المجلة العراقية للبحوث الإنسانية والإجتماعية والعلمية
Iraqi Journal of Humanitarian, Social and Scientific Research
Print ISSN 2710-0952 Electronic ISSN 2790-1254
العدد 15A تشرين2 2024
No.15A Nov 2024

تحضير وتشخيص معقدات جديدة لبعض العناصر الانتقالية ثنائية التكافؤ مع ليكاندات حلقية كبيرة المشتقة من الدايميدون والامينات وتقييم فعاليتها البيولوجية

فريال علي محمد رمضان*[1] ، علياء صباح محمد عمر[2]
1-قسم الكيمياء ،كلية التربية ، جامعة الموصل (freal.23esp137@student.uomosul.edu.iq)
2-قسم الكيمياء ،كلية التربية، جامعة الموصل (solve415@uomosul.edu.iq)

الخلاصة:

تضمنت هذه الدراسة تحضير وتشخيص ليكاندات جديدة ومعقداتها احادية النوى من خلال مفاعلة العناصر الانتقالية Fe(II)، Ni(II) , Co(II) و Cu(II) مع ليكندات حلقية كبيرة متكونة من مزيج من بيتا– اينامينون وقواعد شف المشتقة من الدايميدون ومركبات ثنائية الامين في مذيب الايثانول .شخصت الليكندات والمعقدات بواسطة عدد من التقنيات الفيزيائية والكيميائية والطيفية منها الامتصاص الذري ،التحليل الدقيق للعناصر (C.H.N)، طيف الاشعة تحت الحمراء FT-IR،طيف الرنين النووي والمغناطيسي H^1-NMR ،طيف الكتلة، التوصيلية الكهربائية المولارية ،الاطياف الالكترونية ، درجة الانصهار ،قياسات الحساسية المغناطيسية والتحاليل الحرارية (GTA,DTA,DSC). وبينت نتائج التوصيلية الكهربائية المولارية السلوك الالكتروليتي الموصل لجميع المعقدات بنسبة (1:2) . ولقد دلت القياسات على تناسق الليكند بشكل رباعي السن من خلال ذرتي النتروجين لل β–اينامينون وذرتي النتروجين في الازوميثين ، مع جزيئتي ماء ليصبح التناسق حول كل ايون مركزي سداسيا ذو شكل هندسي ثماني السطوح بالصيغة $[M(L)(H_2O)_2]Cl_2$.وقد تمت دراسات الفعالية البيولوجية لليكندات ومعقداتها المحضرة باستعمال طريقة التثبيط وبتركيزيين (10^{-2},10^{-3} M) لأربعة انواع من البكتيريا (سالبة، موجبة) ونوع واحد من الفطريات ولقد أظهرت المعقدات تأثيراً كبيراً لهذه الانواع .

الكلمات المفتاحية: ليكاندات حلقية كبيرة ، بيتا-اينامينون، عناصر انتقالية، دايميدون، تطبيقات بيولوجية

Preparation and characterization of new complexes of some divalent transition elements with macrocyclic ligands derived from dimedone and amines and evaluation of their biological effectiveness

Feryal Ali M.[1*], Alyaa S.M.O. Al-barwari[2]
1-Department of Chemistry, College of Education for Pure Science, University of Mosul, Iraq (freal.23esp137@student.uomosul.edu.iq)
2-Department of Chemistry, College of Education for Pure Science, University of Mosul, Iraq (solve415@uomosul.edu.iq)

Abstract:

This study included the preparation and characterization of new ligands and their mononuclear complexes through the reaction of transition elements Fe(II), Ni(II), Co(II) and Cu(II) with macrocyclic ligands consisting of a mixture of beta-enaminone, diamidon-derived Schiff bases and diamine compounds in ethanol solvent. The ligands and complexes were characterized by a number of physical, chemical and spectroscopic techniques including atomic absorption, elemental microanalysis (C.H.N), FT-IR spectroscopy, H1-NMR spectroscopy, mass spectrometry, molar electrical conductivity, electronic spectra, melting point, magnetic susceptibility measurements and thermal analyses (GTA, DTA, DSC). The results of molar electrical conductivity showed the conductive electrolytic behavior of all complexes at a ratio of (1:2). The measurements

showed that the ligand is coordinated in a tetragonal form through the two nitrogen atoms of β-enaminon and the two nitrogen atoms of azomethine, with two water molecules, so that the coordination around each central ion becomes hexagonal with an octahedral geometric shape with the formula [M(L)(H2O)2]Cl2. The biological activity of the ligands and their prepared complexes was studied using the inhibition method and at two concentrations (M 3-10-2,10) for four types of bacteria (negative, positive) and one type of fungi, and the complexes showed a significant effect on these types

Keywords : Macrocyclic ligands , β-enaminone ,Transition metals ,Dimedon,Biological application

المقدمة

ليكاندات الحلقات الكبيرة هي مجموعة من المركبات العضوية التي تحتوي على حلقات كبيرة من الذرات ذات خصائص فريدة وتطبيقات حيوية في العديد من المجالات الكيميائية والتكنولوجية. مركبات قواعد شف ذات الحلقات الكبيرة تكون ليكندات اكثر انتظاما بالمقارنة مع الليكندات ذات السلسلة المفتوحة وهي لا تحتاج ان تتغير كثيرا عند التاصر مع ايون الفلز بينما في السلسلة المفتوحة يوجد فيها تغيير اساسي في الشكل .وبسبب الأهمية الكبيرة لمعقدات الحلقات الكبيرة أدت إلى دراستها بشكل واسع ومنها معقدات طبيعية مثل الكلورفين الموجود في الكلوروفيل والهيم الموجود في الهيموجلوبين والبروتينات الفلزية التي تستخدم مراتب خلوية ثنائية النواة لانجاز عمليات تحفيزية داخل جسم الانسان .وهي تحضر من تفاعل مركبات الامين مع مركبات ثنائية الكاربونيل الالديهايدية او الكيتونية، المركبات الحلقية الكبيرة ثنائية الكاربونيل تكون أكثر تعقيدا ويمكن ان تنتج عدداً واسعاً من المركبات [1]. وتعتبر قواعد شف من صنف المركبات النتروجينية وهي مركبات عضوية نتجت من اتحاد ذرة النتروجين في الامين الاولي مع مجموعة الكاربونيل في الالديهايدات او الكيتونات لتكوين مجموعة الازوميثين [2] حيث تدخل في تحضير عدد كبير من المعقدات مع ايونات الفلزات بصورة عامة والعناصر الانتقالية بصورة خاصة بسبب قدرتها على التناسق وتكوين المعقدات ذات بنيات مختلفة [3] .ولها استخدامات متعددة وتطبيقات فهي تدخل في تحضير عدد كبير من المركبات الحلقية غير المتجانسة ومعقداتها وفي تحضير البوليمرات ذات الوزن الجزيئي الكبير وفي الاصباغ. وكذلك تظهر فعالية حيوية مضادة للبكتيريا والفطريات ومضادة للالتهابات وخافضة للحرارة ومسكنة الالم ومضادة للأورام السرطانية وامراض الدم وغيرها من الامراض [4,5] . اما مركبات بيتا- اينامينون فهي من المواد الكيميائية المهمة في التخليق العضوي وتحضير مركبات ذات فعالية حيوية تستخدم مركبات β –اينامينون لانتاج مركبات فعالة بيولوجية مضادة للبكتيريا والصرع والالتهاب ومنها مضادات Oxytoain ومثبطات acetyl chotine steysmo [6] نهدف في هذا البحث لتحضير وتشخيص نوعين من الليكندات الجديدة ومعقداتها اذ ان ليكندات البيتا- اينامينون المحضرة توفر مراكز تناسقية قوية الارتباط بالايونات الانتقالية بينما تساهم قواعد شف في زيادة الاستقرار وتحسين الخصائص الضوئية والحرارية للمركبات الناتجة هذا التوليف الفريد من التركيب الحلقي الكبير والمجموعات الوظيفية النشطة يجعل هذه الليكندات ومعقداتها مجالا بحثيا نشطا ومليئا بالامكانات .

