steel in 1N HCl medium by polarization measurements and impedance.

2. EXPERIMENTAL

2.1. Sample preparation

Materials used for the study were mild steel sheets of composition (wt %): Mn (0.97), C (0.10), S (0.002), Gr (0.01), and Si (0.12). For electrochemical studies, mild steel strips of 1 cm² surface area were used. Each coupon was degreased by washing with ethanol, dried in acetone and preserved in a desiccator. All reagents used for the study were analytical grade and double distilled water was used for their preparation.

2.2. Choice of acid medium

Acids are widely used in industry, the most important areas of application being acid pickling, industrial acid cleaning, acid descaling and oil well acidizing. HCl is widely used to pickle iron and steel because HCl quickly removes oxide scale and iron rust and filth during acid pickling. Side effects of these processes are corrosion of the substrate metal and atmospheric pollution caused by acid vapor. Inhibitors are generally used in these processes to control the metal dissolution as well as acid consumption.

2.3. Selection of the inhibitor

Use of inhibitors is an important task in the protection of metals from corrosion. Till now the majority of metal corrosion inhibitors used is toxic for human being and environment. The choice of the present inhibitors is based on the following considerations: Less-expensive, Non toxic, eco-friendly

and easy available. For the present study, the acid extract of *Ephedra alata* is used as corrosion inhibitor for mild steel in 1 M HCl.

2.4. Extraction of plant materials

Plant materials were dried in shade so as to enrich the active principles, by reducing their moisture content. The extract was prepared by refluxing 250g of powdered dry flowers in 2L of 1M HCl for 48 h and kept overnight. Then it was filtered and the volume was made up to 1.25 L and this was taken as a stock solution.

2.5. Corrosion Studies

2.5.1. Potentiodynamic polarization measurements

Potentiodynamic polarization studies were carried out using Solartron 1280 B. acidic solution at different inhibitor concentrations was taken in an electrochemical cell. The polished electrode was introduced and placed at 0.750 mV to its open circuit potential. Then the potential was scanned at -0.200 mV/sec towards the anodic direction in Tafel extrapolation. Applied potential vs. current was plotted and on extrapolation of linear portion to the corrosion potential gives the corrosion current. In anodic and cathodic plot, the slope of the linear portion gives Tafel constants 'b_a' and 'b_c' respectively. According to the Stern-Geary equation, the steps of the linear polarization plot are substituted to get corrosion current [12-13].

$$I_{\text{corr}} = (b_a \times b_c) / (2.303 (b_a + b_c) \times R_p)$$

Where: R_p is the polarization resistance.

- *Determination of inhibition efficiency By Tafel method*

$$I.E (\%) = [(I_{\text{corr}} - I_{\text{corr}}(1)) / I_{\text{corr}}] \times 100$$

Where: I_{corr} is corrosion current without inhibitor

I_{corr}(1) is corrosion current with inhibitor.

- *By LPR (Linear Polarization Resistance) method*

$$I.E (\%) = [(R_p(\text{inh}) - R_p(\text{blank}))] / [R_p(\text{inh})] \times 100$$

where, R_p(inh) is the polarization resistance in the presence of inhibitor.

R_p(blank) is the polarization resistance in the absence of inhibitor.

2.5.2. Impedance measurements

The electrochemical AC-impedance measurements were performed using a solatron-electrochemical analyzer (Model 1280). Experiments were carried out in a conventional three-electrode cell assembly such as that used for potentiodynamic polarization studies. The working electrode was carbon steel specimen of 1 cm² in area exposed and the rest was covered with red lacquer. A rectangular Pt foil is used as a counter electrode. A sine wave with amplitude of 10 mV was superimposed on the steady open circuit potential. The real part (Z_0) and the imaginary part (Z_{00}) were measured at various frequencies in the range of 100 kHz to 10 MHz. A plot of Z_0 vs Z_{00} was made. From the plot, the charge transfer resistance (R_t) were calculated and the double layer capacitance (C_{dl}) was then evaluated using the equation,

$$C_{dl} = \frac{1}{2\pi f_{max} R_t}$$

where R_t is charge transfer resistance and C_{dl} is double layer capacitance. The experiments were carried out in the absence and presence of different concentrations of inhibitors. The percentage of inhibition efficiency was calculated using the equation,

$$IE(\%) = (R_t^* - R_t) / R_t^* \times 100$$

where R_t^* and R_t are the charge transfer resistance in the presence and absence of inhibitors, respectively.

