تحضير وتشخيص معقدات بعض العناصر الانتقالية مع ليكاند جديد من قواعد شف المشتقة من 4-aminoantipyrene

صالح هادي كاظم عباس نور محمد وليد عباس جواد

جامعة بابل- كلية العلوم- قسم الكيمياء

الخلاصة:

يتضمن البحث تحضير عدد من المعقدات الجديدة لايونات العناصر الانتقالية Fe(III) و Co(II) و Ni(II) و Cu(II) ، مع قاعدة شف الجديدة والمحضرة من التفاعل التكثيفي بين البنزلدين اسيتو فينون و4-امينو انتي بايرين في وسط كحولي ليعطي الليكاند التالي 4-(1,3-diphenylallylidene)amino)-1,5-dimethyl 2-phenyl-1-pyrazyol -3-one تمت دراسة وتشخيص هذه المعقدات المحضرة بواسطة طيف الاشعة تحت الحمراءIR) والاشعة فوق البنفسجية والمرئية (UV-visible) وتقدير العناصر C,H,N والفلزات وقياس الحساسية المغناطيسية و درجة الانصهار والتوصيلية المولارية الكهربائية، ، وقد بينت نتائج التحليل ان لمعقدات الليكاند نسب مولية (2:1)(فلز-ليكاند) باستثناء معقدها مع Ni(II) اذ كانت نسبة (فلز-ليكاند)(1:1) ، ومن خلال هذه الملاحظات تم تحديد الشكل الهندسي لتلك المعقدات.

المقدمة:Introduction

توجد العديد من التطبيقات لقواعد شف ومعقداتها وليسما تلك التي تشتق من الانتي بايرين اذ تعتمد على مجموعة الازوميثين التي تكون جزءا مهما من المركبات العضوية وتستخدم كمواد محفزة لتفاعلات البلمرة عند اتحادها مع ايون الفلز [1] وتطبيقات تحليلية التي تستخدم قواعد شف فيها ككواشف تحليلية ، إذ استخدمت في التشخيص والتحليل الكمي وفصل المركبات الحاوية على مجاميع الكاربونيل وتطبيقات صناعية اذ تستخدم عدد من معقدات قواعد شف في استخلاص الزئبق والسلنيوم من المياه الطبيعية[2] كما استخدمت قواعد شف في المجالات الصناعية المختلفة[3] .

ان لقواعد شف تأثيرات بايولوجية واسعة النطاق لاحتواء المركبات على مجموعة الازوميثين والتي لها فعالية بايولوجية واسعة المدى[4] ، اذ تدخل قواعد شف في عملية بناء البيورفينات المهمة في الجسم من خلال تفاعل مادة البيريدوكسال مع الكلايسين ليكون قاعدة شف والتي ترتبط من خلال الفا- كاربون للكلايسين مع مجموعة الكاربونيل السكسنيت ، فضلا عن ذلك تكون قواعد شف كمركبات وسطية [5] في التفاعلات الامينية البايولوجية (Amination) ، وتم اجراء هذا النوع من التفاعلات باستخدام ايونات فلزية بدلا من الإنزيمات وتكون مشابهة لميكانيكية التفاعلات التي تحدث بوجود الانزيمات وبالتالي امكن من دراسة هذه التفاعلات خارج الجسم[6] . كما تم استخدام قواعد شف في تحضير عدد من الادوية والمركبات التي لها دور مهم في

معالجة عدد من الإمراض الشائعة في الوقت الحاضر[7]. اذ تعمل كمضادات للتشنج ومخفضات لضغط الدم [8] . كما لبعضها فعالية ضد عدد من انواع امراض السرطان [10,9] ومركب ايزونكوتينايل هايدرازيد الذي يظهر فعالية مضادة لمرض السل[12,11] . لاحظ الباحثون امكانية الحصول على قاعدة شف بالتحضير الموضعي وتمكن العاالم (T.joseph) وجماعتة [13]من تحضير قواعد شيف الناتجة من تكثيف 2,4-ثنائي هيدروكسي بنزلديهايد مع بعض الاحماض الامينية وبين انها تسلك سلوك معقدات ثلاثية السن ، لقد تمكن الباحث Raman وجماعته[14] من تحضير ليكاند مشتق من الأمينو أنتي بايرين

benzalidene)-2,4 pentanedionمع

4- aminoantipyrene ليعطي

3-(3-hydroxy-4-nitrobenzalidene)-

2,4-di (imino-4' antipyrinyl)pentane

(15ml) من الكحول الاثيلي المطلق ومزج مع (2.03g)(0.01 mol) من (4- amino antipyrine) المذابة في (15ml)من المذيب نفسه ثم أضيفت خمس قطرات من حامض الخليك الثلجي

2- تحضير المعقدات من نوع $[ML_2Cl_2]$

حيث ان M=Co(II),Cu(II)

$L=C_{26}H_{23}N_3O$

حُضرت ألمعقدات بنسبة مولية (فلز:ليكاند) (2:1) من إضافة (0.118 gm)من كلوريد الكوبلت سداسي الماء ($CoCl_2.6H_2O$) المذاب في (10 ml) من الكحول الاثيلي المطلق إلى (0.393 gm) من L المذاب في (20 ml) من المذيب نفسه وبنفس الطريقة حضر معقد النحاس من اضافة (0.085gm)من كلوريد النحاس ثنائي الماء ($CuCl_2.2H_2O$) المذاب في (10

في هذا البحث تم التركيز على تكوين قاعدة شيف جديدة وذالك من خلال التفاعل التكثيفي مابين 4-aminoantipyrene وbenzylideneacetophenone ودراسة معقداتها مع Co(ll),Cu(ll),Ni(ll),Fe(lll) بالطرق الطيفية المتاحة وقتراح اشكالها الهندسية.

الجزء العملي:Experimental Part

1-تحضير الليكاند:

4-((1,3-diphenylallylidene)amino)-1,5-dimethyl 2-phenyl-1-pyrazyol -3-on

(DPAB)

حضر اليكاند (DPAB) بإذابة (2.08 g) (0.01 mol)من(benzylideneacetophenone) في

. سخن المزيج بعملية التصعيد العكسي لمدة (6)ساعات، ثُم بُرد المزيج حتى تكون الراسب وتم ترشيحه وتجفيفه وتمت اعادة بلورته بالكحول الاثيلي المطلق .

(mlكحول الاثيلي المطلق إلى (0.393 gm) من L المذاب في (20 ml) من المذيب نفسه وسخن المزيج بعملية التصعيد العكسي لمدة (60) دقيقة ثم تركت المعقدات جانبا لتبرد لوحظ ظهور رواسب رشحت وجففت وأعيدت بلورتها بالكحول الاثيلي المطلق .