الجزء العملي

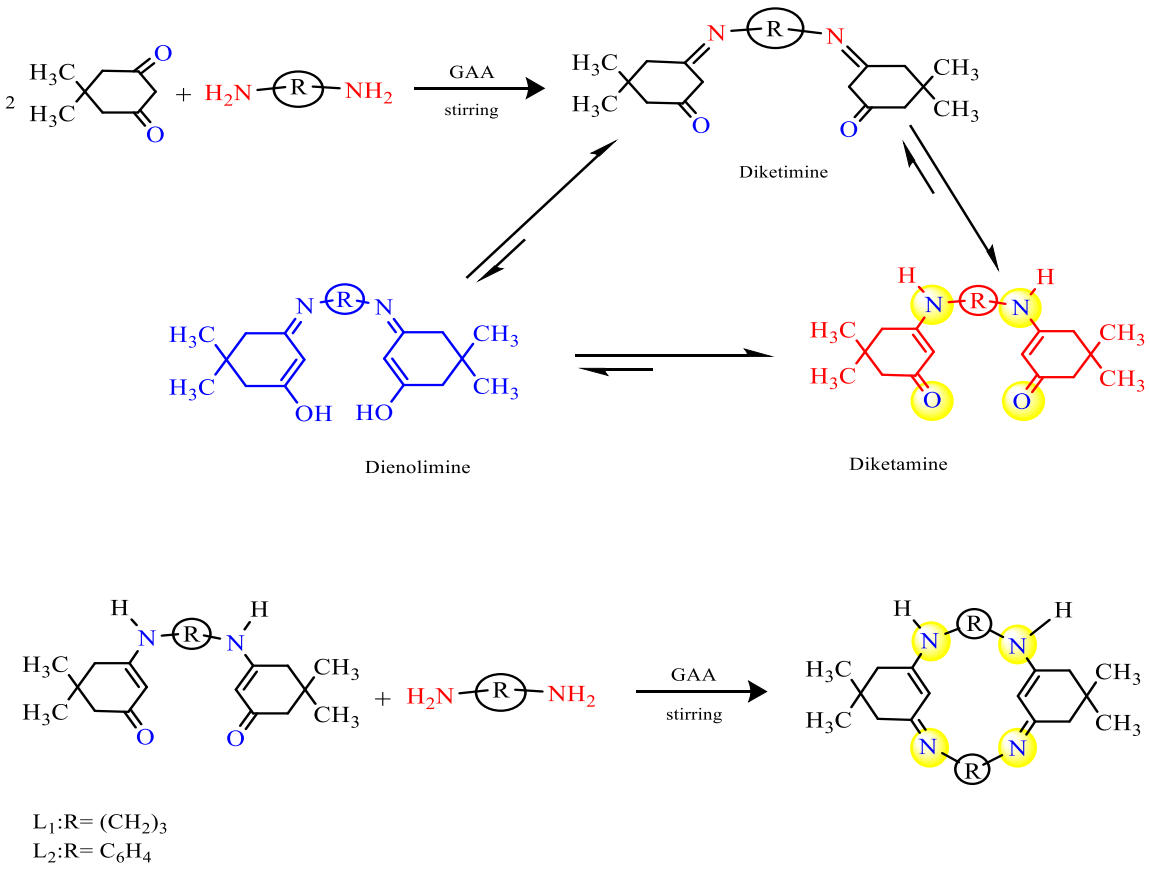
المواد والاجهزة المستخدمة

تم استخدام المواد المجهزة من قبل شركات Aldrich, Fluka , BDH ، اما الاجهزة فقد تم قياس درجة الانصهار او التفكك للمركبات المحضرة باستعمال جهاز من نوع Aparatues-stuart-smp

(Melting Point) في جامعة الموصل- كلية التربية للعلوم الصرفة، واجري تقدير نسب العناصر الكاربون، الهيدروجين والنتروجين (C.H.N) في الليكندات والمعقدات باستخدام جهاز من نوع (Elemintal Anlysis) في جامعة طهران- ايران . اما الامتصاص الذري فقد تم تعيين كمية الحديد والكوبلت والنيكل والنحاس في المعقدات باستخدام جهاز طيف الامتصاص الذري من نوع (Analytik JenaNovaA350) في جامعة- الموصل كلية الزراعة والغابات ،واجري قياس التوصيلية المولارية باستخدام جهاز Conductivit Meter-Model(Eutec) في جامعة الموصل ، تم قياس الحساسية المغناطيسية للمعقدات المحضرة باستخدام جهاز (Magnetic SusceptilityBalance) عند درجة حرارة (25°C) وباستخدام طريقة كوي ، وتم حساب معامل التصحيح الدايا مغناطيسي باستخدام ثوابت باسكال الخاصة للذرات المكونة للمعقدات المحضرة اجري للقياس في جامعة تكريت-كلية التربية للعلوم الصرفة، وسجلت قياسات الأشعة فوق البنفسجية والمرئية لليكندات والمعقدات المحضرة باستعمال جهاز من نوع Uv Spectrophometr PG INSTRUMENTS, وباستخدام DMF و DMSOكمذيب وبتركيز (10^{-3}M) وباستعمال خلايا الكوارتز ذات قطر (1cm) في المدى nm(190 -900) في جامعة الموصل كلية التربية للعلوم الصرفة . وتم قياس طيف الأشعة تحت الحمراء لليكندات باستخدام جهازين الأول في جامعة الموصل / كلية العلوم جهاز من صنع شركة الامريكية (BREKER) موديل (ALPHA II) والثاني في جامعة تكريت-كلية التربية للعلوم الصرفة جهاز من نوع (Shimadzu) في المدى ($400 - 4000cm^{-1}$) بدلالة العدد الموجي وباستخدام اقراص KBr

تحضير الليكندات (L_1, L_2)

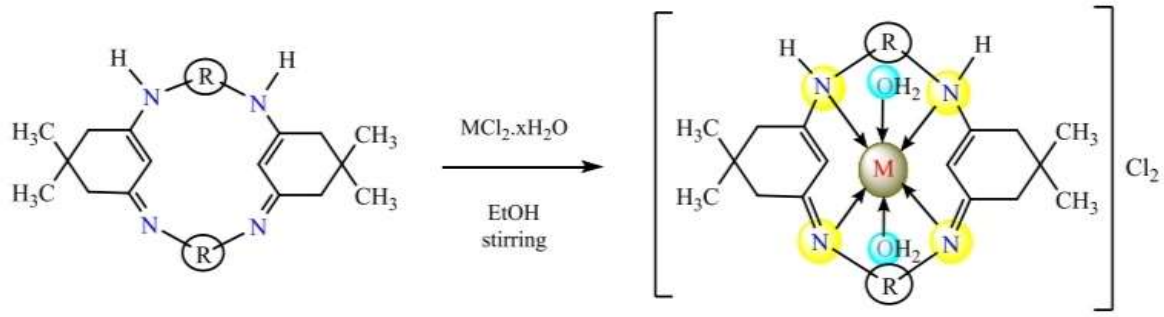
تم تحضير الليكندات بخطوتين:
الخطوة الاولى اضيف (2.8 غم ، 0.02 مول) من الدايميدون وإذيب في 30 مل ايثانول مطلق ، ثم اضيف (0.74 غم، 0.01 مول) من 3,1– بروبان ثنائي أمين لليكند (L_1) /او4,1- فنلين ثنائي أمين لليكند (L_2) في 20 مل ايثانول وأضيف إلى الدايميدون ببطء قطرة قطرة مع التحريك،و نضيف للمزيج بضع قطرات من حامض الخليك الثلجي (GAA) ويترك على التصعيد الحراري لمدة أربع ساعات ، وفنحصل على المركب الوسطي بيتا –اينامينون بنسبة (1:2) دايميدون ، مركب ثنائي الامين
الخطوة الثانية نضيف الى المركب الوسطي (0.74 غم , 0.01 مول) من 3,1- بروبان ثنائي أمين (L_1) / 4,1- فنلين ثنائي أمين (L_2) المذاب في 25 مل ايثانول مطلق ويترك على التصعيد الحراري لمدة 8 ساعات ،وتمت متابعة التفاعل ب TLC للتأكد من اكتمال التفاعل ،يترك الراسب ليستقر 24 ساعة ويرشح ويغسل بالميثانول والايثر ويترك ليجف وتعاد بلورته بالايثانول، كما مبين في المخطط1



