تحضير وتشخيص ليكاند الازواميدازول ثنائي السن من نوع N_2 ومعقداته الفلزية للكوبلت والنيكل والنحاس الثنائية التكافؤ

تاريخ الاستلام 2016/9/27 تاريخ القبول 2016/12/21

شذى عبد الامير جواد

كلية التربية للعلوم الصرفة / جامعة كربلاء

nour91777@gmail.com

الخلاصة

تضمن البحث تحضير وتشخيص ليكاند ازواميدازول ثنائي السن من نوع (N_2) ومعقداته احادية النواة مع بعض الايونات للعناصر الانتقالية الثنائية ذات الصيغة العامة :

$[M (L) Cl_4]$ $[M (L) Cl_2]$

حيث : $M= Co^{+2}, Cu^{+2}$ $M= Ni^{+2}$

حضر الليكاند بخطوتين تضمنت الخطوة الاولى مفاعلة مكافئ واحد من البنزايل مع مكافئ واحد من سداسي مثيلين رباعي امين . وبعد اتمام تحضير هذا المشتق تم تحضير الليكاند النهائي من خلال مفاعلة مكافئ واحد من المشتق مع مكافئ واحد فقط من المركب (كلوريد الدايازونيوم) المحضر من تفاعل (بارا اثيل انيلين) مع نتريت الصوديوم المحمض . وبعد ذلك تم تحضير المعقدات من خلال مفاعلة الليكاند الناتج مع مكافئ واحد من الايونات الفلزية (Co^{+2} , Ni^{+2} , Cu^{+2}) .شخص الليكاند والمعقدات المحضرة بواسطة مطيافية الاشعة تحت الحمراء والاشعة فوق البنفسجية – المرئية وطيف الرنين النووي المغناطيسي لليكاند والتحليل الكمي الدقيق للعناصر .اضافة الى قياسات التوصيلية المولارية و وقياسات درجات الانصهار والحساسية المغناطيسية. بينت الدراسات ان الاشكال الفراغية المقترحة للمعقدات المحضرة هي ثمانية السطوح (octahedral) للكوبلت والنحاس والمربع المستوي (Square planer) للنيكل .كما تم ايجاد نسبة الايون الى الليكاند (M:L) بطريقة النسب المولية فكانت (1:1) لكل المعقدات المحضرة.

.

الكلمات المفتاحية : بنزيل , هكسا مثيلين تترامين , كلوريد الديازانيوم

المقدمة :

مركبات الازو هي المركبات التي تحتوي على المجموعة الوظيفية R–N=N–R' حيث R,R ' من الممكن ان تكون مجموعة الكيل او اريل . اما المجموعة الوظيفية N=N فتسمى مجموعة الازو , اذ ان المجموعات الاكثر ثباتا هي مجموعتي الاريل .[1] ولهذه المركبات استخدامات عديدة ولعل اهمها استخدامها كأصباغ [2]

وتختلف ألوان هذه الاصباغ باختلاف تراكيب هذه الركبات من حيث عدد مجاميع الآزو [3],[4] وطبيعة المجاميع المعوضة عليها . [5] وتستخدم مركبات الازو ايضا في مجال التخليق العضوي , وككواشف في قياس الشدة الضوئية , وكدلائل في التسحيح من نوع (حامض – قاعدة) مثل الفينولفثالين و المثيل البرتقالي , كما يستخدم في صباغة الصوف و الحرير والخشب و القطن وغيرها . اما مركبات الازو الاليفاتية فهي الاقل استعمالا لعدم ثباتها وتفككها السريع الى الهيدروكاربون و النتروجين . [6]

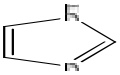
الجزء العملي :

جهزت معظم المواد المستخدمة من شركات كل من Aldrich وG.C.C و Merck و BDH و بدون اي عمليات تنقية اضافية , قيست درجات الانصهار باستخدام Digt . Electrothermal M.P App , وسجلت اطياف الاشعة فوق البنفسجية – المرئية باستخدام جهاز [UV–Visible Spectro photometer – 1800 , Shimadzu , (Japan)

تحضير الليكاند (L) :

تحضير المادة الأولية

لتكوين مشتق الأميدازول تم تكاثف ألفا – ثنائي الكاربونيل مع الأمونيا والألديهايد وذلك بمفاعلة البنزيل مع سداسي مثيلين رباعي الأمين بوجود حامض الخليك الثلجي للحصول على الناتج, أُضيف ml (100) من حامض الخليك الثلجي الى مزيج من (0.02 mole, 4.2 gm) من البنزيل و(0.0037 mole, 0.518 gm) من سداسي

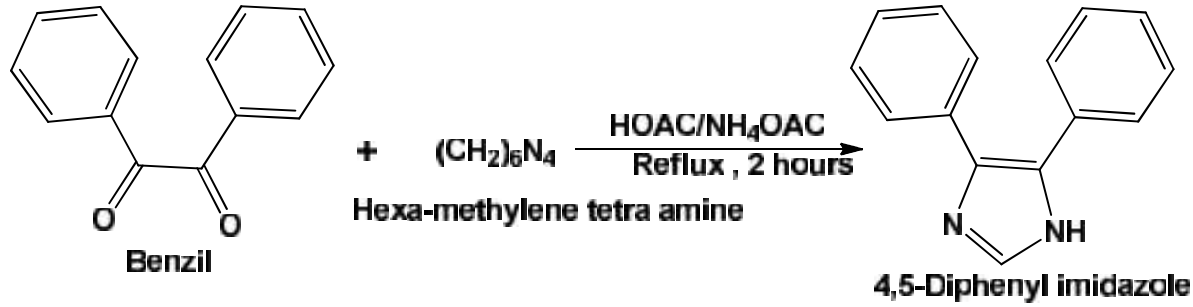
اما الايميدازول فهو مركب عضوي له الصيغة الجزيئيه $C_3H_4N_2$ والتركيبيه  وهو من المركبات العطريه الحلقيه غير المتجانسه , ويتألف من حلقه خماسيه غير مشبعه حاوية على ذرتي نيتروجين [7] وتعد هذه الحلقه جزء من الحامض الاميني الهستيدين . كما يشكل جزء من جزيئ الثيوفيلين الموجود في اوراق الشاي وفي البن , وله عدة فوائد منها تأثيره المحفز للجاز العصبي المركزي , مثبط للهستامين , وتشتق منه مركبات مضاده للعدوى الفطريه كما ويدخل في صناعه بعض الادويه المضاده للسرطان وخاصه سرطان الدم [8].