3- تحضير المعقدات من نوع $[ML_2Cl_2]Cl$ حيث ان M=Fe(III)

$L= C_{26}H_{23}N_3O$

حُضر المعقد اعلاه بنسبة مولية (فلز:ليكاند) (2:1) من إضافة (0.081 gm) من كلوريد الحديديك (FeCl3) المذاب في (10

(ml من الكحول الاثيلي المطلق إلى (0.393 gm من L المذاب في (20 ml) من الكحول الاثيلي المطلق وسخن المزيج بعملية التصعيد العكسي لمدة (30) دقيقة ترك جانبا ليبرد لوحظ ظهور راسب رشح وجفف وأعيدت بلورته بالكحول الاثيلي المطلق .

4- تحضير المعقدات من نوع $[MLCl_2]$

حيث ان M=Ni(II) ، $L= C_{26}H_{23}N_3O$

حُضر المعقد اعلاه بنسبة مولية (فلز:ليكاند) (1:1) من إضافة (0.237 gm) من كلوريد النيكل سداسي الماء ($NiCl_2.6H_2O$) المذاب في 10) (ml من الكحول الاثيلي المطلق إلى (0.393 gm من L المذاب في (10 ml) من الكحول الاثيلي المطلق وسخن المزيج بعملية التصعيد العكسي لمدة (30) دقيقة ترك جانبا ليبرد لوحظ ظهور راسب رشح وجفف وأعيدت بلورته بالكحول الاثيلي المطلق .

تشخيص المعقدات: Identification of the Complexes

بعد اذابة المعقدات في مذيبي داي ميثل فورماميد(DMF) وداي مثيل سلفوكسايد(DMSO) بتركيز 1×10^{-3} M ، فضلا عن ذلك تم قياس الحساسية المغناطيسية للمعقدات المحضرة عند درجة حرارة (25C°) وباستخدام جهاز قياس الحساسية المغناطيسية نوع

Balance Magnetic Susceptibility Model – M.S.B Auto

كذلك تم تحديد الاطياف الالكترونية للمعقدات المحضرة وبدرجة حرارة الغرفة وبتركيز 1×10^{-3}M باستخدام جهاز نوع A- UV-visible spectrophotometer Shimadzu(Uv-1700),Japan) . كما تم تسجيل اطياف الاشعة تحت الحمراء لليكاند والمعقدات المحضرة باستخدام جهاز Test scan Shimadzu FTIR 8000 Series ضمن المدى ($200-4000cm^{-1}$) بدلالة العدد الموجي . والجدول (1) يوضح الصيغ الوضعية وبعض الخواص الفيزياوية لليكاند والمعقدات المحضرة.

المرحلة الاولى:-

تم تقدير العناصر (الكاربون،الهيدروجين،النيتروجين) للمعقدات المحضرة فضلا عن اليكاند وذالك باستخدام جهاز تحليل العناصر الدقيق نوع performed using a EURO EA 3000 Single elemental analyzer.

كما تم تقدير العناصر (حديد(III)،كوبلت(II)،نيكل(II)،نحاس(II) للمعقدات المحضرة باستحدام تقنية الامتصاص الذري نوع Atomic Absorption Spectrophotometer-5000,perkin-Elmer,U.S.A.

وكانت النتائج متفقة ماهو متوقع نظريا مما يدل على صحة الصيغ الكيميائية المقترحة والموضحة في الجدول رقم (1)

المرحلة الثانية :- قيست التوصيلية الكهربائية المولارية للمعقدات المحضرة باستخدام جهاز Digttal Conductivity Meter lassco India قياس التوصيلية نوع

الجدول (1): الصيغ الوضعية والتحليل الدقيق للعناصر وبعض الخواص الفيزياوية لليكاند والمعقدات المحضرة

التسلسل	الصيغة الوضعية	اللون	درجة الانصهار C°	النسبة المئوية للناتج %
1	$C_{26}H_{23}N_3O$	اصفر	110-114	70.5
2	$[Fe(C_{26}H_{23}N_3O)_2Cl_2]Cl.H_2O$	اصفر غامق	96-102	74.8
3	$[Co(C_{26}H_{23}N_3O)_2Cl_2]$	اخضر	119-124	53.2
4	$NiC_{26}H_{23}N_3OCl_2(H_2O)2$	اخضر فاتح	165-170	63.3
5	$[Cu(C_{26}H_{23}N_3O)_2Cl_2].2H_2O$	اخضر غامق	136-141	89.2

النتائج والمناقشة:Results and Discusion

قياس طيف الاشعة تحت الحمراء:

تمت مقارنة اطياف الاشعة تحت الحمراء لكل من الليكاندالمحضر ومعقداته مع ملاحظة التغيرات التي حصلت في مواقع حزم امتصاص المجاميع الفعالة في الجزيئة وكما هو موضح في الجدول (2) ونوقشت النتائج كما ياتي:

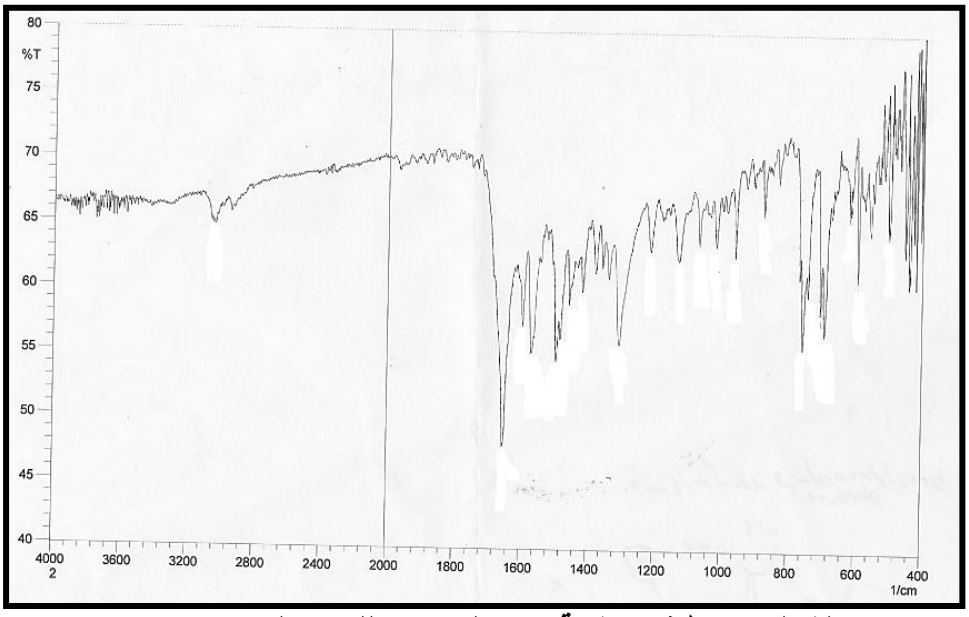
اذ أظهر طيف أللليكاند الموضح في الشكل (1) حزمة امتصاص ضعيفة الشدة عند التردد ($3037cm^{1-}$) تعزى إلى اهتزاز الاتساعي للآصرة ν(C=N)[21,20] وقد عانى هذا الموقع إنزياحآ عند التناسق مع الايونات الفلزية نحو ترددات أقل او اعلى في أطياف المعقدات مما يؤكد حدوث التناسق عن طريق ذرة نتروجين مجموعة ألأزومثين، كذلك تمت دراسة أطياف الليكاندات ومعقداتها في منطقة الترددات المحصورة بين ($600\text{-}400\ cm^{-1}$)[22] لتشخيص حزم الامتصاص الخاصة بأواصر فلز- أوكسجين وفلز- نتروجين للمعقدات حيث أظهرت أطياف المعقدات اختلاف واضح لحزم الامتصاص في هذه المنطقة مقارنة بطيف الليكاند الحر فقد أظهرت للآصرة ν(C-H) الاروماتية[16] ، في حين لوحظ ظهور حزمتي امتصاص ضعيفتي الشدة عند الترددين ($3000,2800\ cm^{-1}$) تعود إلى إهتزاز الاتساعي الآصرة ν(C-H) الاليفاتية والالكينية[17] ،كذالك أظهر طيف الليكاند حزمة امتصاص عالية الشدة عند التردد ($1653\ cm^{-}$) (تعود لاهتزاز الاتساعيν (C=O)[19,18] وقد عانى هذا الموقع إنزياحآ عند التناسق مع الأيونات الفلزية نحو ترددات أوطأ او اعلى في أطياف المعقدات الموضحة في الاشكال (2-5) مما يؤكد حدوث التناسق عن طريق ذرة الأوكسجين في الليكاند.كما أظهر طيف أللليكاند حزمة امتصاص متوسطة ألشدة عند ($1595\ cm^{-1}$) تعود إلى اهتزاز

أطياف المعقدات حزم امتصاص ضعيفة متوسطة الشدة عند ($490\text{-}400cm^{-1}$) تعزى إلى اهتزاز الاتساعي للآصرة ν(M-O) بينما أظهرت الأطياف المشار إليها حزم امتصاص ضعيفة الشدة عند الترددات ($555\text{-}600cm^{-1}$) تعزى إلى اهتزازات ألآصرة ν(M-N) اما اهتزازات مط الاصرة ν (M-Cl) للمعقدات المحضرة[23] فانها تقع ضمن المدى $245\text{-}311)cm^{-1}$ وبتالي فهي خارج حدود قياس الجهاز المستخدم والجدول(2) يوضح التغيرات الحاصلة على مواقع الحزم لكل من الليكاند L ومعقداته.

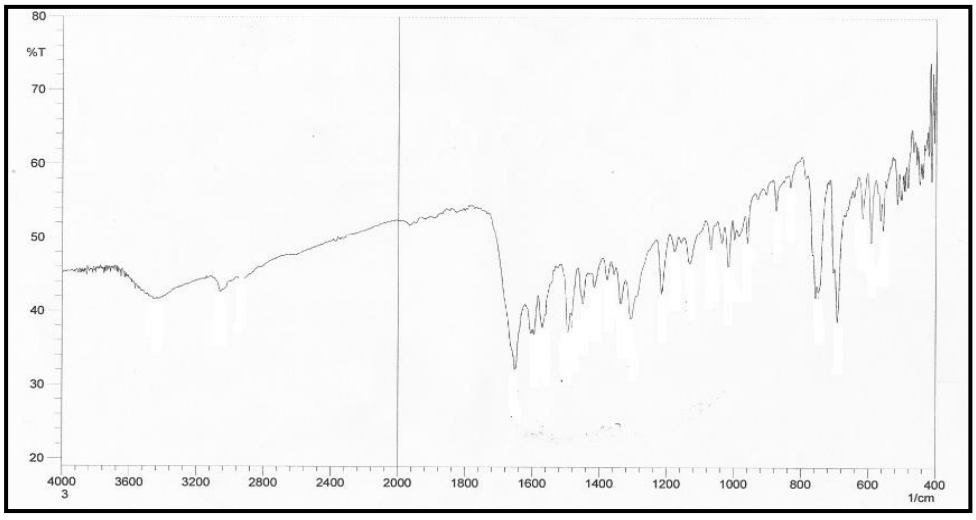
جدول(2) : أطياف الأشعة تحت الحمراء لليكاند L ومعقداته بوحدات(cm^{-1})

ت	المركب	ν(C=O)	ν(C=N)	ν(M-N)	ν(M-O)
1	$C_{26}H_{23}N_3O$	1653(s)	1595(s)	--------	-------
2	$[Fe(C_{26}H_{23}N_3O)_2Cl_2]Cl.H_2O$	1649(s)	1604(s)	557(m)	498(w)
3	$[Co(C_{26}H_{23}N_3O)_2Cl_2]$	1644(s)	1527(m)	567(m)	420(w)
4	$[NiC_{26}H_{23}N_3OCl_2(H_2O)_2]$	1651(s)	1570(s)	594(m)	443(w)
5	$[Cu(C_{26}H_{23}N_3O)_2Cl_2].2H_2O$	1662(s)	1647(s)	567(m)	415(m)