مخطط (1):خطوات تحضير الليكندات L_2, L_1

تحضير المعقدات

وضع (0.356 غم، 0.001 مول) من اليكند L_1 / (0.424 غم،0.001 مول) من اليكند L_2 في دورق دائري سعة 250 مل وإذيب في 25 مل ايثانول مطلق ثم أضيف إليه (0.198 غم، 0.001 مول) من الملح الفلزي الحديد $FeCl_2.4H_2O$ المذاب في 30 مل ايثانول مطلق وترك على التصعيد الحراري لمدة 8 ساعات وتمت متابعته بطريقة TLC للتاكد من اكتمال التفاعل وبعدها يترك ليستقر ،يرشح الراسب ، يغسل بالايثر ثم يترك ليجف لمدة 24 ساعه وتعاد بلورته بالايثانول وحُضرت المعقدات الأخرى بالطريقة نفسها وباستخدام الأوزان الخاصة لكل من الليكند والملح
(0.198 غم , 0.001 مول $FeCl_2.4H_2O$),(0.237 غم, 0.001 مول $CoCl_2.6H_2O$)
(0.237 غم , 0.001 مول $NiCl_2.6H_2O$),(0.170 غم , 0.001 مول $CuCl_2.2H_2O$)



R= $(CH_2)_3, C_6H_4$

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

x=2-6

مخطط (2): معادلة تحضير المعقدات

النتائج والمناقشة : تم تشخيص الليكندات والمعقدات المحضرة باستخدام قياسات التوصيلية والحساسية المغناطيسية والتحليل الدقيق للعناصر والامتصاص الذري وطيف الاشعة فوق البنفسجية وطيف الاشعة تحت الحمراء وطيف الرنين النووي المغناطيسي وطيف الكتلة

الامتصاص الذري والتحليل الدقيق للعناصر

تم تعيين كمية الحديد والكوبلت والنيكل والنحاس في المعقدات [7]، وكذلك اجري تقدير نسب العناصر الكاربون الهيدروجين النتروجين (C.H.N) في الليكندات والمعقدات ووجد ان هناك تقارب كبير في القيم المقاسة مع القيم المحسوبة نظريا، القيم موضحة في جدول (1) [8] .

التوصيلية الكهربائية المولارية

اجري قياس التوصيلية المولارية باستعمال ثنائي مثيل فورماميد (DMF) وثنائي مثيل سلفوكساييد (DMSO) كمذيب مناسب عند تركيز (10^{-3}M) ودرجة حرارة (25 °C)، وقد تبين ان المعقدات جميعها ذات السلوك الموصل بنسبة (1:2) الجدول(1) يوضح قيم التوصيلية للمعقدات المحضرة [9] .

جدول (1) بعض الخصائص الفيزيائية والكيميائية لليكندات والمعقدات المحضرة

ت	الصيغة الكيميائية	درجة الانصهار او التفكك (°C)	اللون	النسبة المئوية للناتج	C%	H%	N%	M%	التوصيلية المولارية $cm^2.ohm^{-1}.mol^{-1}$
					نظريا (عملياً)	نظريا (عملياً)	نظريا (عملياً)	نظريا (عملياً)	DMF / DMSO
L_1	$C_{22}H_{36}N_4$	275 277	اصفر غامق	64	74.15 (73.9)	10.11 (9.8)	15.73 (15.9)	--	-- - -

L 2	$C_{28}H_{32}N_4$	208 210	زيتوني غامق	70	79.24 (79.8)	7.54 7.31) (	13.20 (13.0)	--	- -- -
1	$[Fe(L_3)(H_2O)_2]Cl_2$	320D *	قهوائي محمر	75	50.88 50.68) (	6.93 6.79) (	10.79 10.54) (	10.76 10.63) (	69 136
2	$[Co(L_3)(H_2O)_2]Cl_2$	345	زيتوني	60	50.58 50.39) (	6.89 6.69) (	10.72 10.54) (	11.29 11.07) (	74 148
3	$[Ni(L_3)(H_2O)_2]Cl_2$	334	اخضر فاتح	67	50.60 50.46) (	6.90 6.75) (	10.73 10.55) (	11.24 11.07) (	63 125
4	$[Cu(L_3)(H_2O)_2]Cl_2$	350	بني	78	50.13 50.02) (	6.83 6.55) (	10.63 10.44) (	12.06 11.91) (	81 140
5	$[Fe(L_4)(H_2O)_2]Cl_2$	350	رمادي	55	57.25 57.11) (	5.45 5.29) (	9.54 (9.33)	9.51 (9.34)	78 187
6	$[Co(L_4)(H_2O)_2]Cl_2$	300	بني غامق	80	56.95 56.79) (	5.42 5.22) (	9.49 (9.28)	9.98 (9.79)	83 145
7	$[Ni(L_4)(H_2O)_2]Cl_2$	330	اصفر فاتح	70	56.97 56.73) (	5.42 5.29) (	9.49 (9.30)	9.95 (9.76)	169 76
8	$[Cu(L_4)(H_2O)_2]Cl_2$	345	بني غامق	83	56.51 56.38) (	5.38 5.12) (	9.41 (9.22)	10.68 10.47) (	182 67

القياسات المغناطيسية

في دراستنا اظهرت بان معقد الحديد (1) سداسي التناسق خواص دايا مغناطيسية لعدم وجود الكترون منفرد في نظام (d^6) بينما معقد الحديد رقم(5) كانت قيمة العزم المغناطيسي له B.M(5.29) دليل على وجود اربع الكترونات منفردة في نظام (d^6) فهو يمتلك خواص بارا مغناطيسية ويلاحظ وجود زيادة في قيمة العزم المغناطيسي عن القيمة المحسوبة نظريا بسبب المساهمة الاوربيتالية وهذه القيم تتفق مع قيم معقدات الحديد ثمانيه السطوح عالية البرم [10] , بينما اظهرت نتائج معقدات الكوبلت(2,6) قيمة عزم مغناطيسي B.M (3.87,4.00) على التوالي والتي تشير لوجود ثلاثه الكترونات منفردة في نظام (d^7) والزيادة الحاصلة في قيمة العزم المغناطيسي تعود الى المساهمة الاوربيتالية [11] ، كما اظهرت معقدات النيكل(3,7) عزم مغناطيسي B.M (2.85,2.87) وهذا يشير الى وجود الكترونين منفردين في نظام (d^8) وهذه القيم تتفق مع معقدات النيكل ثمانية السطوح عالية البرم [12]، اما معقدات النحاس (4,8) فقد اظهرت عزم مغناطيسي B.M (2.27,2.00) وهذا يشير الى وجود الكترون منفرد في نظام(d^9)[13] .

الاطياف الالكترونية

معقد الحديد (1) سداسي التناسق واطي البرم لم يظهر حزمة امتصاص فقط حزمة انتقال الشحنة (30120) اما معقد الحديد (5) سداسي التناسق عالي البرم الترتيب الالكتروني ($t_2g^4\ eg^2$) اضهر حزمة امتصاص عند(11173) تعود لانتقال $^5T_2g \rightarrow {}^5Eg$ فضلا عن ظهور حزمة انتقال الشحنة(34722) [14] اما معقدات الكوبلت (2,6) فقد اظهرت ثلاث حزم امتصاص [15]

$^4T_1g(F\rightarrow)^4T2g(F)$ 11312, 11261
$^4T_1g(F)\rightarrow {}^4A_2g(F)$ 16077, 15348
$^4T_1g(F)\rightarrow$) 20576 , 22222
$^4T_1g(P$

C.T 33783 , 33333

أظهرت الانتقالات الالكترونية لمعقدات النيكل (3,7) سداسية التناسق عالية البرم ثلاث حزم تعود للانتقالات التالية [16]
$A_2g(F) \rightarrow {}^3T_2g(F)$ 11695 , 11337
$^3A_2g(F)\rightarrow {}^3T_1g(F)$ 13333 , 13661
27027 , 25839
39563 $^3A_2g(F)\rightarrow {}^3T_1g(P$

