



جمهورية العراق  
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي  
جامعة بغداد  
كلية التربية للعلوم الصرفة / ابن الهيثم  
قسم الكيمياء

تحضير وتشخيص معقدات قاعدة شف المشتقة من (التراي ميثبريم)  
ومختلطة الليكاند مع (8-هيدروكسي كوينولين)  
ودراسة فعاليتها الحيوية

رسالة مقدمة إلى  
مجلس كلية التربية للعلوم الصرفة / ابن الهيثم – جامعة بغداد  
وهي جزء من متطلبات نيل شهادة الماجستير في علوم الكيمياء

من قبل  
بشرى علي عبد  
بكالوريوس علوم كيمياء 1994 م جامعة بغداد

بإشراف

أ.د احمد ثابت نعمان

1440 هـ

2018 م

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

{ الرَّحْمَنُ (1) عَلَّمَ الْقُرْآنَ (2)  
{ خَلَقَ الْإِنْسَانَ (3) عَلَّمَهُ الْبَيَانَ (4)

PDF Reducer Demo  
صدق الله العظيم

سورة الرحمن الآيات (1 - 4)

## إقرار المشرفين

نقر بان إعداد هذه الرسالة قد جرى تحت إشرافنا في قسم الكيمياء -  
كلية التربية للعلوم الصرفة / ابن الهيثم - جامعة بغداد كجزء من متطلبات  
نيل درجة الماجستير في علوم الكيمياء.

المشرف

التوقيع

الاسم: د. احمد ثابت نعمان

المرتبة العلمية: أستاذ

العنوان: كلية التربية للعلوم الصرفة/ابن الهيثم-

جامعة بغداد

التاريخ / / 2018

توصية رئيس لجنة الدراسات العليا في قسم الكيمياء

بناء على التوصيات المتوفرة، أرفع هذه الرسالة للمناقشة.

التوقيع

الاسم: د. سرمد بهجت ديكران

المرتبة العلمية: استاذ

العنوان: كلية التربية للعلوم الصرفة / ابن الهيثم - جامعة بغداد

التاريخ / / 2018

## إقرار لجنة المناقشة

نحن أعضاء لجنة المناقشة الموقعون أدناه، قد اطلعنا على الرسالة الموسومة (تحضير وتشخيص معقدات قاعدة شف المشتقة من (التراي ميثبريم) ومختلطة الليكاند مع (8-هيدروكسي كوينولين) ودراسة فعاليتها الحيوية ) المقدمة من قبل الطالبة ( بشرى علي عبد ) كجزء من متطلبات نيل درجة الماجستير علوم في الكيمياء، وبعد إجراء المناقشة العلنية وجد إنها مستوفية لمتطلبات الشهادة المذكورة وعليه نوصي بقبولها بتقدير (امتياز).

رئيس لجنة المناقشة

التوقيع

الاسم: د.خالد جواد كاظم

المرتبة العلمية : أستاذ

العنوان: جامعة القادسية / كلية التربية

التاريخ: / / 2018

عضو اللجنة

التوقيع

الاسم: د.محمد زغير غضيب

المرتبة العلمية: أستاذ مساعد

العنوان: جامعة الكوفة / كلية العلوم

التاريخ: / / 2018

عضو اللجنة

التوقيع

الاسم : د. لقاء خالد عبد الكريم

المرتبة العلمية: أستاذ مساعد

العنوان: جامعة بغداد / كلية التربية للعلوم الصرفة – ابن

الهيثم

التاريخ: / / 2018

عضو اللجنة (المشرف)

التوقيع

الاسم: د. احمد ثابت نعمان

المرتبة العلمية : أستاذ

العنوان: جامعة بغداد/كلية التربية للعلوم الصرفة /ابن

الهيثم

التاريخ: / / 2018

مصادقة كلية التربية للعلوم الصرفة / ابن الهيثم جامعة بغداد

أصادق على ما جاء في قرار اللجنة اعلاه

التوقيع:

أ.د. خالد فهد علي

عميد كلية التربية للعلوم الصرفة / ابن الهيثم

التاريخ: / / 2018

# الإهداء

إلى رمز العطاء و الحنان.. إكباراً وتقديراً و عرفاناً..  
والذي الغالي رحمه الله  
إلى من نذرت عمرها لأجلي .... أمي الحنون  
إلى من شد أزرني ..... سندي في الحياة .....  
زوجي الغالي  
إلى شمسي وضياء نهاري .... اولادي  
إلى كل القلوب المخلصة التي تدعو لي بالنجاح  
والتوفيق... أخواتي وأصدقائي أهدي لهم هذا  
الجهد المتواضع.



بشري



# الشكر والتقدير

الحمد لله رب العالمين .. والصلاة والسلام على سيد الخلق أجمعين الرسول محمد الأكرم وآله الطيبين الطاهرين وصحبه المنتجبين .

بالبدء أتقدم بالشكر الجزيل الى أستاذي الفاضل الدكتور أحمد ثابت نعمان لاقتراحه موضوع البحث ولما قدمه لي من دعم علمي وتشجيع طوال مدة البحث ولما بذله من جهد كبير لإعداد هذه الرسالة ، فأسأل الله أن يمد في عمره .

وكذلك اتقدم بالشكر الجزيل والعرفان الى عمادة كلية التربية للعلوم الصرفة /ابن الهيثم المتمثلة بالاستاذ الدكتور خالد فهد علي حسين عميد الكلية ، والى رئيس قسم الكيمياء الدكتورة نجوى اسحاق ، واتقدم بالشكر الجزيل الى الاستاذ الدكتور ساجد محمود لطيف لتهيئة فرصة الدراسة ولتقديمهم جميع التسهيلات الممكنة لإكمال متطلبات البحث .

ولا يسعني الا العرفان بالجميل والشكر لجميع اساتذة القسم لدورهم الجاد في دعم مسيرتي العلمية .

وأقدم الشكر والعرفان الى كل العاملين في قسم الكيمياء ، ويطيب لي أن أتقدم بالشكر الوافر الى الست إيمان مطر عطية لدعمها الجاد لي طوال مدة الدراسة .والى جميع زملائي طلبة الدراسات العليا في قسم الكيمياء لما قدموه من عون ومساعدة طوال مدة الدراسة – وفقهم الله ، وشكر خاص للدكتور محمد خليل للمساعدة الجليلة التي قدمها لي طوال مدة العمل ، أسأل الله له التوفيق .

## المحتويات

الصفحة	الموضوع	
1-2	الخلاصة	
I	قائمة المحتويات	
VII	قائمة الجداول	
IX	قائمة الاشكال	
XI	قائمة المخططات	
XII	قائمة الاطياف	
XIV	قائمة المختصرات	
<b>1-27</b>	<b>الفصل الأول/ المقدمة</b>	<b>1</b>
الصفحة	الموضوع	الفقرة
1	المضاد الحيوي Trimethoprim	(1-1)
1	تراي ميثبريم (Trimethoprim)	(1-1-1)
2	طريقة تحضير تراي ميثبريم (Trimethoprim)	(1-1-2)
2	معقدات العناصر المشتقة من تراي ميثبريم	(1-1-3)
6	الخواص الفيزيائية للحامض الاميني تراي ميثبريم و-8-هيدروكسي كوينولين	(1-1-4)
7	الكوينولات	(1-2)
8	الليكاند 8-هيدروكسي كوينولين (8-HQ) C <sub>9</sub> H <sub>8</sub> NO	(1-2-1)
8	تحذيرات	(1-2-2)
8	أهمية : 8-هيدروكسي كوينولين (8-HQ)	(1-2-3)
9	طرائق تحضير 8-هيدروكسي كوينولين	(1-2-4)
9	المعقدات الفلزية للاوكسين (8-هيدروكسي كوينولين) ومشتقاته	(1-2-5)
19	المعقدات مختلطة الليكاند	(1-3)

21	قواعد شف	(1-4)
22	تطبيقات قواعد شف	(1-4-1)
23	قواعد شف المشتقة من ترائي ميثبريم ومعقداته الفلزية	(1-4-2)
27	الهدف من البحث	(1-5)
27-36	<b>الفصل الثاني/ الجزء العملي</b>	2
28	المواد الكيميائية والمذيبات المستعملة	(2-1)
29	الأجهزة المستعملة	(2-2)
29	درجات الانصهار Melting points	(2-2-1)
29	أطياف الأشعة تحت الحمراء	(2-2-2)
29	التوصيلية المولارية Molar conductivity	(2-2-3)
29	التحليل الدقيق للعناصر	(2-2-4)
29	أطياف الأشعة فوق البنفسجية- المرئية	(2-2-5)
30	أطياف الرنين النووي المغناطيسي	(2-2-6)
30	طيف الكتلة	(2-2-7)
30	مطيافية الامتصاص الذري	(2-2-8)
30	محتوى الكلور	(2-2-9)
30	الحساسية المغناطيسية	(2-2-10)
30	رسم الأشكال الفراغية Draw of Proposed Figures	(2-3)
30	التأثيرات الحياتية: Biological effect	(2-4)
31	المواد والأجهزة المستخدمة لقياس التأثيرات الحياتية	(2-4-1)
31	الاختصار لليكاند (NaL)، والمركب 8-hydroxy quinolone	(2-5)
32	تحضير الليكاند [NaL]	(2-6)
33	تحضير معقدات الليكاند [NaL]	(2-7)



33	تحضير المعقد [Zn (L) (H <sub>2</sub> O) <sub>3</sub> Cl]	(2-7-1)
33	تحضير معقدات الايونات الايونات Co(II), Mn(II) and Ni(II) ،Cu(II) ،Cd(II) Pd(II)	(2-7-2)
34	تحضير معقدات المختلطة الليكاند	( 2-8)
34	تحضير محلول ملح كوينولينيت البوتاسيوم	(2-8-1)
34	الطريقة العامة للتحضير المعقدات المختلطة الليكاند	(2-8-2)
34	تحضير معقد [(Cu)( Q)(L)(H <sub>2</sub> O) ]	(2-8-3)
35	تحضير معقدات الايونات [ Pd <sup>+2</sup> ، Zn <sup>+2</sup> ، Cd <sup>+2</sup> ، Mn <sup>+2</sup> ، Co <sup>+2</sup> ، Ni <sup>+2</sup> ]	( 2-8-4)
36	الجزء العملي :دراسة الفعالية المضادة للبكتريا لليكاند [NaL] والمعقدات المحضرة	( 2 -9)
36	طريقة تحضير الأوساط الزرعية	(2 -9 - 1 )
36	تحضير عالق الأحياء المجهرية	(2 -9 -2)
36	اختيار الفعالية التثبيطية للمعقدات في الأحياء المجهرية الاختبارية	(2 -9 -3)
<b>98 -37</b>	<b>الفصل الثالث/ النتائج والمناقشة</b>	<b>3</b>
37	تشخيص الليكاند المحضر (NaL)	(3-1)
38	الذوبانية	(3-1-1)
38	طيف الأشعة تحت الحمراء لليكاند (NaL)	(3-1-2)
39	طيف الأشعة تحت الحمراء للأمين الأولي (TMP)	(3-1-2-1)

39	طيف الاشعة تحت الحمراء لمادة ( Sodium pyruvate )	(3-1-2-2)
43	طيف الاشعة فوق البنفسجية – المرئية لليكاند [NaL]	(3-1-3)
44	طيف الرنين النووي المغناطيسي ( $^1\text{H-NMR}$ ) لليكاند [NaL]	(3-1-4)
45	طيف الرنين النووي المغناطيسي ( $^{13}\text{C-NMR}$ ) لليكاند (NaL)	(3-1-5)
47	طيف الكتلة لليكاند [NaL]	(3-1-6)
48	تشخيص المعقدات Characterization of Complexes	(3-2)
48	تشخيص المعقدات لليكاند المحضر [ NaL ] مع بعض الايونات الفلزية	(3-2-1)
50	تشخيص المعقدات مختلطة لليكاند للايونات الفلزية	(3-2-2)
52	التوصيلية المولارية Molar Conductivity	(3-2-3)
53	التحليل الدقيق للعناصر	(3-2-4)
56	الحساسية المغناطيسية Magnetic Susceptibility	(3-2-5)
58	أطياف الأشعة تحت الحمراء لمعقدات الليكاند (NaL)	(3-2-6)
67	طيف الاشعة تحت الحمراء لمركب 8-hydroxyquinoline	(3-2-7)
67	تفسير طيف الاشعة تحت الحمراء لمعقدات الليكاندات المختلطة	(3-2-8)
73	اطياف الاشعة فوق البنفسجية- المرئية	(3-2-9)
74	تفسير طيف UV-Vis للامين ( Trimethoprim )	(3-2-9-1)
74	أطياف الاشعة فوق البنفسجية – المرئية لمعقدات الليكاند (NaL)	(3-2-10)
74	أولاً: معقد المنغنيز [Mn (L) (H <sub>2</sub> O) <sub>3</sub> Cl]	

75	ثانياً : معقد الكوبلت [Co(L) (H <sub>2</sub> O) <sub>3</sub> Cl]	
75	ثالثاً: معقد النيكل [Ni(L) (H <sub>2</sub> O) <sub>3</sub> Cl]	
75	رابعاً: معقد النحاس [Cu(L) (H <sub>2</sub> O) <sub>3</sub> Cl]	
76	خامساً - معقد الزنك [Zn(L) (H <sub>2</sub> O) <sub>3</sub> Cl]	
76	سادساً -معقد الكاديوم [Cd(L) (H <sub>2</sub> O) <sub>3</sub> Cl]	
76	سابعاً - معقد البلاديوم [Pd(L) (H <sub>2</sub> O) <sub>3</sub> Cl]	
81	الطيف الإلكتروني لليكاند (8-هدروكسي كينولين)	(3-2-11)
82	الطيف الإلكتروني لمعقدات الليكاندات المختلطة	(3-2-12)
82	اولاً - معقد المنغنيز [(Mn) (Q) (L)(H <sub>2</sub> O)]	
83	ثانياً- معقد الكوبلت [(Co) (Q) (L)(H <sub>2</sub> O)](II)	
83	ثالثاً- معقد النيكل [(Ni) (Q) (L)(H <sub>2</sub> O)]	
83	رابعاً: معقد النحاس [(Cu) (Q) (L)(H <sub>2</sub> O)]	
84	خامساً: معقد الزنك [(Zn) (Q) (L)(H <sub>2</sub> O)]	
84	سادساً-معقد الكاديوم [(Cd) (Q) (L)(H <sub>2</sub> O)]	
84	سابعاً - معقد البلاديوم [(Pd) (Q) (L)]	
89	الفعالية الحيوية Biological Activity	(3-3)

94	الاستنتاجات والأشكال الهندسية المتوقعة للمعقدات المحضرة	(3-4)
94	المعقدات المحضرة من الليكاند [NaL]	(3-4-1)
96	المعقدات مختلطة الليكاند	(3-4-2)
98	الدراسات المستقبلية	(3-5)
106-99	المصادر	
1-2	Summary	

## قائمة الجداول

6	بعض الخواص الفيزيائية للحامض الاميني تريميثوبريم و8-هيدروكسي كوينولين	(1-1)
25	انواع قواعد شف (5a-1a)، (10b-6b)	(1-2)
28	المواد الكيميائية والمذيبات المستخدمة	(2-1)
31	تراكيب لليكاند المحضر (NaL) و 8-hydroxy quinolone والرموز والتسمية المقترحة لكل مركب	(2-2)
33	المعقدات المحضرة من الليكاند وكميات الاملاح الفلزية المستعملة في تحضيرها	(2-3)
35	المعقدات المختاطة لليكاند وكميات الاملاح الفلزية المستعملة في تحضيرها	(2-4)
38	ذوبانية الليكاند المحضر (NaL) في بعض المذيبات	(3-1)
38	الخواص الفيزيائية لليكاند [NaL]	(3-2)
42	مواقع حزم الامتصاص الرئيسية لطيف الاشعة تحت الحمراء للمواد الأولية والليكاند المحضر (NaL) بوحدة $\text{Cm}^{-1}$	(3-3)
43	معطيات طيف الاشعة فوق البنفسجية - المرئية لليكاند المحضر [NaL]	(3-4)



44	الرنين النووي المغناطيسي ( $^1\text{H-NMR}$ ) لليكاند [NaL]	(3-5)
46	طيف الرنين النووي المغناطيسي ( $^{13}\text{C-NMR}$ ) لليكاند [NaL]	(3-6)
47	طيف الكتلة لليكاند [NaL]	(3-7)
50	ذوبانية المعقدات $[(\text{M}) (\text{L}) (\text{H}_2\text{O})_3\text{Cl}]$ في مذيبات مختلفة	(3-8)
52	ذوبانية المعقدات $[(\text{M}) (\text{Q}) (\text{L})(\text{H}_2\text{O})]$ في مذيبات مختلفة	(3-9)
53	قيم التوصيلية المولارية (M.C) للمعقدات المحضرة	(3-10)
53	قيم التوصيلية المولارية (M.C) لمعقدات الليكاندات المختلطة	(3-11)
54	نتائج التحليل الدقيق للعناصر C.H.N وقياس نسبة الفلز وإيجاد محتوى الكلور لمعقدات الليكاند	(3-12)
55	نتائج التحليل الدقيق للعناصر C.H.N وقياس نسبة الفلز وإيجاد محتوى الكلور لمعقدات المختلطة الليكاند	(3-13)
57	قياسات الحساسية المغناطيسية لمعقدات الليكاندات المختلطة	(3-14)
57	قياسات الحساسية المغناطيسية للمعقدات المحضرة من الليكاند	(3-15)
59	مو حزم الامتصاص الرئيسية لطيف الأشعة تحت الحمراء لمعقدات الليكاند	(3-16)
69	حزم طيف الأشعة تحت الحمراء لمعقدات الليكاندات المختلطة مع بعض ايونات الفلزات	(3-17)
77	معطيات طيف (U.V-Vis) لمعقدات الليكاند (NaL)	(3-18)
81	الطيف الالكتروني (8-هيدروكسي كينولين )	(3-19)
85	بيانات الطيف الالكتروني لمعقدات الليكاندات المختلطة	(3-20)
90	قطر دائرة التثبيط بالمليمتر بعد حقنها ( 24 ) ساعة عند ( 37 ) م° للمعقدات مختلطة الليكاند	(3-21)
91	قطر دائرة التثبيط بالمليمتر بعد حقنها ( 24 ) ساعة عند ( 37 ) م° للمعقدات المحضرة من الليكاند	(3-22)
96	الصيغ الجزيئية لمعقدات الليكاند	(3-23)

الصفحة	قائمة الأشكال	الفقرة
1	التركيب الهندسي -3D للتراي ميثبريم (Trimethoprim)	(1-1)
3	الهيكل البلوري [ Zn(Trim)Cl ]	(1-2)
3	التركيب الفضائي المقترح لمعقد $[Co(en)_2(TMP)_2]Cl_3$	(1-3)
4	معقدات الفضة Ag(I)	(1-4)
4	التركيب الفضائي لمعقدات [Trimethoprim -M -Isoniazid]	(1-5)
5	تركيب معقدات العناصر ( M= Pd(II) , Pt (II) )	(1-6)
7	الشكل الفضائي لأبسط مركبات الكوينولات	(1-7)
8	الشكل الفضائي والبلوري لـ 8-هيدروكسي كوينولين $C_9H_8NO(8-HQ)$	(1-8)
10	الشكل الفراغي لليكاند $(HL)_2$ ومعقداته	(1-9)
10	الليكاند المتضمنان مجموعتي اوكسين معوضة تتصل بمجموعة زايلين	(1-10)
11	الشكل البلوري لمعقد النحاس	(1-11)
11	التركيب الفضائي لمعقدي اليورانيل	(1-12)
12	التركيب الفضائي لمعقد $[Ni(CH_4INO_6S)_2(H_2O)_6].4H_2O$	(1-13)
12	التركيب البلوري لمعقد $[Ni(CH_4INO_6S)_2(H_2O)_6].4H_2O$	(1-14)
13	التركيب الفضائي لمعقد $Hg(PQ)X_2$ (PQ = 2-(2'-pyridyl)quinoline)	(1-15)
13	انواع متعددة لمعقدات السليكون والمنغنيز (a) Mn-Qn model, (b) Mn-Qn-Si <sub>10</sub> , (c) Mn-Qn-Si <sub>12</sub>	(1-16)
14	التركيب الفضائي لمعقدات $[Th (Q)_2LNO_3.nH_2O]$	(1-17)
15	التركيب الفضائي لمعقدات (مختلطة الليكاند) لايوني الثوريوم <sup>(IV)</sup> واليورانيول <sup>(VI)</sup>	(1-18)
16	الشكل الفضائي لليكاند (HQMAPQ)	(1-19)
17	الشكل الفضائي لمعقدات الليكاند (HQMAPQ) مع M= Zn(II), Cd(II), Hg(II)	(1-20)
17	الشكل الفضائي لليكاند 2-[ hydroxyethylimino)methyl]quinolin-8-ol-2)]	(1-21)

18	الشكل البلوري لمعقد النيكل . Ni(H <sub>2</sub> L)	(1-22)
18	معقد النيكل الحلزوني	(1-23)
20	التركيب المقترح لثمانى السطوح لمعقدات مختلطة لليكاند	(1-24)
21	التركيب الكيميائي المقترح للمعقدات	(1-25)
22	الايزومرية الهندسية لقواعد شف	(1-26)
22	الاستقطاب في أسرة الازوميثين المزدوجة	(1-27)
24	يمثل تركيب معقدات الفلزات PbTM عندما M= Ni (II), Co (II), Mn (II) Zn (II)	(1-28)
26	الصيغة التركيبية لقواعد شف من (H1 to H4) من pyridoxal & antibiotics	(1-29)
48	(NaL)الصيغة التركيبية المقترحة لليكاند المحضر	(3-8)
92	قــــــــــــطــــــــــــر التــــــــــــثــــــــــــبــــــــــــيــــــــــــط لليكاند ومعقدات الليكاند <i>Escherichia coli</i>	(3-47)
92	قــــــــــــطــــــــــــر التــــــــــــثــــــــــــبــــــــــــيــــــــــــط لليكاند ومعقدات الليكاندات المختلطة <i>Escherichia coli</i>	(3-48)
93	قــــــــــــطــــــــــــر التــــــــــــثــــــــــــبــــــــــــيــــــــــــط لليكاند ومعقدات الليكاند Staphylococcus aurens	(3-49)
93	قــــــــــــطــــــــــــر التــــــــــــثــــــــــــبــــــــــــيــــــــــــط لليكاند ومعقدات الليكاندات المختلطة Staphylococcus aurens	(3-50)
95	الشكل الهندسي والبلوري لمعقد البلاديوم [Pd(L)(H <sub>2</sub> O)Cl]	(3-51)
95	الشكل الهندسي والبلوري لمعقدات الليكاند (NaL)	(3-52)
96	الشكل الهندسي والبلوري لمعقدات الليكاندات المختلطة	(3-53)
97	الشكل الهندسي والبلوري لمعقد البلاديوم [Pd(Q)(L)]	(3-54)

الصفحة	المخططات	التسلسل
2	معادلات تحضير التراي ميثبريم	(1-1)
9	تحضير المركب (8 - هيدروكسي كوينولين)	(1-2)
19	طرائق مختلفة لتحضير معقد الزنك كقواعد شف مشتقة من الكوينولات	(1-3)
24	تكون قاعدة شف (pbT) ligand	(1-4)
24	تكون قاعدة شف (ligand(VT))	(1-5)
26	تكون قاعدة شف من الكيتون	(1-6)
32	تكون قاعدة شف [NaL]	(2-1)
34	معادلة تحضير كوينولينيت البوتاسيوم	(2-2)
37	تحضير الليكاند (Na L)	(3-1)
49	تحضير معقدات الليكاند [NaL]	(3-2)
51	تحضير المعقدات مختلطة الليكاند	(3-3)

## قائمة الاطياف

الصفحة	الأطياف	التسلسل
40	طيف الأشعة تحت الحمراء للمادة الأولية (Trimethoprim)	(3-1)
40	طيف الأشعة تحت الحمراء للمادة الأولية (Sodium pyruvate)	(3-2)
41	طيف الأشعة تحت الحمراء لليكاند [NaL]	(3-3)
43	الطيف الالكتروني لليكاند [NaL]	(3-4)
44	طيف الرنين النووي المغناطيسي ( $^1\text{H-NMR}$ ) لليكاند [NaL]	(3-5)
45	طيف الرنين النووي المغناطيسي ( $^{13}\text{C-NMR}$ ) لليكاند المحضر (NaL)	(3-6)
47	طيف الكتلة لليكاند [NaL]	(3-7)
60	طيف FT- IR للمعقد $\text{Mn(L)(Cl)(H}_2\text{O)}_3$	(3-9)
60	طيف FT- IR للمعقد $[\text{Mn(L)(Cl)(H}_2\text{O)}_3]$ في قرص يوديد السيزيوم	(3-10)
61	طيف FT- IR للمعقد $[\text{Co(L)(Cl)(H}_2\text{O)}_3]$	(3-11)
61	طيف FT- IR للمعقد $[\text{Co(L)(Cl)(H}_2\text{O)}_3]$ في قرص يوديد السيزيوم	(3-12)
62	طيف FT- IR للمعقد $\text{Ni(L)(Cl)(H}_2\text{O)}_3$	(3-13)
62	طيف FT- IR للمعقد $[\text{Ni(L)(Cl)(H}_2\text{O)}_3]$ في قرص يوديد السيزيوم	(3-14)
63	طيف FT- IR للمعقد $[\text{Cu(L)(Cl)(H}_2\text{O)}_3]$	(3-15)
63	طيف FT- IR للمعقد $[\text{Cu(L)(Cl)(H}_2\text{O)}_3]$ في قرص يوديد السيزيوم	(3-16)
64	طيف FT- IR للمعقد $[\text{Zn(L)(Cl)(H}_2\text{O)}_3]$	(3-17)
64	طيف FT- IR للمعقد $[\text{Zn(L)(Cl)(H}_2\text{O)}_3]$ في قرص يوديد السيزيوم	(3-18)
65	طيف FT- IR للمعقد $[\text{Cd(L)(Cl)(H}_2\text{O)}_3]$	(3-19)
65	طيف FT- IR للمعقد $[\text{Cd(L)(Cl)(H}_2\text{O)}_3]$ في قرص يوديد السيزيوم	(3-20)
66	طيف FT- IR للمعقد $[(\text{Pd(L)(Cl)(H}_2\text{O)}_3)]$	(3-21)
66	طيف FT- IR للمعقد $[(\text{Pd(L)(Cl)(H}_2\text{O)}_3)]$ في قرص يوديد السيزيوم	(3-22)



67	طيف FT- IR لمادة (8-hydroxyquinoline)	(3-23)
70	طيف FT- IR للمعقد [ (Mn(Q)(L)(H <sub>2</sub> O)	(3-24)
70	طيف FT- IR للمعقد [(Co(Q)(L)(H <sub>2</sub> O)	(3-25)
71	طيف FT- IR للمعقد [(Ni(Q)(L)(H <sub>2</sub> O)	(3-26)
71	طيف FT- IR للمعقد [(Cu(Q)(L)(H <sub>2</sub> O)	(3-27)
72	طيف FT- IR للمعقد [(Zn(Q)(L)(H <sub>2</sub> O)	(3-28)
72	طيف FT- IR للمعقد [(Cd(Q)(L)(H <sub>2</sub> O)	(3-29)
73	طيف FT- IR للمعقد [(Pd(Q)(L)	(3-30)
74	الطيف الالكتروني ( Trimethoprim ) (TMP)	(3-31)
78	الطيف الالكتروني للمعقد [(Mn) (L) ((H <sub>2</sub> O) <sub>3</sub> CL)	( 3-32)
78	الطيف الالكتروني للمعقد [Co(L)(H <sub>2</sub> O) <sub>3</sub> Cl]	( 3-33)
79	الطيف الالكتروني للمعقد [Ni(L)(H <sub>2</sub> O) <sub>3</sub> Cl]	(3-34)
79	الطيف الالكتروني للمعقد [Cu(L)(H <sub>2</sub> O) <sub>3</sub> Cl]	( 3-35)
80	الطيف الالكتروني للمعقد [Zn(L)(H <sub>2</sub> O) <sub>3</sub> Cl]	( 3-36)
80	الطيف الالكتروني للمعقد [Cd(L)(H <sub>2</sub> O) <sub>3</sub> Cl]	( 3-37)
81	الطيف الالكتروني للمعقد [Pd(L)(H <sub>2</sub> O) Cl]	(3-38)
82	الطيف الالكتروني (8-هيدروكسي كينولين)	(3-39)
86	الطيف الالكتروني للمعقد [( Mn)(L)(Q)(H <sub>2</sub> O) ]	(3-40)
86	الطيف الالكتروني للمعقد [(Co)(L)(Q)(H <sub>2</sub> O) ]	(3-41)
87	الطيف الالكتروني للمعقد [(Ni )(L)(Q)(H <sub>2</sub> O)]	(3-42)
87	الطيف الالكتروني للمعقد [(Cu) (L)(Q)(H <sub>2</sub> O) ]	( 3-43)
88	الطيف الالكتروني للمعقد [( Zn )( L)(Q)(H <sub>2</sub> O) ]	(3-44)
88	الطيف الالكتروني للمعقد [ (Cd)(L)(Q)(H <sub>2</sub> O) ]	( 3-45)
89	الطيف الالكتروني [ (Pd)(L)(Q) ]	(3-46)

## المختصرات

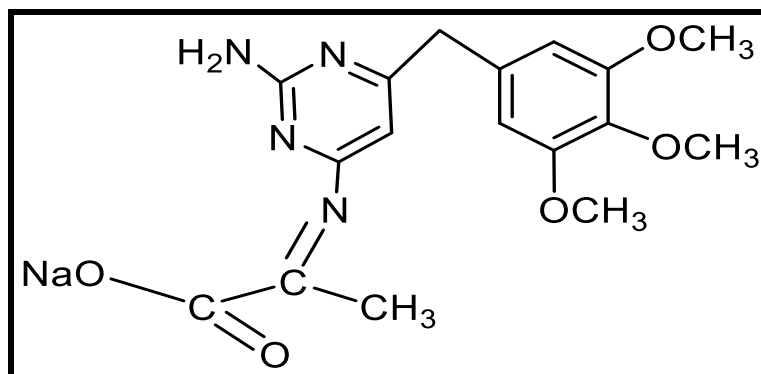
<b>A.A</b>	Atomic absorption
<b><sup>1</sup>H-NMR</b>	Proton nuclear magnetic resonance
<b><sup>13</sup>C-NMR</b>	Carbon-13-nuclear magnetic resonance
<b>m.p</b>	Melting point
<b>FT-IR</b>	Fourier Transform Infrared Spectroscopy
<b>UV-vis</b>	Ultraviolet and Visible
<b>λ</b>	Wave length
<b>ε<sub>max</sub></b>	Molar absorptivity
<b>Abs</b>	Absorbance
<b>Nm</b>	Nanometer
<b>Cm</b>	Centimeter
<b>Fig.</b>	Figure
<b>Dec.</b>	Decompositon
<b>No.</b>	Number
<b>hr</b>	Hour
<b>ν</b>	Wave number
<b>MeOH</b>	Methanol
<b>EtOH</b>	Ethanol
<b>DMSO</b>	Dimethyl sulfoxide
<b>DMF</b>	Dimethyl Formamide
<b>g</b>	Gram
<b>M</b>	Metal
<b>M.wt</b>	Molecular weight
<b>Λ<sub>m</sub></b>	Molar conductivity
<b>[NaL]</b>	Schiff base Trimethoprim with sodium pyruvate
<b>[HQ]</b>	8-hydroxyquinoline
<b>TMP</b>	Trimethoprim
<b>DMSO-d<sup>6</sup></b>	Deuterated dimethyl sulfoxide
<b>ν<sub>as</sub></b>	Vibration asymmetric
<b>ν<sub>s</sub></b>	Vibration symmetric

### الخلاصة

هدف البحث تحضير وتشخيص الليكاند المحضر ثنائي السن

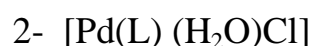
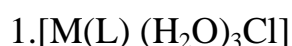
sodium[ (Z)-2-((2-amino-6-(3,4,5-trimethoxybenzyl) pyrimidin-4-

(yl)imino) من تفاعل (Trimethoprim) مع (sodium pyruvate) لينتج الليكاند [NaL] بأستعمال ميثانول كمذيب بطريقة التصعيد الحراري , تم تشخيص الليكاند المحضر باستخدام اطياف الاشعة تحت الحمراء , الاشعة فوق البنفسجية , طيف الرنين النووي المغناطيسي , طيف الكتلة [H, <sup>13</sup>C-NMR spectra, mass spectra] ودرجة الانصهار. إن التركيب الجزيئي المحتمل لليكاند [NaL] كما موضح في الشكل الاتي :

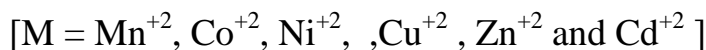


ligand[NaL]

وتم تحضير نوعين من المعقدات : النوع الاول بالصيغة الجزيئية :-

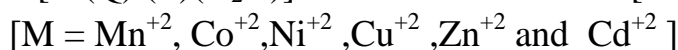
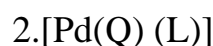
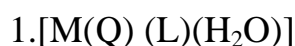


where :



إذ حضرت المعقدات من مفاعلة الليكاند [NaL] مع ايونات الفلزات الثنائية بطريقة التصعيد الحراري بأستعمال الميثانول كمذيب بنسب مولية (1:1).

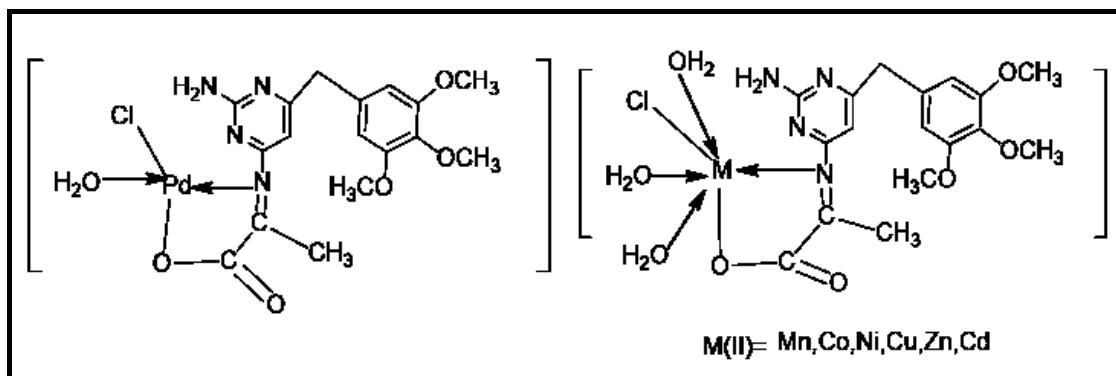
النوع الثاني بالصيغة الجزيئية:-



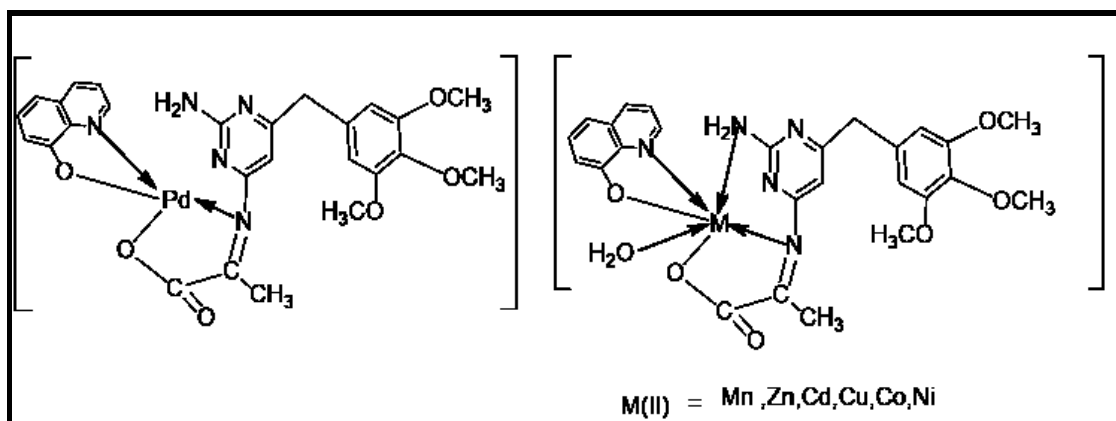
وتم تحضير هذا النوع من المعقدات من ليكاندات مختلطة بطريقة التصعيد الحراري وبأستعمال الميثانول كمذيب وهيدروكسيد البوتاسيوم كقاعدة بنسب مولية (1:1:1) .