ويتم تحضير مركبات الازو اميدازول او مشتقاته من ازدواج ملح الديازونيوم الناتج من ازوتة الامينات الاروماتيه المتجانسه او غير المتجانسه مع جزيئة الاميدازول او معوضاتها بمجاميع مختلفه عند الموقع (4,5) يجري تحضير ليكندات الاميدازول او مشتقاته .[9][10]

, سجلت اطياف الاشعة تحت الحمراء باستخدام جهاز [FTIR–8400 S Shimadzu (Japan)] , وسجلت اطياف NMR باستخدام جهاز [Broker – 400] Germany, قيست التوصيلية الكهربائية باستخدام جهاز Digital Brueker meter – WT – 720 – inolab . (Germany)

مثيلين رباعي الأمين (11.135 gm , 0.155 mole) من خلات الأمونيوم في دورق زجاجي دائري سعة ml (250) وتم تصُعيد المحلول لمدة ساعتين باستعمال المكثف العاكس، وبعد تخفيف المحلول بالماء المقطر. رُسب مشتق الأميدازول بإضافة محلول هيدروكسيد الصوديوم , 10 gm (0.25 mole) ,[11] وبعد اعادة البلورة باستخدام

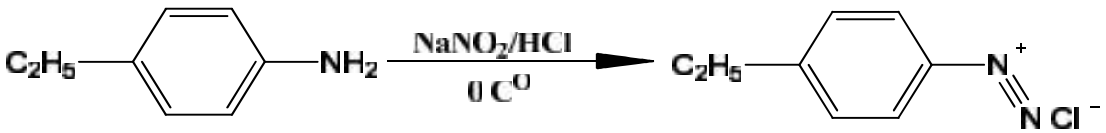
الإيثانول تم الحصول على الراسب الأبيض. وبعد تجُفيف الراسب كانت نسبة الناتج (79.8 %) ودرجة إنصهاره C ° (220 –217) .



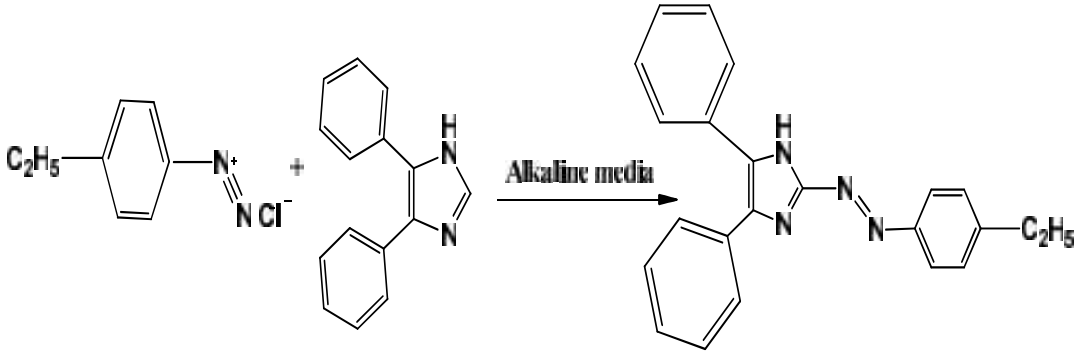
معادلة (1) : تحضير المادة الاولية

● تحضير الليكاند النهائي (L)

أُذيب (0.01 mol , 1.21 gm) من بارا اثيل انيلين في مزيج مكون من (20 ml) من حامض الهيدروكلوريك المركز و(50 ml) ماء مقطر. بُرد المزيج إلى درجة حرارة (0 °C) وأُضيف له محلول (0.01 mole, 0.69 gm) من نتريت الصوديوم المذاب في(10 ml) ماء مقطر قطرة فقطرة مع التحريك المستمر وملاحظة عدم إرتفاع درجة الحرارة فوق(0 °C) وبعد إتمام الإضافة تُرك المحلول لمدة (30 min) لإتمام عملية الأزوتة. أُضيف بعد ذلك محلول ملح الدايزونيوم الناتج قطرة فقطرة مع التحريك المستمر إلى محلول (mol 0.01, 2.2 gm) من مشتق الأميدازول المذاب في مزيج من الإيثانول (100 ml) مع (50 ml) من محلول هيدروكسيد الصوديوم (0.25 mole) والمبرد الى درجة حرارة (0 °C) فلوحظ اصطباغ المحلول باللون البرتقالي, وتُرك المحلول إلى اليوم التالي. رُشح وغُسل عدة مرات بالماء المقطر وأُعيدت بلورته من الإيثانول الساخن ثم جُفف في الهواء.. وبعد تجُفيف الراسب كانت نسبة الناتج (76 %) ودرجة إنصهاره (140– 143)°C .



معادلة (2) : تحضير ملح الديازانيوم



معادلة (3) : تحضير الليكاند النهائي

● تحضير المعقدات

● تحضير المعقد NiL

تم تحضير المعقد (NiL) وذلك من إضافة (0.001 mol, 0.324 gm) من الليكاند المذاب في ml (20) من الإيثانول بصورة تدريجية مع التحريك المستمر إلى (0.001 mol, 0.238 gm) من ملح النيكل (II) المذاب في الحجم نفسه من الإيثانول ، بُرد المزيج في حمام مائي عند درجة الحرارة ($10\ ^oC$) مع التحريك المستمر ولمدة ساعة واحدة لأجل إتمام التفاعل. أُضيف بعد ذلك (100 ml) ماء مقطر لغرض الترسيب وتُرك المحلول ليركد فلوحظ تكون راسب بني. رُشح هذا الراسب وغُسل عدة مرات بالماء المقطر ثم تُرك ليجف في الهواء وأُعيدت بلورته من الإيثانول المطلق الساخن للحصول على المعقد بالصورة النقية. وقد أُدرجت نسبة الناتج وبعض الخصائص الفيزيائية له في الجدول (1).

● بنفس الطريقة أعلاه حُضرت بقية المعقدات وذلك باستخدام (0.001 mol , 0.237 gm) من ملح الكوبلت الثنائي , واستخدام (0.001 mol , 0.171 gm) من ملح النحاس الثنائي. وقد أُدرجت نسبة النواتج وبعض الخصائص الفيزيائية للمعقدات المحضرة في الجدول (1).