C.T 36363 ,

وما معقدات النحاس (4,8) فقد أظهرت انتقالاً الكترونياً واحداً [17]

$^2Eg \rightarrow {}^2t_2g$ 15267 , 16181

C.T 35714 , 34129

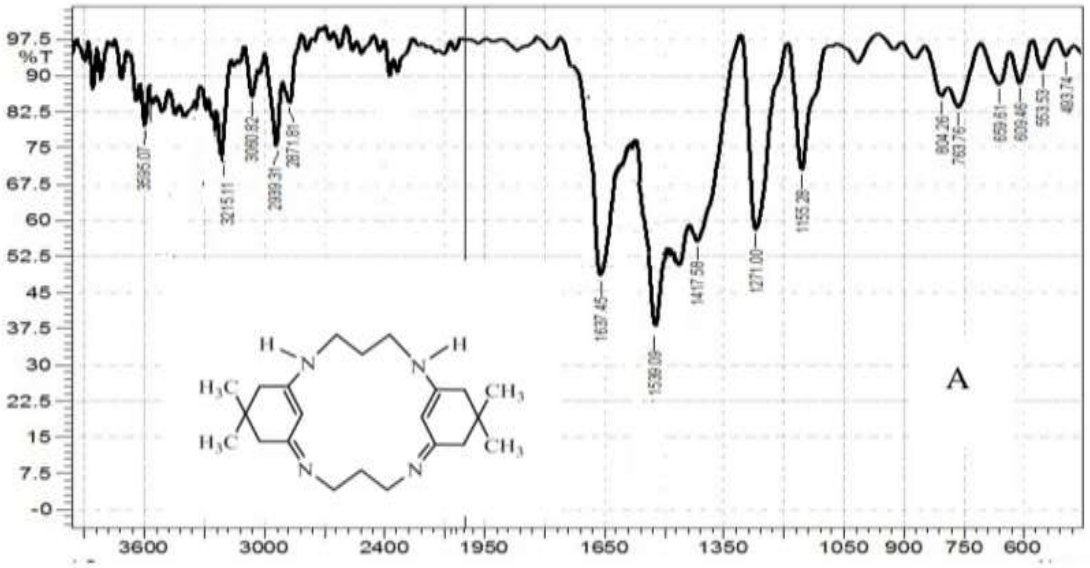
طيف الاشعة تحت الحمراء

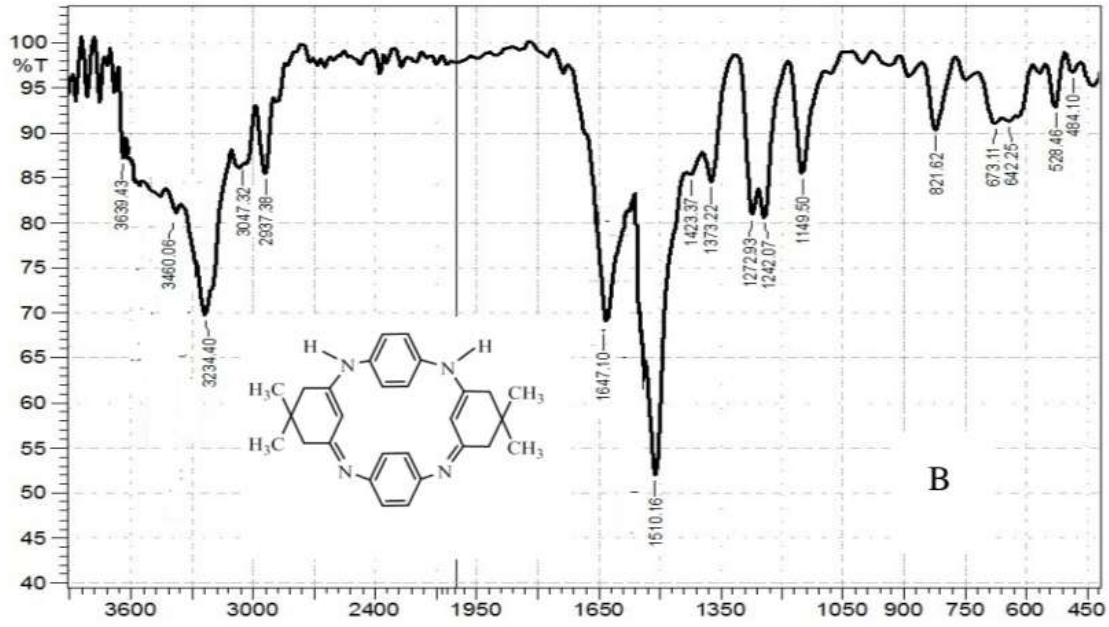
أظهر طيف الأشعة تحت الحمراء لليكندات (L_1,L_2) حزم امتصاص عند cm^{-1} (3215,3234) على التوالي تعود للتردد الامتطاطي N-H وازيحت هذة الترددات في المعقدات الى قيم اقل في المعقدات دلالة على حدوث التناسق [18]، واظهر اهتزاز مط المجموعة (C=N) لليكندات L_1,L_2 حزمة عند cm^{-1} (1637,1647) على التوالي وقد ازيحت هذه القيم الى مديات اقل في المعقدات وهذه دلالة على التاصر بين الفلزات عن طريق ذرتي نتروجين [19] وكذلك اظهر اهتزاز مط المجموعة (M-N) في المعقدات المحضرة عند المدى cm^{-1} (481- 427) ومن الملاحظ ان هذه الحزمة لا تظهر بطيف الليكند وهذا دلالة على حدوث التاصر بين الفلز والليكند [20] واما اهتزاز مط المجموعة (M-OH_2) تظهر هذه الحزم عند المدى cm^{-1} (3550-3200) يعود الى جزيئات الماء المتناسقة مع الايون الفلزي ، اضافة الى ذلك تظهر حزمة عند cm^{-1} (575 - 516) هذه الحزم تعود الى (M-O) [21]

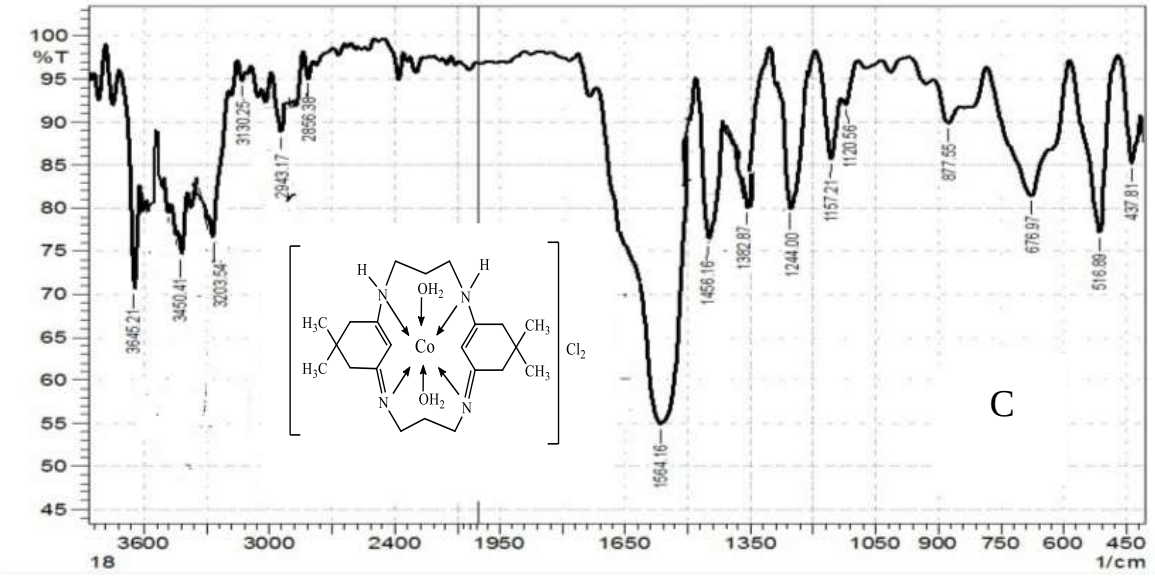
ت	الصيغة الكيميائية	N-H υ	C=N υ	C=C υ	C-N υ	M-O υ	M-N υ	H_2O υ
L_1	$Pr_2\ Dm_2$	3215	1637	1539	1271	--	--	--
L_2	$Ph_2\ Dm_2$	3234	1647	1510	1272	--	--	--
1	$[Fe(L_3)(H_2O)_2]Cl_2$	3195	1612	1492	1220	575	462	3534
2	$[Co(L_3)(H_2O)_2]Cl_2$	3203	1564	1456	1244	516	437	3645