## Summary

شخصت جميع هذه المعقدات المحضرة بالطرائق الطيفية المتاحة مثل اطياف الاشعة تحت الحمراء والاشعة فوق البنفسجية-المرئية ومحتوى الكلور ودرجة الانصهار مع قياسات التوصيلية المولارية والحساسية المغناطيسية. هذه القياسات اظهرت شكل ثماني السطوح حول الايونات الفلزية ( $Mn^{+2}$ ,  $Co^{+2}$ ,  $Ni^{+2}$ ,  $Cu^{+2}$ ,  $Zn^{+2}$  and  $Cd^{+2}$ ) ماعدا  $Pd^{+2}$  مربع مستوي (square planer). دُرست الفعالية البيولوجية لليكاند [NaL] والمعقدات المحضرة باستعمال طريقة التنشيط. وكانت النتائج أن المعقدات والليكاند المحضر [NaL] تكون فعالة لجميع البكتريا المدروسة ما عدا المعقد [Cu (L)(H<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>Cl] الذي لم يظهر أي نشاط مع بكتريا *E-coli* و مع *Pseudomonas*. وكانت قيم التوصيلية المولارية المقاسة لمعقدات الليكاند المحضر (NaL) ومعقدات الليكاندات المختلطة صغيرة مما يدل على أنها تسلك سلوك غير الكتروليتي (متعادل).



معقدات ذات الصيغة  $[M(L)(H_2O)_3Cl]$  and  $[Pd(L)(H_2O)Cl]$



معقدات ذات الصيغة  $[M(Q)(L)(H_2O)]$  and  $[Pd(Q)(L)]$

الفصل الأول  
المقدمة

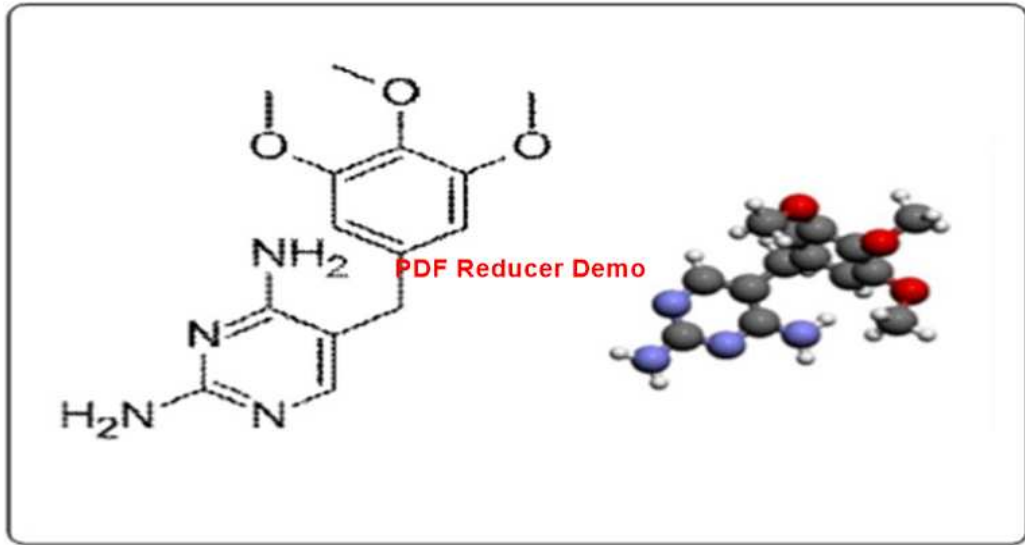
*Introduction*



# الفصل الأول

## المقدمة Introduction

(1-1) المضاد الحيوي التراي ميثبريم (Trimethoprim) (1-1-1) ويختصر (TMP) عبارة عن مادة بيضاء اللون قد تميل الى الاصفرار في بعض الاحيان ، عديمة الرائحة تذوب ببطء في الماء بينما تذوب بسهولة في الكحول. تتأثر بالضوء والحرارة وبالعوامل المؤكسدة القوية. الصيغة الجزيئية لها (C<sub>14</sub>H<sub>18</sub>N<sub>4</sub>O<sub>3</sub>) ووزنها الجزيئي (290.32)g/mole ، وتنصهر في درجة حرارة (240C°) [1] ، أمّا مستحضراتها الصيدلانية فتكون على هيئة أقراص وشراب وعلى شكل معلق فموي [2] . الاسم العلمي لها بحسب نظام (IUPAC): [ 5-(3,4,5-Trimethoxybenzyl) pyrimidine -2,4- diamine (TMP) ] التركيب الكيميائي للتراي ميثبريم تم توضيحه في الشكل (1-1) .



الشكل (1-1) التركيب الكيميائي والبلوري لـ (Trimethoprim)

يستخدم التراي ميثبريم في الأدوية عادةً مرتبطة مع السلفاميثوكسازول بنسبة (5:1) مكونة المركب (co - trimoxazole) [3] ، لانهما يؤثران معاً في منع تخليق حامض الفوليك ويؤديان بالتالي الى وقف تخليق الأحماض والبروتينات النووية اللازمة للخلايا الجرثومية ، كما ان المزيج يبطئ من نمو السلالات الجرثومية [4]، كذلك يثبطان خطوتين في المسار الأيضي . فالسلفوناميد يثبط البناء الحيوي لـ (dihydropteroic acid) في حين التراي ميثبريم يثبط تحول (dihydrofolic)

acid إلى (tetrahydrofolic acid) [5]. استعمل المزيج (التراي ميثبريم والسلفاميثوكسازول) في معالجة ذات الرئة بالمتكيس الرئوي الكاريني (Pneumocystiscarinil)، كما أنه مفيد في معالجة حمى التيفوئيد وحمى الروماتيزم والتهاب البلعوم والأذن الوسطى، وكان من مميزاته كونه سريع التأثير واستعمل في حالة امتزاجه مع السلفاميثوكسازول لمعالجة التهاب المسالك البولية و التهاب العين و التراخوما والملاريا [6].

استخدامات التراي ميثبريم (Trimethoprim)<sup>[7]</sup>

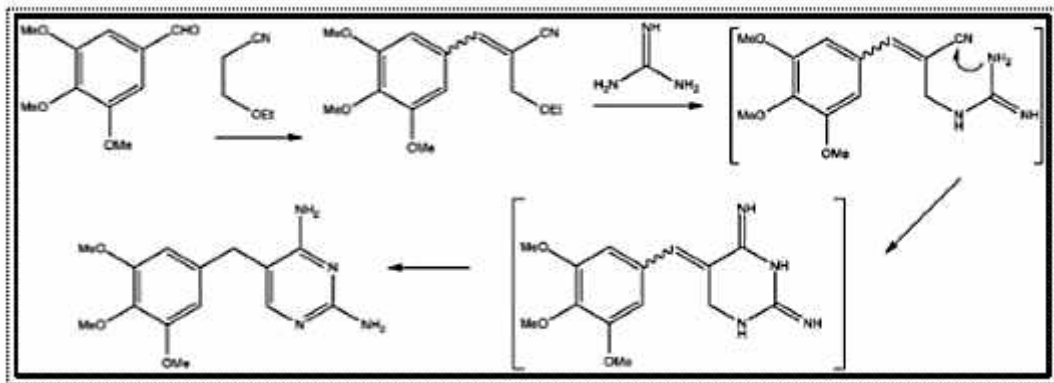
1- علاج ومنع الالتهابات البكتيرية في المسالك البولية.

2- علاج الالتهابات البكتيرية في الرئتين والشعب الهوائية (الجهاز التنفسي)، مثل التهاب القصبات الحاد والتهاب الشعب الهوائية المزمن.

3- مضاد حيوي للميكروبات.

(1-1-2) طريقة تحضير التراي ميثبريم (Trimethoprim):- حضر التراي ميثبريم عام (1962) [8] من تفاعل المواد الكيميائية المبينة في أدناه بحسب المخطط (1-1):

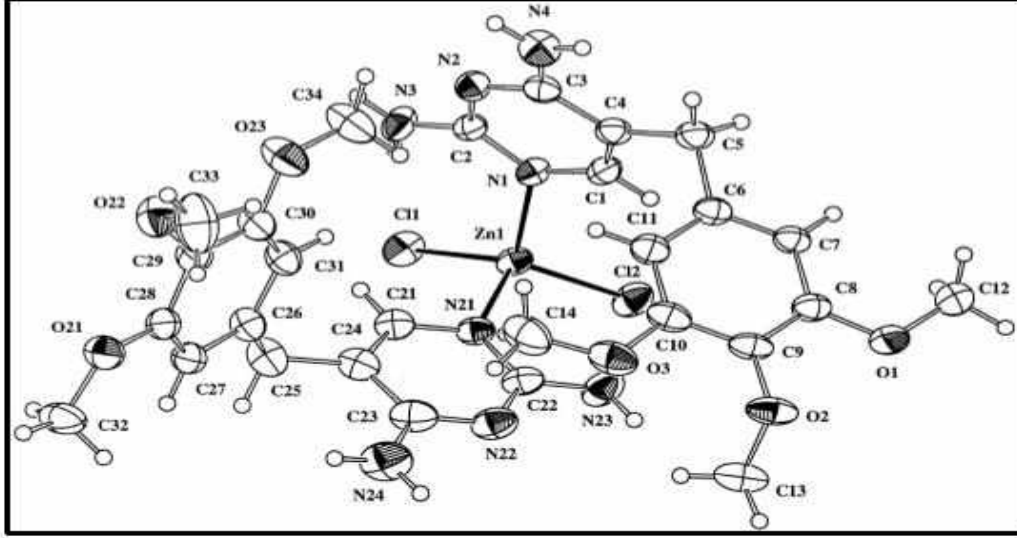
(3,4,5-trimethoxybenzaldehyde, 3-ethoxypropionitrile, and guanidine)



المخطط (1-1) معادلات تحضير التراي ميثبريم

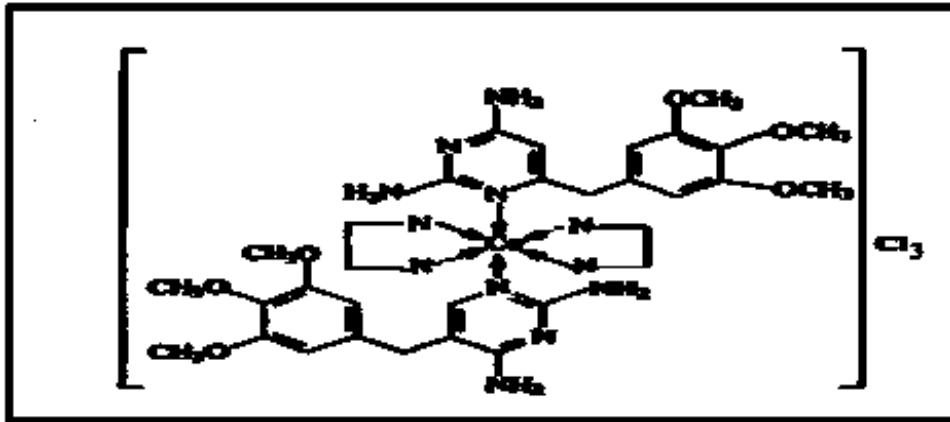
(1-1-3) معقدات العناصر المشتقة من التراي ميثبريم (Trimethoprim)

حضر سيمو وآخرون عام (2000) [9] معقد  $[Zn(Trim)Cl]$  من تفاعل ايونات الفلزات الثنائية  $[Cu(II), Zn(II) \text{ and } Cd(II)]$  مع (Trimethoprim)، ويبين الشكل (1-2) الهيكل البلوري لمعقد  $[Zn(Trim)Cl]$ .



الشكل (1-2): الهيكل البلوري للمعقد [Zn(Trim)Cl]

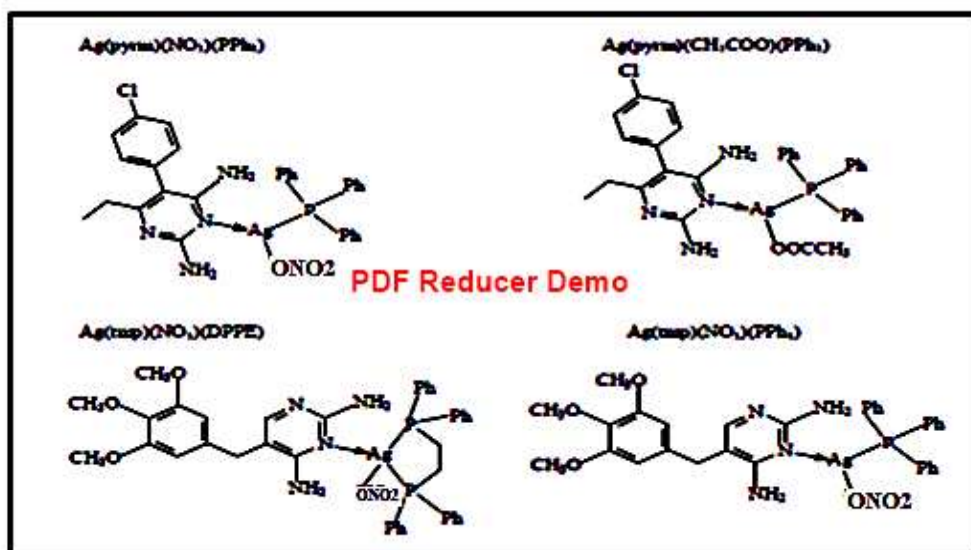
قام بيتر عام (2005) [10] بتحضير المعقد  $[\text{Co}(\text{en})_2(\text{TMP})_2]\text{Cl}_3$  من تفاعل التراي ميثبريم والمعقد  $(\text{trans or cis } [\text{Co}(\text{en})_2\text{Cl}_2]\text{Cl})$ . وأظهرت الطرائق التحليلية تكون المعقد بنسبة مولية (1 : 2) بالصيغة التركيبية  $\text{trans}-[\text{Co}(\text{en})_2(\text{TMP})_2]\text{Cl}_3$  كما هو مبين في الشكل (1-3).



الشكل (1-3) التركيب الكيميائي للمعقد  $\text{trans}-[\text{Co}(\text{en})_2(\text{TMP})_2]\text{Cl}_3$

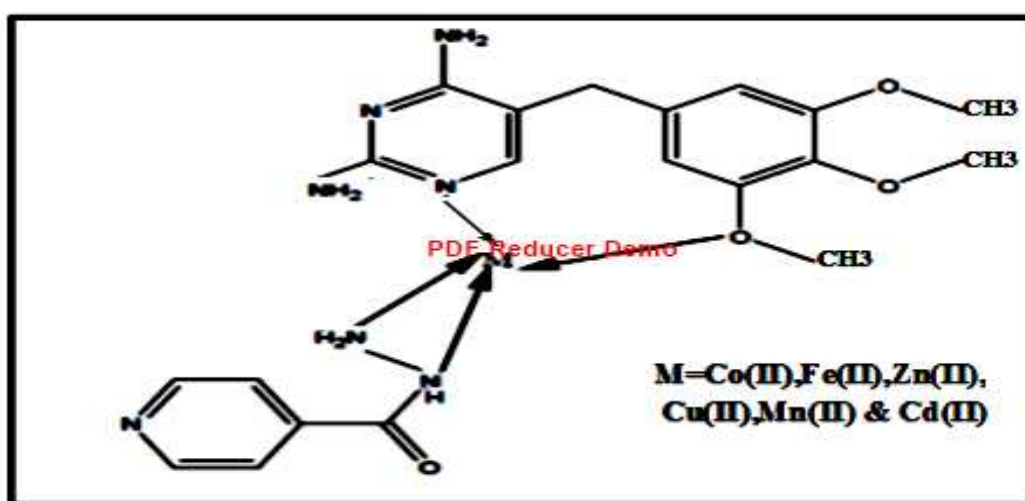
قام أموري واخرون عام (2012) [11] بتحضير معقدات الفضة  $\text{Ag}(\text{I})$  من الليكاندات (Trimethoprim and pyrimethamine) كما هو مبين في الشكل (1-4)، وقد تم تشخيص المعقدات المحضرة بالطرائق الطيفية: اطياف الأشعة فوق البنفسجة – المرئية وأطياف الأشعة تحت الحمراء وكذلك التحليل الدقيق للعناصر وكذلك قياس التوصيلية المولارية. تشكلت معقدات العناصر من ثلاثة واربعة روابط هندسية مع الليكاندات بشكل احادي السن لأيون الفضة مع نيتروجين رقم (1) (pyrimidine) ونتيجة لقيم التوصيلية المولارية المنخفضة فتكون المعقدات

غير الكتروليتية . وأظهرت كل المعقدات المحضرة أنشطة مضادة للجراثيم مقارنة بالليكاندات الحرة {Trimethoprim and pyrimethamine}.



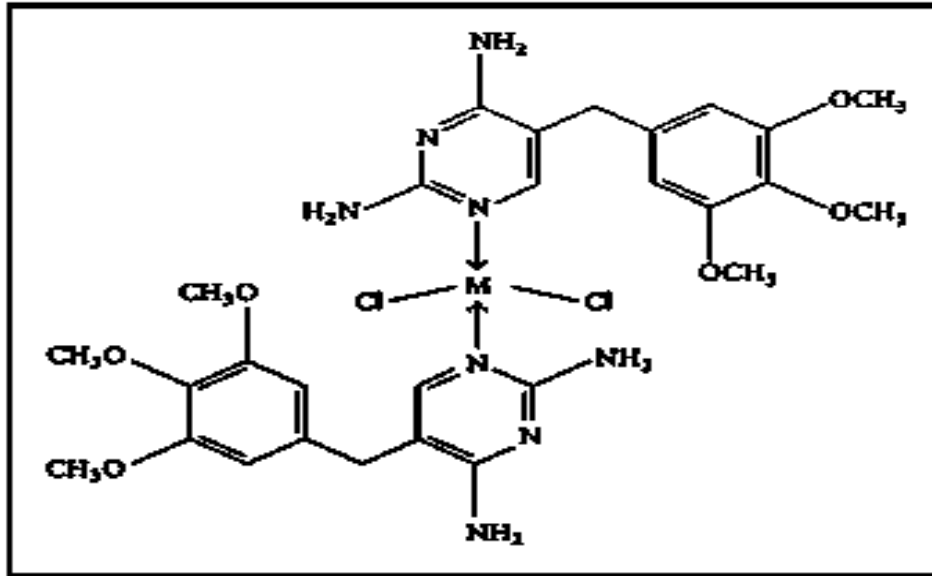
الشكل (1-4) معقدات الفضة (Ag(I))

Bamigboye وآخرون عام (2012) [12] قاموا بتحضير ودراسة الفعالية الحيوية لمعقدات المختلطة الليكاند الناتجة من مزج [Trimethoprim -M -Isoniazid] مع ايونات العناصر الفلزية M= [Mn(II), Fe(II), Co(II), Cu(II), Zn(II) and Cd (II)] كما هو مبين في الشكل (1-5). شخّصت المعقدات المحضرة باستخدام القياسات الطيفية التوصيلية المولارية والتي تبين أن معقدات التراي ميثبريم تتناسق مع أيون الفلز عن طريق نيتروجين مجموعة (pyrimidine) من خلال نيتروجين مجموعة الايمين .



الشكل (1-5) التركيب الكيميائي لمعقدات [Trimethoprim -M -Isoniazid]

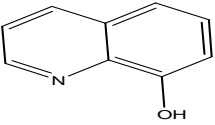
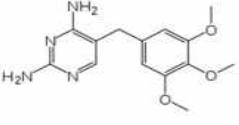
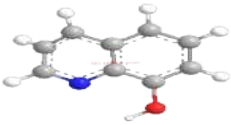

وحضر بيتر وأموري عام (2013) [13] معقدات من مزج أيونات العناصر Pd(II) و Pt(II) مع الليكاندات (Trimethoprim and pyrimethamine) كما هو مبين في الشكل (1-6). شخصت المعقدات المحضرة بالطرائق الطيفية (C.H.N),(UV-Vis, FTIR) و (NMR) التي بينت ان الشكل الهندسي للمعقدات المحضرة هو مربع مستوي (square planar) والارتباط عن طريق جزيئين من الليكاند واثنين من أيونات الكلور أو الثايوسيانيت والتناسق مع أيون الفلز عن طريق نيتروجين مجموعة (pyrimidine) في التراي ميثبريم. اما دراسة الفعالية الحيوية للمعقدات المحضرة تجاه ثمانية من العزلات البكتيرية، وأظهرت معقدات الفلزات فعالية حيوية مع كل من (Trimethoprim or pyrimethamine)، أما معقدات البلاديوم مع ليكاند pyrimethamine أظهرت فعالية اتجاه نوعين من البكتيرية (*P. aeruginosa* & *B. pumilus*) ولم تظهر المعقدات الأخرى أي نشاط مع هذين النوعين من البكتريا.



الشكل (1-6) تركيب معقدات العناصر M= Pd(II) and Pt (II)

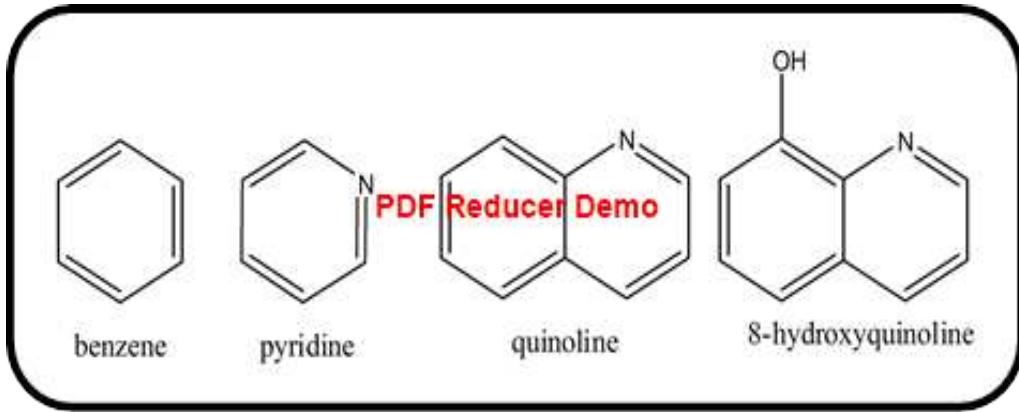


(4-1-1) الخواص الفيزيائية للحامض الاميني التراي ميثبريم و8-هيدروكسي كوينولين بحسب ما مبين في الجدول (1-1) [16-14]

الخاصية	8-هيدروكسي كوينولين 8-Hydroxy quinoline	التراي ميثبريم Trimethoprim
الاسم العلمي والشائع IUPAC & Synonyms	IUPAC (Quinolin-8-ol, 8-Quinolinol), 8-Hydroxy quinoline. Other names , Oxine ,Bioquin, 8- OQ, 1azanaphthalene-8-ol, Fennosan H 30, hydroxybenzopyridine, hoxypyridine, oxychinolin, oxyquinoline, phenopyridine, quinophenol, TumexPhenopyridine,	[5-(3,4,5-Trimethoxybenzyl)pyrimidine -2,4-diamine]
الصيغة الجزيئية Molecular formula	C <sub>9</sub> H <sub>7</sub> NO	C <sub>14</sub> H <sub>18</sub> N <sub>4</sub> O <sub>3</sub>
الصيغة التركيبية		
الصيغة البلورية		
المختصر	8- HQ	TMP
الوزن الجزيئي Molar mass	145.16	290.32 g/mol
اللون والمظهر Appearance	بلورات ابرية (crystalline needles) بيضاء اللون إلى الاصفر الشاحب	ابيض بلوري ، نقي
Melting point درجة الانصهار (C°)	75-77C°	240C°
الذوبانية	غير ذائب في الماء والايثر، ذائب في الكحول، والاسيتون و البنزين و الكلوروفورم	غير ذائب في الماء وذائب في الميثانول والايثانول، وغير ذائب بالكلوروفورم
السمية	يسبب الاذى عند الهضم او عند اتصاله بالجلد، الجرعة المميتة (LD20)=1.2gm/Kgm لخنازير غينيا عن طريق الفم	لا يسبب الاذى عند الهضم او عند اتصاله بالجلد

(1-2) : الكوينولات<sup>[16]</sup>

الكوينولات - مركبات عضوية اروماتية نتروجينية تتكون من اندماج حلقة بنزين مع حلقة بريدن عند ذرتي كربون. اذ ان البريدن مركب حلقي غير متجانس يتألف من خمس ذرات كربون و نتروجين. الكوينولين سائل متمي (Hygroscopic) ذو لون اصفر شحيح الذوبان بالماء وذائب في الكحول وثاني كبريتيد الكربون وفي معظم المذيبات العضوية. ويمكن الحصول عليه من تقطير الفحم الحجري (Coal tar)، ويعد 8-هيدروكسي كوينولين من ابسط مركبات الكوينولات. كما مبين في الشكل (1-7).

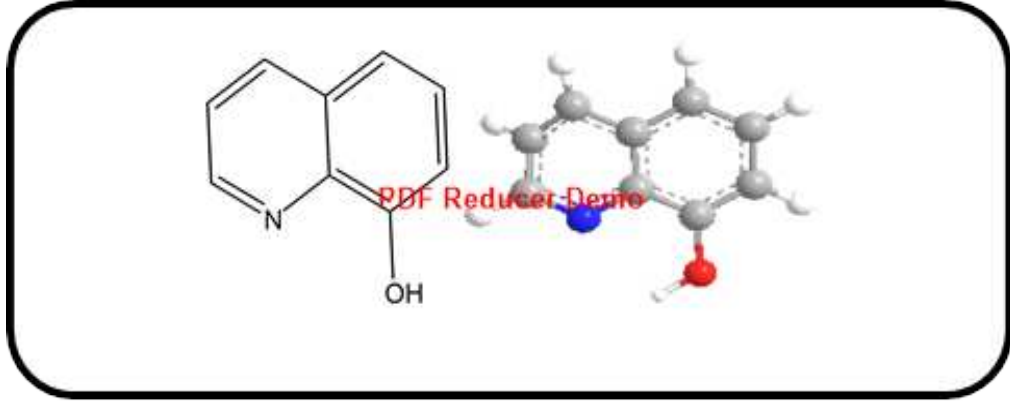


الشكل (1-7) الشكل الكيميائي لأبسط مركبات الكوينولات

ان مركبات عائلة الكوينولات لها اهمية كبيرة ،اذ تستعمل كمواد اولية في صناعة العقاقير الطبية ولاسيما العقاقير المضادة لمرض الملاريا ومضادات الفطريات و مواد اخرى فعالة بايولوجياً، كما تمتلك هذه المركبات خواص مطهرة وخافضة للحرارة فضلاً عن استعمالها لعلاج الحميات المتقطعة ،اذ تمنع تكرار نوبات المرض الدورية .كما تستعمل كقواعد في التفاعلات الكيمياوية ،وفي صناعة الاصباغ والمطاط ، كعوامل مساعدة ومثبطة للتأكل ،وكمواد حافظة ،وكمذيبات للراتنجات ، وفي كيمياء العوامل المساعدة لمعقدات العناصر الانتقالية للبلمرة احادية الطور، و في الكيمياء الضوئية ،وكموامل مانعة للرغوة في حقل التكرير، وغيرها من الاستعمالات الاخرى. ويحضر الكوينولين مختبرياً بنقاوة عالية من تفاعل الانلين مع الاكرولين بوجود حامض الكبريتيك الساخن ، يعرف هذا التفاعل بتفاعل سكاوب (Skraup) الذي يمكن بواسطته تحضير مشتقات الاكرولين الاخرى باستعمال عوامل مؤكسدة مختلفة.

**(1-2-1) الليكاند 8-هيدروكسي كوينولين  $C_9H_8NO(8-HQ)$** 

مركب حلقي غير متجانس ينتمي إلى عائلة الكوينولات ويكون أبسط مركب لها يتكون من اندماج حلقة فينول مع حلقة بريدين عند ذرتي كربون كما مبين في الشكل الفضائي والبلوري في الشكل (1-8)



الشكل (1-8) : الشكل الكيميائي والبلوري لـ 8-هيدروكسي كوينولين (8-HQ)

**Precautions**

(1-2-2) تحذيرات [17-14]

يجب الحذر عند استعمال المركب 8-هيدروكسي كوينولين .لأنه :

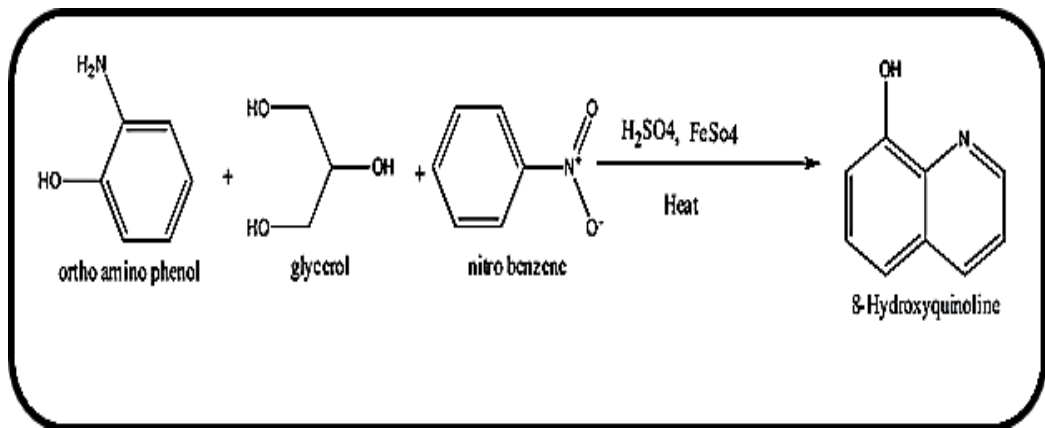
1. يسبب الأذى عند هضمه واستنشاق وعند اتصاله بالجلد.
2. هناك دلائل تشير إلى أنه يسبب السرطان في الحيوانات المستخدمة للتجربة في المختبر.
3. يتصرف كعامل مغير للجينات لبعض المرضى المصابين بالأمراض المزمنة.

**(1-2-3) أهمية : 8-هيدروكسي كوينولين (8-HQ) Importance of [19-16]**

1. صناعات مختلفة - صناعة العقاقير، ومانعات التعرق، و مزيل الروائح الكريهة، ومبيد للفطريات والذباب والطحالب والجرذان كذلك صناعة الشامبو كمضاد للقشرة .
2. كاشف في عمليات القياسات التحليلية اللونية كما يعمل كمواد واقطاب باعثة للضوء.
3. كعامل مساعد لحماية الخشب من الحشرات والفطريات (مواد حافظة).
4. يدخل في صناعة مكونات الكبسولات الدوائية كمحتويات فعالة ضدّية للإصابات الفيروسية وتثبيطها أو إزالتها التي تصيب المسالك التنفسية.
5. يستعمل كعوامل مساعدة في التخليق المحفز بالنحاس لمركبات الكربون غير المتجانسة وأواصر كربون-كربون.
6. يستعمل مع مركبات الكرياتين كمواد حافظة للبشرة.

7. ملح الكبريتات يستعمل كعامل تعقيد (complexing agent) للمواد الصلبة يدلانية.
8. عامل مرسب او عامل مخلبي (chelating agent) لفصل المعادن، إذ يكون الصيغة  $M(C_9H_6NO)_n$  إذ ان n ( تمثل تكافؤ الايون الفلزي M) في المركب.
- (4- 2- 1) طرائق تحضير 8-هيدروكسي كوينولين<sup>[20]</sup>

يمكن الحصول عليه تجارياً من تقطير الفحم الحجري (Coal tar). وكما يحضر مختبرياً من تسخين الاورثو امينو فينول والكليسيرين بوجود النايترو بنزين واستعمال كبريتات الحديدوز وحامض الكبريتيك عوامل مساعدة كما مبين في المخطط (2- 1).



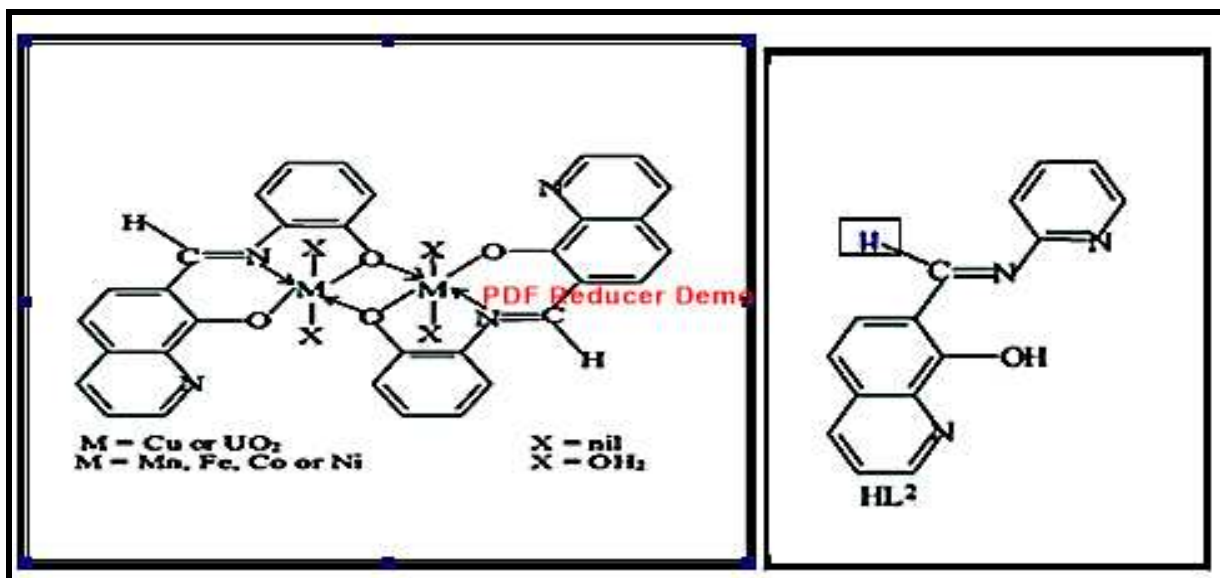
المخطط (1-2): تحضير المركب (8-هيدروكسي كوينولين)

(1-2-5): المعقدات الفلزية للاوكسين (8-هيدروكسي كوينولين) ومشتقاته

### Metal Complexes of Oxine (8-Hydroxyquinoline) & its derivatives

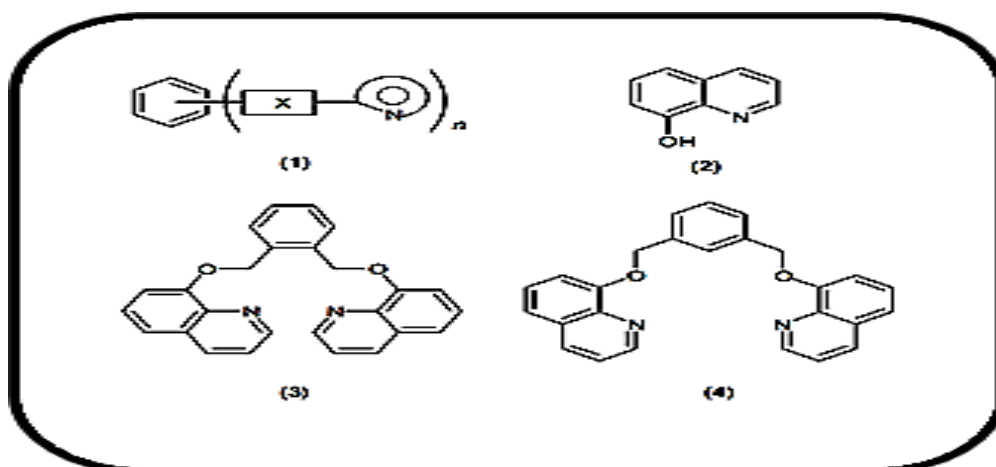
في عام (1998) حضر (Grant & et.al.) [19] معقدات جديدة للزنك لها تطبيقات عديدة في الكيمياء التحليلية متضمنة ( $\alpha$ -Amino Acids) و (8-Hydroxyquinoline).

وفي عام (2000) حضر (El-Sonbati and El-Bindary) [20] معقدات ثنائية الليكاند من قواعد شف المشتقة من (oxine) (7-formyl-8-hydroxyquinoline) و (2-aminophenol) بالرمز ( $HL_2$ ) مع ايونات العناصر (manganese(II), iron(II), cobalt(II), nickel(II)) ، اذ يسلك ( $HL_2$ ) ليكانداً ثلاثي السن احادي القاعدة كما مبين بالشكل (1-9)، شخصت المعقدات بواسطة الأشعة المرئية- فوق البنفسجية (UV-Vis)، والأشعة تحت الحمراء (IR)، و دراسة التحليل الدقيق للعناصر (C.H.N)، NMR الرنين النووي المغناطيسي المغناطيسي والخواص المغناطيسية.