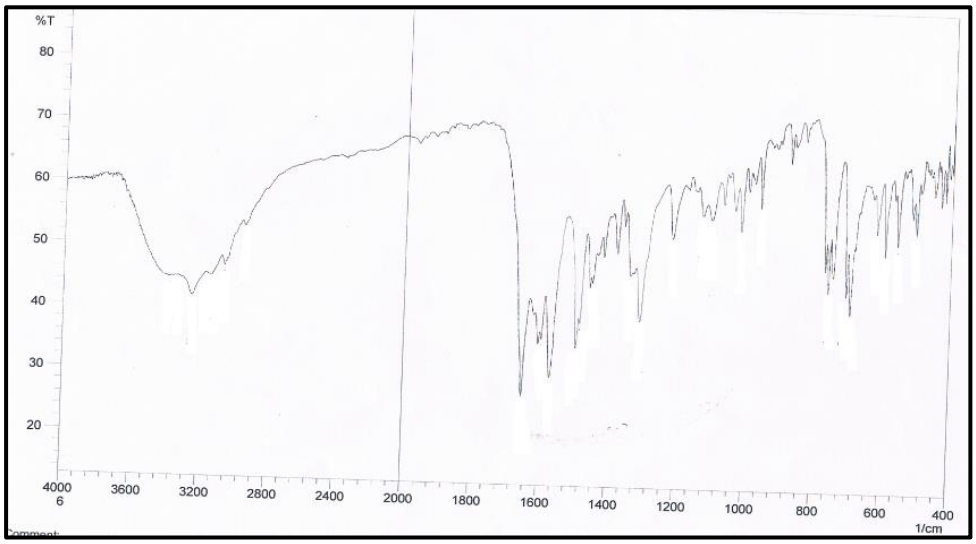
W=weak,m=medium,s=small



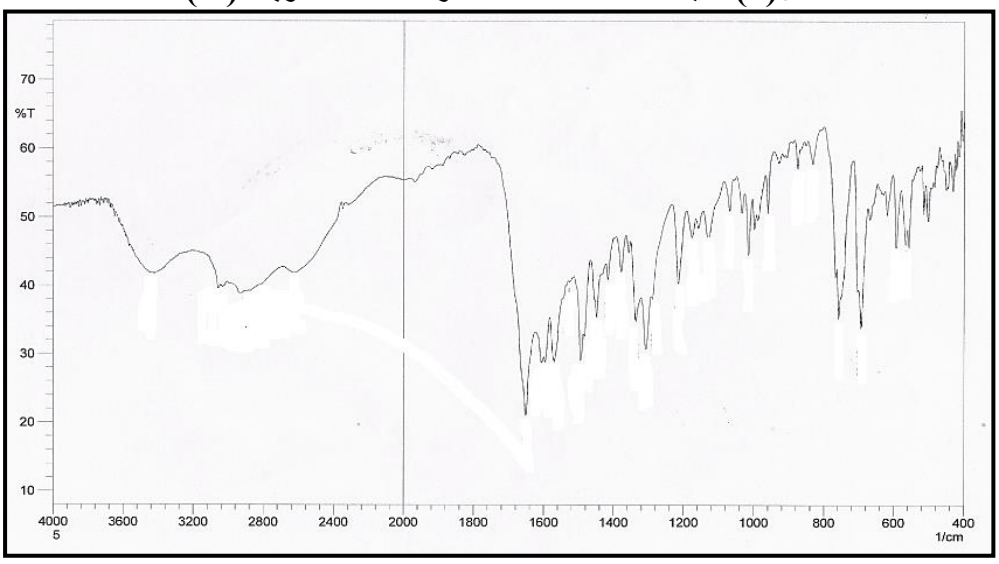
الشكل(1): طيف الاشعة تحت الحمراء لليكاند المحضر(L)



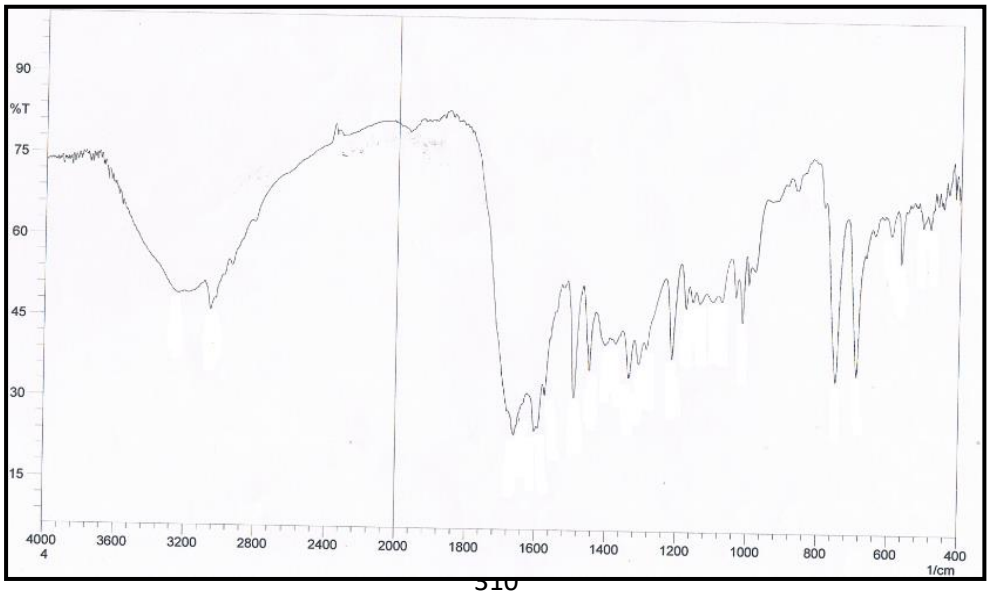
الشكل (2): طيف الاشعة تحت الحمراء لمعقد الحديد (III)



الشكل(3):طيف الاشعة تحت الحمراء لمعقد الكوبلت(II)



الشكل(4):طيف الاشعة تحت الحمراء لمعقد النيكل(II)



الشكل (5): طيف الاشعة تحت الحمراء لمعقد النحاس (II)

التحليل الدقيق للعناصر:

يوضح الجدول (3) القيم العملية والنظرية لعناصر الكاربون والهيدروجين والفلزات الانتقالية في الليكاند (DPAB) ومعقداته المحضرة ،اذ يتضح من النتائج تقارب بالنسب العمليه والنظرية للعناصر المذكورة ممايؤكد الصيغ البنائية المقترحة للمعقدات المحضرة.

الجدول(3):القيم العملية والنظرية لعناصر الكاربون والهيدروجين والنتروجين والفلزات في الليكاند (DPAB) ومعقداته المحضرة

المركب	الوزن الجزيئي g/mol	النسبة المئوية للفلز% العملية (النظرية)	C% العملية (النظرية)	H% العملية (النظرية)	N% العملية (النظرية
$C_{26}H_{23}N_3O$	393	--------	78.373 (79.38	5.241 (5.850)	10.863 (10.680)
$[Fe(C_{26}H_{23}N_3O)_2Cl_2]Cl.H_2O$	966	5.610 (5.770)	62.811 (64.570)	5.019 (4.960)	9.438 (8.690)
$[Co(C_{26}H_{23}N_3O)_2Cl_2]$	916	6.12 (6.43)	67.012 (68.130)	5.474 (5.020)	9.769 (9.170)
$[NiC_{26}H_{23}N_3OCl_2(H_2O)_2]$	559	10.380 (10.500)	56.972 (55.850)	5.473 (4.830)	8.480 (7.510)
$[Cu(C_{26}H_{23}N_3O)_2Cl_2].2H_2O$	957	6.540 (6.640)	64.850 (65.230)	4.660 (5.220)	7.890 (8.780)

القياسات المغناطيسية والاطياف الالكترونية:

معقد الحديد ألثلاثي: تم قياس الحساسية المغناطيسية للمعقد الحديد الثلاثي وجد انه يمتلك عزما مغناطيسيا مقداره (5.42 B.M)وهذه القيمة تتفق مع ماجاء في الادبيات لمعقد الحديد ثماني السطوح ومن خلال قياس الاطياف الالكترونية شكل(7) أظهر معقد الحديد حزمتي امتصاص عند الترددين ($24154-18050cm^{-1}$) الحزمة الاولى تعود الى الانتقالات الالكترونية ($^6A_1g\rightarrow {}^{(G)}{}^4T_2g$) $=v_1$ اما الحزمة الثانية فهي تعود الى $v_2=$ $^6A_1g\rightarrow {}^4A_1g+{}^4Eg$ وهذه القيم تتفق مع معقدات الحديد (III) ثمانية السطوح[22]. والجدول (3) يوضح الاطياف الالكترونية والقياسات المغناطيسية لمعقدات العناصر الانتقالية المحضرة.

