مجلة كلية التربية للعلوم الصرفة - جامعة ذي قار
المجلد ٨، العدد ٢، حزيران ٢٠١٨
Website: jceps.utq.edu.iq Email: jceps@eps.utq.edu.iq

تحضير وتشخيص ودراسة الفعالية البايلوجية لقاعدة شف المشتقة من 4-استميدوبنزلدهايد ومعقداتها مع بعض ايونات العناصر الانتقالية

حيدر عباس مهدي , مريم علوان عبد الرضا
mariam alasady2@Gmail.com ، hiderabbas@Gmail.com
كلية العلوم/جامعة ذي قار

الخلاصة :

تضمن البحث تحضير وتشخيص ليكاند N-(4-acetamidobenzalidene)-N-(3-methoxy salicylidene)1,8-diaminonaphthaline ومعقداته مع ايونات العناصرالانتقالية,استخدمت تقنية التحليل الدقيق للعناصر(C.H.N) لتشخيص الليكاند,كما شخص الليكاند ومعقداته باستخدام طيف الاشعة المرئية وفوق البنفسجية (UV-Vis) وطيف الاشعة تحت الحمراء (IR) وطيف الرنين النووي المغناطيسي (^{1}HNMR) وطيف الكتلة والتوصيل المولاري وقياس درجات الانصهار.تم اقتراح الشكل الفراغي وهو شكل ثماني السطوح لكل المعقدات المحضرة حيث ترتبط فيها العناصر مع الليكاند من خلال ذرات النتروجين والاوكسجين وان نسبة الارتباط بين الفلز والليكاند هي(1:1).تم اختبار الفعالية البايلوجيةلليكاندات المحضرة ومعقداتها باستخدام طريقة الانتشار وذلك بقياس قطر منطقة التثبيط وباستخدام مذيب الداي مثيل سلفوكسايدDMSO واستخدام ال Ciprofloxacin كمادة قياسية واعطت اختبارات الفعالية نتائج ايجابية حيث لوحظ ظهور تثبيط كبير ضد بكتريا E-Coli بينما اظهرت الفعالية البايلوجية للمركبات المحضرة فعالية اقل تجاه بكتريا Staphylococcus مقارنة ببكتريا E-Coli.

الكلمات المفتاحية :قواعد شف,معقدات العناصر الانتقالية,4-استميدوبنزلدهايد,الفعالية البايلوجية

Journal of College of Education for Pure Sciences
Volume 8, Number 2, June 2018
Website: jceps.utq.edu.iq Email: jceps@eps.utq.edu.iq

تحضير وتشخيص ودراسة الفعالية البايلوجية لقاعدة شف المشتقة من 4-استميدوبنزلدهايد ومعقداتها مع بعض ايونات العناصر الانتقالية

حيدر عباس مهدي , مريم علوان عبد الرضا
mariam alasady2@Gmail.com ، hiderabbas@Gmail.com
كلية العلوم/جامعة ذي قار

Abstract

In this study,theSchiff base N-(4-acetamidobenzalidene)-N-(3-methoxy salicylidene)1,8-diaminonaphthaline was prepared as ligand with some transition metal ions such as (Co^{+2},Ni^{+2},Cr^{+3} and Fe^{+3}) to prepare some complexes.The elemental analysis (C.H,N) used as characterized the prepare ligand.The ligand and its complexes were characterized by Uv-visible , Infrared (IR),Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy (^{1}H-NMR) , Mass Spectra.The biological activity was also studed by growth inhibition against two types of bacteria such as Ecoli and Staphylococcus used DMSO as a solvent and Cipro As a standerd.We notice that the biological activity against E-Coli showed a positity results .and showed the biological activity less against Staphylococcus compared with E-Coli bacteria.

المقدمة :

قواعد شف هي المركبات التي تحتوي على مجموعة الازوميثين(-CH=N-) وهي نواتج تكثيف الامينات الاولية مع مركبات الكاربونيل(الالدهايداتوالكيتونات), الصيغة العامة لها هي (RHC=NR1) حيث R و R1 هي الكيل أو اريل أوالكيل حلقي أو مجاميع حلقية غير متجانسة.عرفت منذ عام 1964 على يد العالم هوكو شف (Hugo Schiff) وتعرف كذلك بالازوميثين(Azomethine)[1,2] كما يطلق عليها تسميات أخرى مثل الانيلات(Anils), ايمينات(Imines) وتسمى بالكيتيمينات(Ketimines) عندما تشتق من الامين الاولي والكيتون , والالديمينات(Aldimines)عندما تشتق من الالديهايد[3].

حضر العالم Abu-khadra,A. وجماعته قاعدة شف (E) –N- (4-(2-hydroxybenzlidene amino) phenylsulfonyl وتم مفاعلتها مع املاح كل من Cr(II)وFe(III)وNi(II) وPh(II)وAgوCd(II) وCo(II) لتحضير معقدات ,واقترحت القياسات ان الشكل الهندسي لاغلب المعقدات هو ثماني السطوح[4].كما حضر العالم Gharamaleki,G. وجماعته قاعدة شف المشتقة من Bis-(2-amino-4-phenyl-5-thiazolyl) مع 5-nitro-salicylaldehyde وقد شخص الليكاند بواسطة طيف الاشعة تحت الحمراء (FT-IR)و طيف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون(^{1}HNMR)وطيف الرنين النووي المغناطيسي للكربون(^{13}C NMR) و طيف الاشعة المرئية وفوق البنفسجية(UV-Vis) و التحليل الدقيق للعناصر(C.H.N) و الاشعة السينية (x-ray) وتم مفاعلة الليكاند مع $CuCl_2.2H_2O$ و $Co(No_3)_2.6H_2O$ لتحضير المعقدات باستخدام الميثانول كمذيب[5].