جدول (1) : يبين الخصائص الفيزياوية للمعقدات المحضرة

الرمز	الصيغة الجزيئية	درجة الانصهار ^oC	الوزن الجزيئي $gm.mol^{-1}$	اللون	النسبة المئوية للمنتوج %
L	$C_{23}H_{20}N_4$	140-143	352.43	برتقالي غامق	76
CoL	$[Co(C_{23}H_{20}N_4)Cl_4]$	220-223 (Dec.)	553.18	أسود	74
NiL	$[Ni(C_{23}H_{20}N_4)Cl_2]$	210-213 (Dec.)	467.7	أسود	75
CuL	$[Cu(C_{23}H_{20}N_4)Cl_4]$	209-211 (Dec.)	557.79	أسود	71

(Dec.) = التفكك

النتائج والمناقشة :

اتصفت المعقدات الكيليتة المحضرة مع الليكاند بألوان مغايرة للون الليكاند كما واتصفت بأستقراريتها تجاه الهواء . كما اتصفت بقابلية ذوبانها في البعض من المذيبات العضوية القطبية وغير القطبية والجدول (2) يبين نتائج اختبار الذوبانية لها علما ان جميع المذيبات المذكورة مركزه وذات نقاوة تبلغ 99% :

Compound	EtOH	DMSO	MeOH	H_2O	Acetone	Pyridine
[L]	+	+	÷	-	+	+
$[Co(L)Cl_4]$	+	+	÷	-	+	+
$[Ni(L)Cl_2]$	+	+	÷	-	+	+
$[Cu(L)Cl_4]$	+	+	÷	-	+	+

+ ذائب , – غير ذائب , ÷ ذائب

استخدمت هذه التقنية لتشخيص الليكاند المحضر مع معقداته الصلبة , وقد أدرجت نتائج هذه التحليل في الجدول (3) وعند مقارنة القيم المستحصلة عمليا مع تلك المحسوبة نظريا تبين بشكل واضح التقارب الكبير بينهما مما يؤكد صحة النسب للعناصر في المعقدات .

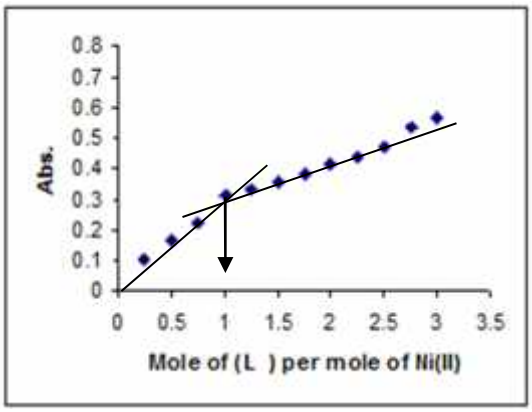
جدول (3): قيم التحليل الكمي للعناصر العملية والنظرية لليكاند ومعقداته

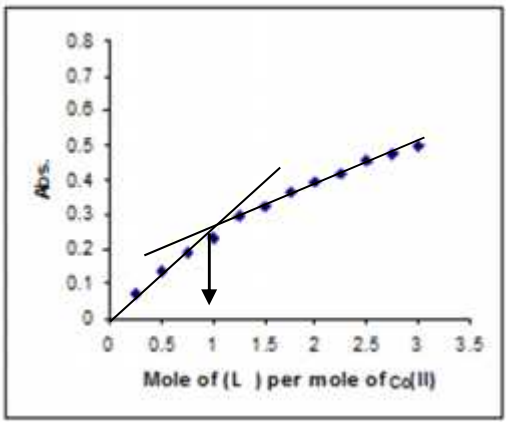
Compound	%C		%H		%N	
	Cal.	Exp.	Cal.	Exp.	Cal.	Exp.
[L]	43.17	43.47	7.25	7.86	11.19	11.65
$[Co(L)Cl_4]$	49.94	49.71	3.64	3.55	10.13	10.34
$[Ni(L)Cl_2]$	28.60	28.66	4.27	4.81	7.41	7.42
$[Cu(L)Cl_4]$	49.53	49.32	3.61	3.44	10.04	9.88

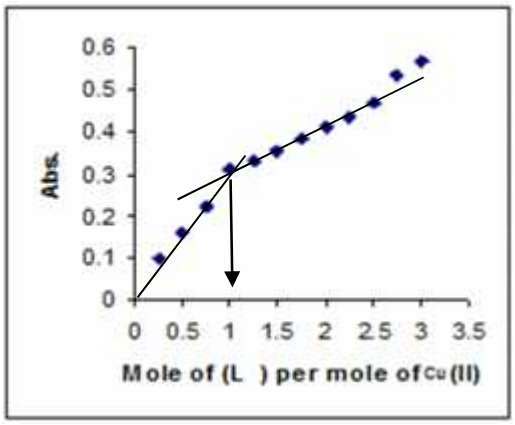
تعيين التراكيب المحتملة للمعقدات :

ان الطريقة الطيفية تعد من الطرق المهمة لايجاد الصيغ التركيبية المحتملة للمعقدات وخاصة الملونة منها . و تستعمل اطياف الاشعة فوق البنفسجية – المرئية بشكل واسع في هذا المجال . وتعد طريقة النسب المولية من الطرائق المهمة المستعملة في تحديد نسبة (الفلز:الليكاند), وتتضمن هذه الطريقة رسم العلاقة بين الامتصاص على المحور الصادي و نسبة تركيز (الفلز:الليكاند) على المحور السيني , ثم نرسم الخطوط المستقيمة حتى تتقاطع وتعد نقطة التقاطع هي نسبة (الفلز:الليكاند) في المعقد .[12]

وقد تبين ان نسبة الليكاند الى الفلز (M:L) هي (1:1)
ولكافة المعقدات قيد الدراسة







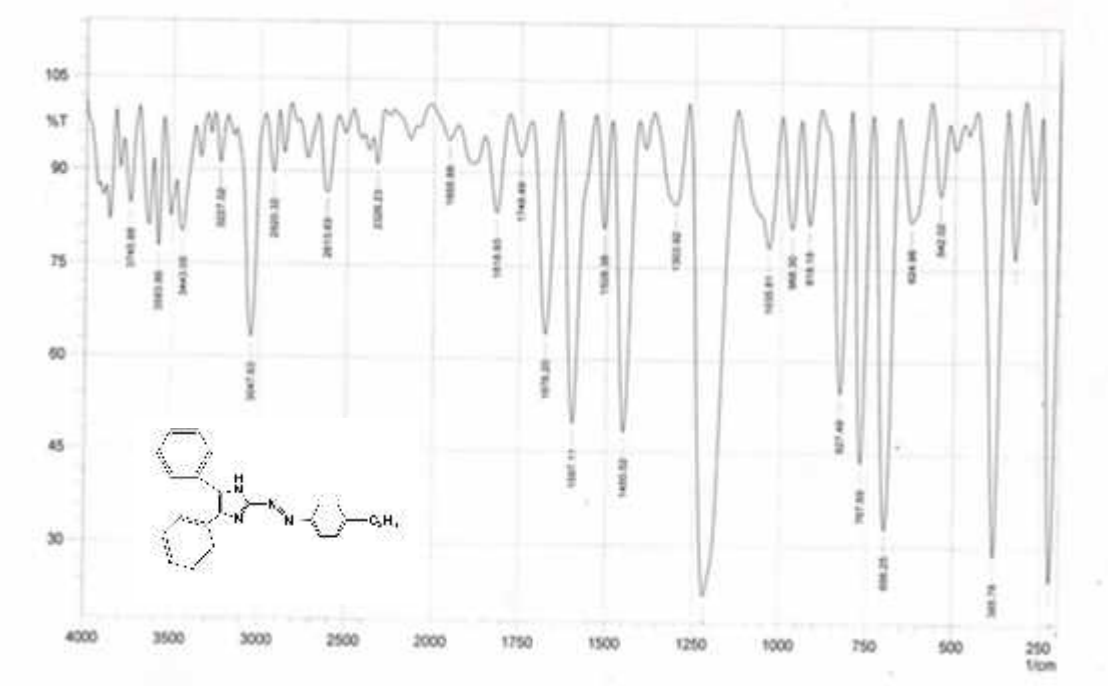
الشكل (1) : النسبة المولية للايونات مع الليكاند