3. RESULTS AND DISCUSSION

3.1. Potentiodynamic polarization results

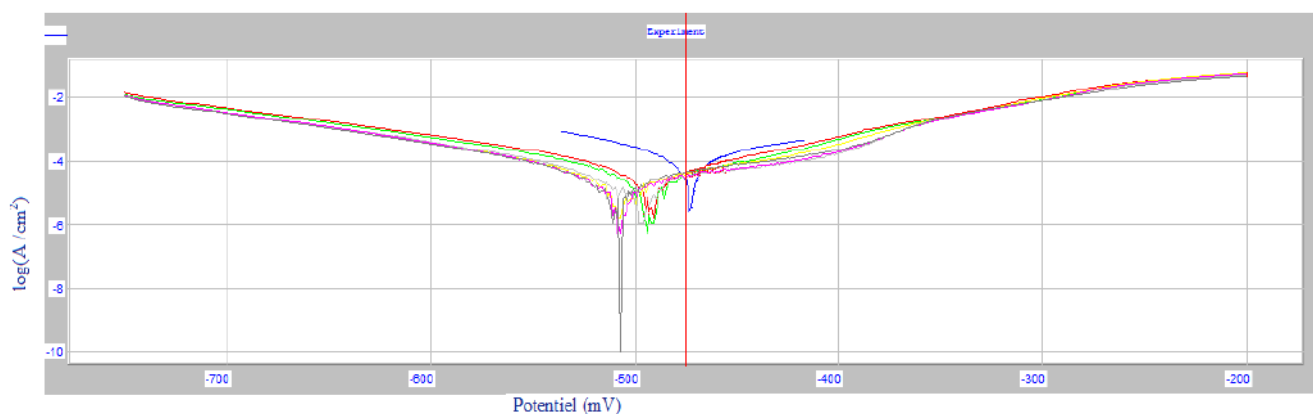


Figure 1. Potentiodynamic polarization for mild steel in 1 N HCl solution in the absence and presence of different concentrations of *Ephedra alata* extract, (1) blank; (2) 0.25 (% in v/v); (3) 0.50 (% in v/v); (4) 1.00 (% v/v) (5) 1.65 (% in v/v); (6) 1.75 (% in v/v) ; (7) 2.00 (% in v/v)

The various electrochemical parameters calculated from Tafel plot (Figure1) are given in Table 1.

The lower corrosion current density (I_{corr}) values in the presence of inhibitors without causing significant changes in corrosion potential (E_{corr})(475.30-512.00mV) suggests that the compound is cathodic type inhibitor and are adsorbed on the surface thereby blocking the corrosion reaction. In all concentrations b_a is greater than b_c suggesting that though the inhibition is under cathodic control, the effect of the inhibitor on the cathodic polarization is more pronounced than on the anodic polarization.

Similar studies have been carried out by our group on some local plant species and revealed moderate corrosion inhibition effect. In this context the inhibitive effect of extracts of *Cotula cinerae*, *Retama retam* and *Artemisia herba alba* plants on the corrosion of X52 mild steel in aqueous 20 % (2.3 M) sulfuric acid was investigated. Weight-loss determinations and electrochemical measurements were performed. Polarization curves indicated that the plant extracts behave as mixed-type inhibitors. The inhibition efficiencies of the extracts were ranging between 84% and 88% [14].

Moreover, the aqueous extract of *Zygodhylum album*. L revealed that it can be used as corrosion inhibitor of steel in acidic medium at room temperature and at a concentration of 1400 ppm to reach an inhibition rate around 98% [15-16].

Table 1. Electrochemical parameters for mild steel in 1M HCl containing extract.