تحضر قواعد شف من تفاعل الامين الاولي(RNH_2)مع مركبات الكاربونيل(الالدهايداتوالكيتونات) وتسمى المركبات الناتجة من تفاعل الالدهايد او الكيتونمع الهيدروكسيل امين(NH_2OH) بالاوكسيم(Oxime)بينما تسمى المركبات الناتجة من التفاعل مع الهيدرازين(NH_2NH_2) بالهيدروزونات(Hydrozone) وتسمى المركبات المشتقة من السيميكاربازاد($NH_2NHCoNH_2$)بالسيميكاربازون(Semecarbazone)[6,7].وتكون قواعد شف اكثر استقرارا عندما يتم تحضيرها من تفاعل الالدهايد الاروماتي مع الامين الاروماتي وذلك بسبب حدوث ظاهرة الرنين[8] وتتصف بحالتها الصلبة وهي ملونة في اغلب الاحيان [9],اما القواعد المحضرة من تكاثف الامينات والكاربونيلاتالاليفاتية فهي في الغالب سوائل ,بينما القواعد المحضرة من الامونيا تكون غير مستقرة وتتفاعل مع بعضها مكونة بوليمرات مختلفة[10].ان تكوين قواعد شف هو في الحقيقة تتابع لنوعين من التفاعلات الاضافة ثم الحذف ويحدث التفاعل باستخدام التقطير الارجاعي بوجود عوامل مساعدة حامضية او قاعدية.تتضمن ميكانيكية تكوين قواعد شف الاضافة النيكلوفيليةللامين الى مجموعة الكاربونيل,وفي الخطوة الاولى من الميكانيكية يتفاعل الامين مع الالدهايد او الكيتون ليعطي مركب غير مستقر يسمى كاربينول امين(Carbinolamine) بعد ذلك يفقد الكاربينول امين الماء ليكون قاعدة شف وهذه هي الخطوة المحددة للسرعة ,ويجب ان لا يكون تركيز الحامض المستخدم كمحفز عاليا لان الامينات هي مركبات قاعدية وعند برتنتها تصبح غير قاعدية فالتوازن سوف يتجه الى اليسار ولا يتكون الكاربينول امين[11].تعتبر قواعد شف ذات اهمية كبيرة حيث تعمل على عدم نمو الجراثيم[12] ومضادات للفطريات [13]ومضادات للبكتريا[14] حيث تكون فعالة بايلوجيا[15-17] ومثبطات قوية للتاكل[18]. كالمستحضرات الصيدلانية والاضافات المطاطية[19]وتدخل ايضا في المجالات التحليلية والطبية [20,21]وكيمياءالبوليمرات[22], وتعد قواعدشف من المركبات المهمة التي تستخدم كمواد اساسية في تحضير بعض المستحضرات الدوائية كذلك تمتلك هذه المركبات فعالية بايلوجية وتعد قواعد شف مواد اولية في تحضير المركبات الحلقية غير المتجانسة ومعقداتها الفلزية[23] كما استعملت في صناعة الحبر الملون [24].

الجانب العملي:

1-المواد الكيميائية:يمثل الجدول (**1**) المواد الكيميائية المستخدمة

جدول (1) :المواد الكيميائية المستخدمة

المادة الكيميائية	درجة النقاوة %	الشركة المنتجة
4-Acetmidobenzaldehyde	98	Aldrich
1,8-Diaminonaphthaline	99	Aldrich
O-vanillin	99	Aldrich
Cobalt(II) Chloride hexahydrate ($CoCl_2.6H_2O$)	99	B.D.H
Nickel(II) Chloride hexahydrate ($NiCl_2.6H_2O$)	99	B.D.H
Chromium(III) Chloride hexahydrate ($CrCl_3.6H_2O$)	99	B.D.H
Iron(III) Chloride hexahydrate ($FeCl_3.6H_2O$)	99	B.D.H
Glacial Acetic Acid	99.5	B.D.H
Methanol	99.9	G.C.C
Ethanol	99.9	G.C.C
Ciprofloxacine	5	Oxiod

2-**الاجهزة المستخدمة:**

2-1- **ميزان حساس** (Sartorouis balance)

تم استخدام ميزان حساس من نوع **Germany – Artoriu,1320** ، قسم الكيمياء ، كلية العلوم / جامعة ذي قار .

2-2- **فرن كهربائي** (Oven)

تم استخدام فرن كهربائي من نوع **Japan – Hirayama 2004** ، قسم الكيمياء ، كلية العلوم / جامعة ذي قار .

2-3- **جهاز قياس درجة الانصهار** (Melting point Apparatus)

تم قياس درجة الانصهار للمركبات المحضرة باستخدام جهاز من نوع **SMP31** ,قسم الكيمياء ، كلية العلوم / جامعة ذي قار .

2-4- **جهاز قياس الاشعة المرئية وفوق البنفسجية** (UV-Visible Spectrophotometer)

تم قياس أطياف الاشعة المرئية وفوق البنفسجية للنماذج المحضرة باستخدام جهاز من نوع **Germany – PG(T60UV)** ، قسم الكيمياء ، كلية العلوم / جامعة ذي قار .

2-5- **جهاز قياس الاشعة تحت الحمراء** (IR Spectrophotometer)

تم قياس أطياف الاشعة تحت الحمراء للمركبات المحضرة باستخدام جهاز من نوع **Japan – FTIR affinity Spectormeter (Shimadzu)** في قسم الكيمياء ، كلية العلوم / جامعة ذي قار .

2-6- **جهاز الرنين النووي المغناطيسي للبروتون** (H^1-NMR Spectrophotometer)

سجلت اطياف الرنين النووي المغناطيسي (**^{1}H-NMR**) لليكاندات المحضرة بواسطة جهاز **Bruker DRX System** باستخدام مذيب **$CDCL_3$** والمرجع **TMS** في ايران /جامعة صنعت شريفي.

2-7- **جهاز قياس أطياف الكتلة** (Mass Spectrophotometer)

سجلت اطياف الكتلة للمعقدات بواسطة جهاز نوع **Work mass selective Detector 5973** في(جامعة طهران/ أيران) وباستخدام طاقة مقدارها **70** الكترون – فولت .

2- 8- **جهاز التحليل الدقيق للعناصر** (C. H. NElemental Analysis)

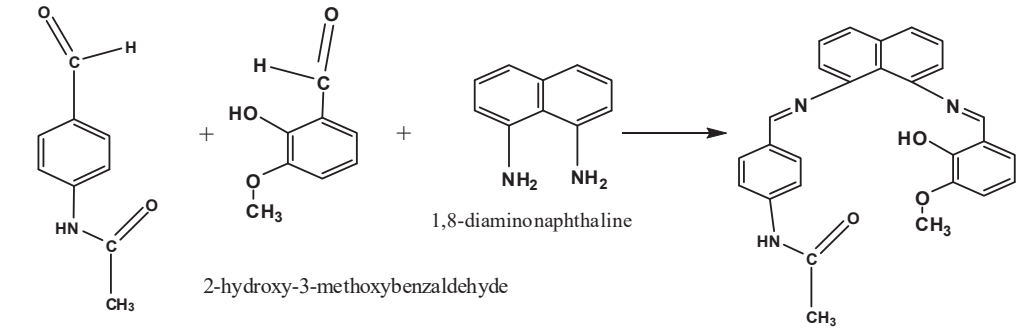
تم تقدير نسبة الكاربون والهيدروجين والنتروجين لليكاندات الاربع المحضرة باستخدام جهاز من نوع (**Thermofinigan flash**) في جامعة طهران / أيران.

