

New Mixed Ligands with Nickel (II) Complexes, Study of Their Physical & Spectral Properties, Antibacterial Activities and Laser Irradiation

Zuhoor Fathi Dawood^{1*}; Alaa Jassim Mhommed²

^{1,2}Chemistry department, Education College of Pure Science, University of Mosul, Mosul, Iraq

Email: ^{1*}pdzfathee@gmail.com, ²Alaa.j.m@gmail.com

(Received March 20, 2019; Accepted June 11, 2019; Available online March 01, 2020)

DOI: [10.33899/edusj.2020.164361](https://doi.org/10.33899/edusj.2020.164361), © 2020, College of Education for Pure Science, University of Mosul.
This is an open access article under the CC BY 4.0 license (<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).

Abstract:

Preparation of two ligands acetonesemicarbazone (AScH) and 2,4-dioximepentane (DO_xPH₂) using three ways {includes reflux method, heating using microwave rays technique and ultrasonic technique}, and characterized using physical and spectral techniques. Followed by the preparation of new Ni(II) complexes containing mixed of three ligands {including (AScH), (DO_xPH₂) and 2-ethoxy-ethanol (EtO₂H)}. The complexes have been characterized using quantitative, physical and spectral techniques. The electrical conductivity indicate that the complexes prepared in slightly neutral medium (pH=6-7) are electrolytes (1:2), meanwhile the complexes prepared in alkaline medium are non-electrolytes. All the ligands above acts as bidentate chelating ligands., and octahedral geometries of the complexes are resulted.

The effect of laser have been studied on solid ligands and complexes, no effects have been observed on all the compounds through the results of melting or decomposition point, conductivity and electronic spectra, this means that all the compounds are stable and are not affected by this kind of radiation. Also the biological activity of all the prepared compounds have been evaluated against pathogenic bacterial strains (*Staphylococcus aureus*, *Streptococcus species* and *E. coli*), all the compounds were found to have no antibacterial activity .

Keywords: acetonesemicarbazone ,2,4-dioximepentane,2-ethoxy-ethanol, ultrasonic technique, heating using microwave rays, effect of laser, biological activity.

مُعَقَّدَات جَدِيدَة لِمَزِيْجٍ مِنَ اللَّيْكَنَدَاتِ مَعَ النِّيْكَلِ (II) وَدِرَاسَةُ خِصَائِصِهَا الْفِيْزِيَاءِيَّةِ وَالطِّيْفِيَّةِ وَتَقْيِيمِ فَعَالِيَّتِهَا مَضَادَّةَ الْبِكْتَرِيَا وَتَشْعِيْعِهَا بِاللَّيْزِرِ

زُهْر فَتْحِي دَاوُد^{1*} وَ آلاءِ جَاسِمِ مُحَمَّد²

^{2,1} قسم الكيمياء / كلية التربية للعلوم الصرفة / جامعة الموصل / الموصل / العراق

الخلاصة

حُضِر ليكندي الأستون سميكاربازون (ASch) و 2، 4- ثنائي أوكزيم بنتان (DO_xPH_2) باستعمال ثلاث طرائق التصعيد الحراري واستعمال تقانة التسخين بأشعة الأمواج الدقيقة واستعمال تقانة الأمواج فوق الصوتية، وشخصت باستعمال تقانات فيزيائية وطيفية. أعقب بتحضير مُعقدات جديدة للنيلك (II) حاوية على مزيج من ثلاث تشمل (ASch) و (DO_xPH_2) و 2- إيثوكسي إيثانول (EtO_2H)، وشخصت المُعقدات الناتجة باستعمال تقانات تحليلية وفيزيائية وطيفية. دلت قياسات التوصيلية الكهربائية أنّ المُعقدات المُحضرة في الوسط المتعادل تقريباً (الدالة الحامضية = 6-7) تكون إلكتروليتيّة (2:1)، أما المُعقدات المُحضرة في الوسط القلوي فتكون غير إلكتروليتيّة (غير مُوصلة للكهربائية). سلكت جميع الليكندات أعلاه بشكل ليكندات ثنائية المنح كيليتية، ونتاجت مُعقدات ذات أشكال ثمانية السطوح.

دُرِس تأثير أشعة الليزر على الليكندات والمُعقدات الصلبة ولم يُلاحظ أي تأثير على جميع المُركبات من خلال نتائج درجات الانصهار أو التفكك والتوصيلية الكهربائية والأطياف الكترونية مما يدل على أنّ المُركبات مُستقرة تجاه هذا النوع من الإشعاع. كما أُختبرت الفعالية الحيوية لجميع المُركبات المُحضرة أعلاه ضد البكتريا المرضية (*Staphylococcus aureus* و *Streptococcus specie* و *E. coli*) فُوجد أنّ جميعها ليس لها أي تأثير على البكتريا قيد الدرس.

الكلمات الدالة: الأستون سميكاربازون، 2، 4- ثنائي أوكزيم بنتان، 2- إيثوكسي إيثانول، تقانة الأمواج فوق الصوتية، تقانة التسخين بأشعة الأمواج الدقيقة، تأثير أشعة الليزر، الفعالية الحيوية.

المقدمة

تعد الاختلافات الكبيرة في اساليب التناسق والأشكال لمُعقدات النيكل السبب في جعل النيكل يُدرَس بكثافة، فُدرست التراكيب الإلكترونية لمُعقداته باستخدام التقانات الطيفية والصفة المغناطيسية. ويُعتبر عنصراً من العناصر المكونة للسبائك المعدنية كالفولاذ المقاوم للصدأ، وأُستخدمت سبائكه في صناعة المغناطيس الدائمة ذات القوة العالية، وفي صناعة الماكينات الثقيلة والأدوات المستخدمة في درجات الحرارة العالية وفي العديد من العَمَلات النقدية، واستخدم النيكل في الأقطاب الكهربائية خاصة القطب السالب (الكاثود). وفي المُجوهرات مع الذهب للحصول على قوة أفضل وألوان أصلية، واستخدم في الأعمال الهيكلية والتغطية الكهربائية لمقاومة الصدأ، ويُعتبر النيكل محفزاً للكثير من التفاعلات الكيميائية، والاستخدام الحديث للنيكل مع الكاديوم هو في صناعة البطاريات، إذ يُمكن شحن هذه البطاريات مرة ثانية. ويُعدّ النيكل ضاراً للصحة في حالة دخوله إلى الجسم (1-6).

للأوكزيمات دور بارز في مجالات عديدة من الحياة على الصعيد الحيوي والطبي والصناعي وكواشف لعدد كبير من الأيونات والعناصر (7-12). وتمثل الأوكزيمات صنفاً مهماً من الليكندات العضوية ذات الأهمية في تكوين المُعقدات مع العناصر الانتقالية وغير الانتقالية (13-18).

تُمثل السميكاربازونات صنفاً مهماً من الليكندات العضوية ذات الأهمية في تكوين المُعقدات عن طريق منحها للمزدوجات الإلكترونية إلى العناصر الفلزية على نحو عام والعناصر الانتقالية على وجه خاص، إذ تتناسق من خلال ذرتي نترجين الأزوميثين وأوكسجين الكربونيل مكونة ترتيباً حلقياً يمنح استقرارية عالية للمُعقدات بسبب الحلقة الخماسية التي تُعدّ أفضل حالات الاستقرار في التناسق فضلاً عن فعاليتها الحيوية (19-25).

يُعد 2- إيثوكسي إيثانول مُذيباً مُستخدماً على نطاق واسع في التطبيقات التجارية والصناعية. ويسبب الاستنشاق الحاد له بتسمم الحيوانات وتلف الكلى والكبد وتخرش العيون والجلد. ويعمل 2- إيثوكسي إيثانول كليكند عضوي (26,27).

ركّز الباحثون جُلّ اهتمامهم في مجال كيمياء المُعقدات الحاوية على مزيج من الليكندات بسبب دورها المهم في العمليات الفيزيولوجية والحيوية، واستناداً إلى ذلك فإنّ جزءاً كبيراً من الكيمياء التناسقية المدونة تحتوي على مزيج الليكندات الحاوية على ذرات

الكبريت والأوكسجين والنيتروجين مع العناصر الفلزية وبحالات تأكسدية مختلفة (28-30). ونظراً لأهمية البالغة للمعدّات الحاوية على مزيج من الليكندات فقد حضرت داود وجماعتها معقّادات حاوية على مزيج من الليكندات، وتمّ تشخيصها باستخدام تقانات كيميائية وفيزيائية وطيفية (31-33).

تُعدّ تقانة الأمواج الدقيقة من أبرز التقانات التي خطّت خطاً جديداً في أفق تحضير المعدّات الكيميائية بوصفها مصدراً مميّزاً للحرارة. ويُعدّ إشعاع الأمواج الدقيقة إشعاعاً كهرومغناطيسياً يتراوح تردده ما بين 0.3-300 GHz وجميع أفران الأمواج الدقيقة المعدّة تعمل عند تردّد 2.45 GHz وطول موجي 2.24 سم لتجنّب التداخلات (34-37).

تتضمن تقانة الأمواج فوق الصوتية أصوات ذات ترددات أعلى من مدى السمع البشري، ويبلغ مقدار تردد الموجات فوق الصوتية أكثر من 20.000 هرتز، وقد قام العلماء بتطوير عدة استخدامات للموجات فوق الصوتية في مجالي الطب والصناعة، كما دخلت في تحضير المركبات الكيميائية (38-42).

كان لإشعاع الليزر أثر بالغ في الاستخدامات الطبية والصناعات الإلكترونية الدقيقة وغيرها، وتُعدّ تقانة الليزر وسيلة لإنتاج حزمة ضوئية تُستخدم وبكثرة علمياً وتطبيقياً، وتتميّز حزمة الضوء هذه بسيرها بشكل موجّه (43-47).

الهدف من البحث

- 1- تحضير ليكندات الأوكزيم والسميكاربازون بطرائق التصعيد الحراري أو التسخين بأشعة الأمواج الدقيقة أو الأمواج فوق الصوتية.
- 2- تحضير معدّات جديدة للنيلك (II) مع مزيج من ثلاثة ليكندات الأوكزيم والسميكاربازون و 2-ايتوكسي ايثانول بطرق التصعيد الحراري أو التسخين بأشعة الأمواج الدقيقة أو الأمواج فوق الصوتية.
- 3- تشخيص أشكال المعدّات إستناداً إلى استخدام تقانات تحليلية وفيزيائية وطيفية .
- 4- ملاحظة تأثير الليكندات والمعدّات بتسليط أشعة ليزرية عليها.
- 5- ملاحظة تأثير المعدّات قيد الدرس على ثلاثة أنواع من البكتريا المرضية مقارنة مع المادّة القياسية.

الجزء العملي

1- المواد الكيميائية المستخدمة

جُهزت المواد الكيميائية الأولية والمذيبات المستخدمة من قبل شركة Fluka أو BDH أو Sigmaaldrich أو Molekula أو ThomasBaker.