Concentration of Inhibitor % v/v	E_{corr} mV	I_{corr} $\mu\text{A}/\text{cm}^2$	b_a mV/dec	b_c mV/dec	R_p Ohm / cm^2	% Inhibitor Efficiency Tafel	Linear
Blank	-475.3	116.8214	87.6	-69.0	106.79	-	-
0.25	-495.1	35.2396	77.4	-69.2	371.01	69.83	71.21
0.50	-495.3	29.5379	90.3	-72.2	537.82	74.71	80.14
1.00	-509.6	28.6616	123.2	-78.8	661.91	75.46	83.86
1.65	-499.8	15.3053	60.5	-60.2	720.12	86.898	85.17
1.75	-509.9	25.0670	164.6	-73.0	711.36	78.54	84.98
2.00	-512.0	32.5392	156.4	-85.0	692.71	72.14	84.58

3.2. Electrochemical impedance spectroscopy results

The corrosion behavior of mild steel in 1 N HCl in the absence and presence of *Ephedra alata* extract was also investigated by EIS method. Impedance measurements were studied to evaluate the charge transfer resistance (R_t) and double layer capacitance (C_{dl}) and through these parameters the inhibition efficiency was calculated. Figure 2 shows the impedance diagrams for mild steel in 1 N HCl with different concentrations of *Ephedra alata* extract and the impedance parameters derived from these investigations are given in Table 2.

Table 2. Impedance parameters for the corrosion of mild steel in 1N HCl containing different concentrations.

S. No	Concentration of Inhibitor % v/v	χ_{dl} μ farads	R_{ct} ohms ²	% Inhibitor Efficiency Tafel	Linear
1	Blank	714.90	55.65	-	-
2	0.25	578.70	69.09		19.45
3	0.50	462.60	139.10		59.99
4	1.00	357.30	144.70		61.54
5	1.65	405.70	247.90		77.55
6	1.75	370.20	284.40		80.43
7	2.00	327.30	239.10		83.98

Phyto-constituents in the flowers of *Ephedra alata* contain alkaloids and flavonoids. Due to the presence of these heterocyclic compounds adsorption of the plant constituents on the metal surface is facilitated. Inhibition efficiency could be explained due to the adsorption of these compounds on the metal surface thereby blocking the surface and protecting the metal from the aggressive environment.