معقـدات ألكوبلـت ألثنـائي: مـن خـلال قيـاس الحساسية المغناطيسية للمعقد الكوبلت وجد انه يمتلك عزما مغناطيسيا مقداره (4.73B.M)وهذه القيمة تتفق مع معقدات الكوبلت ثمانية السطوح كذلك تفسر الاطياف الالكترونية لمعقدات الكوبلت الثنائي شكل(8) بانها تمتلك سبعة الكترونات في المستوي (d) فيكون لها رمز الحد هو (^{4}F) وبالتالي من المتوقع ظهور ثلاث حزم لها وهي $^4T_1g \rightarrow {}^4T_2g$ ، $\nu_1 = {}^4T_1g \rightarrow {}^4A_2g$ = ν_2 (^{4}P) ^4T_1g (^{4}F) $^4T_1g \rightarrow$ = ν_3 ، جرى قياس الطيف الالكتروني لمعقد الكوبلت وقد اظهر المعقد حزمت امتصاص في المدى 1500- (1600cm^{-1}) تعود الى (ν_2) أما(ν_1) فإنها لم تظهر في طيف المعقد وهذا يتفق مع ما ورد في الأدبيات [24]في أن معقدات ألكوبلت ثنائي التكافؤ ثماني السطوح عالي البرم أو ظهورها بشكل ضعيف أما الحزمة (ν_3) فقد ظهرت في المدى $^{-1}$ cm (25933-24000) إن ظهور هذه الحزمة في هذا المدى أيضا دلالة على إن معقدات الكوبلت ثمانية السطوح .

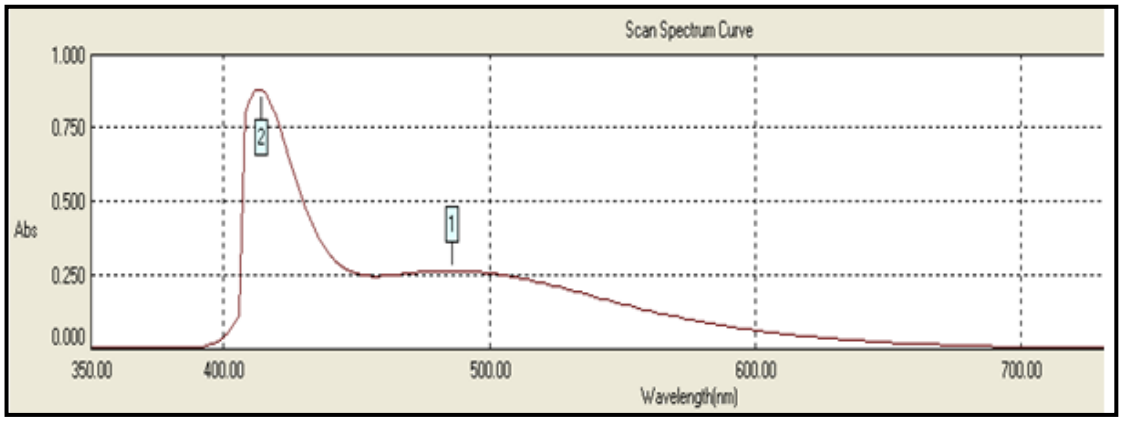
معقدالنيكل الثنـائي: من خلال قياس الحساسية المغناطيسية للمعقد النيكل الثنائي وجد انه يمتلك عزما مغناطيسيا مقداره (3.8 B.M) وهذه القيمة تتفق مع معقدات النيكل ثمانية السطوح وتؤكد ذلك الاطياف الالكترونية الموضحه في الشكل (9) ،اذ تظهرحزمتي امتصاص عند الترديدين -24509) (12958cm^{-1} تعودان الى الانتقالات الالكترونية $\nu_1={}^3A_2g(F)\rightarrow{}^3T_1g(F)$ ، $\nu_2={}^3A_2g(F)\rightarrow{}^3T_1g(P)$ على التوالي ان ظهور حزمة الامتصاص ν_2 في المنطقة المرئية تدعمها قيم العزم المغناطيسي يدل على ان المعقد يتخذ مربع مستوي[26,25].

معقد النحاس الثنائي: من خلال قياس الحساسية المغناطيسية للمعقد النحاس وجد انه يمتلك عزما مغناطيسيا مقداره (1.99B.M)وهذه القيمة تتفق مع معقدات النحاس ثمانية السطوح كذلك تفسر الاطياف الالكترونية لمعقدات النحاس الثنائي شكل(10) بانها تمتلك تسعة الكترونات في المستوى (d) فيكون لها رمز الحد(^{2}D) لذلك اظهر معقد النحاس الثنائي حزمة عريضة عند الانتقال($^2Eg \rightarrow {}^2T_2g$) ومقدارها (19607cm^{-} [1] وتعود هذه الحزمة الى تجمع انتقالين او اكثر وهي $\nu_3 = {}^2Eg\rightarrow{}^2B_{1g}$, $\nu_2 = {}^2B_2g\rightarrow{}^2B_1g$ المتكونة بسبب تاثير(يان تيلر) كذلك اظهر المعقد حزم امتصاص احرى بحدود-24000) (25545cm^{-1} تابعة الى حزم انتقال الشحنة وان هذه القيم تتفق مع المعقدات النحاس(Π) ثمانية السطوح[15].