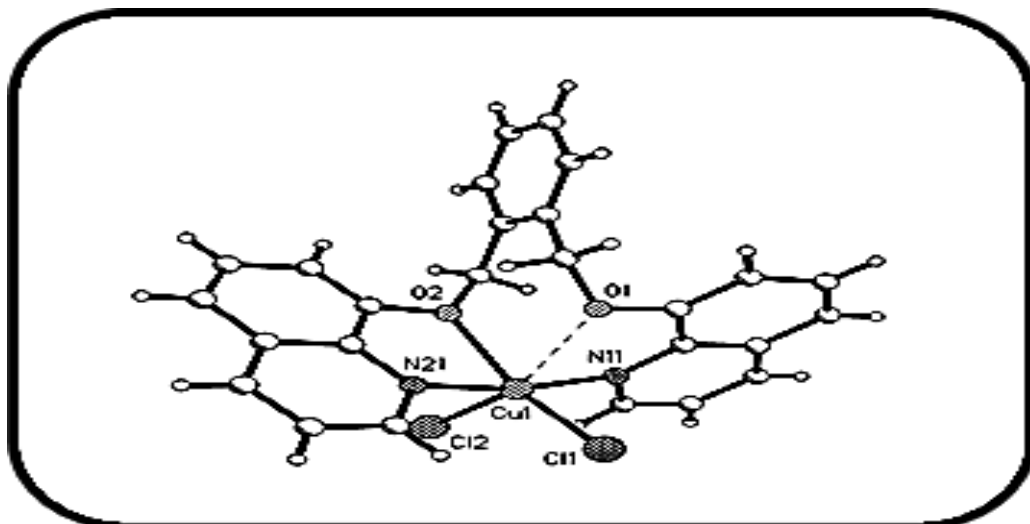


الشكل (1-9): الشكل الكيميائي لليكاند (HL<sub>2</sub>) ومعقداته

في عام (2001) حضر (Steel & Hartshorn) [21] الليكاندين المتضمنين مجموعتي اوكسين معوضة تتصل بمجموعة زايلين الموسومين:- (3-quinolyloxymethyl)benzene (1-10) ومن مفاعلتها مع الايونات الفلزية حُضرت العديد من المعقدات ذات الاهمية الكبيرة في الاستعمالات الطبية. وقد تم دراسة المعقدات بشتى التقانات ، منها تقانة انكسارات حيود الاشعة السينية ويمثل الشكل (1-11) الشكل البلوري لمعقد النحاس.

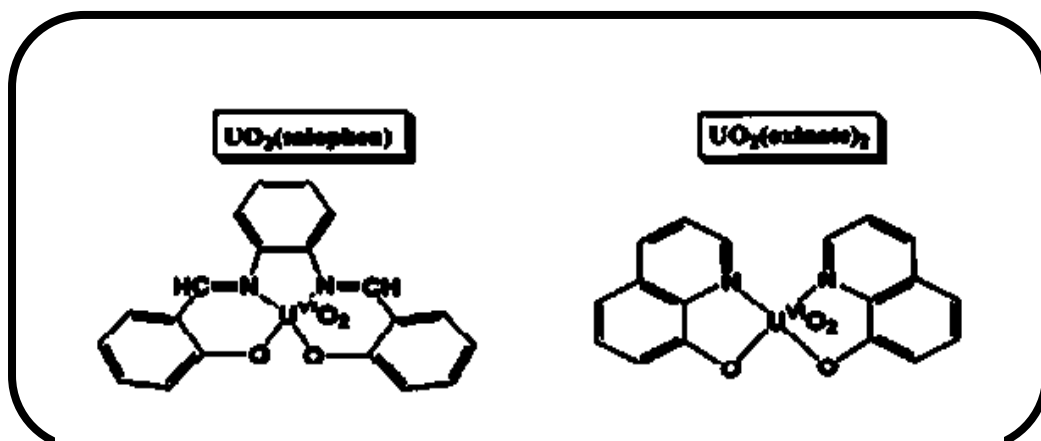


الشكل (1-10) : الليكاندان المتضمنان مجموعتي اوكسين معوضة تتصل بمجموعة زايلين



الشكل (1-11): الشكل البلوري لمعقد النحاس

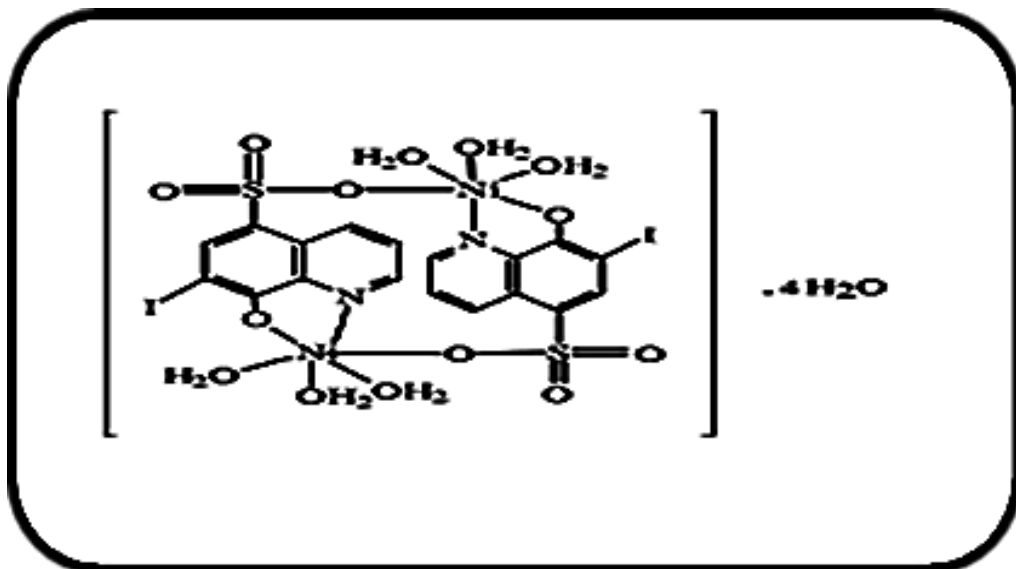
في عام (2002) درس الباحثان فولكر وكنكلي (Vogler & Kunkely) [22] نتائج مفاعلة المعقدين  $UO_2(\text{salophen})$ ،  $UO_2(\text{oxinate})$  مع الاوكسين oxine و  $H_2\text{salophen} = N, N' - \text{bis}(\text{salicylidene}) - O$ ، وظهر ان سلوك الحالة المثيجة لكلا المعقدين المبيينين بالشكل (1-12) متشابه والانتقال الالكتروني (طيف انتقال الشحنة) من الليكاند الى الفلز [ salophen2/oxinatey to U(VI) ligand to- metal charge transfer (LMCT) ] بحدود  $(21000\text{cm}^{-1})$ .



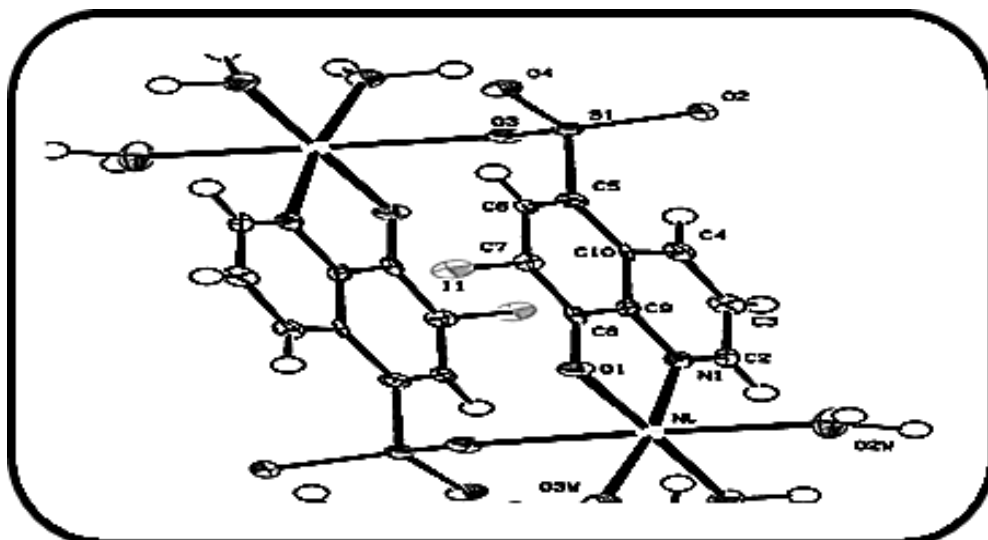
الشكل (1-12): التركيب الكيميائي لمعقدي اليورانيل

في العام نفسه حضر الباحثون (Avarimuthu Baskar Raj & et.al) [23] معقد النيكل ذا الصيغة الكيميائية العامة  $[Ni_2(C_9H_4INO_4S)_2(H_2O)_6].4H_2O$ ، الموسوم بـ bis (1-7-iodo-8-hydroxyquinoline-5-sulfonatobis[triaquanickel(II)tetrahydrate]

ويتضح أن المعقد يكون بصورة ثنائي الجزيئة بسبب وجود أوامر هيدروجينية فضلاً عن تناسق الليكاند المشتق من الاوكسين الفاقد بروتون بصورة ثنائي السن بذرتي الاوكسجين والنتروجين وأصرة (باي) ما بين ذرة الأوكسجين والنيكل. كما مبين بالشكل الفضائي للمعقد في (1-13) والبلوري في الشكل (1-14).



الشكل (1-13): التركيب الكيميائي للمعقد  $[Ni(CH_4INO_6S)_2(H_2O)_6].4H_2O$



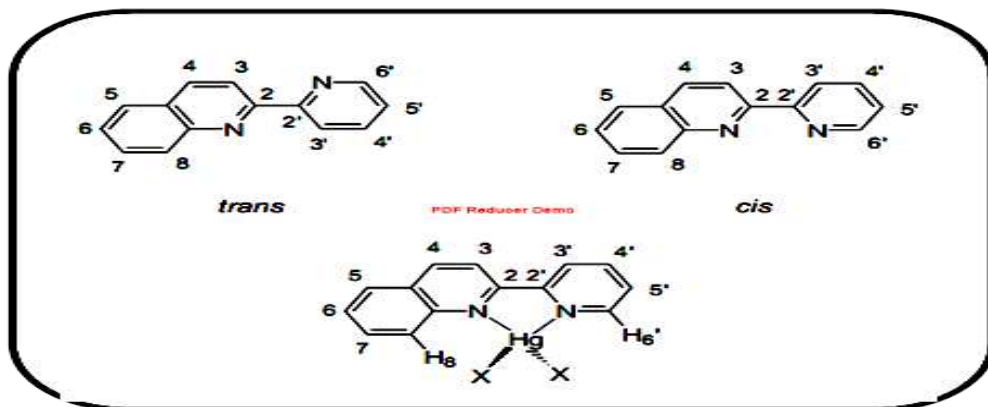
الشكل (1-14): التركيب البلوري للمعقد  $[Ni(CH_4INO_6S)_2(H_2O)_6].4H_2O$

في عام (2003) حضر الباحثان (Yeamin Reza & et al) [24] معقدات مختلطة الليكاند جديدة ذات افعال ضديدة للبكتريا من هيدروكسي كوينولين وحمض الفثاليك بالصيغة  $[M(Q)_2(PA)_8]$ .

إذ إن  $M = Ni(II)$  and  $Pt(IV)$ ,  $Q = C_9H_6NO$ ,  $PA = C_8H_4O_4$

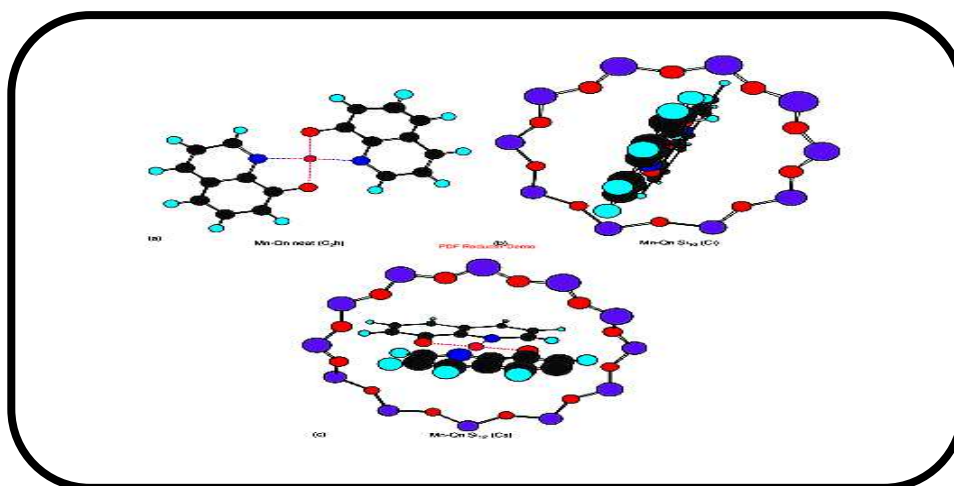


في العام نفسه حضرت حنان وجماعتها (Hanan& et al) [25] معقدات عديدة لايون الزئبق بالصيغة العامة  $(Hg(PQ)X_2)$  (PQ = 2-(2'-pyridyl) quinoline) ، إذ إن  $X = (Cl^-, Br^-, I^-, N_3^-, NO_2^-, NO_3^-, SCN^-)$  كما هو مبين بالشكل (1-15).



الشكل (1-15): التركيب الكيميائي لمعقد  $Hg(PQ)X_2$  (PQ = 2-(2'-pyridyl)quinoline)

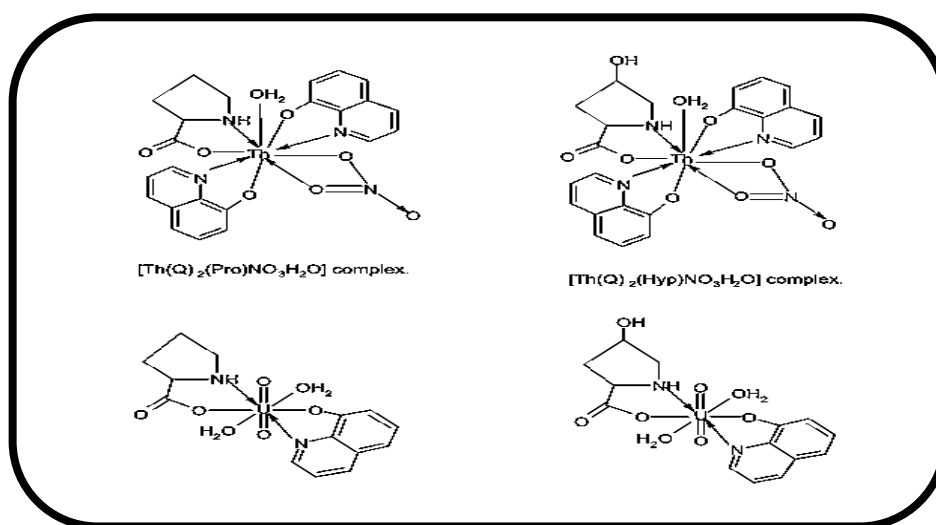
في عام (2004) درس الباحثان (Ganesan, & Viswanathan) [26] خواص الاكسدة والاختزال لمعقد المنغنيز ((bis (8-hydroxyquinoline) manganese(II)) في تغليف انواع مختلفة من الزيولات كموديولات مستعملة في الدراسات البيئية ولا سيما تلوث المياه وفي بوليمرات السليكون. وفي الدراسة نفسها تم مقارنة النشاط لها كعوامل مساعدة (Catalytic activity)، ويبين الشكل (1-16) يبين أنواعاً متعددة لمعقدات السليكون والمنغنيز .



الشكل (1-16): انواع متعددة لمعقدات السليكون والمنغنيز  
(a) Mn-Qn model, (b) Mn-Qn-Si<sub>10</sub>, (c) Mn-Qn-Si<sub>12</sub>

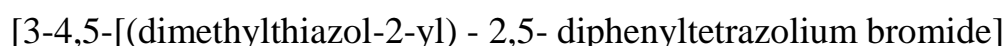


في عام (2007) حضر (Ganesh & et. al.) [29] معقدات ثنائية (مختلطة الليكاند) لايوني الثوريوم (IV) واليورانييل (VI) مع (8-hydroxyquinoline) ليكانداً اولياً والبرولين أو الهيدروكسي برولين ليكانداً ثانياً وبالنسب المولية (فلز: ليكاند: ليكاند) 2:1:1 ، وقد درست هذه المعقدات بالطرائق الآتية: الاستقرارية الحرارية، والذوبانية، والتوصيل الكهربائي، والتحليل الدقيق للعناصر (C.H.N)، وتقدير النسبة المئوية للعنصر الفلزي في المعقد والدراسات الطيفية (FT- IR و UV-Vis) والخواص المغناطيسية والفعالية الحيوية. واقترحوا الشكل الفضائي للمعقدات المبين بالشكل (1-18).



الشكل (1-18): التركيب الفضائي لمعقدات (مختلطة الليكاند) لايوني الثوريوم<sup>(IV)</sup> واليورانييل<sup>(VI)</sup>

في العام نفسه حضر ( Zeng & et. al. ) [30] معقدين لمشـتقات (8-hydroxyquinoline derivatives) ومجاميع كوينوليـن (quinoline groups) محضرة بطريقة تكثيف بيـركن (Perkin condensation) الموسومين [2-[2-(quinolin-4-yl)vinyl]-8-hydroxyquinoline] ، وتم تشخيص المعقدين بالطرائق الآتية: <sup>1</sup>H-NMR، EI-MS، التوصيل الكهربائي، التحليل الدقيق للعناصر وتقدير النسبة المئوية للعنصر الفلزي في المعقد والدراسات الطيفية (FT-IR ، X-ray crystallography ، UV-Vis)، الخواص المغناطيسية ودراسة الفعاليات البيولوجية ( biological activities ) والسـمية بواسـطة المـركب:



لدراسة تأثير المعقدين في بعض السلالات الفطرية والبكتيرية مختبرياً لتحديد اي هذين المعقدين اكثر كفاءة في التثبيط الميكروبي مع دراسة امكانية استعمال هذين المعقدين كمضادات حيوية بكتيرية وفطرية على حيوانات مختبرية .

في عام (2008) درس (Gupta & et al) [31] مقارنة طرائق وقيم ثوابت التوازن لنوعين من معقدات الليكاندين :

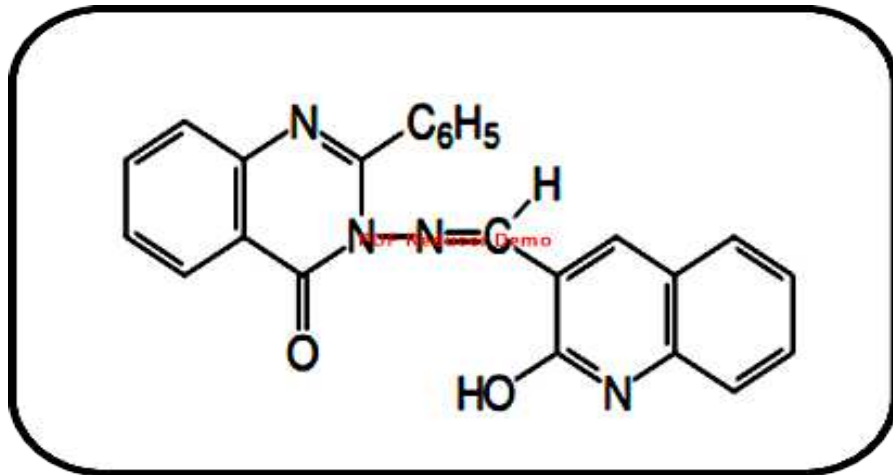
(8-hydroxyquinoline و 8-hydroxyquinoline-oxide) مع الايونات

[Mn(II), Fe(II), Co(II), Cu(II), Zn(II), Cd(II), Yb(III), Ho(III), Er(III), Lu(III), UO<sub>2</sub>(II), Al(III), Fe(III), Y(III), La(III), Ce(III), Pr(III), Nd(III), Sm(III), Gd(III) [Y(III) and Dy(III), Tm(III) في اوساط متباينة من الدالة الحامضية في محلول محضر من بيركلورات الصوديوم (0.30M) مع (50% v/v aqueous dioxin). ومقارنة طرائق تقدير ثوابت استقرار الليكاند (8-hydroxyquinoline N-oxide) مع الايونات الآتية :

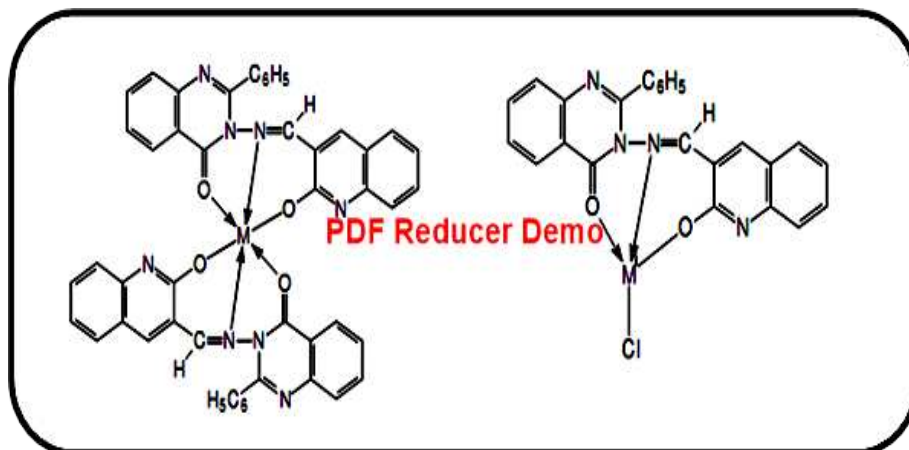
[Mn(II), Fe(II), Co(II), Cu(II), Zn(II), Cd(II), UO<sub>2</sub>(II), Al(III), Fe(III), Y(III), Gd(III), Dy(III), Ho(III), Er(III), La(III), Ce(III), Pr(III), Nd(III), Sm(III) and [Tm(III).

في عام (2008) حضر وشخص (Reddy & et al) وجماعته [32] احد مشتقات الكوينولين كليكاند (ثلاثي السن) يمثل قاعدة شف الموسوم :

[3- Hydroxy-quinolin- [ (3 -2)]-3- H-quinazolin-4-one] مختصه (HQMAPQ) والمبين تركيبه الفضائي في الشكل (1-19) , مع [Co(II), Ni(II) and [Cu(II) بنسبة موليه فلز:ليكاند 2:1 و 1:1 مع الايونات M= Zn(II), Cd(II) and Hg(II) ويبين الشكل (1-20) الشكل الفضائي للمعقدات آنفة الذكر.



الشكل (1-19): الشكل الفضائي لليكاند (HQMAPQ)

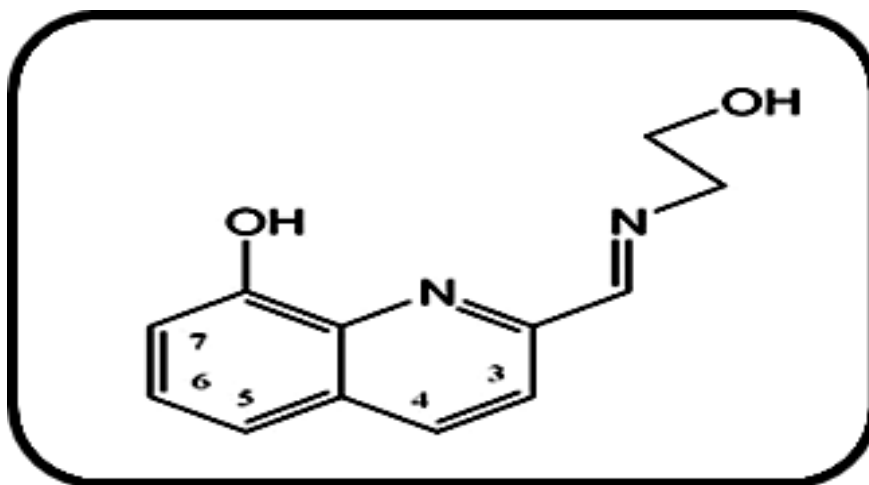


الشكل (20- 1) : الشكل الفضائي لمعقدات الليكاند (HQMAPQ) مع  
M= Zn(II), Cd(II)and Hg(II)

جميع المعقدات المحضرة أنفة الذكر تم تحليلها ودراستها بواسطة طيف الكتلة، والاشعة تحت الحمراء، وطيف الرنين النووي المغناطيسي لذرة الكربون والهيدروجين فضلاً عن التحليلات الفيزيائية الاخرى كما تم دراسة الفعاليات المضادة للفطريات وذلك باستعمال ثلاثة انواع معروفة من الفطريات الخطرة وهي :

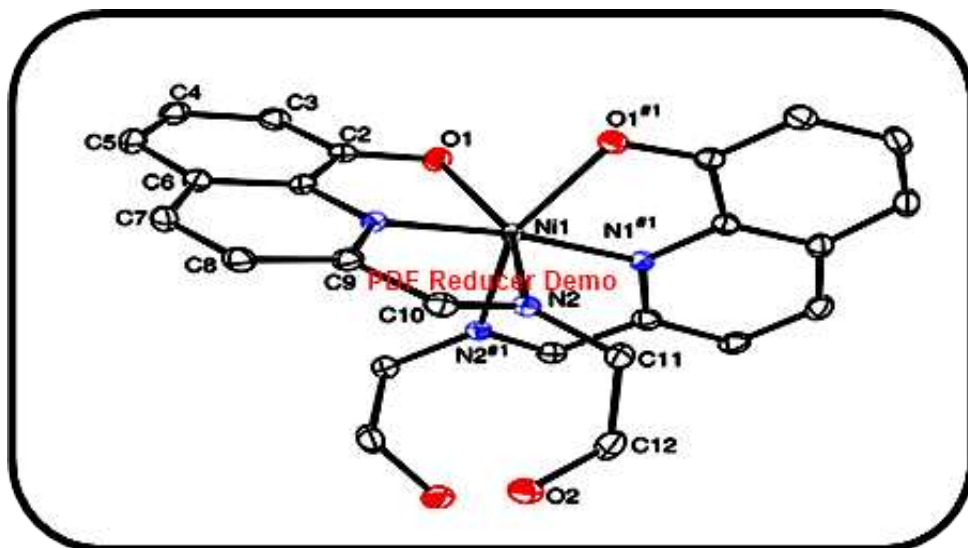
(*Trichophyton rubrum, Trichophyton mentagrophytes, Microsporum canis*)

في عام (2010) حضر ( Isabel & et. al. ) [33] ليكانداً جديداً مشتقاً من 8-هيدروكسي كوينولين الموسوم [2-[hydroxyethylimino)methyl]quinolin-8-ol-2] ومختصره (H<sub>2</sub>L) ذا اللون الاصفر، الصيغة الجزيئية (C<sub>12</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) ، وزنه الجزيئي (M.wt, 216.2 g mol<sup>-1</sup>) المبين في الشكل (21- 1).



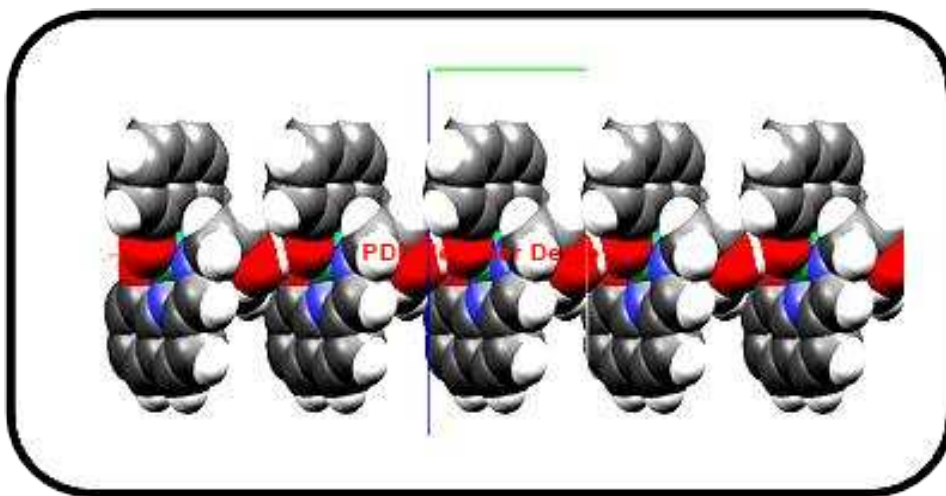
الشكل (21- 1): الشكل الفضائي لليكاند  
2-[ hydroxyethylimino)methyl]quinolin-8-ol-2]

من مفاعلة الليكاند المذكور ( $H_2L$ ) مع الايونات ( $Co(II)$  ،  $Cu(II)$  ،  $Zn(II)$  and  $Cd(II)$ )، بوجود هيدروكسيد الصوديوم حُضرت معقدات بالصيغ العامة  $nH_2O$ ، ( $M= Ni(II)$ ) بنسب مولية (1:1) والمعقدات المدروسة بتقانات مختلفة بينت ان جميع المعقدات المدروسة ذات شكل ثماني السطوح كما مبين في الشكل البلوري (1-22) لمعقد النيكل  $Ni(H_2L)$ .



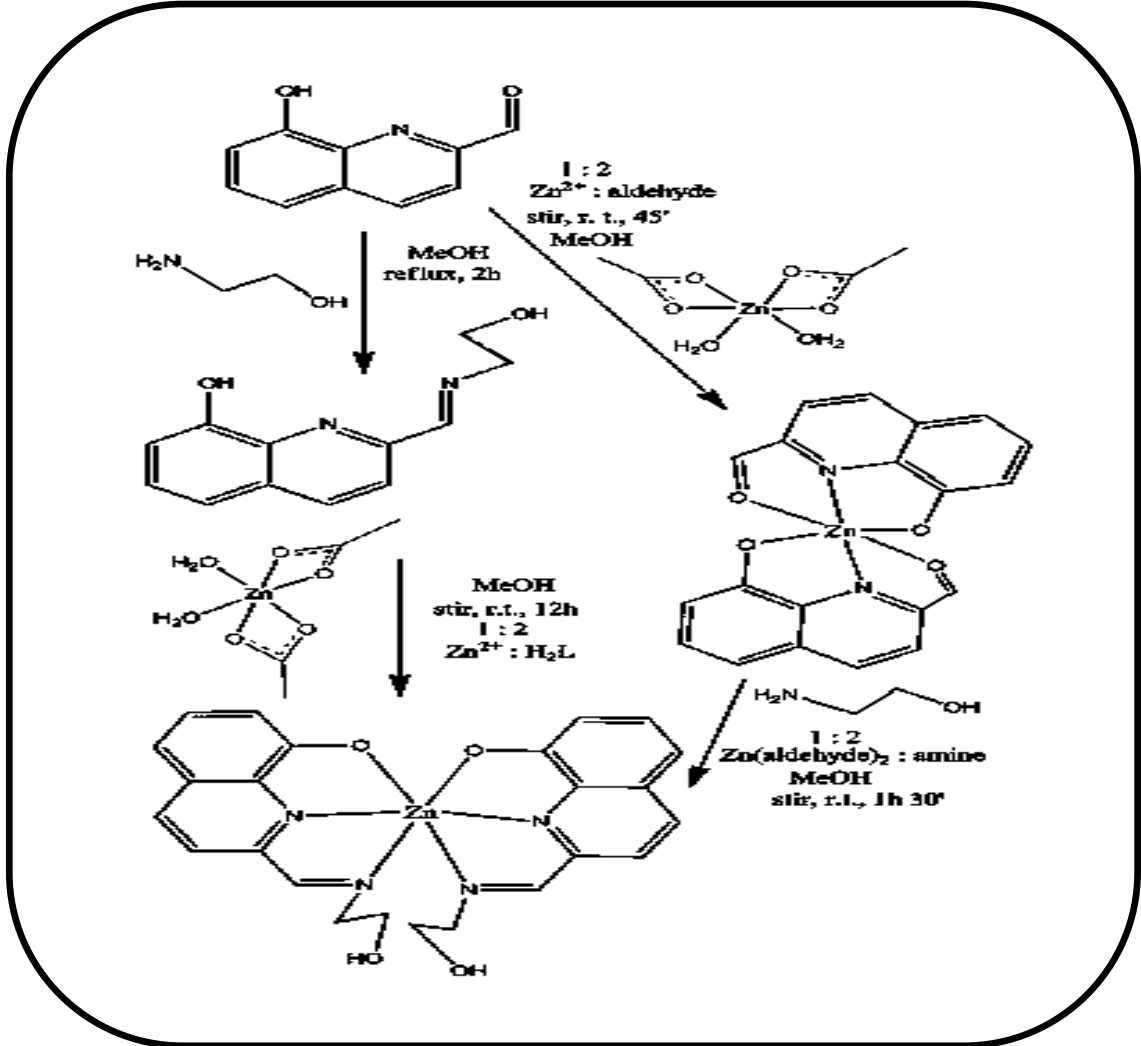
الشكل (1-22) : الشكل البلوري لمعقد النيكل  $Ni(H_2L)$ .

ومن الدراسات الضوئية الكيميائية وأطياف الرنين النووي المغناطيسي تبين ان الليكاند يتناسق من إزالة بروتون ذرة الاوكسجين، ويحصل تداخل بين المعقدات أنفسها في المحاليل عن طريق اتصال بداية ونهاية المعقدات “head-to-tail” ليعطي مثلاً معقدات حلزونية الشكل ذات تطبيقات طبية ودوائية. و يبين الشكل (1-23) معقد النيكل الحلزوني.



الشكل (1-23) : معقد النيكل الحلزوني

فضلاً عن ذلك تم في الدراسة نفسها تحضير معقدات كقواعد شف مستحصلة من المعقدات أنفسها كما مبيّن لمعقدات الزنك  $Zn(H_2L).nH_2O$  المستعمل لتحضير المعقد بالصيغة العامة  $Zn(aldehyde).2H_2O$  كما مبيّن في المخطط (1-3).



المخطط (1-3): طرائق مختلفة لتحضير معقد الزنك كقواعد شف مشتقة من الكوينولات

### Mixed ligand-complexes

### (1-3) المعقدات مختاطة الليكاند

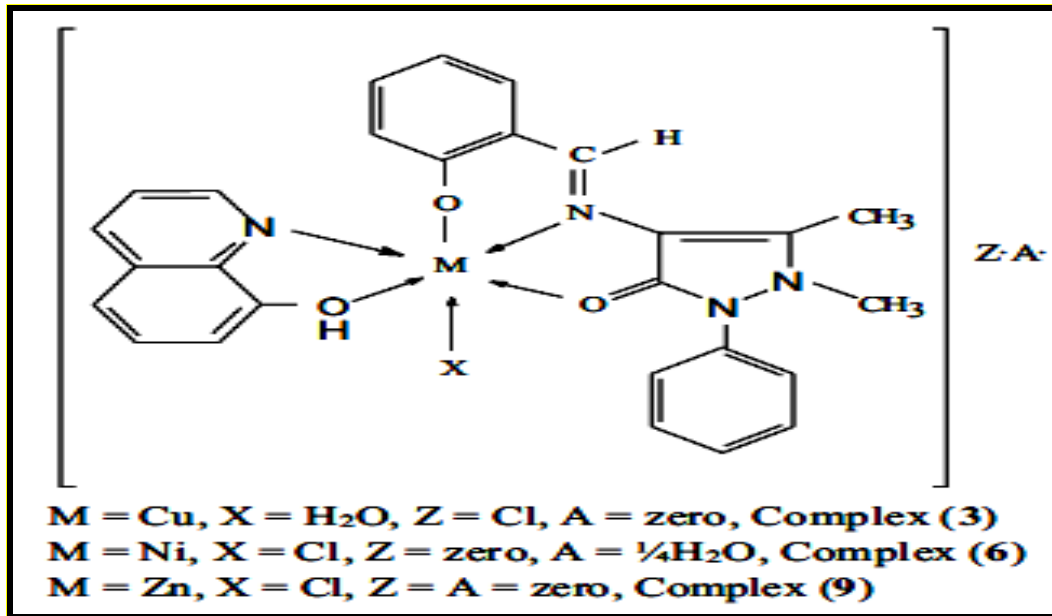
أخذت معقدات الليكاندات المختاطة حيزاً كبيراً في مجال الكيمياء التناسقية ومجالات مختلفة أخرى ولاسيما في مجال الطب والصناعة والزراعة [34]. فضلاً عن أنها تؤدي دوراً مهماً في العديد من الانظمة الكيميائية والحياتية مثل تحلية المياه، و المبادلات الايونية، و الطلاء الكهربائي، و الاصبغ، و مضادات الاكسدة، و التمثيل الضوئي في النباتات، و ازالة المعادن غير المرغوب فيها والضارة من الكائنات الحية. والعديد من عناصر هذه المعقدات تظهر فعالية حيوية ضد المكروبات



المرضية، لذا استعملت وعلى مدى واسع في تصنيع الكثير من الادوية . كما ان المعقدات المختلطة تكون ملائمة في تحفيز دور العناصر الايونية في الطبيعة [35-40].