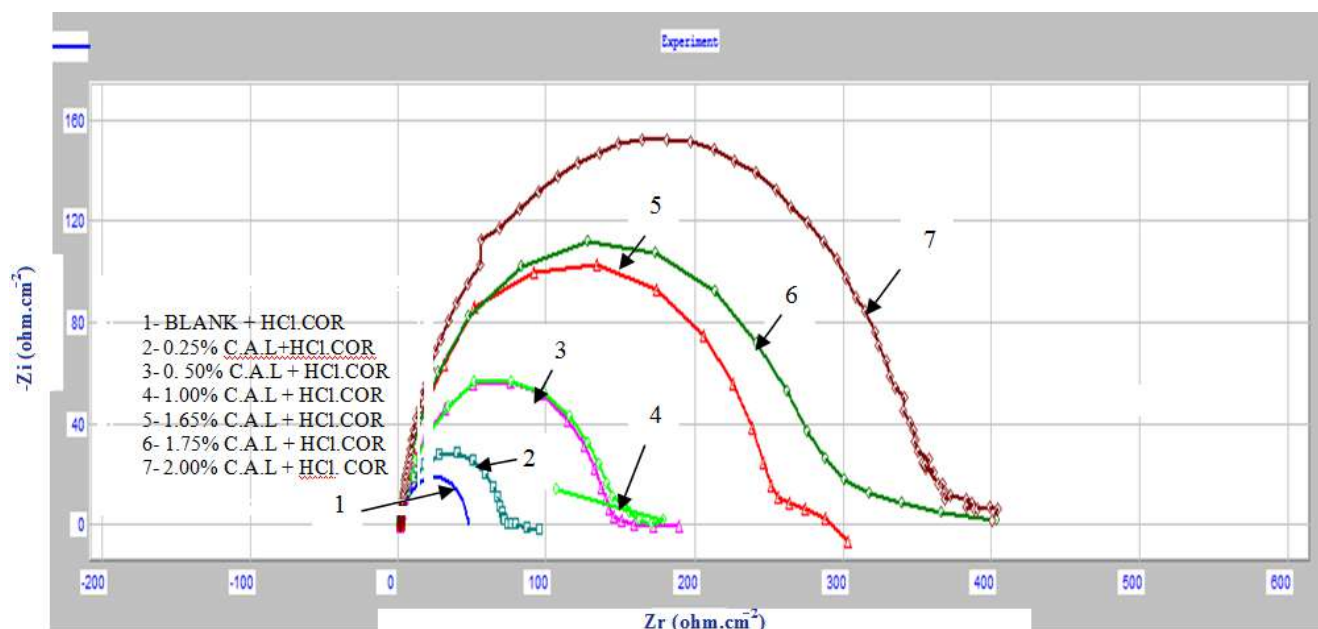


Figure 2. Impedance parameters for mild steel in 1 N HCl solution in the absence and presence of different concentrations of *Ephedra alata* extract, (1) blank ; (2) 0.25 (% in v/v) ; (3) 0.50 (% in v/v) ; (4) 1.00 (% v/v) (5) 1.65 (% in v/v) ; (6) 1.75 (% in v/v) ; (7) 2.00 (% in v/v) .

4. CONCLUSION

Acid extract of *Ephedra alata* flowers acts as a good corrosion inhibitor for mild steel in 1N HCl medium . Inhibition efficiency increases with inhibitor concentration and maximum inhibition efficiency was 86.90 % at the inhibitor concentration 1.65 % v/v. Corrosion inhibition may be due to

the adsorption of the plant constituents on the mild steel surface. Polarization studies indicate the inhibitor to be of a cathodic type.

References

1. R. Saratha. and V.G. Vasudha, *J Appl Chemistry.*, 6(4), (2009) 1003-1008.
2. M. A. Quraishi and H. K. Sharma, *J Appl Electrochem.*, , 35(1), (2005) 33-39.
3. A. Ashassi-Sorkhabi, B. Shaabani and D. Seifzadeh, *Appl Surf Sci.*, 239(2), (2005)154-164.
4. M. Bouklah, A. Ouassini, B. Hammouti and A. El Idrissi, *Appl Surf Sci.*, 252(6), (2006) 2178-2185.
5. E. E. Oguzie, B. N. Okolue, E. E. Ebenso, G. N. Onuoha and A. I. Onuchukwu, *Mater Chem Phy.*, 87(2-3), (2004) 394-401.
6. S. A. Ali, M. T. Saeed and S. U. Rahman, *Corros Sci.*, 45(2), (2003) 253-266.
7. M. Kalpana and G. N. Mehta, *Trans SAEST*, 38(10), (2003) 40-42.
8. H. Al-Sehaibani, *Mater Wissen Werkst Tech.*, 31(12), (2000) 1060-1063.
9. A. Y. El-Etre, M. Abdallah and Z. E. El-Tantawy, *Corros Sci.*, 47(2), (2005) 385-395.
10. A. Y. El-Etre, *J Colloid Interface Sci.*, 314(2),(2007) 578-583.
11. M. Allaoui, A. Cheriti, N. Gherraf, E. Chebouat, B. Dadamoussa, R. Salhi, *Int. J. Electrochem. Sci.*, 8 (2013) 9429- 9434.
12. J. Rosaline Vimala, A. Leema Rose, S. Raja, *Int. J. of ChemTech Res.*, 4 (3), (2011) 1791-1801.
13. M. Lebrini, F. Robert, C. Roos, *Int. J. Electrochem. Sci.*, 6 (2011) 847 – 859
14. M. Dakmouche, S. Ladjel, N. Gherraf, M. Saidi, M. Hadjaj And M. R. Ouahrani, *Asian Journal of Chemistry*, 21(8) (2009) 6176-6180
15. N. gherraf, T.Y. Namoussa; S. Ladjel, M. R. Ouahrani, R. Salhi, A. Belmnine, S. Hameurlain and B. Labed, *American- Eurasian Journal of Sustainable Agriculture*, 3(4) (2009) 781-783
16. A.S.Fouda, A.M.Eldesoky, M.A.Elmosri, T.A.Fayed and M.F.Atia, *Int. J. Electrochem. Sci.*, 8 (2013) 10219 - 10238

Acid content of the dichloromethane extract of *Ephedra alata* leaves

Elyacout CHEBOUAT ^{a,c,*}, Belkhir DADAMOUSA ^{a,b}, Samer GHARABLI ^c,
Noureddine GHERRAF ^d, Messaouda ALLAOUI ^a and Abdelkrim CHERITI ^e.

