



جامعة قاصدي مرباح ورقلة

كلية الرياضيات وعلوم المادة

قسم الكيمياء

رسالة محاضرة لنيل شهادة دكتوراه علوم

تخصص : تحضير عضوي و فيتوكيمياء

من اعداد : محمد الازهرقادري

تحت عنوان :

مساهمة في دراسة المستخلصات العضوية والمائية لنبات  
*Chrysanthemum fuscatum Desf* وتطبيقاته في الفعالية  
البيولوجية وتثبيط التآكل في الاوساط الحامضية

نوقشت يوم: 2022 /12/15

أمام لجنة المناقشة المكونة من :

رئيساً	جامعة قاصدي مرباح ورقلة	أستاذ تعليم عالي	مسعودة دقموش
مناقشاً	جامعة قاصدي مرباح ورقلة	أستاذ تعليم عالي	زهور رحماني
مناقشاً	جامعة حمة لخضر الوادي	أستاذ تعليم عالي	عاطف شويخ
مناقشاً	جامعة تمنراست	أستاذ محاضر "أ"	محمد عبد القادر بالعالم
مناقشاً	جامعة حمة لخضر الوادي	أستاذ محاضر "أ"	عبد الكريم ربيعي
مشرفاً ومقرراً	جامعة قاصدي مرباح ورقلة	أستاذ تعليم عالي	أم الخير رحيم

السنة الجامعية : 2021-2022



# الإهداء

الى الوالدين الكريمين إختوتي وأخواتي وإلى عائلتي الزوجة الكريمة و

الاولاد : مهدي - ملاك - عبد الله

أهدي هذا العمل



# شكركم

بسم الله وكفى والصلاة والسلام على النبي المصطفى وعلى من بأثره اقتفى  
لله الشكر أولاً وأخيراً على حسن توفيقه وكريم عونه وعلى ما مَنَّ وفتح به علينا لإنجاز هذا العمل  
أما بعد :

يشرفني أن أتقدم بالثناء والتقدير والشكر الجزيل الى أستاذتي القديرة السيدة : أم الخير رحيم على قبولها  
الإشراف على هذا العمل وعلى توجهاتها القيمة ونصائحها وعلى كل ما بذلته لإخراج هذه الرسالة بالصورة  
المرجوة وبالمثل خالص الشكر والتقدير لأستاذي الفاضل السيد : الوناس علي أستاذ تعليم عالي بجامعة  
قاصدي مرياح ورقلة على قبوله المشاركة في تأطير هذا العمل وعلى دعمه وجميع النصائح والتوجيهات التي لم  
يبخل بها علينا خلال جميع مراحل إنجاز هذا العمل .

كما أتقدم بجزيل الشكر الى الأستاذة : دقموش مسعودة على قبولها رئاسة لجنة المناقشة .  
كما أوجه شكري أيضاً إلى الأستاذة : رحمانى زهور وإلى الأساتذة الكرام : شويخ عاطف وربيعي عبد الكريم من  
جامعة حمّة لخضر بالوادي و الأستاذ بلعالم محمد عبد القادر من جامعة تمنراست على قبولهم ان يكونوا  
أعضاء مناقشين ومدققين من لجنة مناقشة هذه الرسالة.

كما لايفوتني أن أقدم شكري و امتناني الى جميع عمال المخابر في جامعة قاصدي مرياح و الى عمال مخبر  
الميكروبيولوجي بمستشفى محمد بوضياف بورقلة على المساعدة في إنجاز هذا العمل .  
كما لا أنسى أن أشكر الأساتذة بن فرج الله السعيد، شيحي سمية، بوقرة أمينة، مهدي بلقيدوم والطالبات  
الصبيد وردة، حومدي سعديّة، بن صبرو مبروكة وقروط مغنية لمساعدتهم ودعمهم لي.  
وكذلك الشكر موصول الى جميع الطاقم التربوي لمتوسطة الامام ابن حجر العسقلاني بامنديل من إدارة و  
أساتذة وعمال على دعمهم وتحفيزهم.  
والى كل زملائي في الدراسة الجامعية وخاصة دريد محمد الحبيب وسنيقرة موسى.

لكم مني جزيل الشكر والتقدير

المُلخَص :

يهدف هذا العمل الى دراسة المستخلصات العضوية والمائية لنبات الأقحوان *Chrysanthemum fuscatum Desf* وتعيين فعليتها البيولوجية والمضادة للاكسدة بالإضافة الى تطبيقها كمثبط لتآكل الفولاذ الكربوني XC70. لقد تم إجراء مسح فيتوكيميائي للنبتة وتبين إحتوائها على جميع مركبات الأيض الثانوي وخصوصاً الفلافونيدات، لذا تم إستخدام نظامين لنقع النبتة أسيتون/ماء وإيثانول/ماء بنسبة 20/80 لكليهما تبع ذلك إجراء عملية الإستخلاص سائل-سائل بمذيبات مختلفة القطبية لنتحصل على أربعة أطوار عضوية بالإضافة الى الطور المائي. تم تقدير كمية الفينولات والفلافونيدات الكلية في جميع مستخلصات النظامين وجاءت أكبر كمية للفينولات في مستخلص أسيتات الإيثيل للنظام أسيتون/ماء بقيمة قدرها 354.71 mg/g أما الفلافونيدات فكانت أكبر كمية في مستخلص الكلوروفورم بقيمة قدرها 78.74 mg/g للنظام إيثانول/ماء كما قدرت الفعالية المضادة للاكسدة بعدة طرق كيميائية والكروكيميائية، واشتملت الطرق الكيميائية على تثبيط الجذر الحر DPPH وإرجاع الحديد الثلاثي FRAP، إرجاع موليبيدات الفوسفات حيث أبدت جميع المستخلصات فاعلية مضادة الأكسدة معتبرة فقد سجل مستخلص البوتانول للنظام إيثانول/ماء أعلى قيمة لإرجاع الموليبيدات TAC = 685.4 mM نفس المستخلص حقق فعالية عالية لإرجاع الحدب FRAP بقيمة قدرها AEAC = 676.6 mM، أما بالنسبة لتثبيط جذر DPPH فقد كان مستخلص الأسيتات للنظام أسيتون/ماء صاحب الفعالية الأكبر بقيمة IC<sub>50</sub> = 0.174 mg/ml. بالنسبة للطريقة الكهروكيميائية فقد كانت أحسن قيمة للتثبيط من نصيب مستخلص إيثر البترول للنظام أستون/ماء بقيمة قدرها IC<sub>50</sub> = 0.149 mg/ml. أظهرت دراسة الفعالية المضادة للبكتريا لمستخلصات النبتة أن مستخلصي البيتانول للنظامين يملكان فعالية مضادة للكثيرا تراوحت بين المحدودة والمتوسطة. وفي الأخير تمت دراسة المستخلصات المائية لمخلفات النبتة وذلك بتطبيقها على تآكل الفولاذ الكربوني وذلك بإستخدام طريقتين : الطريقة الوزنية (انخفاض الكتلة) والطريقة الكهروكيميائية (الإستقطاب والممانعة) حيث أظهرت النتائج فعالية تثبيط تآكل الفولاذ الكربوني تصل الى 93% عن التركيز الحجمي (v/v) 40 أما الممانعة فقد اظهرت فاعلية بقيمة 60%.

الكلمات المفتاحية : *C.fuscatum desf*، مستخلصات مائية وعضوية، فعالية مضادة للأكسدة، فعالية مضادة للبكتيريا، تثبيط التآكل للفولاذ الكربوني.

## **Abstaract**

The aim of this work is to study the organic and aqueous extracts of *Chrysanthemum fuscatum* Desf and determine their biological and antioxidant action in addition to their application as an XC70 carbon steel corrosion inhibitor. A phytochemical screening of the plant was performed and it was found that it contains all secondary metabolites, especially flavonoids. Two systems were used to soak the plant acetone/water and ethanol/water at a ratio of 80/20 for both. This was followed by a liquid-liquid extraction process with different polar solvents to obtain 4 organic phases in addition to aqueous phase. The total amount of phenols and flavonoids was estimated in all extracts of the system, and the largest amount of phenols in the ethyl acetate extract of the system was acetone / water with a value of 354.71mg/g, while the flavonoids were the largest amount in the chloroform extract of ethanol/water system with a value of 78.74mg/g. The antioxidant activity was also estimated by several chemical and electrochemical methods, and chemical methods included the inhibition of free radical DPPH, reduction of iron (III) FRAP, reduction of phosphate molybdate, as all extracts showed significant antioxidant activity. Butanol extract of the system ethanol/water recorded the highest Mo(VI) reduction with a value of TAC= 685.4 mM. The same extract achieved high efficacy of Fe(III) reduction with a value of AEAC = 676.6mM as for inhibition. For DPPH inhibition, the ethyl acetate extract in acetone/water system was the most effective with the value of  $IC_{50}=0.174$ mg/ml. As for the electrochemical method, the inhibition of anion superoxide  $O_2^-$ , best value of inhibition has recorded by the petroleum ether extract of the system acetone/water with a value of  $IC_{50}=0.149$  mg/ml. A study of the anti-bacterial activity of the extracts of the plant showed that the butanol extracts of the two systems had anti-bacterial efficacy that ranged from limited to moderate. Finally, the aqueous extracts of the plant were studied by applying them to the corrosion of carbon steel XC70 in acidic medium (HCl 1M), using The gravimetric method (mass loss) and the electrochemical method (polarization and impedance), where the results showed the effectiveness of inhibiting the corrosion of carbon steel up to 93% for the volumetric concentration of 40 (v/v), while the impedance showed an effectiveness of 60%.

**Keywords :** *C. fuscatum* desf, aqueous and organic extracts, antioxidant activity, antibacterial activity, corrosion inhibition of carbon steel.

## Résumé

L'intérêt de ce travail est d'étudier les extraits organiques et aqueux de *Chrysanthemum fuscatum Desf* et de déterminer leur action biologique et antioxydante en plus de leur application en tant qu'inhibiteur de corrosion de l'acier au carbone XC70. Un criblage phytochimique de la plante a été réalisé et il a été constaté qu'elle contient tous les métabolites secondaires, en particulier les flavonoïdes. Deux systèmes ont été utilisés pour macérer la plante acétone/eau et éthanol/eau dans un rapport de 80/20 pour les deux. Ceci a été suivi d'un processus d'extraction liquide-liquide avec différents solvants polaires pour obtenir 4 phases organiques en plus de la phase aqueuse. La quantité totale de phénols et de flavonoïdes a été estimée dans tous les extraits des systèmes, et la plus grande quantité de phénols était dans l'extrait d'acétate d'éthyle du système était acétone/eau avec une valeur de 354,71mg/g, tandis que les flavonoïdes étaient la plus grande quantité dans l'extrait chloroformique de system ethanol/eau avec une valeur de 78,74mg/g. L'activité antioxydante a également été estimée par plusieurs méthodes chimiques et électrochimiques, et les méthodes chimiques comprenaient l'inhibition des radicaux libres DPPH, réduction de fer (III) FRAP, réduction du phosphate de molybdate, car tous les extraits ont montré une activité antioxydante significative. L'extrait au butanol du système éthanol/eau a enregistré la valeur de réduction de Mo(VI) la plus élevée TAC =685,4 mM. Le même extrait a obtenu une efficacité élevée de réduction de Fe(III) avec une valeur d'AEAC= 676,6 mM. Pour l'inhibition de DPPH, l'extrait acétate d'éthyle de system acétone/eau était le plus efficace avec une valeur de  $CI_{50}=0,174\text{mg/ml}$ . Comme pour la méthode électrochimique, l'inhibition de radicale anion superoxyde  $O_2^-$ , la meilleure valeur d'inhibition a enregistré par l'extrait d'éther de pétrole du système acétone / eau avec une valeur de  $CI_{50}=0,149\text{mg/ml}$ . Une étude de l'activité antibactérienne des extraits de la plante a montré que les extraits de butanol des deux systemes avaient une efficacité antibactérienne allant de limitée à modérée. Enfin, les extraits aqueux de la plante ont été étudiés en les appliquant à la corrosion de l'acier au carbone XC70 en milieu acide (HCl 1M), en utilisant La méthode gravimétrique (perte de masse) et la méthode électrochimique (polarisation et impédance), où les résultats ont montré l'efficacité de l'inhibition de la corrosion de l'acier au carbone jusqu'à 93% pour la concentration volumétrique de 40 (v/v), tandis que l'impédance a montré une efficacité de 60%.

**Mots clés:** *C. fuscatum desf*, extraits aqueux et organiques, activité antioxydante, activité antibactérienne, inhibition de la corrosion de l'acier au carbone.

الصفحة	محتويات
I	شُكرو تقدير
II	الملخص
III	الفهرس
VII	قائمة الأشكال
IX	قائمة الجداول
XI	قائمة الرموز
1	المقدمة
3	المراجع
الباب الأول : الدراسة النظرية	
<i>Chrysanthemum fuscatum</i> Desf الفصل الأول : الدراسة النظرية لنبته	
5	1-1 مدخل
5	1-2 التعريف بالعائلة المركبة
5	1-3 جنس الأقحوان
6	1-4 التوزيع الجغرافي للأقحوان
6	1-5 صفات نبات <i>C.fuscatum</i>
7	1-6 المسح الببليوغرافي للنبته
16	1-7 المسح البيولوجي للنبته
17	المراجع
الباب الثاني : الدراسة التجريبية	
الفصل الثاني : الدراسة الايثنوصيدلية وتقدير المركبات الفعالة	
22	II-1 المواد والمحاليل المستخدمة
22	II-2 الأجهزة المستعملة
22	II-3 الطرق والاساليب المستعملة
22	II-3-1 جني النبته
23	II-3-2 التجفيف
23	II-3-3 الطحن والتخزين
23	II-4 الإختبارات الكيمائية الأولية
23	II-4-1 إختبار الفلافنويدات
23	II-4-1-1 الإختبار العام للفلافنويدات
23	II-4-1-2 إختبار الفلافنويدات الحرة
24	II-4-1-3 إختبار الفلافنويدات الجليكوزيدية

24	II-4-2 اختبار القلويدات
24	II-4-3 اختبار الكاردينولات
25	II-4-4 اختبار العفصيات
25	II-4-5 اختبار الستيرويدات غير المشبعة و التربينات
25	II-4-6 اختبار الصابونوزيدات
25	II-4-7 اختبار الستيرويدات
26	II-5 استخلاص المركبات الفلافنويدية
30	II-6 تقدير المركبات الفينولية الكلية TPC
31	II-7 تقدير المركبات الفلافنويدية الكلية TFC
32	II-8 الدراسة التحليلية للنبتة
32	II-8-1 كروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة TLC
33	II-8-2 كروماتوغرافيا الورقية PC
35	II-9 النتائج والمناقشة
35	II-9-1 الإختبارات الأولية للنبتة
36	II-9-2 مردود الإستخلاص
36	II-9-3 تقدير المركبات الفينولية الكلية TPC
37	II-9-3 تقدير المركبات الفلافنويدية الكلية TFC
39	II-9-4 دراسة التحليل الكيفي لفصل المستخلصات
44	المراجع
<b>الفصل الثالث</b> <b>دراسة الفعالية المضادة للأكسدة</b>	
47	III-1 مقدمة
47	III-2 المواد والطرق المستعملة
47	III-3 الطرق والأساليب المستخدمة
47	III-3-1 إرجاع موليبيدات
48	III-3-2 اختبار القدرة الإرجاعية للحديد FRAP
49	III-3-3 اختبار تثبيط الجذر DPPH
51	III-3-4 اختبار تثبيط الجذر $O_2^-$
55	III-4 النتائج والمناقشة
58	III-4-1 مناقشة نتائج اختبار إرجاع الموليبيدات
62	III-4-2 مناقشة نتائج اختبار FRAP
66	III-4-3 مناقشة نتائج اختبار DPPH
71	III-4-4 مناقشة اختبار تثبيط الجذر $O_2^-$

73	المراجع
	الفصل الرابع
	دراسة الفعالية البيولوجية لمستخلصي البوتانول على بعض أنواع البكتيريا
76	1-IV المواد والأجهزة المستعملة
76	1-1-IV المواد المستعملة
76	2-1-IV الأجهزة المستعملة
76	2-IV سلالات البكتيريا المستخدمة في الدراسة
77	3-IV دراسة الفعالية المضادة للبكتيريا لمستخلصي النبتة
77	1-3-IV تحضير الاقراص
77	2-3-IV تحضير الوسط الزراعي
77	3-3-IV تحضير المعلق البكتيري
77	4-3-IV الزرع والحضن
77	4-IV التحليل الاحصائي
79	5-IV النتائج والمناقشة
79	1-5-IV قراءة النتائج
80	2-5-IV مناقشة النتائج
82	المراجع
	الفصل الخامس
	دراسة فعالية مستخلص النبتة على تثبيط تآكل الفولاذ الكربوني XC70
84	1-V المقدمة
85	2-V المواد والأجهزة
85	1-2-V المواد المستعملة
86	2-2-V الأجهزة
86	3-V تحضير النبتة
86	4-V الطرق المستخدمة
87	1-4-V الطريقة الوزنية (فقدان الكتلة)
87	1-1-4-V تحضير المثبط
87	2-1-4-V تحضير عينات الفولاذ
87	3-1-4-V تحديد زمن الإتزان
87	5-V الدراسة الحركية لعملية التآكل
88	6-V الطرق الإلكتروكيميائية
88	1-6-V منحنيات الإستقطاب لتافل

89	2-6-V مطيافية الممانعة
90	7-V إيزوتارم الإمتزاز
91	النتائج والمناقشة
92	8-IV الطريقة الوزنية
92	1-8-IV دراسة تأثير الزمن على سرعة التآكل
92	2-8-IV دراسة تأثير المستخلصات على سرعة تآكل الفولاذ في وسط حامضي (HCl 1M)
94	مناقشة النتائج
94	3-8-IV دراسة تأثير درجة الحرارة على فاعلية التثبيط
96	4-8-IV الدراسة الحركية لتثبيط التآكل
96	1-4-8-IV تعيين المعاملات الحرارية
98	2-4-8-IV تعيين المعاملات الحركية
100	مناقشة النتائج
100	5-8-IV دراسة إيزوتارم الإمتزاز
103	9-IV الطريقة الإلكتروليتية
103	1-9-IV منحنيات الإستقطاب
106	مناقشة النتائج
106	2-9-IV مطيافية الممانعة
108	مناقشة النتائج
109	1-2-9-IV دراسة تأثير الكمونات على مطيافية الممانعة
110	مناقشة النتائج
110	3-9-IV دراسة إيزوتارم الامتزاز لمنحنيات الاستقطاب والممانعة
112	مناقشة النتائج
115	المراجع
117	الخلاصة العامة
120	الملحق

## قائمة الاشكال

الصفحة	قائمة الأشكال
<b>الفصل الأول : الدراسة النظرية لنبته <i>C.fuscatium</i> Desf</b>	
6	I - 1 نبتة الأفحوان
7	I - 2 الهيكل الأساسي للفينول
9	I - 3 الهيكل العام للفلافنويدات
<b>الفصل الثاني : الدراسة الإثنوصيدلية وتقدير المواد الفعالة</b>	
22	II - 1 صورة توضح منطقة جني النبتة بالإضافة الى صورة النبتة
28	II - 2 مخطط الإستخلاص سائل - سائل للنظام إيثانول/ماء
29	II - 3 مخطط الإستخلاص سائل - سائل للنظام أسيتون/ماء
39	II - 4 كروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة للنظام إيثانول/ماء
40	II - 5 كروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة للنظام أسيتون/ماء
40	II - 6 نتائج الفصل الكروماتوغرافي PC للمستخلصات
<b>الفصل الثالث : دراسة الفعالية المضادة للأكسدة للنبته</b>	
51	III - 1 معادلة تثبيط الجذر الحر DPPH
58	III - 2 مخطط أعمدة للقدرة الارجاعية في اختبار الموليبيدات لمستخلصات النظام الإيثانولي
58	III - 3 مخطط أعمدة للقدرة الارجاعية في اختبار الموليبيدات لمستخلصات النظام الاسيتوني
62	III - 4 مقارنة قيم AEAC لمستخلصات النظام الإيثانولي
62	III - 5 مقارنة قيم AEAC لمستخلصات النظام الاسيتوني
65	III - 6 مقارنة قيم IC <sub>50</sub> لمستخلصات النظام (إيثانول/ماء)
66	III - 7 مقارنة قيم IC <sub>50</sub> لمستخلصات النظام (أسيتون/ماء)
<b>الفصل الخامس : دراسة فعالية المستخلص الحمضي في تثبيط تاكل الفولاذ الكربوني XC70</b>	
108	V-1 الدارة المكافئة المستخدمة في مطابقة طيف الممانعة

## قائمة المنحنيات

الصفحة	قائمة المنحنيات
	الفصل الثاني : الدراسة الإيثنوصيديلية وتقدير المواد الفعالة
37	II - 1 المنحنى القياسي لحمض الغاليك لتقدير الفينولات الكلية
39	II - 2 المنحنى القياسي لحمض الكرسيتين لتقدير الفلافنويدات الكلية
	الفصل الثالث : دراسة الفعالية المضادة للأوكسدة للنبتة
56	III-1: فولتاموغرام الأوكسجين في الوسط العضوي DMF في وجود $Bu_2NBF_4$ (0.1M) بقطب كربوني (CV) ، بسرعة مسح 100mV/s ومجال كومون من 0 الى -1600 mV-
57	III - 2 المنحنى القدرة الارجاعية Mo(IV) الى Mo(V) للمركب القياسي حمض الأسكوربيك
57	III - 3 منحنيات القدرة الإرجاعية لمستخلصات النظام (أسيتون/ماء) في اختبار إرجاع الموليبيدات
	III - 4 منحنيات القدرة الإرجاعية لمستخلصات النظام (إيثانول/ماء) في اختبار إرجاع الموليبيدات
	III - 5 منحنى القدرة الإرجاعية Fe(III) الى Fe(II) للمركب القياسي حمض الاسكوربيك
60	III - 6 منحنى القدرة الإرجاعية Fe(III) الى Fe(II) لمستخلصات النظام الاسيتوني
60	III - 7 منحنى القدرة الإرجاعية Fe(III) الى Fe(II) لمستخلصات النظام الايثانولي
61	III - 8 منحنى نسبة تثبيط الجذر الحر DPPH للمركب القياسي الأسكوربيك
64	III - 9 منحنى نسبة تثبيط الجذر DPPH لمستخلصات النظام (إيثانول/ماء)
64	III - 10 منحنى نسبة تثبيط الجذر DPPH لمستخلصات النظام (أسيتون/ماء)
65	III - 11 فولتاموغرام تغيرات إرجاع الأوكسجين للمستخلصات الإيثانولية
69	III - 12 فولتاموغرام تغيرات إرجاع الأوكسجين للمستخلصات الأسيتونية
70	III - 13 المنحنى البياني لنسبة التثبيط بدلالة التركيز للمستخلصات الإيثانولية
71	III - 14 المنحنى البياني لنسبة التثبيط بدلالة التركيز للمستخلصات الأسيتونية
71	الفصل الخامس : دراسة فعالية المستخلص الحامضي على تثبيط تاكل الفولاذ الكربوني XC70
92	V-1 منحنى تغير الكتلة وسرعة التاكل بدلالة الزمن
93	V-2 منحنى تغير الكتلة وسرعة التاكل بدلالة تركيز المثبط
94	V-3 منحنى تغير الفاعلية بدلالة التركيز
96	V-4 منحنى تغير سرعة التاكل بدلالة درجة الحرارة
97	V - 5 منحنى Arrhenius في غياب المثبط
98	V - 6 منحنى Arrhenius في وجود المثبط

## قائمة المنحنيات

99	7 - V منحني $\ln(V)$ بدلالة $1/T$ في غياب المثبط
99	8 - V منحني $\ln(V)$ بدلالة $1/T$ في وجود المثبط للتركيزين 2.5 ml, 10 ml
101	9 - V امتزاز Langmuir طريقة فقدان الكتلة
102	10 - V امتزاز Temkin طريقة فقدان الكتلة
102	11 - V امتزاز Frumkin طريقة فقدان الكتلة
104	12 - V منحنيات الكمون للدراة المفتوحة
105	13 - V منحني كمون الدراة المفتوحة وكمون التآكل بدلالة التركيز
105	14 - V منحني تافال للمستخلص الحمضي للنبته
106	15 - V منحني الممانعة لمختلف تراكيز مستخلصات النبته
107	16 - V منحني Bode لمختلف تراكيز المستخلص
109	17 - V منحني نيكويست الممانعة لتأثير الكمون (E-100mV)
109	18 - V منحني نيكويست الممانعة لتأثير الكمون (E+100 mV)
111	19 - V منحني ايزوتارم لانغمير الخاص بمنحنيات الاستقطاب

## قائمة الجداول

الصفحة	عنوان الجدول
	<b>الفصل الأول : الدراسة النظرية لنبته <i>Chrysanthemum Fuscatum Desf</i></b>
7	1 - I التصنيف النظامي لنبته <i>C.Fuscatum Desf</i>
9	1 - I 2 أهم هياكل حمض الهيدروكسي بتزويك
9	1 - I 3 أهم هياكل حمض هيدروكسي سيناميك
10	1 - I 4 بعض الاحماض الفينولية المفصولة من جنس الأقحوان
11	1 - I 5 أصناف المركبات الفلافنويدية
12	1 - I 6 بعض الفلافنويدات المفصولة من جنس الأقحوان
16	1 - I 7 بعض التربينات المفصولة من جنس الأقحوان
16	1 - I 8 بعض الكومارينات المفصولة من جنس الأقحوان
17	1 - I 9 بعض السترويدات المفصولة من الأقحوان
17	1 - I 10 بعض سيسكوتربين لاكتون مفصول من الأقحوان
	<b>الفصل الثاني : الدراسة الإيتنوصيدلية وتقدير المواد الفعالة في النبتة</b>
23	1 - II 1 المواد والمحاليل المستخدمة
24	1 - II 2 الأجهزة المستعملة في الدراسة
36	1 - II 3 نتائج الإختبارات الأولية للنبته
37	1 - II 4 مردود الإستخلاص في كلا النظامين
38	1 - II 5 كمية الفينولات الكلية TPC
40	1 - II 6 كمية الفلافنويدات الكلية TFC
43	1 - II 7 نتائج الفصل الكروماتوغرافي للنظام إيثانول/ماء
44	1 - II 8 نتائج الفصل الكروماتوغرافي للنظام أسيتون / ماء
	<b>الفصل الثالث : دراسة الفعالية المضادة للأكسدة لمستخلصات النبتة</b>
49	1 - III 1 المحاليل والمواد المستخدمة
54	1 - III 2 الأجهزة المستخدمة في الفولتامتري الحلقي
54	1 - III 3 قائمة المركبات الكيميائية المستخدمة في تقدير الفعالية
60	1 - III 4 قيمة TAC للمستخلصات الإيثانولية والأسيتونية في إختبار الموليبيدات
64	1 - III 5 قيم القدرة المضادة للأكسدة المكافئة لحمض الأسكوربيك AEAC في إختبار FRAP
67	1 - III 6 قيم IC <sub>50</sub> للمستخلصات الإيثانولية والأسيتونية في إختبار الجذر DPPH
72	1 - III 7 قيم IC <sub>50</sub> في إختبار تثبيط O <sub>2</sub> <sup>-</sup> للمستخلصات الإيثانولية
74	1 - III 8 قيم IC <sub>50</sub> في إختبار تثبيط O <sub>2</sub> <sup>-</sup> للمستخلصات الأسيتونية
	<b>الفصل الرابع: دراسة الفعالية البيولوجية لمستخلصي البوتانول BF2L, BF1</b>
78	1 - IV قائمة المواد المستعملة في الدراسة

## قائمة الجداول

78	IV - 2 الأجهزة المستخدمة في الدراسة
78	IV - 3 سلالات البكتيريا المستخدمة في الدراسة
81	IV - 4 متوسط قطر التثبيط للبكتيريا باستخدام المضادات الحيوية
81	IV - 5 متوسط قطر التثبيط للبكتيريا باستخدام مستخلصي النبتة
	الفصل الخامس : دراسة فاعلية المستخلصات على تثبيط تآكل الفولاذ الكربوني XC70
85	V - 1 التركيبة الكيميائية للعينات المقطوعة
92	V - 2 القيم التجريبية لطريقة فقدان الوزن في غياب المثبط
93	V - 3 تأثير تركيز المستخلص على تثبيط تآكل الفولاذ XC70
95	V - 4 نتائج سرعة التآكل بدلالة درجة الحرارة للتركيزين 2.5 ml, 10 ml
97	V - 5 تأثير درجة الحرارة على معدل تآكل وكفاءة التثبيط للتركيزين 2.5 ml, 10 ml
98	V - 6 القيم الحركية والحرارية في وجود وغياب المثبط
101	V - 7 قيم امتزاز المثبط على سطح المعدن
103	V - 8 المعادلات وقيم الارتباط الخطي لمنحنيات ايزوتارم الامتزاز
104	V - 9 نتائج الفعالية التثبيطية لمنحنيات تافال لمستخلص النبتة
107	V - 10 المقادير الإلكترونية كيميائية لمطيافية الممانعة للمستخلص في وسط HCl 1M
110	V - 11 المقادير الإلكترونية كيميائية لتأثير الكمون على الممانعة
111	V - 12 المعادلات وقيم الميل الخاصة بالايوتارم لمنحنيات الاستقطاب
112	V - 13 المعادلات وقيم الميل الخاصة بالايوتارم لمنحنيات الممانعة

## قائمة الرموز

الرمز	معناه
C.	<i>Chrysanthemum</i> نبتة الأقحوان
CTE	المستخلص الحامضي للنبتة
E1F	مستخلص إيثر البترول للنظام الإيثانولي
A1F	مستخلص أسيتات الإثيل للنظام الإيثانولي
C1F	مستخلص الكلوروفورم للنظام الإيثانولي
B1F	مستخلص البوتانول للنظام الإيثانولي
R1F	الطور المائي للنظام الإيثانولي
E2F	مستخلص إيثر البترول للنظام الأسيتوني
A2F	مستخلص أسيتات الإثيل للنظام الأسيتوني
C2F	مستخلص الكلوروفورم للنظام الأسيتوني
B2FS	مستخلص البوتانول (الصلب) للنظام الأسيتوني
B2FL	مستخلص البوتانول (السائل) للنظام الأسيتوني
R2F	الطور المائي للنظام الأسيتوني
TPC	كمية الفينولات الكلية
TFC	كمية الفلافنويدات الكلية
AG	حمض الغاليك
AA	حمض الأسكوربيك
Que	الكيرسيتين
CCM	كروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة
PC	الكروماتوغرافيا الورقية
PPM	إختبار إرجاع موليبدات الفوسفات
FRAP	إختبار إرجاع الحديد الثلاثي مضاعفة
DPPH	ثنائي بيكريل الهيدرازيل 2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl
$O_2^-$	جذر أنيون فوق الأكسيد
IC <sub>50</sub>	تركيز المستخلص الذي يثبط نصف كمية الجذر المتشكلة
AEAC	القدرة المضادة للاكسدة المكافئة لحمض الأسكوربيك
I	شدة التيار
E	الكمون
XC70	الفولاذ الكربوني
Z	الممانعة

## قائمة الرموز

مقاومة الإنتقال الشحني	$R_{ct}$
المقاومة الإستقطابية	$R_p$
سعة الطبقة المضاعفة	$C_{dl}$
التواتر الأعظمي	$F_{max}$
كمون التآكل	$E_{corr}$
كثافة تيار تآكل الفولاذ الكربوني	$i_{corr}$
التغطية السطحية	$\theta$
معامل تافال الكاثودي	$\beta_c$
معامل تافال الانودي	$\beta_a$
نسبة التثبيط	$IE\%$

تشير الدلالات التاريخية إلى أن استخدام النباتات في العلاج يعود إلى العصر الحجري القديم ، أما أول دليل موثق لاستخدام النباتات في العلاج فيعود إلى 5000 عام وتحديداً في الحضارة السومرية حيث قاموا بتأليف قوائم لهذه النباتات [1]، أما في مصر فقد تم كتابة أسماء بعض النباتات في الورق البردي الطبي المصري ولعل من أشهرها ورق إيبريس الذي يعود تاريخه إلى 1550 ق.م والذي يظم حوالي 700 مركب أغلبها من أصل نباتي.

ومع الثورة العلمية التي شهدتها القرن العشرين والطلب المتزايد على العقاقير، اتجه العلماء إلى العقاقير المصنعة من أجل الحصول على فعالية كبيرة للشفاء من الأمراض والتي كانت بالفعل سريعة في علاج الأمراض إلا أنها تخلف آثاراً جانبية كثيرة فقد تسبب ضعف المناعة مثل أدوية الكورتيزون أو التهابات في جدار المعدة مثل بعض المضادات الحيوية أو تسبب مشاكل في بعض الأعضاء الحية كالكلب والكلى بالإضافة إلى الكثير من الآثار التي تظهر مع تقدم الإنسان في العمر.

وسعى منهم للتقليل من الآثار الجانبية للأدوية، ركزت غالبية البحوث العلمية في عصرنا الحالي على المواد الفعالة الطبيعية المستخلصة من النباتات بشعار العودة للطبيعة، فقد أثبتت هذه البحوث بما لا يدع مجالاً للشك إحتواء بعض النباتات على مواد فعالة علاجية معقدة كالفلافونويدات التي برز إسمها في العديد من البحوث والنشريات العالمية كمواد مضادة للأكسدة [2]، مضادات للبكتريا [3] .

ونظراً لكون هذه المواد الطبيعية غير سامة وسهلة الاستخلاص، فلم يتوقف استخدامها على التغذية أو علاج الأمراض التي تسببها البكتريا وإنما تجاوزته إلى دراسة تأثير هذه المركبات على تآكل المعادن في بعض الأنظمة ليظهر مصطلح المثبطات الخضراء والتي يتم دراستها حالياً كبديل للمثبطات المصنعة العالية التكلفة وذات الأثر السلبي على صحة الإنسان والبيئة [4-5].

تربح الجزائر على مساحة شاسعة وكنتيجة لذلك يتنوع مناخها شرقاً وغرباً شمالاً وجنوباً والذي يعزز من نمو نباتات مختلفة ومتنوعة إذ يضم الغطاء النباتي للصحراء الوسطى والغربية ما يقارب 650 نوعاً وبالصحراء الشمالية 500 نوع ، حوالي 25% منها أصيل [6] .

ولتأمين هذا التنوع النباتي وقع إختيارنا على نبتة من العائلة المركبة وهي الأقحوان والمعروف علمياً بإسم *Chrysanthemum fuscatum* Desf لدراسة فعالية مستخلصاتها المائية والعضوية وتطبيقها في ثلاث مجالات مهمة : الفعالية المضادة للأكسدة، الفعالية المضادة للبكتريا، الفعالية التثبيطية لتآكل الفولاذ الكربوني XC-70.

إشتملت هذه الدراسة على مقدمة وياين :

الباب الأول : تم التركيز فيه على الدراسة النظرية للنبتة يحوي هذا الباب على فصل واحد سلطنا فيه الضوء على كل ما يتعلق بالنبتة من حيث التصنيف والتوزع والدراسات السابقة.

الباب الثاني : تظمن طرق الدراسة والنتائج ومناقشتها حيث احتواء على أربعة فصول كل فصل بجزيين، الجزء الأول تظمن الطرق والوسائل أما الجزء الثاني فتضمن النتائج ومناقشتها .

في الفصل الأول تم إجراء الإختبارات الأولية للنبتة، إستخلاص المواد الفعالة والتقدير الكمي للفينولات والفلافنويدات. الفصل الثاني فتمت فيه دراسة الخصائص المضادة للأكسدة بطريقتين (كيميائية والكروكيميائية) وتناولنا في الفصل الثالث دراسة الفعالية البيولوجية لمستخلصي البوتانول من النظامين (ايتانول/ماء و اسيتون /ماء) ضد أربع أنواع من البكتريا المرجعية. الفصل الرابع فتظمن تطبيق المستخلص الحمضي للنبتة كمثبط لتآكل الفولاذ الكربوني XC70 في وسط حامضي (HCl 1M) لننهي الدراسة بخلاصة للنتائج.

## المراجع

### المراجع باللغة العربية :

- [1] م.ص.عباس، دراسة حساسية بعض البكتريا المرضية للمضادات الحيوية والمستخلصات النباتية مجلة الأنبار للعلوم البيطرية 2011. 2(4): p. 7-14.
- [4] أ. بوقرة ، دراسة الفعالية المضادة للاكسدة والبيولوجية وتنشيط التاكل لمستخلصات نبات *Launaea Resedifolia* (عائلة المركبة) . أطروحة دكتوراه جامعة قاصدي مرباح ورقلة، 2018.
- [5] ش. بن الساسي ، تقييم الفعالية المضادة للأكسدة والمضادة للبكتريا للمركبات الفينولية لبعض أصناف التمور من منطقة وادي ريغ بطرق مختلف. أطروحة دكتوراه جامعة قاصدي مرباح ورقلة، 2019 .
- [6] س . أمداح ، التنقيب عن الجزينات الفعالة في النبتتين الصحراويتين *Chrysanthemum fuscatum* و *Colocynthis vulgaris* و دراسة الاثر الوقائي للنظام الهيباتولوجي و الهيماتولوجي لدى الجرذان المعاملة بمضادات السل . جامعة منتوري قسنطينة ، 2006 .

### المراجع باللغة الأجنبية :

- [2]. Elaloui, M., et al., Quantification of total phenols, flavonoides and tannins from *Ziziphus jujuba* (mill.) and *Ziziphus lotus* (l.)(Desf). Leaf extracts and their effects on antioxidant and antibacterial activities. International Journal of Secondary Metabolite, 2017. 4(1): p. 18-26.
- [3] Cushnie, T.T. and A.J. Lamb, Antimicrobial activity of flavonoids. International journal of antimicrobial agents, 2005. 26(5): p. 343-356.
- [6] Ozendda, P., Flore du Sahara. 2<sup>e</sup> edition. CNRS, 1977.

## الفصل الأول

الدراسة النظرية لنبته الأُححوان

*Chrysanthemum fuscatum* Desf

## I. 1. مدخل :

تعد العائلة المركبة Compositae واحدة من أضخم العائلات النباتية وأوسعها انتشاراً، وتعرف أيضاً باسم Asteraceae [1]، حيث تشمل هذه الأخيرة 1300 جنس و25000 نوع [2] والتي تمثل ما نسبته 10 % من النباتات المزهرة [3]، وهي أكثر الفصائل انتشاراً حيث توجد نباتاتها في جميع الأصقاع، وفي الجزائر هناك 109 جنس و408 نوع [4]. تختلف كثيراً في شكلها ومظهرها الخارجي حسب البيئة التي تعيش فيها ولا يقتصر الشكل على الأجناس المختلفة بل بين الأنواع المختلفة من الجنس الواحد [5].

## I. 2. التعريف بالعائلة المركبة Compositae :

تعرف العائلة المركبة علمياً باسم Compositae وأيضاً بالعائلة النجمية Asteraceae حيث كلمة Aster مشتقة من اليونانية وتعني نجمة ولها علاقة بشكل الزهرة [6] وتعتبر هذه العائلة من أرقى العائلات وأكبرها عدداً وأكثرها انتشاراً وأهم الأجناس من حيث عدد الأنواع هي: *Senecio* (1500 نوع)، *Vernonia* (1000 نوع)، *Cousinia* (600 نوع) و *Centaurea* (600 نوع). [4] تنقسم أجناس هذه العائلة إلى تحت عائلتين

- **تحت العائلة الأنبوبية Tubuliflorae** : وفيها تشغل الأزهار الأنبوبية وسط الهامة أو الهامة جميعها وليس في أنسجة النبات مادة لبنية وتوجد بالزهرة نوعان من الأزهار ومثلها الأقحوان *Chrysanthemum* والكالنديولا *Calendule* وعباد الشمس *Helianthus*
- **تحت العائلة الشريطية Liguliflorae** : وفيها تكون جميع الأزهار شعاعية وتوجد بها المادة اللبنة وأمثلتها *Sonchus* *Launaea*, *Crepis* [5]

## I. 3. جنس الأقحوان :

ينتمي الأقحوان *Chrysanthemum* للعائلة المركبة والى تحت العائلة الأنبوبية، يجمع إسم الأقحوان بين الكلمتين اليونانيتين *chryso* وتعني الذهب و *anthon* وتعني الزهرة [7] حيث يحتوي جنس الأقحوان على أكثر من 300 نوع حول العالم [8] وفي الجزائر يوجد 20 نوع [4]

الأقحوان هو نبات سنوي معمريترواح طوله بين 20 و120 سم مع سيقان منتصبية وتنقسم الأوراق إلى شرائح ضيقة لحمية صغيرة، رؤوس الزهرة صفراء أو بيضاء أو برتقالية أو أرجوانية [4]

## I. 4. التوزيع الجغرافي للأقحوان:

يتوزع الأقحوان على نطاق واسع في جميع أنحاء العالم بسبب خصائصها الزينية والعالمية، وغالباً ما تزرع في الحدائق لصفاتها الزخرفية وتنوع ألوانها. وينسب الأصل الجغرافي لجنس الأقحوان إلى أوروبا وآسيا، ولكنه أيضاً موزع على نطاق واسع في أفريقيا. [8] في الجزائر يمكن العثور على الأقل على 15 نوعاً التالية:

*C. clausonis (Pomel) Batt*, *C. coronarium L*, *C. deserticum (Murb) Batt. et Trab.*, *C. fontanesii (Boiss. et Reut.) Q. et S.*, *C. fuscatum Desf.*, *C. grandiflorum (L.) Batt.*, *C. gyanum*, *C. macrocarpum Coss. et Kral.*, *C. macrotum (D. R.) Ball.*, *C. maesii*, *C. multicaulis*, *C. myconis L.*, *C. segetum L.*, *C. trifurcatum (Desf.) Batt. et Trab.*, *C. viscido-hirtum* [4.9].