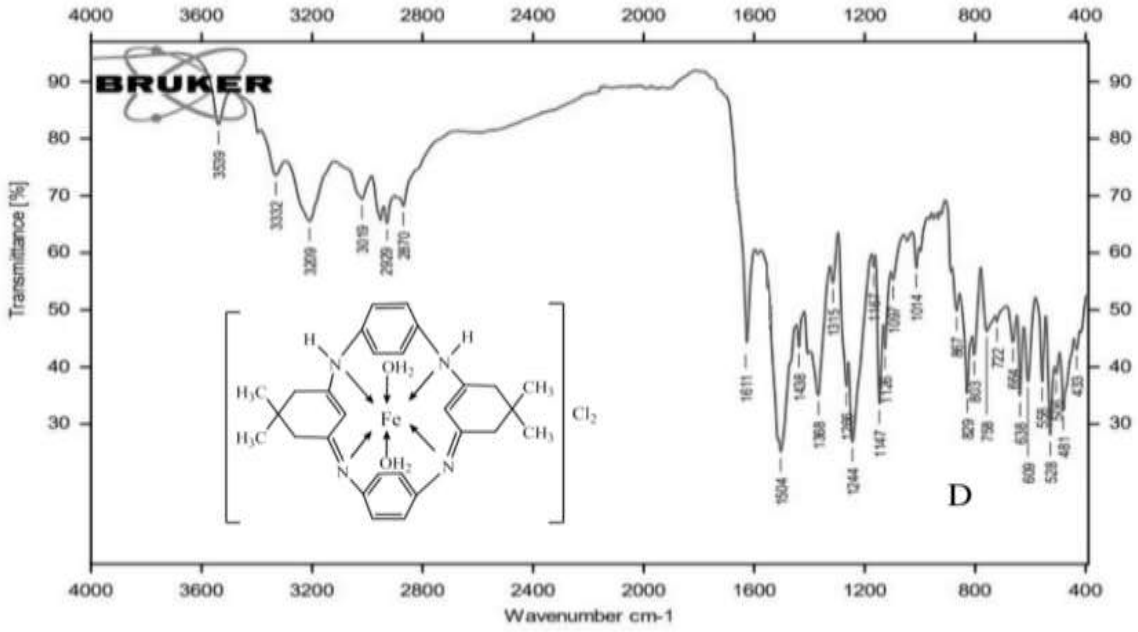
3	$[Ni(L_3)(H_2O)_2]\ Cl_2$	3180	1590	1502	1240	522	429	3496
4	$[Cu(L_3)(H_2O)_2]Cl_2$	3188	1595	1487	1236	551	443	3515
5	$[Fe(L_4)(H_2O)_2\ ]\ Cl_2$	3209	1611	1504	1244	528	481	3539
6	$[Co(L_4)(H_2O)_2]\ Cl_2$	3198	1608	1495	1236	562	456	3580
7	$[Ni(L_4)(H_2O)_2]\ Cl_2$	3210	1602	1499	1252	541	439	3499
8	$[Cu(L_4)(H_2O)_2]Cl_2$	3208	1589	1503	1240	563	427	3562

الجدول (2) اهتزازات مط المجاميع الفعالة لليكندات والمعقدات المحضرة







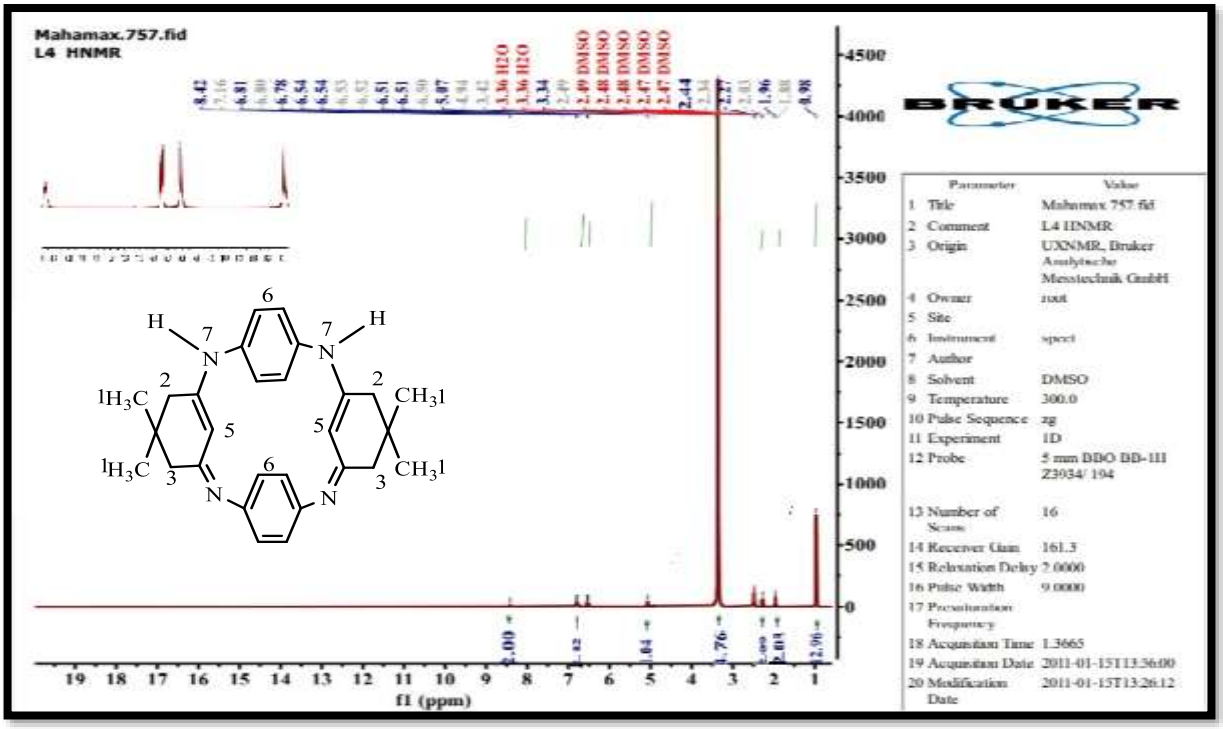


الشكل (1): $A=L_1$, $B=L_2$, $C= [Co(L_3)(H_2O)_2] Cl_2$, $D= [Fe(L_4)(H_2O)_2]Cl_2$

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

اجري قياس طيف الرنين المغناطيسي باستخدام مرجع القياس رباعي مثيل سيلان ($SiMe_4$) والمذيب DMSO-d^6،وفسرت النتائج بالاعتماد على قيم الإشارات الكيميائية والتكامل (Integration) اظهر طيف الرنين النووي المغناطيسي (^{1}H-NMR) لليكند الثاني (L_2) الموضح في شكل (2) إشارة أحادية عند (0.98ppm) تعود إلى اثنى عشر بروتون معوض على حلقة الدايميدون، كما أظهرت إشارة أحادية عند (1.96ppm 4H) تعود إلى بروتونات CH_2 القريبة من مجموعة C=N ، وإشارة أخرى

عند (2.45ppm) تعود إلى بروتونات المجموعة CH_2 القريبة من مجموعة NH ، كذلك إشارة أحادية عند (5.07ppm) تعود إلى بروتون CH مجموعة ال NH أظهرت إشارة أحادية عند (8.42ppm) ، وبروتونات الحلقة الاروماتية اظهرت إشارة ثنائية عند(6.52ppm) تعود إلى ثمانية بروتونات الموجودة في حلقة البنزين [22]