في عام (2004) درس ( Mahmoud M. Mashaly ) وآخرون [41] anti pyrine ومشتقاتها. وهذه المركبات بمنزلة عوامل مضادة للفطريات، وحضرت المعقدات مع البلاتين (II) والكوبالت (II) وهذه الايونات تكشف عن مادة مضادة للاورام [41].

يتم تحضير ليكانات يحتوي anti pyrinyl تلقائياً بواسطة مزجه مع بعض معقدات العناصر الانتقالية الثنائية وثلاثية التكافؤ ايضاً تستخدم مضادة للفطريات ومضادة للبكتريا [2- amino pyrine (2 -ampy), 8-hydroxy quinoline or oxalic acid ] ، و يبين الشكل (1-24) التركيب المقترح لثمانى السطوح للمعقدات المحضرة .



الشكل (1-24) التركيب المقترح لثمانى السطوح لمعقدات مختلطة الليكاند

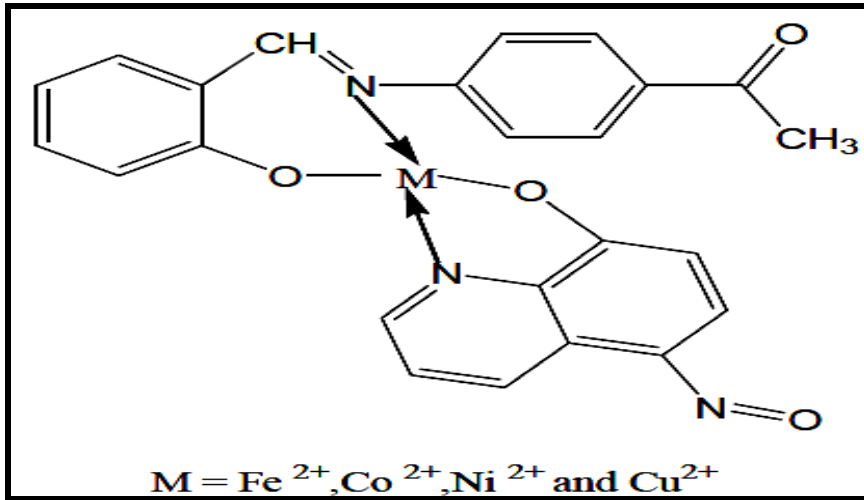
في عام (2012) أجرى نيراج شارما [42] وآخرون دراسات طيفية دراسات لمضاد للميكروبات من مزج ليكاندات مختلطة من أيونات المعادن الانتقالية (II) مع نيترو كينولين وديبانزويل الميثان (nitro quinoline and dibenzoyl methane) مزيج المعقدات المختلطة مع الايونات الثنائية [Co(II), Ni(II), Cu(II)and Zn(II)] الموسومين :-

N-(2-hydroxy-1-naphthylidene)-4-chloroaniline (L<sub>1</sub>H)

N-(2- hydroxybenzylidene)-2,3-dimethylaniline (L<sub>2</sub>H)



وفي العام نفسه (2012) حضر رشيد [43] معقدات لفلزات جديدة مشتقة من 8-nitroso 5-hydroxy quinoline and salicylidene P-imino acetophenone مع Fe(II) , Co(II) ، و Ni(II) وأيون Cu(II) ، وتم الحصول على نواتج لمادة صلبة شخصت باستعمال طيف الأشعة تحت الحمراء وطيف الأشعة فوق البنفسجية - المرئية. ومن تحليل العناصر باستعمال تقانة atomic absorption. وباستعمال الحساسية المغناطيسية وقياس التوصيلية. ومن القياسات تبين أن الشكل الهندسي هو رباعي السطوح ، ويوضح الشكل (1-25) ذلك التركيب:-.

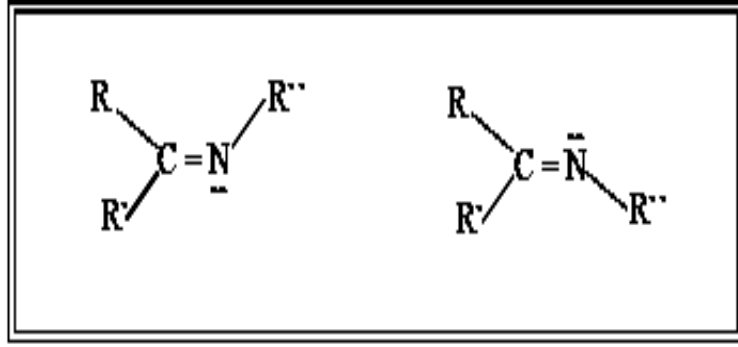


الشكل (1-25) يوضح التركيب الكيميائي المقترح للمعقدات

## Schiff Bases

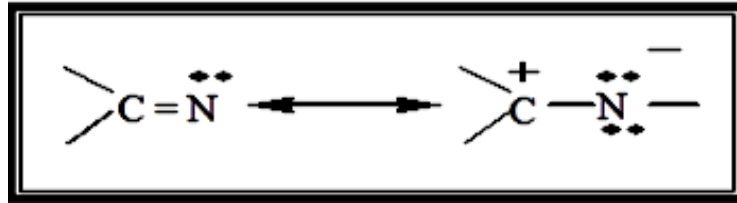
## (1-4) قواعد شيف

قواعد شيف مركبات عضوية تحتوي على مجموعة أزوميثين (azomethine-CH= N) ، وغالباً ما تتميز باللون الاصفر الفاتح، وقد تسمى هذه المركبات بالأمينات ، أو الانيلات ، أو البنزانيلات . سميت قواعد شيف بهذا الاسم تيمناً باسم أول من حضرها عام (1864) العالم هوغو شيف [44] (Hugo Schiff). تحضر قواعد شيف من تكاثف الأمين الأولي مع الألديهيد، والنتاج يحتوي على المجموعة الفعالة التي تمتلك الصيغة العامة  $R_1HC = N-R_2$  ، وتدعى هذه المجموعة بمجموعة الإيمين، أيضاً الكيتونات تكون الأمينات من نوع  $R_1R_2C = N-R_3$  ، ولكن هذه التفاعلات تميل للحدوث بنحو أسهل وأسرع مع الألديهيد [45]. تتميز قواعد شيف بأنها بلورات ملونة وذات صفة قاعدية ضعيفة، وتتحلل بالماء والحوامض القوية لتكون مركبات الكربونيل والامينات [46]. توجد قواعد شيف بصورة أيزومرين هندسين (Geometric Isomers) [47] كما في الشكل (1-26) .



الشكل (1-26) الايزومرية الهندسية لقواعد شف

ويعزى عدم إمكانية فصل هذين الايزومرين إلى حرية الدوران حول الاصرة المزدوجة بين الكربون والنتروجين الذي ينشأ بسبب الاختلاف الكبير في السالبية الكهربائية بين الكربون والنتروجين مما يعمل على تقليل خاصية الاصرة المزدوجة بين الذرتين نتيجة للاستقطاب [48] . و يبين الشكل (1-27) ذلك.



الشكل (1-27) الاستقطاب في أصرة الازوميثين المزدوجة

### (1-4-1) تطبيقات قواعد شف: - Schiff bases application

- 1- ان قواعد شف معروفة بتطبيقاتها الحيوية مثل استعمالها كعوامل مضادة للبكتريا ، و للفطريات ، و للسرطان، و للفايروسات [49-50].
- 2- مؤخراً دُرست معظم معقدات العناصر الانتقالية وكذلك خصائص المضادات المايكروبية [51-60] وقدرة هذه المعقدات مع مدى واسع من العناصر الانتقالية [61].
- 3- المعقدات الفلزية لقواعد شف مع (DNA) جعلها تكتسب اهمية كبرى تجاه تلك التطبيقات مثل استعمالها في العوامل الحيوية [62-63].
- 4- تمتلك قواعد شف كذلك اهمية حيوية اذ ان الايمين الرابط بين مشتق الالديهيد من فيتامين و بروتين الاوبسين في قرنية العين. اذ انها تؤدي دوراً مهماً في الفيتامينات المهمة وبذلك يمكن تسميتها كمساعدات

انزيمية، معنى ذلك كمساعدات وظيفية في معظم الانزيمات ، التي هي بروتينات كبيرة تسبب تحفيزاً كيميائياً في الخلية [64].

5- قواعد شف هي صنف مهم من الليكاندات التي تؤدي دوراً مهماً في تطور مجال الكيمياء التناسقية وهي التي تستطيع بسهولة تكوين معقدات مستقرة مع معظم العناصر الانتقالية [65].

6- المعقدات الفلزية من قواعد شف تمتلك العديد من التطبيقات مثل استعمالها كمضادات للبكتريا وبقية التطبيقات البيولوجية والسريرية والتحليلية والصناعية، فضلاً عن دورها المهم في عملية التحفيز [66].

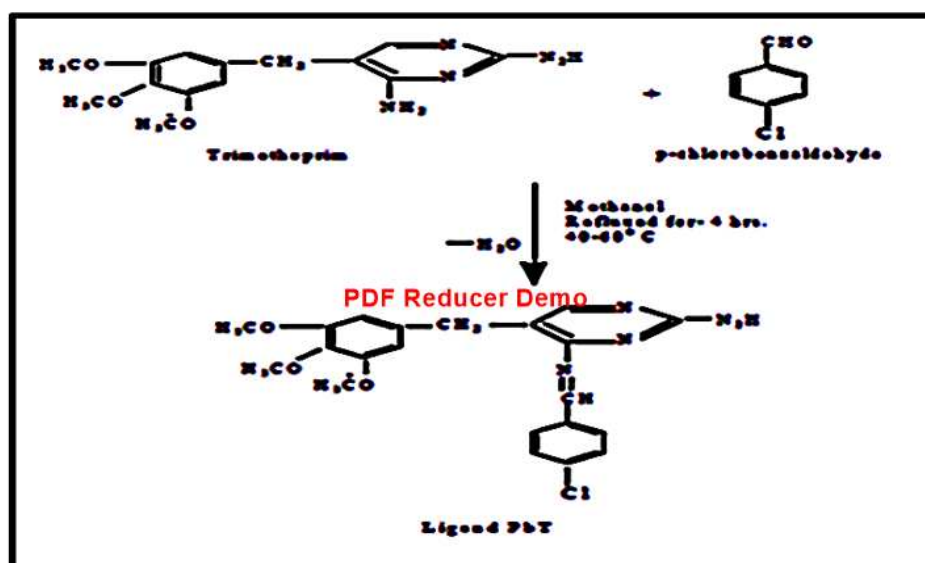
7- بعض المعقدات الفلزية لقواعد شف تمتلك ذرات اوكسجين و نتروجين مانحة في المعقدات ، ويكون تأثيرها كخاصية محفزة فراغياً في عمليات الاكسدة ، و الاختزال ، و التحلل المائي ، والفعالية الحيوية وبقية التحولات في الكيمياء العضوية واللاعضوية [67,68] وغالباً ما تستعمل قواعد شف كليكاندات مخلبية في الكيمياء التناسقية [69]. وتمتلك المعقدات الفلزية لقواعد الحاوية على ذرة نتروجين مانحة في الليكاندات تطبيقات واسعة في صناعة الاصباغ، وكذلك استعمالها في الفعاليات البيولوجية [70,71]

8- درس عدد كبير من قواعد شف ومعقداتها بسبب خصائصها المهمة مثل استعمالها في الصناعة واستعمالها كمواد محفزة لمعظم التفاعلات الكيميائية واستعمالها كناقلات لمجموعة الامين [72].

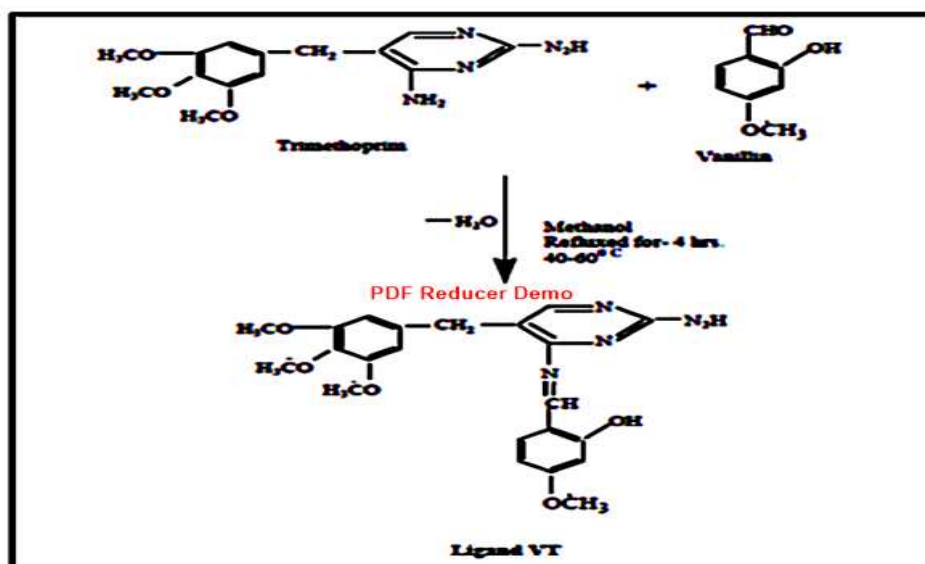
## (1-4-2) قواعد شف المشتقة من التراي ميثبريم ومعقداته الفلزية :-

حضر سونيل واخرون (2010) [73] قاعدة شف عن طريق تكاثف ( Trimethoprim مع p-Chlorobenzaldehyde and Vanillin باستخدام الميثاتول كمذيب ، واعطت الليكاندات (Ligand pbT and ligand VT) ، ويوضح المخطط (1-4) والمخطط (1-5) ذلك.

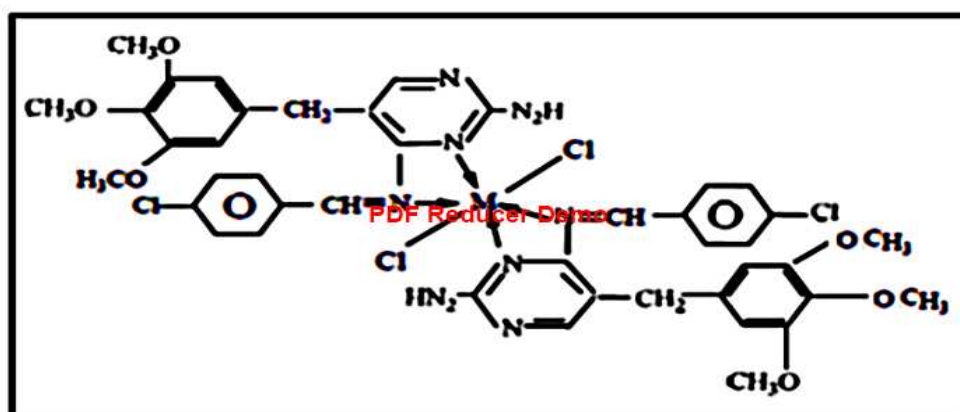
وعلاوة على ذلك تم تحضير معقدات العناصر من تفاعل املاح الفلزات ( Mn (II), Co (II), Ni(II) and Zn (II) شكل (1-28). وتم الحصول على بيانات توصف المركبات على اساس النسبة المولية ، والتحليل الدقيق للعناصر والعزم المؤثر وطيف الاشعة تحت الحمراء وطيف الاشعة فوق البنفسجية - المرئية وطيف  $^1\text{H-NMR}$ .



المخطط (1-4) تكون قاعدة شف (pbT) ligand

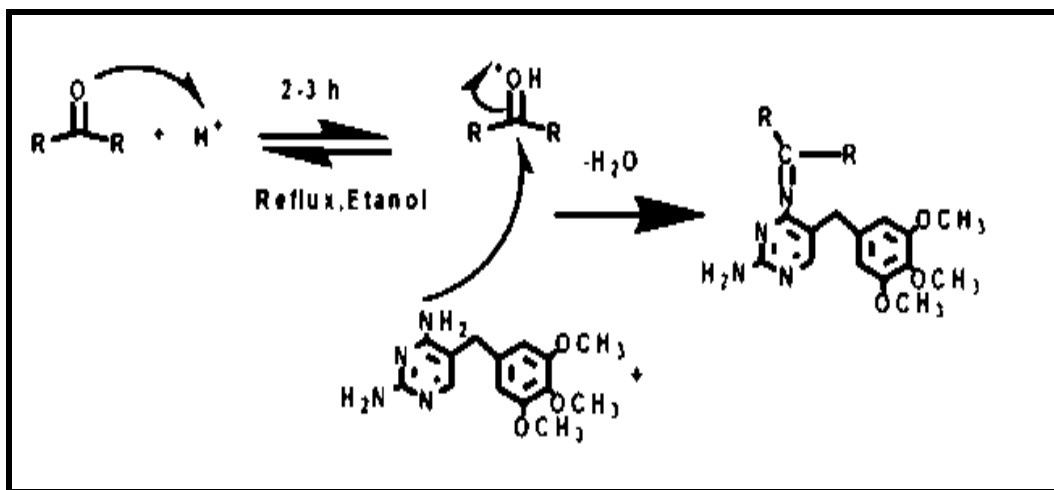


المخطط (1-5) تكون قاعدة شف (ligand(VT))



الشكل (1-28) تركيب معقدات الفلزات PbTM عندما  
 M= (Mn (II), Co (II), Ni(II) and Zn (II))

وقام سعدية واخرون (2010) [74] بتحضير أنواع جديدة من قواعد شف للمركب الدوائي التراي ميثبريم المعروف بفعاليتها الدوائية من خلال تكثيف التراي ميثبريم مع بعض الالديهيدات (4-ثنائي مثيل أمينو بنزلديهيد، بروبانال سلسلك ديهيد ، و 2,4 ثنائي ميثوكسي بنزلديهيد ، و4- مثيل بنزلديهيد) للحصول على نواتج قواعد شف (5a-1a) والكيونات (4- أمينو أسيتو فينون، و4- كلورو أسيتو فينون، و ازوبوتائل كيتون ، واسيتايل أسيتون ، واسيتو فينون ) للحصول على نواتج قواعد شف (10b-6b) كما هو مبين في الجدول (1-2) بوجود حامض الكبريتيك كعامل مساعد وبوجود الايثانول كمذيب. كما هو مبين في المخطط(1-6). تم تشخيص المعقدات المحضرة باستخدام بعض الطرائق الطيفية (FTIR) and (UV-Vis) والانشطة الحيوية. وقد تبين ان بعض المركبات لها فعالة تنشيط.

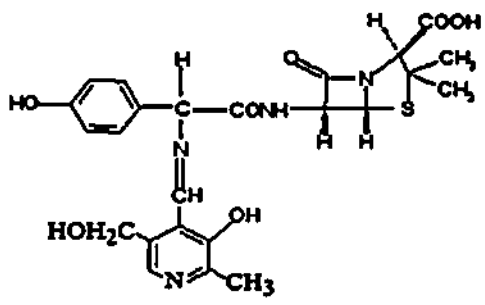
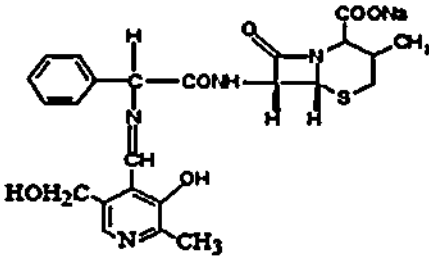
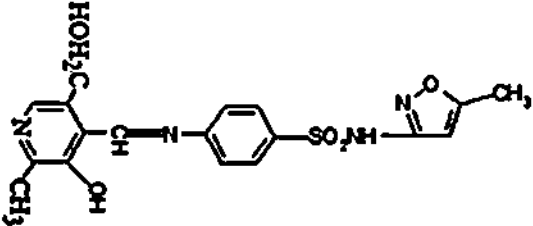
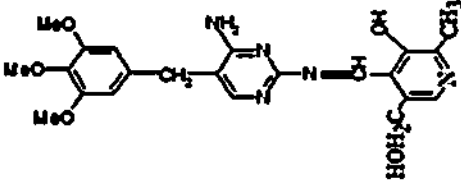


المخطط (1-6) تكون قاعدة شف من الكيتون

No.	Molecular structure
1a	C <sub>21</sub> H <sub>22</sub> N <sub>4</sub> O <sub>3</sub>
2a	C <sub>17</sub> H <sub>22</sub> N <sub>4</sub> O <sub>3</sub>
3a	C <sub>21</sub> H <sub>22</sub> N <sub>4</sub> O <sub>4</sub>
4a	C <sub>23</sub> H <sub>26</sub> N <sub>4</sub> O <sub>5</sub>
5a	C <sub>22</sub> H <sub>24</sub> N <sub>4</sub> O <sub>3</sub>
6b	C <sub>22</sub> H <sub>25</sub> N <sub>5</sub> O <sub>3</sub>
7b	C <sub>21</sub> H <sub>20</sub> ClN <sub>4</sub> O <sub>2</sub>
8b	C <sub>18</sub> H <sub>24</sub> N <sub>4</sub> O <sub>3</sub>
9b	C <sub>19</sub> H <sub>24</sub> N <sub>4</sub> O <sub>4</sub>
10b	C <sub>22</sub> H <sub>24</sub> N <sub>4</sub> O <sub>3</sub>

الجدول (1-2) انواع قواعد شف (5a-1a)، (10b-6b)

قام Srivastava وآخرون (2014) [75] بتحضير ليكاندات قواعد شف جديدة باستخدام microwave وتحضير معقدات مع ايون النحاس (Cu(II)) بطريقة التكتيف مع الليكاندات pyridoxal and {antibiotics=Amoxicillin(L<sub>1</sub>), Cephalexin(L<sub>2</sub>), Sulphamethoxazole (L<sub>3</sub>) and Trimethoprim (L<sub>4</sub>)}. كما هو مبين بالشكل (1-29). ودرست لجميع المعقدات الفعالية البايولوجية والنتيجة لها نشاط مضاد للجراثيم. وقد تم تشخيص المعقدات بواسطة الطرائق الطيفية (UV-Vis) and (FTIR) (C.H.N) وكذلك قياس التوصيلية المولارية.

L <sub>1</sub> = PyridoxylideneAmoxicillin	
L <sub>2</sub> = PyridoxylideneCephalexin	
L <sub>3</sub> = PyridoxylideneSulphamethoxazole	
L <sub>4</sub> = PyridoxylideneTrimethoprim	

الشكل (1-29) الصيغة التركيبية لقواعد شف من (H<sub>1</sub> to H<sub>4</sub>) من pyridoxal & antibiotics



ان الهدف من البحث هذه يمكن تلخيصه بالمحاور الاتية:-

1. تحضير قاعدة شف جديدة (NaL) مشتقة من تفاعل مركب كيتوني (صوديوم بايروفيت) مع مركب Trimethioprim بطريقة تفاعل التكتيف .
2. تحضير بعض المعقدات التناسقية بمفاعلة الليكاند المحضر مع بعض الايونات الفلزية وغير الفلزية وهي (الكوبالت ، و النيكل ، والنحاس ، والمنغنيز ، والخاصين ، والكاديوم ، والبلاديوم).
3. تحضير معقدات جديدة من بعض الأيونات الفلزية بأستعمال ليكاندات مختلطة ، وهي ليكاند قاعدة شف [NaL] و (8 - hydroxyquinoline).
4. تشخيص تركيب الليكاند المحضر ومعقداته باستخدام الوسائل التشخيصية ، وهي طيف الاشعة تحت الحمراء (FT-IR) ، وطيف الأشعة المرئية - فوق البنفسجية (UV-Vis) ، والرنين النووي المغناطيسي ( $^1\text{H}$ ,  $^{13}\text{C}$ -NMR) ، و طيف الكتلة (Mass spectra) ، والتوصيلية المولارية ، والحساسية المغناطيسية.
- 5- دراسة الخصائص الفيزيائية لليكاند المحضر ومعقداته .
6. اقتراح الأشكال الهندسية لليكاند المحضر ومعقداته ، وكذلك معقدات الليكاندات المختلطة باستخدام الطرائق الطيفية .
7. دراسة التأثير الحيوي للمركبات المحضرة إمكانية استعمالها في المجال الطبي عن طريق تأثيرها في تنشيط نمو اجناس مختلفة من البكتريا .

الفصل الثاني  
الجزء العملي

*Experimental Part*



**Chemicals and Solvents (2-1) المواد الكيميائية والمذيبات المستعملة:**

استعملت المواد الكيميائية والمذيبات ذوات النقاوة العالية المجهزة من الشركات المدرجة في ادناه، كما

موضح في الجدول (2-1).

**الجدول (1-2) المواد الكيميائية والمذيبات المستخدمة**

Chemicals	Chemical Formula	Company	Purity %
Benzene	C <sub>6</sub> H <sub>6</sub>	BDH	99
Cadmium(II)chloride dihydrate	CdCl <sub>2</sub> .2H <sub>2</sub> O	BDH	99
Cobalt(II)chloride hexahydrate	CoCl <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O	Riedel-Dehaen	98
Copper(II) chloride dihydrate	CuCl <sub>2</sub> .2H <sub>2</sub> O	Fluka	99.8
Carbontetrachloride	CCl <sub>4</sub>	BDH	99.5
Chloroform	CHCl <sub>3</sub>	BDH	95.7
Dimethylsulphoxide(DMSO)	CH <sub>3</sub> SOCH <sub>3</sub>	Fluka	99.8
Dimethyl formamide (DMF)	HCON(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	Fluka	99
Ethanol	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH	Fluka	99
Glacial acetic acid	CH <sub>3</sub> COOH	Fluka	99
8-hydroxy quinolone	C <sub>9</sub> H <sub>7</sub> NO	BDH	99
Methanol	CH <sub>3</sub> OH	Fluka	99
Manganese(II) chloride tetrahydrate	MnCl <sub>2</sub> .4H <sub>2</sub> O	Riedel-Dehaen	99
Nickel(II) chloride hexahydrate	NiCl <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O	Riedel-Dehaen	99
Palladium chloride	PdCl <sub>2</sub>	Fluka	99
Sodium pyruvate	C <sub>3</sub> H <sub>3</sub> NaO <sub>3</sub>	Sigma-Aldrich	99
Potassium hydroxide (solid)	KOH	Fluka	99
Trimethoprim	C <sub>14</sub> H <sub>18</sub> N <sub>4</sub> O <sub>3</sub>	Fluka	95
Zinc (II) chloride dihydrate	ZnCl <sub>2</sub> .2H <sub>2</sub> O	Aldrich	99

**(2-2) الأجهزة المستعملة :- Instruments**

استعملت الأجهزة التالية في القياسات الطيفية والفيزيائية للمركبات المحضرة وهي كالاتي:

**( 2-2-1 ) قياسات درجات الانصهار : Melting Point Measurements**

قيست درجة الانصهار لليكاند ومعقداته المحضرة باستخدام جهاز قياس درجات الانصهار من نوع Stuart automatic melting point |SMP40|

**( 2-2-2 ) أطياف الأشعة تحت الحمراء : FT-IR spectra**

تم تسجيل اطياف الاشعة تحت الحمراء لليكاندات ومعقداتها في مختبرات قسم الكيمياء في كلية التربية للعلوم الصرفة /ابن الهيثم باستعمال جهاز (FT-IR) (8300) , Shimadzu spectrophotometer باستخدام اقراص بروميد البوتاسيوم (KBr) بمدى  $4000-400 \text{ cm}^{-1}$ ، وكذلك تم قياس أطياف الأشعة تحت الحمراء للمعقدات المحضرة من الليكاند وذلك باستخدام جهاز: Shimadzu,FT-IR-8300,Infrared Spectrophotometer بدلالة العدد الموجي وضمن المدى (500-200) سم<sup>-1</sup> باستخدام أقراص يوديد السيزيوم (CsI) في كلية العلوم / جامعة بغداد- العراق.

**( 2-2-3 ) قياسات التوصيلية المولارية:- Conductivity Measurements**

تم قياس التوصيلية المولارية للمعقدات المحضرة في مختبرات كلية التربية للعلوم الصرفة /ابن الهيثم باستعمال جهاز نوع (Philips pw-Digital) وباستعمال مذيب (DMSO) بتركيز ( $1 \times 10^{-3}$ ) مولاري بدرجة حرارة المختبر ( $25C^0$ ).

**(2-2-4) التحليل الدقيق للعناصر:- Element Microanalysis**

اجري التحليل الدقيق للعناصر ( C.H.N. ) لليكاند ومعقداته الصلبة المحضرة في المختبر الخدمي / الجامعة المستنصرية .

**(2-2-5) أطياف الأشعة فوق البنفسجية- المرئية: Ultra Violet-Visble Spectra**

تم قياس اطياف الاشعة فوق البنفسجية – المرئية في مختبرات كلية التربية للعلوم الصرفة /ابن الهيثم - قسم الكيمياء ، ضمن الطول الموجي (1100-200nm) باستخدام خلية الكوارتز ذات طول المسار (1cm) ومذيب (DMSO) بتركيز ( $1 \times 10^{-3}$ ) مولاري باستخدام جهاز من نوع ( Shimadzu U.V-A Visible ) Spectrophotometer.

**(2-2-6) أطياف الرنين النووي المغناطيسي ( $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$ -NMR):-**

سجلت اطياف ( $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$ -NMR) لليكاند المحضر (NaL) في مذيب ( $\text{DMSO-d}^6$ ) باستعمال جهاز نوع (Bruker DRX System AL 500 (500 MHz) والمرجع TMS في جامعة طهران / إيران .

كما سجلت اطياف ( $^1\text{H}$ -NMR) لليكاندات المحضرة (NaL) في مذيب ( $\text{DMSO-d}^6$ ) باستعمال جهاز نوع (NMReady60 pro.60 MHz) في المختبر الخدمي المركزي جامعة بغداد- كلية التربية للعلوم الصرفة/ ابن الهيثم .

**(2-2-7) طيف الكتلة : Mass spectra**

سجلت أطياف الكتلة لليكاند بواسطة جهاز من نوع Work mass selective Detector (5973) باستخدام طاقة مقدارها (70) الكترونياً - فولتاً ، في جامعة طهران / إيران.

**(2-2-8) مطيافية الامتصاص الذري: Atomic Absorption Spectrometry**

قيست نسبة الفلز في المعقدات بواسطة تقنية atomic absorption(A.A) باستعمال جهاز (F.A.A) Emission Spectrophotometer Shimadzu(A-A680) في مختبرات ابن سينا.

**(2-2-9) محتوى الكلور :- Chloride contains**

تم قياس محتوى الكلور في مختبرات شركة ابن سينا باستعمال جهاز نوع (-686-titro Processor) (665) بغداد-العراق .

**(2-2-10) الحساسية المغناطيسية : Magnetic Susceptibility**

أُجريت قياسات الحساسية المغناطيسية للمعقدات في الجامعة المستنصرية ، بغداد، العراق باستخدام جهاز نوع (Auto Magnetic Susceptibility Balance Sherwood Scientific)

**(2-3) رسم الأشكال الفراغية Draw of Proposed Figures**

رُسمت الأشكال الفراغية المتوقعة للمعقدات (Proposed Molecular Structure) باستخدام برنامج .Chem .Office Program 2010-3DX.

**(2-4) التأثيرات الحياتية: Biological effect:**

أُجريت الفحوصات في المختبر الخدمي المركزي جامعة بغداد- كلية التربية للعلوم الصرفة / ابن الهيثم قسم التقانات الحياتية.

**(2-4-1): المواد والأجهزة المستخدمة لقياس التأثيرات الحياتية:**

1- وسط الاكار المغذي Nutrient Agar Medum لشركة Most

2- أطباق Petridish

3- موصدة Auto Cleave (جهاز تعقيم)

4- أنبوبة ماكفر لاند Macferr land tube

5- ناشر زجاجي Spreader

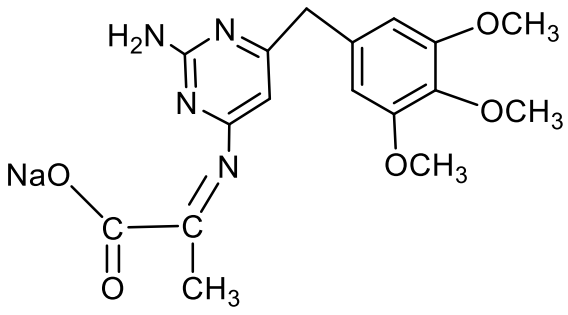
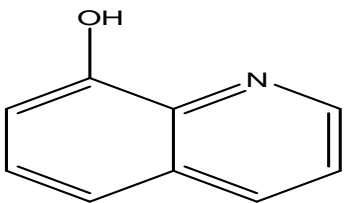
6- ثاقب الفلين Cork Borer

7- ماء مقطر Distilled Water

8- مذيب (D.M.F) مسيطر Control

**(2-5) مختصرات الليكاند (NaL)، والمركب [8-HQ] 8-hydroxy quinolone**

يعبر الجدول (2-2) عن التراكيب لليكاند المحضر (NaL) و 8-hydroxy quinolone والرموز والتسمية المقترحة لكل مركب :

الرمز	التركيب الكيميائي
[NaL]	 <p>sodium (Z)-2-((2-amino-6-(3,4,5-trimethoxybenzyl)pyrimidin-4-yl)imino)propanoate</p>
[8-HQ]	 <p>8-hydroxy quinolone</p>

**Synthesis of ligand****( 2-6 ) تحضير الليكاند [NaL] :-**

تم تحضير قاعدة شف ذات الرمز (NaL) في دورق دائري القعر سعة ( 100 ml ) وضع وزن (0.32gm,1mmol) من (Trimethoprim) وتمت إذابته في (15ml) من الميثانول وتم تحريك المزيج لحين اكتمال الذوبان ، ثم أخذ وزن ( 0.12gm,1mmol ) من الصوديوم بايروفيت (Sodium pyruvate) المذاب في (15ml) من الميثانول مع تحريك المزيج لحين اكتمال الذوبان ، وبعد الاذابة أضيفت قطرات من حامض الخليك الثلجي للحصول على (PH =6) ، وبعدها اضيف المحلول الثاني الى المحلول الاول مع التحريك وإجراء عملية التصعيد الارجاعي (Reflux) لمدة (12hrs) بدرجة (65C<sup>0</sup>) فتكون محلول ذو لون اصفرريشي وترك ليلة كاملة فتكون راسب وغسل بالميثانول. تم الحصول على الناتج بوزن (0.32gm) بدرجة أنصهار (186C<sup>0</sup>) بنسبة (85%).

**Synthesis of Complexes :[NaL] تحضير معقدات الليكاند ( 2-7)****(2-7-1) تحضير المعقد [Zn (L) (H<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>Cl]**

وضع في دورق دائري القعر سعة (100ml) (0.3 gm,1mmole) من الليكاند [NaL] مذاب في (10ml) من الميثانول، أضيف إليها بنحو تدريجي مع التحريك المستمر (0.107gm,1mmole) ZnCl<sub>2</sub> المذاب في (15ml) من الميثانول. ترك المزيج لعملية التصعيد العكسي مدة (3hrs) , ورشح المزيج وهو بارد ، ثم ترك المذيب للتبخر في درجة حرارة الغرفة، اذ تكونت مادة صلبة بلورية ذات لون أصفر فاتح ، بوزن (0.2766 gm) بدرجة انصهار ( 288C<sup>0</sup> ) بنسبة مئوية (70%).

**(2-7-2) تحضير معقدات الايونات (Co(II), Ni(II) ،Cu(II) ،Cd(II) and Pd(II)****Mn(II)**

حضرت هذه المعقدات بالطريقة الواردة في الفقرة (2-7-1) بالكميات أنفسها من الليكاند [NaL] ويبين الجدول (2-2) كمية الملح الفلزي المستعمل في تحضير المعقد والصيغ الجزيئية للمعقدات المحضرة وأوزانها والنسبة المئوية للناتج .