<u>اطياف الاشعة تحت الحمراء لليكاند [L] و معقداته :</u>

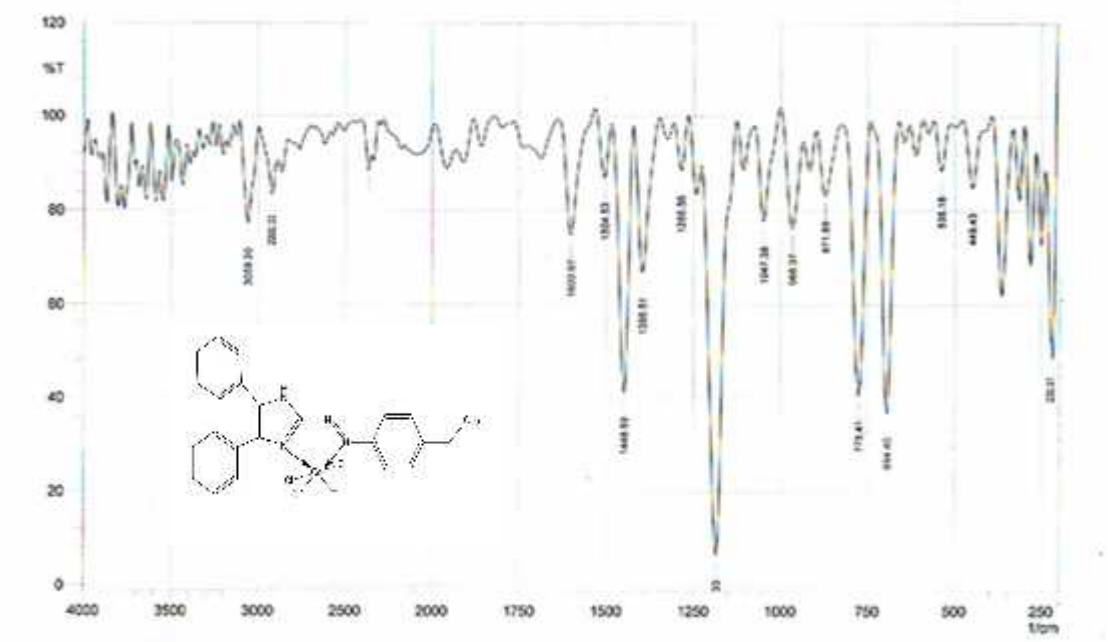
أظهر طيف ليكاند الآزو إميدازول المحضر شكل (2) حزم إمتصاص ضعيفة الشدة عند التردد (3440) سم$^{-1}$ تعود إلى التذبذب الإمتطاطي للآصرة υ(N–H) لحلقة الإميدازول غير المتجانسة[13]. كما أظهر الطيف حزمة إمتطاط ضعيفة الشدة أيضاً عند التردد (3047) سم$^{-1}$ أُعزيت إلى الإهتزاز الإمتطاطي للآصرة υ(C–H) الأروماتية [14] في حين ظهرت حزم إمتطاط أخرى عند التردد (2922) سم$^{-1}$ تعود الى مجموعة (CH_3) المعوضة، والتردد (2868) سم$^{-1}$ تعود إلى الإهتزاز الإمتطاطي للآصرة υ(CH_2) الأليفاتية. كما أظهر طيف الليكاند حزمه إمتصاص قوية الشدة عند التردد (1608) سم$^{-1}$ تعود للتردد الإمتطاطي للآصرةυ(C=N) لحلقة الإميدازول[15]. كذلك ظهرت حزمة إمتصاص عند التردد (1450) سم$^{-1}$ أُعزيت لإهتزاز الآصرةυ(N=N)، كما أظهر طيف الليكاند حزمتي إمتصاص عند التردد (775) سم$^{-1}$ والتردد (690)سم$^{-1}$ تعود إلى حلقتي الفنيل المرتبطتان بحلقة الإميدازول [16].

ولدى مقارنة طيف الليكاند المحضر بأطياف المعقدات المحضرة تبين ظهور حزم إمتطاط ضعيفة أو متوسطة الشدة عند الترددات (401 – 440) سم$^{-1}$ تعزى إلى إهتزاز المط للآصرةυ(M–N)[17] كذلك أظهرت الأطياف المشار إليها حزم إمتصاص قوية الشدة عند(225– 239) سم$^{-1}$ والتي لم تُلحظ في طيف الليكاند تعزى إلى إهتزازات الآصرة υ(M–Cl) [18]. إن التغيرات التي تم التطرق إليها قد تكون دليلاً يضاف إلى ما سبق من أدلة على حصول عملية التناسق بين

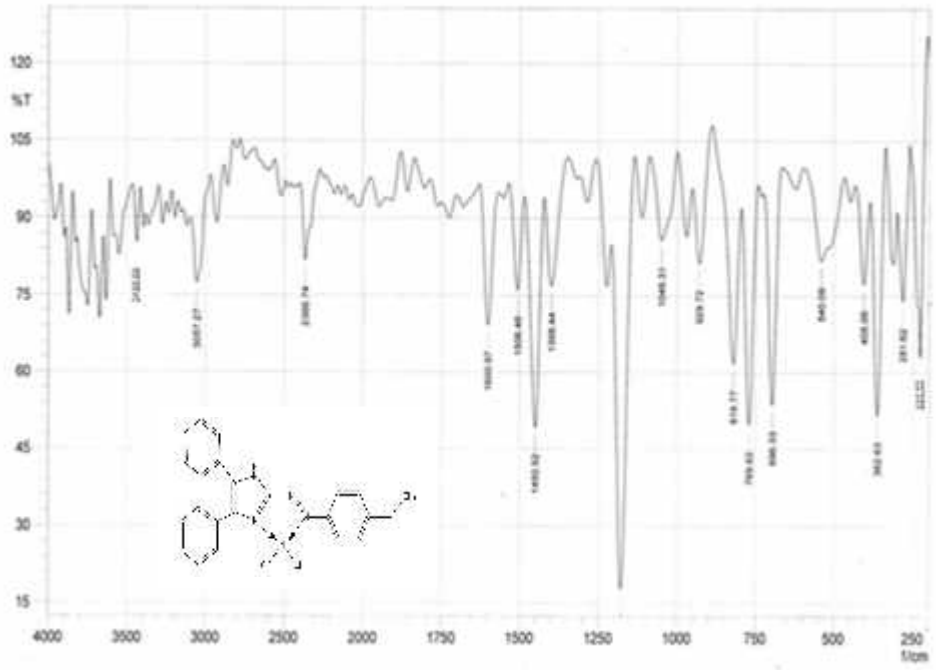
ليكاندات الآزو إميدازول والأيونات قيد الدراسه . وتوضح الأشكال(3) و (4) و (5) أطياف الأشعة تحت الحمراء للمعقدات المحضرة . فيما أُدرجت نتائج قيم إمتصاص المجاميع في الجدول(4)