الشكل (2) : طيف الرنين النووي المغناطيسي لليكند L_2

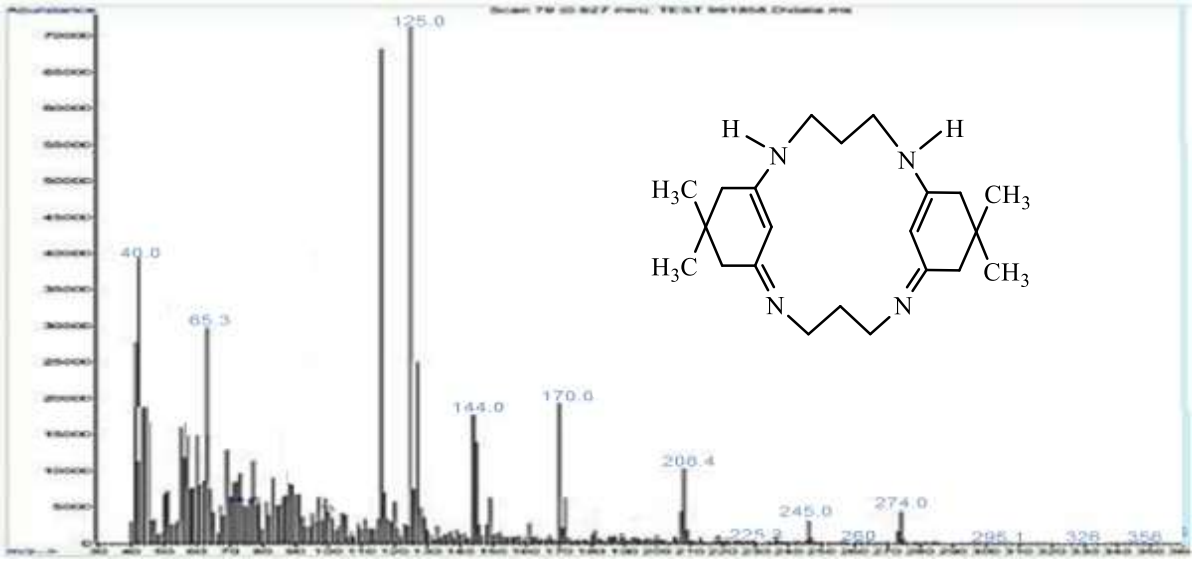
طيف الكتلة

تستخدم هذه التقنية في تعيين الصيغة الجزيئية لليكندات المجهزة وطرائق تفككها للتاكد من تكوين المركب ، وتستخدم أيضا في دراسة ميكانيكية التفاعلات واقتراح طرائق تجزئة أو تفكك المركبات ، وهذه التقنية يمكن أن تؤثر فيها عوامل عدة منها: نوع المكشاف المستخدم ونوع المذيب وطاقة التاين وكذلك الوزن الجزيئي للمركبات بعد ذلك تسجل مطيافية الكتلة.قيس طيف الكتلة لليكند الاول واظهر قيمة عند,356 تعود للايون الأم وكما مبين الشكل (3) وهذا يؤكد التركيب الجزيئي لليكندات [23] [24] .

جدول (3): انشطارت الليكند L_1

ت	التجزئة	الكتلة \ الشحنة (m/z)
1	$[C_{22}H_{36}N_4]^+$	356
2	$[C_{19}H_{18}N_2]^+$	274
3	$[C_{18}H_{29}]^+$	245
4	$[C_{16}H_{16}]^+$	208
5	$[C_{13}H_{14}]^+$	170
6	$[C_{11}H_{12}]^+$	144

7	$[C_9H_{17}]^+$	125
8	$[C_5H_5]^+$	65
9	$[C_3H_4]^+$	40



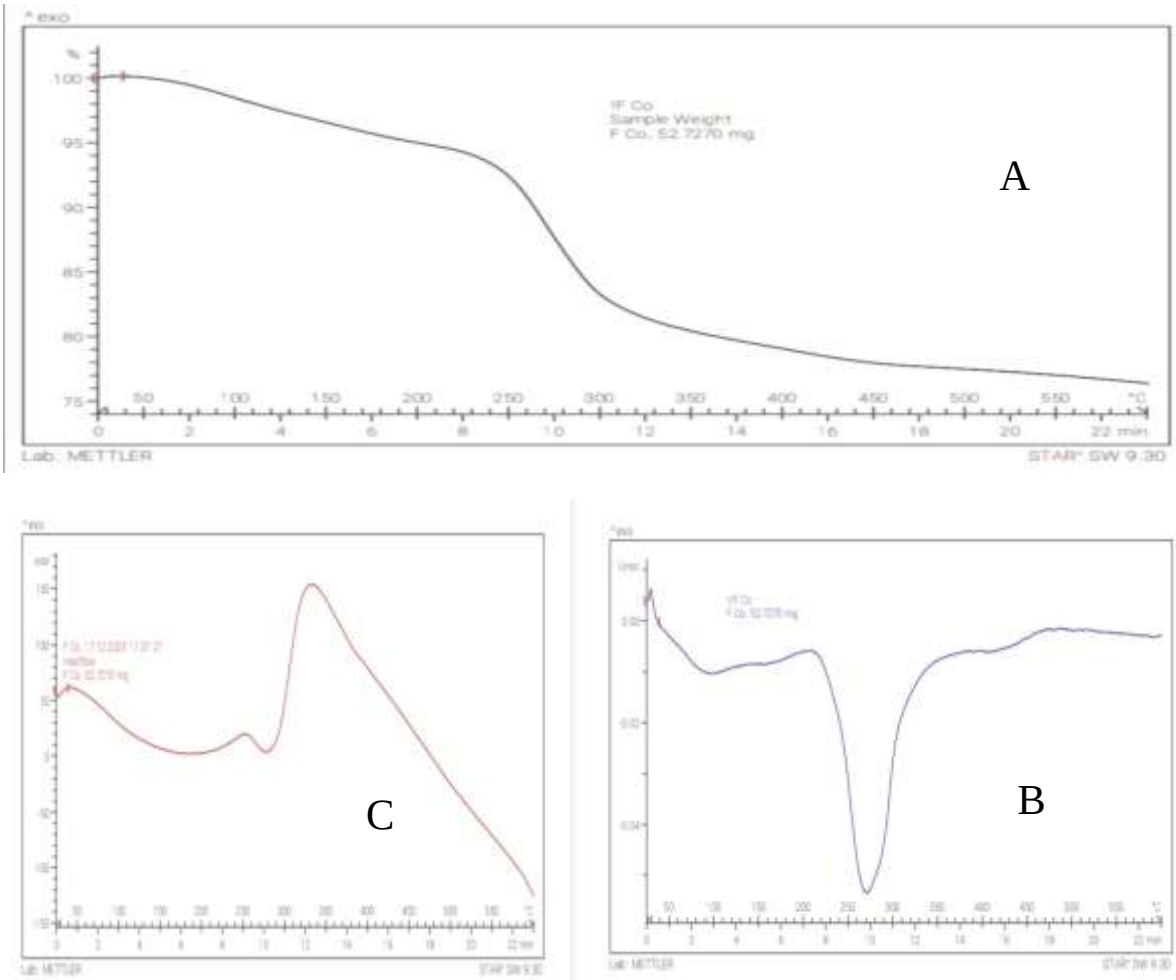
الشكل (3): طيف الكتلة لليكند L_1

التحاليل الحرارية

دُرس السلوك الحراري (TGA,DTA,DSC) للمعقدات المحضرة بمعدل تسخين 25°C في الدقيقة في نطاق درجة حرارة (25-600 °C) وقد بينت نتائج التحليل الحراري الوزني ان المعقدات يحدث لها فقدان بالجزيئة قبل150 °C وهذا يدل على وجود جزيئات ماء متناسقة ضمن الشبكة البلورية المعقدات [25]

جدول (4): نتائج التحاليل الحرارية TGA,DTA ,DSC

ت.	الصيغة الوضعية	الخطوات	TGA	DSC Endo/ Exo	DTA	الاجزاء المفقودة	نسبة الفقد	
							عمليا	نظريا
1	$C_{22}H_{40}N_4O_2$ $FeCl_2$	1	0-100	Endo	78	$2H_2O$	7	6.9
		2	100-385	Exo	160	C_3HCl_2	18.5	20.8
		3	385-600	Endo	400	C_2H_5N	6.5	8.3
6	$C_{28}H_{36}N_4O_2$ $CoCl_2$	1	0-220	Endo	100	$2H_2O$	6	6.11
		2	220-310	Exo	270	$C_3H_{11}Cl$	12.5	13.9
		3	310-600	Exo		C_2HN	5.5	6.6