## جدول (2-3) المعقدات المحضرة من الليكاند وكميات الأملاح الفلزية المستعملة في تحضيرها

NO	Metal salt	Weight (g)=1mmol	Weight Complexes (g)	Color	m.p	Yield %
1	CdCl <sub>2</sub> .2H <sub>2</sub> O	0.172	0.343	أصفر كريستال	270	88%
2	ZnCl <sub>2</sub> .2H <sub>2</sub> O	0.107	0.2766	أصفر فاتح	288	70%
3	NiCl <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O	0.062	0.076	أخضر فاتح	220	80%
4	CoCl <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O	0.0622	0.0874	وردي	200	75%
5	MnCl <sub>2</sub> .4H <sub>2</sub> O	0.155	0.27	بني شاحب	280	76%
6	CuCl <sub>2</sub> .2H <sub>2</sub> O	0.0445	0.122	أخضر فاتح	240	68%
7	PdCl <sub>2</sub>	0.121	0.1327	بني داكن	270	65%

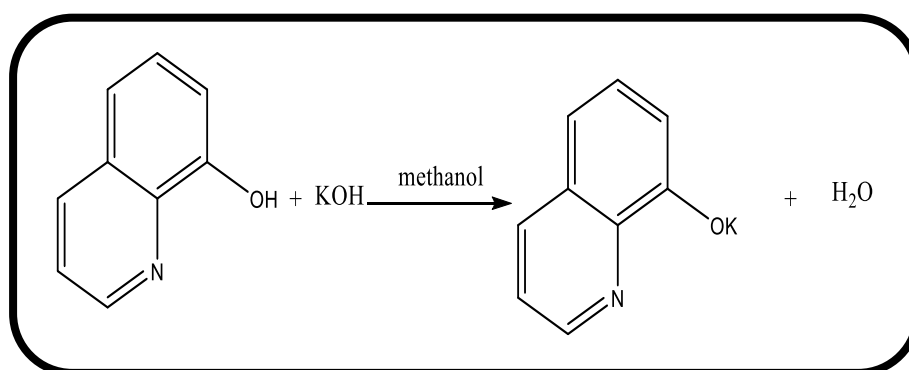
m.p=melting point

## (2-8) تحضير المعقدات المختلطة الليكاند

## (2-8-1) تحضير محلول ملح كوينولينيت البوتاسيوم

حُضِرَ ملح كوينولينيت البوتاسيوم بمزج [0.037gm, 0.254mmol] من 8-hydroxy quinolone

المذاب في الميثانول مع هيدروكسيد البوتاسيوم (KOH) [0.04gm, 1mmol] المذاب في الميثانول أيضاً.



المخطط (2-2) : معادلة تحضير ملح كوينولينيت البوتاسيوم

**(2-8-2): الطريقة العامة للتحضير [29,28]****المعقدات المختلطة الليكاند:-[M(II)(Q)(L)(H<sub>2</sub>O)]**

تم تحضير المعقدات بإضافة محلول الليكاند المحضر [NaL] في الخطوة (2-6) وملح كوينولينيت البوتاسيوم (Potassium quinolate) المحضر في الخطوة (2-8-1) في آن واحد (simultaneously) إلى محلول الايون الفلزي المحضر من اذابة وزن محسوب من الايون الفلزي في الميثانول ، وينسب مولية [1:1:1] [فلز: الليكاند : quinolate] كما مبين في الشكل (2-3)، حرك المزيج بصورة مستمرة لحين ظهور الراسب، رشح وغسل بـ (50%) (ماء مقطر – ميثانول)، ثم تم تجفيف ووزن الرواسب.

**(2-8-3) تحضير معقد [ (Cu)(Q)(L)(H<sub>2</sub>O) ]**

تم أخذ وزن (0.044gm , 0.258mmol) في دورق دائري سعة (100 ml) من محلول الايون الفلزي CuCl<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O المذاب في (10ml) من الميثانول مع التحريك . وأخذ (0.1gm , 0.261mmol) من محلول الليكاند المذاب في ( 10 ml) من الميثانول مع التحريك. ومحلل ملح كوينولينيت البوتاسيوم المحضر في الخطوة (2-8-1) وبعدها مزج المحاليل الثلاثة في آن واحد، ثم وُضع المزيج لعملية التصعيد الحراري ( reflux ) لمدة (3hrs) ،بعدها يتم ترشيح المزيج بعد أن بُرد لمدة عشر دقائق، ثم غُسل بالميثانول ،و أخيراً تُترك لمدة (24 hrs) بدرجة حرارة الغرفة ليُجف لغرض الحصول على بلورات بلون أخضر زيتوني ،وكان وزن الناتج (0.14 gm)، وتم قياس (m.p>300) بنسبة مئوية (60%).

**(2-8-4) تحضير معقدات [(Mn)(Q)(L)(H<sub>2</sub>O)], [(Ni)(Q)(L)(H<sub>2</sub>O)]**

**and [(Zn)(Q)(L)(H<sub>2</sub>O)], [(Cd)(Q)(L)(H<sub>2</sub>O)], [(Co)(Q)(L)(H<sub>2</sub>O)] , [(Pd)(Q)(L)]**

يتم تحضير المعقدات المختلطة للأيونات الفلزية { Pd<sup>+2</sup>، Zn<sup>+2</sup>، Cd<sup>+2</sup> ، Mn<sup>+2</sup>، Co<sup>+2</sup> ، Ni<sup>+2</sup> } بالطريقة نفسها التي حضر فيها معقد copper(II) ، وبيين الجدول يبين الخواص الفيزيائية للمعقدات المحضرة وكمية المتفاعلات .

جدول (2-4) المعقدات المختلطة الليكاند وكميات الاملاح الفلزية المستعملة في تحضيرها

No.	Empirical formula	Color	m.p	Wt of metal chloride salt (g)	Wt of product (g)	Yield %
1	[(Mn) (Q) (L)(H <sub>2</sub> O)]	أصفر غامق	> 300	0.0517	0.152	87%
2	[(Co) (Q) (L)(H <sub>2</sub> O)]	أخضر داكن	>300	0.0622	0.136	90%
3	[(Ni) (Q) (L)(H <sub>2</sub> O)]	أخضر فسفوري	> 300	0.062	0.243	75%
4	[(Cu) (Q) (L)(H <sub>2</sub> O)]	أخضر زيتوني	> 300	0.044	0.142	60%
5	[(Zn) (Q) (L)(H <sub>2</sub> O)]	أخضر مصفر	> 300	0.0356	0.115	85%
6	[(Cd) (Q) (L)(H <sub>2</sub> O)]	أخضر مصفر	> 300	0.057	0.0837	60%
7	[Pd(Q)(L)]	أصفر فاتح	>300	0.546	0.257	78%

(9-2) دراسة الفعالية الحيوية المضادة للبكتريا لليكاند [NaL] والمعقدات المحضرة<sup>[76]</sup>



M= [Mn(II),Co(II),Ni(II),Cu(II),Zn(II) and Cd(II)]



M= [Mn(II),Co(II),Ni(II),Cu(II),Zn(II) and Cd(II) ]

(1-9-2) طريقة تحضير الأوساط الزرعية :

حُضِر وسط الاكار المغذي ( Natrient Agar ) المجهز في ( Mast ) بإذابة (37.5) غراماً من المسحوق في لتر من الماء المقطر، وبرقم هيدروجيني (7.3)، ثم عُقِم بالموحدة (Auto cleave) استعمل هذا الوسط لغرض تنمية الاحياء المجهرية وفي حفظ السلالات ودراسة الفعالية التضادية للمواد الكيميائية تجاه العزلات المستعملة في الدراسة .

(2-9-2) تحضير عالق الأحياء المجهرية

حُضِر عالق الأحياء المجهرية بأخذ (4-2) مستعمرات من كل من الأحياء المجهرية قيد الدراسة ، ووضع في المحلول الفسلجي المعقم بتركيز (0.85%) ، وقورنت بأنبوية ماكفرلاند رقم (0.5) والمساوية لعدد



(1.5 × 810 خلية/ملم ) ، واستخدمت في تحضيره الاطباق ( Pettridish ) لفحص الفعالية البايولوجية ضد المركبات الكيميائية قيد الدراسة .

### (3-9-2) اختيار الفعالية التثبيطية للمعدّات في الأحياء المجهرية الاختبارية

استعملت طريقة الانتشار في الحفر ( Agar well diffusion Method ) لملاحظة تأثير المعقدات الكيميائية قيد الدراسة في نمو الأحياء المجهرية وذلك بصب ( 20-25 ) ملليمترًا من وسط الاكار المغذي (Nutrient Agar Medium لكل طبق بتري (Pettridish) .

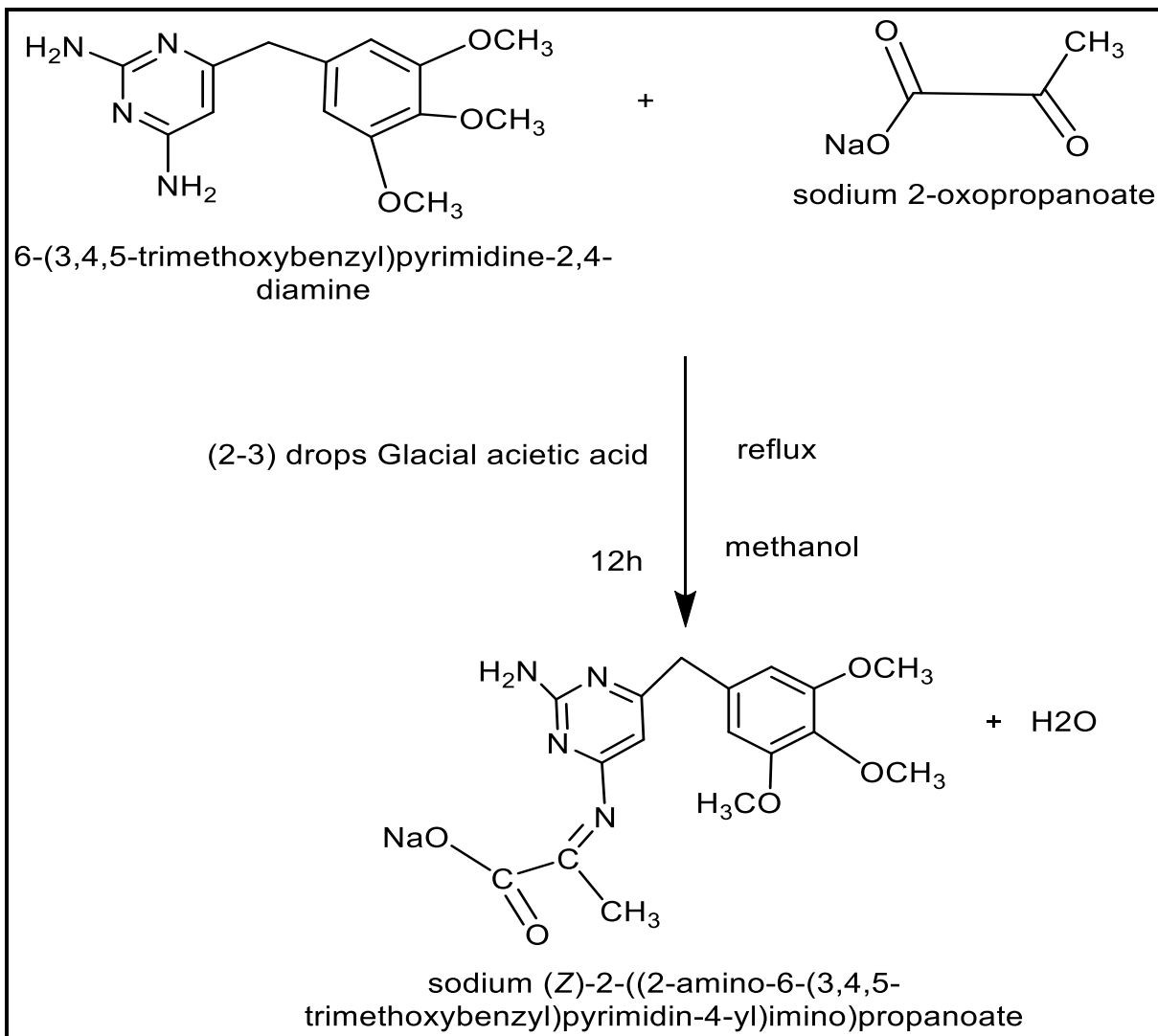
حُفظ الطبق بعد ان يبرد بالحاضنة مدة ( 24 ) ساعة بدرجة حرارة (37) م° للتأكد من عدم حدوث تلوث في الاطباق . نقع الطبق بعشرة مللترات من عالق الأحياء المجهرية المحضر كما ورد ذكره في الفقرة السابقة والحاوي على (1.5 × 810 خلية / ملم ) ، نشر بالتساوي على سطح وسط الاكار المغذي باستعمال ناشر زجاجي ، (Spreader) . عُملت حفرة على سطح الوسط المزروع بواسطة ثاقب الفلين ( cork borer ) وضعت المعقدات الكيميائية بمقدار (100) مايكرومل لكل حفرة مع بقاء حفرة سيطرة (control) تحتوي على المذيب المستعمل فقط ( DMSO ) . تركت الاطباق مدة نصف ساعة في الثلاجة عند درجة حرارة (4C°) . حُضنت الاطباق بدرجة حرارة (37C°) . مدة (24) ساعة حُدّدت الفعالية البايولوجية للمعدّات بقياس قطر منطقة التثبيط حول كل حفرة بالمليمتر.

الفصل الثالث  
النتائج والمناقشة

Results & Discussion

**(3-1) تشخيص الليكاند المحضر (NaL) Characterization of Prepared Ligand (NaL)**

حضر الليكاند [NaL] بمرحلة واحدة بحسب الطريقة الواردة في الفقرة (2-6) وبحسب المخطط (3-1).



المخطط (3-1) تحضير الليكاند (NaL) بحسب الفقرة (2-6)

## (3-1-1) الذوبانية

تم فحص الاذابة لليكاند (NaL) في عدة مذيبات ،وأعطت النتائج الواردة بالجدول (3-1).

## جدول (3-1) : ذوبانية الليكاند المحضر (NaL) في بعض المذيبات

Ligand	H <sub>2</sub> O	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH	CH <sub>3</sub> OH	DMSO	DMF	CCl <sub>4</sub>	CHCl <sub>3</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>6</sub>
[NaL]	÷	÷	+	+	+	+	-	-

(-) غير ذائب (+) ذائب (÷) شحيح الذوبان

شخص الليكاند المحضر (NaL) بواسطة التحليل الدقيق للعناصر (C.H.N) الذي أعطى نتائج متوافقة مع تلك المحسوبة نظرياً كما في الجدول (3-2) ، وطيف الأشعة تحت الحمراء (IR) في الشكل (3-3)، وطيف الأشعة فوق البنفسجية – المرئية في الشكل (3-4) ، وطيف الرنين النووي المغناطيسي (<sup>13</sup>C-NMR, <sup>1</sup>H-NMR) في الشكل (3-5) والشكل (3-6) وطيف الكتلة في الشكل (3-7).

## جدول (3-2) : نتائج التحليل الدقيق للعناصر (C.H.N) وبعض الخواص الفيزيائية

## لليكاند المحضر [NaL]

Ligand	Molecular Formula	M.wt	Yield %	Color	m.p °C	Found %(calc.)%		
						C	H	N
[NaL]	C <sub>17</sub> H <sub>19</sub> N <sub>4</sub> NaO <sub>5</sub>	382.13	85	أصفر ريشي	179- 186	53.40 (52.76)	5.01 (5.31)	14.65 (14.83)

## FT-IR Spectrum for Ligand (3-1-2) طيف الأشعة تحت الحمراء لليكاند (NaL)

شخص الليكاند (NaL) بدراسة طيف الأشعة تحت الحمراء له ومقارنته بأطياف الأشعة تحت الحمراء للمواد الأولية المستعملة في تحضير الليكاند (NaL) ،وهي (Trimethoprim) كما في الشكل (3-1) والصوديوم بايروفيت في الشكل (3-2) ، إذ اظهر طيف الأشعة تحت الحمراء لليكاند (NaL) كما في الشكل (3-3) اختفاء الحزمة عند (1708cm<sup>-1</sup>) التي تعود إلى التردد الامتطاطي لمجموعة ν(C=O) الكيتونية في طيف المادة الأولية

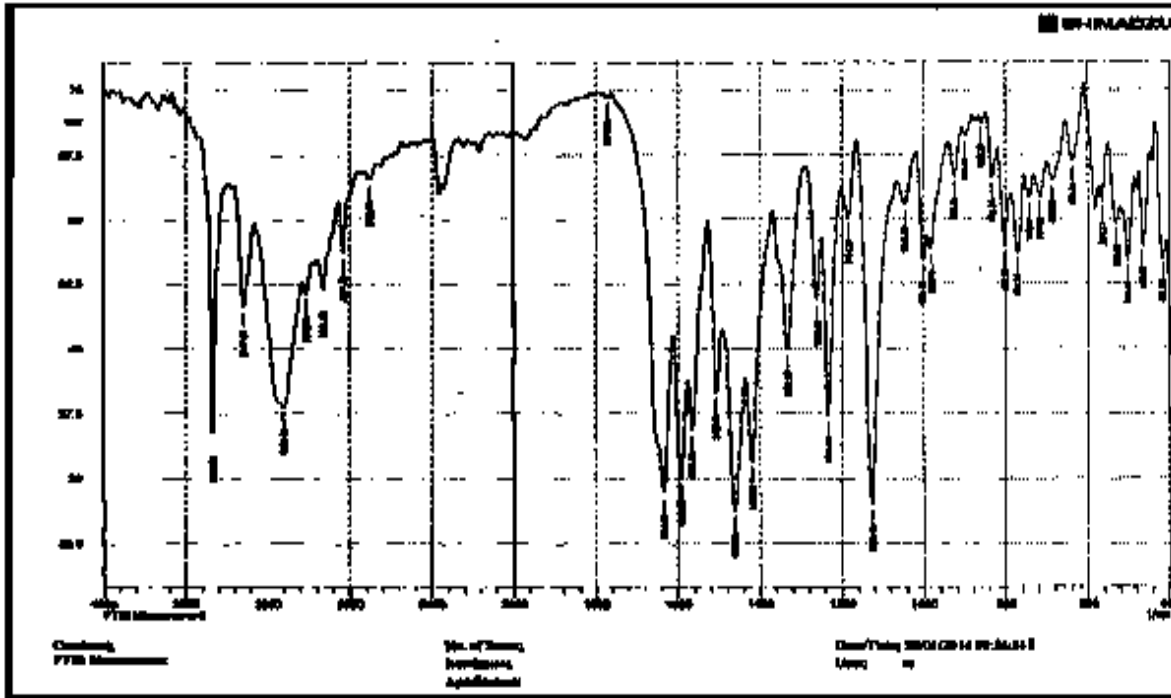
(Sodium pyruvate) وظهور حزمة عريضة قوية الشدة عند العدد الموجي ( $1660\text{cm}^{-1}$ ) تعود الى التردد الامتطاطي لمجموعة  $\nu(\text{C}=\text{N})$  (imine) [77, 74]. إن ظهور هذه الحزمة واختفاء حزمة  $\nu(\text{C}=\text{O})$  دلالة على تكون الشف. كذلك ظهور حزمتين متوسطتي الشدة عند ( $3448\text{cm}^{-1}$ ) و ( $3140\text{cm}^{-1}$ ) تعودان الى  $\nu_{\text{asy}}(\text{N}-\text{H})$  و  $\nu_{\text{sy}}(\text{N}-\text{H})$  على الترتيب [78]، أما الحزمتان ( $1506, 1425\text{cm}^{-1}$ ) و ( $2960, 2931\text{cm}^{-1}$ ) في طيف الليكاند المحضر فإنهما تعودان إلى ( $\nu(\text{C}=\text{C})$ ) و ( $\nu(\text{C}-\text{H})$ ) الاروماتية على الترتيب [74] اما الحزمة عند ( $2833\text{cm}^{-1}$ ) تنسب الى  $\nu(\text{C}-\text{H})$  الاليفاتية اما الحزمتان عند التردد ( $1465\text{cm}^{-1}$ )، ( $1240\text{cm}^{-1}$ ) فتعودان الى المجاميع  $\nu_{\text{as}}(\text{COO}^-)$  و  $\nu_{\text{s}}(\text{COO}^-)$  على الترتيب [82-79]. والبيانات للمواد الاولية والليكاند موضحة بالجدول (3-3).

### (3-1-2-1) طيف الأشعة تحت الحمراء للمادة الاولية Trimethoprim (TMP)

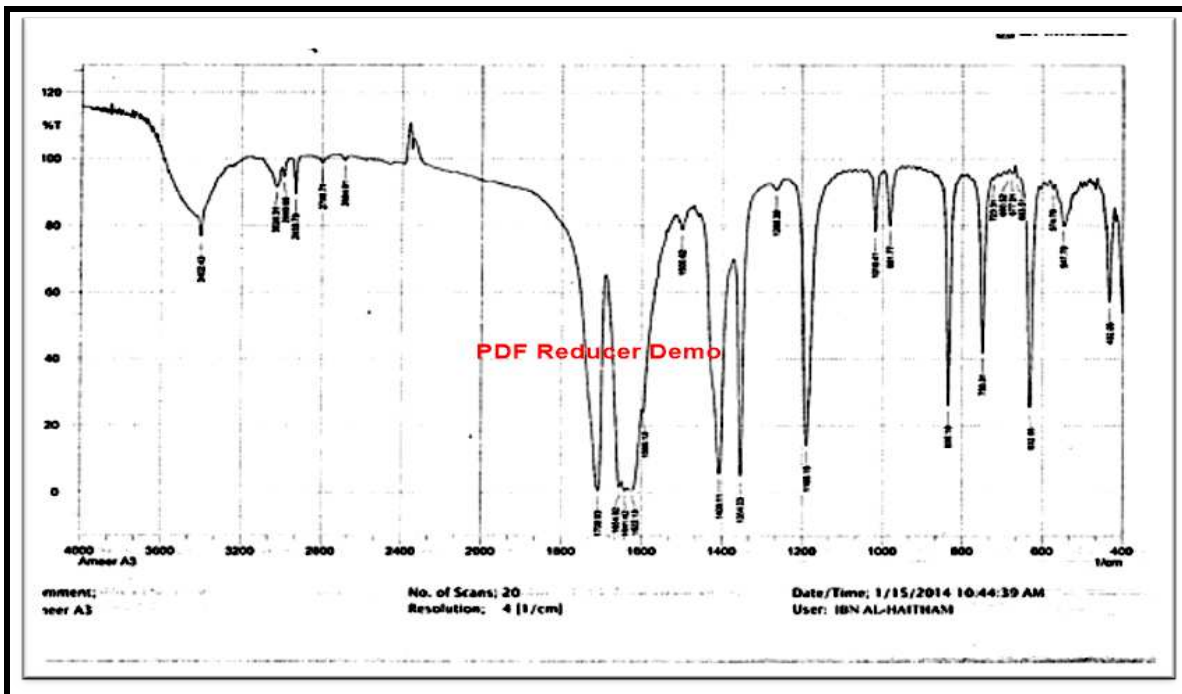
يظهر طيف (IR) للمادة الاولية Trimethoprim حزم امتصاص في الشكل (3-1)، إذ تظهر حزم امتصاص قوية عند ( $3317$  و  $3468\text{cm}^{-1}$ ) تعود الى التردد الامتطاطي لمجموعة  $\nu_{\text{s}}(\text{NH}_2)$  و  $\nu_{\text{as}}(\text{NH}_2)$  على التوالي [83,84] وكذلك حزمة قوية وحادة عند ( $1593\text{cm}^{-1}$ ) تعود الى ( $\text{C}=\text{N}$ ) داخل حلقة (nitrogen pyrimidine) [85].

### (3-1-2-2) طيف الاشعة تحت الحمراء للمادة الاولية (Sodium pyruvate) [86]

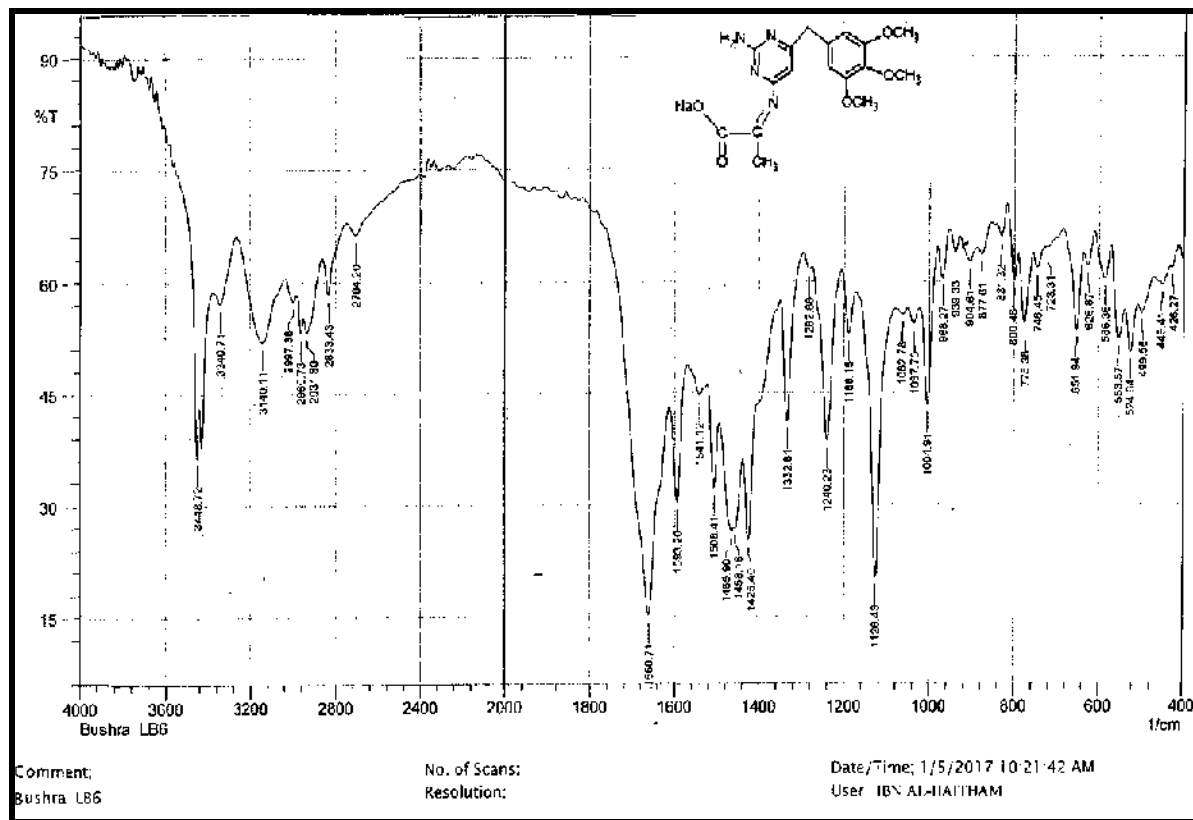
أظهر طيف (IR) لمادة (Sodium pyruvate) حزم واضحة كما هو مبين في الشكل (3-2) تنسب الى المجاميع ketone stretches  $\nu(\text{C}=\text{O})$ ،  $\nu_{\text{s}}(\text{COO}^-)$  و  $\nu_{\text{as}}(\text{COO}^-)$ ، وهي مرتبة ( $1708$  ,  $1641$  ,  $1354\text{cm}^{-1}$ ) على التعاقب.



شكل (3-1) : طيف الاشعة تحت الحمراء للمادة الاولية (Trimethoprim)



شكل (3-2) : طيف الاشعة تحت الحمراء للمادة الاولية (Sodium pyruvate)



شكل (3-3) طيف الاشعة تحت الحمراء لليكاند [NaL]

جدول (3-3) : مواقع حزم الامتصاص الرئيسية لطيف الأشعة تحت الحمراء  
للمواد الأولية والليكاند المحضر (NaL) بوحدة  $\text{Cm}^{-1}$

Compound	$\nu_{\text{sy.}}(\text{N-H})$	$\nu_{\text{asy.}}(\text{N-H})$	$\nu(\text{C=O})$	$\nu(\text{C=N})$ Pyrimidine nitrogen	$\nu(\text{C=N})$ iminie	$\nu_{\text{asym}}(\text{COO})$ $\nu_{\text{sym}}(\text{COO})$	$\nu(\text{C=C})$ arom.	$\nu(\text{C-H})$ arom	$\nu(\text{C-H})$ alph.
Trimethoprim	3317	3468	—	1593	—	—	—	3010 2933	2833
Sodium pyruvate	—	—	1708	—	—	1641 1354	—	—	—
Ligand [NaL]	3448	3140	—	1593	1660	1465 1240	1506 1425	2931 2960	2833

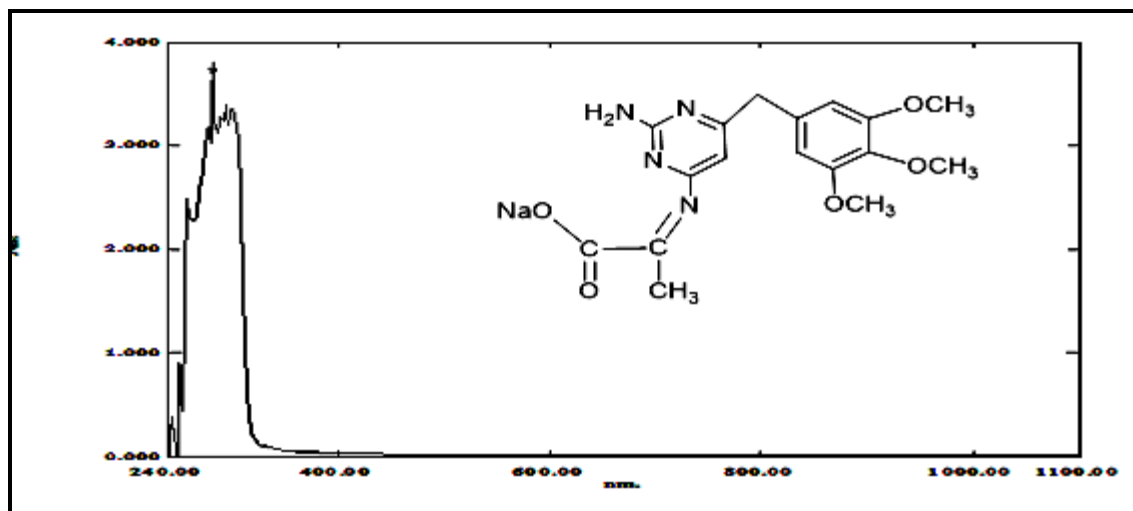


**(3-1-3) طيف الأشعة فوق البنفسجية – المرئية لليكاند [NaL]****(UV-Vis) Spectrum for Ligand [NaL]**

أظهر طيف الأشعة فوق البنفسجية– المرئية لليكاند المحضر [NaL] كما في الشكل (3-4) قمة امتصاص عالية الشدة عند طول موجي (289)nm ( $34602 \text{ cm}^{-1}$ ) ( $\epsilon_{\text{max}}=21780180 \text{ M}^{-1}.\text{cm}^{-1}$ ) تعود الى الانتقال الالكتروني ( $\pi \rightarrow \pi^*$ ). ويبين الجدول (3-4) معطيات الطيف الالكتروني لليكاند [NaL] [87].

جدول (3-4) : معطيات طيف الأشعة فوق البنفسجية – المرئية لليكاند المحضر [NaL]

Compound	$\lambda$ (nm)	$\nu \text{ cm}^{-1}$	$\epsilon_{\text{max}} \text{ molar}^{-1} \text{ cm}^{-1}$	assignments
[NaL]	289	34602	2180	$\pi \rightarrow \pi^*$



الشكل (3-4) الطيف الالكتروني لليكاند [NaL]

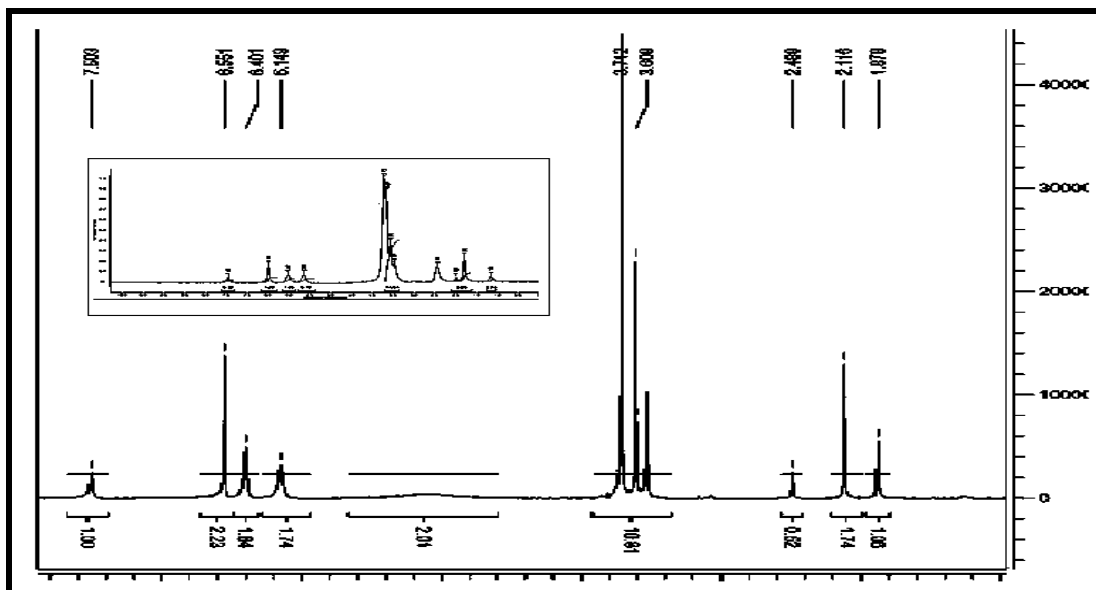
**(3-1-4) طيف الرنين النووي المغناطيسي (<sup>1</sup>H-NMR) لليكاند (NaL):-**

لمعرفة المزيد عن الصيغة التركيبية لليكاند المحضر [NaL] ، دُرِس طيف <sup>1</sup>H-NMR في مذيب DMSO باستعمال Me<sub>4</sub>Si (TMS) كمرجع أساسي، وسُجِلت الازاحة الكيميائية (δ) بوحدات ppm كما هو موضح في الجدول (3-5) والشكل (3-6). وقد أظهر طيف الليكاند إشارة مفردة عند δ = 7.503 ppm تنسب الى بروتون مجموعة (C<sub>2</sub>-CH) في حلقة Pyrimidine . كما ظهرت إشارات متعددة عند δ = (6.551,6.401, 6.149) ppm على التوالي تعزى (C<sub>7</sub>,C<sub>11</sub>) لبروتونات الحلقة الاروماتية على التوالي. وإشارة عند δ = 5.04 ppm تنسب الى بروتونات مجموعة (NH<sub>2</sub>) وثلاث اشارات عند δ = (3.67,3.57,3.47) ppm تعزى الى (C<sub>12</sub>,C<sub>13</sub>,C<sub>14</sub>) لبروتون مجموعة (OCH<sub>3</sub>) وإشارة مفردة عند δ = 3.72 ppm تعزى الى (C<sub>5</sub>-CH). وإشارة مفردة عند δ = 2.499 ppm تعود الى مذيب (DMSO-d<sup>6</sup>) ، وأخيراً هناك إشارتان تظهران عند δ = 2.116 ppm و 2.878 ppm تعزى الى (C<sub>16</sub>) تنسب الى بروتونات مجموعة (CH<sub>3</sub>) [94-91].