I. 5. صفات نبات *C. fuscatum Desf*:

نبات عشبي ذو أوراق مقسمة إلى خيوط لحمية رفيعة ونورة هامية غير متجانسة تتكون من نوعين من الأزهار، أزهار أنبوبية صفراء في الوسط تسمى بالأزهار القرصية وهي غير خصبة يكون فيها المبيض عقيماً وأخرى شريطية خنثى تقع على المحيط تسمى بالأزهار الشعاعية تحاط الأزهار بقلافة تتكون من قنابات حشافية ذات حافة غشائية عريضة. تستوطن هذه النبتة الأطلس الصحراوي للجنوب الجزائري والتونسي الممتد حتى منطقة ميزاب وفزان السبب [4.10]

I. 5. 1 تصنيف نبتة *C. fuscatum Desf*:

يعرف نبات *C. fuscatum* أيضاً باسم *Heteromera fuscata* ويرادف الـ *Chrysanthemum* إسمان آخران هما: *Matricaria*

[11] *Phyrethrum*



الشكل 1-1 نبتة الأقحوان

الجدول 1-1: التصنيف النظامي لنبات *C. fuscatum* Desf

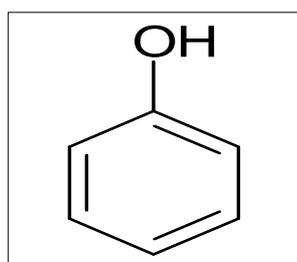
Kingdum	Biota	النباتية	المملكة
Phyllum	Phanerogamae (spermatophyte)	النباتات الزهرية	الشعبة
Sub Phyllum	Angiospermatophyte	مغطات البذور	الطائفة
Class	Dicotyledone	ذات الفلقتين	الصف
S/Class	Metachlamydae	النباتات الميتاكلاميدية	تحت الصف
Serie	Sympetaleae	متحدة البتلات	القسم
Order	Companulales	الجرسيات	الرتبة
Family	Compositae	المركبة	العائلة
S/ Family	Tubiflora	الأنبوبية	تحت العائلة
Genus	<i>Chrysanthemum</i>		الجنس
Species	<i>fuscatum</i>		النوع

### I.6 المسح البيبليوغرافي لجنس الأبقوان :

بينت دراسات سابقة لجنس الأبقوان غناه بالمركبات لاسيما منها الفينولية [12]

#### I.6.1 المركبات الفينولية :

هي مركبات الأيض الثانوية تتواجد في جميع الأعضاء النباتية (الجذور والسيقان والأوراق والأزهار وحبوب اللقاح والفواكه والبذور والخشب) وتشارك في العديد من العمليات الفيزيولوجية مثل نمو الخلايا وإنبات البذور أو نضج الفواكه. تنشأ معظمها من أصل مشترك الأحماض الأمينية phenylalanine أو Tyrosine يضم مصطلح "البوليفينول" أو "المركبات الفينولية" مجموعة كبيرة من الجزيئات، مقسمة إلى عدة أصناف كيميائية. تشارك جميعها في هيكلها بوجود حلقة عطرية على الأقل، مكونة من 6 كربونات، تحمل عددًا متغيرًا من وظائف الهيدروكسيل (OH) الحرة أو المرتبطة مع إيثرا أو أسترا أو إيتيروزيد. [13، 14]



الشكل 1-2: الهيكل الأساسي للفينول

## I. 1. 6. 1 أقسام المركبات الفينولية:

تصنيف المركبات الفينولية إلى مجموعتين على أساس البنية، المركبات الفينولية البسيطة وعدادات الفينول (المركبات الفينولية المعقدة) [15، 16].

## أ. المركبات الفينولية البسيطة :

## أ-1. الأحماض الفينولية :

وهي مركبات عضوية لها وظيفة كربوكسيلية واحدة وهيدروكسيل فينولي واحد على الأقل. وتضم فئتين وهما مشتقات حمض هيدروكسي بنزويك وحمض هيدروكسي سيناميك. [16]

❖ مشتقات حمض هيدروكسي بنزويك: وأهمها الموضحة في الجدول (2-1). [17].

جدول 2-1: أهم هياكل حمض الهيدروكسي بنزويك

اسم المركب	R'	R
gallic acid	OH	OH
<i>p</i> -hydroxybenzoic acid	H	H
protocatechuic acid	H	OH
vanillic acid	H	OCH <sub>3</sub>

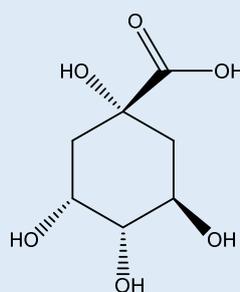
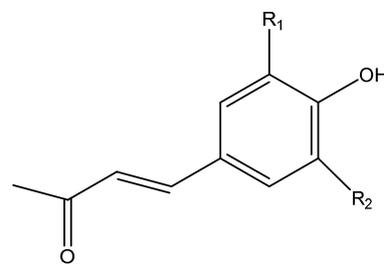
❖ مشتقات حمض هيدروكسي سيناميك: وأهمها الموضحة في الجدول (3-1).

جدول 3-1: يوضح أهم هياكل حمض الهيدروكسي سيناميك

اسم المركب	R'	R
<i>p</i> -coumaric acid	H	H
caffeic acid	H	OH
ferulic acid	H	OCH <sub>3</sub>
sinapic acid	OCH <sub>3</sub>	OCH <sub>3</sub>

❖ بعض الأحماض الفينولية المفصولة من جنس الأقحوان :

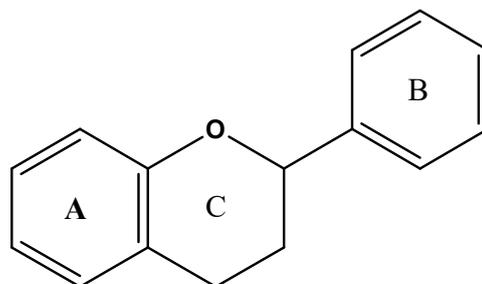
جدول 4-1: بعض الأحماض الفينولية المفصولة من جنس الأقحوان

المرجع	المصدر	المركب
[12]	<i>C morifolium Ramat</i>	<p>Quinic acid</p> 
		<p>Caffeoyl: R<sub>1</sub>=OH, R<sub>2</sub>=H                      Feruloyl: R<sub>1</sub>=OMe, R<sub>2</sub>=H                      Sinapoyl: R<sub>1</sub>=R<sub>2</sub>=Ome</p> 

### أ-2 المركبات الفلافونويدية:

مصطلح الفلافانويد يرجع إلى اللون الأصفر باللاتينية وهي عبارة عن صابغات نباتية صفراء موزعة على جميع أجزاء النبات، تعد من بين أهم المركبات ثنائية الأيض، ومنتشرة بشكل أوسع من المركبات الفينولية النباتية الأخرى، حيث تم تحديد أكثر من 10000 نوع من الفلافانويدات. وتضم مجموعة متنوعة من الهياكل والتي تحتوي جميعها على خمسة عشرة ذرة كربون في نواتها الأساسية (C<sub>6</sub>-C<sub>3</sub>-C<sub>6</sub>) مكونة من حلقة عطرية تسمى A وأخرى تسمى B ترتبطان بسلسلة من 3 ذرات كربون قد تبقى مفتوحة وقد تشكل

الحلقة (C) [18][19] وفق الشكل-3



الشكل I-3: الهيكل العام للفلافونويدات

أ-2-1 أصناف المركبات الفلافونويدية :

الفلافونويدات هي مجموعة متنوعة من المركبات الفينولية، التي تم تقسيمها تقليدياً إلى ستة فئات رئيسية تتضمن العديد من

المتغيرات الهيكلية [21,20]

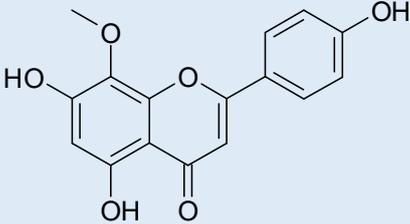
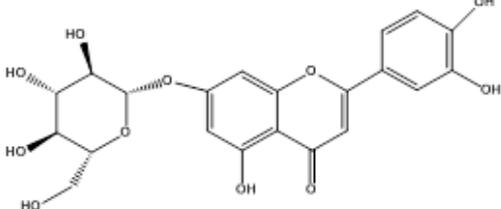
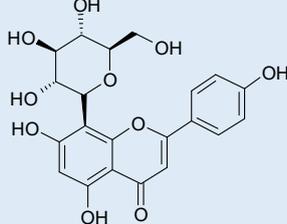
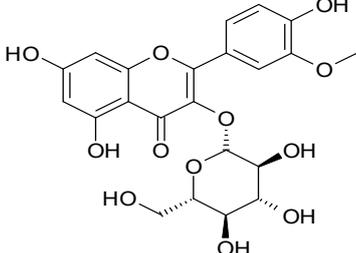
الجدول I-5: أصناف المركبات الفلافونويدية

الصف	الهيكل العام	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	
Flavanones		Naringenin	H	OH	H
		Eriodictyol	OH	OH	H
		Hesperetin	OH	O-CH <sub>3</sub>	H
		Taxifolin	OH	OH	H
Flavonols		Kaempferol	H	OH	H
		Quercetin	OH	OH	H
		Myricetin	OH	OH	OH
		Isorhamnetin	O-CH <sub>3</sub>	OH	H
Flavones		Apigenin	H	OH	H
		Luteolin	OH	OH	H
		Tricetin	OH	OH	OH
		Chrysoeriol	O-CH <sub>3</sub>	OH	H
Flavan-3-ols		Epicatechin	OH	OH	H
		Epicatechin gallate	OH	OH	H
		Epigallocatechin	OH	OH	OH
		Epigallocatechin gallate	OH	OH	OH
Anthocyanins/anthocyanidins		Cyanidin	OH	OH	H
		Delphinidin	OH	OH	OH
		Peonidin	O-CH <sub>3</sub>	OH	H
		Pelargonidin	H	OH	H
		Malvidin	O-CH <sub>3</sub>	OH	O-CH <sub>3</sub>
		Petunidin	O-CH <sub>3</sub>	OH	OH
Isoflavones		Ganistein	OH	-	-
		Daidzein	H	-	-

❖ بعض الفلافونيدات المفصولة من جنس الأبقوان:

جدول 6-I : بعض الفلافونيدات المفصولة من جنس الأبقوان

المرجع	المصدر	المركب	
[12]	<i>C morifolium Ramat</i>	<p>Flavones</p> <p>Apigenin: <math>R=R_1=R_2=R_3=H</math></p> <p>Acacetin: <math>R_1=Me, R_2=R_3=H</math></p> <p>Luteolin: <math>R=R_1=R_3=H, R_2=OH</math></p> <p>Diosmetin: <math>R_1=Me, R=R_3=H, R_2=OH</math></p> <p>Eupatorin: <math>R=R_1=Me, R_2=OMe, R_3=OH</math></p> <p>7-<i>O</i>-glycosides: <math>R=Gly</math></p>	
		<p>Flavanone</p> <p>Eriodictyol: <math>R=H</math></p> <p>Eriodictyol 7-<i>O</i>-glucoside: <math>R= Gly</math></p>	
		<p>Flavonol</p> <p>Quercetin: <math>R</math></p> <p>Isorhamnetin: <math>R_1=Me</math></p> <p>Their glycosides: <math>R=Gly</math></p>	
[22]	<i>C fuscathum (Desf)</i>	5,3',4'-trihydroxy-7-methoxyflavone	

5,7,4'-trihydroxy-8-methoxyflavone	
Luteolin 7-glucoside	
Apigenin- 8- C-glucoside	
4',5,7-trihydroxy-3'-methoxy-3- O-glucosylflavone	

### ب. المركبات الفينولية المعقدة:

#### التانينات (العفصيات):

هي مركبات فينولية ذات وزن جزيئي يتراوح من المتوسط إلى العالي، ويمكن تصنيفها إلى مجموعتين رئيسيتين هما التانينات القابلة للتحلل بالماء وغير القابلة للتحلل بالماء (التانينات المكثفة). [23]

#### 1- التانينات القابلة للتحلل بالماء:

هي جزيئات معقدة من أسترات لسكر (عديد الهيدروكسي) وعدد متغير من الجزيئات لحمض فينولي، تحللها ينتج شفا سكريا في أغلب الأحيان يكون الغلوكوز وشفا فينوليا مشكلا أساسا من Gallic acid و Ellagic acide وتتميز بدوبانيتها في الماء [24، 25]

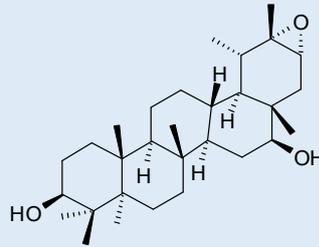
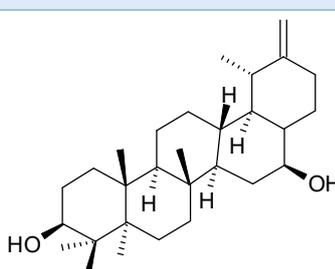
## 2- التانينات المكثفة:

عبارة عن بوليميرات catechin أو leucoanthocyanidin، لا تتحلل بسهولة عن طريق المعالجة الحمضية على الرغم من أن مصطلح التانينات المكثفة لا يزال يستعمل على نطاق واسع إلا أن مصطلح proanthocyanidins الأكثر وضوحاً من الناحية الكيميائية مع أن هذه المواد هي الفلافونويدات البوليميرية التي تشكل أصباغ anthocyanidins [23].

## A. 2.1.6 أهمية المركبات الفينولية :

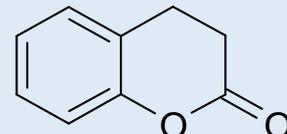
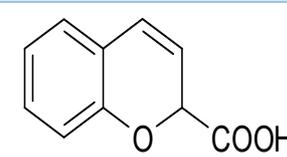
- أفادت وأكدت العديد من المنشورات العلمية أهمية وفاعلية المركبات الفينولية من الناحية البيولوجية والعلاجية، وفي هذا الإطار يمكن حصر وإيجاز بعض الفعاليات الهامة.
- **النشاط المضاد للأكسدة** : الخاصية الأكثر وصفاً لكل مجموعة من مركبات الفلافونويد تقريباً هي قدرتها على العمل كمضادات الأكسدة لحماية الجسم من أنواع الأوكسجين التفاعلية (ROS). [19، 26]
  - **النشاط المضاد للميكروبات والجراثيم** : تعتبر المركبات الفينولية من المواد المضادة للميكروبات حيث أقرت الدراسات على أن الفلافونويدات وأسترات الأحماض الفينولية بنشاطيتها المضادة للبكتيريا والفطريات والمضادة للفيروسات [19، 27]
  - **النشاط المضاد لمرض السكري** : تمتلك المركبات الفينولية نشاط مضاد لمرض السكري خاصة الكرسيتين حيث تعمل على تجديد الجزر في البنكرياس وتزيد من إفراز الأنسولين لدى الجرذان المصابة بداء السكري. [19، 28]
  - **تأثير المركبات الفينولية على نظام القلب والأوعية الدموية** : يمكن إستهلاك الفلافونويد لمنع عدد من أمراض القلب والأوعية الدموية بما في ذلك ارتفاع ضغط الدم وتصلب الشرايين وفي الآونة الأخيرة، أظهرت العديد من الدراسات التجريبية أن هذه المركبات تقلل من الضغط الشرياني عند الفئران. [19، 28]
  - **تأثير المركبات الفينولية على الجهاز العصبي** : وقد تبين أن مركبات الفلافونويد الاصطناعية مثل 6-بروموفلافون و6-برومو-3نتروفلافون أن هذه الفلافونويدات الاصطناعية تمتلك خصائص مزيلة للقلق. [19، 30] وفي دراسات أخرى أظهر جنس الأفيون غناه بمركبات أخرى غير الفينولات والفلافونويدات وهي:

جدول 7-1: بعض التربينات المفصولة من جنس الأَقحوان

المرجع	المصدر	المركب
[30]	<i>C. morifolium</i> Ramat	<p>Faradiol -<math>\alpha</math>-époxyde</p> 
		<p>Arnidiol</p> 

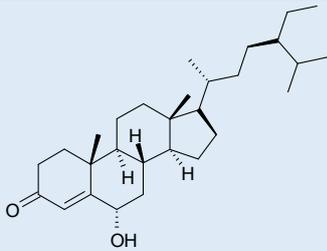
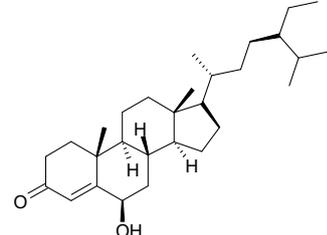
الكومارينات [30]:

جدول 8-1: بعض الكومارينات المفصولة من جنس الأَقحوان

المرجع	المصدر	المركب
[31]	<i>C. segetum</i> L	<p>Dihydrocoumarine</p> 
		<p>coumarinic acid</p> 

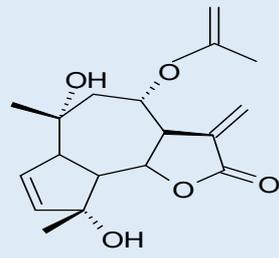
ستيرويدات[31]:

جدول 9-1: بعض ستيرويدات المفصولة من جنس الأَقحوان

المرجع	المصدر	المركب
[19,18]	<i>C. coronarium</i>	<b>Stigmast-4-ene-6<math>\beta</math>-ol-3-one</b> 
		<b>Stigmast-4-en-6<math>\alpha</math>-ol-3-one</b> 

❖ سيسكيتربين لكتون[32]:

جدول 10-1: بعض سيسكيتربين لكتون المفصولة من جنس الأَقحوان

المرجع	المصدر	المركب
[20]	<i>C. Boreale</i>	<b>8-Acetoxy-4,10-dihydroxy-2,11(13)-guaidiene-12,6-olid</b> 

## I-7 المسح البيولوجي لجنس الأَقحوان:

- مستخلص *C.fuscatum desf* كعلاج للسكري [28]
- الزيوت الأساسية والمستخلص الميثانولي لأوراق *C. trifurcatum* والجذور أظهرت فعالية مضادة للبكتيريا [34]
- المستخلص الميثانولي لأزهار *C. sinense* مثبط لـ Xanthine oxidase [35]
- مستخلص ن.بوتانول لأزهار *C. fontanesii* مضاد للأكسدة وأظهر حماية ضد إجهاد تأكسدي الناجم من حمض الفالبوريك [36]
- *C. morifolium Ramat* مضادة الأكسدة ومضاد فيروسي [37]
- المستخلص المائي لـ *C. indicum* مضاد الأكسدة ومضاد للبكتيريا ومضاد للفيروسات [38]
- مستخلص ن-بوتانول لـ *C. fuscathum* مفيد لمرض السكري ومضاعفاته [39]

المراجعالمراجع بالعربية :

- [1] إ.كريم نصر الله، و.حميد مجيد، دراسة بشرية الورقة لبعض أنواع العائلة المركبة *Asteraceae* مجلة ابن الهيثم للعلوم الصرفة والتطبيقية، (1) 29، 2016، ص303-294
- [5] د. شكرى إبراهيم سعد، "النباتات الزهرية نشأتها -تطورها-تصنيفها،" (دار الفكر العربي). الطبعة الأولى، 1994، ص612-619
- [11] س.أمداح، التنقيب عن الجزينات الفعالة من النباتين الصحراويين *Chrysanthemum fuscatum* و *Colocynthis vulgaris* ودراسة الأثر الوقائي للنظام الهيباتولوجي والهيماتولوجي لدى الجرذان المعاملة بمضادات السل، دكتوراة الدولة، جامعة منتوري قسنطينة، 2006، ص31
- [24] ش. بن ساسي، تقييم الفعالية المضادة للأكسجين والمضادة للبكتيريا للمركبات الفينولية لبعض أصناف التمر من منطقة وادي ريغ بطرق مختلفة، دكتوراه، جامعة قاصدي مرباح ورقلة، 2018، ص 32.

المراجع الأجنبية:

- [2] K.Bremer, *Asteraceae, Cladistics and Classification*, (Timber Press), Portland, Oregon, 1994, p752
- [3] S.Kennouche, *Etude phytochimique et biologique des espèces Chrysanthemum segetum L. (Asteraceae) et Limonium pruinosum (L.) Chaz. (Plumbaginaceae)*, Doctorat, Université Des Freres Mentouri-Constantine, 2017, P4
- [4] P. Quezel, S.Santa, *Nouvelle flore de l'Algérie et des régions désertiques méridionales*, Tome I, C.N.R.S. Paris, 1963, P 982-986
- [6] Dj. Hamada, *Etude Structure Activité des Principes Actifs de la Plante Anvillea radiata Asteraceae*, Doctorat, Université Kasdi Merbah Ouargla, 2016, P28
- [7] U. Quattrocchi, *CRC World Dictionary of Plant Names: Common Names, Scientific Names, Eponyms, Synonyms and Etymology*, CRC, Press, V 1, 1999, P 728.
- [8] A.Kumar, S. P.Singh, R. S. Bhakuni, *Secondary metabolites of Chrysanthemum genus and their biological activities*, current science, V 89, 2005, P1489-1501.

- [9] N.Boutaghane, Etude phytochimique et pharmacologique de plantes médicinales Algériennes *Genista ulicina* Spach (Fabaceae) et *Chrysanthemum macrocarpum* (Sch. Bip.) Coss. & Kralik ex Batt (Asteraceae), Doctorat, Université De Constantine 1, 2013, P 32
- [10] P.Ozenda, Flore du Sahara, Centre national de la recherche scientifique, Paris, 2ème édition, 1997, p 437.
- [12] L.Z.Lin, J. M. Harnly, Identification of the phenolic components of *Chrysanthemum* flower (*Chrysanthemum morifolium* Ramat), Food Chemistry, V 120, 2010, p319–326
- [13] N. Boizot, J.-Paul Charpentier, Méthode rapide d'évaluation du contenu en composés phénoliques des organes d'un arbre forestier, 2006, P 79-82
- [14] G. Castellano, Classification of Phenolic Compounds by Chemical Structural Indicators and Its Relation to Antioxidant Properties of *Posidonia Oceanica* (L.) Delile, match commun. math. comput. chem, V 67, 2012, P-231-250
- [15] M. Sulusoglu, Phenolic Compounds and Uses in Fruit Growing, Turkish journal of agricultural and natural sciences, V 1, 2014, P 947-956
- [16] A. Sabiha, polyphénols de l'alimentation : extraction pouvoir antioxidant et interaction avec des ions métalliques, doctorat, université d'avignon et des pays de vaucluse, 2013, p 6-11
- [17] D. M. Pereira, P.Valentão, J. A. Pereira, P.B. Andrade, Phenolics: From Chemistry to Biology, Molecules, V 14, 2009, P 2202-2211
- [18] R. Mahfoudi, Contribution à l'étude de relation structure-activité antioxydante des flavonoides synthétisés, thèse de doctorat, université de Laghouat, 2018
- [19] AR Tapas, DM Sakarkar, RB Kakde, Flavonoids Nutraceuticals: A Review, Tropical Journal of Pharmaceutical Research, V 7 (3), 2008, P1089-1099
- [20] C. D. Kay, L. Hooper, P. A. Kroon, E. B. Rimm , A. Cassi, Relative impact of flavonoid composition, dose and structure on vascular function: A systematic review of randomised controlled trials of flavonoid-rich food products, Mol. Nutr. Food Res, V 00, 2012, P 1–12
- [21] M. Saxena, J. Saxena, and A. Pradhan, Flavonoids and phenolic acids as antioxidants in plants and human health. Int J Pharm Sci Rev Res, V 16 (2), 2012, p 4-103.

- [22] S.Ameddah, H. Dendougui, A.Menad, R.Mekkiou, Z. Meraihi, S.Benayache,F.Benayache, Flavonoids from *Chrysanthemum fuscatum*. Chemistry of Natural Compounds, 2007 V 43(2), P 210
- [23] M. de Lourdes Reis Giada, Food Phenolic Compounds: Main Classes, Sources and Their Antioxidant Power, Additional information is available at the end of the chapter,2 013, P92
- [25] P.W. Hartzfeld, R. Forkner, M.D. Hunter, and A.E. Hagerman, Determination of hydrolyzable tannins (gallotannins and ellagitannins) after reaction with potassium iodate. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 50(7), 2002, p 1785-1790.
- [26] DK. Shaharma, pharmacological properties of flavonoids including flavonolignans-integration of petrocrops with drug development from plants, Journal of scientific & industrial research, V65, 2006, P 477-484.
- [27] S. Pepeljnjak et al, Antimicrobial activity of flavonoids from *Pelargonium radula* (Cav.) L'Hérit, Acta Pharm, V 55, 2005, P 431-435.
- [28] N. Boubekri et al, In vitro Antioxidant and in vivo Antidiabetic Potential of n-butanol Extract of *Chrysanthemum fuscatum* in Streptozotocin Induced Diabetic Rats, Int. J. Pharm. Sci. Rev. Res, V40 , 2016, P 214-219
- [29] A. V. Jalaj, P. M. Radhamany, identification and quantification of phenolic compounds from operculina turpethum (L.) silva manso leaf by HPLC method, international journal of pharmaceutical sciences and research, V 7(4), 2016, p 1656-1661
- [30] U.Motohiko, A.Toshihiro, T.Harukuni, S.Hiroyukis, N.Hoyoku, Constituents of Compositae plants III. Anti tumor promoting effects and cytotoxic activity against human cancer cell lines of triterpen diols from edible *Chrysanthemum* flowers, Cancer letters, V 177, 2002, P 7-12.
- [31] R. J. Ochocka, D. Rajzer, P. Kowalski, H. Lamparczyk, Coumarins from *Chrysanthemum segetum*, Determination of coumarins from *Chrysanthemum segetum* L. by capillary electrophoresis, Journal of Chromatography A, V 709, 1995, P197-202.
- [32] A.Kumar, S P.Singh, R S.Bhakuni, Secondary metabolites of *Chrysanthemum* genus and their biological activities. current science, V 89, 2005, p1489

- [33] M. Haruna, M. Kato, K. Ito, T. Nikai, H. Sugihara, h.murata, angeloylcumambrin-b, an antimicrobial sesquiterpene lactone from *chrysanthemum ornatum* var. spontaneum, phytochemistry, V20, 1981, P2583-2584
- [34] A. Ben sassi, F. Harzallah skhiri, I. chraief, N. Bourgougnon, M. Hammami, M. Aouni, essential oils and crude extracts from *chrysanthemum trifurcatum* leaves, stems and roots: chemical composition and antibacterial activity, JOS, V63(6), 2014, P607-617
- [35] M.T.T. Nguyen, S. Awale, Y. Tezuka, J.Y. Ueda, Q.L. Tran, S. Kadota, Xanthine oxidase inhibitors from the flowers of *chrysanthemum sinense*, planta Medica, 72(1), 2005, p46-51.
- [36] A. Amrani, O. Benaissa, N. Boubekri, Dj. Zama, F. Benayache, S. Benayache, Valproic acid induced liver toxicity and oxidative damage in pregnant mice: The protective effect of n-butanol extract from flowers of *Chrysanthemum fontanesii*, Scholars Research Library, V 4 (12), 2013, p6-14
- [37] Hen, K. Plumb, G.W. Bennett, R.N. Bao, Antioxidant activities of extracts from five anti-viral medicinal plants. J. Ethnopharm. V 96(1-2), 2005, p201-205.
- [38] M. Yoshikawa, T. Morikawa, I. Toguchida, S. Harima, H. Matsuda, Inhibitors of nitric oxide production and absolute stereostructures of five new germacranetype, sesquiterpenes, Kikkanols D, D Monoacetate, E, F and F Monoacetate from the flowers of *Chrysanthemum indicum* L., Chemical Pharmaceutical. Bulletin, V 48, 2000, P651-656.
- [39] N. Boubekri, A. Amrani, Dj. Zama, H. Dendougui, F. Benayache, S. Benayache, In vitro Antioxidant and in vivo Antidiabetic Potential of n-butanol Extract of *Chrysanthemum fuscatum* in Streptozotocin Induced Diabetic Rats, Int. J. Pharm. Sci. Rev. Res, V 41(2), 2016, P 214-219

الفصل الثاني  
الدراسة الفيتوكيميائية وتقدير المواد  
الفعالة في النبتة

---

تم إنجاز هذا العمل التطبيقي كاملا في :

- 1- مخبر الكيمياء العامة والكيمياء التحليلية جامعة قاصدي مرباح ورقلة
- 2- مخبر تثمين وترقية الموارد الصحراوية VPRS بجامعة قاصدي مرباح ورقلة

## II. 1 المواد والمحاليل المستعملة:

الجدول (II-1) ص 120 يلخص مجمل المحاليل والمواد المستخدمة في العمل التجريبي

## II. 2 الأجهزة المستعملة:

الجدول II-2 ص 120 يلخص مجمل الاجهزة المستخدمة في العمل التجريبي

## II. 3 الطرق والأساليب المستعملة:

### II. 3.1 جني النبات :

تم جني نبتة *C.fuscatum.Desf* من منطقة بئر العاتر تبسة في مارس 2017 والذي يصادف فترة الإزهار وقد تم التأكد من التصنيف بمساعدة الأستاذ حليس يوسف (باحث في مركز البحوث العلمية والتقنية في المناطق الجافة، تقرت).



الشكل II-1 : صورة توضح منطقة جني النبتة بالإضافة الى صورة للنبتة

## II. 3. 2 التجفيف:

- إن عملية التجفيف تعتبر من أهم العمليات التي تجرى على النباتات، لأجل المحافظة على المواد الفعالة في النبتة، ووقايتها من الفساد وإعدادها الإعداد الجيد للتخزين. لذلك قمنا بتجفيف النبتة وفق المراحل التالية [1] :
- ازالة الاجزاء الميتة والشوائب من النبتة
  - فصل الجزء الهوائي على الارضي لايقاف العمل الانزيمي داخل النبتة
  - تجفيفها في مكان بعيد عن الشمس والرطوبة وجيد التهوية مع تقليبها من حين الى اخر للحصول على تجفيف جيد لجميع الاجزاء .

## II. 3. 3 الطحن والتخزين:

نقوم بطحن النبتة باستعمال مطحنة كهربائية إلى أجزاء بحجم مناسب لعملية الإستخلاص، وذلك بعد التأكد من الجفاف التام لكل الأجزاء، ثم يحفظ المسحوق النباتي في أكياس ورقية عتمة في مكان خالي من الرطوبة إلى حين استعمالها.

## II. 4 الإختبارات الكيميائية الأولية:

من اجل حصر المواد الفعالة في النبتة، قمنا بجملة من الإختبارات الأولية والتي نلخص مجملها فيما يلي :

## II. 4. 1 إختبار الفلافونيدات :

نزن عشرة (10) غ من المسحوق النباتي الجاف ، ينقع في 150 مل من حمض كلوروهيدريك المخفف (1%) لمدة 48 ساعة ثم يرشح [2].

## 1- الإختبار العام للفلافونيدات :

نأخذ 10 مل من الراشح المحصل عليه نعايره بواسطة محلول الامونياك  $(2N) NH_4 OH$  حيث تتم مر اقبة PH بواسطة ورق ال PH

الملاحظة : بعد قاعدية الوسط نلاحظ ظهور لون أصفر فاتح دليل وجود الفلافونيدات .

## 2- إختبار الفلافونيدات الحرة :

نأخذ 5 مل من الراشح المحصل عليه ونضعها في أنبوب إختبار ونضيف لها 2.5 مل كحول الاميلي

**الملاحظة:** بعد الرج والتوازن نلاحظ تلون الطور الكحولي ( الطور العلوي ) باللون الأصفر مما يدل على تواجد فلافونيدات الحرة.

### 3- إختبار الفلافونيدات الجليكوزيدية :

أ- نبخر الطور الكحولي المحصل عليه من الإختبار السابق تحت الضغط والراسب المحصل عليه يذوب في 3 مل من حمض الكلوروهيدريك المخفف (1%) ثم يسخن المحلول في حمام مائي لمدة دقيقتين، وبعد التبريد نضيف له 2.5 مل من الكحول الاميلي. [3]

**الملاحظة:** بعد الرج والتوازن، نلاحظ تلوين الطور الكحولي الطور العلوي باللون الأصفر مما يدل على تواجد الفلافونيدات الجليكوزيدية .

ب- نأخذ 5 مل من الراشح المحصل عليه ونضعها في أنبوب إختبار ونضيف لها كمية قليلة من المغنيزيوم (Mg)، ثم نرجها جيدا

**الملاحظة:** بعد مدة نلاحظ ظهور اللون الأحمر مما يدل على تواجد الفلافونيدات الجليكوزيدية.

### II. 2.4 إختبار القلويدات :

تحضير كاشف ماير **Mayers reagent** : يحضر بإذابة 1.35 غ من كلوريد الزئبق  $HgCl_2$  و 5 غ من يوديد البوتاسيوم KI في 100 مل من الماء المقطر.

نزن عشرة (10) غ من المسحوق النباتي الجاف، ينقع في 150 مل من حمض كلوروهيدريك المخفف (1%) لمدة 48 ساعة ثم يرشح. الراشح المحصل يعاير بواسطة محلول الأمونياك  $NH_4OH$  (2N) إلى غاية الحصول على وسط  $PH=9$  [3]، بعد عملية المعايرة نقوم بعملية إستخلاص (سائل – سائل) ثلاث مرات بواسطة الكلوروفورم الطور العضوي يجمع ويبخر، الراسب المحصل عليه يذوب في 2 مل من حمض الكلوروهيدريك المخفف (1%) ثم نضيف له ثلاث قطرات من كاشف ماير

**الملاحظة:** تشكل راسب أبيض مما يدل على تواجد القلويدات .

### II. 3.4 إختبار الكاردينوليدات :

نزن 1 غ من المسحوق النباتي ، ينقع في الماء المقطر لمدة 20-30 دقيقة ثم يرشح . نقوم بعدها بعملية استخلاص (سائل – سائل) للمحلول المحصل عليه بواسطة 10 مل من خليط كلوروفورم والإيثانول الطور العضوي المحصل عليه يبخر والراسب الناتج يذوب في 3 مل من حمض الاسيتيك المجمد ثم نضيف له قطرات من ثلاثي كلوريد الحديد  $(FeCl_3)$  يلها نضيف قطرات من حمض الكبريت  $(H_2SO_4)$ .

الملاحظة : تلون الطور الحمضي بلون أخضر مزرق مما يدل على تواجد الكاردينوليدات .

#### II. 4. 4 إختبار العفصيات ( التانينات):

نزن 10 غ من المسحوق النباتي، ينقع في الكحول الإيثيلي (Alcoole Ethylique) (50%) لمدة 30 دقيقة ثم يرشح. الراشح المحصل عليه يضاف له قطرات من ثلاثي كلوريد الحديد. [3]

الملاحظة : بعد مدة نلاحظ ظهور اللون الأخضر دليل على تواجد العفصيات .

#### II. 4. 5 إختبار الستيروولات غير المشبعة والتربينات:

نزن 5 غ من المسحوق النباتي، ينقع في 20 مل من الكلوروفورم (Chloroforme) لمدة 30 دقيقة ثم يرشح، نضع الراشح المحصل عليه في أنبوب إختبار ونضيف له 1 مل من حمض الكبريت ( $H_2SO_4$ ) بحذر على جدار الأنبوب [4].

الملاحظة : نلاحظ ظهور اللون الأخضر الذي يتحول بعد مدة إلى اللون الأحمر في الطبقة الفاصلة بين الطورين دليل على تواجد الستيروولات غير المشبعة والتربينات.

#### II. 4. 6 إختبار الصابونوزيدات :

نزن 2 غ من المسحوق النباتي، يوضع في 80 مل من الماء المقطرويسخن لمدة 15 دقيقة بعدها يرشح ويبرد. يوضع الراشح في أنبوب إختبار ويرج جيدا، ثم يترك لمدة زمنية معينة [3].

الملاحظة : نلاحظ ظهور رغوة تبقى لمدة 15 دقيقة دليل على تواجد الصابونوزيدات.

#### II. 4. 7 إختبار الستيرويدات:

نزن 5 غ من المسحوق النباتي، ينقع في 20 مل من الكحول الإيثيلي (70%) لمدة 30 دقيقة ثم يرشح، يبخر الراشح والراسب المحصل عليه ينوب في 20 مل من الكلوروفورم ثم يرشح مرة ثانية للتخلص من الشوائب، فنتحصل على راشح يقسم إلى قسمين

- القسم الأول : يوضع في أنبوب إختبار يضاف له 1 مل من حمض الخل (Acide Acétique) ثم 1 مل من حمض الكبريت على جدار الأنبوب بحذر.

الملاحظة : عدم ظهور اللون الأخضر يدل على تواجد الستيرويدات غير المشبعة.

- القسم الثاني : يوضع في أنبوب إختبار يضاف له حجم متساوي من حمض الكبريت على جدار الأنبوب

الملاحظة : ظهور اللون الأصفر الذي يتحول إلي اللون الأحمر يدل على تواجد مشتقات الستيرويدات .

## II . 5 استخلاص المركبات الفلافونويدية :

من اجل استخلاص واستنزاف المركبات الثانوية الأيض الفلافونويدية من النباتات نستعمل النبتة جافة، ويتم استخلاصها في معظم الحالات بالمحاليل الكحولية المائية (كحول/ماء) أو ماء، وفي بعض الأحيان نستعمل المحاليل العضوية المائية (مذيب عضوي/ماء) [5]. وفي بحثنا نهدف إلى دراسة مقارنة بين الوسطين (إيثانول/ماء) و (أسيتون/ماء).

### أولا : الإستخلاص بالنظام ( إيثانول/ماء):

- ❖ تنقع كمية 96.4 غ من النبتة في 500 مل من محلول إيثانول/ماء (20/80) مع الرج، هذا النقع يكرر 3 مرات مع تجديد المذيب والترشيح كل 24 ساعة .
- ❖ يؤخذ المستخلص المتبقي من الطور المائي الناتج من الوسط ويبخر المذيب (إيثانول) ثم يخفف المستخلص المتبقي من الطور المائي بالماء الدافئ مع الرج ليلة كاملة لتجانس الوسط ثم نقوم بالترشيح.
- ❖ نقوم بالإستخلاص سائل-سائل وذلك باستعمال المذيبات التالية على الترتيب حسب تزايد القطبية 3 مرات بإيثانول البترول ونفس الشيء بالكلوروفورم. ومرة واحدة بأسيتات الايثيل و5مرات بن- بيتانول فنحصل على مستخلصات متدرجة القطبية، تجفف كل منها باستخدام  $MgSO_4$  ثم تركز بالتبخير ونحسب المردود في كل حالة حسب العلاقة II-1 :

$$R\% = \frac{m}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots(II-1)$$

حيث:

$R\%$ : مردود الإستخلاص

$m$ : كمية المستخلص

$m_0$ : كمية النبتة الجافة .

## ثانيا- استخلاص بالوسط (أسيتون/ماء):

لاحظنا في العمل التجريبي بأن الإستخلاص في الوسط إيثانول/ماء يختلف جذريا من الناحية التجريبية عن الإستخلاص في هذا الوسط أسيتون/ماء لذا إرتأينا أن نفصل طريقة ومخطط العمل في هذا الأخير.

تنقع كمية 96.4 غ من النبتة في 500 مل من محلول أسيتون/ماء (20/80) مع الرج، هذا النقع يكرر 3 مرات مع تجديد المذيب والترشيح كل 24 ساعة.