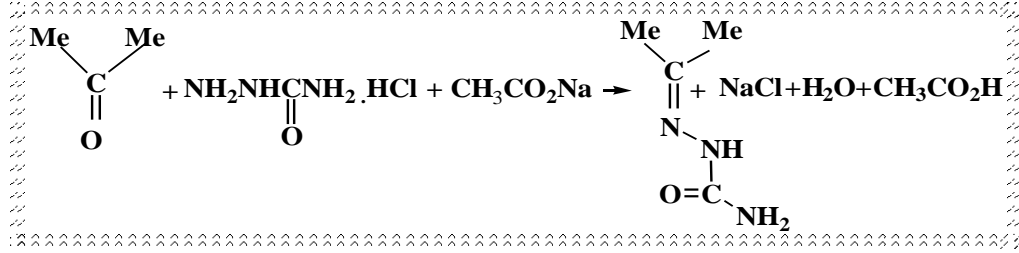
2- تحضير الليكندات

حُضِر الليكندان أسيتون سميكاربازون (ASCH)(48) (شكل 1) ثم أعقب بتحضير الليكند 2،4- ثنائي أوكزيم بنتان (DOXPH2)(48) (شكل 1) باستخدام طريقة التصعيد الحراري وبطريقة التسخين بفرن الأمواج الدقيقة كذلك بالأمواج فوق الصوتية. أذيب (9.602 غم، 0.086 مول) سميكاربازيد و(7.063 غم، 0.086 مول) من خلّات الصوديوم المائية في (10 مل) ماء مُقَطَّر، وأضيف الأسيون (5 مل). وحرك المزيج للحصول على محلول رائق (إذا كان المحلول مُعكّراً سَخّن للحصول على محلول رائق) ووضع المزيج في قنينة مغلقة ووضع المزيج في جهاز الأمواج فوق الصوتية لمدة ساعتين، ورشّح الراسب وغسل بالماء المُقَطَّر البارد (7 مل) ثم بالإيثير البارد (5 مل)، وأعيدت بلورته بالإيثانول (10 مل)، ونتجت بلورات بيضاء من (ASCH)، درجة انصهارها 260م ووزنها الجزيئي (115.137).

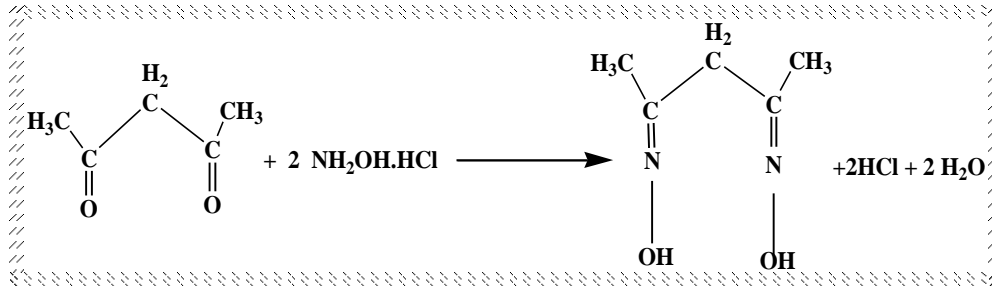
وزن (9.602 غم، 0.086 مول) سيمكاريزايد و (7.063 غم، 0.086 مول) خلّات الصوديوم المائيّة وأضيف إليهما الأستون (5 مل). وحرك المزيج جيّداً إلى أن يصبح متجانساً ووضعه في فرن الأمواج الدقيقة لمُدّة سبع دقائق، وغسل الناتج بالماء المقطّر البارد (5 مل) ثمّ بالإيثر البارد (5 مل) ورشّح الناتج، نتجت بلّورات بيضاء من (ASch)، درجة انصهارها 260 م ووزنها الجزيئي (115.137).

أذيب (6.941 غم، 0.050 مول) هيدروكسيل أمين هيدروكلوريد في (5 مل) ماء مقطّر بالتسخين، أضيف (5 مل) 4،2-ثنائي أون بنتان إلى المحلول أعلاه، وأضيفت خلّات الصوديوم المائيّة (0.25 غم) إلى مزيج التفاعل، ووضعه في قنينة مغلقة ثم وضع في جهاز الأمواج فوق الصوتيّة لمدة ساعتين، ورشّح الراسب وغسل بالإيثانول البارد (15 مل) ثمّ بالإيثر البارد (10 مل). ونتجت بلّورات بيضاء من (DOXPH₂)، درجة انصهارها 152 م ووزنها الجزيئي (130.149).

وزن (6.941 غم، 0.050 مول) هيدروكسيل أمين هيدروكلوريد و 4،2-ثنائي أون بنتان و (0.25 غم) خلّات الصوديوم المائيّة. وحرك المزيج جيّداً إلى أن يصبح متجانساً ووضعه في فرن الأمواج الدقيقة لمُدّة خمس دقائق وغسل الناتج بالماء المقطّر البارد (5 مل) ثمّ بالإيثر البارد (5 مل). ونتجت بلّورات بيضاء من (DOXPH₂)، درجة انصهارها 152 م ووزنها الجزيئي (130.149).



معادلة تحضير الليكند (ASch)



معادلة تحضير الليكند (DOXPH₂)

شكل (1) معادلات تحضير الليكندات

3- تحضير المُعقدات

حضرت العديد من المُعقدات عن طريق تفاعل املاح النيكل (II) مع الليكندات في الوسط المتعادل تقريباً، وأجري التفاعل في وسط مائي بنسبة 1:1:1:1 فلز : ليكند (ASch) : ليكند (DOXPH₂) : ليكند (EtO₂H)، إذ أخذ وزن الملح الفلزي دائماً 0.5 غم مع الكميات المناسبة من الليكندات (الجدول 1). وصعد المزيج حراريّاً لمُدّة ثلاث ساعات ورُكّز المحلول إلى ما قبل الجفاف، وأضيف الإيثانول لإكمال عمليّة الترسيب، ثم رشّح الراسب وغسل بالماء المقطّر البارد ثمّ بالإيثر البارد وجفّف عند درجة (100) م، وفي الوسط القلوي أضيف محلول هيدروكسيد البوتاسيوم (2M) إلى مزيج الملح الفلزي والليكندات (الجدول 1)، وفصل الراسب المتكوّن بالترشيح وغسل بالماء المقطّر البارد ثمّ بالإيثر البارد وجفّف عند درجة (100) م

وحضرت المُعقدات أيضاً في الوسط المتعادل تقريباً من تفاعل أملاح النيكل (II) مع الليكندات بنفس النسب أعلاه (الجدول 1)، سحق المزيج إلى أن يصبح مسحوقاً ناعماً ومتجانساً ووضعه في فرن الأمواج الدقيقة لمدد زمنية، وغسل الناتج بالماء المقطّر البارد (10 مل) ثمّ بالإيثر البارد (5 مل) وجفّف عند درجة (100) م، وفي الوسط القلوي أضيفت كمية من هيدروكسيد البوتاسيوم

الى مزيج الملح الفلزي والليكندات (الجدول 1). وغُسل الناتج بالماء المُقَطَّر البارد ثمَّ بالإيثر البارد وجُفِّف عند درجة (100) م°. وحُصِّرت المعقدات أيضاً في الوسط المتعادل تقريباً من تفاعل محاليل أملاح النيكل (II) مع الليكندات، وأُجْرِي التفاعل في وسط مائي بنسبة 1:1:1:1 باستعمال الأمواج فوق الصوتية لمدد زمنية (الجدول 1)، رُكِّز المحلول إلى ما قبل الجفاف وأُضيف الإيثانول لإكمال الترسيب ورُشِّح الراسب وغُسل بالماء المُقَطَّر البارد ثمَّ بالإيثر البارد وجُفِّف عند درجة (100) م°.

الجدول (1) : أوزان المُركِّبات وصيغتها وظروف التفاعل المُستعملة ونسبة الناتج

| ت | صيغة الملح الكيميائية | وزن EtO ₂ H (غم) | وزن ASch (غم) | وزن DO _x PH ₂ (غم) | pH | ن ون * ون | كمية KOH (ق) أو (غم) | % الناتج | الصيغة المقترحة للمعقدات |
|----|--|-----------------------------|---------------|--|-------|--------------|----------------------|----------|---|
| 1 | Ni(CH ₃ COO) ₂ .6 H ₂ O | 0.181 | 0.2313 | 0.2615 | 6-7 | | | 96.20 | [Ni(ASCH)(DO _x PH ₂)(EtO ₂ H)] (Ac) ₂ |
| 2 | Ni(CH ₃ COO) ₂ .6 H ₂ O | 0.181 | 0.2313 | 0.2615 | 6-7 | د 180 | | 76.70 | [Ni(ASCH)(DO _x PH ₂)(EtO ₂ H)] (Ac) ₂ |
| 3 | Ni(CH ₃ COO) ₂ .6 H ₂ O | 0.181 | 0.2313 | 0.2615 | 6-7 | د 4 | | 89.32 | [Ni(ASCH)(DO _x PH ₂)(EtO ₂ H)] (Ac) ₂ |
| 4 | Ni(CH ₃ COO) ₂ .6 H ₂ O | 0.181 | 0.2313 | 0.2615 | 10-11 | | ق 60 | 77.43 | [Ni(ASCH)(DO _x PH ₂)(EtO ₂ H)] |
| 5 | Ni(CH ₃ COO) ₂ .6 H ₂ O | 0.181 | 0.2313 | 0.2615 | 10-11 | د 6 | 0.337 غم | 91.14 | [Ni(ASCH)(DO _x PH ₂)(EtO ₂ H)] |
| 6 | Ni Cl ₂ .6 H ₂ O | 0.190 | 0.242 | 0.273 | 6-7 | | | 94.98 | [Ni(ASCH)(DO _x PH ₂)(EtO ₂ H)]Cl ₂ |
| 7 | Ni Cl ₂ .6 H ₂ O | 0.190 | 0.242 | 0.273 | 6-7 | د 180 | | 69.39 | [Ni(ASCH)(DO _x PH ₂)(EtO ₂ H)]Cl ₂ |
| 8 | Ni Cl ₂ .6 H ₂ O | 0.190 | 0.242 | 0.273 | 6-7 | د 2 | | 97.96 | [Ni(ASCH)(DO _x PH ₂)(EtO ₂ H)]Cl ₂ |
| 9 | Ni Cl ₂ .6 H ₂ O | 0.190 | 0.242 | 0.273 | 10-11 | | ق 80 | 76.38 | [Ni(ASCH)(DO _x PH ₂)(EtO ₂ H)] |
| 10 | Ni Cl ₂ .6 H ₂ O | 0.190 | 0.242 | 0.273 | 10-11 | د 3 | 0.505 غم | 97.56 | [Ni(ASCH)(DO _x PH ₂)(EtO ₂ H)] |
| 11 | Ni SO ₄ .6 H ₂ O | 0.160 | 0.198 | 0.232 | 6-7 | | | 84.79 | [Ni(ASCH)(DO _x PH ₂)(EtO ₂ H)](SO ₄) ₂ |
| 12 | Ni SO ₄ .6 H ₂ O | 0.160 | 0.198 | 0.232 | 6-7 | د 180 | | 51.72 | [Ni(ASCH)(DO _x PH ₂)(EtO ₂ H)](SO ₄) ₂ |
| 13 | Ni SO ₄ .6 H ₂ O | 0.160 | 0.198 | 0.232 | 6-7 | د 3 | | 97.70 | [Ni(ASCH)(DO _x PH ₂)(EtO ₂ H)](SO ₄) ₂ |
| 14 | Ni SO ₄ .6 H ₂ O | 0.160 | 0.198 | 0.232 | 8-9 | | ق 50 | 70.19 | [Ni(ASCH)(DO _x PH ₂)(EtO ₂ H)] |
| 15 | Ni SO ₄ .6 H ₂ O | 0.160 | 0.198 | 0.232 | 8-9 | د 4 | 0.282 غم | 98.57 | [Ni(ASCH)(DO _x PH ₂)(EtO ₂ H)] |

ن تعني زمن التفاعل بالأمواج فوق الصوتية ون تعني زمن التشعيع بفهرن الأمواج الدقيقة وق قطررة و pH الدالة حامضية .