الشـــــــــكل(4) :التحاليـــــــــل الحراريـــــــــة A=TGA , DTA =B DSC=C
للمعقد $[Co(L_4)(H_2O)_2]Cl_2$

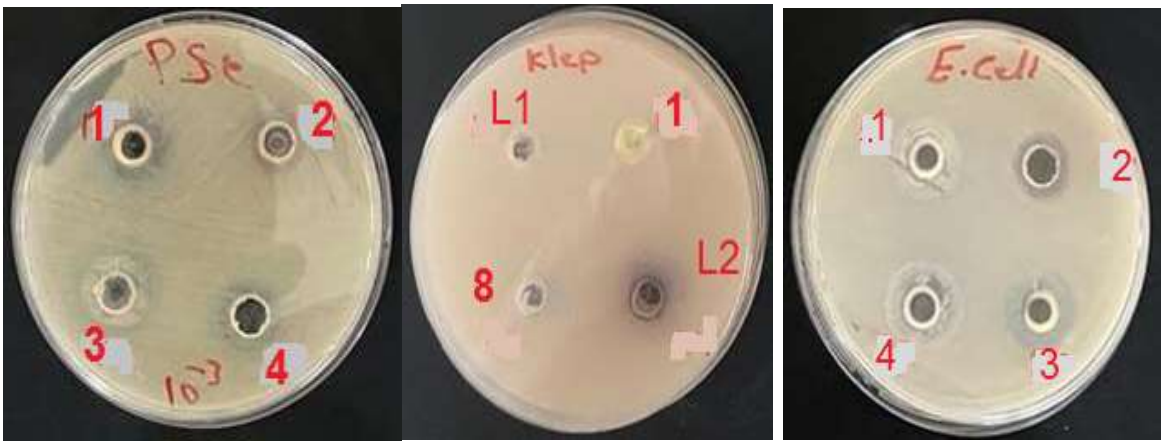
الفعالية البيولوجية

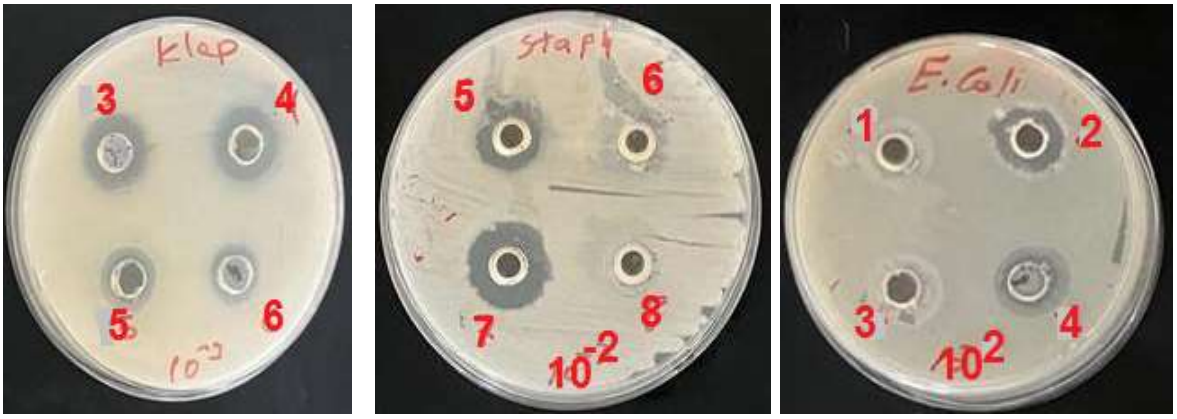
تم اجراء اختبار بيولوجي لليكندات ومعقداتها المحضرة على اربعة انواع من البكتيريا (*Escherichiacoli*)، (*Klebsiella*)، (Pseudomona aeruginosa)و(*staphyococcus aureuse*) ونوع من الفطر *Aspergillus* تم اذابة المركبات في مذيب DMSO وتم اعداد المحالِيل بتركيز(M 10^{-2},10^{-3}) وكانت ذات فعالية متباينة ضد البكتيريا والفطر [26] [27] .

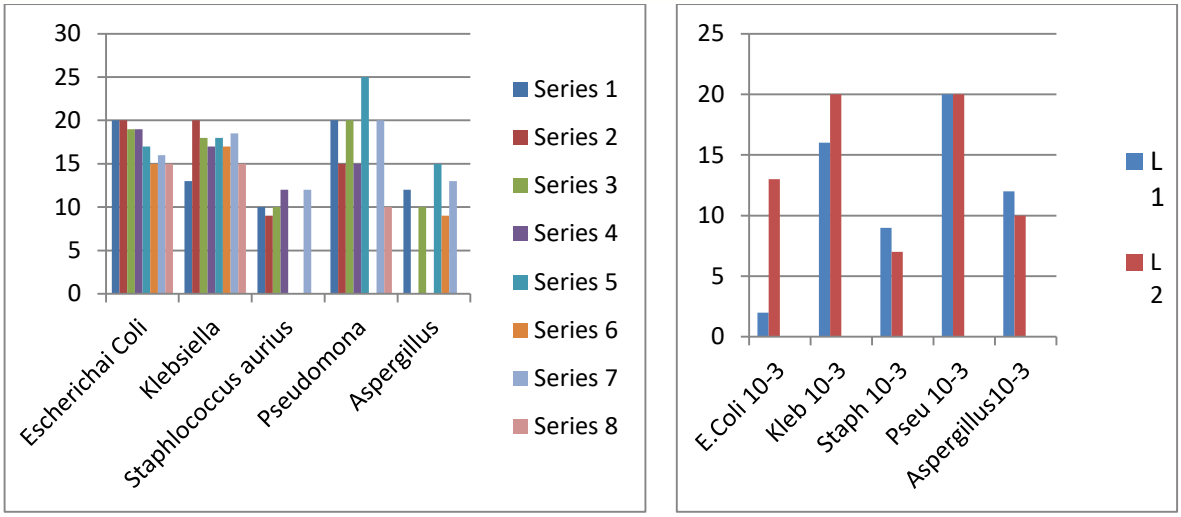
جدول (5): الفعالية البيولوجية لليكندات والمعقدات ضد انواع معينة من البكتريا والفطر

No.	*Escherichia coli*		*Klebsiella*		*Stapyloccus Aurius*		*Pseudomonas aeruginosa*		*Aspergillus niger*	
	10^{-2}	10^{-3}	10^{-2}	10^{-3}	10^{-2}	10^{-3}	10^{-2}	10^{-3}	10^{-2}	10^{-3}
L_1	3	2	20	16	9 12		22	20	12 15	
L_2	13 15		22	20	7 11		24	20	12	

					13
1	20 23	13 15	10 13	20 23	12 15
2	20 21	20 22	9 12	18 15	4 1
3	19 18	18 21	8 10	24 20	10 13
4	19 15	17 17	12 12	20 15	2 5
5	17 20	18 14	2 4	24 25	15 21
6	15 18	17 15	5 3	3 5	9 9
7	16 20	18 20	12 15	26 20	13 13
8	15 15	20 15	4 6	14 10	2 6







الشكل (5) يبين الفعالية البايلوجية لليكندات والمعقدات ضد البكترياوالفطروبالتركيزين M(10^{-3}, 10^{-2})

الاستنتاجات

حضرت الليكندات من الدايميدون مع مركبات ثنائية الامين ولتحضير المعقدات تم مفاعلتها مع عناصر انتقالية Fe(II), Co(II) , Ni(II), Cu(II) وشخصت الليكندات والمعقدات المحضرة بالطرائق الفيزيائية والكيميائية لقد تبين من خلال القياسات التي اجريت ان الاشكال المقترحة للمعقدات المحضرة تكون سداسية التناسق من خلال تناسق ذرات النتروجين في الليكند وجزيئتين ماء متناسقة داخل الكرة التناسقية ولذلك فان الشكل الهندسي الاكثر احتمالا ثماني السطوح ، واظهرت الليكندات والمعقدات فعالية متباينة ضد البكتريا والفطريات .