يؤخذ المستخلص المتبقي من الطور المائي ونقوم بالإستخلاص سائل-سائل وذلك باستعمال المذيبات التالية على الترتيب

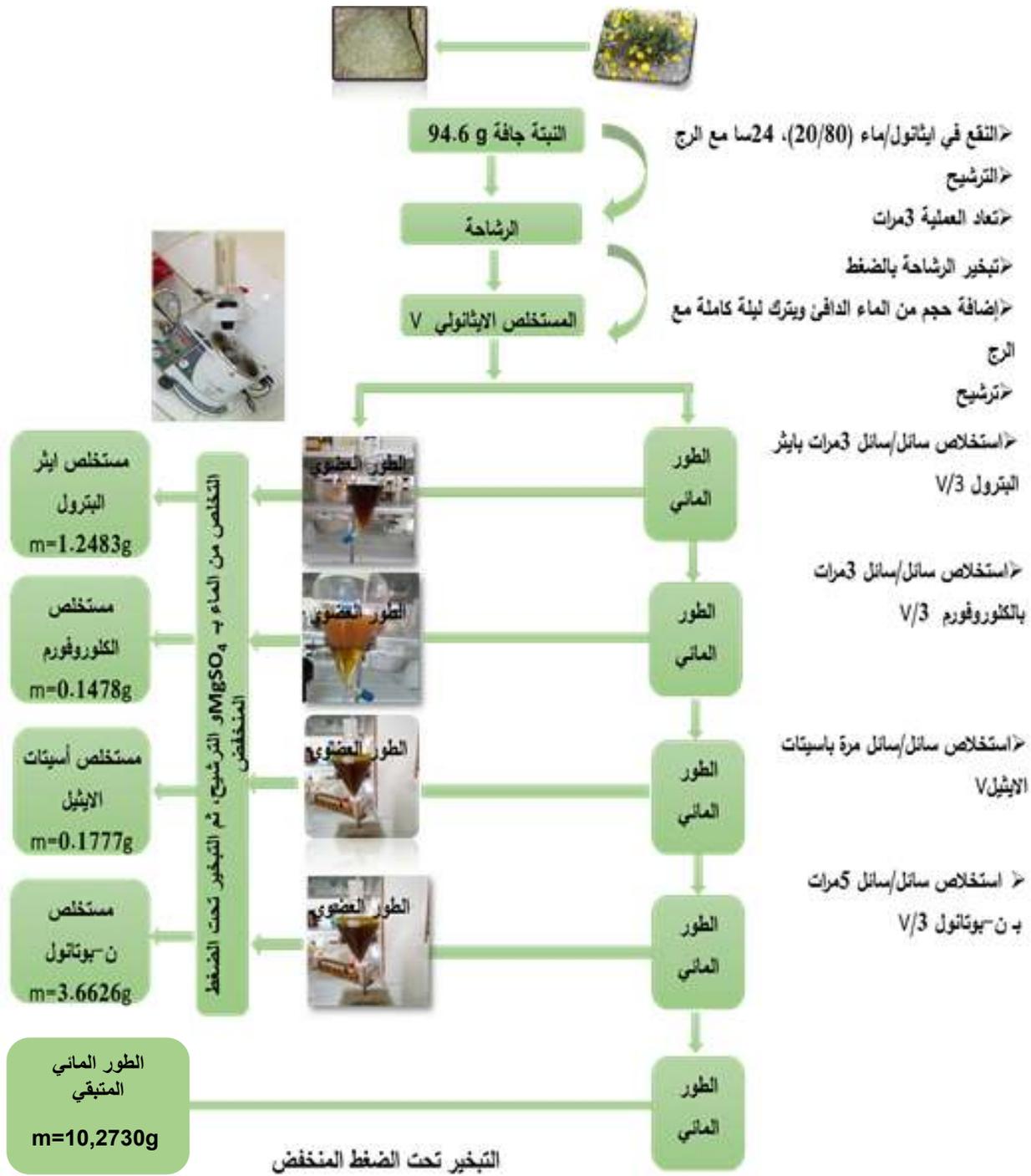
حسب تزايد القطبية 3 مرات بإيثربترول و بالكلوروفورم، مرة واحدة باسيئات الايثيل، و 5 مرات ب ن- بوتانول، وحسب

القاعدة الكيميائية الشبيه يذيب الشبيه نحصل على مستخلصات متدرجة القطبية، تجفف كل منها ب  $MgSO_4$  ثم تركز

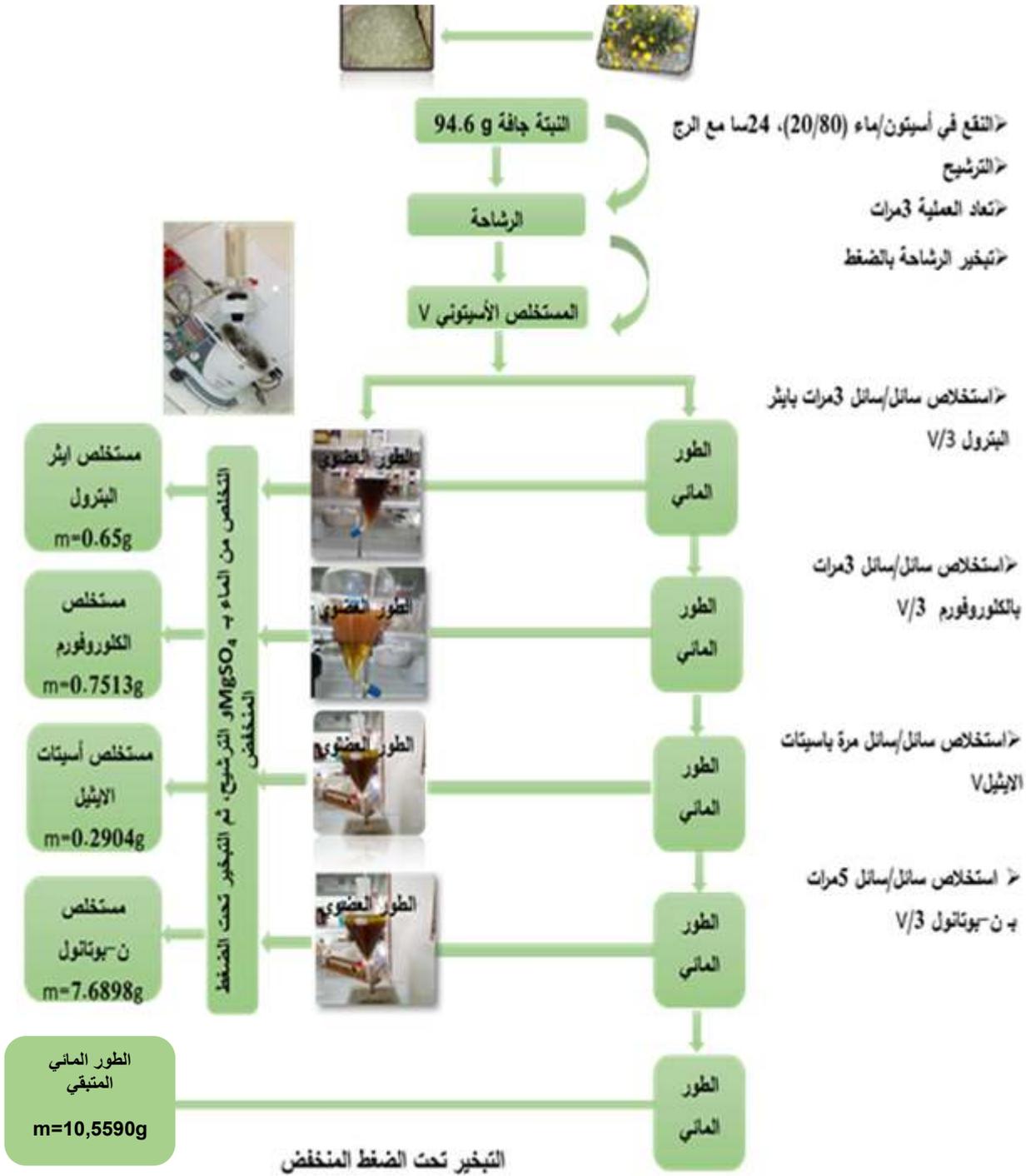
بالتبخير ونحسب المردود في كل حالة حسب العلاقة (1-II)

بعد الإستخلاص بالبوتانول والتبخير قمنا بعملية الفصل بالترسيب (البلورة بالفرز) بإضافة الأسيتون، حيث تحصلنا على

محلول غير متجانس تم فصله بالترشيح.



الشكل II-2: مخطط الإستخلاص سائل – سائل للنظام إيثانول / ماء



الشكل II-3: مخطط الإستخلاص سائل - سائل للنظام أسيتون / ماء

## II. 6 تقدير كمية المركبات الفينولية الكلية TPC :

يمكننا هذا التحليل من معرفة كمية الفينولات الكلية للعينة، وقد تم تقديرها وفق (Single ton Ross1965) باستعمال الكاشف فولين (Folin Ciocaltau) [6] وحمض الغاليك كأساس مرجعي، هذا الكاشف يتغير لونه من الأصفر إلى الأزرق بالأكسدة. النتائج المتحصل عليها عبر عنها بال mg على أساس acide Gallic المكافئ لكل g من المستخلص.

## المنحنى القياسي:

نحضر 10 تراكيز مختلفة من حمض الغاليك تكون محصورة بين 0.03g/l إلى 0.3g/l، نأخذ 0.1ml من كل محلول ونضعها في أنابيب إختبار على الترتيب من أقل إلى أعلى تركيز، ثم نضيف لها 0.5ml من كاشف Folin ciocalteu الممدد عشر مرات ونتركها لمدة 5 دقائق، ثم نضيف لها 2ml من محلول كربونات الصوديوم (20%)، ترح الأنابيب ليتجانس المحلول ونتركها في الظلام لمدة نصف ساعة. ثم نقيس الإمتصاصية لكل تركيز بواسطة جهاز المطيافية فوق البنفسجي المرئي SpectroScan 80D/80DV عند الطول الموجي 760nm وتعاد العملية 3 مرات.

## تحضير المستخلصات:

نحضر تركيز ممدد لكل من المستخلصات الإيثانولية والأسيتونية وتعامل بنفس طريقة حمض الغاليك على أن نستبدل حمض الغاليك بالمستخلصات مع تكرار العملية 3مرات لكل مستخلص .

## العلاقة المستعملة في حساب TPC:

لحساب كمية المركبات الفينولية الكلية في المستخلصات الإيثانولية والأسيتونية طبقنا العلاقة التالية:

$$C(mg/g) = \frac{A}{K} \times F \times \frac{V}{P} \dots\dots\dots (II-2)$$

حيث أن :

C : كمية المركبات الفينولية الكلية (mg/g)

A : قيمة الإمتصاصية عند 760nm

K : ميل المنحنى القياسي لحمض الغاليك

F : معامل التمديد بالنسبة للمستخلصات

V : الحجم المذاب فيه الخلاصة

P : الكتلة الابتدائية للمستخلص جاف بالغرام

## II. 7 تقدير كمية المركبات الفلافونويدية TFC :

لتحديد كمية المركبات الفلافونويدية استخدمنا الطريقة اللونية لثلاثي كلوريد الألمنيوم ( $AlCl_3$ ) النتائج المتحصل عليها عبر عنها بالمغمرام من الكرسيتين المكافئ لكل غرام من المستخلص.

## المنحنى القياسي:

نحضر 10 تراكيز مختلفة من حمض الكرسيتين (من 0.01g/l إلى 0.1g/l)، نأخذ 1.5ml من كل محلول ونضعها في أنابيب إختيار على الترتيب من الأقل إلى الأعلى تركيز ثم نضيف لها 1.5ml من  $AlCl_3$  (2%)، ترح الأنابيب ليتجانس المحلول ونتركها في الظلام لمدة نصف ساعة ثم نقيس الإمتصاص بواسطة جهاز المطيافية فوق البنفسجية المرئي عند الطول الموجي nm 420 وتعاد العملية 3 مرات.

## تحضير المستخلصات:

نحضر تركيز ممدد لكل من المستخلصات الإيثانولية والأسيتونيلية وتعامل بنفس طريقة الكرسيتين على أن نستبدل المحلول المرجعي الكرسيتين بالمستخلص مع تكرار عملية القياس 3مرات لكل مستخلص.

## العلاقة المستعملة في حساب TFC:

نقوم بحساب كمية المركبات الفلافونويدية حسب العلاقة التالية:

$$C(mg/g) = \frac{A'}{K'} \times F' \times \frac{V}{p} \dots\dots\dots (II-3)$$

حيث أن:

A' : الإمتصاصية عند 430nm

K' : ميل المنحنى القياسي للكرسيتين

F' : معامل التمديد بالنسبة للمستخلصات.

C' : كمية المركبات الفلافونويدية (mg/g) .

V : الحجم المذاب فيه الخلاصة الفينولية.

p : الكتلة الابتدائية للمستخلص بالغرام.

II. 8 الدراسة التحليلية النوعية لمستخلصات نبتة *C. fuscatum* (Desf):

تعتبر الكروماتوغرافيا الطريقة الأساسية والأكثر تداولاً لفصل المركبات الطبيعية والتي تعتمد جميعها على توزيع المادة المراد فصلها بين طورين ثابت ومتحرك. حيث إستعملنا في دراستنا احد أنواعها المعروفة وهي كروماتوغرافيا المستوية بنوعها، كروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة TLC والكروماتوغرافيا الورقية PC. باعتبارها طريقة فصل نوعية سهلة وسريعة ومتوفرة تعطينا فكرة أولية عن ما قد تحتويه المستخلصات النباتية، وبالتالي هي خطوة جد مهمة للباحث تقوده إلى الفصل الكمي لمكونات النبتة.

## II. 8. 1 كروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة TLC:

بغرض إجراء الفصل بكروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة قمنا باستخدام السليكا جال كطور متحرك واستعملنا العديد من الأطوار المتحركة لإختيار الطور المناسب وهي الاطوار التالية [7]:

1. طولين/أسيتون/كلوروفورم (5/7/8)
2. ثنائي كلورايتان/إيثانول (5/95)
3. كلوروفورم/ميثانول (1/19)
4. ثنائي كلوروميثان/ميثانول (5/95)
5. طولين/ميثانول/بروبانول (3/3/4)
6. ماء/إيثانول/ن بوتانول/حمض الخل (10/25/20/60)
7. ماء/كلوروفورم/ميثانول (9/30/1)، (9/40/1)

حيث قمنا بتظهير البقع باستعمال مظهرات فيزيائية المتمثلة في الأشعة فوق البنفسجية مصباح UV(365nm)

ومصباح UV(254nm) وأيضا مظهرات كيميائية باستعمال  $NH_3$

العلاقة المستعملة لحساب ثابت الاحتجاز: من العوامل المحددة لعملية الفصل ثابت الاحتجاز  $R_f$  وذلك لوجود علاقة بينه

وطبيعة المركب الذي تحسب قيمته وفق العلاقة (II-4)

$$\text{ثابت الاحتجاز } (R_f) = \frac{\text{المسافة المقطوعة من طرف المركب}}{\text{المسافة المقطوعة من طرف الطور المتحرك}} \dots (II-4)$$

## II . 8 . 2 الكروماتوغرافيا الورقية PC :

لأجل الفصل الكيفي للمستخلصات قمنا باستخدام ورق whatman3 كطور ثابت مع اختيار طورين عضوي ومائي كأطور متحركة.

1. الطور العضوي: بوتانول/حمض الخل/ماء (5/1/4)

2. الطور المائي: حمض الخل 20%

# النتائج ومناقشتها

## II. 9 النتائج والمناقشة :

## II. 1.9 الإختبارات الأولية للنبتة :

الجدول II-3 يلخص نتائج الإختبارات الأولية على النبتة

الجدول II-3: نتائج الإختبارات الأولية لنبتة

نتائج الإختبار	المواد الفعالة
+	الفلافونيدات العامة
+	الفلافونيدات الحرة
+	فلافونيدات جليكوزيدية
+	القلويدات
+	الكاردينوليدات
+	العفصيات
+	الستيروولات الغير مشبعة والتربينات
+	الصابونوزيدات
+	الستيرويدات غير المشبعة
+	مشتقات الستيرويدات

من خلال النتائج الموضحة في الجدول رقم II-3، نلاحظ تواجد اغلبية المركبات الفعالة في النبتة من فلافونيدات قلويدات، كاردينوليدات، العفصيات وغيرها. وقد لاحظنا أن هذه النتائج تتفق الى حد كبير مع دراسة تم إجراؤها على مستخلص الأوراق والأزهار لنبات من نفس الجنس [8] حيث تواجدت أغلبية المركبات مع غياب الصابونوزيدات في كلا المستخلصين. وفي دراسة أخرى على المستخلص الميثانولي لأزهار نبتة من نفس الجنس [9] كانت النتائج متطابقة لما توصلنا اليه حيث أظهرت النتائج وجود أغلب مركبات الأيض الثانوي.

تمتلك مركبات الأيض الثانوي العديد من الخصائص البيولوجية التي تعطي للنبتة خصائص طبية علاجية، فقد أشارت العديد من الدراسات الى الفوائد العلاجية للفينولات كحماية القلب ومكافحة الشيخوخة ومكافحة مرض تصلب الشرايين [10,11]، اما التانينات فتملك خواص مضادة للجراثيم والفيروسات وعلاج بعض الإلتهابات كالتهابات المعدة والمعي والحلق [12]، أما الصابونوزيدات فتساعد على خفض الكوليستيرول وكمضادات للأكسدة والسرطان [13].

II . 9 . 2 مردود الإستخلاص :

إنطلاقاً من العلاقة (II-1) تم حساب مردود الإستخلاص والنتائج مدونة في الجدول (II-4)

الجدول II-4 : مردود الإستخلاص في كلا النظامين

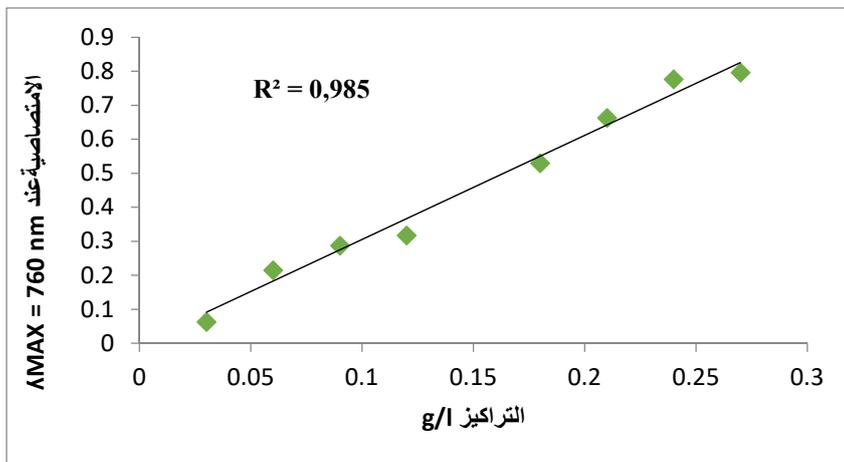
المستخلصات	إيثر البترول	كلوروفورم	أسيتات الايثيل	ن-بوتانول	المتبقي من الطور المائي
إيثانول/ماء	1.2949%	0.1533%	0.1843%	3.7993%	10.6566%
أسيتون/ماء	0.67%	0.7793%	0.3012%	صلب	10.9533%
				سائل	
				3.7487%	4.2282%

من خلال نتائج الجدول نلاحظ أن مردود الإستخلاص ظهر بنسب متفاوتة في الطور الواحد وبين الطورين، ففي الطور إيثانول / ماء جاءت نسب إستخلاص الطورين كلوروفورم والاسيتات بقيم صغيرة جدا تراوحت بين 0.15% و 0.18% مقارنة بنسب إيثر البترول التي كانت مساوية الى : 1.294% ونسبة ن-بيوتانول التي جاءت بقيمة قدرها : 3.79% والطور المائي بنسبة 10.65 %.

أما بالنسبة للطور أسيتون / ماء فقد كان مردود الإستخلاص أعلى من سابقه ماعدا في مستخلص إيثر البترول الذي جاء بقيمة أقل حوالي 0.67% أما بقية المستخلصات فقد تراوحت نسبة الإستخلاص بين 0.374 % لمستخلص ن-بيوتانول الصلب و 10.95% بالنسبة للطور المائي.

II . 9 . 2 تقدير المركبات الفينولية الكلية TPC :

تم تقدير المركبات الفينولية الكلية باستخدام المنحنى القياسي لحمض الغاليك الموضح في الشكل (II-4) إذ حسبت كمية TPC بالملغرام من حمض الغاليك المكافئ لكل غرام من الوزن الجاف للنبتة.



الشكل II-4 : المنحنى القياسي لحمض الغاليك لتقدير الفينولات الكلية

من خلال المنحنى القياسي لحمض الغاليك وبتطبيق العلاقة (2-II) ننتحصل على النتائج المدونة في الجدول II - 5 .

الجدول II - 5 كمية الفينولات الكلية TPC

المتبقي من الطور المائي R1F	ن-بوتانول B1F	أسيئات الايثيل A1F	الكلوروفورم C1F	ايثر البترول E1F	المستخلصات كمية الفينولات الكلية (mg/g) إيثانول/ماء	
3.28±0.0	52.54±0.05	240.12±0.024	59.97±0.016	7.02±0.0		
R2F	A2FS	A2FL	A2F	C2F	E2F	أسيتون/ماء
7.25±0.0	صلب	سائل	354.71±0.04	1.09±0.05	13.34±0.0	
	39.56±0.11	47.39±0.01				

نلاحظ من خلال الجدول II - 5 أن كمية الفينولات متواجدة بكميات معتبرة ومتباينة في جميع المستخلصات، حيث تتواجد بكميات كبيرة في مستخلصات أسيتون/ماء مقارنة بمستخلصات النظام الإيثانولي بإستثناء مستخلص الكلوروفورم، حيث سجلت أعلى قيمة لمستخلص أسيتات الإيثيل نظام الأسيتوني بمقدار 354.71 mg/g وأدنى قيمة كانت للمتبقّي من الطور المائي في النظام الإيثانولي بمقدار 3.28 mg/g

إذ نجد في النظام الإيثانولي أن كمية الفينولات محصورة ما بين 3.28 mg/g - 240.12 mg/g ورتبت النتائج كالتالي :

$$TPC_{AF1} > TPC_{CF1} > TPC_{BF1} > TPC_{EF1} > TPC_{RF1}$$

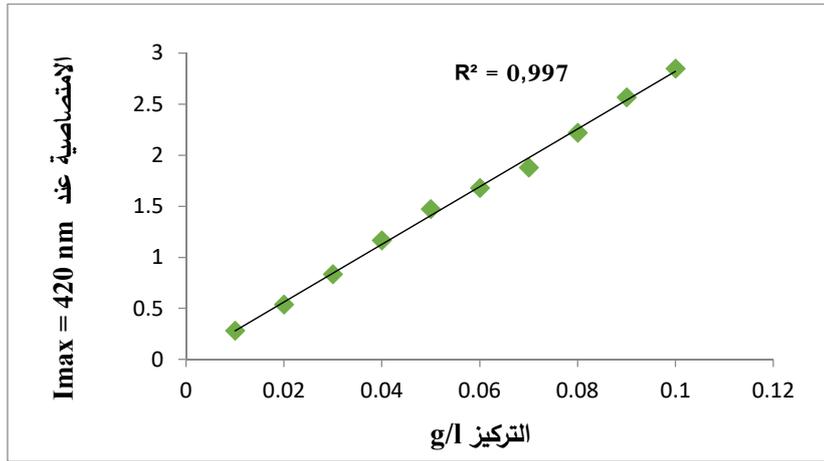
أما في ما يخص مستخلصات النظام الاستوني، فكانت كمية الفينولات محصورة ما بين 1.09 mg/g و 354.71 mg/g ورتبت النتائج كالتالي:

$$TPC_{AF2} > TPC_{BF2L} > TPC_{BF2S} > TPC_{EF2} > TPC_{RF2} > TPC_{CF2}$$

من خلال هذه النتائج نستنتج أن نبتة *C.fuscahum(Desf)* غنية بالمركبات الفينولية خاصة منها القطبية.

### II. 9 . 3 تقدير كمية المركبات الفلافونويدية TFC :

قدرت كمية المركبات الفلافونويدية باستعمال المنحنى القياسي لحمض الكرسيتين كما هو موضح في الشكل II-5 إذ تم حساب كمية القلافونويدات الكلية TFC بملغرام من الكرسيتين المكافئ لكل غرام من الوزن الجاف للنبتة.



الشكل II-5: المنحنى القياسي للكربسيتين لتقدير الفلافونويدات الكلية

من خلال المنحنى القياسي للكربسيتين وبتطبيق العلاقة (II-3) كانت النتائج المدونة في الجدول (II-6)

الجدول II-6: نتائج كمية الفلافونويدات TFC

المستخلصات	ايثر البترول	الكلوروفورم	أسيئات الايثيل	ن-بوتانول	الطور المائي
TFC(mg/g)	E1F	C1F	A1F	B1F	R1F
إيثانول/ماء	49.484±1.215	78.471±1.978	45.167±0.238	47.407±0.238	1.553±0.022
	E2F	C2F	A2F	B2FS	B2FL
أسيتون/ماء	59.695±0.942	14.913±0.388	44.441±0.942	صلب	سائل
				5.520±0.048	23.299±0.086

من خلال النتائج الموضحة في الجدول (II-6) نلاحظ ان كمية الفلافونويدات في المستخلصات الناتجة من النظام الإيثانولي كانت بكمية عالية من مستخلصات الناتجة من النظام الأسيطوني ماعدا مستخلصي إيثر البترول والمتبقي من الطور المائي، حيث سجلت أعلى قيمة لمستخلص الكلوروفورم بمقدار 78.47 mg/g، وأدنى قيمة لمستخلص المائي بمقدار 1.55 mg/g اذ نجد في النظام الإيثانولي كمية الفلافونويدات كانت محصورة ما بين 1.55 mg/g- 78.47 mg/g ورتبت النتائج كالتالي :

$$TFC_{CF1} > TFC_{EF1} > TFC_{BF1} > TFC_{AF1} > TFC_{RF1}$$

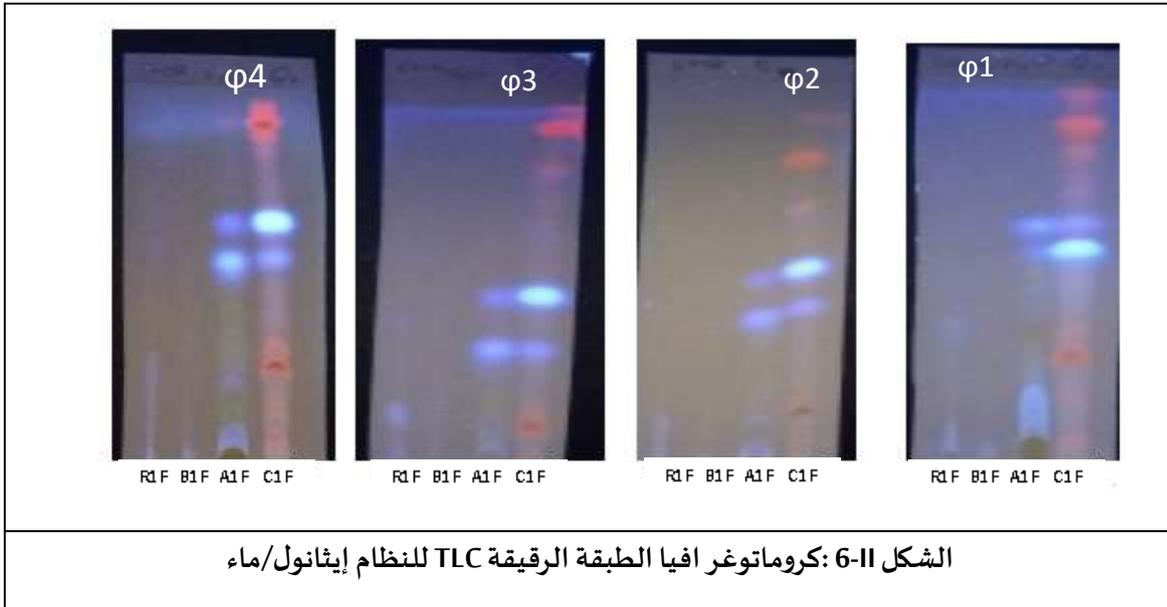
أما في النظام الاستوني فقد كانت كمية الفلافونويدات محصورة ما بين 1.56 mg/g- 59.69 mg/g ورتبت النتائج كالتالي:

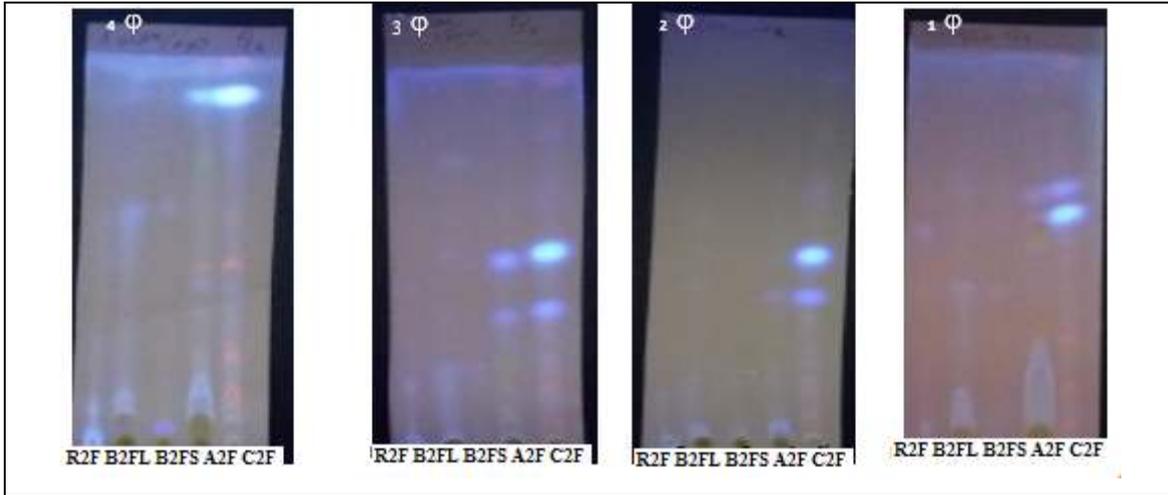
$$TFC_{EF2} > TFC_{AC2} > TFC_{BF2L} > TFC_{CF2} > TFC_{BF2S} > TFC_{RF2}$$

من خلال هذه النتائج نستنتج أن نبتة *C.fuscathum*(Desf) غنية بالمركبات الفلافونيدية لاسيما منها متوسطة القطبية. وبمقارنة هذه النتائج مع دراسة اجريت على نبتة من نفس الجنس (*C.Seegtum L*) [14] فقد كانت قيم TFC و TPC في هذه الدراسة اقل من القيم التي حصلنا عليها، اذ كانت اعلى قيمة لكمية الفلافونويدات في مستخلص الأسيتات بحوالي 40,30 ug/mg أما أعلى قيمة لكمية الفينولات فكانت في مستخلص البوتانول اذ قدرت كمية الفلافونويدات بحوالي 180,50 ug/mg. كما كانت قيم TFC, TPC للنبتة موضوع الدراسة اعلى من قيم لدراسة انجزت على نبتة من نفس الجنس (*C.Indicum*) [15] ، حيث كانت قيمة TFC حوالي 2,37 mg/g لمستخلص الإيثانول اما المستخلص المائي فحوالي 0,536 mg/g اما قيمة TPC فقدرت بحولي 27,82 mg/g لمستخلص الإيثانول و 46,53 mg/g للمستخلص المائي.

## II 4.9 دراسة التحليل الكيفي لفصل مستخلصات النبتة:

بعد عدة محاولات لفصل مكونات المستخلصات الناتجة، باستخدام السليكا جال كطور ثابت مع تغيير الطور المتحرك كما ونوعا في كل مرة وباستعمال مظهرات فيزيائية المتمثلة في الأشعة فوق البنفسجية مصباح UV(365nm) ومصباح UV(254nm) وأيضا مظهرات كيميائية باستعمال أبخرة الأمونياك NH<sub>3</sub> توصلنا إلى أحسن الشروط الملائمة للفصل. الشكلين (II - 6) ، (II - 7) يوضحان أهم النتائج المحصل عليها لاحسن الاطوار في الفصل أما الشكل (II - 8) فيوضح نتائج الكروماتوغرافيا الورقية وذلك باستعمال الأشعة فوق البنفسجية مصباح UV(365nm).





الشكل II - 7 : كروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة TLC لنظام أسيتون/ ماء



الشكل II - 8 : نتائج الفصل الكروماتوغرافي PC للمستخلصات

الجدول II – 7 : نتائج الفصل الكروماتوغرافي للنظام إيثانول/ ماء

المستخلص	الطور	ثابت الاحتجاز	بدون تظهير	التظهير بـ UV (254nm)	التظهير بـ UV (365nm)	التظهير بـ UV (365nm)+NH <sub>3</sub>
مستخلص الكلوروفورم	الطور 4	0.00		صفراء	صفراء	صفراء
		0.034		رمادي فاتح	خضراء فاتحة	خضراء
		0.051		رمادي فاتح	صفراء فاتحة	صفراء
		0.077		رمادي	بنية	بنية داكنة
		0.086		رمادي	صفراء فاتحة	صفراء
		0.103		رمادي	حمراء	حمراء
		0.129		رمادي فاتح	خضراء مصفرة	خضراء مصفرة داكنة
		0.163		رمادي	حمراء	حمراء
		0.198		رمادي فاتح	صفراء	صفراء
		0.241		رمادي فاتح	خضراء مصفرة	خضراء مصفرة داكنة
		0.284		رمادي	حمراء داكنة	حمراء
		0.318		رمادي	صفراء مخضرة	صفراء مخضرة داكنة
		0.344		رمادي	حمراء	حمراء
		0.379			خضراء مصفرة	خضراء مصفرة داكنة
		0.413			خضراء	خضراء داكنة
		0.474			صفراء مخضرة	صفراء مخضرة داكنة
		0.560			زرقاء سماوية مشعة	زرقاء سماوية
		0.663		زرقاء سماوية مشع	زرقاء سماوية داكنة مشعة	زرقاء سماوية
0.870		رمادية	حمراء	حمراء		
0.905		رمادية	حمراء داكنة	حمراء داكنة		
0.948		رمادية	حمراء	حمراء		
0.00		بنية	بنية فاتحة	بنية		
0.035		رمادية	رمادية	رمادية		
0.084		بنية	بنية مصفرة	بنية		
0.126		بنية	بنية داكنة	بنية		
0.204		رمادية فاتحة	زرقاء	زرقاء		
0.288		رمادية فاتحة	صفراء مخضرة	صفراء مخضرة مشعة		
0.450		رمادية	وردية	وردية		
0.577		رمادية	زرقاء	زرقاء		
0.640		رمادية	زرقاء	زرقاء		
0.000		بنية	بنية داكنة	برتقالي داكن		
0.017		صفراء	بنية فاتحة	صفراء		
0.028		بنية	بنية فاتحة	بنية فاتحة		
0.035		صفراء	خضراء فاتحة	خضراء فاتحة		
0.052		صفراء	بنية	بنية		
0.077		صفراء	زرقاء فاتحة مشعة	زرقاء فاتحة مشعة		
مستخلص أسيتات الإيثيل	الطور 1					
مستخلص ن-بوتانول	الطور 1					

الجدول II - 8 : نتائج الفصل الكروماتوغرافي للنظام أسيتون/ ماء

المستخلص	الطور	ثابت الاحتجاز Rf	بدون تظهير	التظهير ب UV(254nm)	التظهير ب UV365nm)	التظهير ب UV(365nm)+NH <sub>3</sub>
كلوروفورم	الطور 3	0.000	بنية	رمادي	صفراء	صفراء
		0.028	صفراء باهتة	رمادية فاتحة	صفراء فاتحة	صفراء
		0.042	خضراء مصفرة	رمادية	حمراء	حمراء داكنة
		0.063	-	رمادية فاتحة	صفراء مخضرة	صفراء نخضرة داكنة
		0.077	خضراء	رمادية	حمراء	حمراء
		0.091	-	رمادية فاتحة	صفراء مخضرة	صفراء مخضرة داكنة
		0.126	-	رمادية فاتحة	زرقاء فاتحة	زرقاء
		0.147	خضراء	رمادية	حمراء فاتحة	حمراء
		0.197	-	رمادية	صفراء مخضرة	صفراء مخضرة داكنة
		0.232	-	رمادية	وردية	وردية داكنة
		0.274	-	رمادية	وردية	وردية داكنة
		0.316	-	رمادية	زرقاء سماوية مشعة	زرقاء سماوية
		0.478	-	زرقاء	زرقاء سماوية مشعة داكنة	زرقاء سماوية
		0.000	بنية	رمادية داكنة	بنية	بنية
		أسيتات الإيثيل	الطور 3	0.028	صفراء	رمادية فاتحة
0.045	خضراء			بني	حمراء فاتحة	حمراء
0.056	-			رمادي فاتح	صفراء	صفراء
0.070	-			رمادي	صفراء مخضرة	صفراء مخضرة داكنة
0.112	خضراء			رمادي	حمراء فاتحة	حمراء
0.147	-			رمادي فاتح	صفراء مخضرة	صفراء مخضرة داكنة
0.183	-			رمادي فاتح	صفراء	صفراء داكنة
0.211	-			رمادي	صفراء مخضرة	صفراء مخضرة داكنة
0.260	-			رمادي فاتح	صفراء	صفراء
0.316	-			زرقاء	زرقاء مشعة	زرقاء مشعة
0.457	-			رمادي فاتح	زرقاء مشعة	زرقاء مشعة
0.000	بنية			صفراء داكنة		
0.028	صفراء			رمادية	صفراء مخضرة	صفراء مخضرة داكنة
0.049	صفراء			رمادية	بنية	بنية
0.070	-			رمادية	بنية	بنية
0.119	-	رمادية	صفراء مخضرة	صفراء مخضرة داكنة		
0.168	-	رمادية	زرقاء سماوية	زرقاء سماوية		
0.428	-	رمادية فاتحة	صفراء نخضرة	صفراء مخضرة داكنة		
ستخلص ن-بوتانول السائل	الطور 1	0.028	صفراء	رمادية	صفراء مخضرة	صفراء مخضرة داكنة
		0.049	صفراء	رمادية	بنية	بنية
		0.070	-	رمادية	بنية	بنية
		0.119	-	رمادية	صفراء مخضرة	صفراء مخضرة داكنة
		0.168	-	رمادية	زرقاء سماوية	زرقاء سماوية
		0.428	-	رمادية فاتحة	صفراء نخضرة	صفراء مخضرة داكنة

من خلال النتائج الموضحة في الجدولين (II-7) و (II-8) يتبين لنا أن النبتة *C. Fuscatum Desf* جد غنية بالمركبات الفلافونيدية حيث نلاحظ أن النظام إيثانول/ماء هو الذي أعطى أكبر عدد من المركبات المفصولة لمستخلصات النبتة وبالاعتماد على مراجع بيبليوغرافية [16] نستنتج احتمال تواجد المركبات التالية :

➤ أزرق مشع:

- ايزوفلافانول لا يحتوي على OH حرة في الموضع C<sub>5</sub>

➤ أصفر مخضر أو أخضر:

- أوران لا يحتوي على OH في الموضع C<sub>4</sub> أو فلافانول لا يحتوي على OH حرة في الموضع C<sub>5</sub>

- فلافانول يحتوي على OH حرة في الموضع C<sub>3</sub> مع تواجد أو عدم تواجد OH حرة في الموضع C<sub>5</sub>

➤ أصفر فاتح :

- فلافانول يحتوي على OH حرة في الموضع  $C_3$  مع تواجد أو عدم تواجد OH حرة في الموضع  $C_5$  هذا الإستدلال هو المفتاح السري والنوعي للفصل الكمي حيث يمكننا من انتقاء المواد ذات الأهمية الكبيرة من الناحية التطبيقية أو قليلة النشر.

المراجعباللغة العربية :

[1] أ. بوقرة ، دراسة الفعالية المضادة للأكسجين والبيولوجية وتنبيط التآكل لمستخلصات نبات *Launaea Resedifolia* (العائلة المركبة). مذكرة دكتوراه في الكيمياء ، 2019 .

باللغة الاجنبية :

- [2] Jean, B., Pharmacognosie, phytochimie, plantes médicinales (4e éd.)2009: Lavoisier.
- [3] Archana, P., et al., Preliminary phytochemical screening from leaf and seed extracts of *Senna alata* L. Roxb-an ethno medicinal plant. *Int J Pharm Biol Res*, 2012. 3(3): p. 82-89.
- [4] Haddouchi, F., T. Chaouche, and N. Halla, Screening phytochimique, activités antioxydantes et pouvoir hémolytique de quatre plantes sahariennes d'Algérie. *Phytothérapie*, 2016: p. 1-9.
- [5] Fossen, T., et al., *Flavonoids Chemistry, Biochemistry and Applications: Spectroscopic Techniques Applied to Flavonoids*, 2006, Anderson, OM.
- [6] Belguidoum, M., et al., Antioxidant activities, phenolic, flavonoid and tannin contents of endemic *Zygophyllum Cornutum* Coss. From Algerian Sahara. *Journal of Der Pharma Chemica*, 2015. 7(11): p. 312-317.
- [7] RAHIM, O., et al., contribution a l'etude des extraits de graines de *Gossypium arboreum* et leur effet antimicrobien sur certaines bacteries pathogenes. *revue des bioressources*, 2015. 5(1).
- [8] Malpani, M., et al., Phytochemical screening and antioxidant activity of extracts of *Xanthium strumarium*, *Chrysanthemum* and their mixture. *inflammation*, 2019. 3: p. 6.
- [9] Husain, N. and A. Kumar, Comparative study of phytochemical constituents in flower of *Wedelia trilobata*, *Achyranthes aspera* and *Chrysanthemum* from durg district of Chhattisgarh, India. *Int. J. Curr. Microbiol. App. Sci*, 2015. 4(4): p. 150-156.
- [10] Samejo, M.Q., et al., Phytochemical screening of *Tamarix dioica* Roxb. ex Roch. *journal of pharmacy research*, 2013. 7(2): p. 181-183.
- [11] Uma, C. and K. Sekar, Phytochemical analysis of a folklore medicinal plant *Citrullus colocynthis* L (bitter apple). *Journal of pharmacognosy and Phytochemistry*, 2014. 2(6).
- [12] Ashok, P.K. and K. Upadhyaya, Tannins are astringent. *Journal of pharmacognosy and Phytochemistry*, 2012. 1(3): p. 45-50.

- [13] Abbas, Z.K., et al., Phytochemical, antioxidant and mineral composition of hydroalcoholic extract of chicory (*Cichorium intybus* L.) leaves. *Saudi journal of biological sciences*, 2015. 22(3): p. 322-326.
- [14] Derouiche, K., et al., Evaluation of Antioxidant and Antimicrobial Activities of Flowers Extracts of *Chrysanthemum Segetum* L. *World*, 2018. 7(4): p. 106-111.
- [15] Wang, X.-H. and J.-T. Dai, A comparative study on antioxidant activity of water and ethanol extracts of ten Chinese herbs. *Journal of Medicinal Plants Research*, 2012. 6(11): p. 2210-2215.
- [16] Fossen, T. and Ø. Andersen, Spectroscopic techniques applied to flavonoids. *Flavonoids: chemistry, biochemistry and applications*, 2006: p. 37-142.

## الفصل الثالث

دراسة الفاعلية المضادة للأكسدة

لمستخلصات النبتة

## III. 1 المقدمة :

تنتج الخلايا الحية في الجسم الجذور الحرة كجزء من عملية الأيض المستمرة وفق آليات أنزيمية وأخرى لا- أنزيمية، إلا أنه يتم تعديل نشاطها بوجود مضادات الأكسدة ضمنياً في جسم الإنسان الإنزيمية ونذكر من بينها : إنزيم الكاتيلاز (CAT) وأنزيم فوق أكسيد الديسموتاز (SOD) وغير الأنزيمية مثل : الجولثاينون و GSH réduit [1].

تعرف الجذور الحرة على أنها أنواع كيميائية سواء ذرات أو جزيئات تملك على الأقل الكترونات فردية في الطبقة الخارجية وهذا ما يجعلها غير مستقرة وشديدة الفاعلية.

## III. 2 المواد والطرق المستعملة :

## 4- 1. 2 الطرق :

في هذا الجزء من الدراسة تم تقدير كل من الفلافنويدات والفينولات في جميع مستخلصات النبتة ودراسة فعاليتها المضادة للأكسدة بطريقتين الكيميائيتين : وذلك بإستعمال الإختبارات التالية: إختبار إرجاع Mo (VI) إلى Mo (V) وإختبار تثبيط الجذر الحر DPPH، إختبار القدرة الإرجاعية للحديد FRAP والإلكتروكيميائية : والمتمثلة في تثبيط جذر فوق أكسيد الأوكسجين  $O_2^-$  بإستخدام الفولتاميري الحلقي Cyclic Voltametry.

## III. 2. 2 المواد والمحاليل المستعملة :

جميع المحاليل المستخدمة في هذه الدراسة مدونة في الجدول (III-1) ص 121.