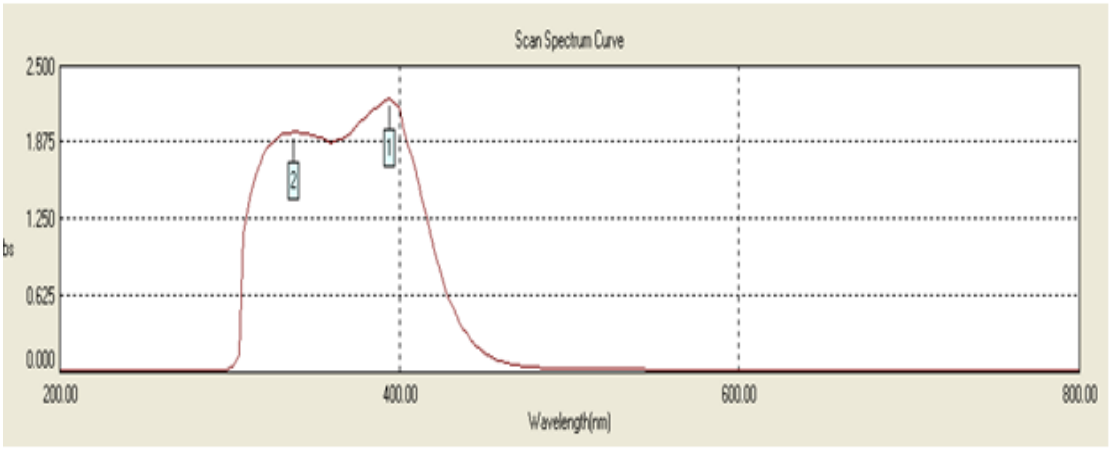
الجدول (3) : القياسات المغناطيسية والاطياف الالكترونية للمعقدات المحضرة

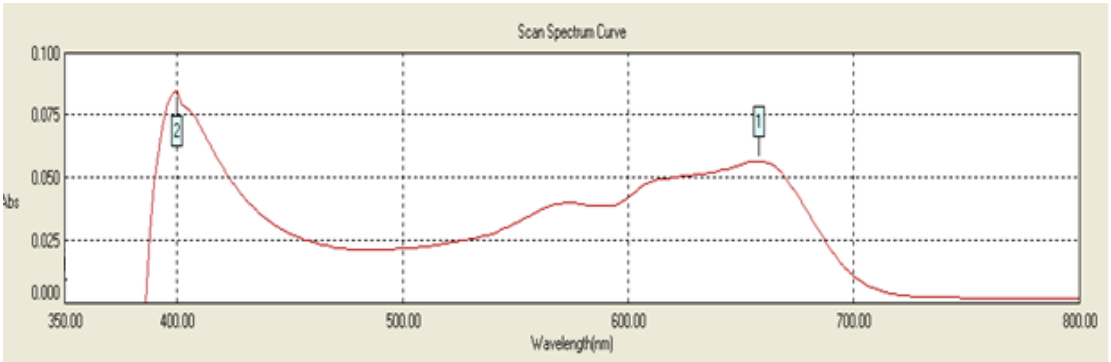
No.	Complex	Bands λ_{max} (nm)	Bands *vcm^{-1}*	Assignment	μ_{eff} (B.M)	Geometry Suggested
1	$[Fe(C_{26}H_{23}N_3O)_2Cl_2]Cl.H_2O$	554 414	18050 24154	$^6A_1g\rightarrow{}^4T_2g$ (G) $^6A_1g\rightarrow{}^4A_1g+{}^4Eg$	5.42	Octahedral
2	$[Co(C_{26}H_{23}N_3O)_2Cl_2]$	658 400	15197 25000	$^4T_1g \rightarrow {}^4A_2g$ $^4 \rightarrow {}^4T_1g(^4F)$ T_1g	4.73	Octahedral
3	$[NiC_{26}H_{23}N_3OCl_2(H_2O)_2]$	772 408	12958 24509	$^3A_2g(F)\rightarrow{}^3T_1g(F)$ $^3A_2g(F)\rightarrow{}^3T_1g(P)$	3.8	Octahedral
4	$[Cu(C_{26}H_{23}N_3O)_2Cl_2].2H_2O$	510 400	19607 25000	$^2Eg \rightarrow {}^2T_2g$ C.T	1.99	Octahedral

الشكل (6) : الطيف الالكتروني لليكاند المحضر(L)

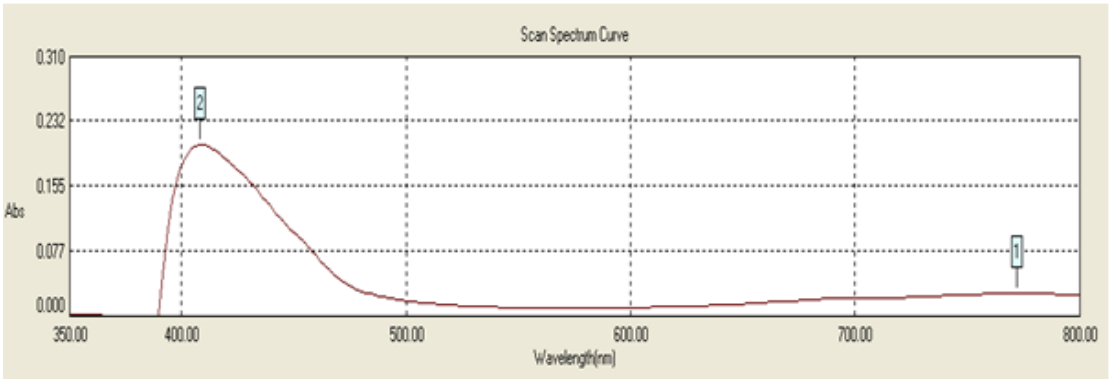


الشكل (7): الطيف الالكتروني لمعقد Fe(III)

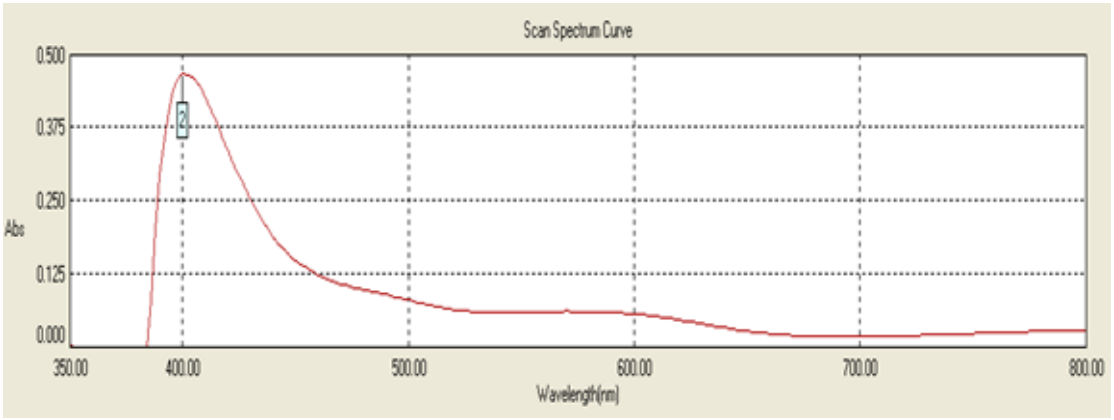




الشكل (8): الطيف الالكتروني لمعقد Co(II)



الشكل (9): الطيف الالكتروني لمعقد Ni(II)