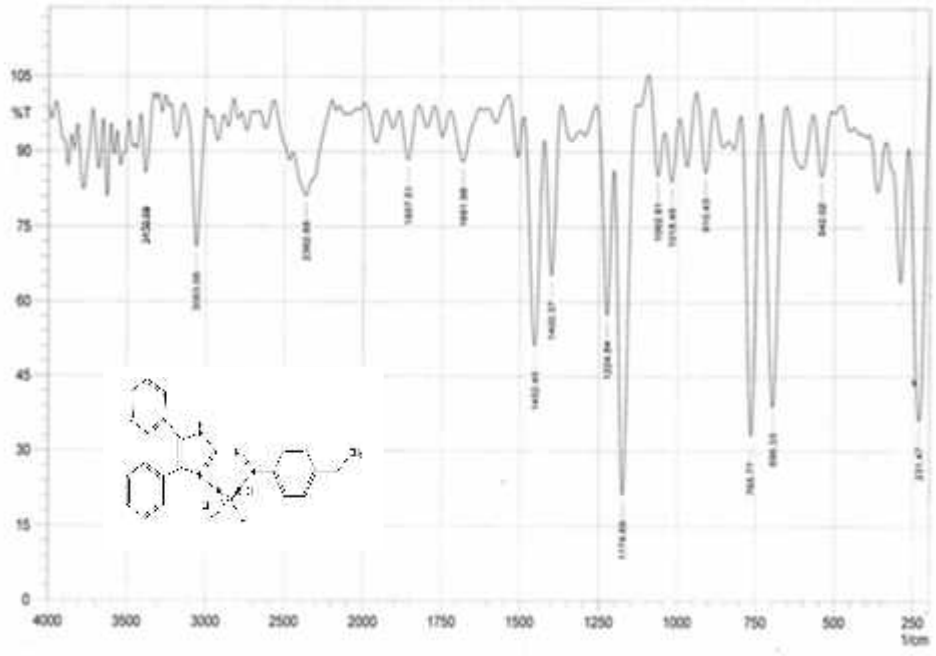
الشكل (2) : طيف الاشعة الحمراء لليكاند



الشكل (3) : طيف الاشعة الحمراء لمعقد الكوبلت



الشكل (4) : طيف الاشعة الحمراء لمعقد النيكل



الشكل (5) : طيف الاشعة الحمراء لمعقد النحاس

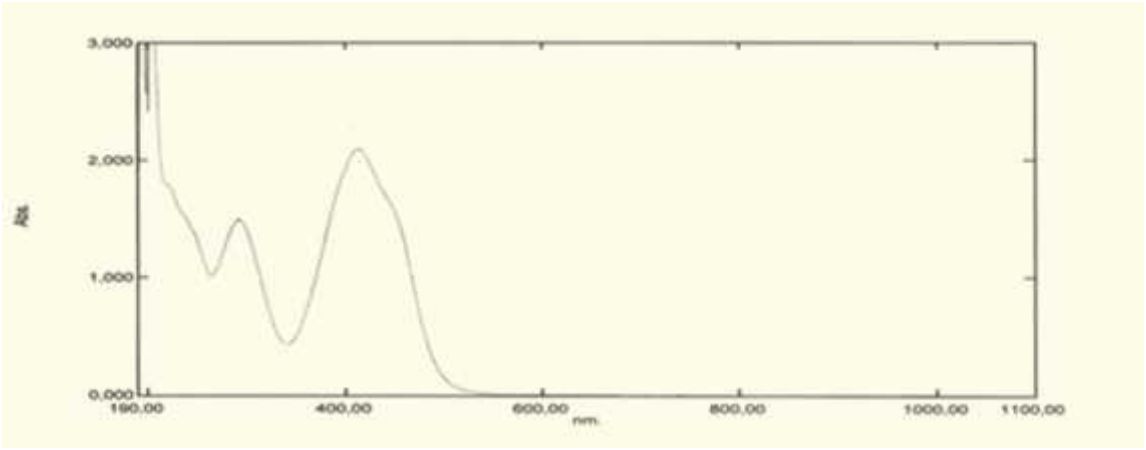
Comp.	(N-H)	(CH_3)	(CH_2) aromatic	(N=N)	(C=N)	(M-N)	(M-Cl)
[L]	$(3440)_w$	$(2922)_w$	$(3047)_w$	$(1450)_w$	$(1608)_w$	....	....
[Co (L)]	$(3438)_w$	$(2900)_w$	$(3059)_w$	$(1445)_w$	$(1600)_w$	$(440)_M$	$(239)_S$
[Ni (L)]	$(3420)_w$	$(2910)_w$	$(3047)_w$	$(1451)_w$	$(1603)_M$	$(415)_M$	$(225)_S$
[Cu (L)]	$(3450)_w$	$(2912)_w$	$(3060)_w$	$(1462)_w$	$(1610)_M$	$(401)_W$	$(237)_S$