## III. 2. 3 الأجهزة المستعملة :

جهاز مطيافية الأشعة المرئية وفوق البنفسجية UV/Visible (SPECTRO SCAN 80D/80DV)

## III. 3 الطرق المستعملة :

## III. 3. 1 الطرق الكيميائية :

## III. 3. 1. 1 إختبار إرجاع الموليبيدات PPM:

بإستعمال طريقة Prieto وزملائه (1999) قمنا بتقدير القيمة المضادة للأكسدة، حيث إستخدم حمض الأسكوربيك كأساس مرجعي في عملية إرجاع الموليبيدات. [2]

## أ- المنحنى القياسي:

نحضر 10 تراكيز مختلفة من حمض الأسكوربيك محصورة بين (0.01g/l - 0.1g/l)، نأخذ 0.1ml من كل محلول ونضعها في أنابيب إختبار من أقل إلى أعلى تركيز، ونضيف لها 1ml من محلول موليبدات الفوسفات الذي حضر بمزج 0.6M من حمض الكبريتيك ( $H_2SO_4$ ) و 28mM من فوسفات الصوديوم ( $Na_3PO_4$ ) و 4mM من موليبدات الأمونيوم  $(NH_4)_2MoO_4$  ثم يوضع المزيج في الظلام في حمام مائي حرارته  $95\text{ }^\circ\text{C}$  لمدة 90 دقيقة. بعدها نترك الأنابيب تبرد ثم نقيس الإمتصاصية عند طول موجة 695nm بواسطة جهاز المطيافية فوق البنفسجية المرئي SpectroScan 80D/80DV.

## ب- تحضير المستخلصات:

نحضر محلول أم بتركيز معين لكل من المستخلصات الإيثانولية والأسيتونية، ثم نحضر منه سلسلة تراكيز ممددة تعامل بنفس طريقة حمض الأسكوربيك.

## ج- تقدير القدرة المضادة للاكسدة الكلية AEAC:

نقوم بتقدير القدرة المضادة للأكسجين الكلية TAC بتطبيق العلاقة (III-1)

$$AEAC = \frac{K}{K'} \dots\dots\dots (III-1)$$

حيث أن :

$AEAC$  : القدرة المضادة للاكسدة الكلية

$K$  : ميل منحنى المستخلص

$K'$  : ميل المنحنى القياسي لحمض الأسكوربيك

## III. 3. 1. 2. إختبار القدرة الإرجاعية للحديد FRAP:

قمنا بتقدير القدرة الإرجاعية للحديد باستخدام طريقة Oyaizu وذلك بإستخدام حمض الأسكوربيك كمحلول مرجعي [3,4]

## أ- تحضير المحاليل المعيارية:

المحلول A: نذيب 7.164 g من  $(Na_2HPO_4 \cdot 12H_2O)$  في كمية من الماء المقطرون تكمل الحجم إلى 100 ml.

المحلول B: نذيب 3.25 g من  $(NaH_2PO_4 \cdot 2H_2O)$  في كمية من الماء المقطرون تكمل الحجم إلى 100 ml.

نأخذ 12.75 ml من المحلول A و 3.25 ml من المحلول B ونكمل الحجم إلى 100 ml بالماء ثم نضيف قطرات من الحمض

HCl حتى نتحصل على PH=6.6.

TCA (10%): نذيب 10 g من حمض ثلاثي كلور الأسيتيك في كمية من الماء المقطرون تكمل الحجم إلى 100 ml

(1%)  $K_3(FeCN)_6$  : نذيب 1 g من فيروسيانيد البوتاسيوم في كمية من الماء المقطر ثم نكمل الحجم إلى 100 ml

(0.1%)  $FeCl_3$  : نذيب 0.1 g من ثلاثي كلور الحديد في 100 ml من الماء المقطر.

#### ب- المنحنى القياسي لحمض الأسكوربيك :

نحضر 10 تراكيز مختلفة من حمض الأسكوربيك محصورة بين (0.01g/l - 0.1g/l) نأخذ 1ml من كل تركيز و نضيف له 2.5ml من المحلول الموقى (0.2 M, pH 6.6)، ثم نضيف 2.5ml من محلول (1%)  $K_3Fe(CN)_6$ ، يحضن الخليط عند درجة حرارة 50°C لمدة 20mn ثم يضاف إليه 2.5ml من محلول (10%) TCA، وتؤخذ 2.5ml من الخليط وضاف لها 2.5 ml من الماء المقطر و0.5ml من محلول (0.1%)  $FeCl_3$  بعدها نقيس الإمتصاصية عند طول موجة أعظمي 700nm.

#### ت- تحضير المستخلصات :

نحضر عدة تراكيز مخففة من المستخلصات النباتية الإيثانولية والأستونوية ونعاملها بنفس طريقة حمض الأسكوربيك.

#### ث- تعيين الفعالية المضادة للاكسدة المكافئة لحمض الأسكوربيك للمستخلصات :

يتم قياس الفعالية المضادة للاكسدة بحساب المقدار AEAC وهو يمثل الفعالية المضادة للاكسدة المكافئة لحمض الأسكوربيك من طرف المستخلصات المدروسة وفق العلاقة (III-2) :

$$AEAC = \frac{K}{K'} \dots\dots\dots (III-2)$$

حيث:

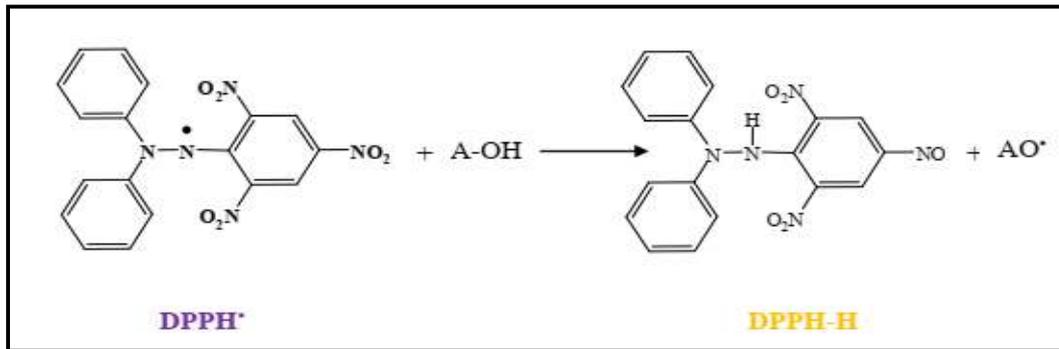
AEAC : القدرة المضادة للاكسدة المكافئة لحمض الأسكوربيك

k: ميل المنحنى الخاص بالمستخلصات

K': ميل المنحنى القياسي لحمض الأسكوربيك

### III. 3. 1. 3 إختبار تثبيط الجذر الحر DPPH:

عرف هذا الإختبار من طرف العالم Blois سنة 1958، ويعتمد هذا الإختبار على نسبة إرجاع الجذر الحر المستقر للمركب الأزوتي Diphenylpicrylhydrazyl (DPPH) في وجود مركب مضاد الأكسدة مانح للإلكترونات أو للجذور الهيدروجينية ويظهر ذلك من خلال تغير اللون من البنفسجي الى اللون الأصفر، يتم قياس التغير اللوني بانخفاض الإمتصاص في الأشعة فوق البنفسجية UV عند الطول الموجي 517 nm.



الشكل III-1 : معادلة تثبيط الجذر الحر DPPH•

يتم تعيين قدرة الأسر للجذر الحر للمستخلصات الإيثانولية والأسيتونية على الجذر الحر DPPH• باستخدام طريقة Zhou and Yu (2004) وتم استخدام حمض الأسكوربيك كمحلول مرجعي [5].

#### أ- المنحنى القياسي :

نحضر المحلول الأم من حمض الأسكوربيك بتركيز (0.1mM) ، ثم نحضر منه سلسلة محاليل عيارية بتركيزات مختلفة (0.01-0.1mM) ، يتم إضافة 0.15 ml من كل محلول عياري إلى 3ml من المحلول الإيثانولي للجذر الحر DPPH• (0.1 mM) ، يرج الخليط جيداً ثم يحضن في الظلام بدرجة حرارة الغرفة لمدة 30 min ونقيس الإمتصاصية عند طول موجة 517 nm.

#### ب- تحضير المستخلصات:

نحضر محلول أم لكل مستخلص من المستخلصات الإيثانولية والأسيتونية بتركيز معين ثم حضرت منه سلسلة تركيزات ممتدة وعوملت بنفس طريقة حمض الأسكوربيك.

#### ج- حساب النسبة المئوية للتثبيط %I :

يتم تعيين النسبة المئوية للتثبيط %I للـ DPPH• باستعمال العلاقة (III-3) :

$$I\% = \frac{A_0 - A_{\text{Extrait}}}{A_0} * 100 \dots\dots\dots(III-3)$$

حيث أن :

$A_0$ : امتصاصية في غياب المستخلص .

$A_{\text{Extrait}}$ : الإمتصاصية في وجود المستخلص

$I\%$  : نسبة التثبيط

يعبر عن قدرة تثبيط الجذور الحرة بالقيمة  $IC_{50}$ ، وهي كمية مضادات الأكسدة اللازمة لتثبيط 50% من الجذر الحر DPPH وتحسب قيمة  $IC_{50}$  وفق المعادلة:

$$IC_{50} = 50/k \dots\dots\dots(4-III)$$

حيث k: ميل منحنى مستخلصات النبتة.

### III. 2.3 الطريقة الإلكتروليتية:

أجريت الدراسة الكهروكيميائية لجميع المستخلصات الإيثانولية والأسيتونية للنبتة باستعمال الفولتامترى الحلقي

### III. 1.2.3 الأجهزة والمواد المستخدمة:

تم اجراء الدراسة الإلكتروليتية في مخبر ترقيبة وتكنولوجيا الموارد الصحراوية (VTRS) بجامعة حمة لخضربولاية الوادي،

الجدول (2-III): الأجهزة المستخدمة في تقدير الفعالية المضادة للأكسدة بالفولتامترى الحلقي

صنع	الجهاز
Radimeter Analyticals SAS	VOLTALAB 40 (PGZ301) متصل بحاسب مع برنامج 4 VOLTMASTER
	<p>خلية كهروكيميائية من الزجاج بثلاث أقطاب:</p> <p>قطب العمل: اسطوانة من الكربون الزجاجي بقطر 3 mm تتم عليها تفاعلات الأكسدة والإرجاع.</p> <p>قطب مرجعي: من الكالومال المشبع بكلوريد البوتاسيوم</p> <p>قطب المساعد: سلك من البلاتين بقطر 0.5 cm لغلق الدارة</p>

كذلك تم استخدام مجموعة من المركبات الكيميائية والتي نسردها في الجدول (3-III).

الجدول (3-III): قائمة المركبات الكيميائية المستخدمة في تقدير الفعالية المضادة الأكسدة

النقاوة	الشركة المصنعة	المادة
99.9%	Analar Normapur	ثنائي مثيل فورماميد $DMF$ ، $C_3H_7NO$
99%	Alfa Aesar	$Bu_4NBF_4$ ( Tetra-n-butylammoniumtetrafluorobonate)
99%	Sigma Aldrich	الكيرسيتين ( $C_{15}H_{10}O_7$ ) Quercetin

## أ- تحضير قطب العمل :

يصقل قطب العمل بعد كل استعمال بورق خاص ESCCILG, P54 والذي يحتوي على مادة كاشطة ينظف بعدها بالماء ثم بالأسيتون ويجفف بواسطة مناديل ورقية.

## ب- الشروط التجريبية :

تم تحديد الشروط كما يلي :

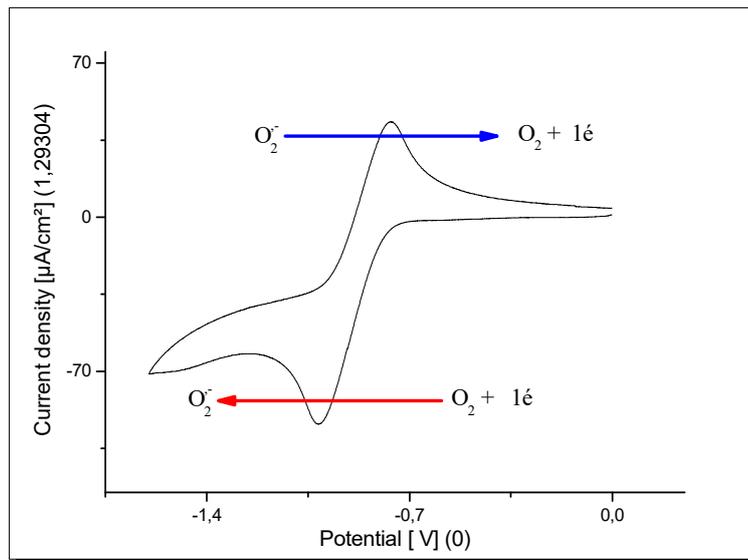
I. مجال الكمون : من 0 الى -1600 mV

✓ سرعة المسح : 100 mV/s

III. 2. 3. فولتاموغرام الأوكسجين  $O_2$  :

يتم تحضير 25 ml من DMF/ $Bu_4NBF_4$ (0,1 M) نقوم بالرج لمدة 10 min وذلك مجانسة المحلول ووفرة الاكسجين. تبدأ

التجربة بحسب الشروط المحددة سابقا ونسجل فولتاموغرام الاكسجين ونحصل على الشكل III- 2-



المنحنى III-1: فولتاموغرام الأوكسجين في الوسط العضوي DMF في وجود  $Bu_2NBF_4$  (0.1M) بقطب كربوني (CV) ، بسرعة مسح 100mV/s ومجال كومون من 0 الى -1600 mV

## III. 3. 2. 3. فولتاموغرام المركب القياسي الكرسيتين :

تم تقدير فعالية الاسر الجذرية للجذر الحر  $O_2^{\cdot -}$  superoxyde عن طرق استخدام الكيرسيتين Quercetin كمحلول مرجعي، يتم تحضير محلول تركيزه 2 mg/l من الكيرسيتين في المذيب العضوي DMF ، نجهز الخلية بالأقطاب ثم نفتح صنبور الأوكسجين وبعد مرور 15 min نقوم برسم منحنى الأوكسجين، بعدها وباستخدام حقنة بحجم 1 ml تتم إضافة حجوم مختلفة من 0.1

الى 1 ml من محلول الكيرسيتين الى الخلية بحيث يتغير تركيز عند كل اضافة ونقوم في كل مرة برسم منحنى الخاص بكل اضافة عند نفس الشروط السابقة

### III. 3. 2. 4 فولتاموغرام المستخلصات :

يتم معاملة المستخلصات بنفس طريقة حمض الكيرسيتين ، وقد قدر تركيز كل مستخلص 20 mg/l لكل عينة يتم حساب التركيز كما يلي :

$$C_1 \times V_1 = C_T \times V_T$$

$$V_T = V_1 + 25$$

$$C_T = (C_1 \times V_1) / V_T \dots\dots\dots(5)$$

حيث :

- $C_T$  : التركيز الكلي في الخلية
- $V_T$  : الحجم الكلي للمحلول
- $C_1$  : تركيز العينة المضافة
- $V_1$  : حجم العينة المضافة

تحسب نسبة التثبيط % حسب العلاقة :

$$I\% = ( 1 - \frac{I_{pa}^s}{I_{pa}^0} ) \dots\dots\dots(6)$$

حيث :

- $I_{pa}^0$  : كثافة تيار الاكسدة للجذر الحرفي غياب العينة
- $I_{pa}^s$  : كثافة تيار الاكسدة للجذر الحرفي وجود العينة

بعدها يتم رسم منحنى  $I\% = f(C)$  ويتم حساب  $IC_{50}$  حسب العلاقة (4) السابقة .

# النتائج والمناقشة

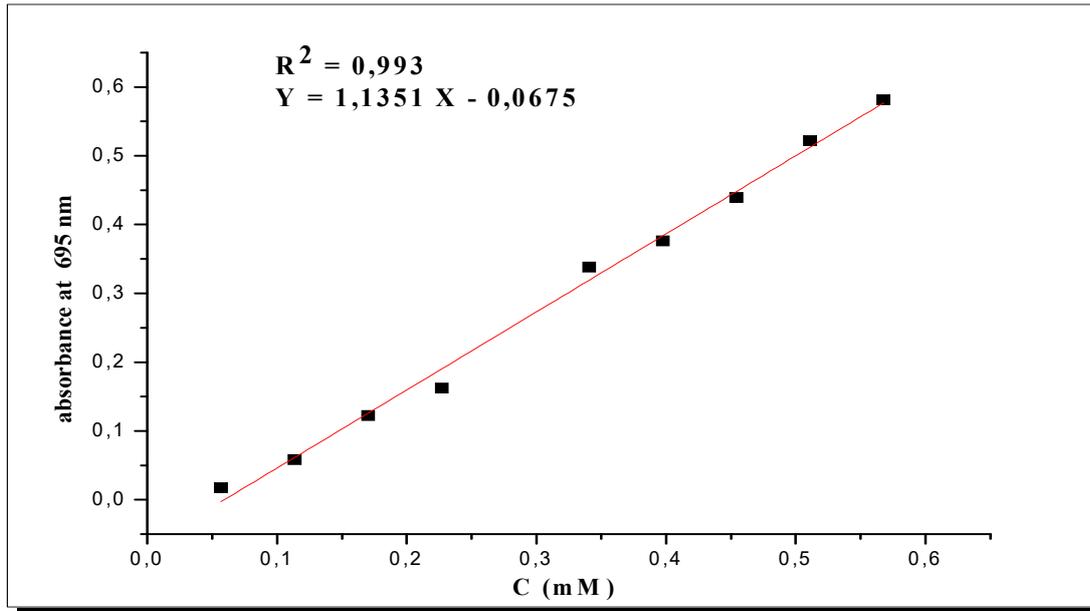
## III. 4 النتائج والمناقشة

## III. 4. 1 الطرق الكيميائية

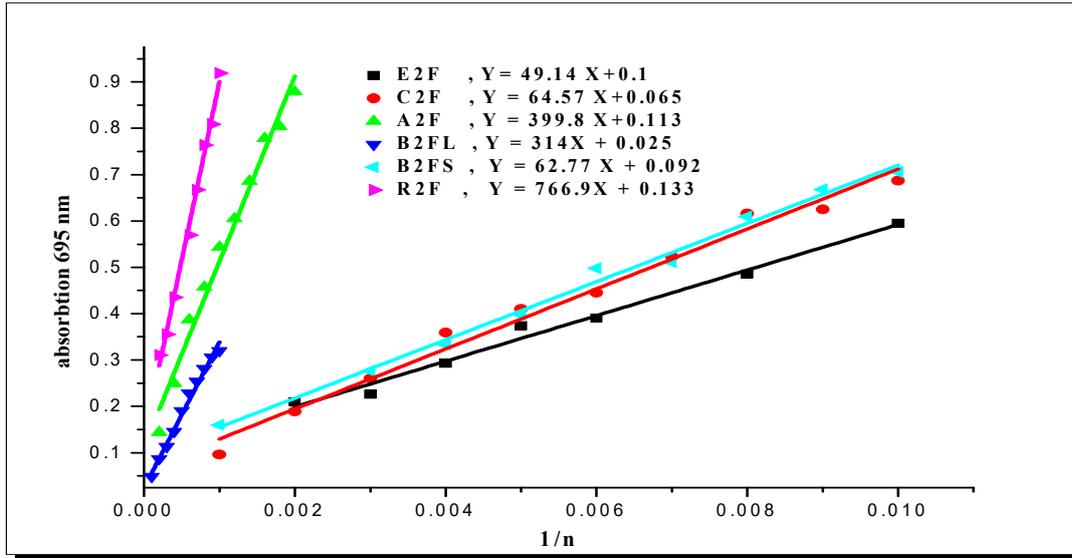
## أ- طريقة إرجاع الموليبدات:

هي طريقة طيفية للتحديد الكمي للقدرة المضادة للأكسدة من خلال تشكيل معقد phosphomolybdenum، حيث تعتمد على إرجاع الموليبدات Molybdate (Mo(VI)  $(\text{MoO}_4^{2-})$ ، بواسطة المستخلصات النباتية التي تحتوي على المركبات المضادة للأكسدة إلى الموليبدان Mo(V) Molybden  $(\text{MoO}_2^+)$  هذه الأخيرة تتميز باللون الأخضر المزرق وهذا باخذ حمض الأسكوربيك كمحلول قياسي [3].

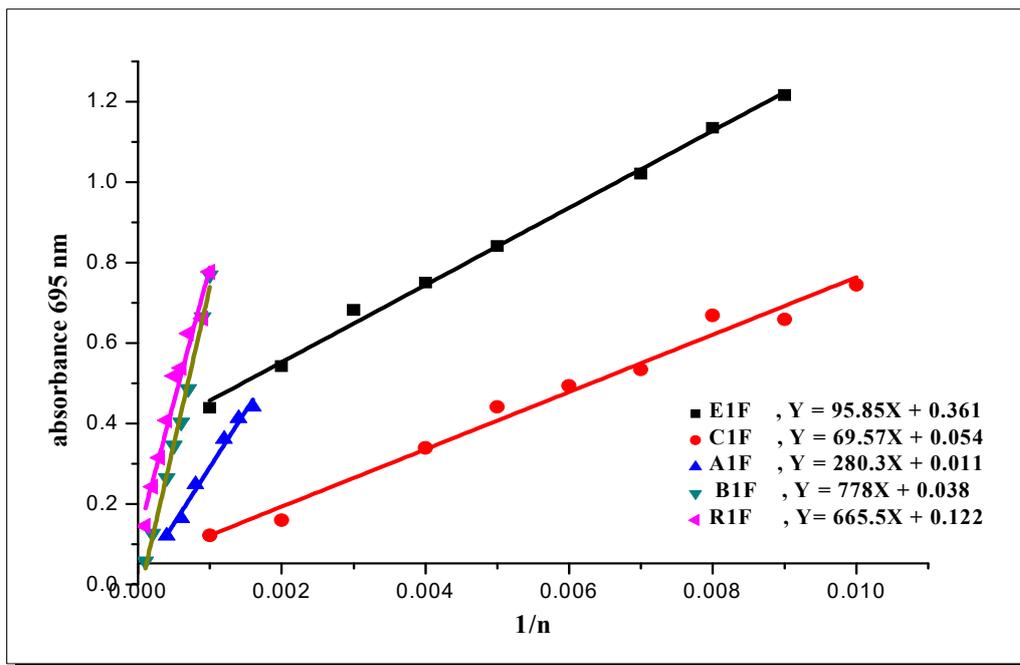
تظهر القدرة المضادة للأكسدة للمستخلصات في قيمة الإمتصاص، التي يدل تزايدها على تزايد القدرة المضادة للأكسدة للمستخلص، النتائج موضحة في الأشكال (III-3, III-4, III-5) والجدول (III-4).



المنحنى III-2: منحنى القدرة الإرجاعية للمركب القياسي حمض الأسكوربيك



المنحنى 3-III: منحنيات القدرة الإرجاعية لمستخلصات النظام (Ace/H<sub>2</sub>O) في إختبار إرجاع الموليبيدات



المنحنى 4-III: منحنيات القدرة الإرجاعية لمستخلصات النظام (EtOH/H<sub>2</sub>O) في إختبار الموليبيدات

بعد رسم منحنى الامتصاص عند 695 nm نستخرج ميل المنحنى ثم بتطبيق العلاقة (1- III) نحسب قيمة الفعالية المضادة

للاوكسدة TAC والنتائج مدونة في الجدول (3-III).

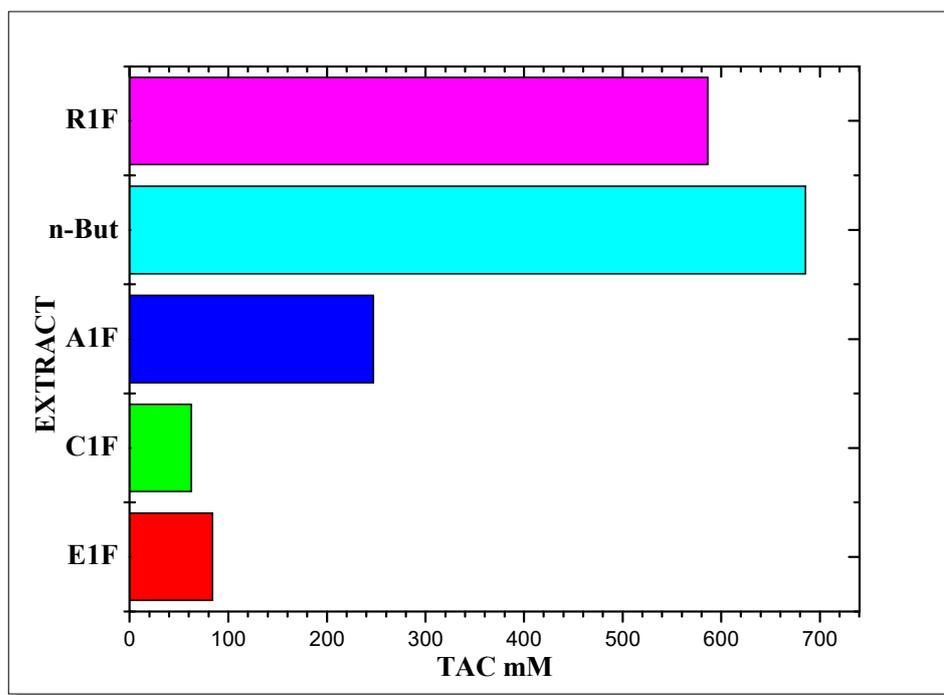
الجدول (4-III): قيم TAC للمستخلصات الإيثانولية والأسيتونية لإختبار القدرة الإرجاعية للموليبدات

النظام	المستخلص	TAC (mM)
EthOH/H <sub>2</sub> O	E1F	84.301
	C1F	62.682
	A1F	246.960
	B1F	685.462
	R1F	586.343
Ace/H <sub>2</sub> O	E2F	43.295
	C2F	57.013
	A2F	352.246
	B2FS	55.303
	B2FL	276.651
	R2F	675.682

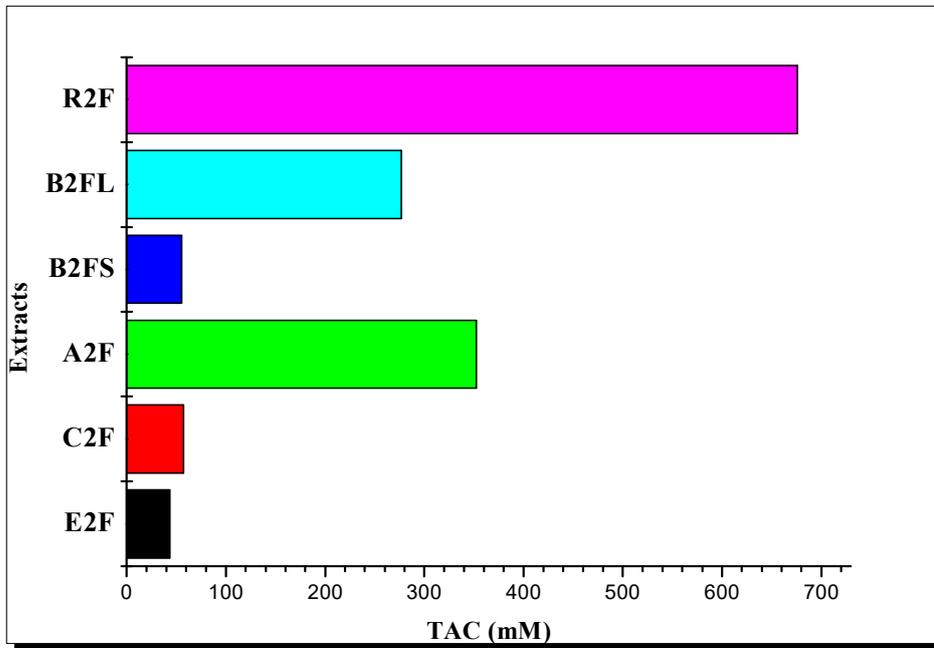
الجدول

نتائج

ملخصة في الاعمدة البيانية ادناه .



الشكل III-6: مخطط أعمدة للقدرة الإرجاعية في اختبار الموليبدات  
لمستخلصات النظام الإيثانولي



الشكل III-7 : مخطط أعمدة للقعدة الرجعية في اختبار الموليبيدات لمستخلصات النظام الاسيتوني

### مناقشة النتائج :

من خلال النتائج الموضحة في الشكلين (4-III، 5-III) وقيم TAC المقعدة حسب العلاقة (1-III) والمدونة في الجدول (4-III)، نلاحظ أن جميع المستخلصات بدون إستثناء تملك قدرة على إرجاع الموليبيدات Mo(IV) الى Mo(V)، وإعتماداً على قيمة TAC التي تزداد بزيادة القدرة المضادة للأكسدة فإن مستخلص البوتانول في كلا النظامين يملك أكبر فعالية مضادة للأكسدة، ففي نظام (EtOH/H<sub>2</sub>O) قُدرت قيمة TAC لمستخلص B1F بـ 685.462 mM أما في النظام الاسيتوني فقد جاءت 55.303 mM للمستخلص الصلب B2FS و 276.651 mM للمستخلص السائل B2FL.

أما بالنسبة لمستخلص الاسيتات فقد جاءت قيمة TAC الأكبر لمستخلص النظام الأسيتوني بقيمة قدرها 352.246 mM أما بالنسبة للنظام الإيثانولي فقد جاءت بقيمة قدرها 246.960 mM.

بصفة عامة مستخلصات النظام الإيثانولي تملك قدرة مضادة الأكسدة أكبر من مستخلصات النظام الاسيتوني .

اما بالنسبة للترتيب حسب قيمة TAC فقد كان بالنسبة للنظام (EtOH/H<sub>2</sub>O) كما يلي :

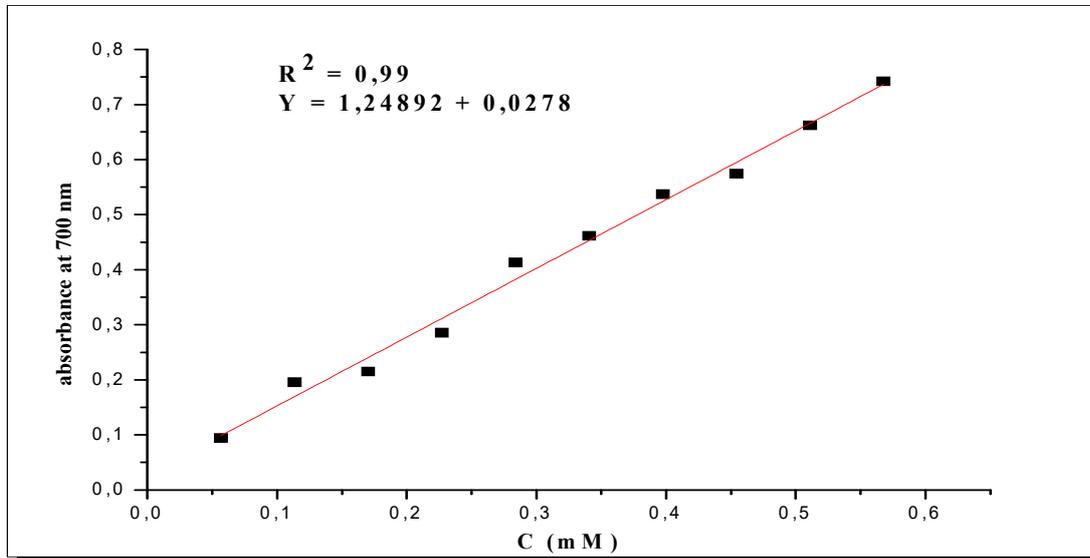
$$TAC_{B1F} > TAC_{R1F} > TAC_{A1F} > TAC_{E1F} > TAC_{C1F}$$

أما بالنسبة للنظام (Ace/H<sub>2</sub>O) فقد جاء الترتيب كما يلي :

$$TAC_{R2F} > TAC_{A2F} > TAC_{B2FL} > TAC_{C2F} > TAC_{B2FS} > TAC_{E2F}$$

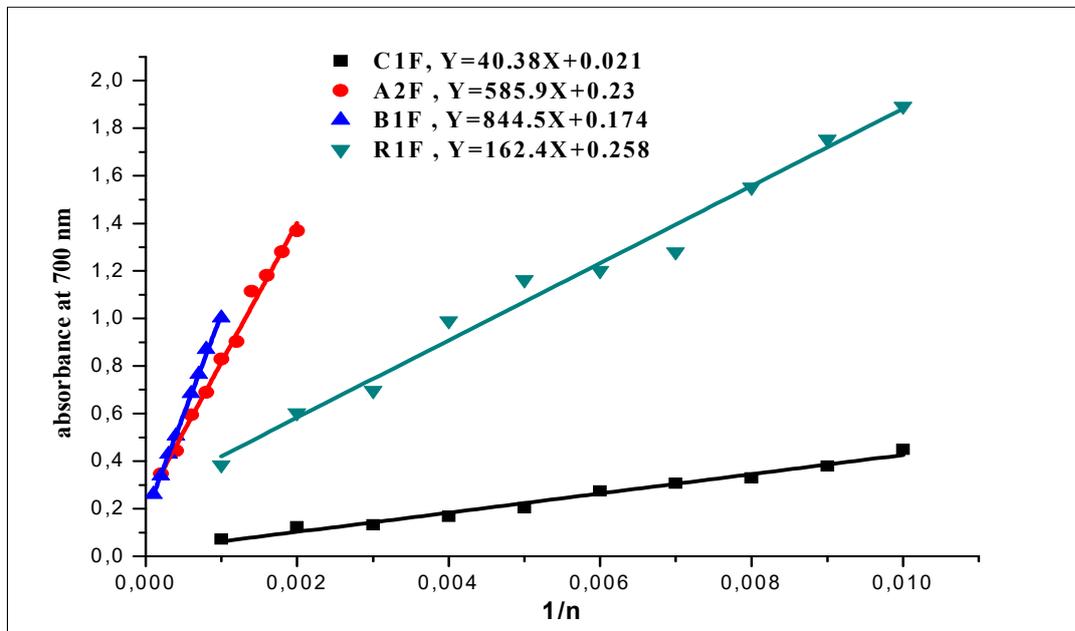
## ب- اختبار القدرة الإرجاعية للحديد FRAP :

إنطلاقاً من قيم الإمتصاصية المتحصل عليها والتي تظهر زيادة القدرة الإرجاعية بزيادة التركيز، قمنا برسم منحنى الإمتصاص لحمض الأسكوربيك بدلالة مقلوب معامل التمديد والموضح في الشكل.



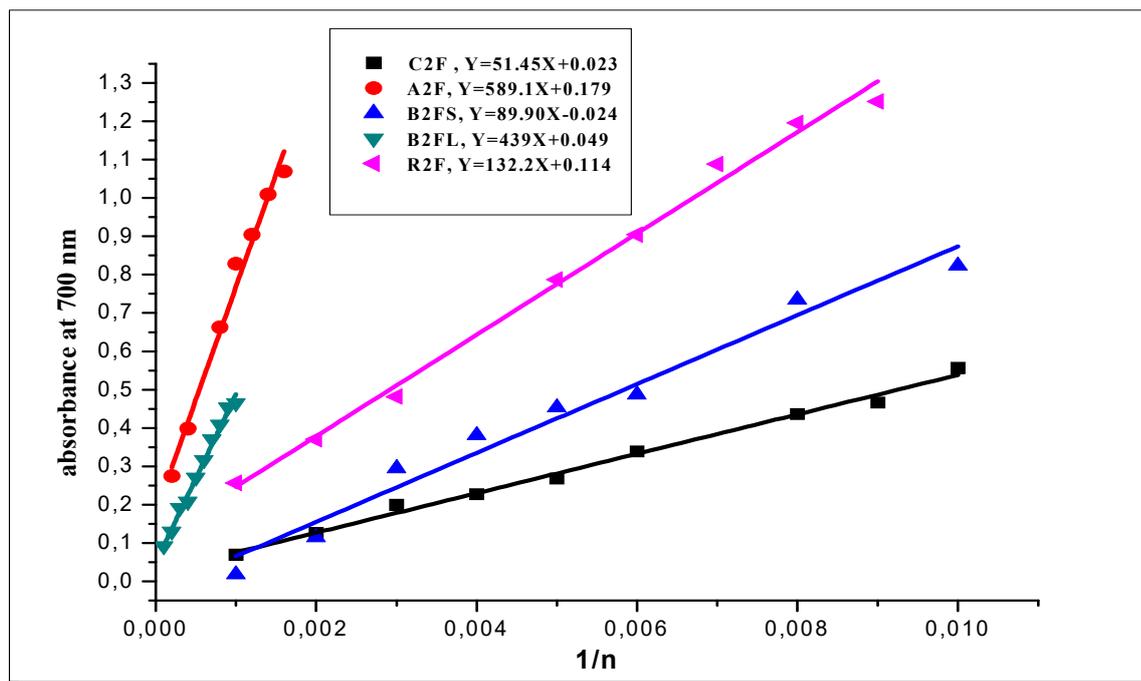
المنحنى III-5: منحنى القدرة الإرجاعية Fe(III) الى Fe(II) لحمض الأسكوربيك (المركب القياسي)

وبنفس الطريقة نقوم برسم منحنى إمتصاص المستخلصات بدلالة مقلوب التمديد للنظامين.



المنحنى III-6: منحنى القدرة الإرجاعية Fe(III) الى Fe(II)

لمستخلصات النظام (EtOH/H<sub>2</sub>O)



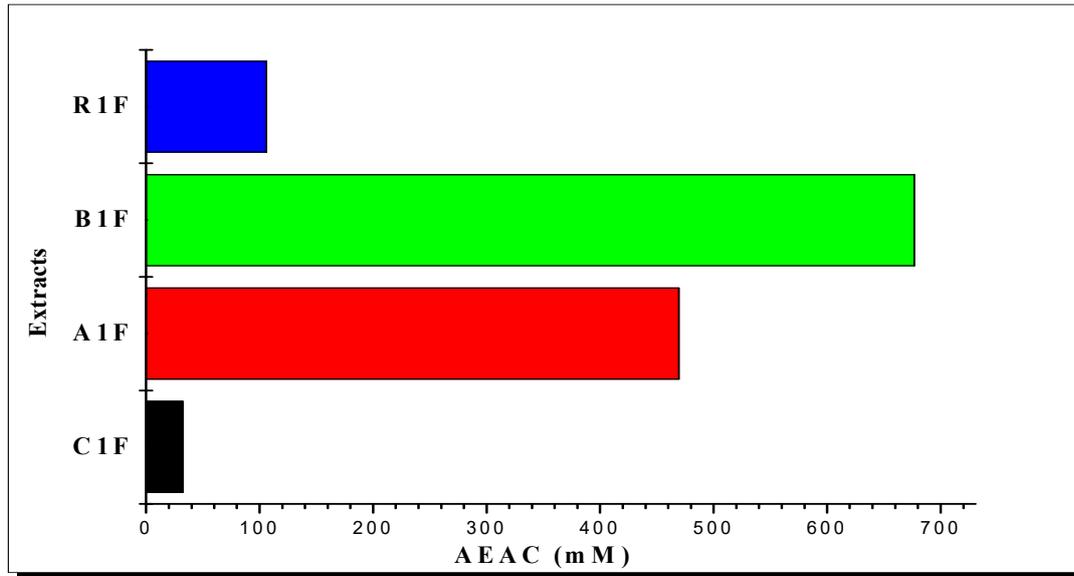
المنحنى III-7: منحنى القدرة الإرجاعية Fe(III) إلى Fe(II) للنظام الاستيتوني

وبعد استخراج ميل منحنى حمض الأسكوربيك وميل منحنى كل مستخلص وتطبيق العلاقة (III-2) نتحصل على AEAC والتي تمثل القدرة المضادة للاكسدة المكافئة لحمض الأسكوربيك، النتائج مدونة في الجدول (III-5).

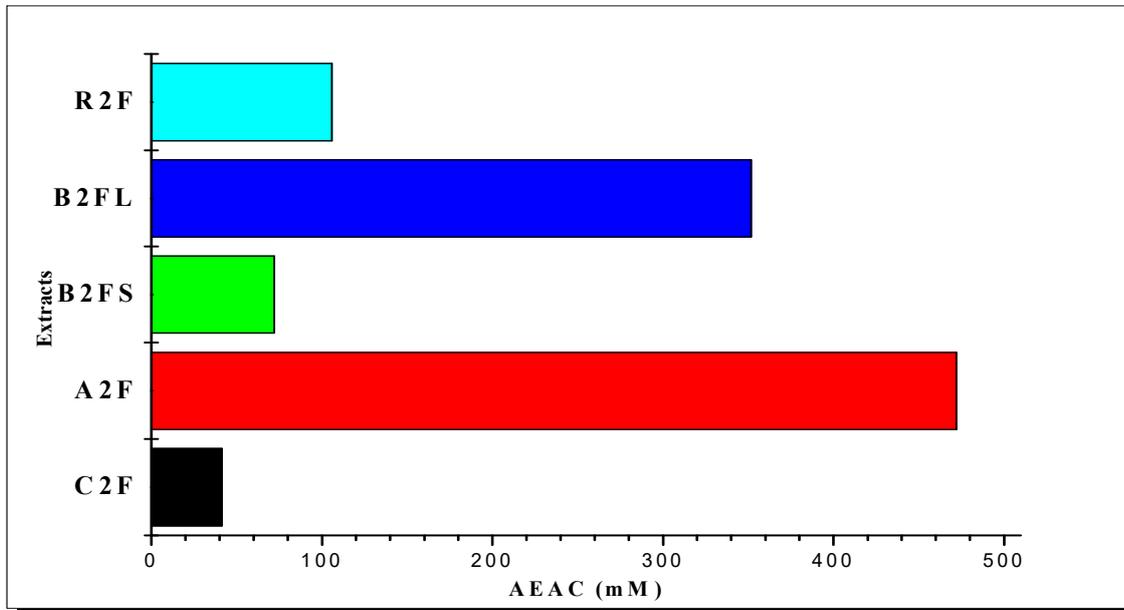
الجدول (III-5): قيم القدرة المضادة للاكسدة المكافئة لحمض الأسكوربيك AEAC

النظام	المستخلص	AEAC (mM)
EthOH/H <sub>2</sub> O	E1F	/
	C1F	32.355
	A1F	469.471
	B1F	676.682
	R1F	130.125
Ace/H <sub>2</sub> O	E2F	/
	C2F	41.225
	A2F	472.035
	B2FS	72.035
	B2FL	351.762
	R2F	105.929

يمكننا تلخيص النتائج في مخطط الاعمدة الموالي :



الشكل III-11 : مقارنة قيم AEAC لمستخلصات النظام (EtOH/H<sub>2</sub>O)



الشكل III-12 : مقارنة قيم AEAC لمستخلصات النظام (Ace/H<sub>2</sub>O)

## النتائج والمناقشة :

من خلال النتائج في الجدول (5-III) والشكلين (11-III، 12-III) فان جميع المستخلصات تملك قدرة إرجاع الحديد الثلاثي  $Fe^{3+}$  الى حديد ثنائي  $Fe^{2+}$  بنسب متفاوتة. كانت أعلاها قيمة لمستخلص B1F بقيمة  $AEAC = 676.682 \text{ mM}$  أما ادنى قيمة فكانت لمستخلص الكلوروفورم C1F بقيمة قدرها :  $32.352 \text{ mM}$ .