الشكل(10) : طيف الالكتروني لمعقد Cu(II)

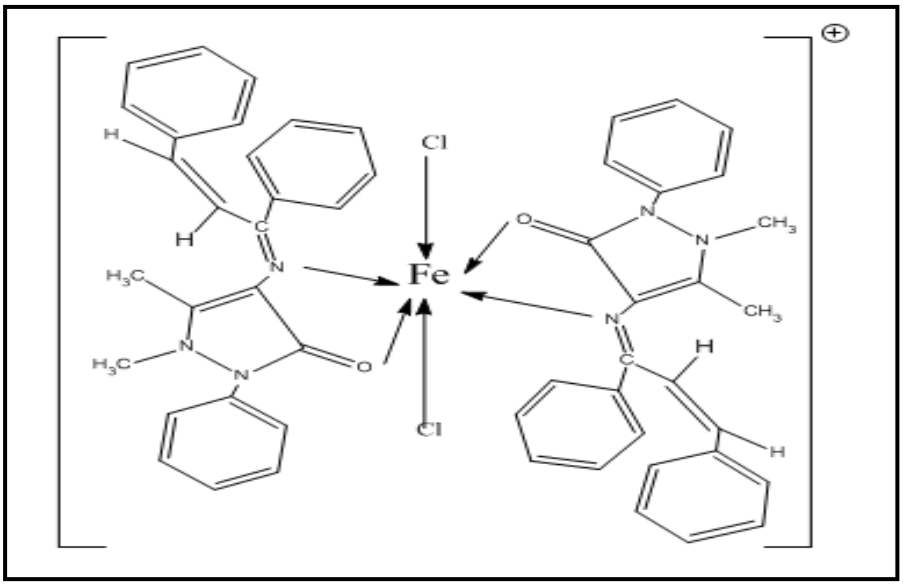
التوصيلية الكهربائية المولارية:-

قيست التوصيلية المولارية لمحاليل المعقدات المحضرة بمذيبي **(DMSO)** و**(DMF)** [15] عند التركيز (1×10^{-3}M) وفي درجة حرارة 25C° وذلك لغرض تحديد ألصفة الألكتروليتية لها. وقد تبين من خلال قياسات التوصيلية الكهربائية المولارية إنها تتفق مع الصيغ التركيبية المقترحة للمعقدات حيث وجد جميع المعقدات غير الالكتروليتية باستثناء معقد الحديد(III) فانه يسلك سلوك الالكتروليتي وبنسبة (1:1) والموضحة في الجدول (1).

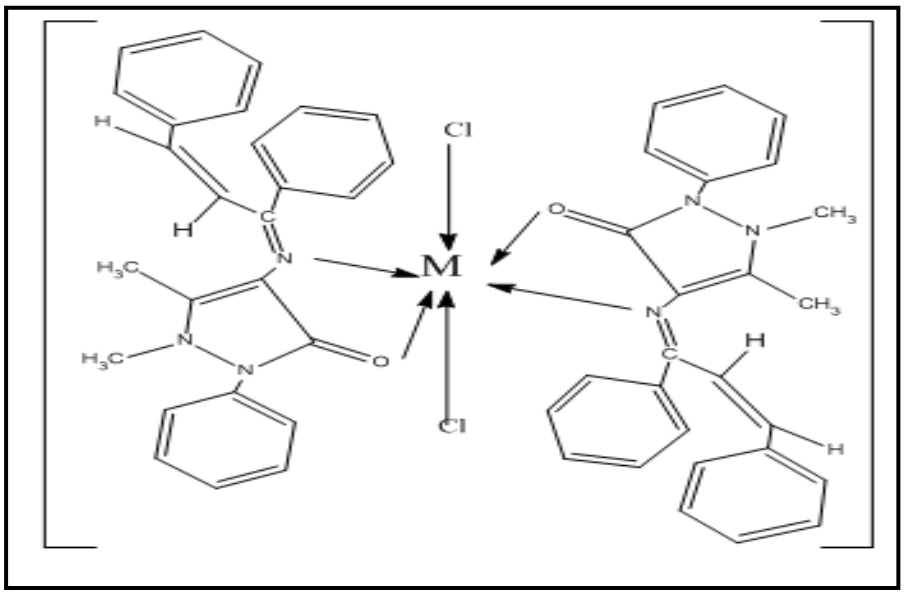
كذلك تم التأكد من وجود ايون الكلور خارج الكرة التناسقية لمعقدات المحضرة بواسطة محلول لنترات الفضة فعند إضافة محلول نترات الفضة الى المحلول المعقد المذاب في (DMSO) لم يلاحظ تكون راسب أبيض باستثناء معقد الحديد(III) الذي لوحظ تكون راسب ابيض وهذا يدل على وجود ايون الكلور خارج الكرة التناسقية.

المعقد	التوصيلية $Ohm^{-1} mol^{-1} cm^2$	
	DMF	DMSO
$[Fe(C_{26}H_{23}N_3O)_2Cl_2]Cl.H_2O$	73.2	34.5
$[Co(C_{26}H_{23}N_3O)_2Cl_2]$	1.4	2.5
$[NiC_{26}H_{23}N_3OCl_2(H_2O)_2]$	10.0	6.0
$[Cu(C_{26}H_{23}N_3O)_2Cl_2].2H_2O$	1.6	10.0

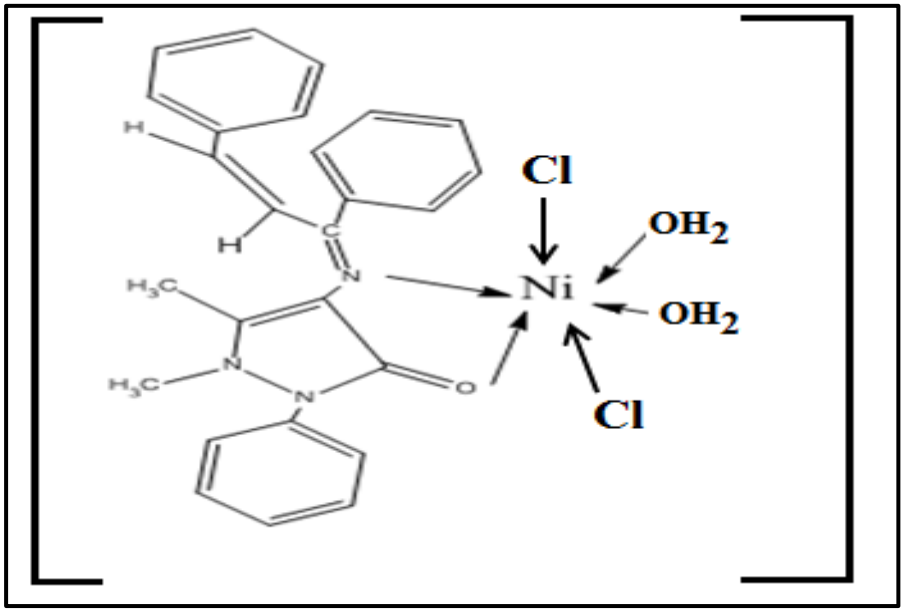
من خلال نتائج القياسات المستحصلة انفا ومقارنتها بما ورد في الأدبيات يمكن أن نستنتج بأن الليكاند المحضر يسلك سلوك ليكاند ثنائي المخلب حيث إن مواقع التناسق هي ذرة نيتروجين آصرة الأزوميثين مضافا" إلى ذرة الأوكسجين في الانتي بايرين وبتالي يمكن اقتراح الأشكال الفراغية للمعقدات المحضرة والمبينه في الاشكال (11و12و13)