**جدول (3-5) طيف الرنين النووي المغناطيسي (<sup>1</sup>H-NMR) لليكاند [NaL]**

Compound	Functional groups	δ (ppm)
[NaL]	C <sub>2</sub> for C-H pyrimidine group	(7.503) (1H,s)
	C <sub>7</sub> ,C <sub>11</sub> for C-H Benzene	(6.55,6.401,6.149) (2H,s)
	C <sub>12</sub> ,C <sub>13</sub> ,C <sub>14</sub> for CH <sub>3</sub> group	(3.67,3.57,3.47) (9H,s)
	N-H for NH <sub>2</sub> group	(5.04) (2H, s)
	C <sub>5</sub> for CH <sub>2</sub> group	(3.72) (2H,s)
	DMSO solvent	(2.499)
	C <sub>16</sub> for CH <sub>3</sub> group	2.116,2.878 )(3H, s)

s= singlate



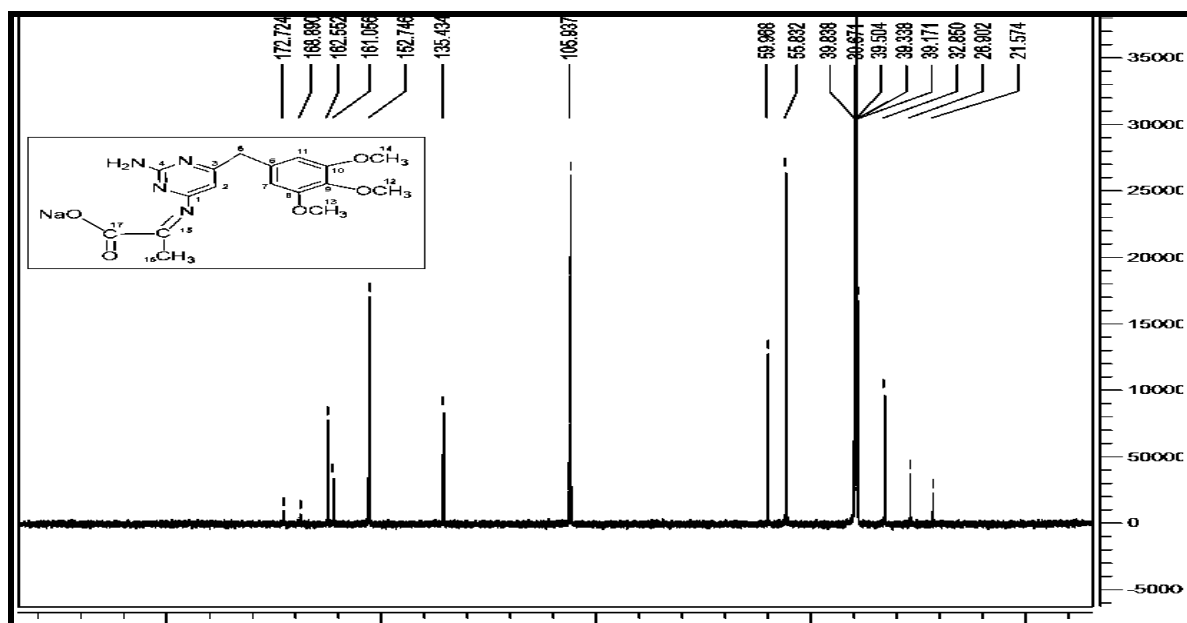
الشكل ( 3-6 ) : طيف الرنين النووي المغناطيسي ( $^1\text{H-NMR}$ ) لليكاند المحضر ( NaL )

### (3-1-5) طيف الرنين النووي المغناطيسي ( $^{13}\text{C-NMR}$ ) لليكاند [NaL] :-

يظهر طيف  $^{13}\text{C-NMR}$  لليكاند [NaL] إزاحات مبيّنة في الشكل (3-5) والجدول (3-6). إشارة عند 172 ppm تعود إلى ( $\text{C}_{17}$ ) التي تناسب مجموعة الكربونيل ( $\text{C}=\text{O}$ ) وأشارتين عند  $\delta = 168, 161$  ppm تعود إلى ( $\text{C}_1, \text{C}_4$ ) في حلقة pyrimidine وإشارة عند  $\delta = 152$  ppm تعود إلى ( $\text{C}_8, \text{C}_{10}$ ) ذرة كربون ( $\text{C}_{15}$ ) لمجموعة الأيمين ( $\text{C}=\text{N}$ ). إشارة عند  $\delta = 135$  ppm أيضاً وتنسب إلى ( $\text{C}_9, \text{C}_6$ )، ( $\text{C}_7, \text{C}_{11}$ ) للحلقة الأروماتية. حلقة pyrimidine تظهر عند  $\delta = 105$  ppm. ذرات كربون ( $\text{C}_{15}$ ) وذرات كربون ( $\text{C}_{13}, \text{C}_{14}$ ) تناسب إلى الإزاحات عند 55، 59 ppm على التعاقب التي تعود لمجموعة ( $\text{CH}_3\text{O}$ ). وتظهر إزاحة عند  $\delta = 39$  ppm تعود إلى مذيب DMSO. وتظهر إشارة عند  $\delta = 32$  ppm تعود إلى ( $\text{C}_5$ ) تناسب لمجموعة ( $\text{CH}_2$ ) وأخيراً إشارة عند  $\delta = 21, 26$  ppm تعود إلى ( $\text{C}_{16}$ ) لمجموعة ( $\text{CH}_3$ ) [88-90].

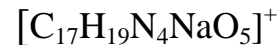
جدول (3-6) الرنين النووي المغناطيسي ( $^{13}\text{C-NMR}$ ) للبيكاند [NaL]

Compound	Functional groups	$\delta$ (ppm)
[NaL]	C <sub>17</sub> for C=O group	172
	C <sub>1</sub> for pyrimidine group	168
	C <sub>15</sub> for C=N group	162
	C <sub>4</sub> for pyrimidine group	161
	C <sub>8</sub> , C <sub>10</sub> for Benzene	152
	C <sub>6</sub> for Benzene ,C <sub>9</sub>	135
	C <sub>7</sub> , C <sub>11</sub> for Benzene	105
	C <sub>2</sub> ,C <sub>3</sub> for pyrimidine	
	C <sub>15</sub> ,C <sub>13</sub> ,C <sub>14</sub> for OCH <sub>3</sub> group	59,55
	C <sub>13</sub> for CH <sub>2</sub> groups	78.4
	DMSO solvent	39.0
	C <sub>5</sub> for CH <sub>2</sub> group	32
	C <sub>16</sub> for CH <sub>3</sub> group	26,21

الشكل (3-5) طيف الرنين النووي المغناطيسي ( $^{13}\text{C-NMR}$ ) للبيكاند [NaL]

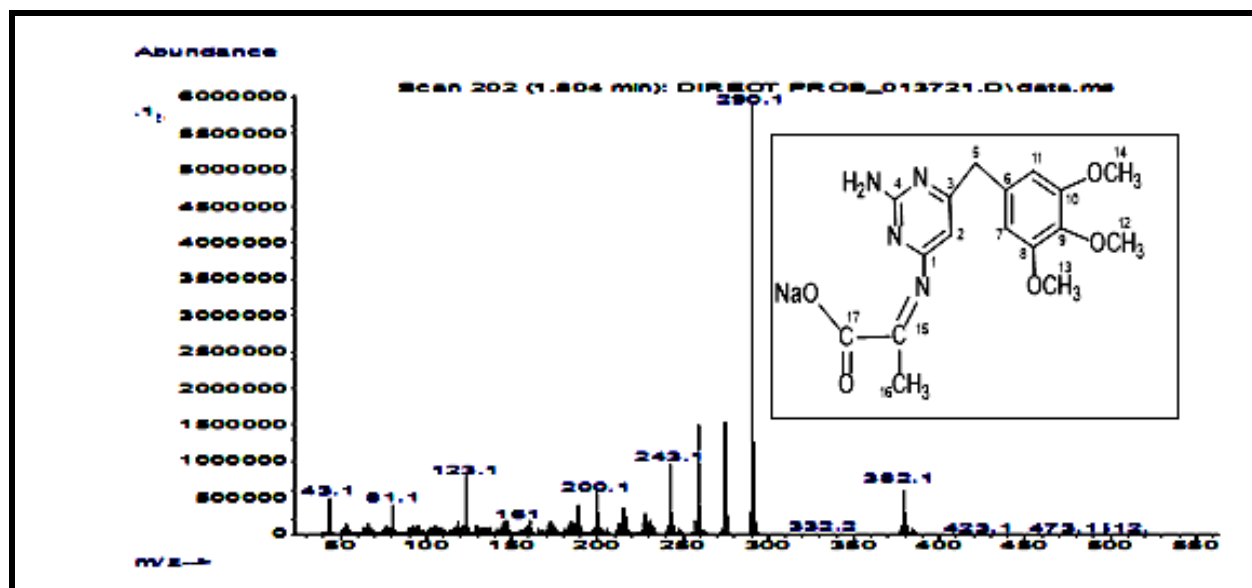
**(6-1-3) طيف الكتلة لليكاند [NaL]**

تم تسجيل طيف الكتلة لليكاند العضوي الجديد [NaL]، إذ أعطى مجموعة من الذروات الموضحة في الشكل (3-7)، كما وضحت التجزؤات الكتلية المقترحة لليكاند [NaL] في الجدول (3-7) إذ ظهرت ذروة رئيسة عند ( m/z 382 ) تعود الى الوزن الجزيئي لليكاند ذي الصيغة



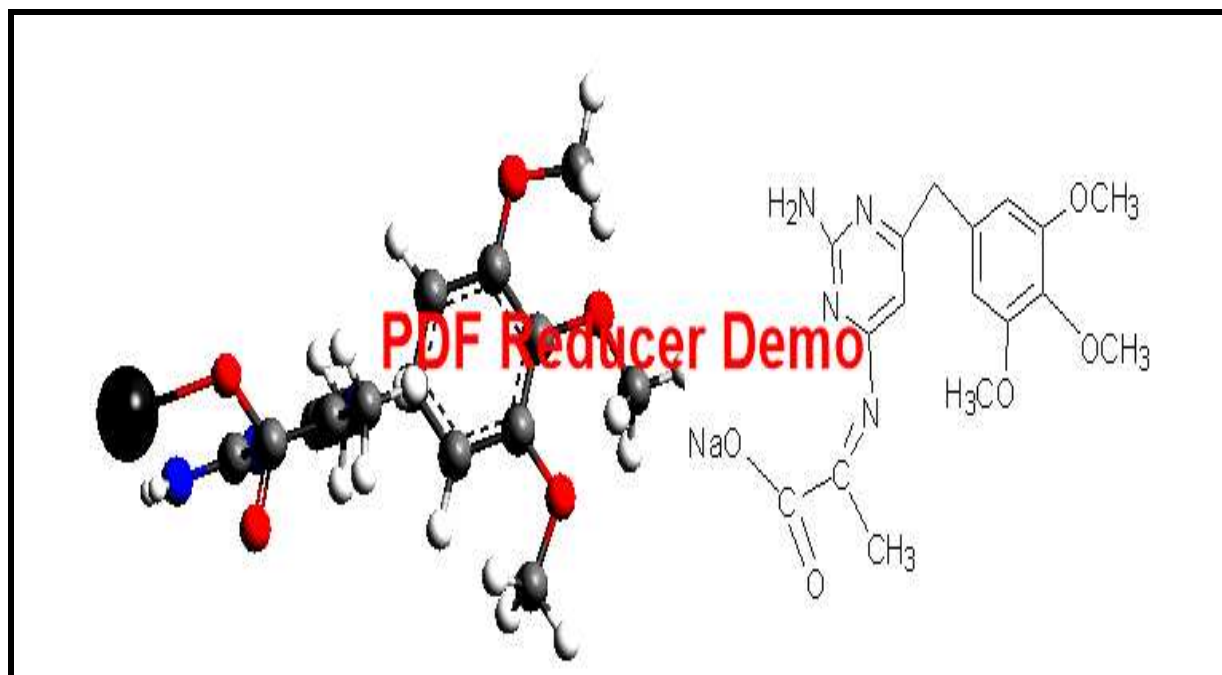
الجدول (3-7) طيف الكتلة لليكاند [NaL]

Fragment	Mass/charge (m/z)	Relative abundance
$[M]^+ = [C_{17}H_{19}N_4NaO_5]^+$	382	1 %
$[C_{14}H_{11}N_4NaO_2]^+$	290	100 %
$[C_{10}H_{12}N_4NaO_2]^+$	243	0.5 %
$[C_7H_5N_4NaO_2]^+$	200	0.5 %
$[C_5H_7N_4]^+$	123	0.5%
$[C_4H_5N_2]^+$	81	0.5 %
$[C_2H_5N]^+$	43	1 %



الشكل (3-7) طيف الكتلة لليكاند [NaL]

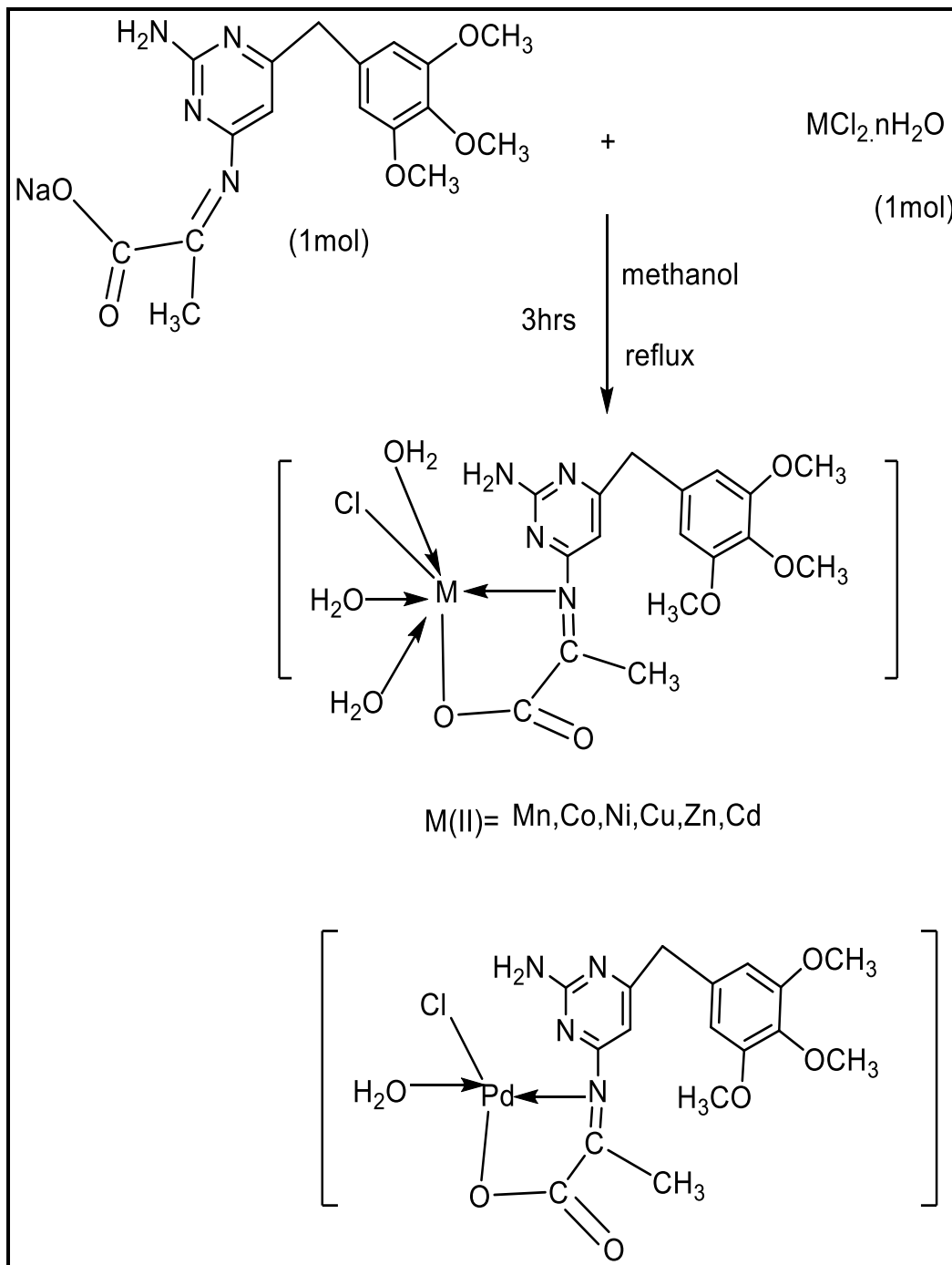
واستناداً إلى معطيات طيف الأشعة تحت الحمراء وطيف الأشعة فوق البنفسجية المرئية ومعطيات طيف  $^1\text{H-NMR}$  اقترحت الصيغة التركيبية لليكاند المحضر (NaL) كما في الشكل (8-3) التي رُسمت باستخدام (ultra chem.. office program 3DX(2010)).



الشكل (8-3) : الصيغة التركيبية المقترحة لليكاند المحضر (NaL)

### (3-2) : تشخيص المعقدات Characterization of Complexes

(3-2-1) تشخيص المعقدات لليكاند المحضر [NaL] مع بعض الايونات الفلزية  
 حُضرت المعقدات بالطريقة آنفة الذكر في الفقرات (1-7-2) وذلك من تفاعل الليكاند المحضر (NaL) مع كلوريد الايون الفلزي ثنائي التكافؤ بنسبة [1:1] باستعمال (الميثانول) كمذيب وسطاً للتفاعل وبعملية التصعيد الارجاعي كما في المخطط (2-3)، وقد تم الحصول على معقدات فلزية مختلفة الالوان ولها قابلية ذوبان في مذيبات مختلفة، شخّصت المعقدات المحضرة بالتحليل الدقيق للعناصر (C.H.N)، وقياس نسبة الفلز بتقانة الامتصاص الذري اللهبّي، وقياس نسبة الكلور وبواسطة أطياف الأشعة تحت الحمراء، وأطياف الأشعة فوق البنفسجية المرئية، وقياس درجات الانصهار والحساسية المغناطيسية والتوصيلية المولارية. ومن معطيات هذه التقانات تم التوصل إلى الصيغ الجزيئية للمعقدات المحضرة.



المخطط (3-2) طريقة تحضير معقدات الليكاند [NaL]

تم اختبار ذوبانية المعقدات المحضرة من الليكاند (NaL) باستعمال مذيبات عديدة كما في الجدول (3-8).

جدول (3-8) ذوبانية المعقدات  $[(M) (L) (H_2O)_3 Cl]$  في مذيبات مختلفة .

Compound	CCl4	MeOH	EtOH	H2O	C <sub>6</sub> H <sub>6</sub>	Acetone	DMSO	DMF
$[(Mn) (L)(H_2O)_3Cl]$	—	+	—	—	—	+	+	+
$[(Co) (L)(H_2O)_3Cl]$	—	÷	—	—	—	+	+	—
$[(Ni) (L)(H_2O)_3Cl]$	—	÷	—	—	—	—	+	÷
$[(Cu) (L)(H_2O)_3Cl]$	—	÷	÷	—	÷	—	+	—
$[(Zn) (L)(H_2O)_3Cl]$	—	÷	—	—	—	÷	+	÷
$[(Cd) (L)(H_2O)_3Cl]$	—	—	—	÷	+	—	+	÷
$[(Pd) (L)(H_2O)Cl]$	+	÷	÷	+	+	÷	+	+

= (+) ذائب = (-) غير ذائب = (÷) ذائب جزئي

### (3-2-2) تشخيص المعقدات مختلطة الليكاند للايونات الفلزية

التفاعل (3-3) يبين الطريقة لتحضير المعقدات بواسطة تفاعل مزج الليكاند المحضر [NaL] مع الليكاند (8-hydroxy quinolone) مع أملاح كلوريدات الفلزات الثنائية بنسبة (1:1:1) لكل مول واستخدام عملية التصعيد الارجاعي مع استخدام قاعدة هيدروكسيد البوتاسيوم.





وقد تم الحصول على معقدات فلزية مختلفة الألوان لها قابلية على الذوبان في مذيبات مختلفة كما هو موضح في الجدول (3-9).

جدول (3-9) ذوبانية المعقدات [(M) (Q) (L)(H<sub>2</sub>O)] في مذيبات مختلفة

Compound	CCl <sub>4</sub>	MeOH	EtOH	H <sub>2</sub> O	C <sub>6</sub> H <sub>6</sub>	Acetone	DMSO	DMF
[(Mn) (Q) (L)(H <sub>2</sub> O)]	-	+	-	÷	÷	-	+	-
[(Co) (Q) (L)(H <sub>2</sub> O)]	-	÷	-	-	-	+	+	+
[(Ni) (Q) (L)(H <sub>2</sub> O)]	-	÷	-	-	-	-	+	+
[(Cu) (Q) (L)(H <sub>2</sub> O)]	-	÷	÷	-	÷	-	+	-
[(Zn) (Q) (L)(H <sub>2</sub> O)]	-	÷	-	-	-	÷	+	÷
[(Cd) (Q) (L)(H <sub>2</sub> O)]	-	-	-	÷	+	-	+	-
[(Pd) (Q) (L)]	+	-	-	+	+	÷	+	÷

= (+) ذائب = (-) غير ذائب = (÷) ذائب جزئي

### (3-2-3) التوصيلية المولارية Molar Conductivity [95,96]

تم قياس التوصيلية المولارية للمعقدات (الكتروليتية او غير الكتروليتية) بعد معرفة الصفة الايونية للمعقدات. وقد قيست التوصيلية المولارية في محاليل بتركيز ( $10^{-3}$ ) مولاري باستخدام مذيب DMSO عند 298 مطلقة. حيث وجدت قيم التوصيلية المولارية لتلك المعقدات واطئة وهذا يدل على أن تلك المعقدات هي معقدات غير ألكتروليتية ، كما هو مبين في الجدول (3-10) والجدول (3-11).

جدول (3-10) قيم التوصيلية المولارية (M.C) للمعقدات المحضرة

Compound	Metal ion	M.C $\text{Ohm}^{-1} \cdot \text{cm}^2 \cdot \text{mol}^{-1}$
[(Mn) (L)(H <sub>2</sub> O) <sub>3</sub> Cl]	Mn <sup>+2</sup>	0.09
[(Co) (L)(H <sub>2</sub> O) <sub>3</sub> Cl]	Co <sup>+2</sup>	2.61
[(Ni) (L)(H <sub>2</sub> O) <sub>3</sub> Cl]	Ni <sup>+2</sup>	3.47
[(Cu) (L)(H <sub>2</sub> O) <sub>3</sub> Cl]	Cu <sup>+2</sup>	3.04
[(Zn) (L)(H <sub>2</sub> O) <sub>3</sub> Cl]	Zn <sup>+2</sup>	1.53
[(Cd) (L)(H <sub>2</sub> O) <sub>3</sub> Cl]	Cd <sup>+2</sup>	2.03
[(Pd) (L)(H <sub>2</sub> O) Cl]	Pd <sup>+2</sup>	6.84

جدول (3-11) قيم التوصيلية المولارية (M.C) لمعقدات مختلطة الليكاند

Compound	Metal ion	M.C $\text{Ohm}^{-1} \cdot \text{cm}^2 \cdot \text{mol}^{-1}$
[Mn(Q)(L)(H <sub>2</sub> O)]	Mn <sup>+2</sup>	16.04
[Co(Q)(L)(H <sub>2</sub> O)]	Co <sup>+2</sup>	7.66
[Ni(Q)(L)(H <sub>2</sub> O)]	Ni <sup>+2</sup>	0.82
[Cu(Q)(L)(H <sub>2</sub> O)]	Cu <sup>+2</sup>	4.21
[Zn(Q)(L)(H <sub>2</sub> O)]	Zn <sup>+2</sup>	1.80
[Cd(Q)(L)(H <sub>2</sub> O)]	Cd <sup>+2</sup>	1.08
[Pd(Q)(L)]	Pd <sup>+2</sup>	2.05

#### (3-2-4) التحليل الدقيق للعناصر Elemental microanalysis

شخصت المعقدات المحضرة بواسطة التحليل الدقيق للعناصر (C.H.N) وقياس نسبة الفلز باستخدام تقانة الامتصاص الذري (A.A) وإيجاد نسبة الكلور فكانت النتائج متوافقة مع تلك المحسوبة نظريا وكما في الجدول (3-12) و(3-13).

جدول (12- 3) نتائج التحليل الدقيق للعناصر C.H.N وقياس نسبة الفلز وإيجاد محتوى الكلور لمعقدات الليكاند

Empirical formula	M.wt	Colour	M.P.	Found % , ( calc. %)				
				C	H	N	M	Cl %
[(Mn) (L)(H <sub>2</sub> O) <sub>3</sub> Cl]	483.38	بني شاحب	280	41.67 (42.11)	5.44 (5.33)	10.80 (11.02)	10.22 (11.37)	7.04 (6.67)
[(Co) (L)(H <sub>2</sub> O) <sub>3</sub> Cl]	487.38	وردي	200	41.35 (41.30)	5.40 (4.99)	10.77 (11.13)	11.33 (12.09)	6.98 (7.02)
[(Ni) (L)(H <sub>2</sub> O) <sub>3</sub> Cl]	487.14	أخضر فاتح	220	41.37 (42.07)	5.40 (5.23)	11.23 (10.99)	11.67 (12.05)	6.98 (6.78)
[(Cu) (L)(H <sub>2</sub> O) <sub>3</sub> Cl]	491.99	أخضر فاتح	240	40.99 (41.01)	5.53 (6.01)	10.62 (11.28)	12.10 (12.92)	6.92 (7.21)
[(Zn) (L)(H <sub>2</sub> O) <sub>3</sub> Cl]	493.82	أصفر فاتح ريشي	288	40.85 (41.08)	5.35 (5.12)	10.59 (11.33)	12.99 (13.24)	6.89 (7.54)
[(Cd) (L)(H <sub>2</sub> O) <sub>3</sub> Cl]	540.85	أصفر كريستال	270	37.51 (38.43)	4.90 (5.00)	9.72 (10.44)	19.55 (20.78)	6.32 (6.07)
[(Pd) (L)(H <sub>2</sub> O) Cl]	498.83	بني داكن	270	40.47 (41.22)	4.53 (5.11)	10.44 (9.87)	19.93 (20.19)	6.83 (7.15)

جدول (13- 3) نتائج التحليل الدقيق للعناصر C.H.N وقياس نسبة الفلز وإيجاد محتوى الكلور لمعقدات المختلطة الليكاند

pirical formula	M.wt	Colour	M.P.	Found % , ( calc. %)			
				C	H	N	M
[(Mn) (Q) (L)(H <sub>2</sub> O)]	558.45	أصفر غامق	> 300	55.45 (55.32)	5.49 (3.89)	11.55 (12.02)	10.22 (9.84)
[(Co) (Q) (L)(H <sub>2</sub> O)]	562.45	أخضر داكن	> 300	55.08 (55.23)	5.45 (5.09)	11.47 (11.3)	11.33 (10.48)
[(Ni) (Q) (L)(H <sub>2</sub> O)]	562.21	أخضر فسفوري	> 300	54.30 (53.77)	5.40 (4.98)	11.37 (10.77)	11.67 (10.44)
[(Cu) (Q) (L)(H <sub>2</sub> O)]	584.38	أخضر زيتوني	> 300	54.67 (55.08)	5.41 (5.43)	11.39 (11.09)	11.10 (10.87)
[(Zn) (Q) (L)(H <sub>2</sub> O)]	568.90	أخضر مصفر	> 300	54.51 (55.23)	5.39 (4.78)	11.35 (10.67)	12.18 (11.49)
[(Cd) (Q) (L)(H <sub>2</sub> O)]	615.93	أخضر مصفر	> 300	50.65 (50.99)	5.01 (5.12)	10.55 (11.33)	17.55 (18.25)
[(Pd) (Q) (L)]	609.46	أصفر فاتح	> 300	52.55 (53.02)	4.88 (5.05)	10.94 (11.14)	17.33 (17.45)

### (3-2-5) الحساسية المغناطيسية: Magnetic Susceptibility

استعملت القياسات المغناطيسية في تشخيص ودراسة معقدات الفلزات الانتقالية. ان قياسات الصفة المغناطيسية تعطي فكرة عن الترتيب الالكتروني وحالة التأكسد لذرات الفلزات الانتقالية فحساب عدد الالكترونات المفردة لا يون الفلز الانتقالي يعطي فكرة عن المعقد المدروس ذي برم عالٍ ام برم واطى [97,98]. قيست الحساسية المغناطيسية للمعقدات المحضرة ومعقدات الليكاندات المختلطة عند 297° مطلقة بعد تصحيحها من وجود الدايمغناطيسية، وقد استخدمت القوائم الخاصة بقيم الحساسية المغناطيسية للذرات في الجزيئات العضوية (ثوابت باسكال) والايونات الفلزية بحسب العزم المغناطيسي المؤثر ( $\mu_{eff}$ ) على وفق العلاقات الآتية [99].

$$\mu_{eff} = 2.828\sqrt{XA.T}$$

$$X_A = X_M - D$$

$$X_M = X_g \cdot M_{wt.}$$

إذ إن:

$$T = (297 \text{ K}) \text{ درجة الحرارة المطلقة}$$

$$XA = \text{الحساسية الذرية}$$

$$X_M = \text{الحساسية المولارية}$$

$$D = \text{معامل التصحيح الدايمغناطيسي}$$

$$X_g = \text{الحساسية الغرامية (الوزنية)}$$

$$M_{wt} = \text{الوزن الجزيئي للمعقد}$$

$$B.M = \text{بور مغنيتون}$$

ويبين الجدولان (3-14) و(3-15) العزوم المغناطيسية المؤثرة والعزوم البرمية للمعقدات المحضرة، وقد

لوحظ الآتي:

الجدول (3-14) قياسات الحساسية المغناطيسية لمعقدات الليكاندات المختلفة

Complexes	$X_g \times 10^{-6}$ Gram susceptibility	$X_M \times 10^{-6}$ Molar susceptibility	$X_A \times 10^{-6}$ Atom susceptibility	$\mu_{\text{eff.}}$ B.M. exp.	Suggested structure
[Mn(Q)(L)(H <sub>2</sub> O)]	10.7	5,975.415	6,088.105	3.802758	Octahedral
[Co(Q)(L)(H <sub>2</sub> O)]	4.9	2,756.005	2,868.695	2.610356	Octahedral
[Ni(Q)(L)(H <sub>2</sub> O)]	9.0	5,059.89	5,172.58	3.505187	Octahedral
[Cu(Q)(L)(H <sub>2</sub> O)]	0.8	467.396	579.986	1.17375	Octahedral

الجدول (3-15) قياسات الحساسية المغناطيسية للمعقدات المحضرة من الليكاند

Complexes	$X_g \times 10^{-6}$ Gram susceptibility	$X_M \times 10^{-6}$ Molar susceptibility	$X_A \times 10^{-6}$ Atom susceptibility	$\mu_{\text{eff.}}$ B.M. exp.	Suggested structure
[(Mn) (L)(H <sub>2</sub> O) <sub>3</sub> Cl]	9.9	4812.489	5020.819	3.4534	Octahedral
[(Co) (L)(H <sub>2</sub> O) <sub>3</sub> Cl]	9.8	4803.078	5011.408	3.4501	Octahedral
[(Ni) (L)(H <sub>2</sub> O) <sub>3</sub> Cl]	4.9	2347.728	2556.058	2.4640	Octahedral
[(Cu) (L)(H <sub>2</sub> O) <sub>3</sub> Cl]	0.8	3952.288	603.618	1.1973	Octahedral

أظهرت المعقدات المحضرة [Mn(II), Ni(II), Co(II), Cu(II)] أن قيم  $\mu_{\text{eff}}$  كما في جدول (3-14) و(3-15) متفقة مع قيم العزم المغناطيسي  $M_s$ ، وقيم العزم المغناطيسي الاوربيتالي  $M_{L+s}$  المحسوبة نظرياً للايونات الفلزية المذكورة. إذ تشير قيم  $\mu_{\text{eff}}$  الى ان معقدات الايونات الفلزية تكون عالية البرم (بارامغناطيسية) [100]. اما معقدات (Zn (II), Cd (II), Pd (II)) فهي ذات صفة دايا مغناطيسية [101].

## (3-2-6) أطياف الأشعة تحت الحمراء لمعقدات الليكاند (NaL) :-

## IR Spectra for ligand (NaL) Complexes

أظهرت أطياف الأشعة تحت الحمراء للمعقدات المحضرة حزم الامتصاص الأساسية بالمقارنة مع

طيف الليكاند [NaL]، والجدول (3-16) يوضح ذلك:

1- حزمة الامتصاص التي تعود إلى التردد الامتطاطي غير المتناظر لمجموعة (COO<sup>-</sup>) ظهرت عند تردد أوطأ بالمقارنة مع طيف الليكاند الحر التي تراوح موقعها ما بين (1463 - 1454) سم<sup>-1</sup>، في حين كان موقع هذه الحزمة عند (1465) سم<sup>-1</sup> في طيف الليكاند الحر، إذ أزيحت نحو التردد الاوطأ. أما حزمة الامتصاص العائدة للتردد الامتطاطي المتناظر للمجموعة (COO<sup>-</sup>) التي ظهرت في طيف الليكاند الحر عند (1240) سم<sup>-1</sup> فقد لوحظ ظهورها عند تردد أعلى في طيف المعقدات، إذ ظهرت عند المدى (1338 - 1319) سم<sup>-1</sup>، إذ أزيحت نحو تردد أعلى، وهذه التغيرات تدل على اشتراك ذرة الأوكسجين لمجموعة الكربوكسيل في عملية التناسق مع الأيون الفلزي، وهذا ما أوضحته الدراسات الطيفية في الأدبيات. و الفرق  $\Delta v = [v_{\text{asym}}(\text{COO}^-) - v_{\text{sym}}(\text{COO}^-)]$  لمعقدات الليكاند تتدرج ضمن المدى (139, 118) سم<sup>-1</sup>، هذه القيم تدل على أن التناسق هو أحادي السن [102,103].

2- ايضاً ظهرت حزم الامتصاص العائدة للتردد الامتطاطي للأصرة (imine)،  $v(\text{C}=\text{N})$  في طيف المعقدات عند تردد اقل بالمقارنة مع طيف الليكاند الحر، إذ ظهرت ما بين (1658 - 1627) سم<sup>-1</sup>، في حين ظهرت في طيف الليكاند الحر عند (1660) سم<sup>-1</sup>، وهذا التغير الواضح في شكل الحزمة وموقعها من الأدلة المعتمدة على حصول تناسق ما بين ذرة النتروجين في هذه المجموعة والأيون الفلزي [104].

3- يظهر طيف الاشعة تحت الحمراء في كل المعقدات المحضرة حزماً تتراوح ما بين (3397-3127 cm<sup>-1</sup>) العائدة الى  $v_{\text{as,s}}(-\text{NH}_2)$  التي تبين عدم ارتباط ايونات المعقدات بهذه المجموعة.

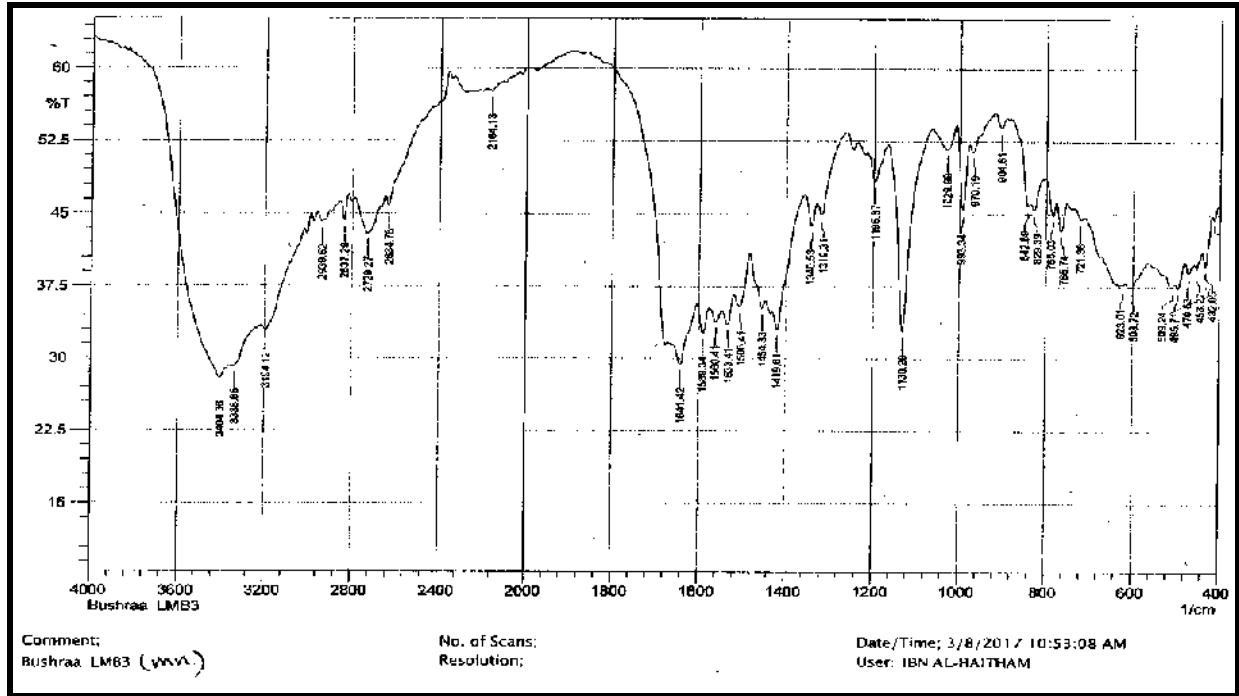
4- ظهور حزم تتراوح بين (3566-3402) cm<sup>-1</sup> للاهتزاز الامتطاطي لمجموعة (OH) التي تبين تناسق جزيئات الماء مع المعقدات، وكذلك تظهر حزم اهتزاز تتراوح ضمن المدى (773-785cm<sup>-1</sup>) تبين تناسق (M-OH<sub>2</sub>) في كل المعقدات [105].

5- اظهرت المعقدات حزم امتصاص جديدة تتراوح بين (509- 420cm<sup>-1</sup>) و (692 - 607cm<sup>-1</sup>) تعود إلى امتصاصات الاواصر (M-O) و (M-N) على التوالي [87,106]. كذلك ظهور حزم جديدة تعود الى (M-Cl) بحدود (273-270 cm<sup>-1</sup>) دلالة على تناسق ذرة الكلور مع الفلز [107].