جدول (4) : يبين الترددات المميزة للاشعه تحت الحمراء لليكاند و معقداته

s=strong , m= medium , w= week

طيف الأشعة فوق البنفسجية – المرئية لليكاند

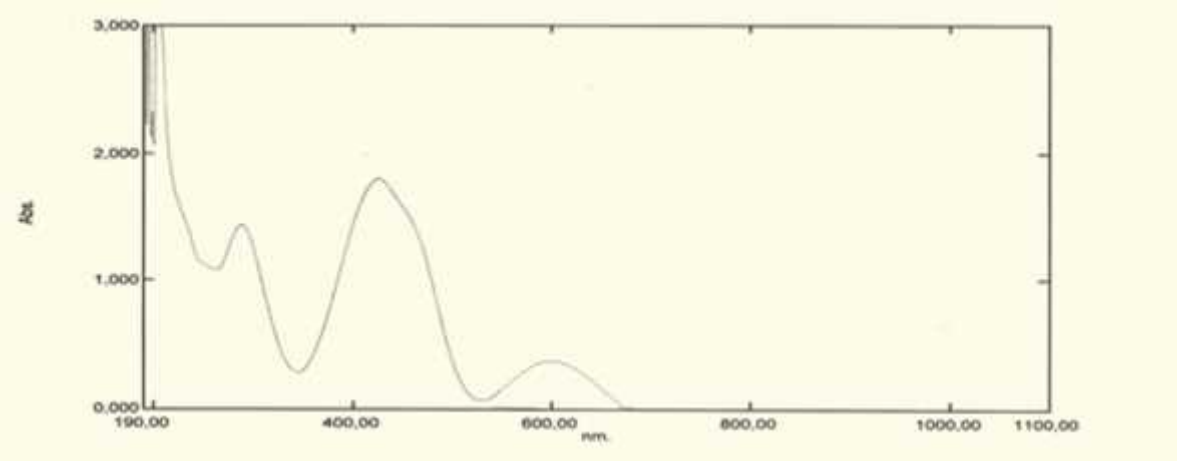
أظهر طيف الأشعة فوق البنفسجية – المرئية لمحلول الليكاند في الإيثانول المطلق في الشكل (6) حزمه إمتصاص عند الطول الموجي (414 =λ) نانومتر , (24154.59) سم $^{-1}$, (2200=) مولاري $^{-1}$. سم$^{-1}$ تعود هذه الحزمه إلى إنتقالات الشحنة الداخلية بين المجاميع المانحة والمستقبلة ضمن الجزيئة فيما تعود حزمه الإمتصاص الواقعة عند الطول الموجي (λ=221) نانومتر, (45248.87) سم $^{-1}$, (1500=) مولاري $^{-1}$. سم$^{-1}$ إلى الإنتقالات الإلكترونية من نوع ($\pi \rightarrow \pi^*$) للحلقات الأروماتية[19].



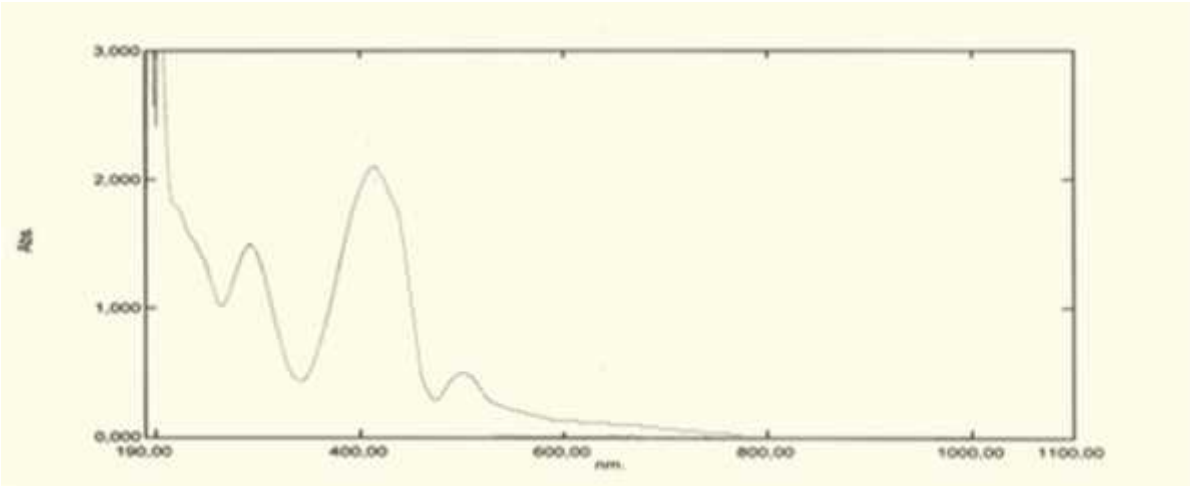
الشكل (6) : طيف الاشعة فوق البنفسجية المرئية لليكاند

اظهر طيف المعقد [Co (L)] شكل (7) قمة عند (410 = λ) نانومتر وعند (281 = λ) نانومتر تعود الى المجال الليكاندي وانتقال الشحنة . كما اظهر طيف المنطقة المرئية قمة واحدة مميزة عند (601 = λ) نانومتر, (16638.94) سم$^{-1}$,(350 = ε_{max}) مولاري$^{-1}$. سم$^{-1}$ تعود الى انتقالات (d–d) من نوع $^4T_2g^F$ $^4T_1g^F$

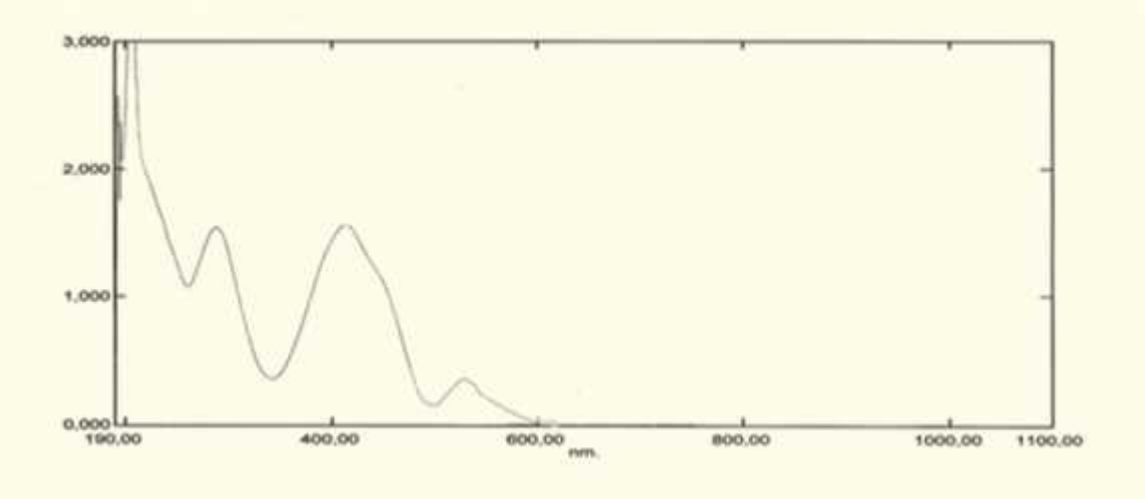
والتي تعود لمعقدات الكوبلت ثمانية السطوح حسب مخطط اوركل. اما طيف الاشعة فوق البنفسجية – المرئية لمعقد النيكل [Ni(L)] شكل (8) فقد بين قمة عند (405 =λ) نانومتر وعند (λ = 299) تمثل المجال الليكاندي وانتقال الشحنة , اما المنطقة المرئية فقد بينت قمة واحدة عند (λ = 486) نانومتر , (20576.13) سم$^{-1}$, (440 = ε_{max}) مولاري$^{-1}$. سم$^{-1}$ تعود الى انتقالات (d – d) من نوع ^1B_2g ^1A_1g.والتي توافق معقدات المربع المستوي . واظهر طيف المعقد [CuL] شكل (9) قمة عند (λ = 410) نانومتر وعند (λ = 293) نانومتر تعود الى المجال الليكاندي وانتقال الشحنة وقمه عند (λ=533) نانومتر , (18761.73) سم$^{-1}$, (E_{max}= 380 مولاري$^{-1}$. سم$^{-1}$ تعود الى انتقالات (d–d) من نوع (^2Eg ^2T_2g) حسب مخطط اوركل.[20]