4- القياسات التحليلية والفيزيائية والطيفية والفعالية الحيوية :

تمَّ حساب كمية الكربون والهيدروجين والنيتروجين والكبريت (CHNS) بجهاز في مركز البحوث العلمية والتطبيقية نوع EuroE3000/Italy - جامعة المستنصرية وفي مركز البحوث العلمية والتطبيقية - تركيا - ديار بكر - جامعة دايكل باستعمال جهاز إيطالي المنشأ من نوع : Instruments Elemental Combustion Costech موديل 4010. كما تمَّ حساب كمية النيكل (49) بجهاز مطياف الامتصاص الذري من نوع Sens AAGBC Scientific Equipment في المعهد التقني الطبي - جامعة التقنية الشمالية. وعُيِّنَت كمية الكلور باستعمال الطريقة الحجمية (التسحيح)(49)، وقيست درجات الإنصهار أو التفتك لليكندات ومُعقداتها المُحصَّرة باستعمال جهاز قياس الانصهار الكهروحراري 9300 وجهاز (Richert-Jung Heizbank) من نوع WME في كلية التربية للعلوم الصرفة - جامعة الموصل وجهاز قياس الإنصهار (DELHI-110034, OPTICS TECHNOLOGY) في المعهد الطبي - جامعة التقنية الشمالية. وقيست التوصيلية الكهربائية للمُعقدات المُحصَّرة باستعمال جهازي التوصيل الكهربائي (Multiline F/SET- (Conductivity Meter-Model LF- و EWTW Wissenschaft Technische Werketattem 82362 Weinheim) (42) باستعمال مُذيب ثنائي مثيل فورماميد وبتركيز 10^{-3} مولاري بدرجة حرارة 25 م°. وقيست المغناطيسية للمُعقدات المُحصَّرة عند

درجة حرارة 25 °م في كلية التربية للعلوم الصرفة- جامعة الموصل باستعمال طريقة فَرادي بجهاز صمّمه (D.F. Evans) نوع((MSB) (SHERWOOD SCIENTIFIC Magnetic Susceptibility) بريطاني المنشأ، وقيست أطيف الأشعة تحت الحمراء لليكندات والمُعقّدات المُحصّرة بجهاز من نوع Model Alpha–Bruker الألماني المنشأ المتواجد في كلية التربية - جامعة تكريت وجهاز في كلية الصيدلة - جامعة الموصل، إذ تمّ قياس النماذج على شكل مسحوق بوضعها مُباشرةً أمام حزمة الأشعة تحت الحمراء، وقيست الأطيف الإلكترونيّة (طيف الأشعة فوق البنفسجيّة- المرئيّة) لليكندات ومُعقّداتها باستخدام جهاز (Shimadzu UV-Visible Spectrophotometer) UV-1650 PC وقد تمّ القياس باستعمال مُذيب ثنائي مثيل فورماميد وبتركيز 10^{-3} و 10^{-1} مولاري وباستعمال خلايا الكوارتز ذات مسار 1 سم في المدى 200-1100 نانومتر وفي درجة حرارة 25 °م. وقيس طيف الكتلة باستخدام جهاز Water–Micromass LCT Electrospray Mass Spectrometer جامعة طهران- إيران.

حُصّرت الليكندات والمُعقّدات بطريقة التسخين بغرن الأمواج الدقيقة موديل MM821AAN نوع Argos–MK92NW ذو قدرة (500 واط)، وكذلك بجهاز الأمواج فوق الصوتية في كلية التربية للعلوم الصرفة- جامعة الموصل. شُعّعت الليكندات والمُعقّدات المُحصّرة الصلبة باستخدام إشعاع ليزري نوع هيليوم - نيون (الليزر المرئي) بجهاز أمريكي المنشأ موديل S. NO 10 2010 ذو قدرة 1 ملي واط وطول موجي 600-700 نانومتر ولفترات زمنيّة تراوحت بين نصف ساعة إلى ساعتين.

اختبرت الفعاليّة الحيويّة لليكندات والمُعقّدات على عدد من البكتريا المرضيّة (*Staphylococcus aureus* و *Streptococcus specie* و *E. coli*) باستخدام تقانة الانتشار على سطح الأكار كمضادّات للبكتريا من قبل قسم علوم الحياة- كلية العلوم- جامعة الموصل.

النتائج والمناقشة

يُمكن التعبير عن تكوّن مُعقّدات النيكل (II) قيد الدرس والمُحصّرة بطريقة التصعيد الحراري وطريقة الأمواج فوق الصوتيّة وبطريقة التسخين بأشعة الأمواج الدقيقة في كلّ من الوسطين المتعادل تقريباً والقلوي كما في المُعادلات الآتية:

$$\text{NiX}_n \cdot 6\text{H}_2\text{O} + \text{AScH} + \text{DOxPH}_2 + \text{EtO}_2\text{H} \rightarrow [\text{Ni}(\text{AScH})(\text{DOxPH}_2)(\text{EtO}_2\text{H})]\text{X}_n + 6\text{H}_2\text{O}$$
$$\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + \text{AScH} + \text{DOxPH} + \text{EtO}_2\text{H} \rightarrow [\text{Ni}(\text{AScH})(\text{DOxPH}_2)(\text{EtO}_2\text{H})] + 6\text{H}_2\text{O}$$
$$\text{NiX}_n \cdot 6\text{H}_2\text{O} + \text{AScH} + \text{DOxPH} + \text{EtO}_2\text{H} + \text{KOH} \rightarrow [\text{Ni}(\text{AScH})(\text{DOxPH})(\text{EtO}_2)] + 2\text{KX}_n + 8\text{H}_2\text{O}$$
$$\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + \text{AScH} + \text{DOxPH} + \text{EtO}_2\text{H} + \text{KOH} \rightarrow [\text{Ni}(\text{AScH})(\text{DOxPH})(\text{EtO}_2)] + \text{K}_2\text{SO}_4 + 8\text{H}_2\text{O}$$

حيث $\text{X} = \text{CH}_3\text{COO}^-$ أو Cl^- و $n = 2$

أثبتت النتائج التحليليّة بأنّ كميّة النيكل والكلور كانت مُتّقة مع الصيغ المُقترحة كما أنّ كميّة الكاربون والهيدروجين والنيتروجين والكبريت والمُدونة في الجدول رقم (2)، كانت مُتّقة أيضاً مع الصيغ المُقترحة.

الجدول (2): النتائج الكمية للعناصر في المعقدات

| ت | %C (عمليا) نظريا | %H (عمليا) نظريا | %N (عمليا) نظريا | %S (عمليا) نظريا | %Cl (عمليا) نظريا | %Ni (عمليا) نظريا |
|----|------------------|------------------|------------------|------------------|-------------------|-------------------|
| 1 | 39.87 | 6.88 | 13.67 | - | - | 11.46 (11.43) |
| 2 | 39.87 (39.79) | 6.88 (6.81) | 13.67 (13.63) | - | - | 11.46 (11.42) |
| 3 | 39.87 | 6.88 | 13.67 | - | - | 11.46 (11.41) |
| 4 | 39.82 (39.77) | 6.94 (6.90) | 17.86 (17.82) | - | - | 14.97 (14.94) |
| 5 | 39.82 | 6.94 | 17.86 | - | - | 14.97 (14.92) |
| 6 | 33.55 (33.52) | 6.28 (6.21) | 15.05 (14.99) | - | 15.26 (15.20) | 12.62 (12.57) |
| 7 | 33.55 (33.50) | 6.28 (6.24) | 15.05 (14.99) | - | 15.26 (15.15) | 12.62 (12.58) |
| 8 | 33.55 | 6.28 | 15.05 | - | 15.26 (15.10) | 12.62 (12.58) |
| 9 | 39.82 | 6.94 | 17.86 | - | - | 14.97 (14.93) |
| 10 | 39.82 (39.75) | 6.94 (6.87) | 17.86 (17.83) | - | - | 14.97 (14.92) |
| 11 | 31.86 (31.81) | 5.96 (5.91) | 14.29 (14.22) | 6.54 (6.49) | - | 11.98 (11.91) |
| 12 | 31.86 | 5.96 | 14.29 (14.20) | 6.54 | - | 11.98 (11.94) |
| 13 | 31.86 (31.78) | 5.96 (5.89) | 14.29 (14.23) | 6.54 (6.47) | - | 11.98 (11.93) |
| 14 | 39.82 | 6.94 | 17.86 | - | - | 14.97 (14.93) |
| 15 | 39.82 (39.76) | 6.94 (6.88) | 17.86 (17.82) | - | - | 14.97 (14.91) |

أكدت النتائج الكمية والمعادلات المذكورة في أعلاه أن النسبة المولية للتفاعل هي 1:1:1:1 (نيكل: ليكند: ASCH: ليكند DOxPH2: ليكند EtO2H)، كانت المعقدات الناتجة مواداً صلبة ملونةً ومُسْتَقَرَّةً، وذوات شحنة موجبة (+2) في الوسط المتعادل قليلاً (الدالة الحامضية = 6-7)، في حين نتجت معقدات متعادلة الشحنة في الوسط القلوي. وتذوب المعقدات في مذيب ثنائي مثيل فورماميد DMF إلا أنها قليلة الذوبان جداً في مذيب ثنائي مثيل سلفوكسيد وعديمة الذوبان في مذيبي الإيثانول والميثانول. كما أن المعقدات تنصهر وبعضها الآخر يتفكك، تبين من قياسات الموصلية الكهربائية أن المعقدات المحضرة في الوسط المتعادل قليلاً (الدالة الحامضية = 6-7) تكون موصلة إلكتروليتيّة بنسبة 2:1 (50)، في حين تسلك المعقدات المحضرة في الوسط القلوي سلوك المركبات المتعادلة فهي غير إلكتروليتيّة (50)، وأعطت القياسات المغناطيسية لمعقدات النيكل قيماً تتحصر بين (2.7170-3.2596) بور مغناطون، مما يرجح كون ذرة النيكل سداسية التناسق ذات شكل ثماني السطوح عالي البرم (51). كما هو مبين في الجدول رقم (3).

الجدول (3) : الصفات الفيزيائية للمُعقدات المُحضّرة

| ت | اللون | درجة الإنصهار أو التفكك (°م) | Λ_M^* | μ_{eff} (B.M) | M.wt** |
|----|-------------|---------------------------------|---------------|-----------------------------|----------|
| 1 | اخضر فاتح | 195* | 155 | 3.2444 | 512.2126 |
| 2 | اخضر فاتح | 195* | 156 | 3.2305 | 512.2126 |
| 3 | اخضر فاتح | 195* | 154 | 3.2159 | 512.2126 |
| 4 | زيتوني فاتح | 280 | 2 | 3.2112 | 392.1052 |
| 5 | زيتوني فاتح | 280 | 3 | 3.1997 | 392.1052 |
| 6 | اخضر مصفر | 200* | 169 | 3.2596 | 465.3726 |
| 7 | اخضر مصفر | 200* | 170 | 3.3080 | 465.3726 |
| 8 | اخضر مصفر | 200* | 168 | 3.2147 | 465.3726 |
| 9 | زيتوني فاتح | 264 | 7 | 3.2112 | 392.1052 |
| 10 | زيتوني فاتح | 264 | 6 | 3.2440 | 392.1052 |
| 11 | اخضر فاتح | 243 | 163 | 3.2006 | 490.1729 |
| 12 | اخضر فاتح | 243 | 162 | 3.1879 | 490.1729 |
| 13 | اخضر فاتح | 243 | 162 | 3.2161 | 490.1729 |
| 14 | زيتوني فاتح | 264 | 2 | 3.2338 | 392.1052 |
| 15 | زيتوني فاتح | 264 | 3 | 3.2444 | 392.1052 |