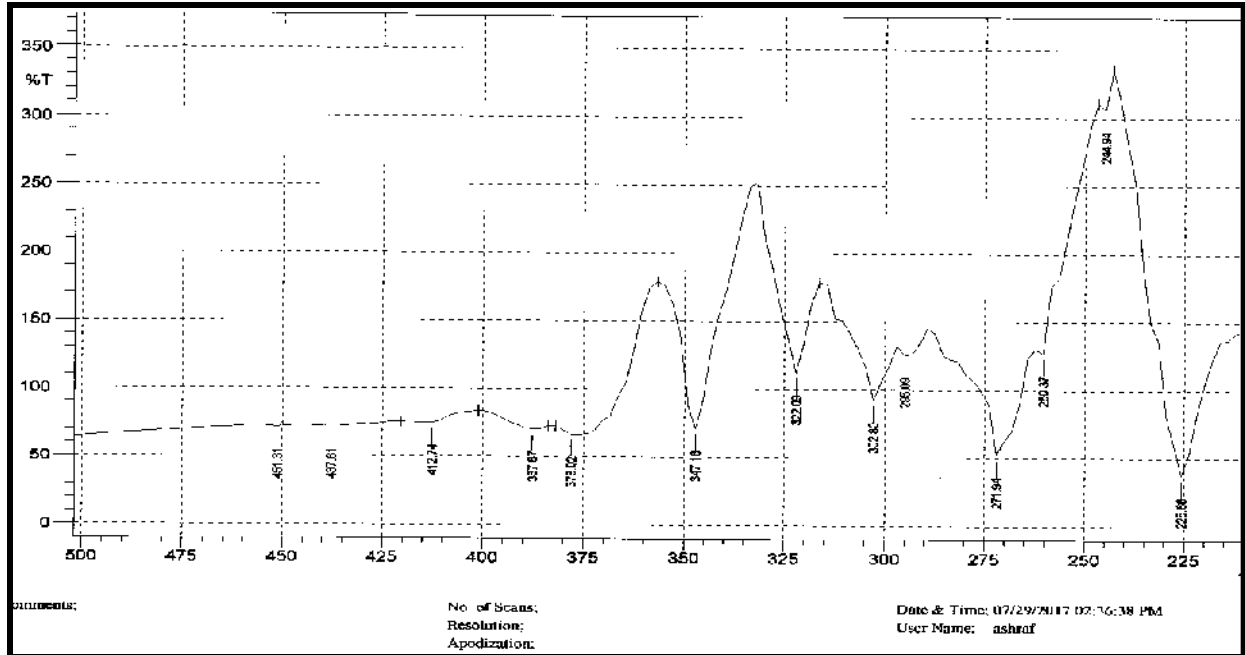


Compound	$\nu(\text{OH}_2)$ water	$\nu_{\text{asym}}(\text{N-H}_2)$	$\nu_{\text{sym}}(\text{N-H}_2)$	$\nu(\text{C=N})$ imine H-N bend.asym	$\nu_{\text{asym}}(\text{COO}^-)$	$\nu_{\text{sym}}(\text{COO}^-)$	$\Delta$ $\text{cm}^{-1}$	(M-Cl)	$\nu(\text{M-N})$	$\nu(\text{M-O})$ (M-OH <sub>2</sub> )
<b>[(Mn) (L)(H<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>(Cl)]</b>	3404	3336	3194	1641 1664	1454	1319	135	271	603 592	470 785
<b>[(Co) (L)(H<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>(Cl)]</b>	3402	3197	3005	1639 1662	1456	1338	118	271	605 578	470 783
<b>[(Ni) (L) (H<sub>2</sub>O)<sub>3</sub> (Cl)]</b>	3400	3323	3188	1643 1678	1454	1319	135	271	607 582	509 785
<b>[(Cu) (L)((H<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>Cl)]</b>	3566 3406	3325	3165	1645 1676	1458	1319	139	270	607 532	511 785
<b>[(Zn) (L)(H<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>(Cl)]</b>	3423	3334	3215	1622 overlap	1465	1336	132	273	628 597	497 779
<b>[(Cd) (L)(H<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>(Cl)]</b>	3550 3442	3340	3217	1629 1664	1463	1332	131	271	603 578	530 779
<b>[(Pd) (L)(H<sub>2</sub>O) )(Cl)]</b>	3410	3319	3207	1627 overlap	1463	1330	132	273	603 578	420 773

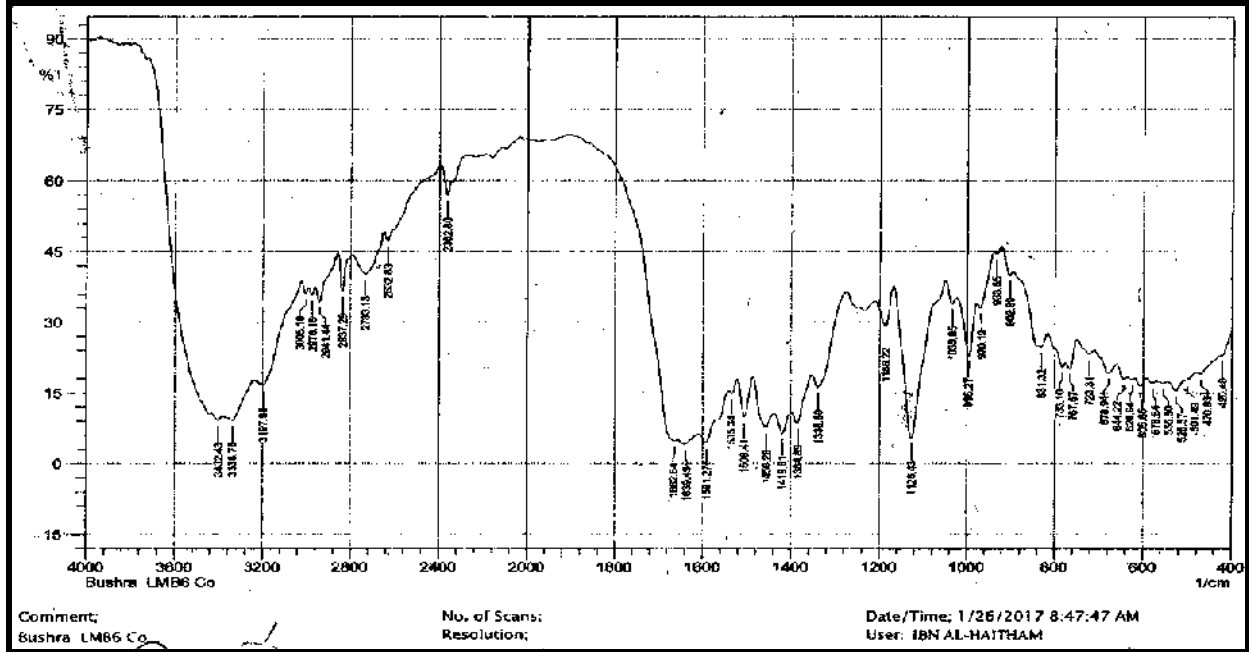
جدول (3-16) : مواقع حزم الامتصاص الرئيسية لطيف الأشعة تحت الحمراء لمعقدات الليكاند مع بعض ايونات الفلز



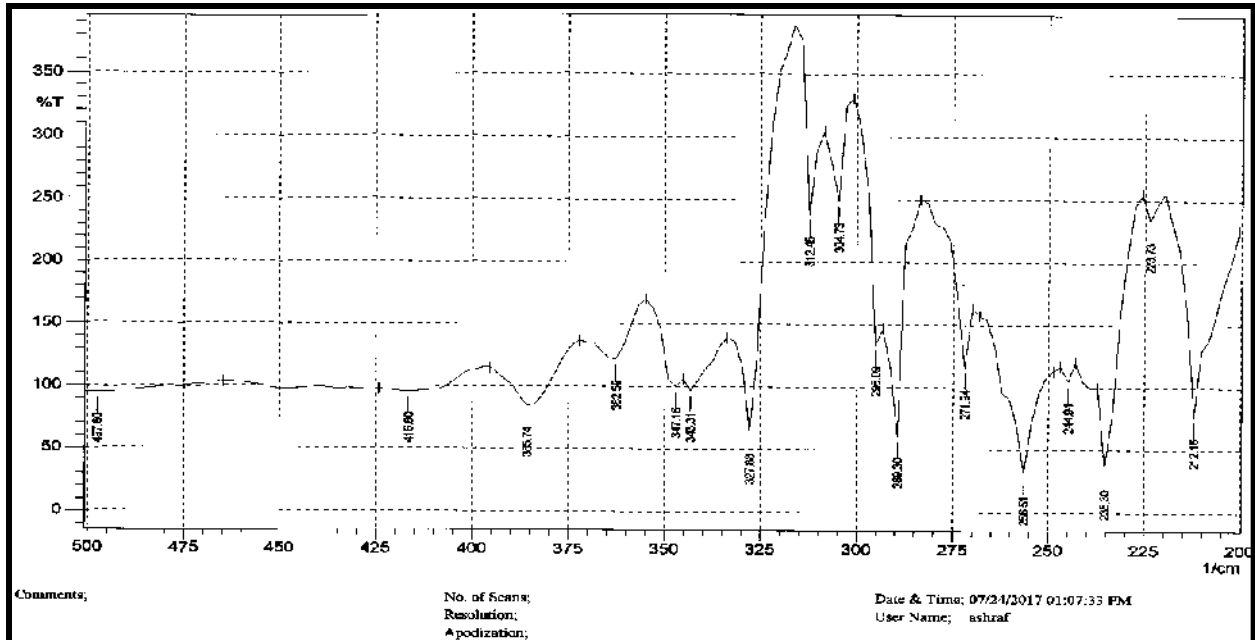
الشكل (3-9) طيف الاشعة تحت الحمراء للمعقد  $[Mn(L)(H_2O)_3(Cl)]$  في قرص بروميد البوتاسيوم



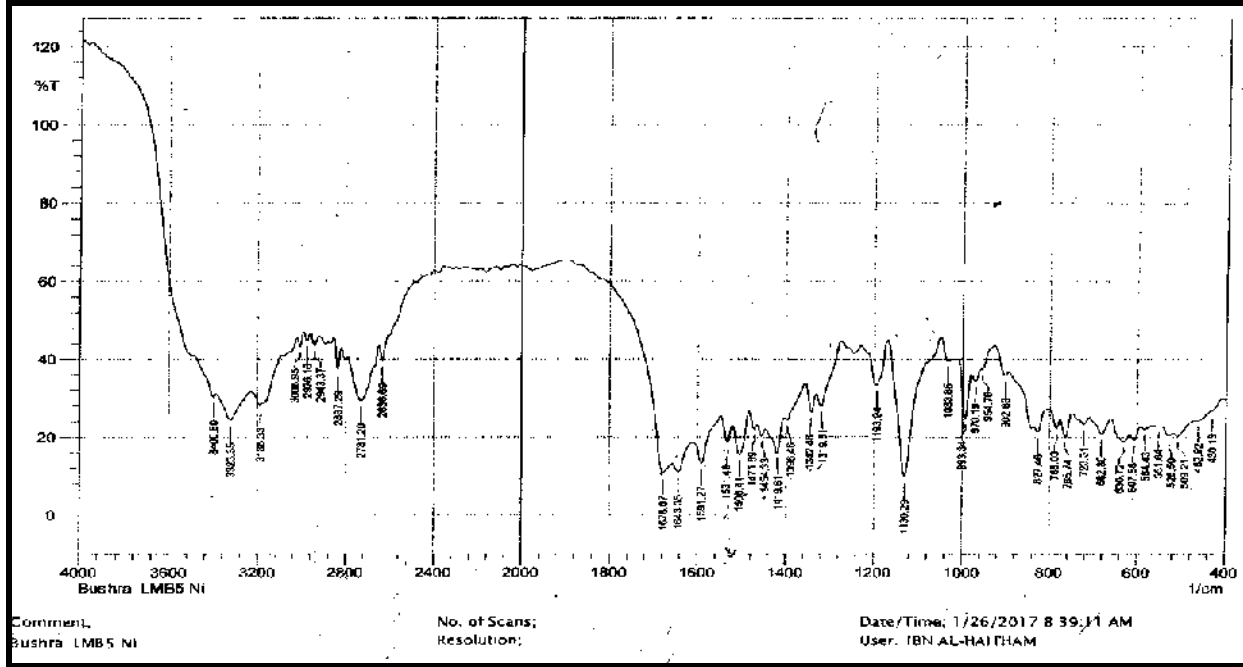
الشكل (3-10) طيف الاشعة تحت الحمراء للمعقد  $[Mn(L)(H_2O)_3(Cl)]$  في قرص يوديد السيزيوم



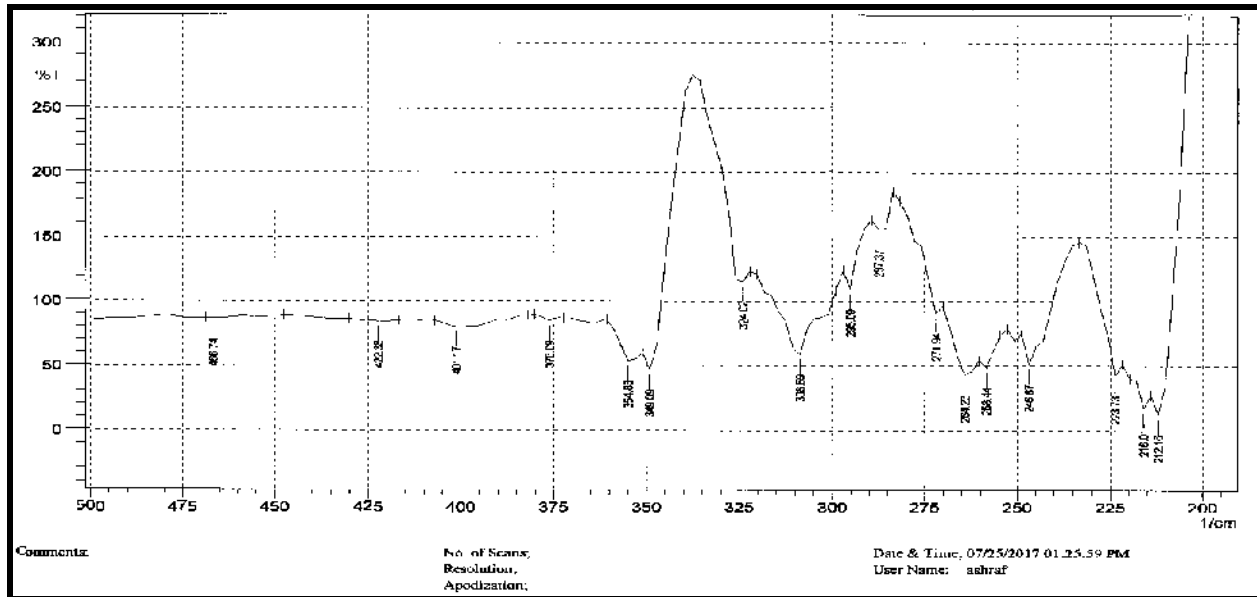
الشكل (3-11) طيف الأشعة تحت الحمراء للمعقد  $[Co(L)(H_2O)_3(Cl)]$  في قرص بروميد البوتاسيوم



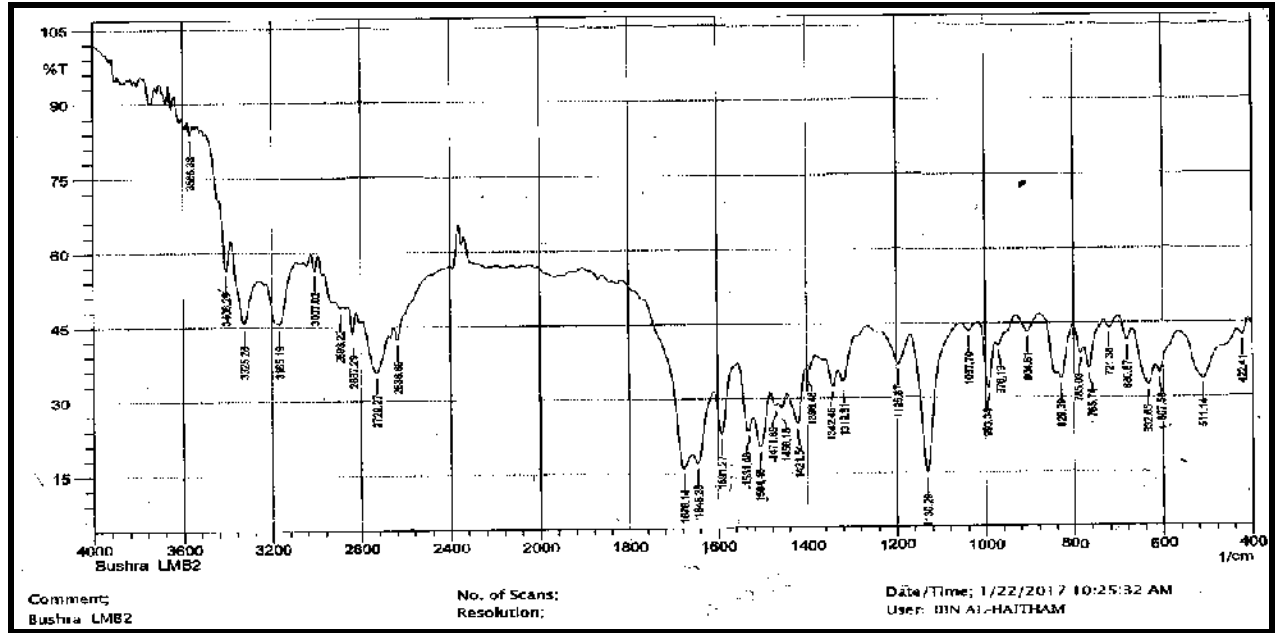
الشكل (3-12) طيف الأشعة تحت الحمراء للمعقد  $[Co(L)(H_2O)_3(Cl)]$  في قرص يوديد السيزيوم



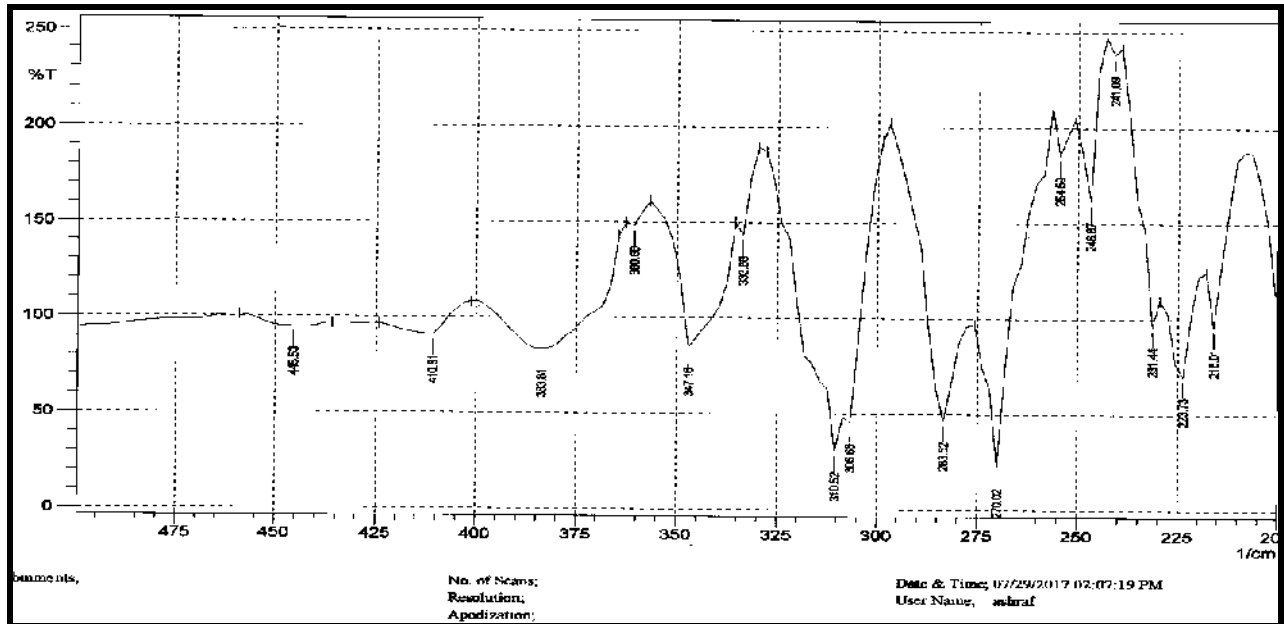
الشكل (3-13) طيف الاشعة تحت الحمراء للمعدن  $[Ni(L)(H_2O)_3(Cl)]$  في قرص بروميد البوتاسيوم



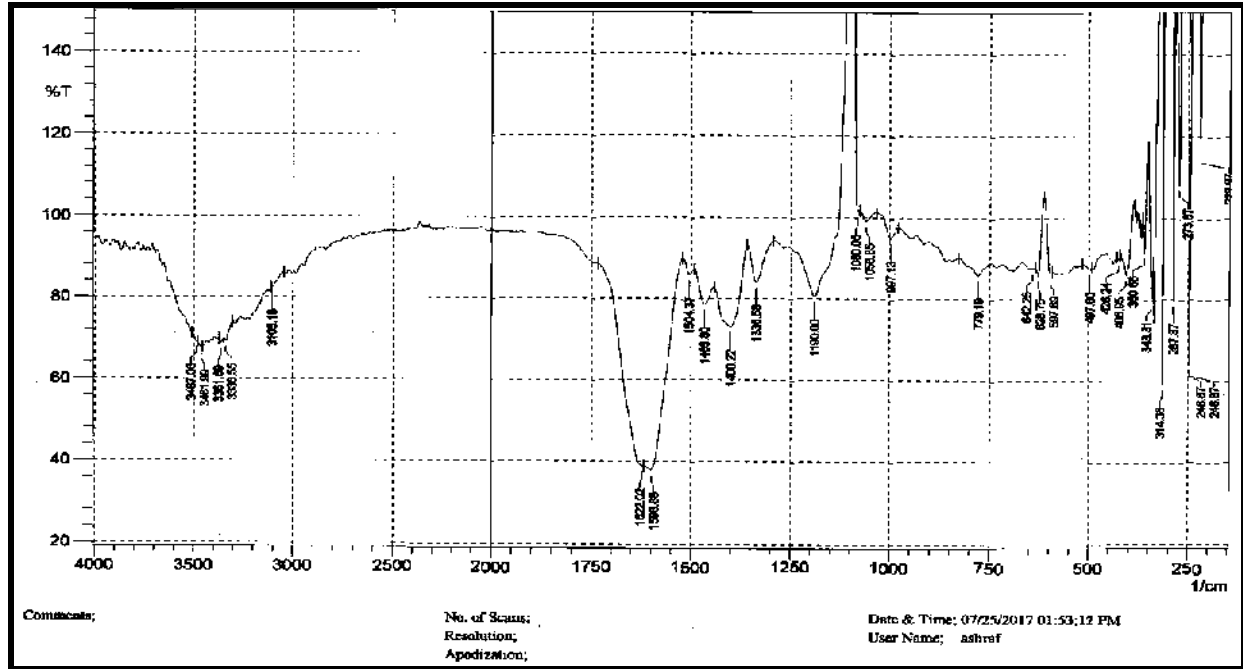
الشكل (3-14) طيف الاشعة تحت الحمراء للمعدن  $[Ni(L)(H_2O)_3(Cl)]$  في قرص يوديد السيزيوم



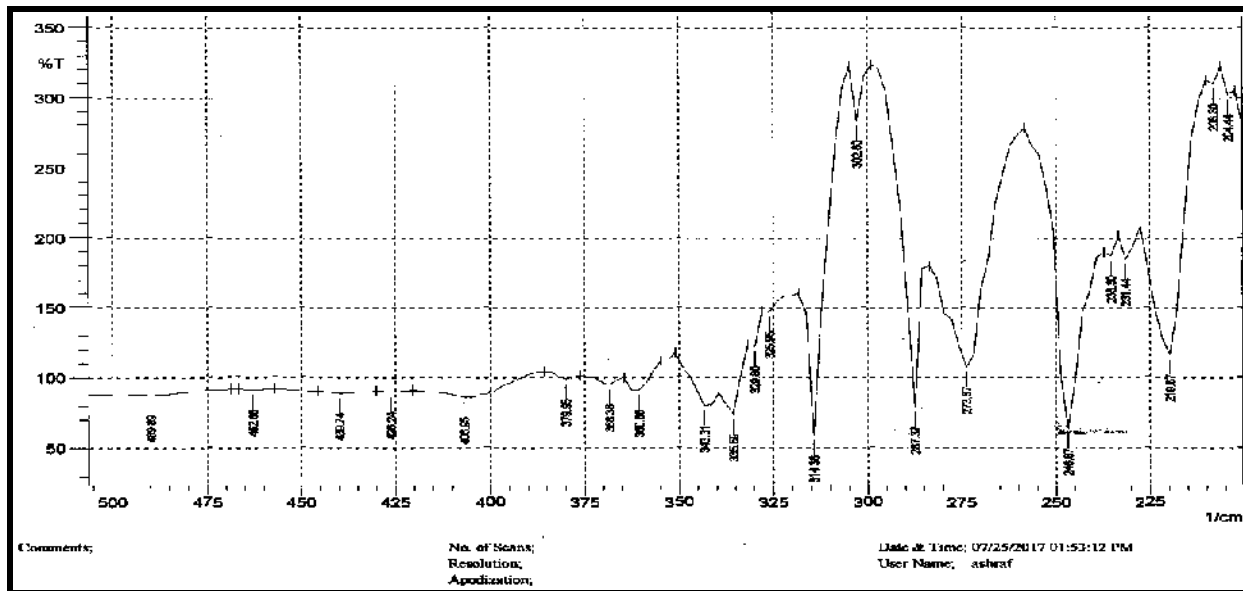
الشكل (3-15) طيف الاشعة تحت الحمراء للمعقد  $[Cu(L)(H_2O)_3(Cl)]$  في قرص بروميد البوتاسيوم



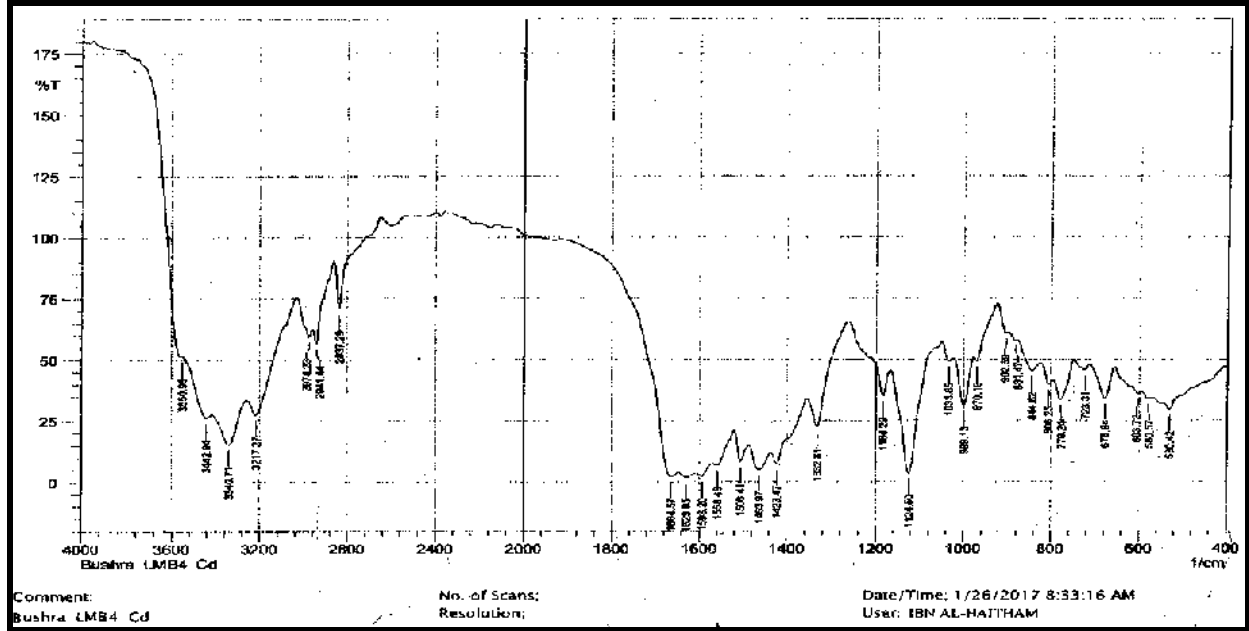
الشكل (3-16) طيف الاشعة تحت الحمراء للمعقد  $[Cu(L)(H_2O)_3(Cl)]$  في قرص يوديد السيزيوم



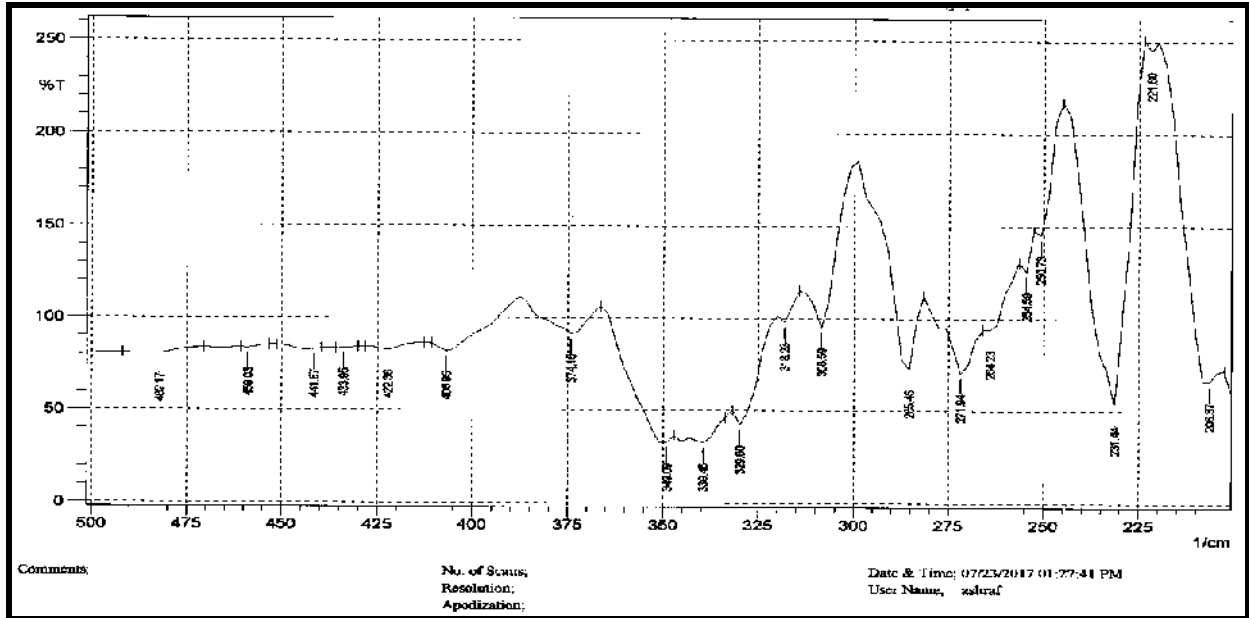
الشكل (3-17) طيف الاشعة تحت الحمراء للمعقد  $[Zn(L)(H_2O)_3(Cl)]$  في قرص بروميد البوتاسيوم



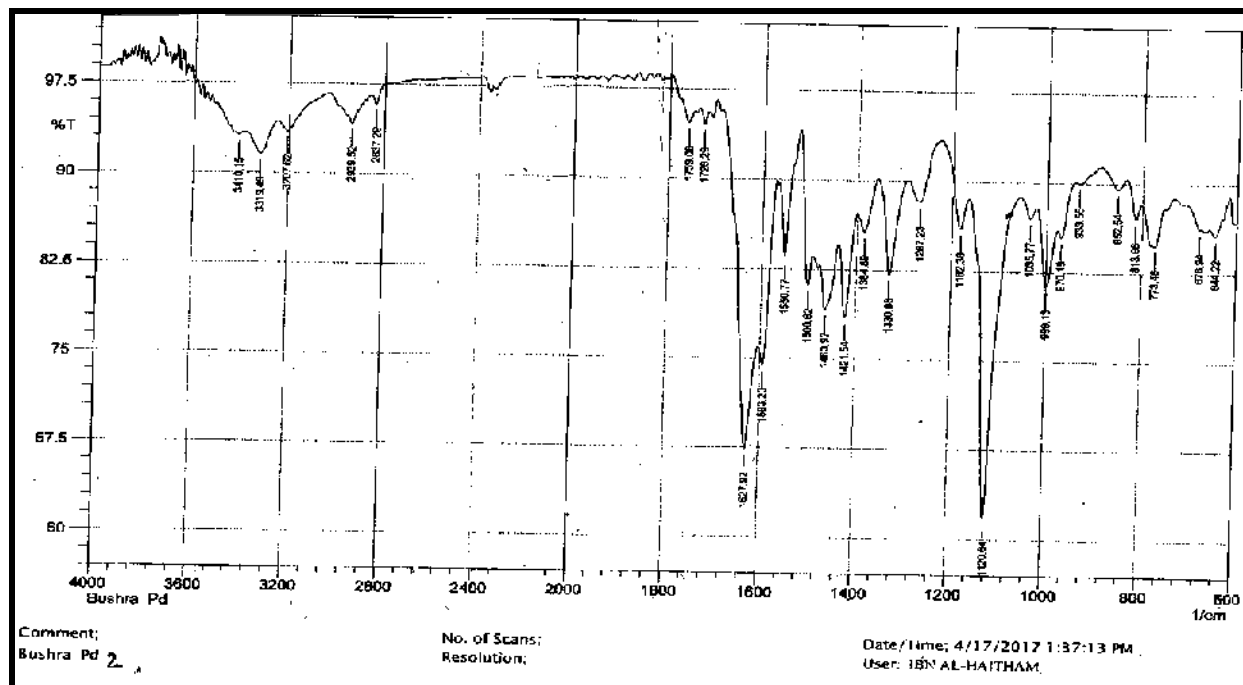
الشكل (3-18) طيف الاشعة تحت الحمراء للمعقد  $[Zn(L)(H_2O)_3(Cl)]$  في قرص يوديد السيزيوم



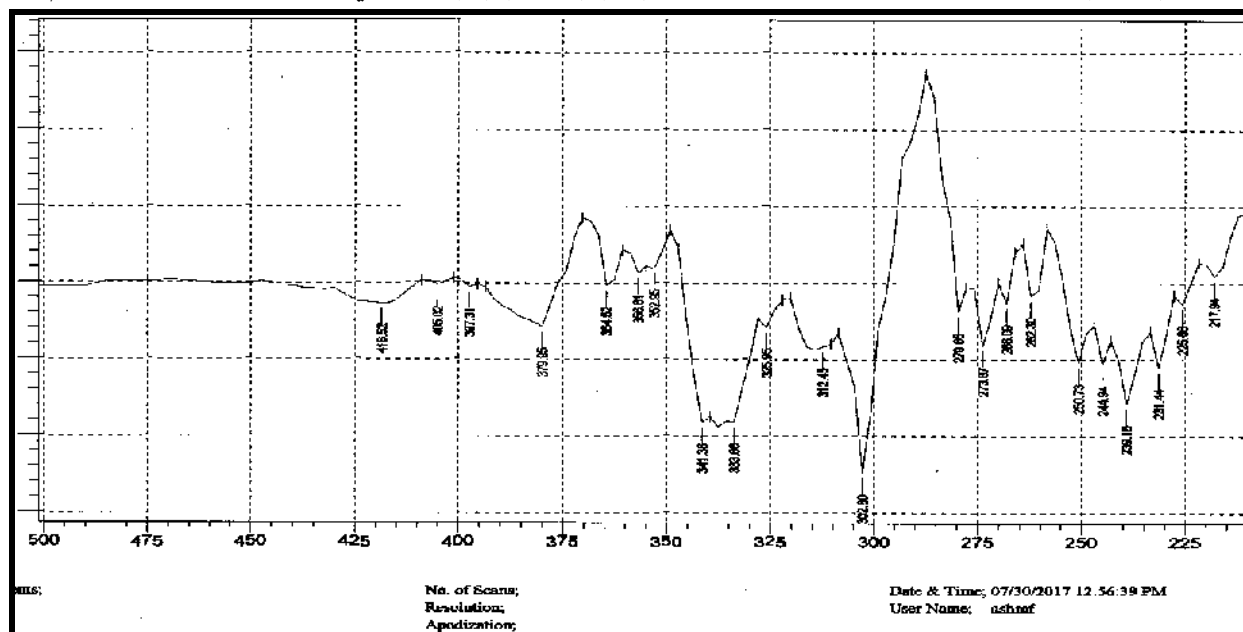
الشكل (3-19) طيف الاشعة تحت الحمراء للمعدن  $[Cd(L)(H_2O)_3(Cl)]$  في قرص بروميد البوتاسيوم



الشكل (3-20) طيف الاشعة تحت الحمراء للمعدن  $[Cd(L)(H_2O)_3(Cl)]$  في قرص يوديد السيزيوم



الشكل (3-21) طيف الاشعة تحت الحمراء للمعقد  $[Pd(L)(H_2O)(Cl)]$  في قرص بروميد البوتاسيوم

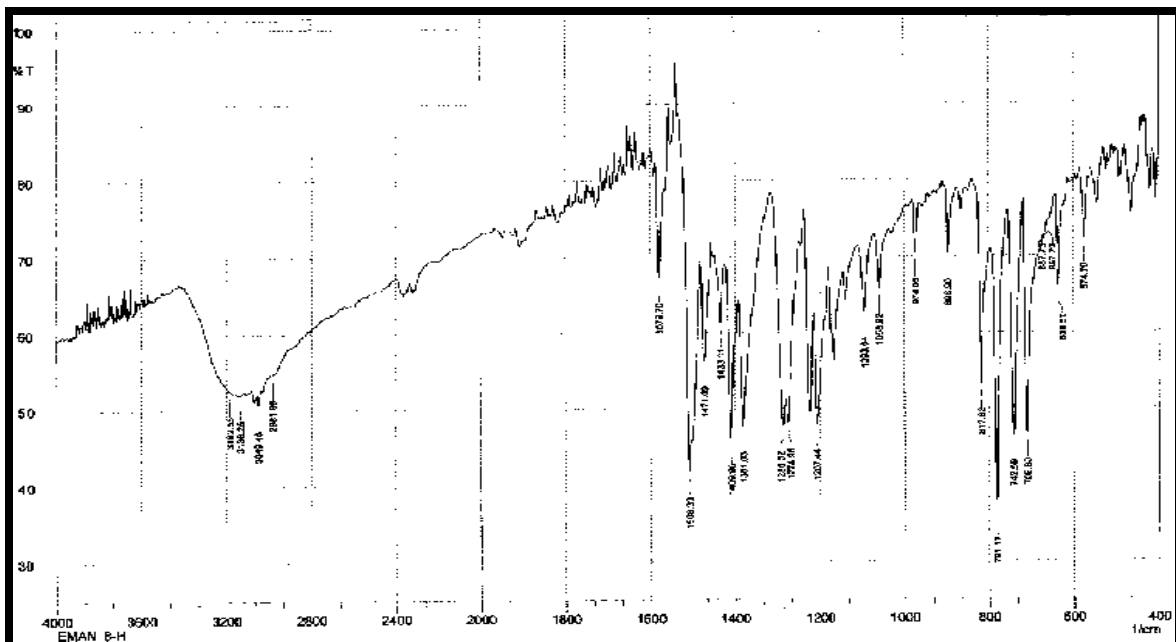


الشكل (3-22) طيف الاشعة تحت الحمراء للمعقد  $[Pd(L)(H_2O)(Cl)]$  في قرص يوديد السيزيوم



### (3-2-7) طيف الأشعة تحت الحمراء لليكاند 8-هيدروكسي كوينولين

يوضح الشكل (3-23) خصائص طيف الأشعة تحت الحمراء [8-HQ] وكذلك حزمة امتصاص عند  $(3182\text{cm}^{-1})$  تنسب إلى الاهتزاز الامتطاطي لمجموعة  $\nu(\text{OH})$  [82] وحزمة عند  $(1579\text{cm}^{-1})$  تنسب إلى الاهتزاز الامتطاطي لمجموعة داخل الحلقة  $\nu(\text{C}=\text{N})$  [108].