2-9-**جهاز التوصيلية الكهربائية المولارية**Molar Electrical Conductivity

سجلت التوصيلية الكهربائية المولارية لجميع المعقدات المحضرة في مذيب ثنائي مثيل سلفوكساید باستخدام جهاز **hanna hi 2300**وبقطب من البلاتين وكان ثابت الخلية المستخدم مساويا الى **1.52 cm^{-1}** وبتركيز **$M10^{-3}$** عند درجة حرارة الغرفة في مختبرات كلية العلوم جامعة ذي قار.

تحضير الليكاند:

وضع (**0.01** مول , **1.63** غم) من **4**-استميدوبنزالديهايد المذاب في **25** مل من الميثانول مع (**0.01** مول , **1.58**غم) من **1,8**-داي امينونفثالين مع (**0.01** مول ,**1.52**غم) من **o**–فانلين في دورق التفاعل سعة **100**مل مجهز بمكثف ، حمض المزيج ببضع قطرات من حامض الخليك الثلجي , وبعد ذلك قطرالمزيج ارجاعيا (**Reflux**) لمدة (**3hr**) , حيث تمت متابعة التفاعل بأستخدامكروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة (**TLC**) بعد أنتهاء التفاعل ترك المزيج ليبرد , ثم رشح الراسب المتكون خلال ورقة ترشيح وترك ليجف , ثم اعيدت بلورتهبأستخدام الاثيل اسيتيت[26,25] يمثل مخطط (**1**) تخليق الليكاند

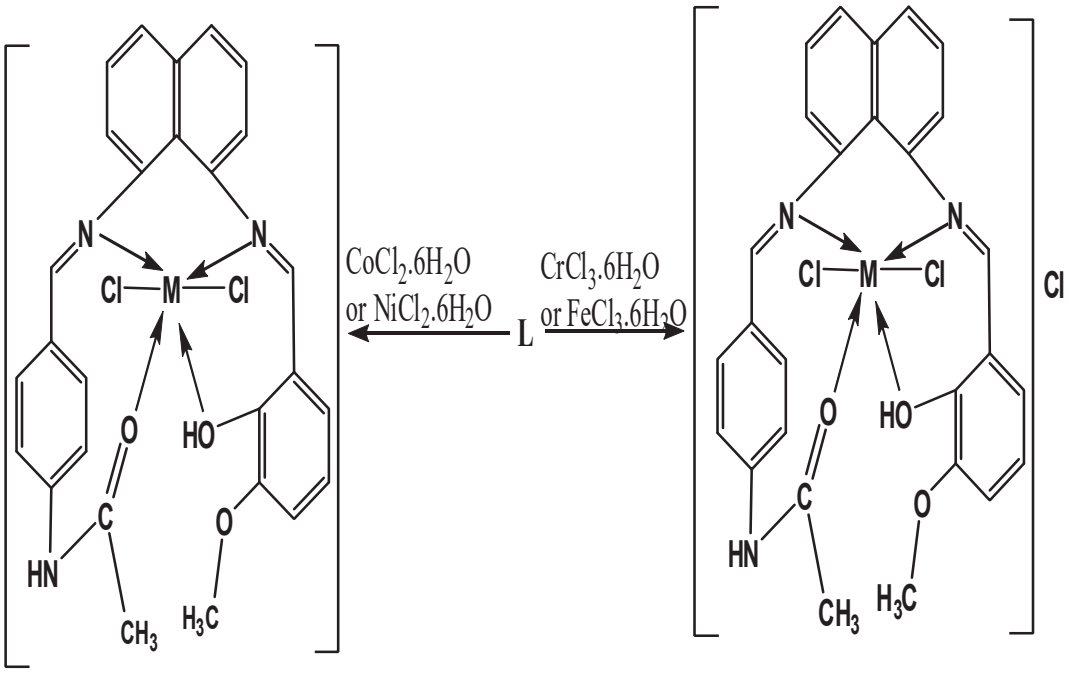


مخطط (1) تخليق الليكاند

تحضير معقدات العناصر الانتقالية :

تم مزج (**0.001** مول) من الليكاند المحضرالمذاب في **15** مل من الميثانول الساخن مع (**0.001**) مول) من املاح كل من **$NiCl_2.6H_2O$ $CrCl_3.6H_2O$, $FeCl_3.6H_2O$ ($CoCl_2.6H_2O$,)**كلا على حدة والمذابة في **10** مل من الميثانول الساخن في دورق دائري سعة **50** مل مجهز بمكثف و قطر المزيج ارجاعيا (**reflux**) لمدة (**3hr**) وتم متابعة التفاعل بأستخدامكروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة (**TLC**) . ترك المزيج ليبرد ثم رشح الناتج المتكون خلال ورقة ترشيح وترك ليجف , ثم اعيدت بلورته بأستخدام الايثانول المطلق [27,28] يمثل مخطط(**2**)

Journal of College of Education for Pure Sciences
Volume 8, Number 2, June 2018
Website: jceps.utq.edu.iq Email: jceps@eps.utq.edu.iq



مخطط (2) تحضير معقدات عناصر الفلزات الانتقالية

يوضح جدول (2)الصيغة الجزيئية وبعض الخواص الفيزياوية للمعقدات المحضرة

No	Formula	M.wt	Color	m.p. °c	Yield%
L	$C_{27}H_{23}N_3O_3$	437	بني	264-267	65
1	[Cr(L) Cl_2]Cl	595	اخضرغامق	345-348	66
2	Co(L) Cl_2][	567	اخضر	344-347	55
3	[Fe(L) Cl_2]Cl	599	اسود	340	67
4	[Ni(L) Cl_2]	566	اخضر غامق	346	64

النتائج والمناقشة :

التحليل الدقيق للعناصر Elemental Analysis

يوضح الجدول (**3**)نتائج التحليل الدقيق للعناصر لليكاند المحضر والذي يبين مدى تطابق النسب المئوية العملية والنظرية للعناصر (**C, H, N**)لليكاند المحضر

جدول (3) بيانات التحليل الدقيق للعناصر(C, H, N)**لليكاند المحضر**

الصيغة الجزيئية	الوزن الجزيئي(غم/مول)	C %		H %		N %	
		النظري	العملي	النظري	العملي	النظري	العملي
$C_{27}H_{23}N_3O_3$	437	74.12	74.17	5.30	5.31	9.60	9.64

طيف الاشعة المرئية وفوق البنفسجية Ultraviolet - Visible Spectra

حضرت محاليل بتركيز (1×10^{-3}) مول.لتر$^{-1}$باذابة **0.004**غم من الليكاند في الكحول الاثيلي المطلق واذابة **(0.0059**غم **0.005**,غم**0.006**,غم**0.0056**غم)من كل من **[Ni(L) Cl_2],[Fe(L) Cl_2]Cl,Co(L) Cl_2][,[Cr(L) Cl_2]Cl**)على التوالي في الكحول الاثيليوتم قياس طيف الاشعة فوق البنفسجية لها مقابل الكحول الاثيلي كمحلول مرجع[29].