الشكل (7) : طيف الاشعة فوق البنفسجية المرئية لمعقد الكوبلت



الشكل (8) : طيف الاشعة فوق البنفسجية المرئية لمعقد النيكل



الشكل (9) : طيف الاشعة فوق البنفسجية المرئية لمعقد النحاس

الحساسية المغناطيسية

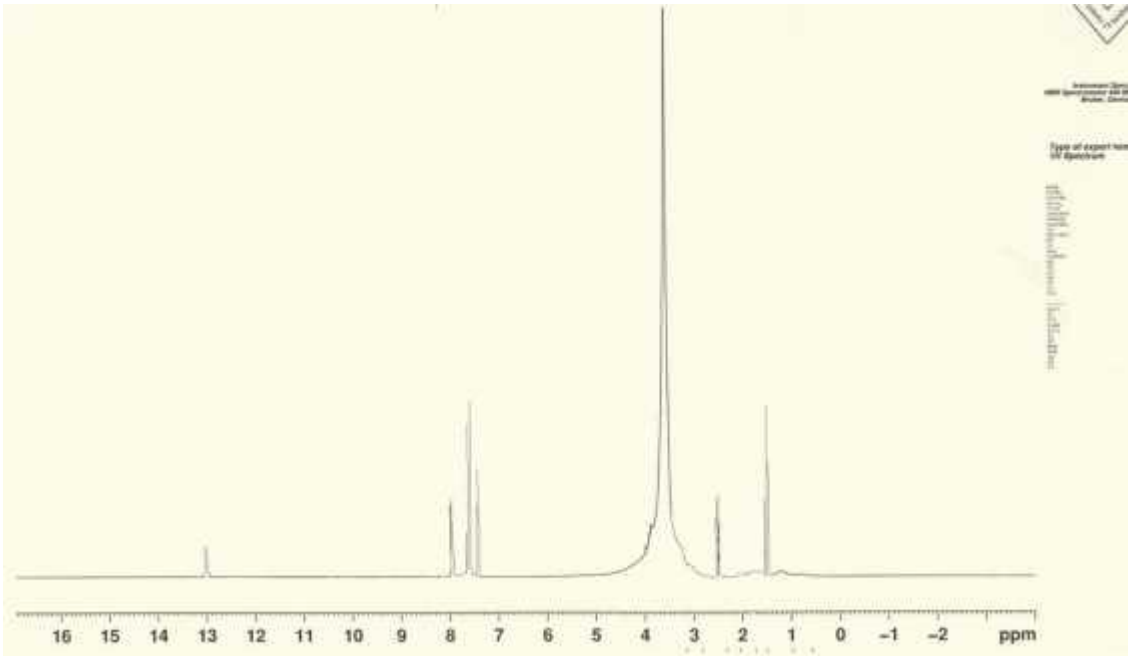
استخدمت القياسات المغناطيسية بكثرة في دراسة معقدات الفلزات الانتقالية اذ ان اغلب هذه الفلزات تمتلك الكترونات منفردة وتظهر صفات بارا مغناطيسية وفضلا عن ذلك فكلما كان عدد الالكترونات المنفردة اكبر كان العزم المغناطيسي للايون اكبر. اما المعقدات التي لا تمتلك الكترونات منفردة فتظهر صفات دايا– مغناطيسية. [21]

جدول (5) : يبين قيم الحساسية المغناطيسية والاطياف الالكترونية للمعقدات

Complexes	μ_{eff}(B.M)	λmax	Assignment	Absorption Band(cm^{-1})	Propsed structure
[Co (L)Cl_4]	3.68	601	$^4T_1g^F \longrightarrow {}^4T_2g^F$	16638.94	oh
[Ni (L)Cl_2]	0.25	486	$^1A_1g \longrightarrow {}^1B_2g$	20576.13	S.P
[Cu (L)Cl_4]	1.69	533	$^2Eg \longrightarrow {}^2T_2\,g$	18761.73	Oh

طيف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون (^{1}H- NMR) لليكاند

اظهر طيف الرنين النووي المغناطيسي للبروتون (^{1}H-NMR) لليكاند (L) في مذيب DMSO-d^6 , شكل (10) الازاحة الكيميائية عند (H , 13.00 ppm = δ) يمكن اعزائها الى بروتون ذرة النتروجين في حلقة الايميدازول . وازاحة كيميائية عند المدى (10H , 7.41-7.51 ppm =δ) يمكن اعزائها الى بروتونات حلقتي البنزين المرتبطة بحلقة الاميدازول.. اما الازاحة الكيميائية عند المدى (4H , 7.29-7.86 ppm =δ) فتعود الى بروتونات حلقة البنزين المرتبطة باحدى ذرتي النتروجين للاصرة (N=N) . وظهرت ازاحة اخرى (2H , 2.60 ppm =δ) تعود لبروتونات مجموعة المثيلين المرتبطة بحلقة البنزين السابقة الذكر .. والاشارة عند (3H, 1.25 ppm =δ) فتعود الى مجموعة المثيل المرتبطة بمجموعة المثيلين. [22]



الشكل (10) : طيف ^{1}H-NMR لليكاند

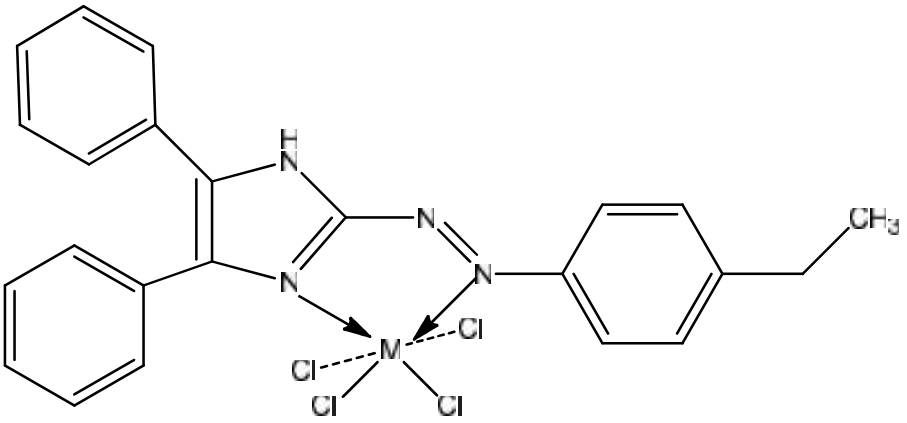
تم قياس التوصيلية الكهربائية المولارية لمحاليل المعقدات الكليتية الصلبة المحضرة عند تركيز (1×10^{-3}M) في مذيب ثنائي مثيل اوكسيد الكبريت (DMSO) وفي درجة حرارة المختبر حيث وجود الكلوريدات خارج الكرة التناسقية تكون المعقدات موصلة للكهربائية اما وجودها داخلها تكون هذه العقدات موصلة كهربائيا [23]. وقد تبين من نتائج التوصيلية الكهربائية ان جميع المعقدات المحضره غير اللكتروليتية وكما هو موضح في الجدول (6)