وقد جاء ترتيب قيم AEAC للمستخلصات في النظام ( إيثانول / ماء) كما يلي :

$$B1F > A1F > R1F > C1F$$

أما بالنسبة للنظام (أسيتون / ماء) فقد جاء ترتيب المستخلصات كما يلي :

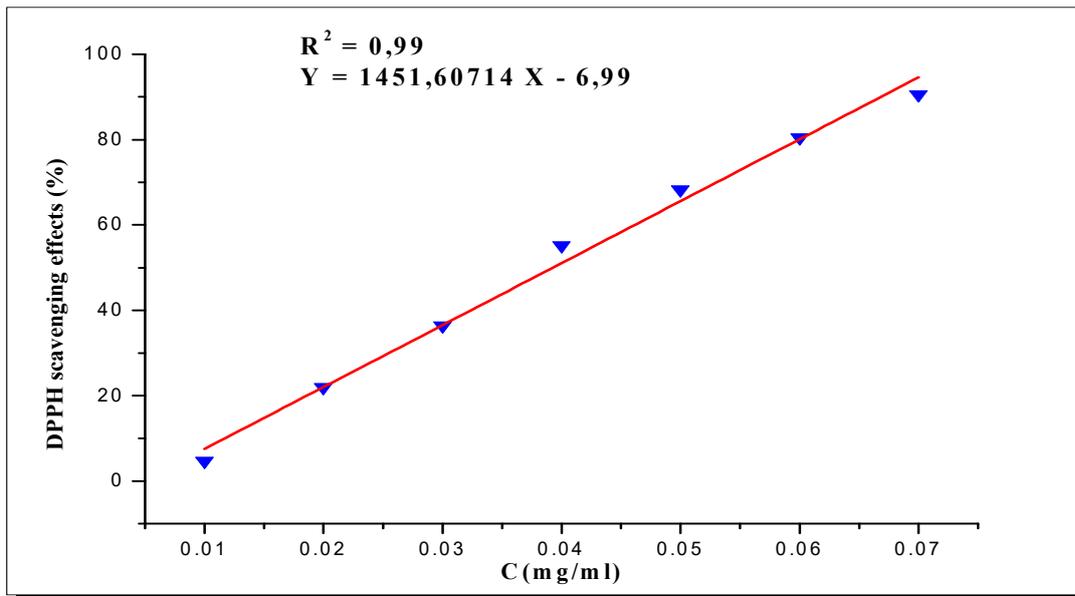
$$A2F > B2FL > R2F > B2FS > C2F$$

عند مقارنة هذه النتائج مع نبات من نفس العائلة *L.nudicaulis* [6]، كانت قيم  $EC_{50}$  في هذه الدراسة أقل حيث تراوحت القيمة بين :  $2,15 \pm 0,3 \text{ g/l}$  و  $7,8 \pm 0,4 \text{ g/l}$ .

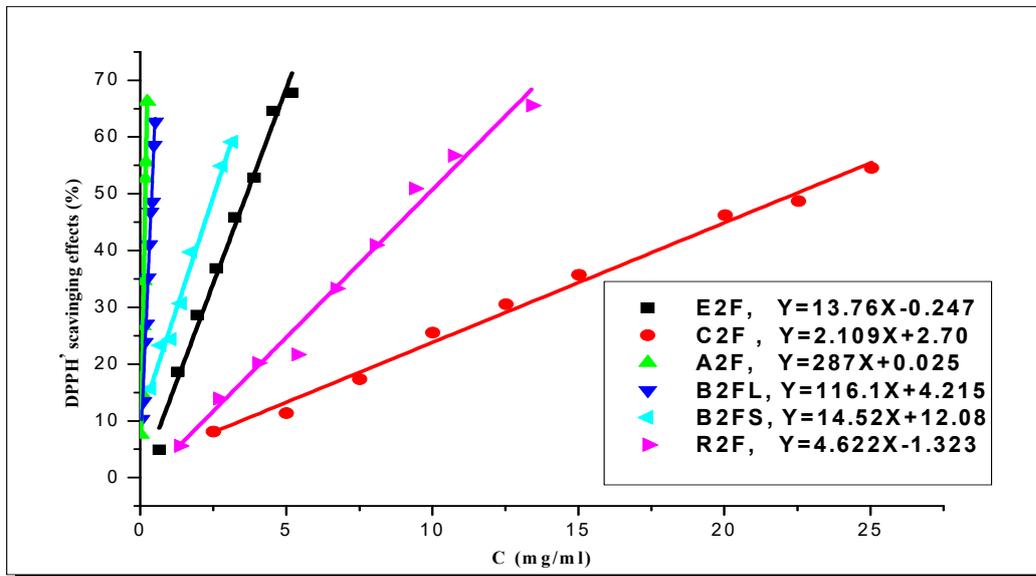
عند مقارنة هذه النتائج مع نتائج لدراسة قام بها Lordanka and al(2013) [7] على المستخلص المائي لنبته من نفس الجنس *C.balsamita* L وجدناها اكبر حيث قدرت الدراسة قيمة TEAC بالنسبة للنبته بـ :  $AEAC = 7,18 \mu\text{M}$ . وفي دراسة أخرى على الزيوت الاساسية لأنواع مختلفة لنبته من نفس الجنس *C.morifolium* [8]، تراوحت قيمة AEAC بين :  $1,8 \pm 0,007 \text{ mmol/g}$  و  $3,2 \pm 0,019 \text{ mmol/g}$

## ج- اختبار اسر الجذر الحر DPPH :

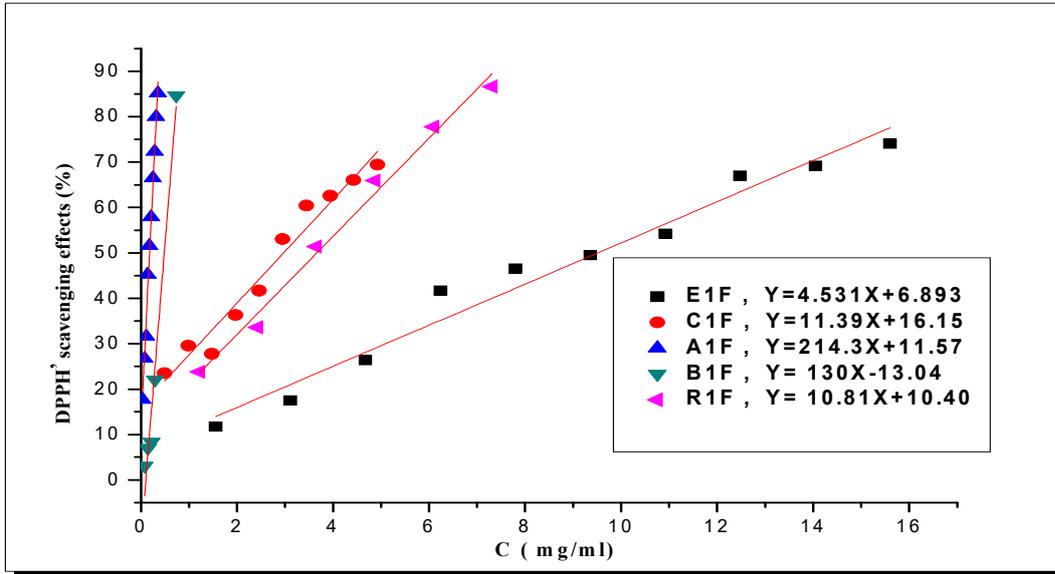
يتميز الجذر الحر DPPH بأنه جذر حر ثابت بفضل عدم تموضع الإلكترون الحر في الجزيء، تسمح له هذه الخاصية بعدم تشكيل ديمر كما هو الحال في معظم الجذور الحرة. يتميز جزيء DPPH باللون البنفسجي الغامق الذي يمتص في محلول الإيثانول أو الميثانول عند  $517 \text{ nm}$ . عند تواجد هذا الجزيء مع ركازة (AH) قادرة على منح هيدروجين، فان هذا يؤدي إلى فقدان اللون البنفسجي [9]. تم دراسة قدرة مستخلصات الننبه في النظامين لكبح الجذر الحر DPPH والنتائج موضحة في الاشكال 13، 14، 15، 16، 17 والجدول III-6.



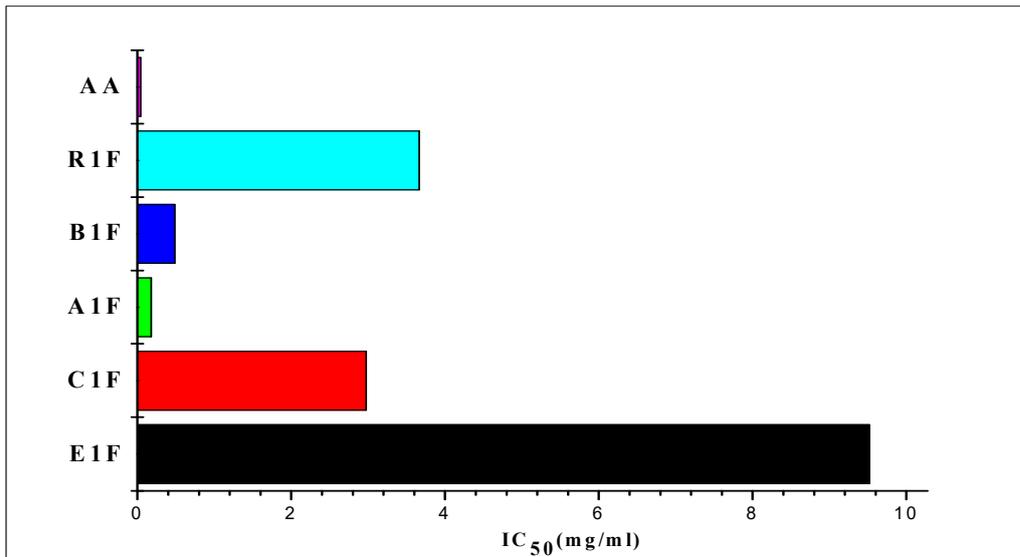
المنحنى 8-III: منحنى نسبة تثبيط الجذر الحر DPPH للمركب القياسي حمض الأسكوربيك



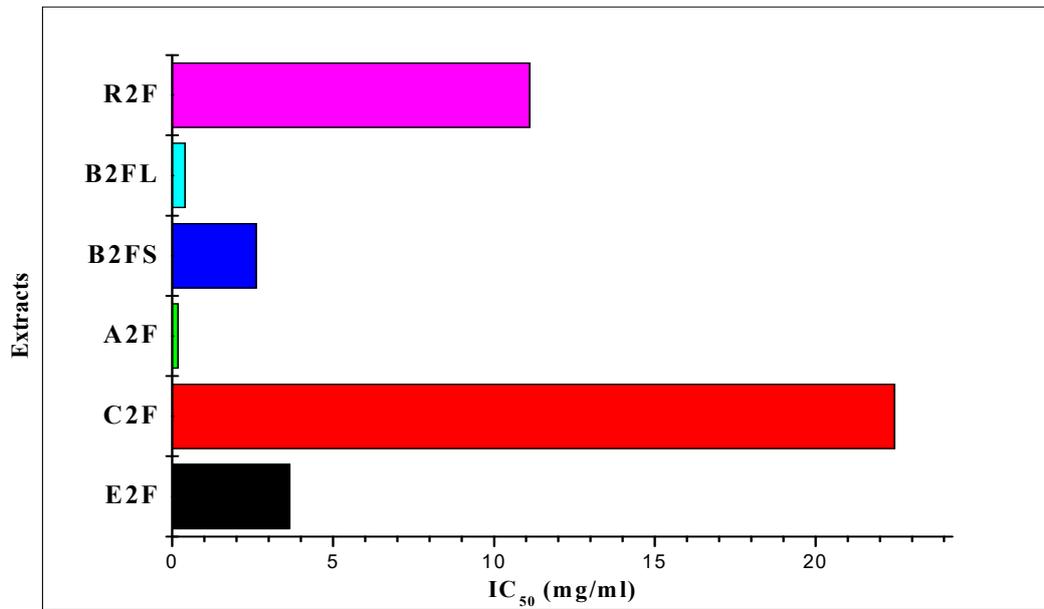
المنحنى 9-III: منحنى نسبة تثبيط الجذر الحر DPPH لمستخلصات النظام الاسيتوني



المنحنى 10-III : منحنى نسبة تثبيط الجذر الحر DPPH لمستخلصات النظام الايثانولي



الشكل (III-16) : مخطط اعمدة لمقارنة قيم IC<sub>50</sub> لمستخلصات النظام الايثانولي



الشكل (III-17): مخطط أعمدة لمقارنة قيم IC<sub>50</sub> لمستخلصات النظام الاسيتوني

الجدول (III-6): قيم IC<sub>50</sub> للمستخلصات الأسيونوية والإيثانولية

النظام	المستخلص	IC <sub>50</sub> (mg/ml)	IC <sub>50</sub> AA
EthOH/H <sub>2</sub> O	E1F	9,513	0.039 mg/ml
	C1F	2,971	
	A1F	0,179	
	B1F	0.484	
	R1F	3.663	
Ace/H <sub>2</sub> O	E2F	3,651	
	C2F	22,451	
	A2F	0,174	
	B2FS	2,611	
	B2FL	0,394	
	R2F	11,104	

## II. مناقشة النتائج :

من خلال النتائج الموضحة في الجدول 06، نلاحظ ان جميع مستخلصات النظامين تملك قدرة معتبرة لاسر الجذر الحر DPPH حيث جاءت النتائج كالآتي :

بالنسبة للنظام الايثانولي تراوحت قيمة  $IC_{50}$  بين 0.179 mg/ml بالنسبة لمستخلص A1F الى 9.513 mg/ml بالنسبة لمستخلص E1F كما كانت قيمة  $IC_{50}$  بالنسبة لمستخلص B1F مساوية الى 0.484 mg/ml وقد جاءت جميع هذه المستخلصات أقل من ناحية كبح الجذر الحر من حمض الأسكوربيك الذي استخدم كمحلول قياسي في هذه الدراسة والتي كانت قيمة  $IC_{50}$  له : 0.039 mg/ml.

أما بالنسبة للنظام الاسيتوني فقد كانت النتائج كما يلي :

تراوحت قيمة  $IC_{50}$  في هذا النظام ما بين 0.174 mg/ml - 22.451 mg/ml وقد جاءت أكبر قيمة لفعالية كبح الجذر DPPH من نصيب مستخلص E2F بقيمة قدرها 0,174 mg/ml اما أقل قيمة للفعالية فكانت من نصيب مستخلص C2F بقيمة قدرها 22.451 mg/ml أما بالنسبة لمستخلص B2FL و B2FS فقد جاءت 2.611 mg/ml و 0.394 mg/ml على الترتيب .

جميع هذه المستخلصات كانت فاعليتها أقل من فاعلية المركب القياسي في كبح الجذر الحر DPPH .

وقد اظهرت مستخلصات النبتة فعالية معتبرة لكبح الجذر DPPH .

أما عند مقارنة نتائجنا مع دراسة لنبتة من نفس الجنس *C.morfelium* [7] ، فقد كانت أقل فاعلية حيث تراوحت قيم  $IC_{50}$  في هذه الدراسة بين : 0,072±0,003 mg/ml و 0,113±0,001 mg/ml.

## III. 4. 2 الطريقة الإلكتروكيميائية :

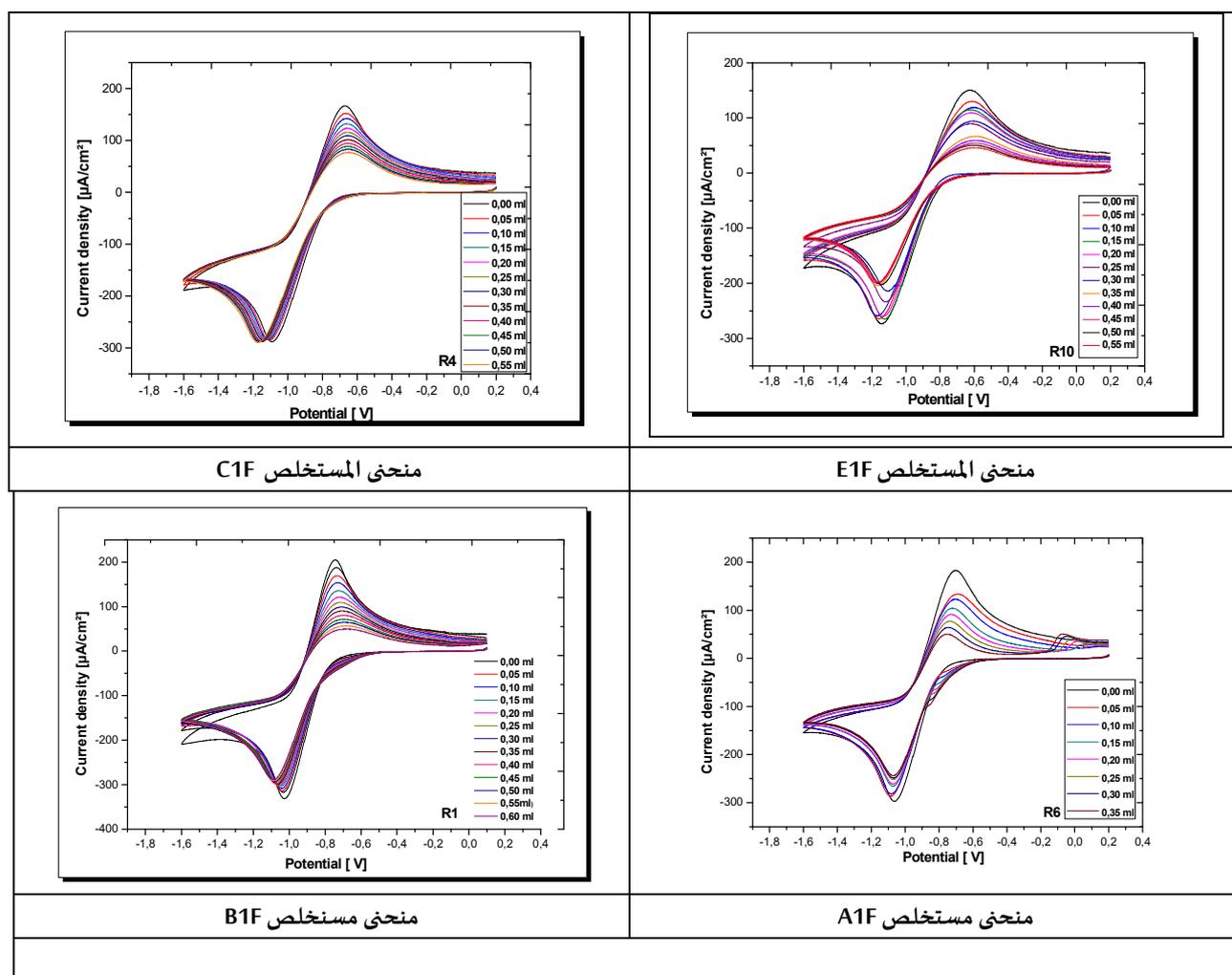
أ- إرجاع الجذر الاينيوني ( $O_2^{\cdot-}$ ):

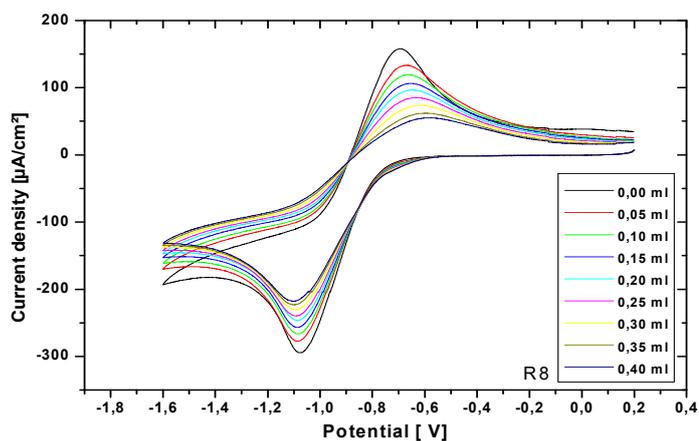
بعد ضبط الشروط التجريبية المذكورة انفا، نقوم برسم منحنى المركب القياسي (الكيرسيتين) بعدها يتم رسم المنحنيات الخاصة بكل مستخلص.

## ب- فولتاموغرام المستخلصات:

بنفس الطريقة السابقة وتحت نفس الشروط نعامل مستخلصات النظامين الأستوني والميثانولي، وبعدها قمنا برسم

فولتاموغرام كل مستخلص كما هو موضح في الأشكال ادناه:





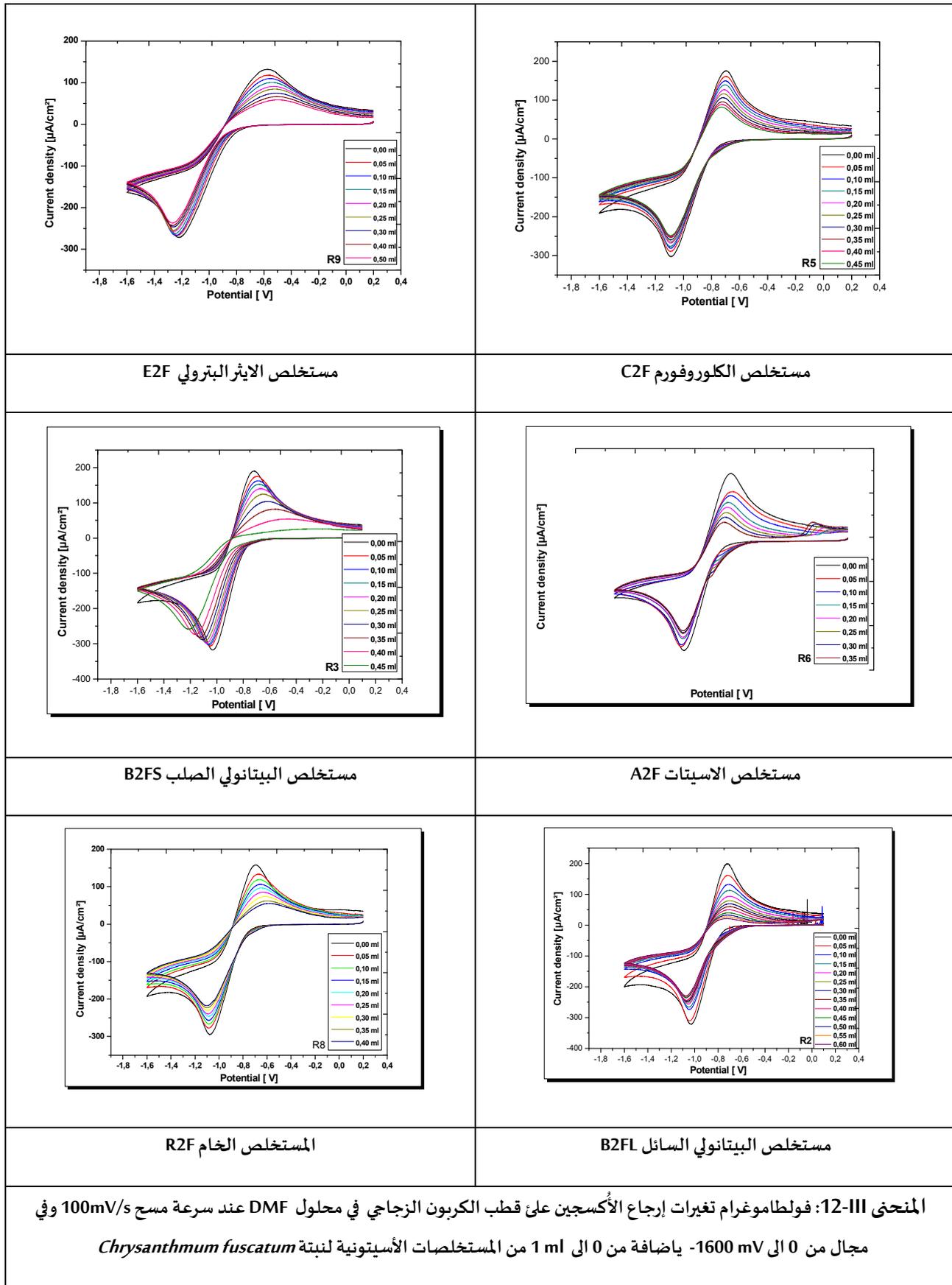
منحنى مستخلص R1F

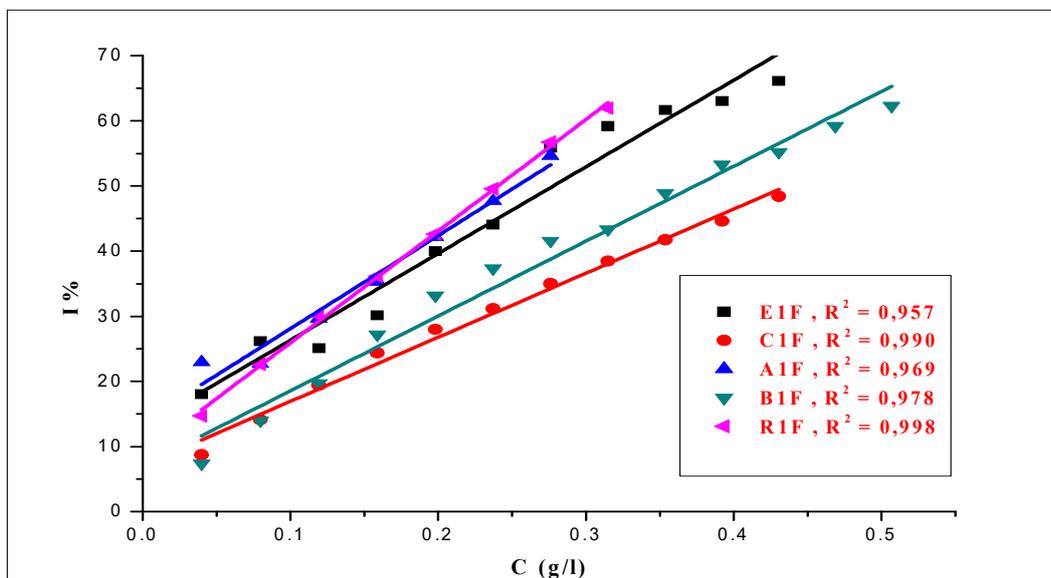
المنحنى III-11 : فولتاموغرام تغيرات إرجاع الأكسجين على قطب الكربون الزجاجي في DMF عند سرعة مسح 100mV/s وفي مجال من 0 إلى -1600 mV. يضاف من 0 إلى 1 ml من المستخلصات الإيثانولية لنبتة

*Chrysanthemum fuscatum* desf

من خلال هذه المنحنيات نلاحظ ان إضافة المركب القياسي أو مستخلصات النبتة يؤدي إلى إنخفاض في كثافة التيار الأنودي مع  $I_{pa}$  تغبرطفيف في كثافة التيار الكاتودي  $I_{pc}$ ، هذا التغير في كثافة التيار الأنودي يدل على حدوث تفاعل بين الجذر الحر والمركب القياسي أو المستخلصات.

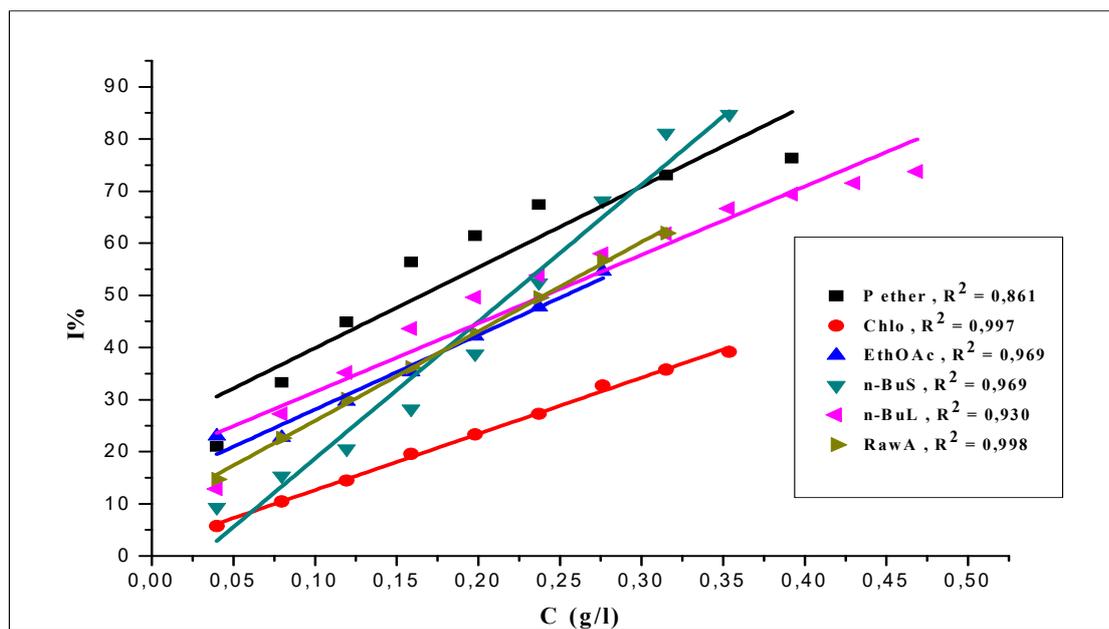
بعد رسم هذه المنحنيات نقوم بتحديد كثافة التيار الأنودي في غياب وفي وجود المثبط وبتطبيق العلاقة (III-3) نحسب نسبة التثبيط  $I\%$  لمختلف تراكيز المثبط (المستخلصات والمحلل القياسي) ثم نرسم المنحنى  $I\% = f(C)$  من خلال هذا المنحنى وبتطبيق العلاقة (III-4) نحسب قيمة  $IC_{50}$  النتائج مدونة في الجدولين (III-7، III-8).





المنحنى III-14 : منحنى نسبة التثبيط بدلالة تركيز مستخلصات النظام إيثانول / ماء

وبنفس الطريقة السابقة نقوم برسم منحنى نسبة التثبيط بدلالة تركيز المستخلصات ثم بتطبيق العلاقة 6 نحسب قيمة  $IC_{50}$  والنتائج مدونة في الجدول III-8.



المنحنى III-15 : منحنى نسبة التثبيط بدلالة التركيز لمستخلصات النظام أسيتون/ماء

الجدول III-7: قيم  $IC_{50}$  للمركب القياسي ومستخلصات النظام الإيثانول/ ماء

المستخلص	$IC_{50}$ (mg/ml)
E1F	0.277
C1F	0.435
A1F	0.253
B1F	0.337
R1F	0.240
<b>Qeur</b>	<b>0.230</b>

الجدول III-8: قيم  $IC_{50}$  لمستخلصات الأسيونونية للنبتة

المستخلص	$IC_{50}$ (mg/ml)
E2F	0.149
C2F	0.446
A2F	0.253
B2FS	0.219
B2FL	0.240
R2F	0.240
<b>Qeur</b>	<b>0.230</b>

### مناقشة النتائج:

من خلال النتائج المدونة في الجدولين 7 و8 والمنحنيات السابقة، نلاحظ أن جميع مستخلصات النظامين تملك قدرة على تثبيط الجذر الحر للاكسجين  $O_2^-$  بنسب متفاوتة ومتقاربة، حيث بلغت أحسن قدرة للتثبيط لمستخلصات النظام الإيثانولي لمستخلص الأسيونات A1F  $IC_{50} = 0.253$  mg/ml أما ادنى قيمة في هذا النظام فكانت لمستخلص الكلوروفورم بقيى قدرها  $IC_{50} = 0.435$  mg/ml فيما كانت قيمة  $IC_{50} = 0.230$  mg/ml بالنسبة للمركب القياسي.

أما بالنسبة للنظام أسيون/ماء فقد جاءت النتائج مقارنة لمستخلصات الإيثانول / ماء، حيث كانت أكبر قيمة للتثبيط سجلت لمستخلص الإيثر البيترولي  $IC_{50} = 0.149$  mg/ml وهي أكبر من قيمة المركب القياسي الكيرسيتين، فيما كانت ادنى قيمة للتثبيط لمستخلص الكلوروفورم  $IC_{50} = 0.446$  mg/ml، أما بالنسبة لمستخلص البيتانولي فقد جاءت قيمة  $IC_{50}$  مساوية الى  $0.219$  mg/ml،  $0.240$  mg/ml للمستخلص السائل والصلب على التوالي.

وقد جاءت هذه النتائج احسن من نتائج دراسة على نبتة من نفس العائلة (المركبة) ل: أ. بوقرة (2019) [10] على نبتة *L.resedifolia* حيث كانت قيمة  $IC_{50}$  لمستخلص الاسيات والبيتانول  $1.799$  mg/ml و  $1.9218$  mg/ml على الترتيب.

كما كانت النتائج المتحصل عليها احسن من دراسة على نبتة من نفس العائلة ل: ب، ابتسام (2021) [11] على نبتة *Senecio hoggariensis Batt. & Trab* حيث كانت اكبر قيمة لتثبيط الجذر الانيونى لمستخلص البيتانول بقيمة 0.844 mg/ml.

كما كانت النتائج المتحصل عليها احسن من دراسة على نبتة من نفس العائلة اجرتها ش.سمية (2021) *Moltkia Ciliata*، [12] حيث جاءت اكبر قيمة لتثبيط الجذر الانيونى من نصيب مستخلص الاسيتات بقيمة قدرها  $IC_{50} = 0.79$  mg/ml،

المراجع:باللغة العربية:

- [10] بوقرة أ. ، دراسة الفعالية المضادة للأكسجين و البيولوجية و تثبيط التآكل لمستخلصات نبات *Launaea Resedifolia* (العائلة المركبة). أطروحة دكتوراه في الكيمياء ، 2019 .
- [11] بالأعور.إ ، مساهمة في الدراسة الفيتوكيميائية و تقييم الفعالية البيولوجية و الفعالية المضادة للتآكل لمستخلصات نبات *Senecio hoggariensis Batt.& Trab*. أطروحة دكتوراه ، 2021 .
- [12] شيجي.س ، دراسة المستخلصات العضوية و المائية لنبات *Moltkia Ciliata* و تطبيقاتها في الفعالية البيولوجية و تثبيط التآكل المائي ، أطروحة دكتوراه في الكيمياء. 2021 .

المراجع الاجنبية:

- [1] Benhammou, N., **Activité antioxydante des extraits des composés phénoliques de dix plantes médicinales de l'Ouest et du Sud-Ouest Algérien. Université Abou Bakr Belkaïd-Tlemcen, Algérie : Thèse de Doctorat, 2012. 30.**
- [2] Prieto, P., M. Pineda, and M. Aguilar, **Spectrophotometric quantitation of antioxidant capacity through the formation of a phosphomolybdenum complex : specific application to the determination of vitamin E. Analytical biochemistry, 1999. 269(2) : p. 337-341.**
- [3] Benmeddour, Z., et al., **Phenolic composition and antioxidant capacities of ten Algerian date (*Phoenix dactylifera L.*) cultivars : a comperative study. Journal of Functional Foods, 2013. 5(1): p. 346-354.**
- [4] Oyaizu, M., **Antioxidant Activity of Brewing Products of Glucosamine Fractionated by Organic Solvents and Their Layer Chromatography Nippon Skokulin Kogyo Gakkaishi. 1986.**
- [5] Singh, R.G., P.S. Negi, and C. Radha, **Phenolic composition, antioxidant and antimicrobial activities of free and bound phenolic extracts of Moringa oleifera seed flour. Journal of Functional Foods, 2013. 5(4) : p. 1883-1891.**
- [6] El-Sharkawy, E.R., A. Ed-Dra, and E.M. Abdallah, **Phytochemical, antimicrobial and antioxidant properties of *Launaea nudicaulis* and *Farsetia hamiltonii*. Journal of Biological Control, 2017. 31(2) : p. 102-109.**
- [7] Alexieva, I., D. Mihaylova, and A. Popova, **Evaluation of the antioxidant capacity of aqueous extracts of fresh *Chrysanthemum balsamita L.* leaves growing in Bulgaria. University of Ruse Proceedeings, 2013. 52(10.2) : p. 89-91.**
- [8] Yang, L., et al., **Analysis of floral volatile components and antioxidant activity of different varieties of *Chrysanthemum morifolium*. Molecules, 2017. 22(10) : p. 1790.**
- [9] Haleng, J., et al., **Le stress oxydant. Revue médicale de Liège, 2007. 62(10) : p. 628-38.**

## الفصل الرابع :

دراسة الفاعلية المضادة للبكتيريا

لمستخلصي البوتانول للنبته

تمت في هذا الجزء دراسة الفعالية المضادة للبكتريا لمستخلصات نبتة *C.Fuscatum Desf* على خمس سلالات بكتيريا مرجعية ممرضة تصيب الانسان تم الحصول عليها من معهد باستور بالجزائر العاصمة ومعرفة مدى حساسية هذه السلالات إتجاه مستخلصات النبتة .

#### IV. 1 المواد والأجهزة المستعملة :

##### IV. 1.1 المواد المستعملة :

المواد المستعملة في هذه الدراسة ملخصة في الجدول رقم IV – 1.

الجدول 1-IV : المواد المستعملة في تقدير الفعالية المضادة للبكتريا

الشركة المصنعة	النقاوة	المواد
Biochem	99%	ثنائي مثيل سيلفوكسايد DMSO (CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> SO
Biolab	99%	الوسط المغذي Muller Hinton
Biolyse	0.9%	الماء الفيزيولوجي NaCl

##### IV. 2. 1 الأجهزة المستعملة :

تم إنجاز هذا العمل على مستوى مخبر الميكروبيولوجي بمستشفى محمد بضيف بورقلة والأجهزة المستخدمة في هذا العمل ملخصة في الجدول رقم IV - 2.

الجدول 2-IV : الأجهزة المستعملة في تقدير الفعالية المضادة للبكتريا

جهاز التعقيم بالضغط	الأجهزة المستخدمة
فرن باستور	
حاضنة	

#### IV. 2 سلالات البكتيريا المستخدمة في الدراسة :

أجريت الدراسة على أربعة أنواع من البكتيريا اثنان منها سالبي الغرام وهي موضحة في الجدول IV - 3.

الجدول 3-IV : سلالات البكتريا المستعملة في الدراسة

نوع الجدار	المرجع	البكتريا المدروسة
سالبة الغرام	ATCC25922	<i>Escherichia coli</i> (Ec)
موجبة الغرام	ATCC6633	<i>Bacillus subtilis</i> (Bs)
موجبة الغرام	H3300	<i>Staphylococcus aureus</i> (Sa)
سالبة الغرام	ATCC9027	<i>Pseudomonas aeruginosa</i> (Pa)

**IV. 3 دراسة الفعالية المضادة للبكتيريا للمستخلصات النباتية :**

في الجزء تم دراسة فعالية مستخلصين فقط ضد البكتيريا، المستخلص البيوتانولي للنظام إيثانول/ماء والذي رمزنا له ب R<sub>1</sub> والمستخلص البوتانولي للنظام أسيتون/ماء والذي رمزنا له ب R<sub>2</sub>.

تم اعتماد طريقة الانتشار وذلك عن طريق تشبيح الاقراص ب 10 µm من المستخلصين [1].

تم تحضير المستخلصات عن طريق اذابة 0.3 g من كل مستخلص في 1ml من DMSO من أجل تحضير محلول أم بتركيز 300 mg/ml، ثم قمنا بتحضير تركيز مختلفة (15, 30, 75, 150) عن طريق التمديد

**IV. 3.1 تحضير الاقراص :**

تم تحضير الاقراص من ورق Watheman N°03 بقطر 6 mm ثم بعد ذلك وضعها في انبوب اختبار من أجل التعقيم داخل فرن درجة حرارته C° 140 لمدة 45 دقيقة.

**IV. 3.2 تحضير الوسط الزراعي :**

قمنا باذابة معقمة للوسط Mueller Hinton ثم نسكبه في علب بترى بكميات محدودة وبوجود لهب مصباح بنزن تفاديا للبكتيريا، يترك ليتصلب ثم يوضع في الفرن لمدة 30 دقيقة من أجل إزالة الرطوبة.

**IV. 3.3 تحضير المعلق البكتيري :**

ناخذ في كل مرة جذمة من البكتيريا ونضعها في 10 ml من الماء الفيزيولوجي ثم نرج المزيج جيداً حتى يتجانس المحلول، نفرغ كمية منه في كل علبة ونتركه لمدة قصيرة بعده نفرغ محتوى علب بيتري وندخلها الى الفرن لمدة 5 دقائق وبدرجة حرارة C° 37 لكي تجف.

**IV. 3.4 الزرع والحضن :**

نقوم بتشبيح الاقراص ب 10 µm من كل مستخلص ثم توضع في علب بترى بواسطة ملقط مع ترك مسافات بين كل قرص واخر بعدها يتم وضع علب بترى في فرن بشكل مقلوب تحت درجة حرارة C° 37 ولمدة 24 ساعة.

**IV. 4 التحليل الاحصائي :**

تعاد التجربة ثلاث مرات ويتم حساب المتوسط الحسابي M لكل القيم المتحصل عليها ثم يتم التعبير عن النتائج بالشكل (المتوسط الحسابي ± الانحراف المعياري).