^a Univ Ouargla, Fac. des Mathématiques et des Sciences de la Matière,
Dépt. de Chimie, Ouargla 30 000, Algeria

^b Univ Ouargla, Fac. des sciences de la nature et de la vie,

Lab. Protection des écosystèmes en zones arides et semi-arides, Ouargla 30 000, Algeria

^c Laboratory School of Applied Medical Sciences, German Jordanian University, Jordan

^d Laboratoire des Ressources Naturelles et Aménagement des milieux sensibles, Larbi Ben M'hidi
university, Oum Elbouaghi, 04000, Algeria.

^e Phytochemistry & Organic Synthesis Laboratory
University of Bechar, Bechar 08000, Algeria

*Email : ch.elyacout@univ-ouargla.dz

ملخص: لقد تمّ دراسة الأحماض الموجودة في أوراق العنّدة التي تنمو في الصحراء الجزائرية بواسطة كروماتوغرافيا الغاز مطياف الكتلة وقد تمّ تحديد أربعة عشر حمض في مستخلص ثنائي كلوروميثان من العنّدة فكانت الأحماض الرئيسية: (GC-MS): 2-حمض البروبانويك (18.19%) , حمض البنزويك (7.60%) , مثيل-3-بنزيل-2-حمض البروبانويك (2.17%) , حمض البنزويك (1.43%) , حمض البنزويك (1.41%) , حمض البنزويك (1.21%) , حمض البنزويك (1.17%) et حمض البنزويك (1.15%).

RÉSUMÉ : Le contenu d'acides des feuilles de *alata d'éphèdre* accroissant dans le désert algérien a été étudié par chromatographie gazeuse/spectrométrie de masse. Quatorze acides ont été identifiés dans l'extract de dichlorométhane. Les acides principaux étaient : acide 3-phenyl 2-Propenoique, (18.19%), acide benzoïque (7.60%), acide 1-3-phenyl-methy 2-Propenoique,-, (2.17%), acide alpha-hydrox, benzène -acétique, (1.43%) , acide diis 1.2- benzène -dicarboxylique (1.41%) , acide Hexadecanoïque -(1.21%) , acide éthyl ester 4-hydroxy -benzoïque, -, (1.17%) et acide benzène - propanoïque (1.15%).

MOTS-CLÉS: *Ephedra alata*; Ephedraceae; Dichloromethane; GC-MS; acides.

ABSTRACT: The acids profile of the leaves of *Ephedra alata* growing in Algerian desert was studied by capillary gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS). Fourteen acids were identified in the Dichloromethane extract. The main acids were: 2-Propenoic acid, 3-phenyl (18.19%), Benzoic acid (7.60%), 2-Propenoic acid, 3-phenyl-, methyl (2.17%), Benzene-acetic acid, .alpha-hydrox (1.43%) , Benzene-dicarboxylic acid, diis 1.2- (1.41%) , Hexadecanoic -acid (1.21%) , Benzoic acid, 4-hydroxy-, ethyl ester (1.17%) and Benzene-propanoic acid (1.15%).

KEYWORDS: *Ephedra alata*; Ephedraceae; Dichloromethane; GC-MS; acids.

1. Introduction

Ephedra is the only genus in the Ephedraceae family. It comprises 50–65 species. It is widely distributed in temperate areas of Eurasia, northern Africa, southwestern North America, and western South America. Generally, it is often abundant in dry and open habitats such as deserts, rocky slopes, grasslands, and maritime areas with a Mediterranean climate. *Ephedra* is famous for its long history of medicinal use due particularly to the presence in many alkaloids such as ephedrine. The medical use of *Ephedra* dates back to at least 2700 B.C., when the Chinese used (*Ephedra sinica* Stapf) to treat asthma, cough, and bronchitis [1-3].