يبين الشكل (**1**) طيف الاشعة المرئية وفوق البنفسجية لليكاند حيث اظهر الطيف حزمة امتصاص عند(**476**) نانومتر تعود الى الانتقال الالكتروني $n \rightarrow \pi^*$اما الحزمة الثانية عند (**243**) نانومتر تعود الى الانتقال الالكتروني ($\pi \rightarrow \pi^*$)اما المعقد فقد اظهر حزمة امتصاص عند(**345**) نانومتر تعزى الى انتقال الشحنة من نوع(**M-L**)بين الفلز والليكاند[27]كما في شكل(**1**) وشكل(**2**)

طيفالاشعة تحت الحمراء Infrared Spectra

اظهر طيف الاشعة تحت الحمراء لليكاند طيف عند(**3392**)سم-١ تعود الى (**O-H**) ν وظهور حزمة امتصاص عند(**3322**)سم-١ تعود الى(**N-H**)ν[30],كما لوحظت حزم امتصاص عند(**1635**)سم-١ و(**1612**)سم-١ تعود الى(**C=O**) ν و(**C=N**) ν على التوالي[31,32].اما (**C=C**) ν فقد اظهرت حزم امتصاص عند(**1539**) سم-١و(**C-O**) ν اظهرت حزم امتصاص عند(**1296**)سم-١.ان حزمة اهتزاز المط لمجموعة (**C=N**) في المعقدات تزاح نحو اطوال موجية أقل مقارنة بموقعها في قواعد شف المقابلة ، وهذا يؤكد أرتباط نتروجين مجموعة الازوميثين عن طريق المزدوج الالكتروني مكونا أصرة تناسقية[33] ,كما نلاحظ تغيرا في شكل و شدة الحزم عند الانتقال من الليكاند الى المعقد, شكل(**3-5**).

كما اظهر طيف الاشعة تحت الحمراء للمعقدات المحضرة حزم جديدة بحدود(**447-478**)سم-١ تعود الى(**M-O**)**ν**[34]وحزم امتصاص عند (**518-559**)سم-١ تعود الى (**M-N**)**ν**[31,35,36] وحزم امتصاص بحدود(**274-358**)سم-١ تعود الى(**M-Cl**) [37,38] **ν**.ان الازاحات الحاصلة بالحزم دليل على تناسق الايونات الفلزية مع الليكاند ,يمثل جدول رقم (**4**) الحزم الظاهرة في طيف الأشعة تحت الحمراء لقواعد شف ومعقداتها.

الجدول (4) : الحزم الظاهرة في طيف الأشعة تحت الحمراء لقواعد شف ومعقداتها المحضرة بوحدات سم-١

symbol	COMPOUND	O-H	N-H	C-HAlipha. (Ar.)	C=N	C-O	C=O	C=C	M-O	M-N	M-Cl
L	$C_{27}H_{23}N_3O_3$	3392	3322	2935 (3051)	1612	1269	1635	1539	---	----	-----
A	[Cr(L) Cl_2]Cl	3366	3322	2939 (3045)	1608	1219	1627	1516	459	518	285
B	Co(L) Cl_2][	3392	3320	2943 (3049)	1604	1253	1627	1512	447	559	274
C	[Fe(L) Cl_2]Cl	3356	3325	2943 (3089)	1597	1253	1627	1519	478	550	358
D	[Ni(L) Cl_2]	3387	3320	2839 (3061)	1600	1244	1631	1516	474	528	335

طيف الرنين النووي المغناطيسي Nuclear Magnetic Resonance Spectra(^{1}H-NMR)

تميز طيف الرنين النووي المغناطيسي لليكاند بظهور حزم متعددة عند(**7.414-7.144**)جزء بالمليون وهي تعزى لبروتونات الحلقات الاروماتية واشارة احادية في الموقع (**8.613**)جزء بالمليون عائدة الى بروتون مجموعة الازوميثين[39],كما تميز الطيف بظهور حزمة عند (**4.598**)جزء بالمليون تعزى الى بروتون مجموعة (**NH**). كما اظهر الطيف حزمة اخرى عند (**2.345-2.743**)جزء بالمليون تعود الى بروتونات (CH_3)كما اظهر طيف الليكاند اشارة احادية في الموقع (**9.102**)جزء بالمليون تعود الى بروتون مجموعة الهيدروكسيلويمثل شكل (**6**) طيف الرنين النووي المغناطيسي لليكاند.

طيف الكتلة Mass Spectra

اعتمدت اغلب البحوث التي تهتم بدراسة وتحضير معقدات العناصر الانتقالية على طيف الكتلة للتاكد من الصيغ التركيبية للمعقدات حيث يعطي هذا الطيف ادلة مؤكدة على الصيغ التركيبية لقواعد شف المحضرة ومعقداتها من خلال ملاحظة حزمة الايون الجزيئي وظهور الحزم الاساسية

تميز طيف الكتلة لليكاند بظهورالايون الجزيئي ($M^{+\cdot}$) عند **(437) m/z** كما تميز الطيف بظهور حزم أخرى عند **123,134, m\z (150,161,276)** تعود الى $^{+\cdot}$[$C_{18}H_{14}NO_2$] و [$C_9H_9N_2O$] $^{+\cdot}$و[$C_8H_8NO_2$]$^{+\cdot}$و[C_8H_8NO]$^{+\cdot}$و[$C_7H_7O_2$]$^{+\cdot}$. أظهر طيف الكتلة للمعقد[Cr (L) Cl_2]Cl الايون الجزيئي ($M^{+\cdot}$) عند **m/z (595)** كما لوحظ عدد منالايونات عند **m/z (489,524 ,560)** عائدة الى خروج ذرات الكلور على التوالي **Cr(L)** $^{+\cdot}$[Cr (L) Cl_2] $^{+\cdot}$,Cl] $^{+\cdot}$[Cr(L)]. أظهر طيف الكتلة للمعقد[Co (L) Cl_2]الأيون الجزيئي ($M^{+\cdot}$)عند **m/z (567)**كما لوحظ في الطيف الايونات **m/z (531,496)** عائدة الى خروج ذرات الكلور على التوالي, $^{+\cdot}$[Co (L) Cl] [Co (L)]. أظهر

طيف الكتلة للمعقد**Cl[Fe (L) Cl_2]** الايون الجزيئي ($M^{+\cdot}$) عند **(599) m/z** كما لوحظ عدد من الايونات عند **(563,528,493)m/z**عائدة الى خروج ذرات الكلور على التوالي,**$[Fe(L)Cl_2]^{+\cdot}$,[Fe (L)]$^{+\cdot}$[Fe(L)Cl]$^{+\cdot}$.**