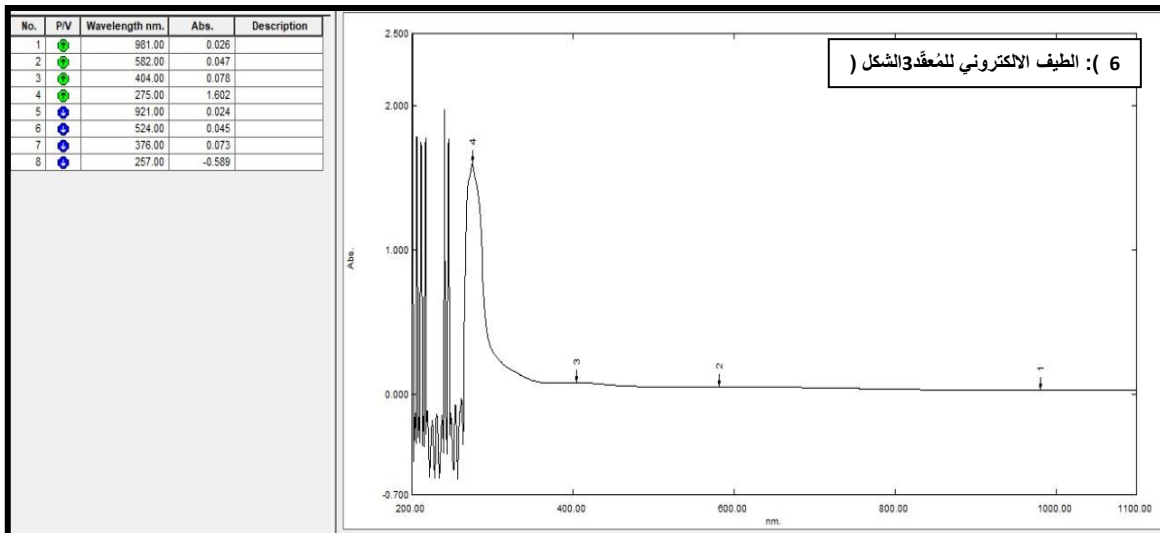
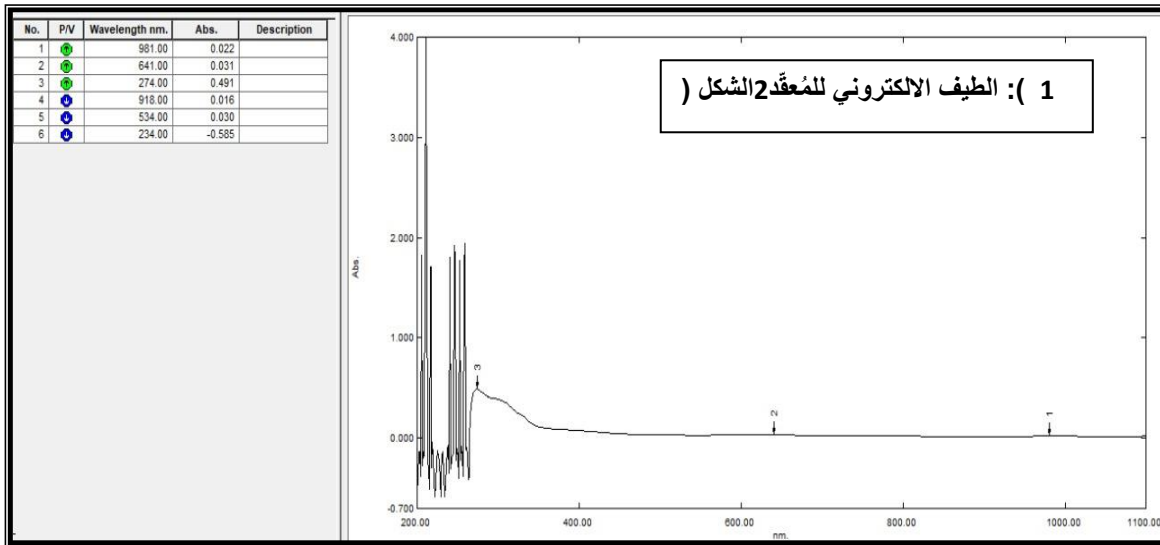
* Λ_M = التوصيلية المولارية . ** M.wt = الوزن الجزيئي المحسوب نظرياً

الأطياف فوق البنفسجية - المرئية

أعطت المُعقدات المُحضّرة أطياف d-d فضلاً عن أطياف انتقال الشحنة، أظهرت الأطياف الإلكترونية لمُعقدات النيكل (II) حزمتي امتصاص في المدى 14970.06 - 17182.13 سم-1 تعود إلى الانتقال $3A_2g \leftarrow 3T_1g(v_2)$ $23263.47 - 24752.48$ سم-1 تعود إلى الانتقال $3A_2g \leftarrow 3T_1g(P)(v_3)$ أما الحزمة v_1 التي تعود للانتقال $3A_2g \leftarrow 3T_2g(F)$ فقد تم حسابها، يؤكد ظهور هذه الحزم أنّ لمُعقدات النيكل (II) هذه بنية ثمانية السطوح عالي البرم (52-53)، تم حساب قيم التنافر الإلكتروني (معامل راکا) B لجميع المُعقدات أعلاه الثمانية السطوح (54)، وتُعزى قيم B الواطنة للمُعقدات المُحضّرة مقارنة مع عامل راکا لأيون النيكل (II) الحر ($B^\circ = 1084$ سم-1) إلى السحب الإلكتروني في الأغلفة الخارجية المملوءة جزئياً للنيكل (II) بتأثير المجال، فكلما قلت قيمة B يزداد السحب، وعليه تزداد الخاصية التساهمية للأصرة بين الفلز والليكند M-L (52,53). وتقترب النسبة β المحسوبة للمُعقدات 0.47-1.12 سم-1 وجود مدى واسع من الخصائص التساهمية في أوامر فلز-ليكند. ولقد حُسبت قيم B و β و Dq لمُعقدات النيكل (II) باستخدام العلاقات الأتية: $v_1 = 10Dq$ و $\beta = B/B^\circ$ (54) .

الجدول (4): نتائج الطيف فوق البنفسجي - المرئي وعوامل راكا

| C.F.S.E (cm ⁻¹) | β | ν_3/ν_2 | ν_3/ν_1 | ν_2/ν_1 | Dq/B | 10Dq (cm ⁻¹) | B (cm ⁻¹) | C.T (cm ⁻¹) | ν_3 (cm ⁻¹) | ν_2 (cm ⁻¹) | ν_1 (cm ⁻¹) | رقم المعقد |
|-----------------------------|---------|---------------|---------------|---------------|------|--------------------------|-----------------------|-------------------------|-----------------------------|-----------------------------|-----------------------------|------------|
| 12232.42 | 0.59 | 1.57 | 2.40 | 1.53 | 1.6 | 1019.37 | 635.39 | 36496.35 | 24430.57 | 15600.62 | 10193.68 | 1 |
| 12232.42 | 0.59 | 1.57 | 2.40 | 1.53 | 1.6 | 1019.37 | 635.39 | 36496.35 | 24430.57 | 15600.62 | 10193.68 | 2 |
| 12232.42 | 0.59 | 1.57 | 2.40 | 1.53 | 1.6 | 1019.37 | 635.39 | 36496.35 | 24430.57 | 15600.62 | 10193.68 | 3 |
| 12207.53 | 0.47 | 1.55 | 2.28 | 1.47 | 2.0 | 1017.29 | 509.72 | 37037.04 | 23263.47 | 14970.06 | 10172.94 | 4 |
| 12207.53 | 0.47 | 1.55 | 2.28 | 1.47 | 2.0 | 1017.29 | 509.72 | 37037.04 | 23263.47 | 14970.06 | 10172.94 | 5 |
| 12232.42 | 1.12 | 1.44 | 3.16 | 2.16 | 0.8 | 1019.37 | 1213.36 | 36363.64 | 24752.48 | 17182.13 | 10193.68 | 6 |
| 12232.42 | 1.12 | 1.44 | 3.16 | 2.16 | 0.8 | 1019.37 | 1213.36 | 36363.64 | 24752.48 | 17182.13 | 10193.68 | 7 |
| 12232.42 | 1.12 | 1.44 | 3.16 | 2.16 | 0.8 | 1019.37 | 1213.36 | 36363.64 | 24752.48 | 17182.13 | 10193.68 | 8 |
| 12207.53 | 0.47 | 1.56 | 2.28 | 1.47 | 2.0 | 1017.29 | 509.72 | 37037.04 | 23263.47 | 14970.06 | 10172.94 | 9 |
| 12207.53 | 0.47 | 1.56 | 2.28 | 1.47 | 2.0 | 1017.29 | 509.72 | 37037.04 | 23263.47 | 14970.06 | 10172.94 | 10 |
| 12121.21 | 0.59 | 1.57 | 2.40 | 1.54 | 1.5 | 1010.10 | 663.41 | 37037.03 | 24354.46 | 15552.10 | 10101.01 | 11 |
| 12121.21 | 0.59 | 1.57 | 2.40 | 1.54 | 1.5 | 1010.10 | 663.41 | 37037.03 | 24354.46 | 15552.10 | 10101.01 | 12 |
| 12121.21 | 0.59 | 1.57 | 2.40 | 1.54 | 1.5 | 1010.10 | 663.41 | 37037.03 | 24354.46 | 15552.10 | 10101.01 | 13 |
| 12207.53 | 0.47 | 1.55 | 2.28 | 1.47 | 2.0 | 1017.29 | 509.72 | 37037.04 | 23263.47 | 14970.06 | 10172.94 | 14 |
| 12207.53 | 0.47 | 1.55 | 2.28 | 1.47 | 2.0 | 1017.29 | 509.72 | 37037.04 | 23263.47 | 14970.06 | 10172.94 | 15 |



أطياف الأشعة تحت الحمراء

سجلنا أطياف الأشعة تحت الحمراء لليكندات ASCH و DOXPH₂ و EtO₂H ومُعقداتها في المدى 400-4000 سم⁻¹، والجدول (6) يُبين قيم الحزم ذات العلاقة ومواقعها في هذه الأطياف. تمت دراسة مواقع التناسق لليكندات وتكوّن الأواصر بين الفلز - الليكند بمقارنة أطياف الأشعة تحت الحمراء لليكندات الحرة ومُعقداتها. وظهر التردد الامتطاطي لمجموعة الأزوميثين لليكند الأوكزيم في المنطقة (1662) سم⁻¹ وعند تناسق هذا الليكند مع الأيون الفلزي في الوسط المُتعادل قليلاً (6-7) لوحظ أنّ الحزمة تتراح نحو تردد أقل، تُوضّح هذه الإزاحة قلة خاصية الأصرة المزدوجة في مجموعة الأزوميثين ويدل على تناسق مجموعتي الأزوميثين مع الأيون الفلزي (56,55). وظهر التردد الامتطاطي لمجموعة N-O في المنطقة (989) سم⁻¹ وعند التناسق مع الأيون الفلزي لوحظ إزاحة نحو تردد أعلى، وهذا يدل على تناسق ذرتي نتروجين الأوكزيم (56). يظهر التردد الامتطاطي لمجموعة OH في منطقة (3184-3109) سم⁻¹، ولوحظ عند تناسق ليكند الأوكزيم مع الأيون الفلزي في الوسط المُتعادل قليلاً (6-7) أنّها تُتراح نحو تردد أقل بسبب تناسق نتروجين الأوكزيم مع الأيون الفلزي، أما في الوسط القلوي فنتيجة إزالة بروتون من مجموعة OH واحدة فقط، فيزال بروتون واحد فقط ويبقى البروتون الآخر غير مُزال (57).