Ephedra alata is a perennial shrub, stiff, yellow-green, densely branched, 40–100 cm tall and often wider than high [4]. The *Ephedra* plant is strongly aromatic, with a bitter taste. The dried stem is the part of the shrub generally used for its therapeutic effects. It is available in bulk herb, capsules, and hydro-alcoholic extract and is often found in weight loss and energy formulas. *Ephedra* is approved for diseases of the respiratory tract with mild broncho-spasms. It is commonly used as a bronchodilator and anti-asthmatic. It has been used in traditional Chinese medicine for 5,000 years

to treat allergies, bronchial asthma, chills, colds, coughs, edema, fever, flu, headaches, and nasal congestion. *Ephedra* has been used as a natural product source of many constituents including: alkaloids, tannins, saponins, proanthocyanidins, phenolic acids, flavonoids and essential oils. Plants-derived polyphenols are of great importance for their potential antioxidant and antimicrobial properties [5-6].

2. Experimental

2.1. Plant material

The leaves of *Ephedra alata* were collected in Mars 2011 from Ouargla outskirts, Algeria. The plant is identified by Pr.Chahma Abdelmadjid and dried under shade before being grounded.

2.2. Extraction

400 g of the leaves of *Ephedra alata* were macerated four times for 24 hours with 70% EtOH solution. The hydro-alcoholic solutions were concentrated under reduced pressure and the residue was dissolved in water and kept in a cold place overnight. After filtration, the aqueous solution was successively extracted with CH₂Cl₂, EtOAc and *n*-BuOH for three times for each solvent, then the extracts were concentrated. The residues obtained by CH₂Cl₂ were dissolved in Hexane and subjected to GC/MS analysis [7].

2.3. Gas Chromatography-Mass Spectrometry

The Dichloromethane extract was dissolved in Hexane and injected into a GC-MS apparatus (Hewlett Packard Model 5890 series) equipped with a mass selective detector (mass HP 5972). Experimental conditions for capillary GC-MS analysis were developed under the following conditions. Capillary column HP5-MS, 30 m x 0.32 mm (i.d.), detector temperature 300°C, injector temperature 280 °C .

3. Results and Discussion

We analyzed the Dichloromethane composition of leaves from *Ephedra alata*. 14 compounds were identified namely: Hexanoic acid (**1**), Benzoic acid (**2**), Nonanoic acid (**3**), Benzenepropanoic acid (**4**), 3-phenyl-methyl, 2-Propenoic acid (**5**), 3-phenyl, 2-Propenoic acid, (**6**), bis(trimethylsil), ethanedioic acid, (**7**), ethyl ester, 4-hydroxy-Benzoic acid (**8**), Benzeneacetic acid, alphahydrox (**9**), Hexadecanoic acid (**10**), Benzenedicarboxylic acid, mono (**11**), Eicosenoic acid, methyl ester (**12**), Octadecanoic acid (**13**), 1,2- Benzenedicarboxylic acid, diis (**14**) (Table.1, Fig .1). The results revealed that the plant is not only famous for its alkaloids but it involves many other important constituents which may be useful in curing diseases after being tested biologically.

Table 1: The acids of *Ephedra alata*

N°	compound	T _R	Area%	Ratio %
1	Hexanoic acid	5.71	0.91	4.991
2	Benzoic acid	7.83	7.60	41.790
3	Nonanoic acid	8.65	0.72	3.932
4	Benzenepropanoic acid	9.56	1.15	6.321
5	2-Propenoic acid, 3-phenyl-, methyl	10.19	2.17	11.918
6	2-Propenoic acid, 3-phenyl	11.12	18.19	100.000
7	Ethanedioic acid, bis(trimethylsil)	11.61	0.71	3.923
8	Benzoic acid, 4-hydroxy-, ethyl ester	12.33	1.17	6.437
9	Benzeneacetic acid, .alpha.-hydroxy	14.55	1.43	7.849
10	Hexadecanoic acid	20.27	1.21	6.654
11	Benzenedicarboxylic acid, mono	20.37	0.52	2.865
12	Eicosenoic acid, methyl ester	23.60	0.76	4.182
13	Octadecanoic acid	24.00	0.68	3.728
14	1,2-Benzenedicarboxylic acid, diis	31.17	1.41	7.755