أظهر طيف الكتلة للمعقد **Ni (L) Cl_2[** الأيون الجزيئي ($M^{+\cdot}$) عند **(zm/566)** كما لوحظ في الطيف الايونات **m/z (531,496)** عائدة الى خروج ذرات الكلور على التوالي, **[Ni (L)]$^{+\cdot}$[Ni (L) Cl]$^{+\cdot}$**

التوصيلية الكهربائيةالمولارية Molar Electrical Conductivity

تعد التوصيلية الكهربائية أحدى الوسائل البسيطة والمهمة لمعرفة الصيغ الايونية للمركبات المعقدة في محاليلها . وتتناسب درجة التوصيلية الكهربائية طرديا مع عدد الايونات التي يحررها المعقد في المحلول . تأخذ التوصيلية المولارية القيم الواطئة، عندما لايمتلك المعقد أية صفة أيونية[40]. لايحبذ استخدام الماء بوصفه مذيبا في عملية قياس التوصيل المولاري للمعقدات التناسقية بسبب قابلية بعض المعقدات للتحلل المائي في بعض الاحيان او لصعوبة اذابتها، ولكن غالبا ما تستخدم المذيبات العضوية مثل (سيانيد المثيل), (نايتروميثان),(ثنائي مثيل فورمايد),(ثنائي مثيل سلفوكساید) وغيرها حيث يكون المذيب خاملا بالنسبة الى المعقدات وله ثابت عزل كهربائي عال ولزوجة واطئة[41] .

تم قياس التوصيلية المولارية لمحاليل المعقدات الصلبة للايونات**Cr(III)، Fe(III)، Co(II) Ni(II)** ، مع الليكاند**L,** وقد أدرجت النتائج في الجدول(**5**)

الجدول (5) قيم التوصيلية المولاريةΛm لمعقدات L في مذيب DMSO **بتركيز** M 10^{-3} **عند درجة حرارة** 298K

Complex Number	Complexes	Λm(S .cm^2 .$mole^{-1}$)	Electrolyte Type
1	$[Fe(L)Cl_2]Cl$	37	1:1
2	$[Co(L)Cl_2]$	13	non Electrolyte
3	$[Cr(L)Cl_2]Cl$	39	1:1
4	$[Ni(L)Cl_2]$	17	non Electrolyte

تبين من قيم التوصيلية ان بعض المعقدات تسلك سلوك المركبات المتعادلة (غير الكتروليتية) لانعدام أية صفة أيونية، والبعض الأخر يسلك سلوك المركبات آيونية وتكون متفاوتة التوصيل فيما بينها بنسب **1** :**1**أعتمادا على عدد أيونات الكلوريد خارج كرة التناسق كأيونات مرافقة **(Counter Ions)**للآيون المركزي .

كما تم التأكد من وجود الكلور خارج الكرة التناسقية بواسطة أضافة المحلول المائي **AgNO3**الى محلول المعقد (مذاب في **DMSO**)، حيث لوحظ تعكرالمحلول في حالة وجود الكلور خارج الكرة التناسقية وعدم ظهور راسب أو تعكر المحلول يشير الى عدم وجود أيون الكلوريد خارج الكرة التناسقية كأيون مرافق .

الفعالية البايلوجية BiologicalActiviy

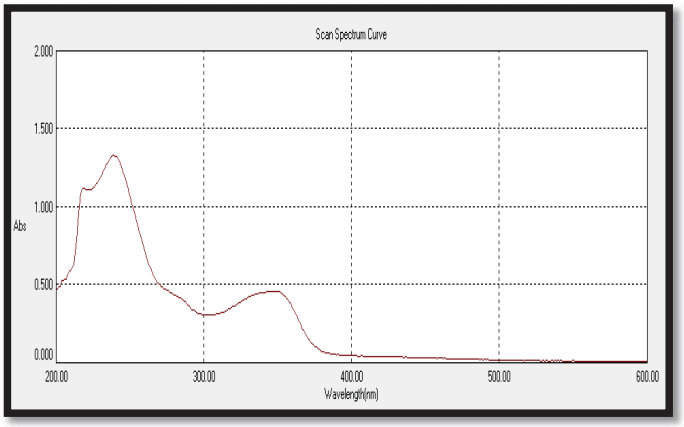
تعتمد دراسة الفعالية البايلوجية لقواعد شف ومعقداتها على التوازن بين الالفة المائية والدهنية وعلى نوع البكتريا ايجابية او سلبية فضلا عن المتغيرات الاخرى [37]تم في هذا البحث دراسة فعالية الليكاند ومعقداته المحضرة ضد نوعين من البكتريا وهي (**E-coli**)التي تكون سالبة الصيغة و (**Staph**) التي تكون موجبة الصيغة وتم اختبار فعالية الداي مثيل سلفوكسايد ضد هذه الانواع من البكتريا ووجد انه لا يمتلك اي تثبيط واستخدم ال **Cipro**كمادة قياسيةومن دراسة نتائج الفعالية البايلوجية للمركبات التي تمت دراستها مع البكتريا المستخدمة والمبينة في الجدول (**6**) والشكل (**12**) يمكن استنتاج الملاحظات التالية:

١-اظهرت جميع الليكانداتفعاليية عالية ضد بكتريا ***E-Coli*** و***Staph***ماعداالليكاندالرابع اظهر فعالية قليلة ضد***E-Coli***

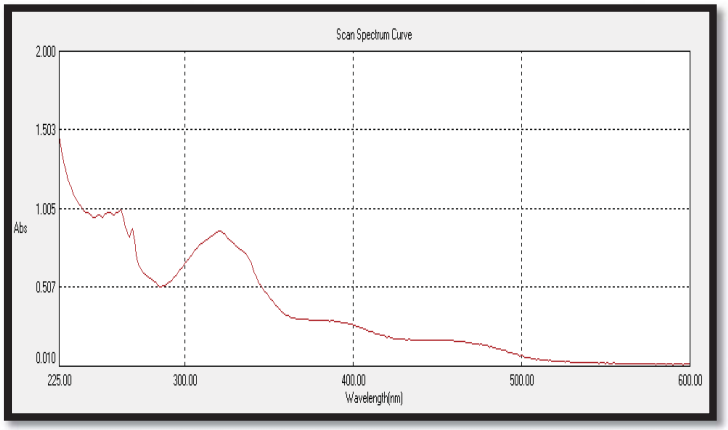
٢-اظهرت جميع المعقدات فعالية عالية تجاه بكتريا ***E-Coli*** وفعالية اقل تجاه بكتريا ***Staph***