## النتائج والمناقشة

## IV. 5 النتائج والمناقشة :

## IV. 1.5 قراءة النتائج :

تتم قراءة النتائج من خلال قياس قطر منطقة التثبيط حول الأقراص ، بالإضافة الى ذلك اذا تمت ملاحظة وجود بعض البقع (مستعمرات بكتيريا) داخل منطقة التثبيط فهذا يدل على أن المستخلص مثبط لنمو البكتيريا اما اذا لم يلاحظ وجود هذه البقع فيدل ذلك على أن المستخلص قاتل للبكتيريا.

الجدولين IV-4 و IV-5 يلخصان أهم النتائج المتحصل عليها.

الجدول 4-IV : متوسط قطر منطقة التثبيط للنمو البكتيري باستخدام المضادات الحيوية

المضادات الحيوية (µg/ml)	سلالات البكتيريا	Aztreonam (30)	Cefalexin (30)	Céfotaxime (30)	Ciproloxfami (5)	Vancomycin (30)
	<i>Escherichia coli</i>	-	35.69	21.25	-	-
<i>Staphylococcus aureus</i>	-	-	-	29.77	24.24	
<i>Pseudomonas aeruginosa</i>	29.13	33.28	13.07	-	-	
<i>Bacillus subtilis</i>	-	-	-	36.50	21.46	

الجدول 5-IV : متوسط قطر التثبيط لنمو البكتيريا بمستخلص النبتة

n-Bu	التركيز (mg/ml)	300	150	75	30	15
	<i>Escherichia coli</i>	17.07±0.91	-	-	-	-
<i>Staphylococcus aureus</i>	14.34±0.43	12.33±0.93				
<i>P. aeruginosa</i>	13.79±0.63	-	-	-	-	
<i>Bacillus subtilis</i>	11.52±0	8.45±0				
n-BuL	<i>Escherichia coli</i>	14.64±0.17	10.48±0	8.94±0	-	-
	<i>Staphylococcus aureus</i>	10.6±0.86	9.03±0	8.71±0	-	-
	<i>P. aeruginosa</i>	-	-	-	-	-
	<i>Bacillus subtilis</i>	10.65±0	8.86±0	8.64±0.59	7.46±0	-

\* n-Bu المستخلص البوتانولي للنظام إيثانول/ماء

\* n-BuL المستخلص البوتانولي للنظام أسيتون/ماء

كما تعتبر حساسية البكتيريا منعدمة اذا كان قطر التثبيط اقل من 8mm وتعتبر محدودة الحساسية اذا تراوح قطر التثبيط بين 8 mm و 14 mm ، وتعتبر البكتيريا متوسطة الحساسية اذا تروح قطر التثبيط بين 14mm و 20mm وتعتبر شديدة الحساسية اذا كان قطر التثبيط اكبر من 20mm [2].

### III. مناقشة النتائج :

من خلال النتائج المدونة في الجدول V-5 نلاحظ ان حساسية البكتيريا للمستخلصين تراوحت بين المنعدمة والمحدودة الى المتوسطة.

بالنسبة للمستخلص n-BU فقد أظهرت السلالة Sa حساسية متوسطة عند التركيز 300 mg/ml و 150 mg/ml بقطر تثبيط 14.34 mm و 12.32 mm على التوالي بينما لم تظهر اي حساسية عند بقية التراكيز، أما بالنسبة للسلالة Ec فقد أظهرت حساسية متوسطة عند التركيز 300 mg/ml بقطر تثبيط 17.07mm بينما لم تظهر اي حساسية عند بقية التراكيز. بالنسبة للسلالة *Pseudomonas aeruginosa* فقد كانت حساسيتها متوسطة بقطر تثبيط 13.79 mm عند التركيز 300 mg/ml بينما لم تظهر التراكيز الاخرى اي حساسية تذكر.

بالنسبة للسلالة *Bacillus subtilis* فقد جاءت الحساسية محدودة بقطر تثبيط 11.52 mm عند التركيز 300 mg/ml و بقطر 8.45 mm عند التركيز 150 mg/ml بينما لم تظهر التراكيز الاخرى اي تأثير.

أما بالنسبة للمستخلص n-BuL فقد اظهرت جميع السلالات حساسية محدودة ماعدى بكتريا *P. aeruginosa* التي كانت منعدمة الحساسية اتجاه هذا المستخلص وقد تراوح قطر التثبيط بين 7,46 mm و 14,64 mm ، فبالنسبة لبكتريا *E.coli* فقد كان اعلى قطر للتثبيط عند التركيز 300 mg/ml بقيمة قدرها

14,67 mm ثم 10,48 mm عند التركيز 150 mg/ml واخيرا 8,94 mm عند التركيز 75 mg/ml بينما لم تظهر اي فعالية عند التراكيز الاقل من 75 mg/ml.

نفس الملاحظات تم تسجيلها بالنسبة لبكتريا *Staphylococcus aureus* و *B.subtilis* حيث بلغ أكبر قطر للتثبيط عند التركيز 150 mg/ml بقيمة قدرها 10,6 mm و 10,65 mm على التوالي أما ادنى قطر للتثبيط فكان عند التركيز 75 mg/ml للأولى بقطر قدره 8,71 mm وعند التركي 30 mg/ml للثانية بقطر قدره 7,46 mm.

هذه النتائج كانت اقل من دراسة اجريت على نبتة من نفس العائلة *Launaea procumbens roxb.* حيث اظهرت البكتريا من النوع *P. aeruginosa* حساسية متوسطة للمستخلص الإيثانولي بقطر تثبيط 15 mm عند التركيز 250 mg/ml [3]

وتعود الخصائص المضادة للبكتيريا في الأُقحوان والعديد من النباتات الطبية الى احتوائها على مركبات الفينول والفلافونويد  
فمجموعة الهيدروكسيل OH بمركبات الفينول يمكنها التفاعل مع الغشاء السيتوبلازمي للبكتيريا وترسيبه مما يغير طبيعته  
وبالتالي تدمير الغشاء الخلوي للبكتيريا وموتها والفلافونيدات التي تعمل على تدمير جدار البكتيريا بتكوين مركب معقد مع  
البروتينات الخلوية والتأثير على الجدار البكتيري مما يؤدي إلى موت البكتيريا وتوثر كذلك على ADN مما يؤثر على الفعاليات  
الحيوية داخل البكتيريا، أما التربينات فتعمل على تمزيق الاغشية بواسطة المواد المحبة للدهون [4-7].

المراجع:باللغة العربية:

[2] ع. حليبي، النباتات الطبية. الجزائر، 2002.

باللغة الأجنبية:

- [1] Rashid, S., and al., Insecticidal and cytotoxic activities of *Launaea nudicaulis* (Roxb.) and *Launaea Resedifolia* (Linn.). *Pak J Biol Sci*, 2000. 3(5): p. 808-809.
- [3] Reddy M.N. and Mishra G.J., Preliminary phytochemical screening and antibacterial analysis of the leaf extracts of *Launaea procumbens* Roxb. *International Journal of Phytopharmacology*, 2012. 3(2), p. 147-151.
- [4] Nabila M., Ouahiba B., Nadjoud G., Meriem F., Bensaid M., Leila M.A., and Reda D.M., Study of the Antimicrobial Activity of the Extracts of the *Eucalyptus camaldulensis* and *Eucalyptus globulus* Stemming from the Algerian Northeast. *Int. J.Pharm. Sci. Rev. Res.*, 2016. 39(2): p. 1-5.
- [5] Nawchoo I.A., In vitro antibacterial activity and phytochemical studies of methanolic extract of leaves of *Hypericum perforatum* L. growing wild in Kashmir Himalaya. *Asian Journal of Plant science and Research*, 2012. 2(4): p. 414-420.
- [6] Al-Ani A.B., Nadi M. and Al-Khazraji N., Antimicrobial activity of volatile oils isolated from some Iraqi plants, *Al-Anbar University*.1996. 1(1): p. 82-88.

## الفصل الخامس :

دراسة فاعلية المستخلص الحمضي على

تشبيط تآكل الفولاذ الكربوني XC70

## V.1 مقدمة:

نظرا لتكلفته القليلة والخصائص التي تميزه على بقية السبائك، يعتبر الفولاذ الكربوني من أهم وأكثر السبائك المستخدمة في التطبيقات الصناعية كأنيبب نقل الغاز والبتترول [1,2].

ومع ذلك فهو عرضة للكثير من المشاكل ولعل من أهمها وأكثرها انتشاراً هي ظاهرة التآكل نتيجة لعوامل المحيط والوسط الموجود فيه، فظاهرة التآكل تسبب خسائر فادحة للصناعات البترولية ففي عام 2019 لوحدها كانت خسائر الصناعات البترولية عالمياً حوالي 2.5 ترليون دولار أي ما نسبته 2.5% من الناتج المحلي العالمي، ومع ان القضاء على هذه المشكلة مستحيل إلا أنه يمكن خفض من تأثيرها عن طريق إستخدام مركبات عضوية وغير عضوية تسمى بالمثبطات *inhibitors* هذه المثبطات تملك مركبات متغيرات الحلقة تمتز على سطح المعدن وتشكل طبقة حامية له من التآكل [3,4].

لكن إستخدام المركبات المصنعة لتثبيط التآكل رغم قدرتها الفائقة على التثبيط إلا أن لها إضرار وخيمة على الإنسان والبيئة [5] لذلك حاول الباحثون ايجاد مركبات عضوية صديقة للبيئة وتعوض المركبات المصنعة في عملها، وككل مرة تم اللجوء الى النباتات من أجل الحصول على مركبات مثبطة للتآكل اطلق على هذه المركبات المثبطات الخضراء *Green inhibitors* وفي التالي بعض الدراسات التي ركزت على مستخلص النباتات كمثبط للتآكل.

تنوعت دراسة النباتات كمثبطات بين نوعين من الاحماض : حمض الكبريت  $H_2SO_4$  وحمض كلور الهيدروجين  $HCl$  لكن أغلبية الدراسات كانت تستخدم  $HCl$  1M والفولاذ الكربوني.

ففي دراسة (2012) S.Garia and al على نبات الشيح [6] *Artemisia Pallens* باستخدام الطريقة الوزنية، منحنيات الإستقطاب والممانعة وفي وسط حمضي (1M  $HCl$ ) وجد أن المستخلص الميثانولي للنبتة حقق نسبة تثبيط ما بين 93% - 98% عند تركيزا/400 mg في درجة حرارة الغرفة، فيما اتبع الامتزاز نموذج لانغموير.

وفي دراسة (2017) M. Allaoui and al [7] على نبات البان الزيتوني *Moringa oleifera* كمثبط لعملية التآكل على الحديد الفولاذي X70 باستخدام منحنيات الإستقطاب والممانعة، وجد أن مستخلص الحمضي للنبتة حقق نسبة تثبيط ما بين 65 الى 70 % بالنسبة لمنحنيات الإستقطاب وما بين 40 الى 55 % في الممانعة، اما بالنسبة لأعلى نسبة تثبيط فقد كانت بحدود 86 % عند تركيز حجم (15 ml(V/V) وبالنسبة لايزوتارم الامتزاز فقد اتبع نماذج كل من Langmuire, Timkin and Frumkin .

وفي دراسة اخرى (Yujie.C and al (2018) على أوراق نبات الجنكو *Ginkgo* باستخدام الطرق الإلكتروليتية حيث كانت نسبة التثبيط بحدود 90 % عند التركيز 200 mg/l، كما وجد أن الامتزاز يتبع نموذج لانغمير وتم التأكد من تشكل طبقة حامية على السطح بواسطة الطرق الطيفية [8].

وفي دراسة (Haibing.Z(2020) على نبتة من نفس الجنس *Chrysanthemum Indicum* باستخدام الطريقة الوزنية، منحنيات الإستقطاب والممانعة، وجد ان نسبة التثبيط في حدود 93 % عند التركيز 500 mg/l، وقد اظهرت التحليل باستخدام FTIR وجود مجموعة وظيفية في المستخلص C=O, C-N and C=C، والتي من الممكن أن تكون المسؤولة عن قدرة التثبيط [9].

تم في هذا الجزء دراسة الأثر التثبيطي لمستخلصات نبتة الأفيون *Crysanthemum fuscatum* Desf على تآكل الفولاذ الكربوني XC-70 في وسط حمضي (HCl, 1M) وهذا بالاعتماد على طريقتين، الطريقة الوزنية والمتمثلة في فقدان الوزن (Wight loss) والطريقة الإلكتروليتية والمتمثلة في منحنيات الإستقطاب (Tafel) والممانعة (Impedance)، كما تم دراسة الإمتزاز وفق ثلاث نماذج Langmuir, Timkin, Frumkin

## V. 2 المواد والأجهزة:

### V. 1.2 المواد المستعملة:

تم تحضير المحلول الحمضي لعملية الاستخلاص وللدراسة الإلكتروليتية من حمض كلور الهيدروجين (HCl 37%, d = 1.19) حيث تم تحضير محلول بتركيز 1M.

تم قطع العينات من صفائح أنابيب خاصة بنقل البترول والغاز من مصنع الأنابيب بغرداية والذي يحمل المميزات الموضحة في الجدول رقم 1-V

الجدول 1 - V : التركيبة الكيميائية للعينات المقطوعة

Element	C	P	S	Si	Mn	Cr	Ni	Cu	Al	Nb	V	Ti	Mo	Fe
Value (w %)	0.065	0.002	0.001	0.245	1.685	0.042	0.026	0.01	0.042	0.067	0.014	0.019	0.005	Reste

تمت عملية القطع تحت البارد لكي لا يحدث تغيير في تركيبة العينات، حيث تم قطع العينات الى نوعين الأول بشكل متوازي مستطيلات بابعاد : 1.4 cm \* 1.7 cm \* 4.5 cm خاصة بدراسة فقدان الوزن، أما بالنسبة للطريقة الإلكتروليتية فتم قطع العينات بشكل إسطوانة مساحة سطحها 1 سم<sup>2</sup>.

## V. 2.2 الأجهزة :

اثناء انجازنا لهذا العمل تم الاستعانة بالتجهيزات المتوفرة في مختبر الكيمياء الكهربائية بكلية الرياضيات وعلوم المادة بجامعة ورقلة وهي : جهاز Potentiostat-Galvanostat مرفق ببرنامج Voltmaster 4 مع خلية تحتوي ثلاث اقطاب الكترود العمل ، الكترود مساعد من البلاتين و الكترود مرجعي SCE كلها من Radiometer Analytical SAS .

## V. 3 تحضير النبتة :

تم جني النبتة في مارس 2017 في وقت الازهار، حيث تم تجفيفها تحت الظل وفي مكان مهوى ثم تم سحق العينات وتوضيها في أكياس ورقية بعيدة عن الضوء.

تمت عملية الإستخلاص بنقع 100 غ من النبتة في 1 لتر من محلول حمضي (HCl 1M) لمدة 24 ساعة مع الرج ثم إجراء عملية الترشيح وإعادة النقع مرة أخرى لمدة ثلاثة أيام بعدها تم ترشيح وتخزين المستخلص في أواني معتمة وبعيدا عن الضوء لحين الاستخدام.

## V. 4 الطرق

تمت دراسة الأثر التثبيطي لمستخلص نبتة (CTE) على الكربون الفلازي باستخدام طريقتين :

### V. 4.1 الطريقة الوزنية :

وتعتبر من أهم الطرق المتبعة في دراسة تأثير المثبط على سرعة تآكل الفولاذ، حيث تعتمد على وزن قطع الفولاذ قبل وبعد غمرها داخل المحلول الحمضي في وجود وغياب تراكيز من المثبط وتمر بالمراحل التالية :

### V. 4.2 تحضير المثبط :

تم تحضير تراكيز حجمية من المستخلص من 1% الى 50% عن طريق إذابة حجوم من 1 مل الى غاية 50 مل في 100 مل من المحلول الحمضي.

### V. 4.3 تحضير العينات :

يتم تحضير العينات عن طريق صقلها بجهاز الصقل باستخدام الورق الكاشط من الرقم 100 الى غاية 1200 بعدها تغسل العينات بالأسيتون ثم الماء المقطر ثم تجفف وتحفظ بعيدا عن الهواء لتفادي تأكسدها.

يتم وزن القطعة  $m_1$  وقياس ابعادها بعناية (الطول L، العرض D، الارتفاع H) باستخدام القدم القنوية من أجل حساب مساحة السطح S حسب العلاقة (V-1) :

$$S = 2 \times [(D \times H) + (D \times L) + (L \times H)] \dots \dots \dots (V-1)$$

#### V. 4.4 تحديد زمن الاتزان :

يتم غمر قطعة الفولاذ في محلول حمضي لايحتوي المثبط لازمنة مختلفة من 10 min الى 40 min يتم بعدها غسل العينة بشكل جيد بالأسيتون والماء المقطر ثم تجفف ويتم أخذ وزنها  $m_2$  من أجل حساب قيمة الفقدان في الوزن حسب العلاقة (V-2) :

$$\Delta m = m_1 - m_2 \dots \dots \dots (V-2)$$

وتحسب سرعة التآكل حسب العلاقة :

$$V = \Delta m / (S \times t) \dots \dots \dots (V-3)$$

$\Delta m$  هو الفقدان في الوزن (g)

S : مساحة السطح ( $cm^2$ )

t : الزمن (min)

ويتم تحويل سرعة التآكل من وحدة ( $g \text{ cm}^{-2} \text{ min}^{-1}$ ) الى وحدة الصناعية mm/year حسب العلاقة (V-4)

$$V_{corr} = \frac{525600 \times \Delta m}{S \times t \times \rho} \dots \dots \dots (V-4)$$

$\rho$  الكتلة الحجمية للفولاذ وهي مساوية الى  $7.86 \text{ g/cm}^3$

قيمة التغطية السطحية  $\theta$  تحسب بالعلاقة [10] :

$$\theta = \frac{V_{corr}^0 - V_{corr}}{V_{corr}^0} \dots \dots \dots (V-5)$$

$V_{corr}^0$  : سرعة التآكل في غياب المثبط

$V_{corr}$  : سرعة التآكل في وجود المثبط

يحسب مردود وفعالية تثبيط التآكل R% حسب العلاقة :

$$IE\% = \frac{V_{corr}^0 - V_{corr}}{V_{corr}^0} \times 100 \dots \dots \dots (V-6)$$

#### V. 5 الدراسة الحركية لعملية التآكل :

تم حساب المعاملات الحركية مثل  $E_a$  طاقة التنشيط من المعادلة الخطية Arrhenius حسب العلاقة [11] :

$$\ln V = \ln A - \frac{E_a}{RT} \dots \dots \dots (V-7)$$

A: هو معامل ارهينيوس

V: سرعة التآكل

R: ثابت الغازات المثالية

أما  $\Delta S^*$  الانتروبي و  $\Delta H^*$  الانتالبي فتم حساب قيمهما من العلاقة :

$$\ln \left( \frac{V}{T} \right) = \ln \left( \frac{R}{Nh} \right) + \frac{\Delta S^*}{R} - \frac{\Delta H^*}{RT} \dots\dots\dots (V-8)$$

N: عدد افوقادرو ، h: ثابت بلانك

ومن خلال قيم الانتالبي والانتروبي يمكننا حساب الطاقة الحرة  $\Delta G^*$  بحسب العلاقة :

$$\Delta G^* = \Delta H^* - T\Delta S^* \dots\dots\dots (V-9)$$

### 6.V الطريقة الإلكتروكيميائية :

#### 1.6.V منحنيات الإستقطاب :

أُجريت جميع التجارب في مخبر الكيمياء الكهربائية بجامعة قاصدي مرباح ورقلة، باستخدام جهاز voltalab 40 model

PGZ301 وباستخدام برنامج 4.Voltmaster.

تمت العملية بتركيب ثلاث اقطاب في خلية وهي :

-الكترود العمل (work) : ويتمثل في قطعة الفولاذ المدروس بمساحة  $1\text{cm}^2$  وتتم معالجتها بنفس الطريقة في انخفاض الوزن

-الكترود الكالومال ( $\text{SCE}, E_0 = 240 \text{ mV}$ ) ويركب في المأخذ REF.

-الكترود البلاتين الى المأخذ AUX.

تضبط سرعة المسح في الجهاز على  $30\text{mV}/\text{min}$  وهي سرعة تسمح بتتبع الانتقال الالكتروني الكاتودي والأنودي

أما بالنسبة لمجال المسح فقد حدد بين  $-200$  الى  $-750 \text{ mV}$ .

وقد تم تحديد زمن الغمر الخاص بالدارة المفتوحة بـ  $20 \text{ min}$  عند درجة حرارة الغرفة  $25^\circ\text{C}$ .

يتم حساب سرعة التآكل من البرنامج مباشرة حسب العلاقة التالي [12]:

$$V_{\text{corr}} \left( \frac{\text{mm}}{\text{year}} \right) = \frac{i_{\text{corr}} \times M}{n \times d} \times 3,28 \dots\dots\dots (V-10)$$

حيث :

$i_{\text{corr}}$ : كثافة التيار مستخرجة من ميل منحنى تافال الكاتودي بعد الغمس في غياب المثبط

d: الكتلة الحجمية للفولاذ الكربوني:  $7.86 \text{ g}/\text{cm}^3$

M: الكتلة المولية للفولاذ الكربوني  $55.56 \text{ g}/\text{mol}$

$$0.01 * (1 \text{ year in (seconds)})/96479.8(1 \text{ faraday in coulombs}) : 3.28$$

n: عدد الإلكترونات المتبادلة أثناء عملية التآكل

بالنسبة لبقية المعاملات مثل ثابت تافال الأنودي ( $\beta_a$ )، ثابت تافال الكاثودي ( $\beta_c$ )، كثافة التيار ( $i_{corr}$ )، كمون التآكل ( $E_{corr}$ )

فتم الحصول عليها من تحليل منحى تافال اما بالنسبة التثبيط % IE فقد تم حسابها من قيمة السرعة  $V_{corr}$  ومن كثافة

التيار  $i_{corr}$  ومن مقاومة الإستقطاب Rp حسب العلاقات على الترتيب [13]:

$$IE_{v_{corr}} \% = \left(1 - \frac{V_{corr}}{V_{corr}^0}\right) * 100 \dots\dots\dots (V-11)$$

$$IE_{i_{corr}} \% = \left(1 - \frac{i_{corr}}{i_{corr}^0}\right) * 100 \dots\dots\dots (V-12)$$

$$IE_{Rp} \% = \left(1 - \frac{Rp^0}{Rp}\right) * 100 \dots\dots\dots (V-13)$$

حيث :

$Rp^0$ ،  $i_{corr}^0$ ،  $v_{corr}^0$  قيم سرعة التآكل، كثافة التيار، مقاومة الإستقطاب المقاسة في غياب المثبط و  $Rp$ ،  $i_{corr}$ ،  $v_{corr}$  هي نفس

القيم مقاسة في وجود المثبط.

وتحسب نسبة التغطية السطحية  $\theta$  حسب العلاقة 14، 15 و 16 :

$$\theta_{i_{corr}} = \left(1 - \frac{i_{corr}}{i_{corr}^0}\right) \dots\dots\dots (V-14)$$

$$\theta_{v_{corr}} = \left(1 - \frac{v_{corr}}{v_{corr}^0}\right) \dots\dots\dots (V-15)$$

$$\theta_{Rp} = \left(1 - \frac{Rp^0}{Rp}\right) \dots\dots\dots (V-16)$$

## 2.6 .V مطيافية الممانعة :

بنفس الطريقة السابقة نحضر العينات (صقل، غسل، تجفيف) ونقوم بضبط الشروط التجريبية، وقد حدد زمن الغمر في

هذه الدراسة ب : 25 min، عند كمون تآكل  $E_{corr} = -499.9 \text{ mV}$  يجري المسح بنطاق تردد بين 10 و 100 kHz

mHz مع إضطراب سعة مقدر ب  $\pm 10 \text{ mV}$  عند درجة حرارة الغرفة  $25^\circ\text{C}$ .

نسكب المحلول في الخلية ثم تنطلق التجربة بعد مرور زمن الغمس فيقوم الجهاز برسم منحى  $E=f(t)$  و  $-Z_{im} = f(Z_{re})$ .

تحسب سعة الطبقة المزدوجة  $C_{dl}$  حسب العلاقة 17 :

$$C_{dl} (Z_{im \text{ in max}}) = 1/2\pi R_{ct} f_{\text{max}} \dots\dots\dots (V-17)$$

المعاملات مثل : مقاومة المحلول  $R_s$ ، مقاومة الإنتقال الشحني  $R_{ct}$ ، سعة الطبقة المزدوجة  $C_{dl}$  يتم إستخراجها من منحنيات

Nyquist and Bode أما نسبة التثبيط  $IE_{R_{ct}}\%$ ,  $IE_{C_{dl}}\%$  يتم حسابها من المعادلتين 18 و 19 على التوالي [11]:

$$IE_{R_{ct}}\% = (1 - R_{ct}^0 / R_{ct}) * 100 \dots\dots\dots (V-18)$$

$$IE_{C_{dl}}\% = (1 - C_{dl}^0 / C_{dl}) * 100 \dots\dots\dots (V-19)$$

حيث :

$R_{ct}^0$ ,  $C_{dl}^0$  : قيم مقاومة الإنتقال الشحني وسعة الطبقة المزدوجة في غياب المثبط

$R_{ct}$ ,  $C_{dl}$  : قيم مقاومة الإنتقال الشحني وسعة الطبقة المزدوجة في وجود المثبط

### 7.0.7 ايزوتارم الامتزاز:

من أجل فهم ظاهرة الإمتزاز لمستخلصات النبتة على سطح الفولاذ الكربوني XC70، وتوضيح طبيعة وقوة الامتزاز تم إختبار

امتزاز مستخلص النبتة بثلاث نماذج وهي Langmuir, Temkin, Frumkin حسب المعادلات 20 ، 21 و 22 [14] :

$$\text{Langmuir} : \frac{C}{\theta} = \frac{1}{k} + aC \dots\dots\dots (V-20)$$

$$\text{Temkin} : \text{Log} \frac{\theta}{C} = \text{log} k - g\theta \dots\dots\dots (V-21)$$

$$\text{Frumkin} : \text{log} \left[ \frac{\theta}{(1-\theta)C} \right] = \text{log} k + g\theta \dots\dots\dots (V-22)$$

حيث :

$\theta$  : التغطية السطحية

k : ثابت التوازن للامتزاز

C : تركيز المثبط

a, g : معاملات الامتزاز

# النتائج والمناقشة

## 8.V الطريقة الوزنية ( انخفاظ الكتلة )

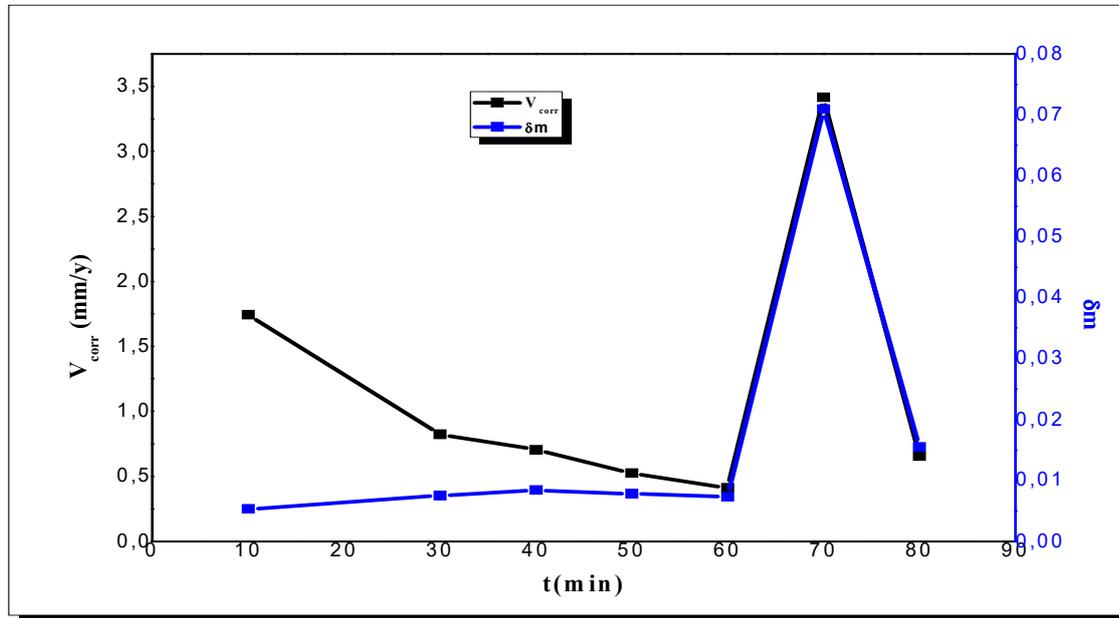
## 1.8.V دراسة تأثير الزمن على سرعة تآكل :

لتحديد زمن الغمر قمنا بغمس قطعة الفولاذ الكربوني في المحلول الحمضي (HCl 1M) خلال أزمنة مختلفة بدءاً من 10 دقائق إلى 80 دقيقة عند درجة حرارة الغرفة  $25^{\circ}\text{C}$  مع تكرار التجارب لعدة مرات النتائج المتحصل عليها موضحة في الجدول (V) - (02).

الجدول V - 02 : القيم التجريبية لطريقة فقدان الوزن في غياب المثبط.

Temp(min)	$m_0$ (g)	m(g)	$\Delta m=m_0-m$ (g)	S(cm <sup>2</sup> )	$V_{corr}$ (g/cm <sup>2</sup> .mn)	$V_{corr}$ (mm/y)
10	44.4466	44.4413	0.0053	20,3509	2,6043E-05	1,7415
30	44.1901	44.1826	0.0075	20,3063	1,23114E-05	0,8232
40	44.1220	44.1174	0.005	19,9426	6,2688E-06	0,419
50	43.9662	43.9584	0.0078	19,8918	7,84242E-06	0,5244
60	43.8913	43.884	0.0073	19,8560	6,12745E-06	0,4097
70	43.8991	43.8282	0.0709	19,8335	5,10679E-05	3,4149
80	43.7914	43.7759	0.0155	19,7897	9,79042E-06	0,6546

ومن اجل توضيح ثبوت سرعة التآكل قمنا برسم المنحنى  $\Delta m=f(t)$ ,  $V=f(t)$  كما هو موضح في الشكل (1).



المنحنى 1-V : منحنى تغير الكتلة وسرعة التآكل بدلالة الزمن

من خلال نتائج الجدول (1) والمنحنى في الشكل (V-1) نلاحظ إن قيم  $\Delta m$  تزداد إلى ان تثبت السرعة تقريبا عند 40 دقيقة مقارنة بسرعة التآكل فهي تنخفض كلما زاد الزمن لتثبت عند 40 دقيقة بسرعة تآكل قدرتها ب  $0.70 \text{ mm/y}$ .

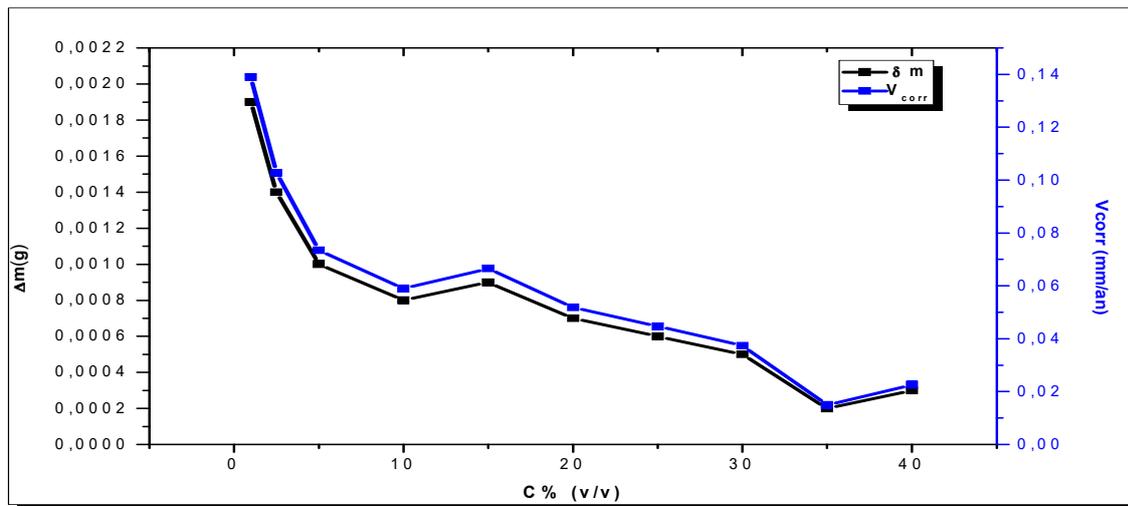
## 2.8 .V دراسة تأثير المستخلص على تثبيط سرعة تآكل الفولاذ XC70 في الوسط HCl(1M) :

40 بعد تحضير المحاليل بتركيز حجمية مختلفة من المثبط تكرر نفس الخطوات العملية السابقة بتطبيق زمن الغمر دقيقة، والنتائج المتحصل عليها موضحة في الجدول (V-3):

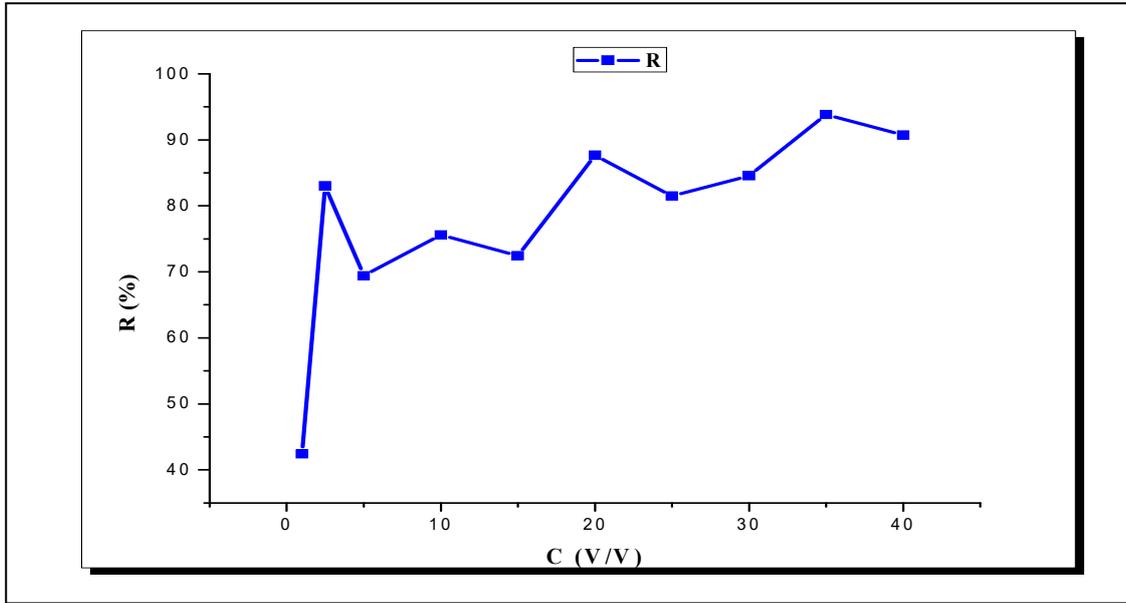
الجدول V-3 : نتائج تأثير تركيز المستخلص على تثبيط تآكل الفولاذ XC70

$V_{inh}$ (ml)	t (min)	$\Delta m$ (g)	S (cm <sup>2</sup> )	$V_{corr}$ (g/cm <sup>2</sup> .mn)	$V_{corr}$ (mm/y)	$\theta$	IE%
0	40	0.0033	14.16197	5,83E-06	0.389	/	/
2.5	40	0.0019	14.14310	3.36E-06	0.224	0.4241	42.41
5	40	0.0014	14.09883	2.48E-06	0.166	0.5732	57.32
10	40	0.0010	14.07842	1.78E-06	0.119	0.6940	69.40
15	40	0.0008	14.04578	1.42E-06	0.095	0.7557	75.57
20	40	0.0009	13.99212	1.61E-06	0.107	0.7243	72.43
25	40	0.0007	13.96116	1.25E-06	0.048	0.8766	87.66
30	40	0.0006	13.89189	1.08E-06	0.072	0.8149	81.49
35	40	0.0005	13.83263	9.04E-07	0.06	0.8457	84.57
40	40	0.0002	13.79532	3.62E-07	0.024	0.9383	93.83
50	40	0.0003	13.75966	5.45E-07	0.036	0.9074	90.74

من خلال الجدول (V-3) تم رسم المنحنيات  $R_v=f(C)$  و  $\Delta m=f(C)$ ،  $V=f(C)$



المنحنى 2-V : منحنى تغير الكتلة و سرعة التآكل بدلالة تركيز المثبط



المنحنى 3-V: منحنى تغير الفعالية بدلالة التركيز

## ✓ مناقشة النتائج :

من خلال الجدول (V-3) والمنحنيين في الشكلين (V-2) و (V-3) نجد أن منحنى التغير في الكتلة والسرعة منطبقين حيث نلاحظ إن قيمة السرعة قبل اضافة المثبط كانت بحدود 0.389 mm/y ومع إضافة المثبط نلاحظ تناقص في سرعة التآكل بحيث بلغت سرعة التآكل 0.224 mm/y عند تركيز الحجمي 2.5ml بتغطية سطحية قدرت بـ  $\Theta = 0.4235$  ونسبة تثبيط 42.34% ، بعدها لاحظنا تناسب عكسي بين سرعة التآكل وتركيز المثبط حيث بلغت اقل قيمة لسرعة التآكل عند التركيز الحجمي 35% حوالي 0.024 mm/y بنسبة تثبيط 93.77% وبتغطية سطحية قدرت بـ  $\Theta = 0.9378$  ، كما نلاحظ ان نسبة التثبيط فاقت 75% عند تركيز صغير 10% كل هذه النتائج تدل على أن مستخلص نبتة الأقحوان يملك تأثير كبير وواضح على سرعة تآكل الفولاذ الكربوني XC70.

ونفس ارتفاع فاعلية التثبيط مع زيادة التركيز إلى أن المثبط قد امتز على سطح المعدن مما أدى إلى تشكيل طبقة واقية لحماية المعدن من التآكل [14].

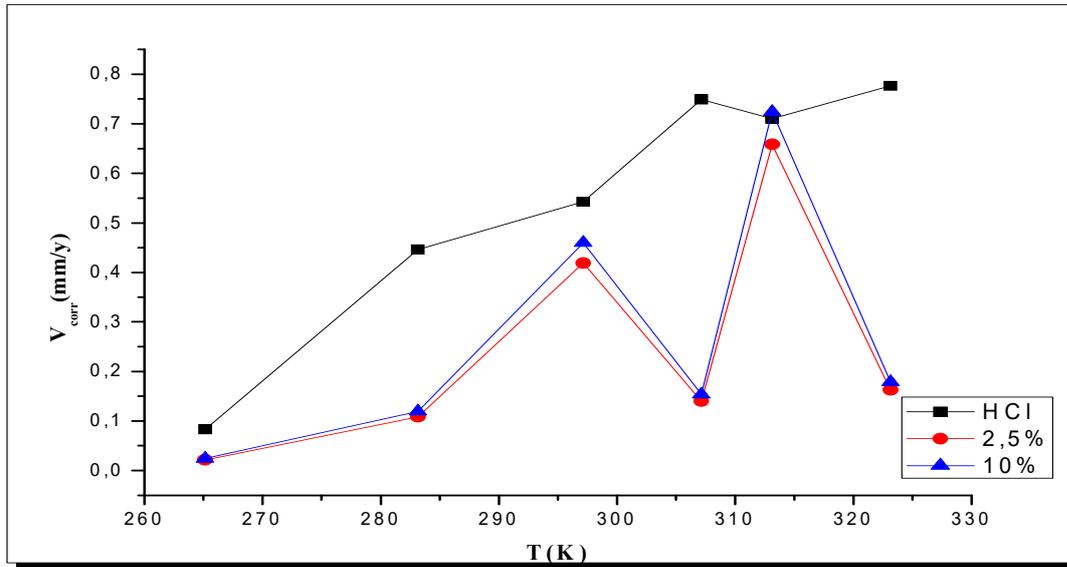
## V . 8 . 3 دراسة تأثير درجة الحرارة على فاعلية تثبيط :

بعد حصولنا على النتائج الموضحة في الجدول V-2، قمنا باختيار تركيزين من أجل دراسة تأثير درجة الحرارة على فاعلية التثبيط، النتائج موضحة في الجدول V-4.

الجدول V-4 : تأثير درجة الحرارة على سرعة التآكل للتركيزين 2.5 % , 10 %

C % (v/v)	T(k)	$\Delta m(g)$	S (cm <sup>2</sup> )	V <sub>corr</sub> (g/cm <sup>2</sup> .mn)	V <sub>corr</sub> (mm/y)
0	265	0,0008	16,0441	1,24656E-06	0,0833
	283	0,0043	16,1042	6,67528E-06	0,4463
	297	0,0053	16,3344	8,11172E-06	0,5424
	307	0,0073	16,2939	1,12005E-05	0,7489
	313	0,0069	16,2389	1,06226E-05	0,7103
	323	0,0075	16,1502	1,16098E-05	0,7763
2.5	265	0,0002	15,3037	3,26718E-07	0,0218
	283	0,001	15,3677	1,62679E-06	0,1087
	297	0,0039	15,5785	6,25863E-06	0,4185
	307	0,0013	15,5317	2,09249E-06	0,1399
	313	0,0061	15,485	9,84824E-06	0,6585
	323	0,0015	15,4263	2,43091E-06	0,1625
10	265	0,0002	13,9155	3,59312E-07	0,0240
	283	0,001	13,9905	1,78693E-06	0,1194
	297	0,0039	14,1854	6,87326E-06	0,4596
	307	0,0013	14,1222	2,30134E-06	0,1538
	313	0,0061	14,0772	1,08331E-05	0,7244
	323	0,0015	14,0396	2,67102E-06	0,1786

من النتائج المحصل عليها في الجدول، قمنا برسم المنحنى  $V = f(T)$  كما هو موضح في الشكل 4.