شكر وتقدير

نقدم عميق امتناننا لجامعة الموصل وعمادة كلية التربية للعلوم الصرفة ورئاسة قسم الكيمياء وكادر المختبرات العلمية في قسم الكيمياء لتسهيل مهمة اجراء هذا البحث.

Refernces

1. Borisova, N. E. , Reshetova, M. D., Y. A. Ustynyuk (2007) , Chem. Rev. , 107, 46-79,.

2 Ali, A. M., Mohammed, H. A., Jasim, Z. U., & Abed, R. R. (2023). Characterization and Antibacterial Evaluation of New Complexes of Nicotinamide semicarbazon Manganese (II), Zinc (II), Silver (I) Synthesizes, *Research Journal of Pharmacy and Technology*, 16(2), 539-544.

3. ÇETİN, Z., Bülent, D. E., (2023). A novel Schiff base ligand and its metal complexes: Synthesis, characterization, theoretical calculations, catalase-like and catecholase-like

enzymatic activities. *Journal of Molecular Liquids* .Vol. 380, 121636.

4. Singh, V. P., & Singh, D. P. (2013). Synthesis, thermal studies and spectral characterization of Co (II), Ni (II), Cu (II), and Zn (II) complexes with some polymeric diacetyl acyldihydrazone ligands. Macromolecular Research, 21, 757-766.

5. Sarkar, N., Levinger, N. E., & Datta, A. (2022). Tribute to Professor Kankan Bhattacharyya. The *Journal of Physical Chemistry* B, 126(19), 3461-3463.

6. Ahmed, A. A., Waheed, E. J., & Numan, A. T. (2020, November). Synthesis, Characterization, Antibacterial study and Efficiency of Inhibition of New di-βenaminone Ligand and its Complexes. In *Journal of Physics: Conference Series*. 1660,(1). 012109).

7. Alfaresa,A. A., Alnuaimya, L.A., Al-Daher, A. M. (2022) Synthesis and Characterization of Mn(II),Co(II),Ni(II),Cu(II) and Zn(II) complexes with2-CarboxybenzaldehydeAroylhydrazones., *Egyptian Journal of Chemistry* ., 65 (1)271–278.

8. Alyass, J. M., Mohammed, A. F . (2022) Preparation and characterization of some new complex salts of Cr(III), Fe(III), Mn(II), Co(II), Ni(II), Cu(II) and Zn(II) ions with tetra propyl ammonium iodide. *Egyptian Journal of Chemistry*., 65(1).239-244.

9. Muruganandam, L., Selvam, S., Kanimozhi, V. (2015). "Synthesis, CharacterIzation and Antimicrobial Studies of some d 10 metal Complexes with a new Mannch base N–[(Diphenylamino) methyl] acetamide. Asian *Journal of Pharmaceutical Science and Technology*, 5(2), 93–97

10. Muruganandam, L . K., Krishnakumar,K.B. (2012), Synthesis ,characterization and antimicrobial studies of a few Mn(II),Fe(II),Zn(II),Cd(II) and Hg(II) complexes derived from n- [morpholino(phenyl)methyl]acetamide as new mannich base ligand",*Chem Sci Rev Lett*,1(2),78-83.

11. Verma, C. P., Kumar, K. S., Aravindhakshan, K. K. (2017). Synthesis, Characterization and Pharmacological activity of colplexes of Cu (II), Ni (II), Mn (II) and Co (II) from

Chalcone N (4)-methyl (phenyl) thiosemicarbazone. *Journal of Pharmaceutical Sciences and Research*, 9(9), 1444.

12. Al-Jarah, FK.; Al-Mukhtar, SE. (2019) Preparation and characterization of some transition metal complexes with oleyl xanthate and 1, 10-phenanthrolin. *Raf J Sci*.;28(2):228-34.

13. Abdulla, A. M., Sabah,A.A., AlTayy, M.A., Ahmed,A.S. (2018) Synthesis and Characterization of Some New Divalent Transition Metal Complexes With Benzophenone Schiff Base**,** ***ISCDBU***, 10,1-7

14. H. A Mohammed and S. E Al-Mukhtar ,(2014) Synthesis and Characterization of Mn (II), Fe (II) and Co (II) Complexes with 4-Hydroxypiperidinedithiocarbamate and their Adducts with Neutral Bases," *Rafidain journal of science*,. 25. 1,. 53-61,

15. Alfares, A.A., Alnuaimy,L.A., AlDaher,A.M., (2022).Synthesis and Characterization of Mn (II) Co (II) N (II) Cu (II) and Zn (II) Complex With z-carboxy Benzaldehyde Aroylhydrazones, *Eyption J. Chemistry* . 65 (1)271–278.

16. Rateeq, N.H., Sheat,A.M. (2023) Altayy, Synthesis and Spectroscopic Studies of Some New 4-amino-7-nitro Acridine 9(10H) one Schiff Base Complexes, *AIP*, *Conf. Proc*., 2834,030024,.

17. Beniwal, S., Kumar, A., Chhimpa, S., Rai, J., John, P. J., Singh, Y., and Sharma, J. (2019). Synthesis and characterization of antimony (III) heteroleptic derivatives having oxygen, nitrogen and sulfur containing organic moieties with their antibacterial and antioxidant activities. Phosphorus, Sulfur, and Silicon and the Related Elements, 194(9), 879-886.

18. Ebosie, N. P. (2021) "Biological and analytical applications of Schiff base metal complexes derived from salicylidene-4-aminoantipyrine and its derivatives: a review." *Journal of the Iranian Chemical Society*: 1- 31.

19. AI-Ta'yy, M.A. Al-Wazzan,Z.Th.A. (2022). Synthesis and Spectroscopic Investigations of Some Divalent Metal

Complexes with Tetradentate Schiff Base Ligand, AIP Conference Proceedings 2394, 040014,

20. Richa, V. K. Kataria, R. (2024) Phenanthroline and Schiff Base Associated Cu(II) Coordinated Compounds Containing N. O as Donor Atoms for Potent Anticancer Activity, *Journal Inorg. Biochem.,* 25,1124410,

21. Gangwar, A. K., Chaudhary, R. R., & Garg, P. (2010). Synthesis and characterization of some new chalcones and their Ti (III) and V (III) complexes. Asian *Journal of Chemistry*, 22(10), 7473.

22. Indira, S., (2019) Synthesis, spectral, electrochemical, in-vitro antimicrobial and antioxidant activities of bisphenolic mannich base and 8- hydroxyquinoline based mixed ligands and their transition metal complexes." *Journal of Molecular Structure* 1198: 126886

23. Numan, A. T., Ibraheem, K. R., & Ibrahim, M. K. (2018). "Synthesis, Characterization and Bacterial Evaluation of New Mixed– Ligand Complexes Containing Dithiocarbamate and 1, 10– Phenanthroline with Some Metal Ions". *Journal of Education and Scientific Studies*, 3(12). 2413–4759

24 Patil, S.S.; Tadavi, S.K.; (2022) Dikundwar, A.; Bendre, R.S. The transition metal complexes of Fe(II), Ni(II) and Cu(II) derived from phthalazine based ligands: Synthesis, crystal structures and biological activities, *Journal of Molecular Structure*., 1247:131293.

25. AL-Jaffer, T., Naser, Z., Hameed, A. (2022) Spectroscopic and thermal studies of some palladium(II) complexes with 2-amino-4-(4-subsistuted phenyl)thiazole derivatives. *Biomedicine and Chemical Sciences* 1(2) 78-82

26. Abed, R.R, Mohammed, A.S., Ahmed, F.J., (2021) Synthesis and diagnoses of new metal ions complexes derived from trimethoprim schiff bases. Research *Journal of Pharmacy and Technology*,; 14(9), 4963-4968.

27. Ameen, A. M. (2021). Synthesis and Characterization of some new palladium (II) Complexes with Dithiocarbamate ligands and Study of Antibacterial Activity. **College Of Basic Education Research Journal,** 17(4), 1072–1083