جدول (6)الفعالية البايلوجية للمركبات المحضرة ضد بكتريا *E-Coli* و*Staph*

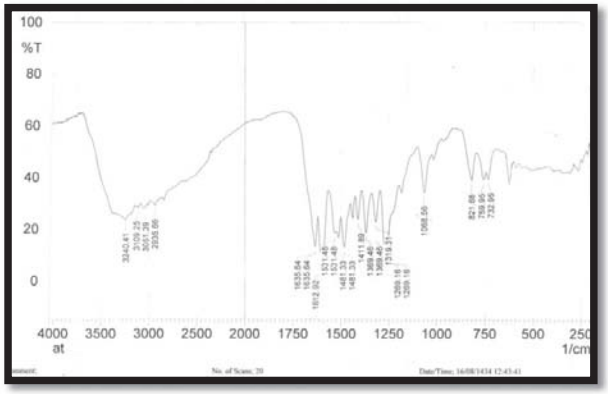
Compound	Staphylococcus Aurens Inhibition zone(mm)	Escherichia coli Inhibtion zone(mm)
$[C_{27}H_{23}N_3O_3]$ L	14	16
[Cr (L) Cl_2]Cl	16	13
Co (L) Cl_2][	16	16
[Fe (L) Cl_2]Cl	8	12
Ni(L)Cl_2][	12	13



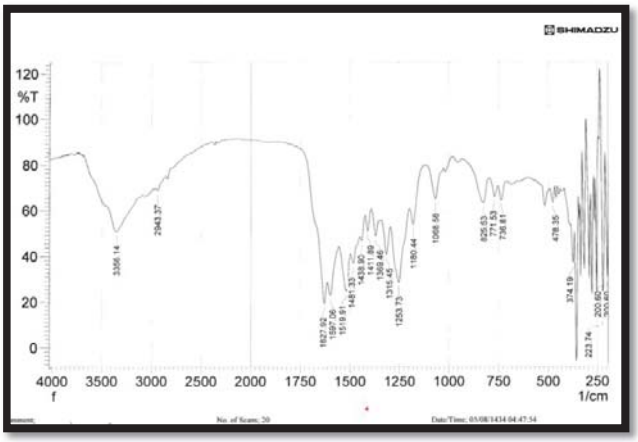
الشكل (1) : طيف أمتصاص المنطقة المرئية وفوق البنفسجية لليكاند (L)



شكل (2) : طيف أمتصاص المنطقة المرئية وفوق البنفسجية لمعقد $[Ni(L)Cl_2]$

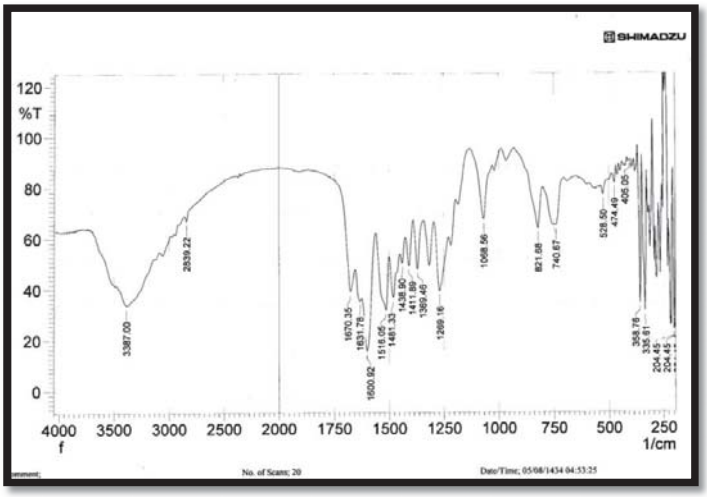


شكل (3) طيف الاشعة تحت الحمراء لليكاند في قرص بروميد البوتاسيوم

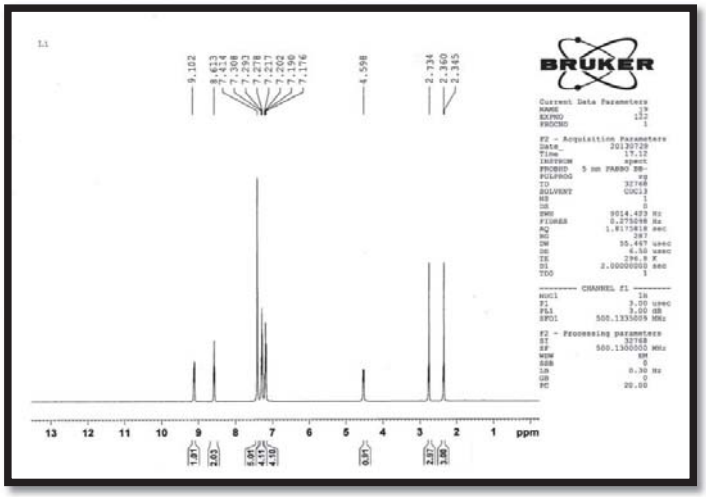


شكل(4) طيف الاشعة تحت الحمراء للمعقد$Cl[Fe(L)Cl_2]$ في قرص يوديد السيزيوم

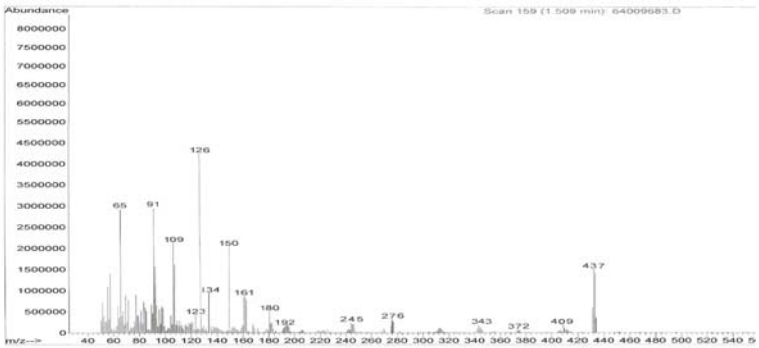
Journal of College of Education for Pure Sciences
Volume 8, Number 2, June 2018
Website: jceps.utq.edu.iq Email: jceps@eps.utq.edu.iq



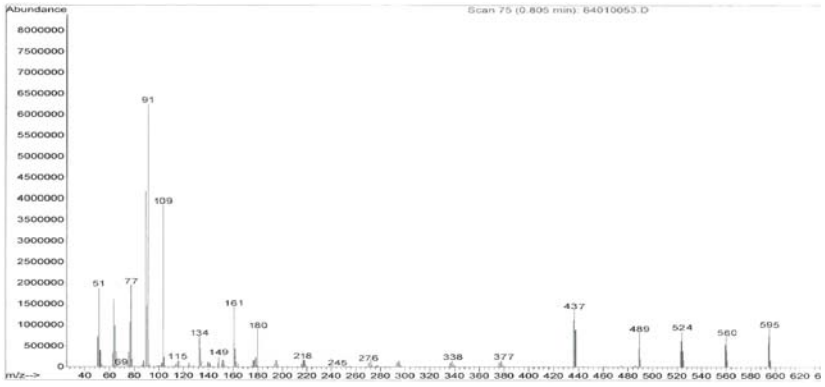
شكل (5) : طيف الاشعة تحت الحمراء للمعقد $[Ni(L)Cl_2]$ في قرص يوديد السيزيوم