المنحنى 4-V: منحنى تغير سرعة التآكل بدلالة درجة الحرارة

### ✓ مناقشة النتائج :

من الجدول (V-04) نلاحظ أن سرعة التآكل في غياب المثبط تزداد مع زيادة درجة الحرارة حيث عند درجة حرارة 265K كانت قيمة السرعة 0.0833 mm/y لتزداد السرعة مع زيادة درجة الحرارة فتصل 0.77 mm/y عند درجة حرارة 323K. أما عند اضافة المثبط بتركيز 2.5% لاحظنا تراجع في سرعة التآكل الى 0.0288 mm/y عند 265K لتزداد قيمة السرعة بتزايد مضطرب ولكن طبعا بقيم اقل مقارنة بالحالة في غياب المثبط فتصل الى 0.1625 mm/y عند درجة حرارة 323K. بينما عند التركيز الحجمي 10ml بلغت اكبر قيمة لها 0.0723(mm/y) بدرجة حرارة 313K وأدنى سرعة تآكل 0.024(mm/y) عند درجة حرارة الدنيا 265K.

من خلال هذه النتائج نلاحظ ان سرعة التثبيط تأثرت بتغير درجة الحرارة، ويرجع سبب ذلك الى زيادة تفكك الطبقة الواقية نتيجة لزيادة ذوبانية المركبات المشكلة لها [1].

فيما كانت فعالية المستخلص بتركيز 2.5 ml هي الاحسن مقارنة بالتركيز 10 ml أو في حالة غياب المثبط.

### V. 4.8 الدراسة الحركية لتثبيط التآكل :

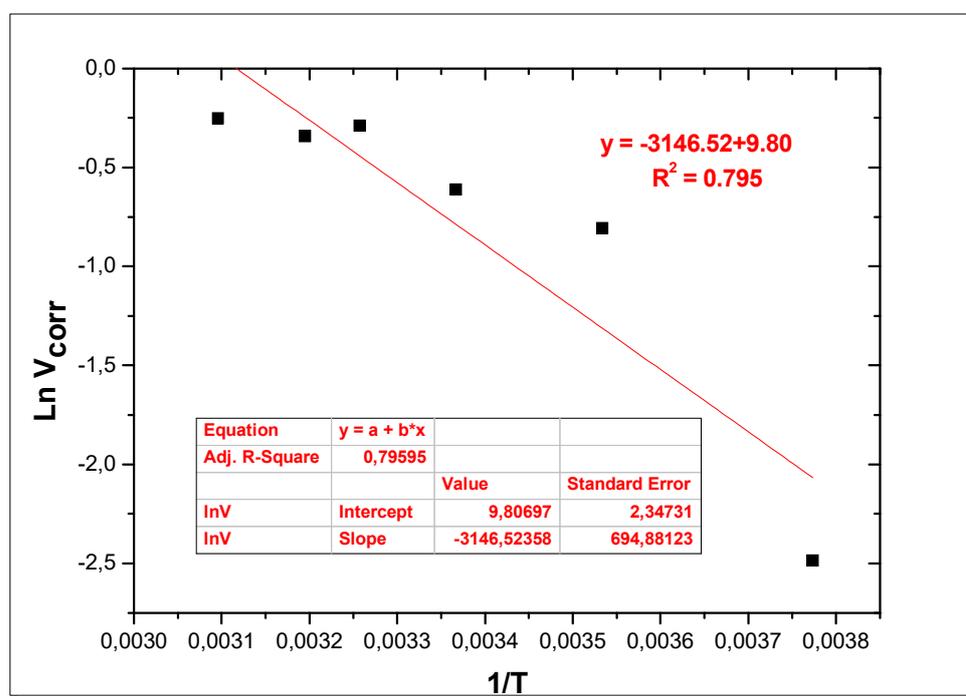
#### V. 4.8.1 تعيين معاملات الحرارة :

إنطلاقاً من النتائج المسجلة في الجدول V-05 نقوم برسم المنحنى  $\ln(V/T) = f(1/T)$  في وجود وفي غياب المثبط للتركيزين المختارين النتائج موضحة في الشكل 5 و6، ومن العلاقة الخطية (V-7) يمكننا حساب طاقة التنشيط  $E_a$  والنتائج موضحة في

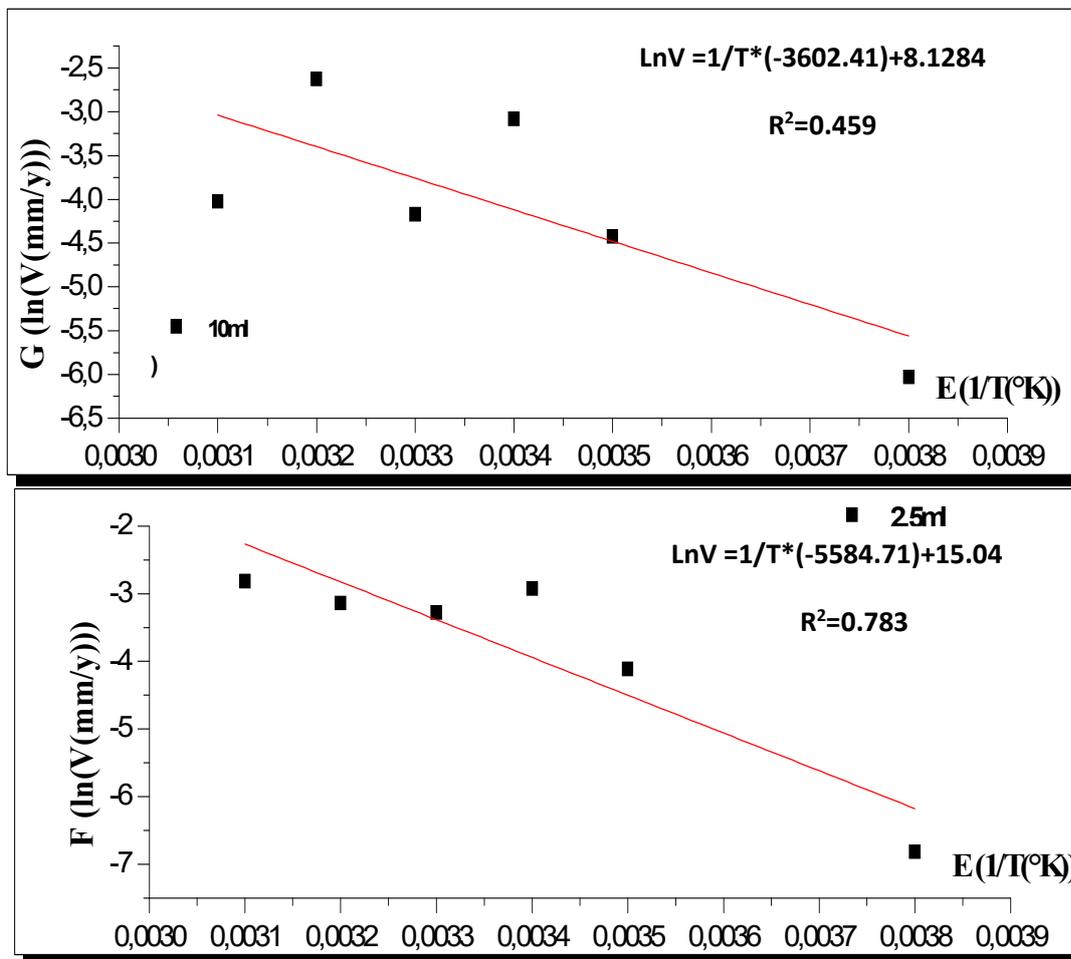
الجدول V-06.

الجدول V - 05 : تأثير درجة الحرارة على معدل التآكل وكفاءة التثبيط للتركيزين 10 ml, 2.5 ml

T (K)	V <sub>0</sub> (mm/y)	V(2.5ml) (mm/y)	V(10ml) (mm/y)	EI (2.5ml)%	EI (10ml)%
265	0,0833	0.0218	0,0240	73.82	71.18
283	0,4463	0.1087	0,1194	75.62	73.22
297	0,5424	0.4185	0,4596	22.84	15.26
307	0,7489	0.1399	0,1538	81.31	79.46
313	0,710	0.6585	0,7244	7.29	-1.98
323	0,7763	0.1625	0,1786	79.06	76.99



المنحنى V - 5 : منحنى Arrhenius في غياب المثبط



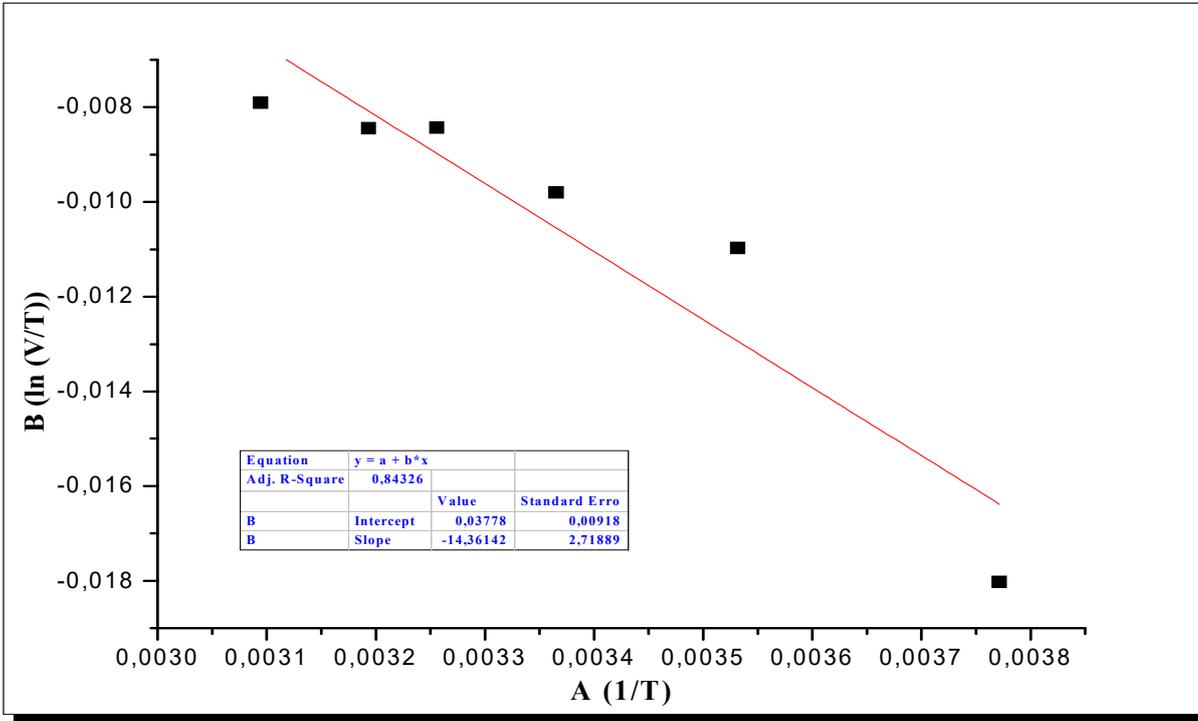
المنحنى V - 6 : منحنى Arrhenius في وجود المثبط

## 2.4.8 .v تعيين المعاملات الحركية :

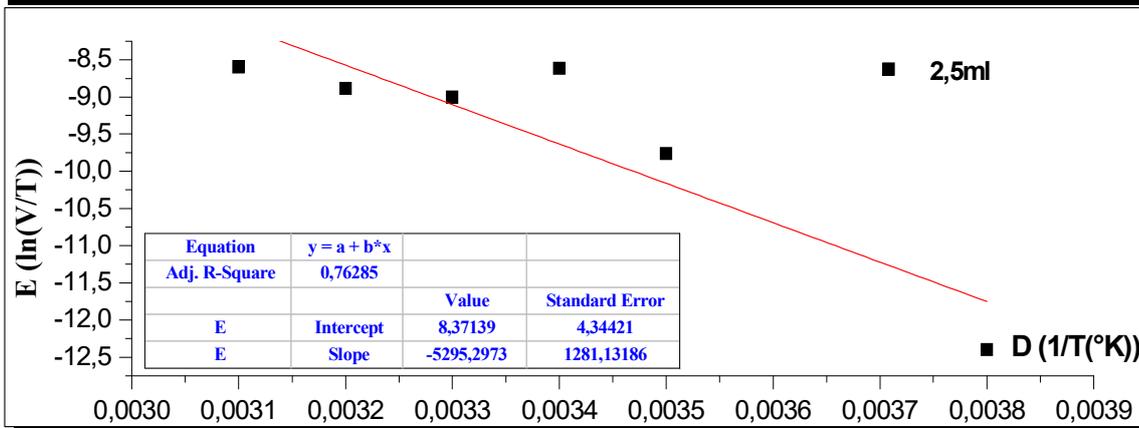
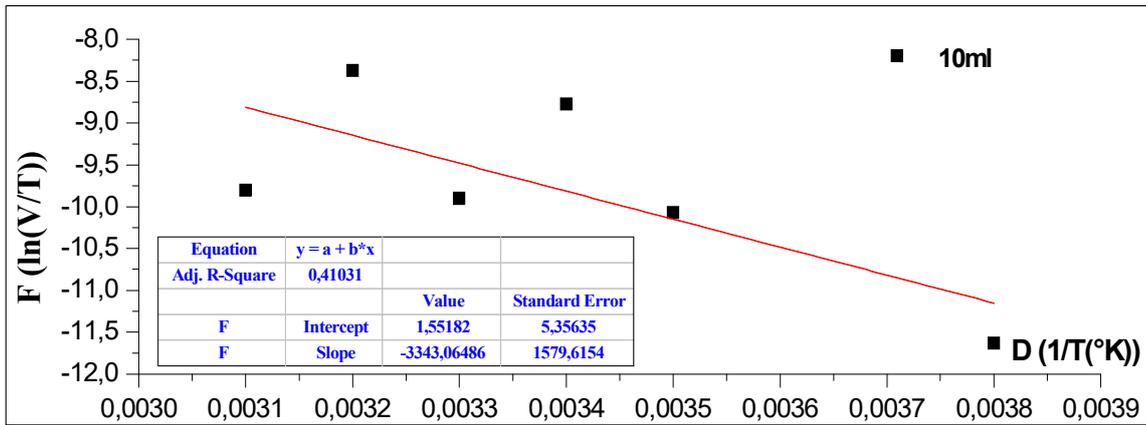
من خلال المنحنيات في الشكلين 5-V و 6-V والجدول 4 - IV وباستخدام العلاقة (8-V) تم حساب قيم كل من الانتروبي  $\Delta S^*$  والانتالي  $\Delta H^*$  لتآكل الفولاذ الكربوني في وسط حمض الكلور (1M) في وجود وغياب المثبط ، النتائج المتحصل عليها مسجلة في الجدول 6-V.

الجدول 6-V : القيم الحركية والحرارية في وجود وغياب المثبط

C <sub>CTE</sub> %(v/v)	E <sub>a</sub> (kJ/mol)	$\Delta H^*$ (kJ/mol)	$\Delta S^*$ (kJ/mol.K)	$\Delta G^*$ (KJ.mol <sup>-1</sup> )					
				265	283	297	307	313	323
0	26.11	0.119	-1.97E-1	5.23E+01	5.59E+01	5.86E+01	6.06E+01	6.18E+01	6.38E+01
2.5	46,4	4.40E+1	-1.84E-1	9.28E+01	9.61E+01	9.86E+01	1.00E+02	1.02E+02	1.03E+02
10	29.97	2.78E+1	-1.28E-1	6.17E+01	6.40E+01	6.58E+01	6.71E+01	6.79E+01	6.91E+01



المنحنى V - 07 : منحنى ln(V) بدلالة 1/T في غياب المثبط



المنحنى V - 8 : منحنى ln(V) بدلالة 1/T في وجود المثبط للتركيزين 10 ml, 2.5 ml

## ✓ مناقشة النتائج:

من خلال قيم المعاملات الحرارية والحركية المدونة في الجدول (6-7)، نلاحظ إن قيم  $\Delta G^*$  متزايدة كلما زادت درجة الحرارة في كل التراكيز في غياب المثبط، بينما تتناقص عند اضافة 2.5 مل من المستخلص الى القيمة 98.8 KJ/mol ثم الى القيمة 41.9 KJ/mol عند التركيز 10 مل. قيم  $\Delta G^*$  المتزايدة تدل على زيادة استقرار المعقد المتشكل ولدينا كذلك  $\Delta S^*$  متزايدة بالسالب كلما زاد التركيز، أما طاقة التنشيط فنلاحظ زيادة قيمتها عند التركيز 2.5 ml لتصل الى 46.6 kJ/mol، الزيادة في طاقة التنشيط يعزى الى امتزاز المثبط على سطح المعدن [15] بالاضافة الى قيمها الاقل من  $80 \text{ KJ/mol}^{-1}$  تدل على ان الامتزاز فيزيائي [16] وهو الملاحظ في هذه النتائج.

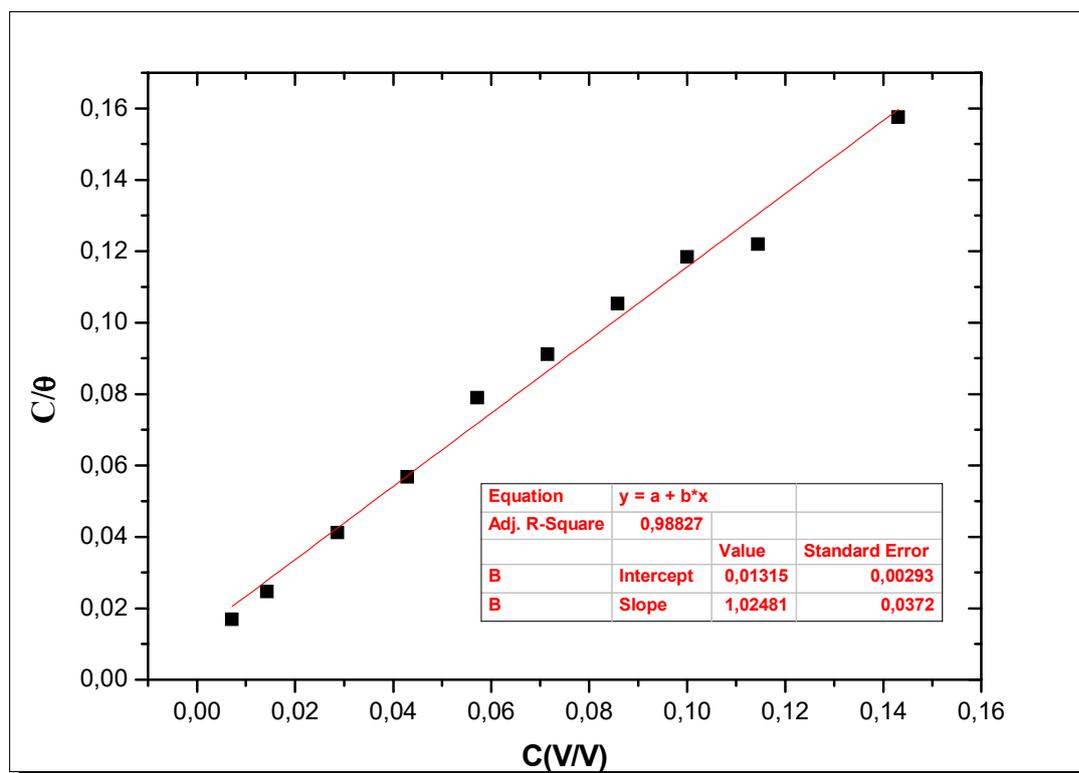
## V. 8. 5 دراسة إيزوتارم الامتزاز:

تعتمد عملية الإمتزاز على الخصائص الإلكترونية وطبيعة سطح المعدن بالإضافة الى درجة الحرارة، لذلك تعتبر دراسة إيزوتارم الامتزاز مهمة من اجل فهم الامتزاز بشكل أفضل، في هذه الدراسة اعتمدنا ثلاثة انواع من إيزوتام الامتزاز وهي : Langmuir, Timken, Frumkin.

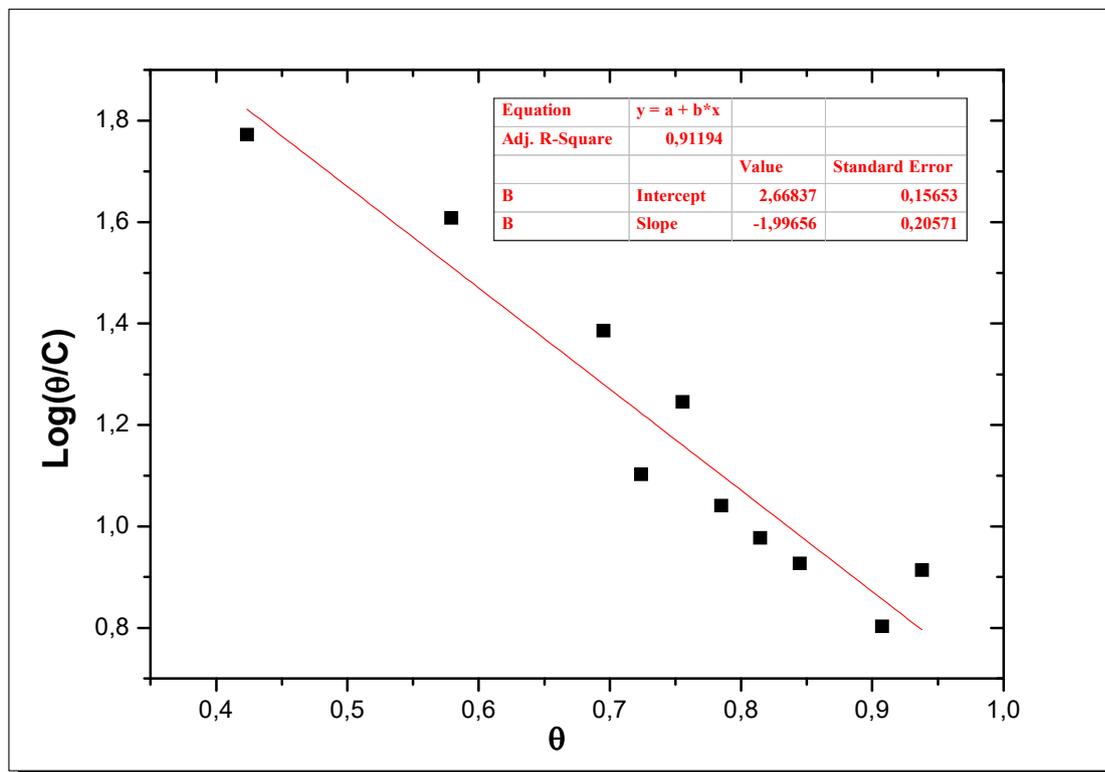
بالنسبة لايزوتارم لانغمير فهو يقوم على مبدأ أن جميع المناطق الفعالة على سطح المعدن متكافئة طاقياً، بالإضافة الى أنه لا يوجد تأثير بين جزيئات الممتز المتجاورة أي أن الممتز يشكل طبقة واحدة على السطح، بينما إيزوتارم تيمكين يشرح طبيعة ومدى تجانس سطح المعدن بحيث يفترض أن سطح المعدن غير متجانس فهو يحوي مواقع ذات طاقة عالية وهي التي يشغلها الممتز اولاً ثم يمر للمواقع الأقل طاقة ويفترض عدم وجود تأثيرات بين الجزيئات الممتزة، أما بالنسبة لايزوتارم فرينكين يفترض وجود تأثيرات بين الجزيئات الممتزة بالتالي فهو يميل الى تشكيل عدة طبقات من الجزيئات الممتزة على سطح المعدن [17] النتائج موضحة في الجدول 7-7 والأشكال : 9، 10، 11.

الجدول V - 7: قيم الامتزاز المثبط على سطح المعدن XC70

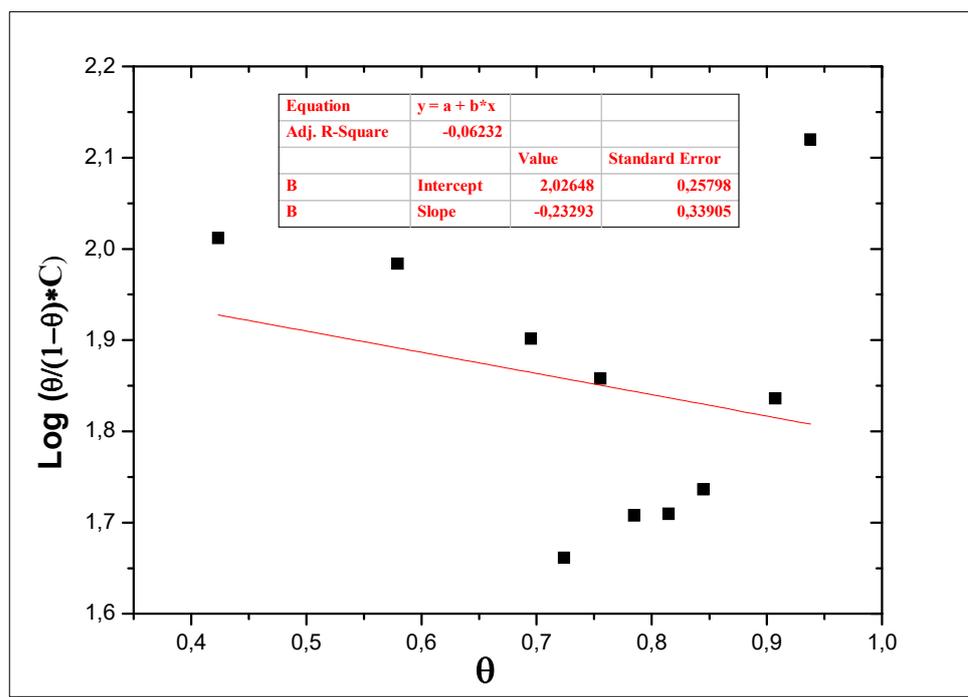
$V_{inh}$ (ml)	C (V/V)	$\theta_{vcorr}$	C/ $\theta$	$\theta/C$	Log( $\theta/C$ )	Log( $\theta/(1-\theta)*C$ )	Ln( $\theta/(1-\theta)*C$ )
0	0	-	-	-	-	-	-
2.5	0.00715	0.4235	0,0169	59,2308	1,7725	2,0117	4,6322
5	0.0143	0.5739	0,0247	40,5105	1,6076	1,9836	4,5674
10	0.0286	0.6952	0,0411	24,3077	1,3857	1,9017	4,3789
15	0.0429	0.7556	0,0568	17,6131	1,2458	1,8577	4,2776
20	0.0572	0.724	0,0790	12,6573	1,1023	1,6614	3,8256
25	0.0715	0.7848	0,0911	10,9762	1,0405	1,7076	3,9319
30	0.0858	0.8147	0,1053	9,4953	0,9775	1,7096	3,9366
35	0.1	0.8449	0,1184	8,4490	0,9268	1,7362	3,9977
40	0.1144	0.9378	0,1220	8,1976	0,9137	2,1199	4,8812
50	0.143	0.9074	0,1576	6,3455	0,8025	1,8359	4,2272



المنحنى V-9: امتزاز Langmuir باستخدام طريقة فقدان الكتلة



المنحنى 10-V: امتزاز Temkin باستخدام طريقة فقدان الكتلة



المنحنى 11-V: امتزاز Frumkin باستخدام طريقة فقدان الكتلة

جدول 8-V: المعادلات وقيم الإلتباط الخطي لمنحنيات الإيزوتارم الإمتزاز

Isotherme		Equation linear	R <sup>2</sup>
Langmuir	V <sub>corr</sub>	(C / Θ)=1.024 C+0.013	0.988
Frumkin	V <sub>corr</sub>	Log(1/(1- Θ)*C) = -0.226 Θ -0.2326	-0.06
Temkin	V <sub>corr</sub>	Log (Θ / C)= 2.026 Θ – 1.996	0.911

✓ مناقشة النتائج:

بالنسبة لإيزوتارم لانغمير نلاحظ أن الإرتباط الخطي  $R^2 = 0,988$  أما ميل المنحنى فكان مقارب للوحدة (1,024) يدل ذلك على وقوع امتزاز للمستخلص على سطح المعدن، وتشكلت طبقة وحيدة واقية من هذا الامتزاز كما هو موضح في الشكل (V-9) أما في امتزاز تيمكين فكان الارتباط الخطي  $R^2 = 0.922$  وهذا يدل على أنه وقع امتزاز للمستخلص على سطح الفولاذ الكربوني وان هناك تأثير بين جزيئات المادة الممتزة (المثبط) وقيمة الميل كانت بالسالب (-1.842) كما هو موضح في المنحنى (V-10) وفي امتزاز فريمكين كان الإرتباط الخطي سالب القيمة مما يعني ان الامتزاز لا يتبع هذا النموذج .

وبالمقارنة مع الدراسات السابقة حيث قامت بدراسة نفس المعدن XC70 والوسط HCl(1M) وأما المستخلص فكان لأزهار نبتة الحميض (*Rumex versicarius*)، واعطت أعلى نسبة تثبيط قيمتها % 93.218 عند تركيز 12.5 مل بينما تجربتنا أحسن نسبة تثبيط % 93.78 عند التركيز 35 مل وإيزوتارم الامتزاز الذي خضع له هو إيزوتارم لانغمير وإيزوتارم تيمكين [18].

### 9. الطريقة الإلكتروكيميائية:

#### 9.1. منحنيات الإستقطاب (تافل):

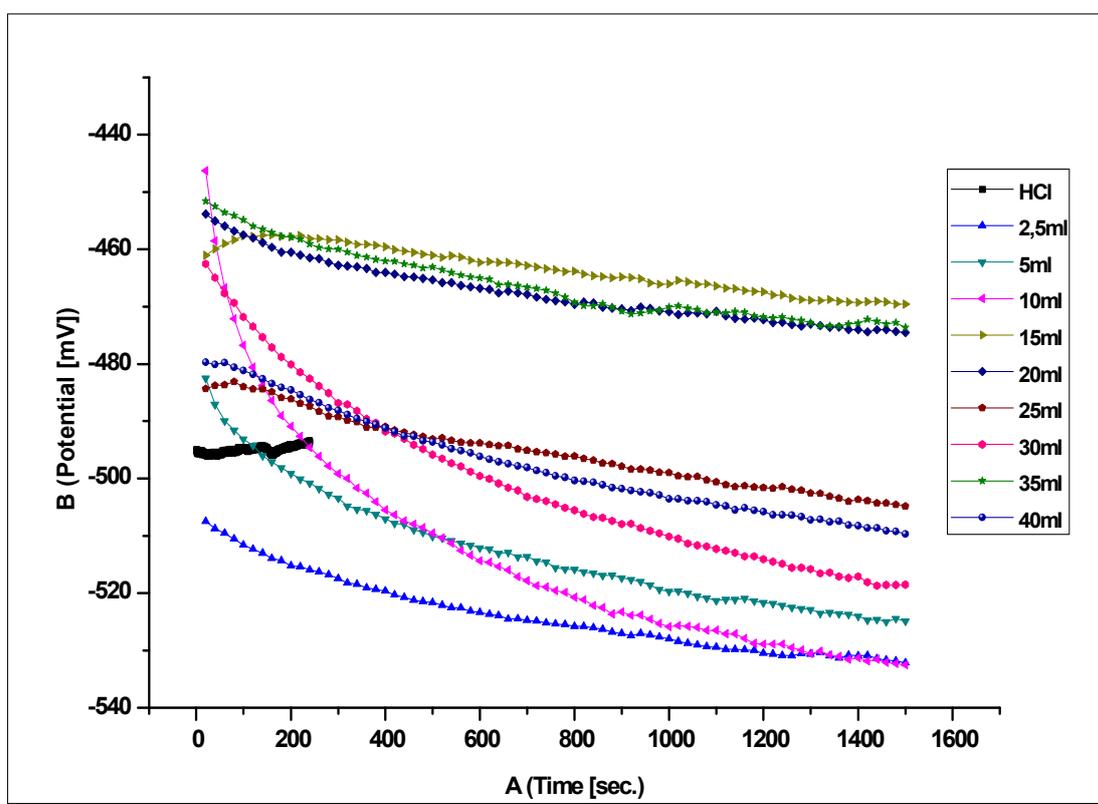
تمكننا هذه الطريقة من تحديد فعالية مثبط ما بقياس تيار التآكل في وجود وفي غياب المثبط وذلك عن طريق تغيير الجهد في الكترود العمل، وبعد قياس كثافة أو شدة التيار المار نتحصل على منحنيات الإستقطاب  $i = F(E)$  ومنه منحنيات تافل  $\log |i| = F(E)$

الخصائص الإلكتروكيميائية مثل: ثابت تافل الأنودي ( $\beta_a$ ) والكاتودي ( $\beta_c$ )، كثافة تيار التآكل ( $i_{corr}$ ) وكمون التآكل ( $E_{corr}$ ) تم استخراجها من منحنيات الإستقطاب وهي موضحة في الجدول (11)، بالإضافة الى قيم السرعة  $V_{corr}$  التي يقوم البرنامج بحسابها مباشرة حسب العلاقة (8-IV) ونسبة التثبيط % IE التي تم حسابها وفق المعادلات (11) و(12). من المنحنى الشكل (12) الدارة المفتوحة تم استنتاج كمون الدارة المفتوحة التالي:

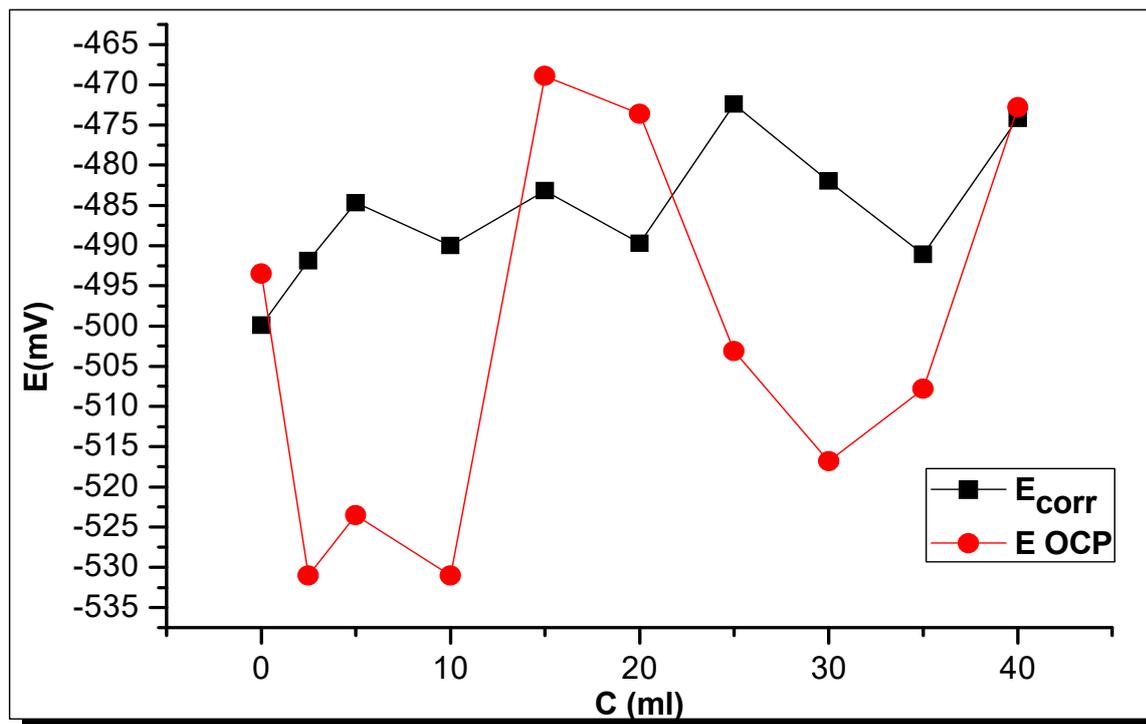
مجال كمون الدارة المفتوحة في الوسط الأكال ومختلف التراكيز [-530;-460]  $E_{OCP}$  &

الجدول (9-V) : نتائج الفعالية التثيبيطة لمنحنيات تافال للمستخلص النبتة

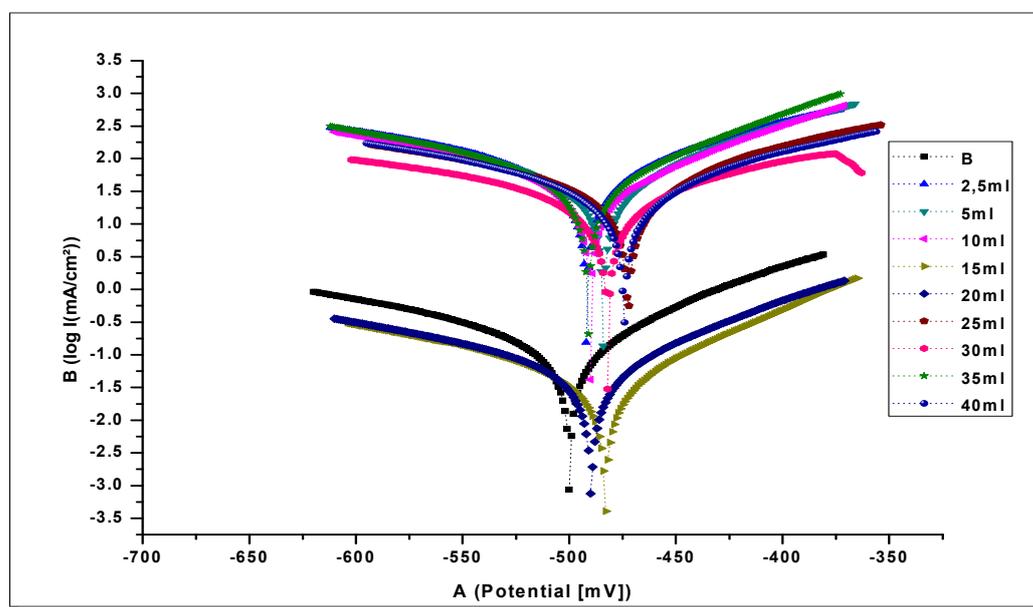
$V_{inh}$ (ml)	$R_p$ (ohm.cm <sup>2</sup> )	IE% ( $R_p$ )	$E_{corr}$ (mV)	$i_{corr}$ (mA/cm <sup>2</sup> )	IE% ( $i_{corr}$ )	$V_{corr}$ (mm/y)	R%	$\beta_a$ (mV)	$\beta_c$ (mV)
0	151,31		-488.1	0.2326		2.696		86,7	-152,9
2,5	449,06	66,16	-484.7	0,069	70,33	0,794	70,54	128,2	-184,4
5	514,69	70,48	-490	0,053	77,21	0,612	77,29	104	-172
10	551,23	72,43	-483.2	0,033	85,81	0,377	86,01	89,2	-115,8
15	489,79	68,98	-489.7	0,053	77,21	0,612	77,29	81,2	-157,7
20	358,86	57,66	-472.4	0,064	72,48	0,745	72,36	88	-160
25	748,29	79,69	-482	0,039	83,23	0,452	83,23	120,9	-192
30	1130	86,55	-491.1	0,028	87,96	0,321	88,09	158,8	-218
35	469,54	67,64	-474.2	0,038	83,66	0,44	83,67	82,7	-114,2
40	835,06	81,80	-473,6	0,039	83,23	0,445	83,49	142,7	-185,9



المنحنى 12-V : منحنيات الكمون الدارة مفتوحة



المنحنى 13-V : منحنى كمون الدارة المفتوحة وكمون التآكل بدلالة التركيز



المنحنى 14-V : منحنى تآكل للمستخلص الحمضي للنبتة

## ✓ مناقشة النتائج :

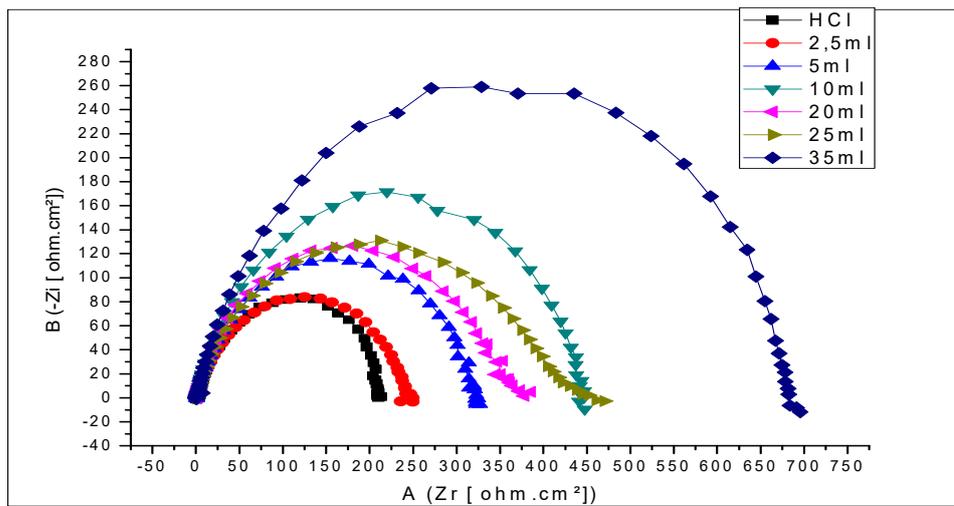
من خلال الجدول (9-V) نلاحظ أن قيم سرعة التآكل متذبذبة فكانت متناقصة مقارنة بسرعة التآكل في غياب المثبط التي بلغت  $2.696 \text{ mm/y}$ ، وكانت أدنى قيمة لسرعة التآكل  $0.321 \text{ mm/y}$  عند التركيز الحجمي  $30 \text{ ml}$  بنسبة تثبيط  $87.86\%$ ، وسجلت أكبر قيمة لسرعة تآكل  $0.794 \text{ mm/a}$  عند التركيز الحجمي  $2.5 \text{ ml}$  بأقل نسبة للتثبيط والتي بلغت  $70.33\%$  وكما نلاحظ تناقص في كثافة التيار  $i_{\text{corr}}$  التي بلغت أكبر قيمة لها  $0.069 \text{ mA/cm}^2$  عند التركيز الحجمي  $2.5 \text{ ml}$  وسجلت أدنى قيمة لها  $0.028 \text{ mA/cm}^2$  عند التركيز الحجمي  $30 \text{ ml}$ ، تناقص كثافة التيار يدل على تناقص الانتقال الإلكتروني بين المعدن و المحلول وهذا ما نفسره بان المثبط امتز على سطح المعدن وشكل طبقة على سطح الفولاذ الكربوني تمنع تآكل المعدن.