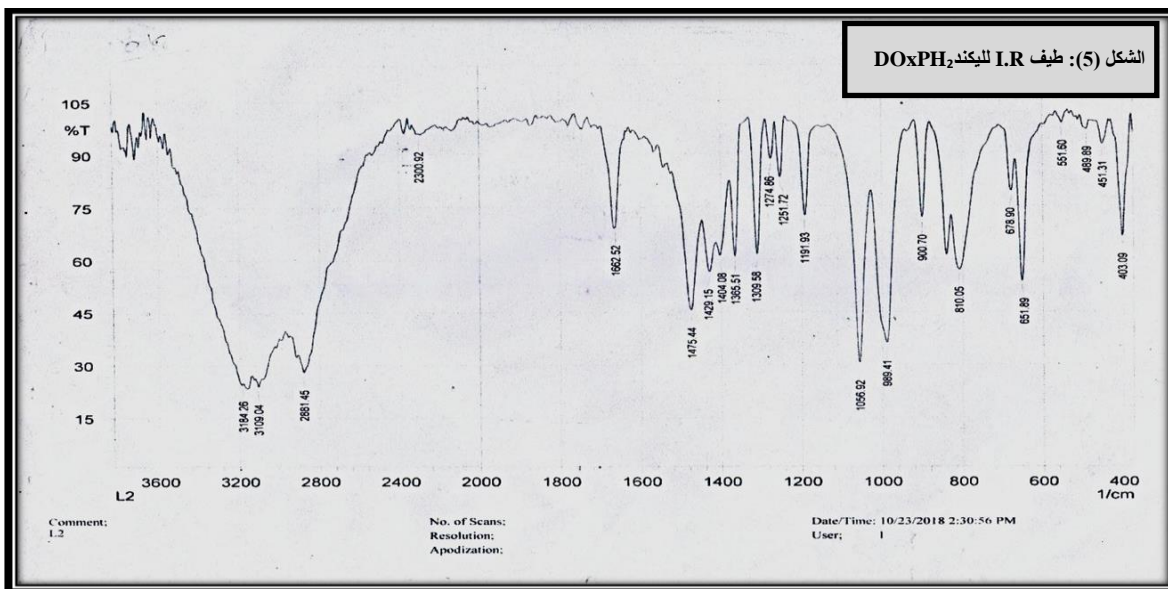
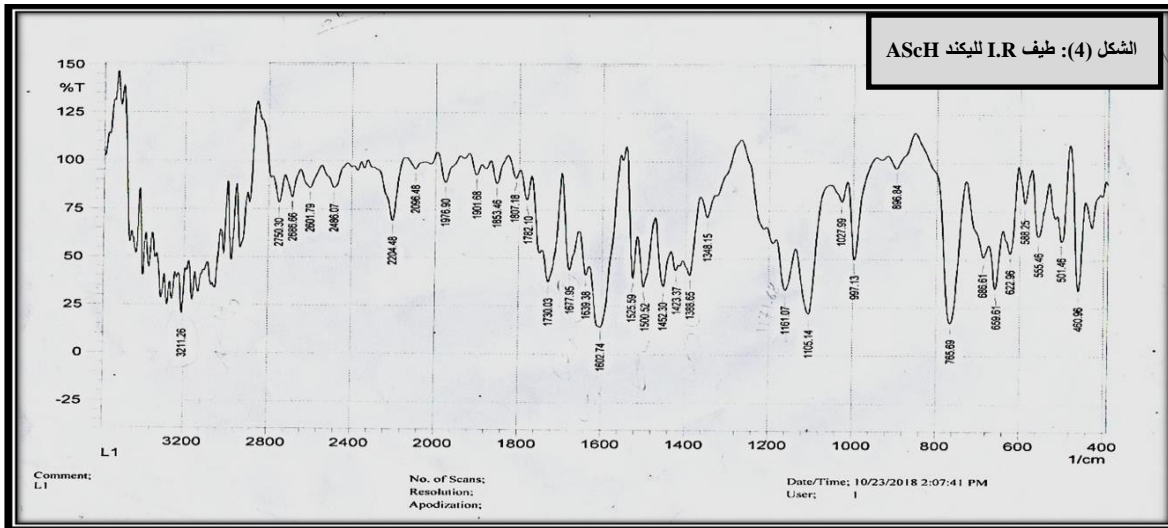
ظهر التردد الامتطاطي لمجموعة الأزوميثين لليكند السميكاربازون في المنطقة (1678) سم⁻¹، وعند تناسق هذا الليكند مع أيون النيكل (II) لوحظ أنّ الحزمة تُتراح نحو تردد أوطأ يدل على تناسق مجموعة الأزوميثين مع الأيون الفلزي (55). ظهر التردد الامتطاطي لمجموعة الكاربونيل لليكند في المنطقة (1730) سم⁻¹ عند تناسق هذا الليكند مع أيون النيكل (II) في الوسط المُتعادل تقريباً، لوحظ أنّ الحزمة تُتراح نحو تردد أوطأ وذلك بسبب تناسق ذرة الأوكسجين الكاربونيلية مع الأيون الفلزي (55). أما في الوسط القلوي فقد اختفت هذه الحزمة نتيجة تحوّل صيغة الكيتو إلى صيغة الإينول، إذ ظهرت حزمة C-O عند تردد (1118-1111) سم⁻¹، كما لوحظ ظهور حزمة عند 1400 سم⁻¹ تعود إلى تردد الانحناء للمجموعة OH الإينولية ممّا يُعزّز ارتباط الأيون الفلزي مع الليكند أعلاه عن طريق ذرة الأوكسجين الإينولية، وأنّ ظهور حزم حادة وقوية عند 1635-1631 سم⁻¹ و 1581-1571 سم⁻¹ تُشخص وجود $u(C=N)+u(O-C=N)$ و $u(C=N)=N=C$ على التوالي، التي تُعدّ إثباتاً على تكوّن الشكل الإينولي في الوسط القلوي (58)، ظهرت حزمة NH في الليكند عند (3211) سم⁻¹، وعند تكوين المُعقدات يصبح الحال أكثر تعقيداً بسبب العديد من العوامل (55) منها: تأثير الأصرة الهيدروجينية (يحدث عادة إنكسار بالأصرة الهيدروجينية عند التناسق مُسبباً إزاحة التردد الامتطاطي لمجموعة NH نحو تردد أعلى) وتأثير التناسق (الذي يُسبب إزاحة الحزمة نحو تردد أوطأ)، فضلاً عن وجود العديد من المجاميع الأخرى التي تظهر في الموقع أعلاه (على سبيل المثال OH و NH₂)، ومهما يكن ففي حالة المُعقدات المُتكوّنة في الوسط المُتعادل تُظهر حزمة NH في الموقع نفسه تقريباً، ومن المتوقع عدم وجود تناسق بين ذرة نتروجين الأميدو مع الأيون الفلزي ممّا يُعزّز الشكل الكيتوني (C=O) في الليكند. أما في حالة المُعقدات المُحضّرة في الوسط القلوي فبسبب وجود الأواصر الهيدروجينية يتعدّر ملاحظة اختفاء NH، وعلى أية حال فمن المؤكّد اختفاء هذه الحزمة في الوسط القلوي بسبب الشكل الإينولي في الليكند أعلاه (55). كما أظهر طيف IR لليكند أعلاه حزمة عند (1445 سم⁻¹) تعود إلى تردد الانحناء لمجموعة NH₂، ولوحظ بقاؤها في الموقع نفسه في أطياف جميع المُعقدات، ممّا يدل على عدم تناسق هذه المجموعة مع الأيون الفلزي (55).

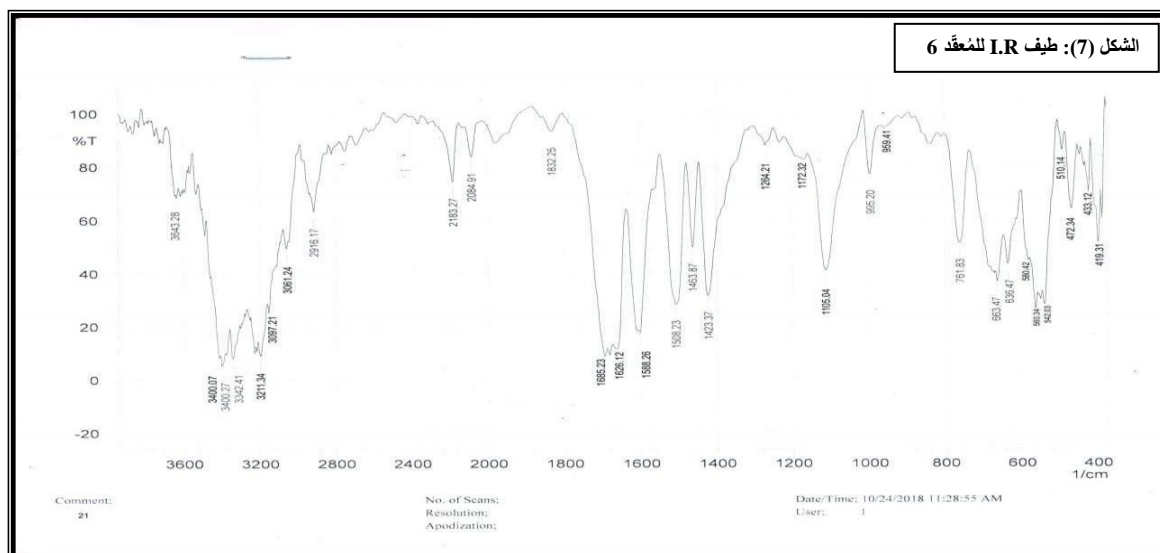
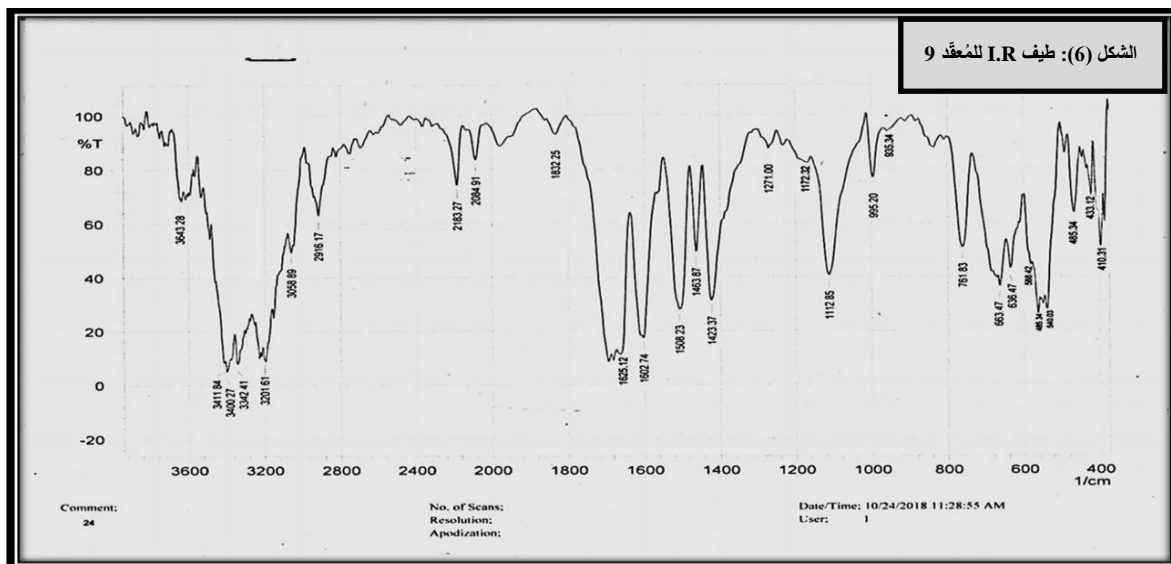
يظهر التردد الامتطاطي لمجموعة C-O الكحولية في الليكند EtO₂H عند (1230-1000) سم⁻¹، وعند الارتباط مع الأيون الفلزي تتراح نحو تردد أعلى (1172-1105)، هذا يدل على ارتباطها مع الأيون الفلزي. ويظهر التردد الامتطاطي لمجموعة C-O-C الكحولية في الليكند عند (1230-1000) سم⁻¹، وعند الارتباط مع الأيون الفلزي تتراح نحو تردد أعلى (1195-1271) سم⁻¹، هذا يدل على الارتباط مع الأيون الفلزي (55). يظهر التردد الامتطاطي لمجموعة O-H في الليكندات عند (3446) سم⁻¹، ويعود المدى الواسع إلى وجود الأصرة الهيدروجينية، ولوجود العديد من المجاميع الأخرى (NH و NH₂) التي تظهر في نفس المنطقة، ونظراً لوجود العديد من المجاميع فمن الصعوبة ملاحظة الإزاحة والتأكد من التناسق، تعود الحزمة التي ظهرت في الموقع 1330 سم⁻¹ إلى تردد الانحناء لمجموعة OH الكحولية، وفي المُعقدات لوحظ إزاحة هذه الحزمة إلى تردد أوطأ