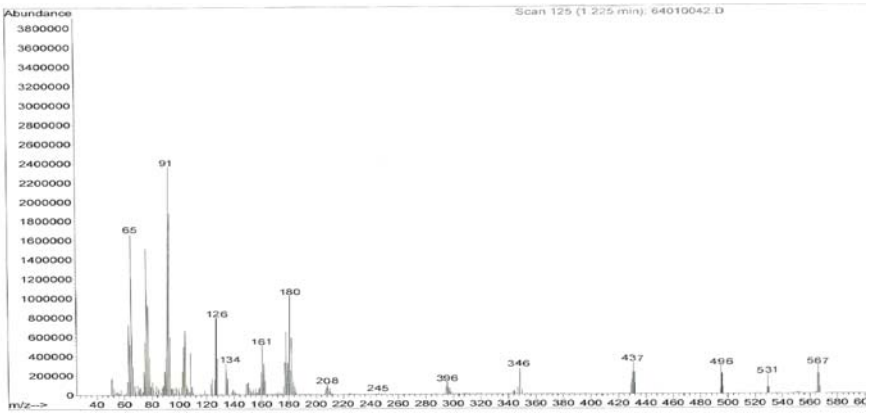
شكل (6) طيف الرنين النووي المغناطيسي (^{1}H-NMR) لليكاند$(LC_{27}H_{23}N_3O_2)$



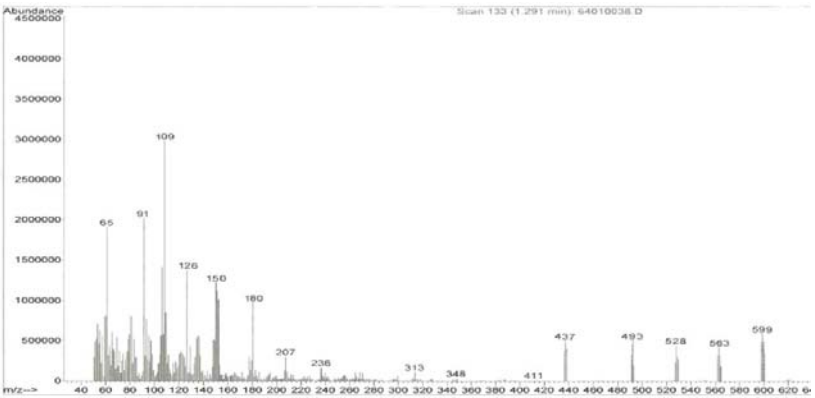
شكل (7) : يوضح طيف الكتلة لليكاندL



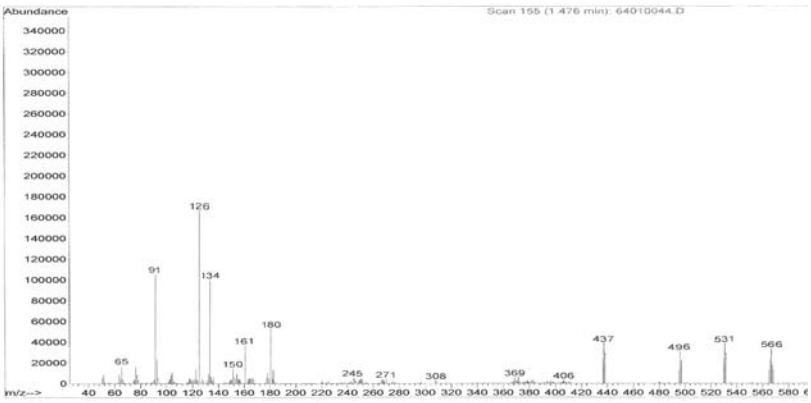
شكل (8) يوضح طيف الكتلة للمعقد Cl [Cr(L)Cl_2]



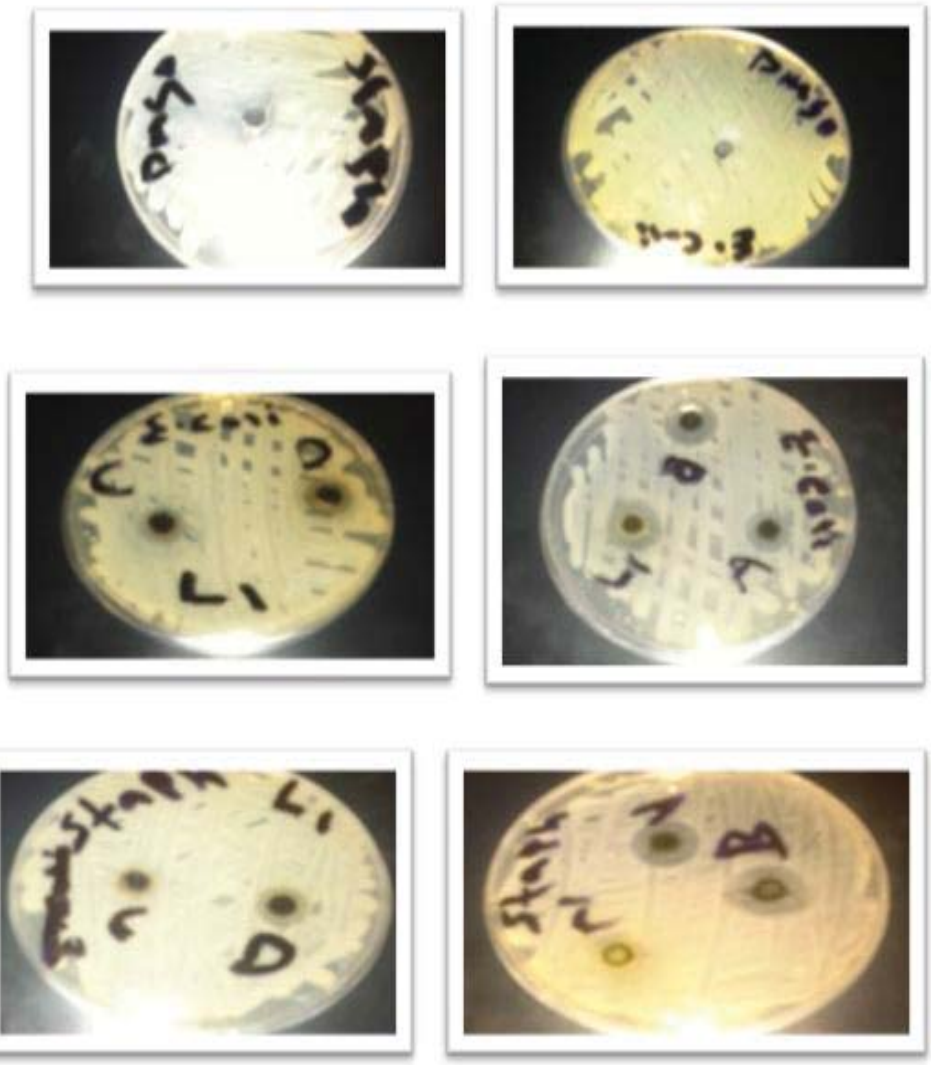
شكل (9) يوضح طيف الكتلة للمعقد[Co(L)Cl_2]