ويعود ذلك الى غنى المستخلص بالمركبات الفينولية و الفلافونويدية والتي ينسب اليها خاصية تثبيط التآكل وهذا موافق للعديد من النشريات التي قامت بدراسة مستخلصات النبات كمثبطات عضوية

من المنحنى في الشكل (13) نلاحظ ان قيم كمون التآكل  $E_{\text{corr}}$  اتت في الجهة الأنودية، أما بالنسبة لكمون الدارة المفتوحة  $E_{\text{ocp}}$  فبعض النقاط كانت في الجهة الكاثودية وبعضها في الجهة الأنودية بالإضافة الى أن  $\Delta E \leq 10 \text{ mv}$  وهذا ما يشير الى أن المثبط عبارة عن مثبط مختلط [19-18].

## 2.9.V مطيافية الممانعة :

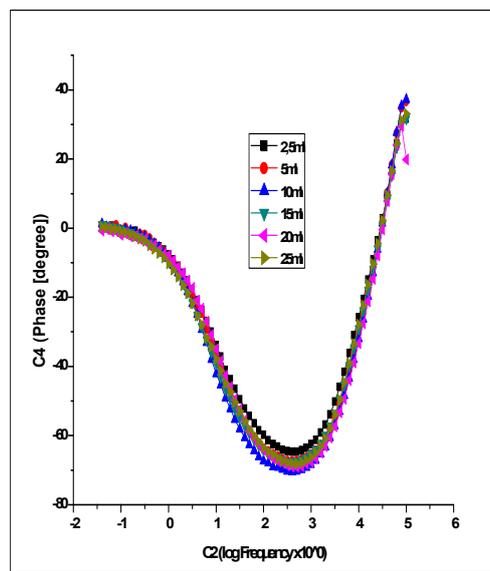
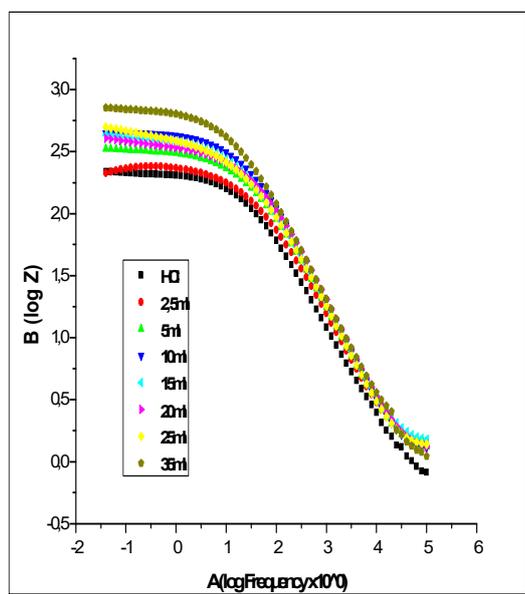
تعتمد هذه الطريقة على تقدير فعالية المثبط عن طريق قياس مقاومة الانتقال الشحني في وجود المثبط وفي حالة غيابه بالإضافة الى تعيين سعة الطبقة المضاعفة  $C_{\text{dl}}$  المتشكلة على سطح المعدن ومن ثم الحصول على المنحنيات Nyquist.



المنحنى V-15 : منحنى نيكويست لمختلف تراكيز المستخلص

الجدول (10-V): المقادير الإلكتروليتية لمطيافية الممانعة للمستخلص في وسط HCl (1M)

$C_{CTE}$ V(ml)	$R_s$ (ohm.cm <sup>2</sup> )	$R_{ct}$ (ohm.cm <sup>2</sup> )	$IE_{Rct}$ %	$C_{dl}$ ( $\mu$ F/cm <sup>2</sup> )	$IE_{Cdl}$ %	$f_{max}$ (Hz)*(10 <sup>-6</sup> )	Depletion Angle (°)
0	1.188	219.6	-	72.44	-	10,009	-8,07
2,5	0.978	244.0	10.00	65.21	09.98	10.007	-10.20
5	0.909	321.5	31.69	49.5	31.66	10.005	-9.05
10	1.075	445.6	50.71	44.99	37.89	7.942	-7.65
15	0.841	402.8	45.48	49.78	31.28	7.941	-9.57
20	0.5631	349.8	37.22	45.49	37.20	10.007	-8.94
25	0.259	406.1	45.92	61.92	41.52	6.039	-11.8
30	1.540	684.9	64.37	46.46	37.47	5.004	-7.49



المنحنى 16-V : منحنى Bode لمختلف تراكيز المستخلص

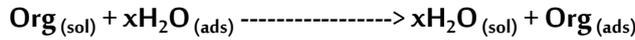
المقادير الإلكتروليتية لمطيافية الممانعة للمستخلص في وسط HCl (1M) تم

إستخراجها من تحليل منحنى Niquist أما نسبة التثبيط  $IE_{Rct}$ %,  $IE_{Cdl}$ % فقد تم حسابها من العلاقاتين 18-V و 19-V والنتائج

مدونة في الجداول 11-V.

## ✓ مناقشة النتائج:

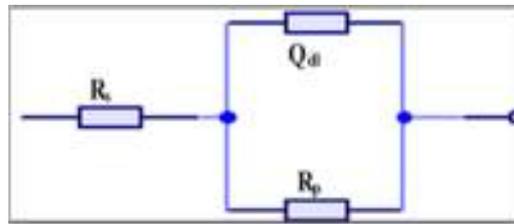
من خلال النتائج المدونة الجدول (10-V) والمنحنيات (15-V ، 16-V) للممانعة نلاحظ أن المنحنى عبارة عن نصف دوائر متزايدة القطر كلما زاد تركيز المثبط، بالنسبة للمستخلص الحمضي للنبتة نلاحظ أن مقاومة الانتقال متذبذبة حيث سجلت أكبر قيمة لها عند التركيز الحجمي 35 ml بقيمة قدرها  $R_{ct} = 684,9 \text{ ohm/cm}^2$  وبسعة طبقة مضاعفة قدرتها  $C_{dl} = 46,46 \mu\text{F/cm}^2$  وسجلت أعلى نسبة تثبيط وقدرها  $IE_{R_{ct}} = 64.37\%$ ، أما أدنى قيمة لمقاومة انتقال الشحني  $R_{ct} = 244 \text{ ohm/cm}^2$  = بسعة طبقة مضاعفة بلغت  $74.31 \mu\text{F/cm}^2$  ونسبة تثبيط منخفضة قدرها 10% عند تركيزا لحجمي (v/v) 2.5. أدت إضافة المثبط إلى نقصان في قيمة سعة الطبقة المضاعفة حيث كانت قبل إضافة المثبط ( $72.44 \mu\text{F/cm}^2$ ) لتصل إلى القيمة ( $44.99 \mu\text{F/cm}^2$ ) عند التركيز الحجمي 10 ml ويرجع هذا التناقص إلى تناقص ثابت العزل للطبقة المضاعفة وبالتالي زيادة سمكها [20] وهذا نتيجة لوقوع إستبدال لجزيئات الماء بجزيئات المثبط حسب المعادلة:



حيث X يمثل عدد جزيئات الماء المستبدلة بجزيء من المثبط

ومن منحنى الشكل V-15 نلاحظ إن فرق الطور متزايدة كلما زاد التركيز المثبط ويفسر هذا بزيادة امتزاز المثبط على سطح المعدن.

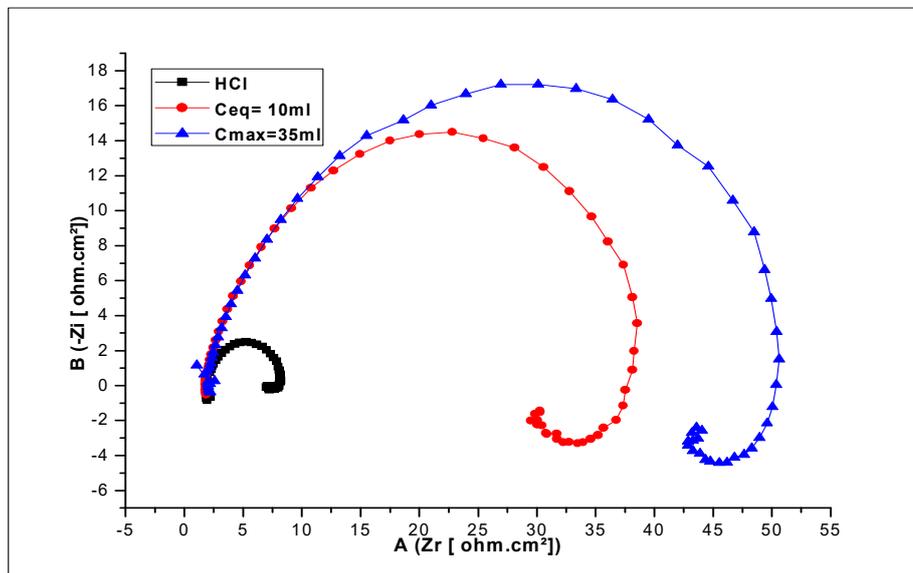
ومن خلال النتائج المتحصل عليها من الممانعة والمدونة في الجدول V-10 والأشكال V-15 و V-16 وباستخدام برامج خاصة تم استنتاج الدارة الكهربائية المكافئة للنظام معدن / الكتروليت والمكونة من عنصر ثابت الطور (Qd) CPE مربوط على التفرع مع مقاومة الانتقال الشحني  $R_{ct}$  والكل مربوط على التسلسل مع مقاومة المحلول  $R_s$ ، الدارة موضحة في الشكل V-17.



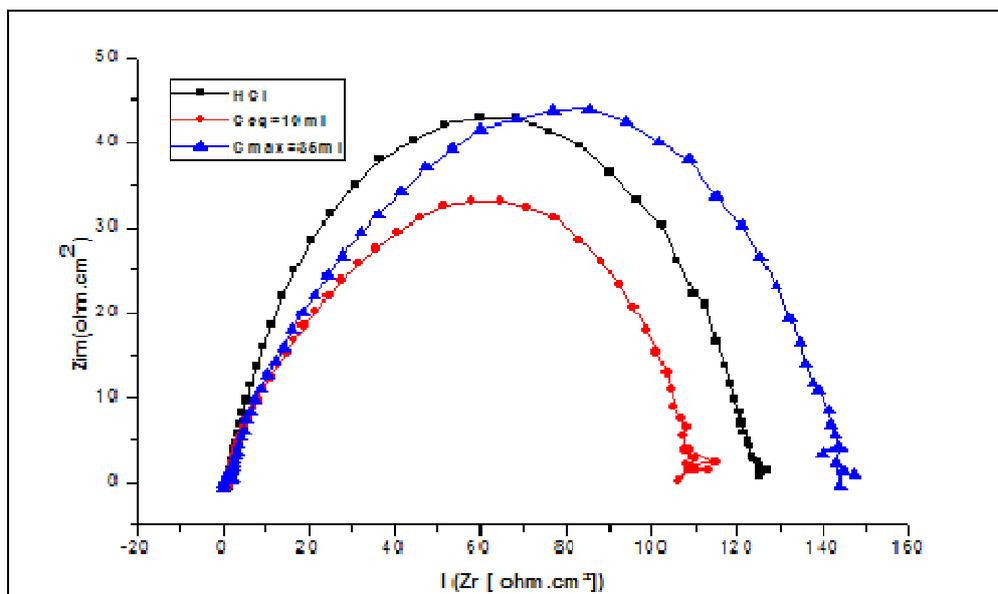
الشكل V-1: الدارة المكافئة المستخدمة لمطابقة طيف الممانعة

## 1.2.9.V دراسة تأثير الكومون على مطيافية الممانعة

من خلال دراسة الممانعة الإلكتروليتوكيميائية تم اختيار التركيزين 10 مل و 35 مل لدراسة تأثير الكومون على مطيافية الممانعة الإلكتروليتوكيميائية للمقارنة بينهما، النتائج ملخصة في الجدول 11-V والاشكال 18-V و 19-V.



المنحنى 17-V : منحنى نيكويست لتأثير الكومون (E-100)



المنحنى 18-V : منحنى نيكويست لتأثير الكومون (E+100)

الجدول (11-V) : المقادير الإلكتروليتية لتأثير الكُمون على الممانعة

Extract V(ml)	C% (v/v)	R <sub>s</sub> (ohm.cm <sup>2</sup> )	R <sub>ct</sub> (ohm.cm <sup>2</sup> )	IE <sub>Rct</sub> %	C <sub>dl</sub> (μF/cm <sup>2</sup> )	IE <sub>Cdl</sub> %	f <sub>max</sub> (Hz) *(10 <sup>-5</sup> )	Depletion angle (°)
E + 100								
HCl	0	1,11	123,9		40,57		3,168	-10,1
10	35	1,705	110,1	11,13	115,6	64,90	1,251	-13,8
35	10	1,895	144,1	16,30	110,4	63,25	1,0009	-13,7
E - 100								
HCl	0	2,036	5,629		70,68		4,0023	-0,771
10	10	3,232	31,33	82,03	50,78	628,1	1,0009	1,66
35	35	3,13	43,89	87,17	57,28	618,9	0,00063	-3,44

### ✓ مناقشة النتائج:

من خلال النتائج المدونة في الجدول (11-V) نلاحظ أن المنحنى عبارة عن دوائر تزداد مع زيادة التركيز، ففي حالة الكُمون E+100 وقيمة مقاومة الإنتقال في الشاهد اقل مقارنة بوجود المثبط حيث سجلت أكبر قيمة  $43.89(\text{ohm}/\text{cm}^2)$  بكفاءة تثبيط قدرها % 87.17 عند التركيز الحجمي 35ml أفضل من التركيز الحجمي 10ml حيث قيمتها  $31.33 \text{ ohm}/\text{cm}^2$  بكفاءة تثبيط % 82.033، وعند إضافة المثبط تناقصت سعة الطبقة المضاعفة عند التركيز 10ml قيمتها  $50.78 \text{ F}/\text{cm}^2$  وكفاءتها الأكبر % 28.155 عند التركيز الحجمي 35ml قيمتها  $57.28 \text{ ohm}/\text{cm}^2$  وكفاءتها أقل % 18.959 يفسر هذا التناقص بأن المثبط إمتز على سطح المعدن والزيادة بنقص الطبقة الحامية للمعدن.

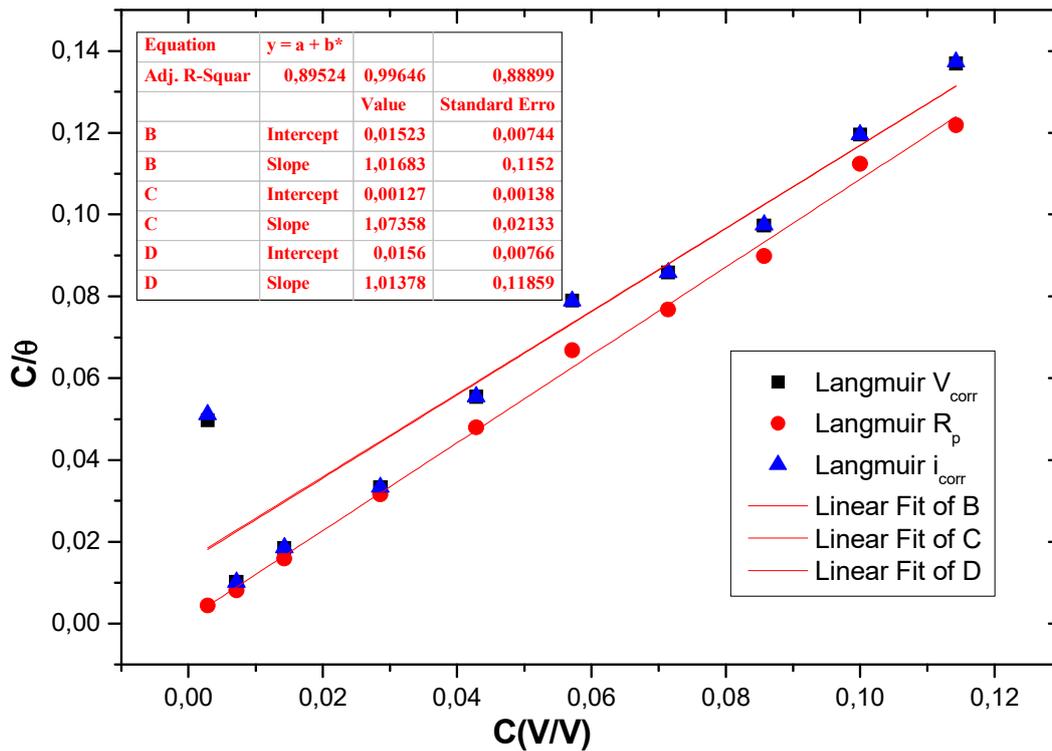
بالنسبة لقيم الكومون E+100 كان المنحنى عبارة عن أنصاف دوائر متناقصة كلما زاد التركيز ونلاحظ قيم سعة الطبقة المضاعفة متزايدة مقارنة في غياب المثبط فالمستخلص الحمضي للنبتة في هذه الحالة دوره ليس مثبطاً وإنما محفزاً. تأثير الكُمون (E-100) على الممانعة الإلكتروليتية المستخلص الحمضي للنبتة على المعدن الكربوني عبارة عن مثبط، أما تأثير الكُمون (E+100) عبارة عن محفز.

### 3.9.V دراسة ايزوتارم الامتزاز لمنحنيات الاستقطاب والممانعة:

قمنا بدراسة امتزاز مستخلصات نبتة *C.fusctum Desf* على الفولاذ الكربوني XC-70 في وسط حامضي (1M) (HCl) باستخدام ثلاث نماذج للامتزاز: Frumkin, Timkin, Langmuir.

في دراسة ايزوتارم الامتزاز الخاص بمنحنيات الاستقطاب نستخدم التغطية السطحية  $\theta$  المحسوبة من كثافة التيار  $i_{corr}$  أما بالنسبة لقيم التغطية السطحية المحسوبة من المقاومة الاستقطابية  $R_p$  ، فهذه الاخيرة تعتبر طاقة حرارية ضائعة وبالتالي فقيم التغطية السطحية المحسوبة من كثافة التيار تعتبر الاكثردلالة .

نتائج ايزوتارم الخاص بمنحنيات الاستقطاب لتفال موضحة في الشكل 20-V اما بالنسبة لقيم الارتباط الخطي فمدونة في الجدول 12- V و 13- V .



المنحنى 19-V : منحنى ايزوتارم لانغمير الخاص بمنحنيات الاستقطاب

الجدول 12-V : المعادلات وقيم الميل الخاصة بالايوتارم لمنحنيات الاستقطاب

نوع الايزوتارم	معادلة المنحنى	R <sup>2</sup>	a , g	
Langmuir	$i_{corr}$	$(C/\theta)=1.013C+0.0156$	0.888	1.013
	$R_p$	$(C/\theta)=1.073C+0.00127$	0.996	1.073
	$V_{corr}$	$(C/\theta)=1.016C+0.01$	0.895	1.01
Timkin	$i_{corr}$	$\text{Log}(\theta/C)=-0.301\theta +1.321$	0.26	0.301
	$R_p$	$\text{Log}(\theta/C)=-4.753\theta +5.393$	0.86	4.753
	$V_{corr}$	$\text{Log}(\theta/C)=-0.317\theta +1.335$	0.29	0.317
Frumkin	$i_{corr}$	$\text{Log}(\theta / (1-\theta) *C)= 0.626\theta+1.282$	0.78	0.626
	$R_p$	$\text{Log}(\theta / (1-\theta) *C)= -2.465\theta +4.339$	0.49	-2.465
	$V_{corr}$	$\text{Log}(\theta / (1-\theta) *C)= 0.661\theta+1.294$	0.77	0.661

الجدول V-13: المعادلات وقيم الميل الخاصة بالايزوتارم للممانعة

الايزوتارم	معادلة المنحنى	R <sup>2</sup>	a , g	
Langmuire	R <sub>ct</sub>	$(C/\Theta)=2.09C+4.560$	0.84	2.09
	C <sub>dl</sub>	$(C/\Theta)= 2.798 C + 0.0113$	0.77	2.978
Temkin	R <sub>ct</sub>	$\text{Log} (\Theta/C)=-1.825\Theta +1.811$	0.76	-1.825
	C <sub>dl</sub>	$\text{Log} (\Theta/C)= -0.482 \Theta +1.119$	-0.22	-0.482
Frumkin	R <sub>ct</sub>	$\text{Log} (\Theta / (1-\Theta)*C)= -1.729 \Theta +1.966$	0.67	-1.729
	C <sub>dl</sub>	$\text{Log} (\Theta / (1-\Theta) *C)=0.128 \Theta +1.095$	-0.24	0.128

✓ مناقشة النتائج :

من خلال نتائج المدونة في الجدول رقم V-12 و الشكل V-20 نلاحظ ان امتزاز مستخلص نبتة CFE على الفولاذ الكربوني CX-70 في وسط حامضي (HCl 1M) يتبع نموذج Langmuir وهذا بالنظر الى قيم الارتباط الخطي R<sup>2</sup> الذي كان مقارب للواحد 0,99 لجميع المستخلصات ، وهذا يعني تشكل طبقة وحيدة على سطح المعدن وهو موافق لغالبية الدراسات السابقة حول مستخلصات النبات المستخدمة كمثبطات للتاكل ، بالاضافة الى ان قيم a , g كانت موجبة وهذا يدل على وجود تجاذب بين جزيئات المستخلص و سطح المعدن .

اما بالنسبة للنوعين الاخرين من الامتزاز . فقد جاءت قيم R<sup>2</sup> بقيم اقل من 0,9 مما يعني عدم انطباق هذه النماذج على امتزاز مستخلصات نبتة *C.Fusctum desf* .

اما بالنسبة للامتزاز الخاص بالممانعة فنلاحظ ان قيم الارتباط الخطي الخاص بايزوتارم لانغمير هي الاعلى مقارنة بالنماذج الاخرى وبالتالي يمكننا القول ايضا ان الامتزاز يتبع نموذج لانغمير .

المراجعالمراجع باللغة الاجنبية :

- [1] Mansouri, K., et al., A Comparative Electrochemical Study on Corrosion Inhibition of Iron by Synthesized Tetraphenylphosphonium Iodide in Acid Media. *Oriental Journal of Chemistry*, 2016. 32(4): p. 2015.
- [2] Rahim, o., et al., évaluation de l'efficacite inhibitrice de trois derives ferroceniques vis-a-vis de la corrosion de l'acier xc70 par la spectroscopie d'impedance electrochimique. *rev. sci. fond. app*, 2011. 3.
- [3] Abdallah, M., et al., Some natural aqueous extracts of plants as green inhibitor for carbon steel corrosion in 0.5 M sulfuric acid. *Green Chemistry Letters and Reviews*, 2018. 11(3): p. 189-196.
- [4] Afia, L., et al., Argan hulls extract : green inhibitor of mild steel corrosion in 1 M HCl solution. *Research on Chemical Intermediates*, 2012. 38 :(8)p. 1707-1717.
- [5] Mo, S., H.-Q. Luo, and N.-B. Li, Plant extracts as “green” corrosion inhibitors for steel in sulphuric acid. *Chemical Papers*, 2016. 70(9): p. 1131-1143.
- [6] Garai, S., et al., A comprehensive study on crude methanolic extract of *Artemisia pallens* (Asteraceae) and its active component as effective corrosion inhibitors of mild steel in acid solution. *Corrosion Science*, 2012. 60 : p. 193-204.
- [7] Allaoui, M., O. Rahim, and L. Sekhri, Electrochemical Study on Corrosion Inhibition of Iron in Acidic Medium by *Moringa Oleifera* Extract. *Oriental Journal of Chemistry*, 2017. 33(2) : p. 637-646.
- [8] Qiang, Y., et al., Evaluation of Ginkgo leaf extract as an eco-friendly corrosion inhibitor of X70 steel in HCl solution. *Corrosion Science*, 2018. 133 : p.16-6 .
- [9] Zhang, H., et al., Corrosion Inhibition of Carbon Steel in Hydrochloric Acid by *Chrysanthemum Indicum* Extract. *Int. J. Electrochem. Sci*, 2020. 15: p. 5487-5499.
- [10] Singh, A.K. and M. Quraishi, Effect of Cefazolin on the corrosion of mild steel in HCl solution. *Corrosion Science*, 2010. 52(1) : p. 152-160.
- [11] Hameed, R.A. and M. Abdallah, Corrosion inhibition of carbon steel in 1 M hydrochloric acid using some Pyrazolo [3, 4-d] pyrimidinone derivatives. *Protection of Metals and Physical Chemistry of Surfaces*, 2018. 54(1) : p. 113-121.

[12] Wong. Lana L, Sue. Martin I, Rebac Raul B, Methods to calculate corrosion rate for ALLOY 22 from polarization resistance experiments ASME Pressure Vessels and Piping Conference, 2006. 47586 : p. 571-580 .

[13] Ibtissem Bellaouera, et al., Kinetic and Electrochemical Corrosion Inspection of Carbon Steel X70 in 1M HCl Solution by Senecio hoggariensis Extract as an Eco-Friendly Inhibitor. International Journal of Chemical and Biochemical Sciences, 2020. 17 : p. 39-51.

[14] Benahmed, M., et al., Steel corrosion inhibition by Bupleurum lancifolium (Apiaceae) extract in acid solution. Transactions of the Indian Institute of Metals, 2015. 68(3) : p. 393-401.

[15] Lebrini, M., F. Robert, and C. Roos, Adsorption properties and inhibition of C38 steel corrosion in hydrochloric solution by some indole derivates: temperature effect, activation energies, and thermodynamics of adsorption. International Journal of corrosion, 2013.

[16] Singh, A., V. Singh, and M. Quraishi, Aqueous extract of Kalmegh (*Andrographis paniculata*) leaves as green inhibitor for mild steel in hydrochloric acid solution. International Journal of corrosion, 2010.

[17] M.H. Hussin, M.J. Kassim. The corrosion inhibition and adsorption behavior of *Uncaria gambir* extract on mild steel in 1M HCl. Materials Chemistry and Physics, 2011. 125(3). P. 461–468.

[18] R. Oumelkheir, A. Messaouda, Z. Manel, B. Ibtissem, G. Soury, B. Samira Inhibition and adsorption of flowers extract of *Rumex vesicarius* on the corrosion of carbon steel in 1N HCl solution. Fersenius Environmental Bulletin 30. 11 A (2021). p. 12157-12168.

[19] Shahi, G., et al., Thermodynamic and electrochemical investigation of (9-[(R) 2 [[bis [[(isopropoxycarbonyl) oxy] methoxy] phosphinyl] methoxy] propyl] adenine fumarate) as green corrosion inhibitor for mild steel in 1M HCl. International Journal of Electrochemical Science, 2015. 10: p. 1102-1116.

[20] Serrar, H., et al., Experimental and Theoretical Studies of the Corrosion Inhibition of 4-amino-2-(4-chlorophenyl)-8-(2, 3-dimethoxyphenyl)-6-oxo-2, 6-dihydropyrimido [2, 1-b][1, 3] thiazine-3, 7-dicarbonitrile on Carbon Steel in a 1.0 M HCl Solution. Portugaliae Electrochimica Acta, 2018. 36(1): p. 35-52.

# الخلاصة العامة

## الخلاصة العامة

على مر العصور استخدمت الإنسانية النباتات الطبية كمصدر للدواء، وبرغم التطور الهائل في مجالات الطب والصيدلة إلا أن النبات الطبي لا يزال يعتبر أحد المصادر المهمة للعقاقير الطبية وخصوصاً بعد التعرف على الآثار الجانبية للأدوية المصنعة، أما في مجال الغذاء فقد ارتبط استخدام مضادات الأكسدة الصناعية بظهور العديد من الأمراض الخطيرة لذلك تم العودة إلى النبات لأجل البحث عن مضادات الأكسدة الطبيعية مثل مركبات الفينول التي أثبتت الدراسات فعاليتها كمضادات للأكسدة .

ولتأمين بعض النباتات الطبية التي تزرعها بلادنا وموروثنا من الطب الشعبي، انصب موضوع الدراسة حول النبات الطبي الأقحوان *Chrysanthemum Fuscatum Desf* من منطقة بئر العاتر ولاية تبسة، المعروف في الأوساط الشعبية باسم " الوزوازة " والمستخدم في الطب التقليدي لعلاج الحمى وبعض أمراض الدم، وكان الهدف من الدراسة هو تقدير فعالية المستخلصات العضوية كمضادات الأكسدة وتطبيق المستخلص المائي الحمضي للنبتة في دراسة تآكل الفولاذ الكربوني -XC- 70 بالإضافة إلى تقدير الفعالية المضادة للبكتيريا لمستخلصي البوتانول ضد خمسة أنواع من البكتيريا الممرضة.

أولاً :

تم إجراء مسح فيتوكيميائي للنبتة بغية التعرف على مركبات الأيض الثانوي المتواجدة بالنبتة، حيث تبين تواجد أغلبية مركبات الأيض الثانوي سيما مركبات الفينول والفلافونويدات بالإضافة إلى إجراء تحليل كيميائي باستخدام الكروماتوغرافيا CP, CCM حيث أظهر إمكانية إجراء فصل لبعض المركبات سيما في مستخلص أسيتات الإيثيل.

ثانياً :

تم إجراء عملية استخلاص باستخدام نظامين إيثانول/ماء و أسيتون/ماء (20/80) ثم اتبعناه باستخلاص سائل-سائل بمذيبات متفاوتة القطبية حيث كان مردود الإستخلاص للنظام الأسيتوني أكبر من النظام الإيثانولي. تم بعده تقدير كمية الفينولات والفلافونويدات في مستخلصات النظامين، فبالنسبة لكمية الفينولات فقد كانت أكبر في النظام الأسيتوني وبالضبط في مستخلص الأسيتات، أما كمية الفلافونويدات فقد كانت أكبر في النظام الإيثانولي وبلغت أقصى كمية لها في مستخلص الأسيتات كذلك.

ثالثا :

تمت دراسة الفعالية المضادة للأكسدة لجميع المستخلصات باستخدام ثلاث طرق، الطرق الكيميائية وتمثلت في إختبار إرجاع موليبيدات الفوسفات (PPM) وإرجاع الحديد الثلاثي FRAP وإختبار تثبيط الجذر الحر DPPH والطريقة الإلكتروليتية تمثلت في إختبار إرجاع الجذر الانبوني  $O_2^-$  باستخدام الفولطامري الحلقي.

اظهرت جميع المستخلصات فعالية مضادة للأكسدة معتبرة ، بالنسبة لإختبار إرجاع الموليبيدات كان أحسن مستخلص من حيث الفاعلية هو مستخلص البيتانول للنظام (ايثانول/ماء) نفس المستخلص كان الأكثر فاعلية في إختبار إرجاع الحديد اما بالنسبة لإختبار تثبيط الجذر الحر DPPH فقد كان المستخلص الأكثر فاعلية هو مستخلص الأسيتات في النظام الإيثانولي اما إختبار إرجاع الجذر الانبوني  $O_2^-$  فقد كان مستخلص الايثر البترولي للنظام الاسيتوني هو الأكثر فاعلية.

رابعا :

تمت دراسة فعالية المستخلص الحمضي للنبته في (HCl 1M) في تثبيط تآكل الفولاذ الكربوني XC70 بطريقتين : الوزنية والمتمثلة في طريقة انخفاض الكتلة Wight lose والإلكتروليتية والمتمثلة في منحنيات الإستقطاب (تافال) والممانعة بالاضافة الى دراسة الإمتزاز على سطح المعدن وفق ثلاث نماذج Langmuir, Tumkin and Frumkin . بالنسبة للطريقة الوزنية، فقد وجد ان نسبة تثبيط تصل الى النسبة 93% عند التركيز الحجمي (V/V) 35 فيما حقق التركيزين 2,5 (V/V) و 10 (V/V) أحسن نسبة كتركيزين اقتصاديين بنسبة تثبيط قدرت ب : 57% و 75% على التوالي، بيما اظهرت الدراسة الحركية لتفاعل المثبط مع سطح المعدن على انه يتبع ايزوترام لانغموير واظهرت الدراسة الحركية و الحرارية على ان الإمتزاز الحادث امتزاز فيزيائي.

بالنسبة لمنحنيات الإستقطاب والممانعة، فقد اظهر مستخلص نبتة الأقحوان قدرة على تثبيط التآكل تصل الى 87% عند التركيز (V/V) 30 كما اظهر التركيز 25(V/V) أعلى نسبة تثبيط في دراسة الممانعة بنسبة قدرها 41%.

نأمل مستقبلا في فصل المركبات الفعالة من مستخلص الاسيتات للنظام ايثانول/ماء الذي أظهر فعالية مضادة للكثيرا و فعالية مضادة للاكسدة جد معتبرة كما وقد أظهر قابلية للفصل ، كما نأمل في دراسة الفعالية المضادة للبكتيريا لبقية المستخلصات .

الملحق

الجدول II-1 المواد المستعملة في الدراسة الفيتوكيميائية وتقدير المركبات الفعالة في النبتة

النقاوة	الشركة	المادة
35%-38%	Biochem Chemopharma	حمض الهيدروكلوريك (HCl, d=1.11)
99%-99.4%	Biochem Chemopharma	الكلوروفورم (CHCl <sub>3</sub> )
32%	VWR PROLABO Chemicals	الامونياك (NH <sub>3</sub> )
96%	VWR PROLABO Chemicals	إيثانول (C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> -OH)
95%-97%	Fluka	حمض الكبريت (H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , d=1.83)
99%	Biochem Chemopharma	كلوريد الحديد الثلاثي (FeCl <sub>3</sub> )
99%	sigma-aldrich	حمض الخل (C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> O <sub>2</sub> )
99%-100%	Riedel de Haem	حمض الخل المجمد (C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> O <sub>2</sub> )
99%	Riedel de Haem	المغنيزيوم (Mg)
99%	Fluka	كلوريد الزئبق (HgCl <sub>2</sub> )
99%	Biochem Chemopharma	يوديد البوتاسيوم (KI)
98%	Riedel de Haem	كحول الأميل (C <sub>5</sub> H <sub>12</sub> O)
99.5%	Schrlau Basic	الأسيتون (C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> O)
(60-40)C	VWR PROLABO Chemicals	ايثر البترول
99.9%	Carlo Erba	أستات الايثيل
99.9%	VWR PROLABO Chemicals	ن-بوتانول
70%	Biochem Chemopharma	MgSO <sub>4</sub> لا مائي
99%	Biochem Chemopharma	حمض الغاليك Gallic Acid (C <sub>6</sub> H <sub>2</sub> (OH) <sub>3</sub> COOH, H <sub>2</sub> O)
/	VWR PROLABO Chemicals	كاشف الفولين Folin Ciocalteu reagent
99.8%	VWR PROLABO Chemicals	كربونات الصوديوم Sodium carbonate Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>
99%	Sigma Aldrich	كيرسيتين C <sub>15</sub> H <sub>10</sub> O <sub>7</sub> Quercetin
97%-98%	merck	كلوريد الألمنيوم Aluminium chloride (AlCl <sub>3</sub> ,6H <sub>2</sub> O)
99.5%	Biochem Chemopharma	ثنائي كلوروايثان (CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub> )
99%	sigma-aldrich	ميثانول (CH <sub>3</sub> OH) methanol
99.5%	Biochem Chemopharma	ثنائي كلوروميثان (CH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub> )
99%	Biochem Chemopharma	طولين (C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> CH <sub>3</sub> )

الجدول II-2 : قائمة بالاجهزة المستخدمة في تقدير المركبات الفعالة في النبتة

الشركة المصنعة	الأجهزة
Heidolph Laborota 4002 control	جهاز التبخير بالدوران
SPECTRO SCAN 80D/80D	جهاز مطيافية الاشعة فوق البنفسجية UV/Visible

الجدول (1-III): المحاليل والمواد المستخدمة في دراسة الفعالية المضادة للاكسدة

النقاوة	الشركة المنتجة	المحاليل و الكواشف الكيميائية
99%	Sigma Aldrich	ثنائي فينيل-2-بيكريل-هيدرازيل 2, 2-diphenyl-1-picrylhydrazyl (DPPH) (C <sub>18</sub> H <sub>12</sub> N <sub>5</sub> O <sub>6</sub> )
-	VWR PROLABO Chemicals	حمض الأسكوربيك (C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> O <sub>6</sub> ) Ascorbic Acid
99%	MERCK	كلوريد الحديدك ferric chloride (FeCl <sub>3</sub> )
99%	Carlo erba reagents	فوسفات ثنائي صوديوم (Na <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub> ) phosphate Disodium
99%	Fluka	فوسفات أحادي صوديوم (NaH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> ) phosphate Monosodium
99%	Biochem Chemopharma	حمض ثلاثي كلورو أسيتك (C <sub>2</sub> HCl <sub>3</sub> O <sub>2</sub> ) Trichloroacetic acid (TCA)
99.5%	Biochem Chemopharma	بوتاسيوم فوريسيانيد Potassium Ferricyanide (K <sub>3</sub> Fe(CN) <sub>6</sub> )
98%	Biochem Chemopharma	موليبدات الأمونيوم (H <sub>24</sub> Mo <sub>7</sub> N <sub>6</sub> O <sub>24</sub> .4H <sub>2</sub> O) molybdate Ammonium
95%-97%	Fluka	حمض الكبريتك (H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ) Sulfuric acid

المنشورات والمؤتمرات العلمية :

المنشورات العلمية :

المنشورات العالمية :

1. **Kadri Mohammed Lazhar** , Rahim Oumelkheir, Zatout Rabab , Bouguerra Amina , Lounas Ali , Houmdi Saadia1 and Sid Ouarda , Phytochemical screening and identification of polyphenols, evaluation of the antioxidant and antibacterial activity of n-butanol extract of *Chrysanthemum fuscatum* Desf. IJCBS .19(2021):p12-18.
2. Proceedings of the 2<sup>nd</sup> International Symposium, ISBN 978-9931-9091-1-7 (2021).

المؤتمرات العالمية :

Rahim Oumelkheir, **Kadri Mohammed Lazhar**, 2<sup>nd</sup> International Symposium on Materials Chemistry. phytochemical screening and identification of polyphenols, evaluation of the antioxidant and antibacterial activity of n-butanol extract of *Chrysanthemum Fuscatum* Desf. Boumerdes (Algeria) on May 16 to 20, 2021.



## Phytochemical screening and identification of polyphenols, evaluation of the antioxidant and antibacterial activity of n-butanol extract of *Chrysanthemum fuscatum* Desf.

Kadri Mohammed Lazhar<sup>1</sup>, Rahim Oumelkheir<sup>1\*</sup>, Zatout Rabab<sup>2</sup>, Bouguerra Amina<sup>1</sup>, Lounas Ali<sup>1</sup>, Houndi Saadia<sup>1</sup> and Sid Ouarda<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Department of Chemistry, Faculty of mathematics and Matter sciences, Pollution & Waste Treatment Laboratory, Kasdi Merbah University, 30.000 Ouargla, Algeria and <sup>2</sup>Department of pharmacy, Faculty of medicine, Benyoucef Benkhedda Algeirs University, Algeria

### Abstract

Two phases (R<sub>2</sub> solid and R<sub>3</sub> liquid) of butanol extracts from the plant *Chrysanthemum fuscatum* Desf (But-CFE) were obtained by maceration followed by liquid/liquid extraction by solvent polarity with a yield (3.47% and 4.22%). These fractions were also used to study their phytochemical screening and identification of polyphenols by planar chromatography (TLC and PC) and assay (The total content of polyphenols and flavonoids was estimated; fractions R<sub>2</sub> and R<sub>3</sub> contain (39.57 and 47.40) and (5.52 and 23.3) mg/g of polyphenols and flavonoids respectively). Evaluating antioxidant activity using four methods (DPPH scavenging, phospho-molybdate assay, iron reduction (FRAP) and electrochemical superoxide scavenging), the results of the study showed a clear activity in the inhibition of free radicals and it was found that there is a relationship between the proportion of flavonoids and polyphenols in the extracts and this inhibition. The application of the antibacterial activity against three species of Gram-positive and negative bacteria also showed the effect of But-CTE (R<sub>2</sub> and R<sub>3</sub>) on certain bacteria such as : *Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus* and *Pseudomonas aeruginosa*; the diameter of the inhibition zone varies from 8 to 17 mm

**Keywords :** *Chrysanthemum fuscatum* Desf, n-butanol extract; polyphenol; antioxidant; antibacterial

Full length article \*Corresponding Author, e-mail: [romelkheir1@gmail.com](mailto:romelkheir1@gmail.com)

### 1. Introduction

Cells naturally produce free radicals as part of their metabolic pathways through enzymatic and other non-enzymatic mechanisms whose activity alters the presence of antioxidants, but the imbalance between antioxidants and free radicals leads to the development of so-called oxidative stress (OSD), which is defined as the body's inability to defend itself against attack by active species [1-2]. Free radicals are defined as atomic or molecular chemical types that possess at the lower level an individual electron on the outside, which makes them very active and seek to capture an electron from neighboring molecules, leading to the occurrence of many diseases, including: mutations and cell death, autoimmune diseases, cancer diseases [3-4]. Antioxidants are defined as any compound that has the ability to retard, inhibit or destroy free radicals [5]. These substances are divided into two parts according to their sources. In industrial sector, it is widely used in food industries as preservatives such as BHA and BHT. As for the natural ones, they are found only inside the body mainly

of an enzymatic nature found in the human body such as: deoxonase peroxide (SOD), catalase enzyme (CAT) and glutathione peroxidase (GPx), it is also found in plants such as antioxidant vitamins C, E, A in addition to some phenolic compounds and their derivatives [6-7].

Distributed in many tropical and subtropical countries, *Chrysanthemum fuscatum* Desf is known for its high nutritional value, for its medical uses and for treatment in folk medicine such as diabetes and blood diseases [8-9]. Different parts of this plant contain a large amount of minerals and are considered a suitable source of protein, vitamins and beta-carotene, amino acids and various phenolic compounds. In this research, our objective was to estimate the two-phase free radical inhibitory potential of the n-butanol extract from the plant *Chrysanthemum fuscatum* by applying four methods, namely phospho-molybdate, FRAP, DPPH and electrochemical tests, as well as to estimate the antibacterial efficacy of this extract by applying it to certain types of Gram-positive and negative bacteria.