مما يدل على اشتراك هذه المجموعة في التناسق مع الأيونات الفلزية (55). عند قياس طيف الأشعة تحت الحمراء للمُعقدات الفلزية الحاوية على الخلّات في الوسط المُتعادل تقريباً (6-7)، فقد لوحظ ظهور حزمة عند 1417-1414 سم-1 و 1523-1520 سم-1 تعود إلى الارتباط الأيوني لمجموعة الخلّات (55)، لكن هذه الحزم لا تظهر للمُعقدات المُحصّرة في الوسط القلوي، وهذا يدل على عدم وجود مجموعة الخلّات، ويتطابق مع قياسات التوصيل الكهربائي، ظهر التردد الامتطاطي للكلوريد عند 560-554 سم-1، وأنّ هذا التردد يعود إلى الأصرة الأيونية بين الكلور والنيكل (55) في المُعقدات المُحصّرة في الوسط المُتعادل تقريباً (6-7)، أمّا المُعقدات المُحصّرة في الوسط القلوي لا يظهر لها حزم، وهذا يتطابق مع قياسات التوصيل الكهربائي، أعطت مجموعة الكبريتات حزم في الوسط المُتعادل تقريباً (6-7)، الأولى عند 1139-1137 سم-1 والثانية عند 672-669 سم-1 تدل على ارتباط جذر الكبريتات بشكل أيوني (55)، أمّا المُعقدات المُحصّرة في الوسط القلوي لا يظهر لها حزم، وهذا يتطابق مع قياسات التوصيل الكهربائي، تعطي مجموعة M-N حزمة عند تردد 485-409 سم-1 ومجموعة M-O تعطي حزمة 595-510 سم-1 ظهور هذه الحزم يُعزّز تكوّن المُعقدات (16,29).

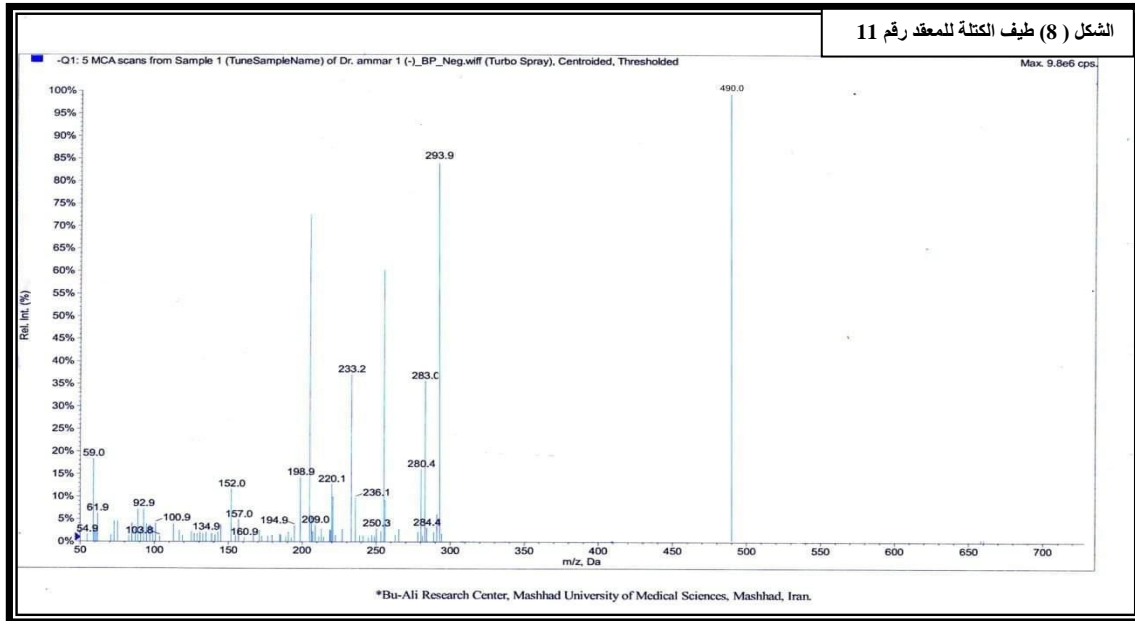
الجدول (5) : نتائج طيف الأشعة تحت الحمراء (سم-1)

| ν _{M-O} | ν _{M-N} | ν _{Cl⁻} | ν _{SO₄²⁻} | ν _{AcO⁻} | ν _{O-H} ; ν _{NH₂} ; δ _{NH₂} | Alcohol | | Oxim | | Semi | | | ت |
|------------------|------------------|-----------------------------|--|------------------------------|--|--------------------|------------------|-------------------------------------|------------------|------------------|---|------------------|---------------------------------|
| | | | | | | ν _{C-O-C} | ν _{C-O} | ν _{O-H} ν _{NO} | ν _{C=N} | ν _{N-H} | ν _{C=O} or ν _{C-O} | ν _{C=N} | |
| - | - | - | - | - | 1445 | - | - | - | - | 3211 | 1730 | 1678 | ASCH |
| - | - | - | - | - | - | - | - | 3109-3184 989 | 1662 | - | - | - | DO _x PH ₂ |
| - | - | - | - | - | 3446 | 1000-1230 | 1000-1230 | - | - | - | - | - | EtO ₂ H |
| 515, 535 590 | 410, 420 460 | - | - | 1417 1523 | 3391 1445 | 1270 | 1145 | 3045-3205 994 | 1594 | 3205 | 1693 | 1628 | 1 |
| 517, 537 585 | 413, 425 463 | - | - | 1414 1520 | 3395x1 445 | 1271 | 1143 | 3041-3206 999 | 1592 | 3206 | 1682 | 1623 | 2 |
| 516, 533 587 | 411, 422 462 | - | - | 1416 1522 | 3390 1445 | 1268 | 1140 | 3046-3204 999 | 1600 | 3204 | 1690 | 1625 | 3 |
| 530, 556 595 | 420, 450 478 | - | - | - | 3391 1445 | 1262 | 1137 | 3059-3192 995 | 1605 | - | - 1118 | 1621 | 4 |
| 532, 554 590 | 421, 449 475 | - | - | - | 3396 1445 | 1263 | 1139 | 3051-3193 999 | 1594 | - | - 1114 | 1623 | 5 |
| 510, 542 580 | 419, 433 472 | 560 | - | - | 3400 1445 | 1264 | 1105 | 3061-3097 999 | 1588 | 3211 | 1685 | 1626 | 6 |
| 512, 540 575 | 422, 430 470 | 554 | - | - | 3399 1445 | 1263 | 1107 | 3064-3098 997 | 1589 | 3210 | 1687 - | 1625 | 7 |
| 515, 535 582 | 420, 431 468 | 558 | - | - | 3398 1445 | 1266 | 1106 | 3066-3097 995 | 1590 | 3207 | 1685 - | 1627 | 8 |
| 520, 542 588 | 425, 433 485 | - | - | - | 3412 1445 | 1257 | 1172 | 3059-3202 995 | 1603 | - | - 1112* | 1625 | 9 |
| 523, 540 586 | 423, 435 482 | - | - | - | 3410 1445 | 1259 | 1169 | 3035-3203 998 | 1605 | - | - 1113* | 1624 | 10 |
| 530, 557 585 | 411, 420 459 | - | 670 1139 | - | 3392 1445 | 1263 | 1147 | 3064-3208 899 | 1605 | 3208 | 1693 - | 1624 | 11 |
| 528, 558 586 | 409, 435 470 | - | 669 1137 | - | 3393 1445 | 1260 | 1142 | 3065-3210 999 | 1606 | 3210 | 1695 - | 1625 | 12 |
| 525,556 589 | 413, 432 469 | - | 672 1138 | - | 3395 1445 | 1263 | 1144 | 3035-3208 998 | 1604 | 3208 | 1693 - | 1622 | 13 |
| 515, 530 572 | 410, 432 462 | - | - | - | 3400 1445 | 1198 | 1130 | 3057-3211 995 | 1603 | - | - 111*1 | 1621 | 14 |
| 519, 532 569 | 413, 430 460 | - | - | - | 3404 1445 | 1195 | 1133 | 3055-3209 995 | 1605 | - | - 1113* | 1623 | 15 |





إنّ جهاز طيف الكتلة يعمل على تأيين الجزيئات وكذلك أجزاءها في الحالة الغازية، ويُمكن بواسطته إيجاد النسب للمواد التي لها نسب (الكتلة الشحنة) مختلفة، فكلما احتوت الجزيئة على ذرات أكثر كلما أصبح طيفها الكتلي أكثر تعقيداً، إذ قد تنكسر بعض الأواصر في الجزيئة وتتكوّن دقائق أو ذرات أقل كتلة (جميع هذه الدقائق والذرات تكون بشكل أيونات موجبة). ويُفيد طيف الكتلة في تعيين الشكل الفضائي للجزيئات(33). قمنا بقياس طيف الكتلة (الشكل 1) للمُعقد رقم 11 ذات الصيغة $[Ni(ASCH)(DOXPH_2)(EtO_2H)](SO_4)_2$ والمُبيّنة في الشكل (1) ولقد جاءت النتائج مُطابقة لتوقعاتنا.



شُغعت جميع المركبات قيد الدرس بأشعة الليزر لمدة زمنية انحصرت من نصف ساعة إلى ساعتين ونصف، لاحظنا أن جميع الليكنيدات لا تتأثر بهذا النوع من الإشعاع، فهي لا تنصهر ولا تتفكك من خلال نتائج درجة الانصهار أو التفكك، والأطياف الإلكترونية، انظر الجدول (6-8). وأعقب ذلك تشيع جميع المعقدات المحضرة الصلبة بأشعة الليزر لمدة زمنية كما في أعلاه، ولو حظ أن معظم المعقدات مستقرة تجاه هذا النوع من الإشعاع عبر قياس درجة الانصهار أو التفكك والتوصيلية المولارية والأطياف الإلكترونية (47).