الشكل (11) : الشكل المقترح لمعقد الحديد ثماني السطوح



الشكل (12): الشكل المقترح للمعقدات ثمانية السطوح حيث M=Cu(II),Co(II)



الشكل (13) : الشكل المقترح لمعقد النيكل(II) ثماني السطوح

الاستنتاجات:Conclusions

1-نستنتج من دراسة الاطياف لليكاند ومعقداته المحضرة ان الليكاند هو ثنائي السن يرتبط بالايونات الفلزية الحديد (III) والكوبلت (II) والنحاس (II) بنسبة فلز:ليكاند(2:1) وان الاشكال المتكونه بين الليكاند والايونات المذكورة هي معقدات ثمانية السطوح ويرتبط ايوني كلوريد بالايون الفلزي داخل الكرة التناسقية ، اما المعقد الذي يكونه النيكل فيكون بنسبة فلز: ليكاند(1:1) فيرتبط النيكل بالاضافة الى الليكاند بايوني كلوريد وجزيئتين ماء داخل الكرة التناسقية ويكون معقد ثماني السطوح.

2-ان المعقدات تكون غير موصله لانها غير مشحونه باستثناء معقد الحديد (III) يكون مشحونا فيكونا موصلا.

المصادر:

1-S. Toliwal and P. Tegas, ***J . Scientific industrial research***, **69**, 43-47(2010).

2- N. Turan, N. Colak and M. Seker, ***International Journal of Natural and Engineering Sciences***, ***2 (3)***: 27-32 (2008).

3-M. Harikumaran and V. Siji, ***J. Indian Chem. Soc***., ***86***, 441-448(2009).

4- A. Orabi, A. El Marghany, M. Shaker and A. Ali, ***Bulletin of the Chemists and Technologists of Macedonia***, ***24(1),*** 11–19 (2005).

5-T. Rosu, A. Gulea , A. Nicolae and R. Georgescu, ***Molecules***, ***12***, 782-796(2007)

6 - A.Nikoo,Thesis,Synthesis and characterization of Schiff bases derived from 2,6-dimethyl-3,5-pyridinedicarboxhydrazide ,2 (2006).

7- S. Sengupta, O.Pandey, A.Srivastava, M. Mishra andC. Tripathi, **J. Indian Chem. Soc.,** ***85***, 247-251(2008).

em. Soc., ***6(4)***, 738-7(2009).

15-M.Suresh,V.Prakash,***Jornal of physical Sciences***, ***5(14)***, 2203-2211,4 (2010).

16-A. Nair and J. Christine, ***E-Journal of Chemistry***,***6(2),***303-307(2008).

8- B. Krishn, P. Subrahm,J. Dilipkumar and P. Chira, ***E-Journal of Chemistry,. 3(13***), 286-297 (2006).

9-A. Mishra and P. Gupta, ***97th Indian Science Congress***, 3-7 (2010).

10-A.Bdul rauf, Thesis ,synthisis and biological studies of some schiff base compound and there transtion metal complex, zakariya university(2005).

11- N. Perveen,Thesis,Condenced Heterocyclic from aminoazoles,Aslamia University, (1996).

12- A. Rana, N. Parekh,H. Dabhi and S. Nadkarni, ***E-Journal of Chemistry***, *6(3)*, 747-752(2009).

13- T. Joseph , M. Hartmann , S. Ernst and S. Halligudi, ***Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*** ,***207*** ,129–135(2004).

14- N. Ramana, L. Mitub, A. Sakthivela and M.S.S. Pandia, ***J. Iran. Ch***

17-N.Ahasan and M. Rabiul Islam, ***Bangladesh J Pharmacol***; ***2***: 81-87 (2007).

18-J. Krzek, A. Apola, M.Olarczyk and W. Rzeszutko, ***Acta Poloniae***

Pharmaceutica Drug Research, ***64 (1)***. 38(2007).

19- Z.Xiu-Tang and Z. Xiao-Ping, ***Chinese J. Struct. Chem***, ***12(6)***,633-(2002).

20-. Tiong , L.-Khoon , Y. Win , T. Koh and G. Yeap, *Molbank*, 582(2008).

21- L . Brenda , I . FLoris, R . Fritz and M . Javier, ***Bulletin of Insectology*** ,***61 (1)***: 1-4(2008).

22 -Z.Abdullah , A. Hassan ,R. Khalid ,***Baghdad Science Journal*** , ***7(2)***. (2010).

-F. AL- Omari ,***Tekret Science***
23 ***Journal*** , ***17 (1)***,1813-1662(2012).

24 -A.Ali ,S. Abd-Algani ,***Anbar Iraq Journal***, ***3(2)*** , 1991-8941.(2008).

25- N. Raman , C. Thangra and S .Johnson, ***Central European Journal of Chemistry,3(3),***537-556(2005).

26- A. Osowole, ***E-Journal of Chemistry***, ***5(1)***, 130-135 (2008).

Preparation and identification of some transition metal complexes of new schiff base ligand derived from 4-aminoantipyrene

Salih Hadi Kadhim Abbas Noor Al –Shareefy Waleed Abbas Jawad

Abstract:

The research includes preparation of a new complexes of some transition metal ions Fe(III) ,Co(II),Ni(II),Cu(II) with Schiff base obtained from condensation reaction of 4-aminoantipyrene with benzylideneacetophenone in an ethanolic solution to give the ligand : 4-(1,3-diphenylallylidene)amino)-1,5-dimethyl 2-pholenyl-1-pyraz ol-3-one . The identity of these liganl have been characterized by Infrared (IR) and ultraviolet-visible (UV – visible) specta and determine C.H.N ,metals , elemental analysis and measurements of magnetic susceptibility , melting point and molar conductivity.The results showed that all the complexes have (1:2)(metal:ligand) molar ratio , with the exception to Ni(II) complexes which have (1:1)(metal:ligand) molar ratio, from the observations the geometric structure of the synthesized complexes were suggeste .