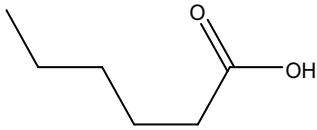
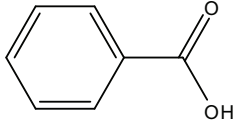
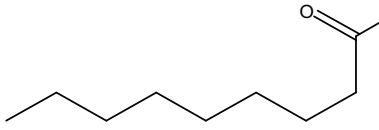
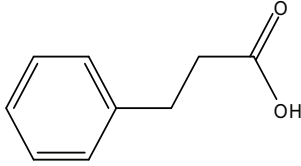
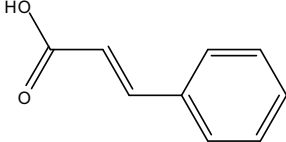
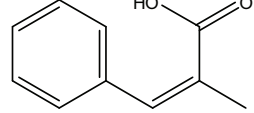
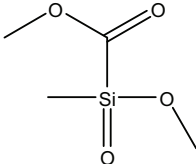
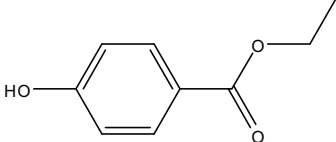
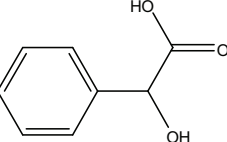

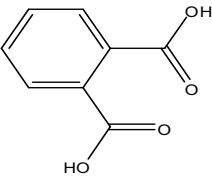
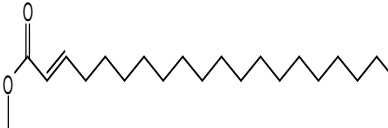

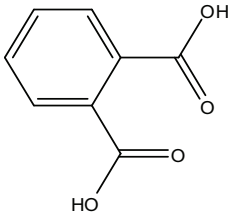
 <p>Hexanoic acid</p>	 <p>Benzoic acid</p>	 <p>Nonanoic acid</p>
 <p>Benzenepropanoic acid</p>	 <p>2-Propenoic acid, 3-phenyl</p>	 <p>2-Propenoic acid, 3-phenyl-, methyl</p>
 <p>Ethanedioic acid, (trimethylsil)</p>	 <p>Benzoic acid, 4-hydroxy-, ethyl ester</p>	 <p>Benzeneacetic acid, .alpha.-hydroxy</p>
 <p>Heptanoic acid</p>	 <p>Benzenedicarboxylic acid, mono</p>	 <p>Eicosenoic acid, methyl ester</p>
 <p>Octadecanoic acid</p>	 <p>Benzenedicarboxylic acid,</p>	

Fig .1: The acids of *Ephedra alata*

4. Conclusion

The aim of the present study was to investigate the acids profile of *Ephedra alata* by GC-MS. From this analysis, it has been revealed that the Dichloromethane extract of *Ephedra alata* involves 14 different acids.

References

- [1] Huang J., Giannasi D.E., Price R.A.; *Mol Phylogenet Evol.* **35** 48-59 (2005).
- [2] Abdel-Kader M.S., Kassem F.F., and Abdallah R.M.; *Natural Product Sciences* **9(2)** 1-4 (2003).
- [3] Hegazi G.A. and El-Lamey T.M.; *Am Eurasian J Agric Environ Sci.* **11(1)** 19-25 (2011).
- [4] Al-Taisan W.A., Al-Qarawi A.A., Alsubiee M.S.; *Saudi J Biol Sci.* **17** 253-257 (2010).
- [5] Nawwar M.A.M., EL-SISSI H. and Barakat H.H.; *Phytochemistry* **23(12)** 2937-2939 (1984).
- [6] Hegazi G.A. and El-Lamey T.M.; *J. Appl. Environ. Biol. Sci.* **1(8)** 158-163 (2011).
- [7] Moussaoui F., Zellagui A., Segueni N., Toui A. and Rhouati S.; *Rec. Nat. Prod.* **4(1)** 91-95 (2010).