الجدول (6) : قيم التوصيلية المولارية للمعقدات

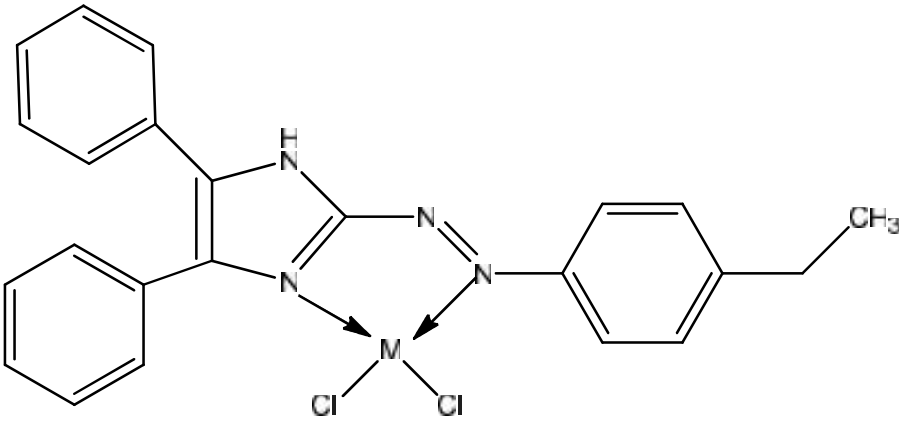
Complex	Λm(S.mol $^{-1}$ .cm ^{2}) In(DMSO)
L	3.4
[Co (L)Cl_4]	16.1
[Ni (L) Cl_2]	12.9
[Cu (L)Cl_4]	18.2

الشكل المقترح للمعقدات

بينت القياسات المختلفة الماخوذة ان لمعقدي الكوبلت و النحاس شكل الثماني السطوح (octahedral) ولمعقد النيكل شكل المربع المستوي (square planner) كما في الاشكال ادناه :



M= Co +2 , Cu +2



M=Ni+2

المصادر

1**.** Sreekumar.N.V, Narayana.B , Hedge.P , Manjuantha.B.R & KSarojini.B, 2003, Micro Chmi. Acta., 74, 27.

2. Zollinger. H ,1987, Color Chemistry–Synthesis ,properties and application of organic dyes and pigments, VCH Publishers, NewYork.

3. Gung.B, Taylor.R, 2004, Parallel Combinatorial Synthesis of Azodyes**,** J. Chem., 1630,11.

4. Patal.S, 1975, The Chemistry of Hydrazo , Azo and Azoxy Group, Ed1st, John Wileg and Sons., London, New York .

5. Haider.Y.K.A and Mohammed.M.H, 2001, J.AL-Qadisiya Pure Sci., 14, 603.

6. Lycka.A and Hole+++++++cek.J, 2003, Dyes and Pigments., 57, 115.

7. Pozharskil.A.F.,1997, Heterocycles in Life and Society. ,Ed1st , John wiley & sons .

8. R.katritzky.A, 1984, Comprehensive Heterocyclic chemistry ., vol.5, p. 469-498.

9. Timmis.L.B. and Pyman.F.L, 1922, J. Soc. Dyes Colourists.,38, 269.

10. Shibata.S, Furukawa.M., and R.NakashimaR.N.,1976 ,Anal. Chem. Acta., 81, 131.

11. Abdulrazzaq.H.A**.**,2010, University of Kufa , Najaf, Eraq.

12. Bosque-Sendra.J.M, Loppez.E.A., and Garcia.A.M.,2003, Anal.Sci., 19, 1431.

13. Yamauchi.O.Y. and H.Tanaka.H.,1970, Talanta, 20, 203.

14. Daneshvar.N., Entezami.A.A, Khandar.A.A, and Saghatforoush.L.A,2003, Polyhedron, 22, 1437.

15. Hashim.Z. & Hassan.K.,2011, Iraqi National J.of Chemistry, 44, 474.

16. Mattison.L.E.,.Metaxas.J.M., andDell.C.S.O., 1969 , Anal. Chem.,41(12), 1690.

17. Nakamoto.K., Infrared and Raman spectra of Inorganic Coordination**,** 1997, 5th Ed. Part B, Joh N Wiley & Sons, New York, pp. 87, 154, 173 .

18..Al-Hyali.R.T.H., 2004, Thesis, M.Sc., University of Mosul, Mosul, Iraq.

19. Aboodflifel.I., Hussein Kadhim.S. , 2012, J. of kerbala university ,.

20. Majeed Rasheed.E., 2013, Diyala J. for pure Sciences , 9,1.

21. Shavaleev.N.M. &.Mohammad.N.K., 2013, Inorg. Chim. Acta, 20, 407, 261- 268 .

22. Pandey.A., Rajavel.R., Chandraker.S. & Dash.D., 2012, E-Jrournal of Chemisty , 9,4, 2524-2531.

23. Patnaik.L.N. & Das.S. , 1985, J.Am.Chem.Soc., 27, 2, 135 – 144 .

Synthesis and characterization of azo amidazole ligand type N_2 and metal complexes with di valence cobalt , nickel and copper

Receved : 27/9/2016 Accepted :21/12/2016

Shatha Abdualameer Jawad

University of Karbala, College Of Edu. For Pure Sciences

nour91777@gmail.com

Abstract :

The bi dentate ligand type N_2 have been prepared through two steps . The first included the reaction between one equivalent of benzil with one equnivalent of hexa methylene tetra amine, the second included the reaction of first step precursor with one equnivalent of diazanium chloride (p-ethyle aniline with acidic sodium nitrate) , to obtained the target ligand . Co^{+2} , Ni^{+2} , Cu^{+2} from there action of the ligand Complexes were prepared with metal ions 1:1 ratio , the prepousd compounds were characterized by FT-IR , UV-Vis , NMR for ligand , C.H.N Elemental analysis spectoscopies , as well as the molar conductivity and magneticthe successptibility . suggested geometry around the cobalte and copper ions is octahedral and Square planer around nickel ion.

.

Subject Classification: QD 146-197

Key words : binzial, hexa methylene tetra amine , diazanium chloride