شكل (10) يوضح طيف الكتلة للمعقد[Cl [Fe(L) Cl_2]



شكل (11) يوضح طيف الكتلة للمعقد[$Ni(L)Cl_2$]



شكل (12) الفعالية البايلوجية لليكاند ومعقداته حيث ان A=Cr,B=Co,C=Fe,D=Ni

الاستنتاجات:

1- أن قواعد شف المحضرةلها القابلية على تكوين معقدات فلزية مع ايونات ثنائية وثلاثيةالتكافؤ .

2- أن المعقدات المحضرة لها صيغة عامه هي :-

$[M(L)Cl_2]Cl$, $M = Fe^{+3}, Cr^{+3}$

$[M(L)Cl_2]$, $M = Ni^{+2}, Co^{+2}$

3- أن نتائج طيف الاشعة تحت الحمراء , والتحليل الدقيق للعناصر ومطيافية الرنين النووي المغناطيسي وطيف الاشعة المرئية وفوق البنفسجية وطيف الكتلة بالاضافة الى التوصيل المولاري أكدت الصيغ الجزيئية المقترحة للمركبات المحضرة.

المصادر

1-Arulmurugan, S.,Kavitha,H. and Venkatraman ,B. (2010)*J. Ras. Chem*, 3, 3 385-410.

2- George,S. (1996).Organic chemistry,Mosby.541.

3-Sen – Gupta,A. and Gajela,K. (1981),*J.Ind. Chem. Son*., 58 , 690 .

4-Abu-khadra, A.,Farag,R. and Abdel-Hady,A.(2016).American Journal of Analytical Chemistry ,7, 233,245.

5-Gharamaleki,J. ,Akbari,F. ,Karbalaei, A. ,Ghiassi, K. and Olmstead, M.(2016) ,Open Journal of Inorganic Chemistry ,6,76,88.

6-Bruice, P.(2001). Organic Chemistry,3rd ed. PrentineHall,New Jersey,(U.S.A).

7-McMurry, J. (2002). Organic Chemistry, 4thed. Brooks/Cole, California.

8- El-Dib,A. (1996).M.Sc. Thesis, Babylon Univ., Iraq.

9- Munchem, J. (2003).Ph.D. Thesis, Zhao Univ.

10- Habib ,Y. and Al-Janabi,K.(1996).J. Iraqi .Chem., 21, 104.

11- Loudon,G.(2002).Organic Chemistry, Addison-Wesley, Califomia, , 4thed.,p. 874.

12-Hwang, P. , Keck, J., Lien, E. and Lai, M. (1990). J. Med. Chem., 33, 608.

13-Singh, W. and Dash, B. (1988).Peslicides, 22, 33.

14-Move, P. ,Bhavankar ,R. and Patter, S. (2001).J. Ind. Chem. Soc.,78, 474.

15- Mladenova, R..Ignatova, M., Manolova, M.,Petrova,T. and Rashkov, I. (2002). Eur. J.Polym, 38, 989.

16- Sridhar, S. ,SaravananM. and Ramesh, A. (2001). Eur.J.Med.Chem., 36, 615.

17- Karthikeyan, M. ,J.Prasad, D. , Poojary, B. , Bhat, K.,HollaB., and Kumari,N., Bioorg. (2006).Med.Chem., 14, 7482.

18- Huang, G., Liang, Y. ,Wu, X., Liu ,W. and Ma, Y. ,(2003) .Appl. Orgnomet. Chem.,17, 706.

19- AdamsJ. (2000).J. Chem. Soc., Perkin Trans.1, 125.

20-Garnovski,A.and Nivorozhkin, A. (1993).Coord. Chem. Rev.,126, 1.

21-Lozitsky, V., Muratov,E. and Mescheriakov, A.(2005).SAR & QSAR Environ. Res., 16, 219.

22-Shi, L.,Ge, M., Tan, S. ,Li, H.,Song, Y., Zhu ,H.and Tan, R. (2007).Eur.J.Med.Chem. 42, 558.

23-Pati, B .(1962).Chem. Abstr.,56, 16056.

24-Hadi, M.(2007).M.Sc. Thesis, Al-Kufa Univ.

25- Reza, M.,Tavakoli,M.and Riahi, S.(2008).Int.J.electrochem.sci, 3,1559.

26-Montazerozohri, M.,Hossein,M.and.Ali, S.(2008).Arkivoc,238.

27-Ajaily,M.and Gweirif , B.(2007).J.sci. &appli., 1,72.

28-Mohammed ,A.(2005).National Journal of chemistery, 103.

29- Abdiseed,F.and El-ajaily, M.(2009).International J.Pharm. Res., (USA) , (1), 1097-1103.

30- Williams ,D.and Fleming ,I. (2004) ."Spectroscopic Methods In Organic Chemistry" 5th ed.

31- kriza, A.,viorica,L.and cioatera, N.(2010) . J. Serb. Chem. 229,249 .

32-Nath,P.and Dhumwad, S.(2012).J. Chem. Pharm. Res.,851,865.

33- Soliman,A.and Linert, W.(1999).ThermochimicaActa, 333, 67,75.

34-Kulkarni, S.,Patil,A. and Badami, P.(2009).Int.JElectrochem,717,729.

35- Prashanthi1,Y.and Raj ,S.(2010) .J. Sci. Res. 2, 114,126.

36-Raman ,N., Raja ,Y.andKulandaisary, A.(2001).Proc. Indian Acad. Sci.(Chem. Sci.), 113,3,183-189.

37- Choi, S., Bereman,R.and Wasson, J.(1975) .J. Inorg. Nucl. Chem., 37, 2087.

38-Nakamoto, K.(1997) .“Infrared and Raman Spectra of Inorganic and Coordination Compounds”, 5th Ed., Wiley Interscience Publication, New York, Part A, 193, 219.

39-A.Huang,J.J.Kodanko and L.E.Overman , *J. Am.Chem.Soc*;126, 14043-4053,(2004)

40-Skoog,D. (1988)."Fundamental of Analytical chemistry",5th ed.,New York, 87,24,44.

41-Feltham,R.and Hayter, R.(1964). J.Amer.Chem.Soc.,82,587-459.

42- Huang,A.,Kodanko, J.and Overman , L.(2004)J. Am.Chem.Soc, 126, 14043,4053.