الجدول (6) : نتائج تشيع الليكنيدات بأشعة الليزر

| ل | ن(ساعة) | د(م) | ل | ن(ساعة) | د(م) |
|------|-----------------------------------|------|-----|---------|------|
| ASCH | DO _{x2} H ₂ P | 152 | 0.0 | 260 | 0.0 |
| | | 152 | 0.5 | 259 | 0.5 |
| | | 152 | 1.0 | 259 | 1.0 |
| | | 152 | 1.5 | 258 | 1.5 |
| | | 151 | 2.0 | 259 | 2.0 |
| | | 151 | 2.5 | 258 | 2.5 |

الجدول (7) : نتائج تشييع المُعقدات المُحضرة في الوسط المتعادل قليلاً بأشعة الليزر

| رقم المعقد | ن (ساعة) | د (م) | ص | U ₁ (سم ⁻¹) | رقم المعقد | ن (ساعة) | د (م) | ص | U ₁ (سم ⁻¹) | رقم المعقد | ن (ساعة) | د (م) | ص | U ₁ (سم ⁻¹) | | |
|------------|----------|-------|-----|------------------------------------|------------|----------|-------|-----|------------------------------------|------------|----------|-------|-----|------------------------------------|-----|----------|
| 1 | 0.0 | 195* | 155 | 10193.68 | 2 | 0.0 | 195* | 156 | 10193.68 | 3 | 0.0 | 195* | 154 | 10193.68 | | |
| | 0.5 | 195* | 156 | 10193.68 | | 0.5 | 195* | 154 | 10193.68 | | 0.5 | 194* | 156 | 195* | 156 | 10193.68 |
| | 1.0 | 196* | 154 | 10193.68 | | 1.0 | 196* | 154 | 10193.68 | | 1.0 | 195* | 156 | 196* | 154 | 10193.68 |
| | 1.5 | 196* | 156 | 10193.68 | | 1.5 | 196* | 156 | 10193.68 | | 1.5 | 195* | 155 | 196* | 156 | 10193.68 |
| | 2.0 | 196* | 156 | 10193.68 | | 2.0 | 195* | 155 | 10193.68 | | 2.0 | 196* | 155 | 196* | 156 | 10193.68 |
| | 2.5 | 194* | 155 | 10193.68 | | 2.5 | 194* | 155 | 10193.68 | | 2.5 | 195* | 155 | 196* | 155 | 10193.68 |
| 6 | 0.0 | 200* | 169 | 10193.68 | 7 | 0.0 | 200* | 170 | 10193.68 | 8 | 0.0 | 200* | 168 | 10193.68 | | |
| | 0.5 | 200* | 169 | 10193.68 | | 0.5 | 201* | 170 | 10193.68 | | 0.5 | 200* | 169 | 200* | 169 | 10193.68 |
| | 1.0 | 200* | 168 | 10193.68 | | 1.0 | 201* | 168 | 10193.68 | | 1.0 | 199* | 170 | 200* | 168 | 10193.68 |
| | 1.5 | 199* | 169 | 10193.68 | | 1.5 | 200* | 170 | 10193.68 | | 1.5 | 199* | 170 | 200* | 169 | 10193.68 |
| | 2.0 | 199* | 168 | 10193.68 | | 2.0 | 199* | 169 | 10193.68 | | 2.0 | 200* | 169 | 200* | 169 | 10193.68 |
| | 2.5 | 201* | 170 | 10193.68 | | 2.5 | 201* | 168 | 10193.68 | | 2.5 | 201* | 169 | 201* | 169 | 10193.68 |
| 11 | 0.0 | 243 | 163 | 10101.01 | 12 | 0.0 | 243 | 162 | 10101.01 | 13 | 0.0 | 243 | 165 | 10101.01 | | |
| | 0.5 | 244 | 163 | 10101.01 | | 0.5 | 243 | 163 | 10101.01 | | 0.5 | 244 | 165 | 244 | 165 | 10101.01 |
| | 1.0 | 243 | 162 | 10101.01 | | 1.0 | 244 | 162 | 10101.01 | | 1.0 | 243 | 165 | 243 | 165 | 10101.01 |
| | 1.5 | 241 | 165 | 10101.01 | | 1.5 | 244 | 163 | 10101.01 | | 1.5 | 243 | 163 | 243 | 163 | 10101.01 |
| | 2.0 | 241 | 162 | 10101.01 | | 2.0 | 243 | 165 | 10101.01 | | 2.0 | 243 | 162 | 243 | 162 | 10101.01 |
| | 2.5 | 244 | 165 | 10101.01 | | 2.5 | 243 | 165 | 10101.01 | | 2.5 | 241 | 162 | 241 | 162 | 10101.01 |

الجدول (8) : نتائج تشييع المُعقدات المُحضرة في الوسط القلوي بأشعة الليزر

| رقم المعقد | ن (ساعة) | د (م) | ص | U ₁ (سم ⁻¹) | رقم المعقد | ن (ساعة) | د (م) | ص | U ₁ (سم ⁻¹) |
|------------|----------|-------|---|------------------------------------|------------|----------|-------|---|------------------------------------|
| 4 | 0.0 | 265 | 2 | 10172.94 | 5 | 0.0 | 265 | 3 | 10172.94 |
| | 0.5 | 265 | 3 | 10172.94 | | 0.5 | 265 | 3 | 10172.94 |
| | 1.0 | 265 | 3 | 10172.94 | | 1.0 | 265 | 3 | 10172.94 |
| | 1.5 | 265 | 3 | 10172.94 | | 1.5 | 267 | 3 | 10172.94 |
| | 2.0 | 267 | 3 | 10172.94 | | 2.0 | 267 | 3 | 10172.94 |
| | 2.5 | 267 | 3 | 10172.94 | | 2.5 | 267 | 3 | 10172.94 |
| 9 | 0.0 | 265 | 7 | 10172.94 | 10 | 0.0 | 265 | 8 | 10172.94 |
| | 0.5 | 265 | 8 | 10172.94 | | 0.5 | 264 | 8 | 10172.94 |
| | 1.0 | 265 | 8 | 10172.94 | | 1.0 | 264 | 7 | 10172.94 |
| | 1.5 | 264 | 8 | 10172.94 | | 1.5 | 264 | 7 | 10172.94 |
| | 2.0 | 264 | 8 | 10172.94 | | 2.0 | 264 | 7 | 10172.94 |
| | 2.5 | 264 | 8 | 10172.94 | | 2.5 | 264 | 7 | 10172.94 |
| 14 | 0.0 | 265 | 2 | 10172.94 | 15 | 0.0 | 265 | 3 | 10172.94 |
| | 0.5 | 265 | 2 | 10172.94 | | 0.5 | 265 | 3 | 10172.94 |
| | 1.0 | 265 | 3 | 10172.94 | | 1.0 | 265 | 3 | 10172.94 |
| | 1.5 | 265 | 3 | 10172.94 | | 1.5 | 265 | 3 | 10172.94 |
| | 2.0 | 265 | 3 | 10172.94 | | 2.0 | 265 | 2 | 10172.94 |
| | 2.5 | 265 | 3 | 10172.94 | | 2.5 | 265 | 2 | 10172.94 |

أظهرت نتائج تقييم الفعالية الحيوية للبيكتينات والمُعقدات قيد الدرس على البكتيريا المرضية (*Staphylococcus aureus*) و(*Streptococcus specie*) و(*E. coli*) كما مبين في الجدول ادناه

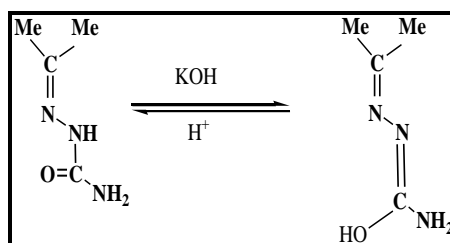
الجدول (9): الفعالية مضادة البكتريا للبيكندات و للمعدّات

| المعدّد | <i>Streptococcus species</i> | | | <i>Staphylococcus aureus</i> | | | <i>E. coli</i> | | |
|---------------------------------|------------------------------|--------------|--------------|------------------------------|--------------|--------------|----------------|--------------|--------------|
| | 500 µg/ml | 250 µg/ml | 125 µg/ml | 500 µg/ml | 250 µg/ml | 125 µg/ml | 500 µg/ml | 250 µg/ml | 125 µg/ml |
| ScH A | R | R | R | R | R | R | R | R | R |
| ACO _x H ₂ | R | R | R | R | R | R | R | R | R |
| 1 | R | R | R | R | R | R | R | R | R |
| 2 | R | R | R | R | R | R | R | R | R |
| 3 | R | R | R | R | R | R | R | R | R |
| 4 | R | R | R | R | R | R | R | R | R |
| 5 | R | R | R | R | R | R | R | R | R |
| 6 | R | R | R | R | R | R | R | R | R |
| 7 | R | R | R | R | R | R | R | R | R |
| 8 | R | R | R | R | R | R | R | R | R |
| 9 | R | R | R | R | R | R | R | R | R |
| 10 | R | R | R | R | R | R | R | R | R |
| 11 | R | R | R | R | R | R | R | R | R |
| 12 | R | R | R | R | R | R | R | R | R |
| 13 | R | R | R | R | R | R | R | R | R |
| 14 | R | R | R | R | R | R | R | R | R |
| 15 | R | R | R | R | R | R | R | R | R |
| Standard antibiotic | 13mm | | | 14mm | | | 12mm | | |

الاستنتاج

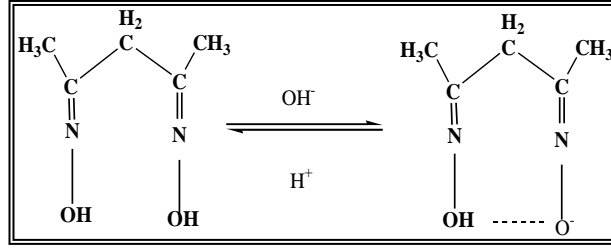
اعتماداً على نتائج القياسات الكميّة والقياسات الطيفيّة والخصائص الفيزيائيّة وتأثير أشعة الليزر وتقييم الفعاليّة ضد بكتريا *Streptococcus species* و *Staphylococcus aureus* و *E. coli* تبين ما يأتي:

1. يتناسق الليكند ASCH مع ايون النيكل (II) في جميع المعدّات في الوسط المتعادل تقريباً (الدالة الحامضيّة 6-7) من خلال ذرّة نترودجين الأزوميثين وذرّة الأوكسجين الكاربونيليّة، إذ يعمل الليكند بشكل ثنائي السن كيليتي متعادل الشحنة، أمّا في الوسط القلوي فيتناسق من خلال ذرّة نترودجين الأزوميثين وذرّة الأوكسجين الاينوليّة، حيث يعمل بشكل ليكند ثنائي السن كيليتي متعادل عن طريق تحوله من هيئة الكيتو إلى هيئة الأينول كما هو مبين أدناه:



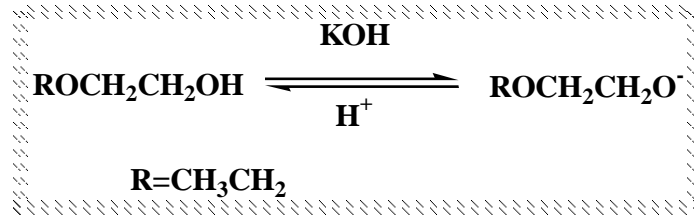
2

. يتناسق ليكند DOXPH2 في جميع المعدّات في الوسط المتعادل تقريباً (الدالة الحامضيّة 6-7) من خلال ذرّتي نترودجين الأزوميثين، إذ يعمل الليكند بشكل ثنائي السن كيليتي متعادل الشحنة. أمّا في الوسط القلوي فيعمل بشكل ليكند ثنائي السن كيليتي سالب الشحنة (1-) لفقدانه بروتون واحد فقط كما هو مبين أدناه:



3

. يتناسق ليكند EtO2H في جميع المُعقدات في الوسط المتعادل تقريباً (الدالة الحامضية 6-7) من خلال ذرتي الأوكسجين، إذ يعمل الليكند بشكل ثنائي السن كيليتي مُتعادل الشحنة. أما في الوسط القلوي فيعمل بشكل ليكند ثنائي السن كيليتي سالب الشحنة (1-) لفقدانه بروتون واحد فقط كما هو مُبين أدناه:

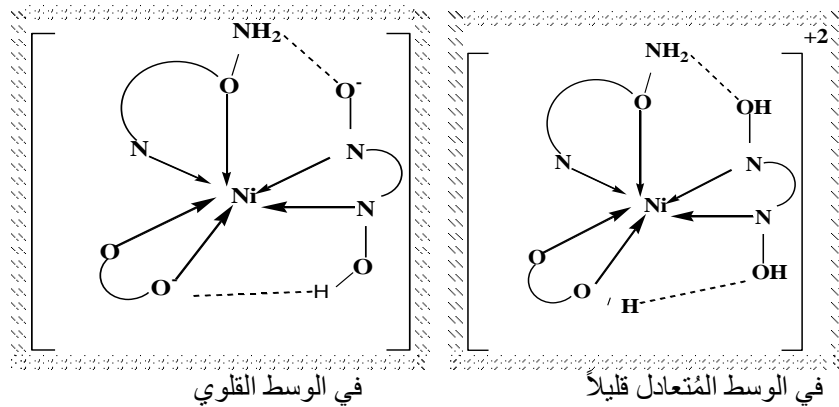


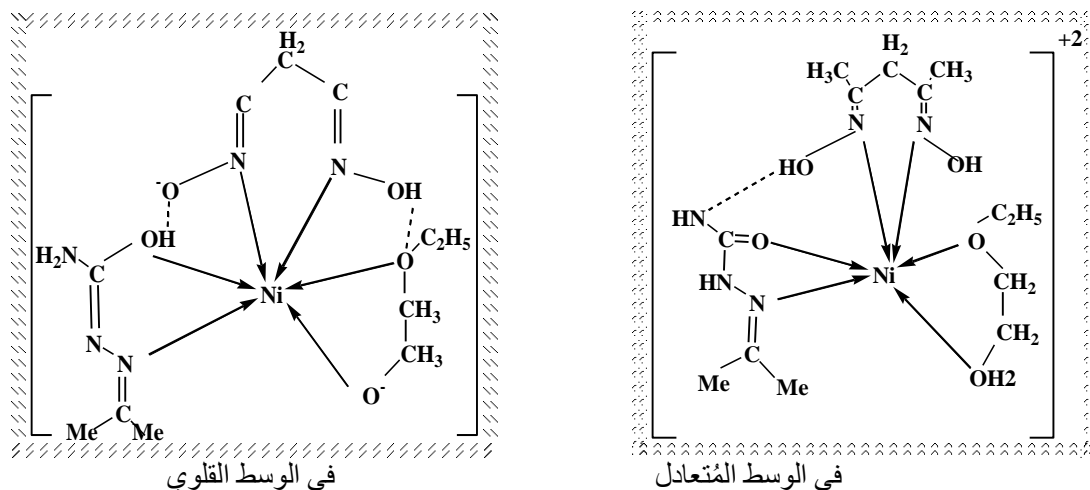
4. لا تتناسق الأيونات اللاعضوية (CH_3COO^- و Cl^- و SO_4^{2-}) في جميع المُعقدات في الوسط المتعادل تقريباً إذ ترتبط بشكل أيوني .

5. المُعقدات الناتجة في الوسط المتعادل تقريباً تكون بشكل أيونية موجبة (2+) صيغتها $[\text{Ni}(\text{AScH})(\text{DOxPH}_2)(\text{LH})]_x\text{n}$.

6. المُعقدات الناتجة في الوسط القلوي تكون مُتعادلة صيغتها $[\text{Ni}(\text{AScH})(\text{DOxPH}_2)(\text{LH})]$

7. أيون النيكل (II) في جميع المُعقدات في الوسطين المُتعادل قليلاً والقلوي يكون سداسي التناسق، إذ يأخذ شكلاً ثماني السطوح، كما هو مُبين بالأشكال أدناه





الشكل (9) يبيّن اشكال المعقدات في الوسطين المتعادل والقلوي

8. اعتماداً إلى نتائج درجة الإنصهار او التفكك والتوصيلية الكهربائية وأطياف الأشعة فوق البنفسجية - المرئية والتشعيع بالليزر لوحظ أن المعقدات مُستقرة تجاه هذا النوع من الإشعاع .
9. بينت نتائج الفعالية الحيويّة لجميع الليكندات والمعقدات أنّها لا تمتلك فعاليّة ضد البكتريا قيد الدرس

المصادر

1. A. Al-Tharra; Nickel, J.A.E.C.S., 105, 45-47, This Knowledge is published in ; J. ANL -October (2001).
2. F.A. Cotton and G. Wilkinson; Advanced Inorganic Chemistry; Inter science, New York, 5th ed., 597,599,680,689,702,766(1988).
3. G. Wilkinson, R.D. Gillard and J.A. McCleverty; Comprehensive Coordination Chemistry; Pergamon Press, Oxford, England, 5, 46-49 (1987).
4. <http://ar.wikipedia.org>. (2018)
5. A. Stwertka; "A Guide To The Elements", Oxford Univ. Press Inc., New York, Rev. ed., 96-98 (1998) .
6. M.Hijazi, "Principles of Dermatology", Chapter 25 Eczema resulting from manufactured materials.
7. Toyo Rayon Com.; "Lactams", Jappan Appl., 14 (1966); Chem. Abst., 76, 59481e (1972).
8. Chemical Land 21.com.; "General Description and Applica-tion of Benzaldoxime", (2005).
9. Aaron Rowe, New Nerve Gas Antidotes. (<http://blog.wired.com/-Wiredscience/2007/11/building-abett.htm>); Wired(Magazine) [[2007-11-27]].
10. M. Windholz; "The Merck Index", Merck and Co. Inc., Rahway, N. J., USA, 11th ed.(1989).

11. J. Kassa; J. Tox.- Clinical Toxicology, 40, 803 (2002) <http://dx.doi.org/10.1081/CLT-120015840>).
12. H. Kalasz, M.Y. Hasan, R. Sheen, k. Kuca, G. Petroianu, K. Ludanyi, A. Gergely and K. Tekes, J. Bio. Anal. Chem., 385, 1062-1067 (2007).
13. H. Bati, A. Zülfikaroğlu , M. Tas, O. Andac and W.T.A. Harrison; Acta Cryst., E61, m2033-m2035 (2005).
14. A. Shokrollahi, M. Ghaedi, H.R. Rajabi, M.S. Niband; Spectrochim. Acta A Mol. Biomol. Spectrosc., 15;71(2), 655-62 (2008).
15. M. Kurtoglu; J. Serb. Chem. Soc.; 75(9), 1231-1239 (2010).
16. L. Martínez, J.S. Gancheff, F.E. Hahn, R.A. Burrow, R. González, C. Kremer, R. Chiozzone; Spectrochim. Acta A Mol Biomol Spectrosc.; 15(105) 439-445 (2013).
17. X. Totta, A.A. Papadopoulou, A.G. Hatzidimitriou, A. Papadopoulos and G. Psomas ; J. Inorg. Biochem.; 145, 79-93 (2015).
18. D. Basu, T. J. Woods and Th. B. Rauchfuss; *Dalton Trans.*, 47, 7256-7262 (2018).
19. E.R. Garbelini, M. Hörner, V.F. Giglio, A.H. da Silva, A. Barison and F.S. Nunes; Z. Anorg. Allg. Chem.; 635(8), 1236-1241(2009).
20. J.D. Patel; RASĀYAN J. Chem.; 3(4) 625-630 (2010).
21. M.M. Hania ; RJPBCS; 2(4) 12-17 (2011).
22. K. Sapna, N.K. Sharma and S. Kohli; Intern. J. Sci. & Eng. Res.; 4(9) 15- 21 (2013).
23. M.H. Shih, Y.Y. Xu, Y.S. Yang and T.T. Lin; *Molecules*; 20(3) 5184- 5201 (2015).
24. S. Geol, S. Chandra and S. D. Dwivedi , J. Saudi Chem. Soc.; 20 ,651-660 (2016).
25. B.A. Salah, A. Tkandiand, M.G. Abd El-Nassa Res. Rev. J. Chem; 7(1) 38-48 (2018).
26. <https://doi.org/10.1080/10915810290096388>; *International Journal of Toxicology*; 21, 11, 2002.
27. S. I. Kirin, Ch. M. Happel, S. Hrubanova, Th. Weyhermuller, Ch. Klein and N. Metzler-Noltr; *Dalton Frans.*; 1201-1207 (2004).
28. O.M.I. Adly; Spectrochim. Acta A Mol. Biomol. Spectrosc., 79(5), 1295–1303 (2011).

29. P.R. Shirode; *Chem Sci Trans.*; 1(2), 396-400 (2012)
30. B. Jain, M. Verma and S. Malik; *Der Chemica Sinica*; 5(1) 77-80 (2014)
31. Z.F. Dawood and N.A.K. Al-neami; *مجلة بغداد للعلوم*; 10(3) 509-524(2013).
32. Z.F. Dawood and M. A.A. Shaheen; *مجلة بغداد للعلوم*; 11(2) 358-370 (2014)
33. Z.F. Dawood and R. R. A. Al-Bustani; *IJST*; 12(3) (2017).
34. C.O. Kappe; "Controlled microwave heating in modern organic synthesis"; *Angew Chem. Int. Ed.*, 43, 6250-6284. (2004).
35. G. Rossu and J.A. Pearce; *Foundations and industrial applications of microwave and radio frequency fields*; John Wiley and Sons, Chichester –New York –Brisbane Toronto – Singapore (1995) .
36. P. Ali, P. Ramakanth and J. Meshram; *J. Coord. Chem.*; 63(2), 323-329 (2010).
37. G. Chattopadhyay and P.S. Ray; *Cheminform*; 43, 29(2012).
38. Wikipedia ; *Ultrasound*(2018).
39. R.K. Shula and A. Sahu; *Der Pharma chemical*; 5(5)291-295(2013).
40. I. Sheikhshoaie and Z. Tohidiana; *CJBAS*; 03(05),164-170 (2015).
41. S. Jadhav, S. Kuharui and S. Qnadri, *J. Chem.&Cheml.Sci*,5(6),311-316(2015).
42. I.J. Al-Khatib, A. M. Hamza and E.J. Abdul Jabbar ; *Journal of Al-Anbar University for Pure Sciences*. (3) 11 61-56 (2017).
43. A. E.A. Saeid. "Free Membership. Foundations of photochemistry and lasers". University Book House. Al Ain, United Arab Emirates. Chapter VII, pp. 143-161 (2003).
44. A.T. Al-Kinani, *General Physics*, Dar Al-Handasiyah Press, Dar Al-Fajr for Publishing and Distribution, Cairo, 513-492 (2009).
45. M.M. Nasr, M.A. Gondal and Z.H. Yamnai; *Fourth Saudi Sci. Conf.*; March 21-24 th; 129 (2010).
46. F. Morishita and T. Kojima; *Analyt. Lett.*, 6(3), 179-184 (1973).
47. Z.M.J.M. Al-Deleme; *Preparation and Characterization of New Nickel(II) Complexes with Mixed Ligands and Evaluation of Their Antibacterial Activity and effect of Laser on Them*, M. Sc. Thesis, Mosul Univ., Educ. Coll., Mosul-Iraq (2013).
48. A.I. Vogel; "Textbook of Practical Organic Chemistry"; Long-man Green, London, 3rd ed., 847, 344 (1964).

49. A.I. Vogel, "Textbook of Quantitative Inorganic Analysis" Longman Green, London, 3rd ed. (1987).
50. W. J. Geary; Coord. Chem. Rev.; 7, 81 (1981).
51. C. Georg and L. Paul; Copper or nickel complexes of ligands containing an azomethine, semicarbozone or hydrazone moiety; United State Patent 4775747 (1987); <http://www.Freepatentsonline.com>.
52. J.E. Haheey; Inorganic Chemistry, Harper and Row Publisher, Inc., New York, 2nd. Ed.,286 (1978).
53. D. Sutton; Electronic Spectra of Transition metal Complexes; McGraw-Hill Publishing Co., London, 11-21, 146-149 (1968).
54. B.P. Lever; Electronic spectra of some transition metal Complexes; J. Chem. Edu.;45,711-712. (1968)
55. K. Nakamoto; Infrared and Raman Spectra of Inorganic and Coordination Compound; John Wily and Sons, New York, 3rd. ed., 166-322 (1976).
56. C. Demetgül; "Synthesis and Characterization of Oxime Compounds immobilized to solid support and their metal complexes", Ph. D. Thesis, Chem. Dept., Institute of Natural and Applied Sci., Cukurova Univ. (2008).
57. I. Demir, M. Bayrakei, K. Mutlu and A.I. Pekacar; Acta Chim. Solv., 55, 120-124 (2008).
58. P.K. Singh, J.K. Koacher and J.P. Tandon; J. Inorg. Nucl. Chem.; 43, 1775 (1981).