الشكل (3-23) طيف الأشعة تحت الحمراء لليكاند 8-هيدروكسي كوينولين ( $\text{C}_9\text{H}_8\text{NO}$ )

### (3-2-8) تفسير طيف الأشعة تحت الحمراء لمعقدات الليكاندات المختلفة :-

- 1- طيف الأشعة تحت الحمراء للمعقدات تفسر بحسب الأشكال (3-24)، (3-25)، (3-26)، (3-27)، (3-28)، (3-29)، و (3-30) على التوالي وعرض البيانات بحسب الجدول (3-17).
- 2- كما أظهرت أطياف المعقدات عند مقارنتها مع طيف الليكاند (NaL) حزم امتصاص تعود إلى تردد الأصرة  $\nu(\text{C}=\text{N})$  وتراوح موقعها ما بين  $(1577 - 1573\text{cm}^{-1})$ ، إذ أزيحت نحو تردد أوطأ بمقدار أقل، في حين ظهرت في طيف الليكاند الحر عند  $(1660\text{cm}^{-1})$  سم<sup>-1</sup>، وهذا يدل على تناسق ذرتي النتروجين مع الأيونات الفلزية [109].

3- تنسب الحزمة عند ( $1579\text{cm}^{-1}$ ) الى الاهتزاز الامتطاطي لمجموعة  $\nu(\text{C}=\text{N})$  في الليكاند [8-HQ] تزاخ عن مواقعها ما بين ( $1500 - 1494\text{cm}^{-1}$ ) للمعقدات بالتعاقب [110].

4- كذلك ظهور حزم عند ( $1465\text{cm}^{-1}$ ) و ( $1240\text{cm}^{-1}$ ) تنسب الى الاهتزاز الامتطاطي المتناظر وغير المتناظر لمجموعة ( $\text{COO}^-$ ) في الليكاند المحضر [NaL] بالتعاقب في حالة المعقدات ، هذه الحزم تزاخ الى ترددات بمقدار أقل بين ( $1465-1454\text{cm}^{-1}$ ) تنسب الى ( $\nu_{\text{as}}(\text{COO}^-)$ ) ، في حين تزاخ بمقدار أعلى ما بين ( $1282-1267\text{cm}^{-1}$ ) تنسب الى ( $\nu_{\text{s}}(\text{COO}^-)$ ) للمعقدات، التناسق عن طريق ذرة اوكسجين في ايون الكاربوكسيلات. وايضا الفرق بين  $\Delta\nu = [\nu_{\text{as}}(\text{COO}^-) - \nu_{\text{s}}(\text{COO}^-)]$  تعطي القيم ما بين (171 - 195) وهذه القيم توضح ان التناسق هو احادي السن [102,103].

5- تظهر حزم بكثافة متوسطة وجديدة تنسب الى الاهتزاز الامتطاطي لمجموعة  $\nu(\text{O}-\text{H}_2)$  عند المدى بين [ $3314-3404\text{cm}^{-1}$ ] للمعقدات.ومما يؤكد التناسق ظهور الحزم الضعيفة الى متوسطة الشدة عند التردد الانحنائي ( $786-783\text{cm}^{-1}$ ) وبالترتيب السابق نفسه ، وتعود هاتان الحزمتان الى جزيئات الماء المتناسقة مع الايون الفلزي [111,112].

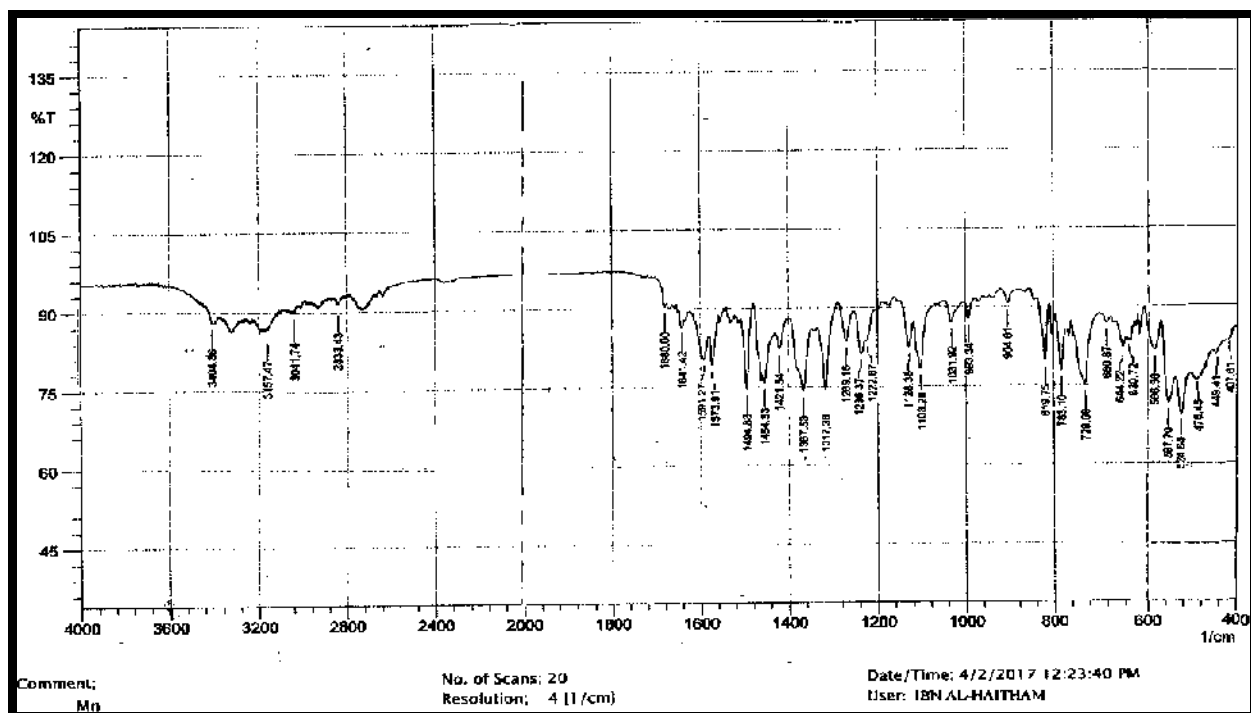
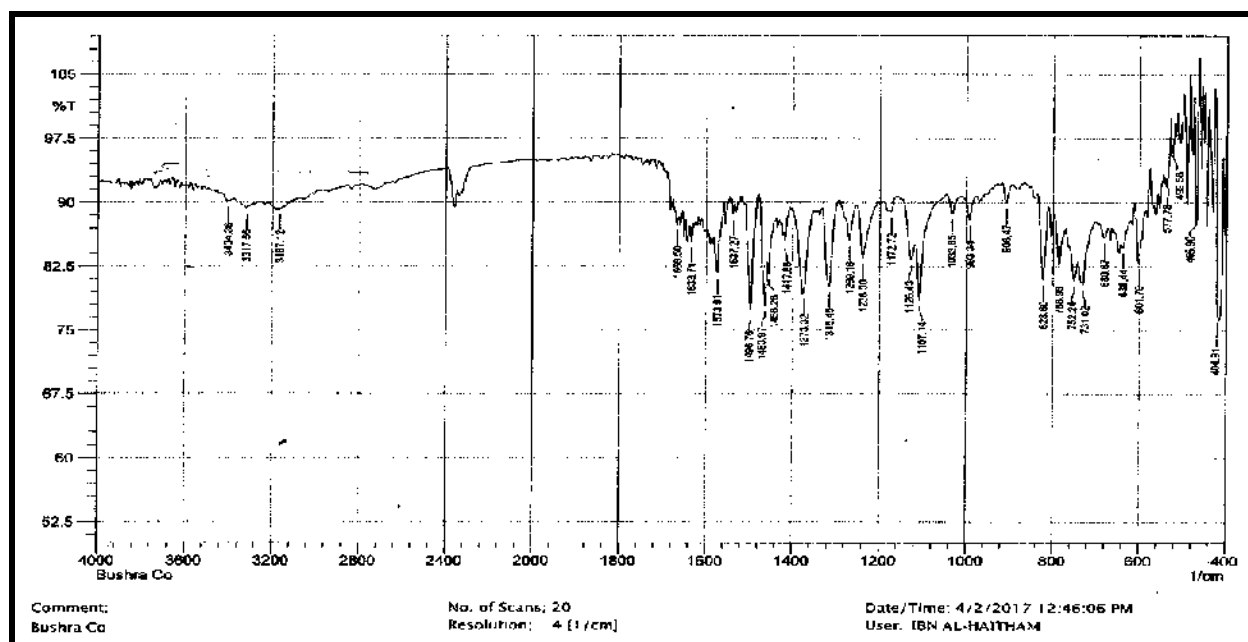
6- كذلك انزياح حزمتين عند ( $3140\text{cm}^{-1}$ ) و ( $3448\text{cm}^{-1}$ ) في طيف الليكاند المحضر تعودان الى ( $\nu_{\text{asy}}$ ) ( $\text{N}-\text{H}_2$ ) و ( $\nu_{\text{sy}}$ ) ( $\text{N}-\text{H}_2$ ) على الترتيب في طيف الليكاند المحضر دليل على تناسق مجموعة ( $\text{NH}$ )  $\nu$  مع ايونات الفلز ، وظهور حزم للمدى ( $3169-3151\text{cm}^{-1}$ ) تنسب الى ( $\nu(\text{N}-\text{H})$ ) [116-113].

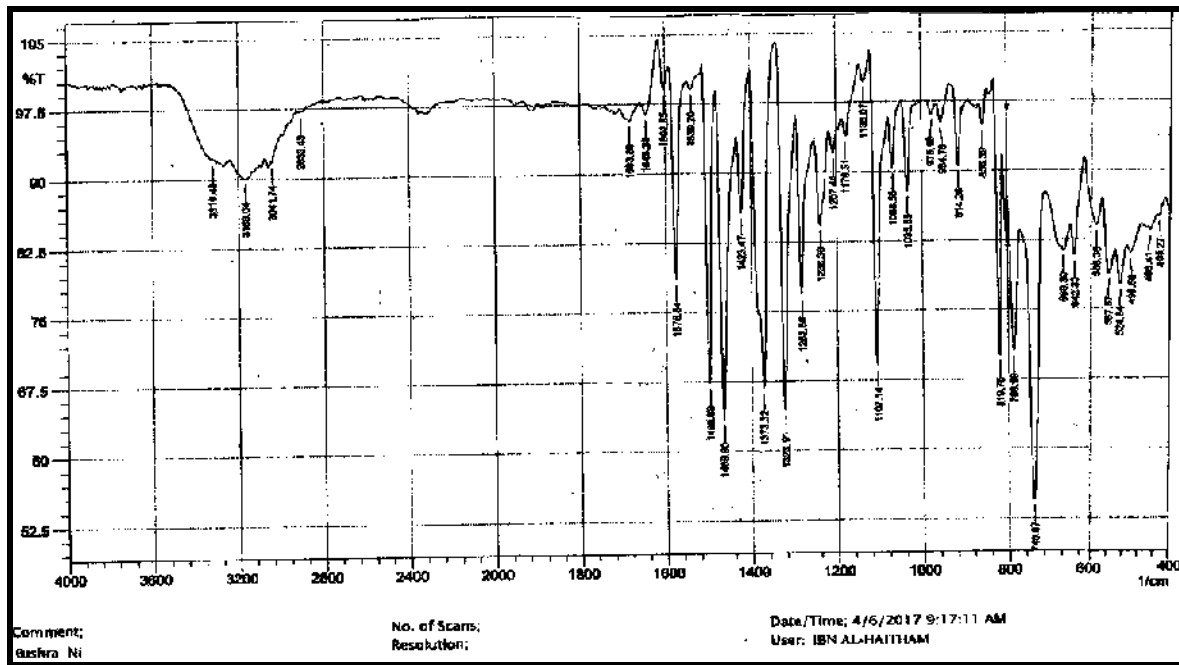
7- ظهور حزم متوسطة الشدة للمعقدات تنسب الى ( $\nu(\text{C}-\text{H})$ ) الاليفاتية والاروماتية ضمن المدى ( $3055-$ ) ( $2835\text{cm}^{-1}$ ).

8- اظهرت المعقدات حزم امتصاص جديدة تتراوح بين ( $451-404\text{cm}^{-1}$ ) و ( $487-466\text{cm}^{-1}$ ) التي تعود الى امتصاصات الاواصر ( $\text{M}-\text{O}$ ) وحزم امتصاص جديدة تتراوح بين ( $597-567\text{cm}^{-1}$ ) و ( $644-544\text{cm}^{-1}$ ) التي تعود الى امتصاصات الاواصر ( $\text{M}-\text{N}$ ) على التوالي [106].

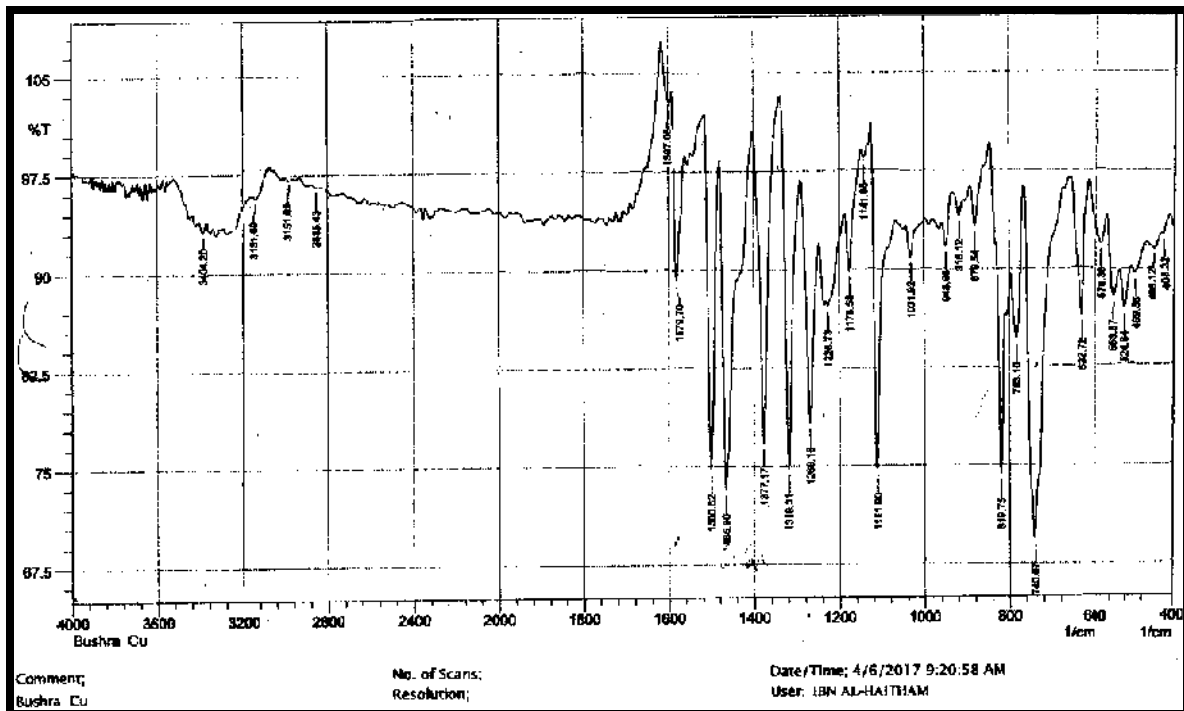
Compound	$\nu(\text{NH})$	$\nu(\text{OH}_2)$ water	$\nu(\text{C=N})$ imine	$\nu(\text{C=N})$ qu.	$\nu_{\text{as}}(\text{COO})$ $\nu_{\text{s}}(\text{COO})$	$\Delta\text{cm}^{-1}$	$\nu(\text{M-OH}_2)$	$\nu(\text{M-N})$	$\nu(\text{M-O})$
[NaL]	3140	–	1660	–	1465 1240	–		–	–
[8-HQ]	-	–	–	1579	– –	–		–	–
[Mn(Q)(L)(H <sub>2</sub> O)]	3157	3404 3317	1573	1494	1454 1269	185	783	544 567	476 407
[Co(Q)(L)(H <sub>2</sub> O)]	3151	3404 3317	1573	1496	1463 1269	194	786	639 577	465 404
[Ni(Q)(L)(H <sub>2</sub> O)]	3169	3319 3269	1575	1498	1465 1282	183	786	644 567	466 404
[Cu(Q)(L)(H <sub>2</sub> O)]	3151	3351 3105	1577	1500	1465 1273	192	783	640 578	466 405
[Zn(Q)(L)(H <sub>2</sub> O)]	3151	3151	1577	1498	1463 1267	195	788	648 597	487 408
[Cd(Q)(L)(H <sub>2</sub> O)]	3151	3365	1573	1496	1462 1267	195	783	553 501	466 451
[Pd(Q)(L)]	-	-	1570	1496	1456 1275	171	-	632 578	466 405

الجدول (3-18) بيانات طيف الأشعة تحت الحمراء لمعقدات الليكاندات المختلطة مع بعض أيونات الفلز

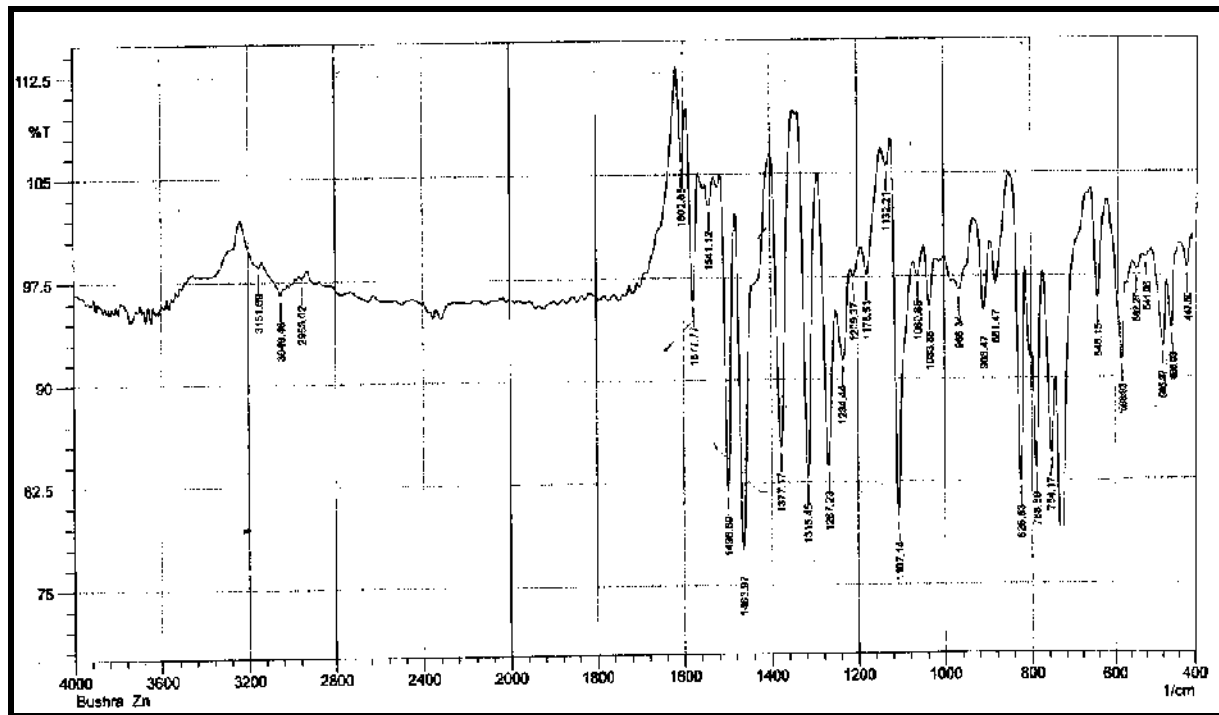
الشكل (3-24) طيف الاشعة تحت الحمراء للمعقد [Mn(Q)(L)(H<sub>2</sub>O)]الشكل (3-25) طيف الاشعة تحت الحمراء للمعقد [Co(Q)(L)(H<sub>2</sub>O)]



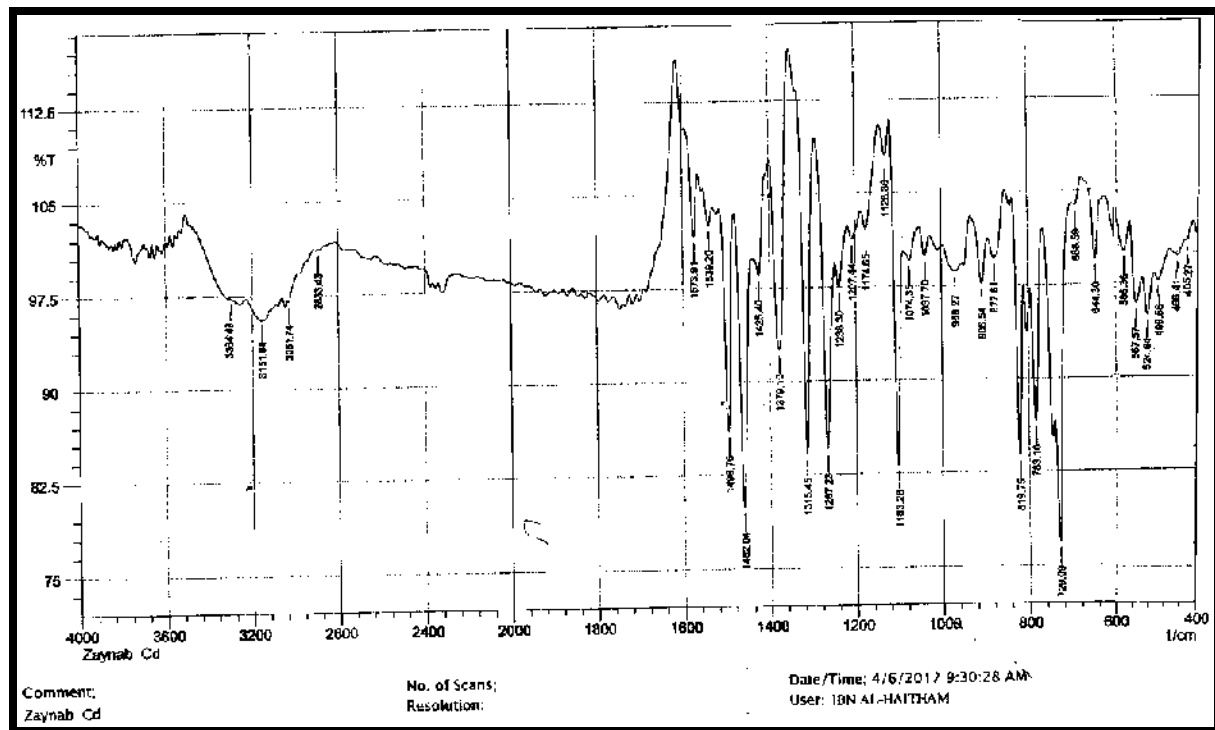
الشكل (3-26) طيف الاشعة تحت الحمراء للمعقد [Ni(Q)(L)(H<sub>2</sub>O)]



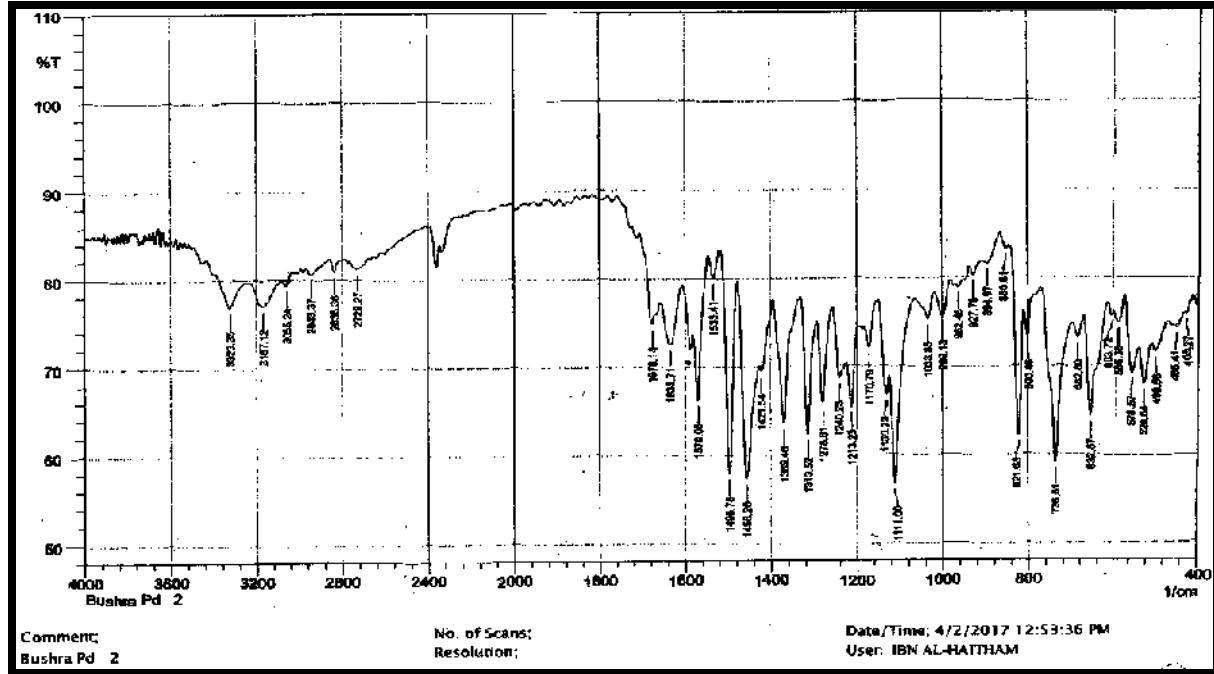
الشكل (3-27) طيف الاشعة تحت الحمراء للمعقد [Cu(Q)(L)(H<sub>2</sub>O)]



الشكل (3-28) طيف الاشعة تحت الحمراء للمعقد  $[Zn(Q)(L)(H_2O)]$



الشكل (3-29) طيف الاشعة تحت الحمراء للمعقد  $[Cd(Q)(L)(H_2O)]$



الشكل (3-30) طيف الأشعة تحت الحمراء للمعدن [Pd(Q)(L)]

### (3-2-9) أطيف الأشعة فوق البنفسجية- المرئية : [117] UV-Vis Spectra

يمثل قياس طيف الأشعة فوق البنفسجية- المرئية جزءاً مهماً في تشخيص المعقدات، إذ

يتضمن طيف المعقد قمم امتصاص عديدة، هي:

١ - أطيف الليكاند تتضمن قمم ذات شدة عالية تظهر في المنطقة فوق البنفسجية (200-380) nm وهي

نتيجة عن انتقالات الكترونية مسموحة من نوع  $(\pi \rightarrow \pi^*)$  و  $(n \rightarrow \pi^*)$  على التوالي.

٢- أطيف انتقال الشحنة (Charge Transfer Transition) وغالباً تكون ذات شدة متوسطة وهي

تحصل بين الفلز والليكاند، وتكون على نوعين  $(L \rightarrow M)$  و  $(M \rightarrow L)$ .

٣- أطيف ترتبط بالفلز الذي يتأثر بوجود الليكاند وتدعى أطيف الانتقالات

(d-d) إذ يظهر الطيف قمماً عريضة ذات شدة واطئة في المنطقة المرئية وتنتج عن إثارة

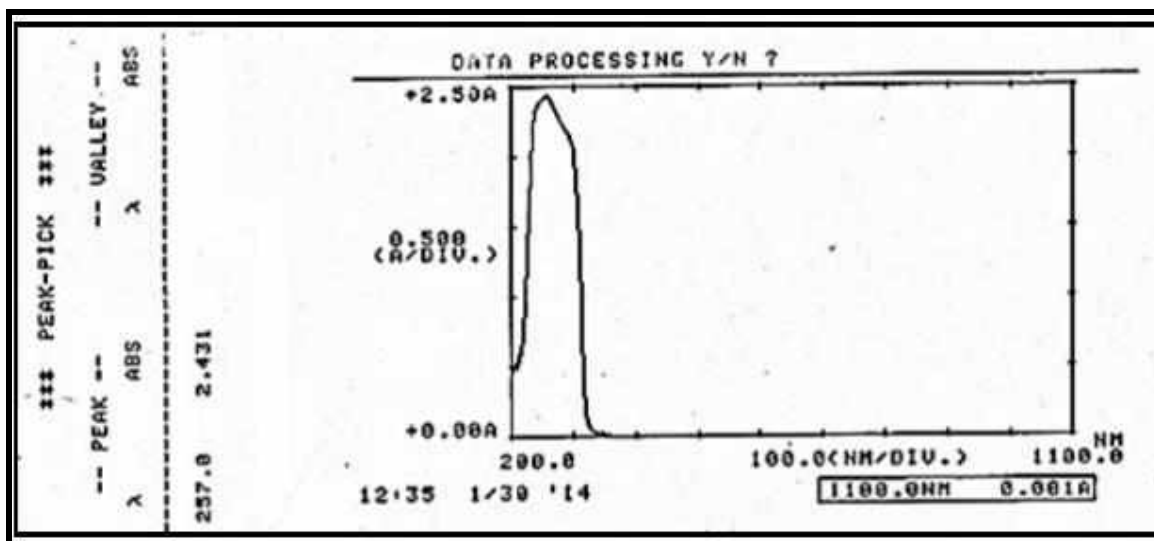
الالكترونات بين اثنين من اوربيتالات d وهذا الانتقال غير مسموح بحسب قانون لابورت، لهذا

تكون القمم ضعيفة وذات شدة واطئة. وعلى هذا الأساس تم تفسير أطيف (UV-Vis) لليكاند

المحضر والمعقدات المحضرة في هذا البحث.

## (3-2-9-1) تفسير طيف UV-Vis للمادة الاولية (Trimethoprim)

طيف UV-Vis للتراي ميثبريم في مذيب DMSO يعرض الشكل (3-31) حزمة امتصاص ذات كثافة عالية عند ( 257nm ) (  $38910\text{cm}^{-1}$  ) هي تنسب الى  $\{\pi \rightarrow \pi^*\}$  أو  $\{n \rightarrow \pi^*\}$  تداخل حزمتي (C=N) و aromatic ring في مجموعة pyrimidine.



الشكل (31-3) يمثل الطيف الالكتروني للمادة الاولية Trimethoprim

## (3-2-10) أطيف الاشعة فوق البنفسجية – المرئية لمعقدات الليكاند (NaL):-

معقد المنغنيز  $^{118}[\text{Mn(L)}(\text{H}_2\text{O})_3\text{Cl}]$ 

أظهر الطيف الالكتروني لمعقد المنغنيز الذي يوضحه الشكل (3-32) والجدول (3-18) ثلاث قمم، الاولى عالية الشدة عند (305 nm) ( $32786\text{cm}^{-1}$ ) ( $\epsilon_{\text{max}}=2658 \text{ Mol}^{-1}.\text{cm}^{-1}$ ) وتعود الى طيف المجال الليكاندي، أما القمة الثانية تظهر عند (390nm) ( $25641\text{cm}^{-1}$ ) ( $\epsilon_{\text{max}}=786 \text{ Mol}^{-1}.\text{cm}^{-1}$ ) تعود الى طيف نقل الشحنة (C.T) ، أما القمة الثالثة فهي تظهر عند (548nm) ( $18248\text{cm}^{-1}$ ) ( $\epsilon_{\text{max}}=180 \text{ Mol}^{-1}.\text{cm}^{-1}$ ) فانها تعود الى الانتقال الالكتروني (d-d) نوع ( ${}^6\text{A}_{1g} \rightarrow {}^4\text{T}_{1g(G)}$ )، وهذه نتيجة تتفق مع ماورد في الادبيات لاطيف معقدات المنغنيز ثمانية السطوح عالية البرم [118].



معقد الكوبالت [ Co(L) (H<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>Cl ] :-

أظهر الطيف الالكتروني كما في الشكل (3-33) والجدول (3-18) لمعقد الكوبالت ثلاث قمم امتصاص، القمة الاولى تظهر عند الطول الموجي (285) nm ( $35087 \text{ cm}^{-1}$ ) ( $\epsilon_{\text{max}}=2155 \text{ Mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ )، اما القمة الثانية فانها تظهر عند الطول (443)nm ( $\epsilon_{\text{max}}=4 \text{ Mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ ) التي تعود الى طيف المجال الليكاند(L.F)، اما القمة الثالثة ( $22573 \text{ cm}^{-1}$ ) ( $\epsilon_{\text{max}} = 4 \text{ Mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ ) التي تعود الى طيف نقل الشحنة (C.T)، اما القمة الثالثة فانها تظهر عند الطول الموجي (548)nm ( $18248 \text{ cm}^{-1}$ ) ( $\epsilon_{\text{max}}=14 \text{ Mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ ) وتعود الى الانتقال الالكتروني (d-d) نوع ( ${}^4T_{1g(F)} \rightarrow {}^4T_{1g(P)}$ ) والتي تتفق مع الاطياف الالكترونية لمعقدات الكوبالت ثمانية السطوح عالية البرم والواردة في الادبيات [121-119].

معقد النيكل [ Ni(L) (H<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>Cl ] [122]

أظهر الطيف الالكتروني لمعقد النيكل المحضر كما في الشكل (3-34) والجدول (3-18) ثلاث قمم امتصاص، القمة الاولى تظهر عند (275) nm ( $36363 \text{ cm}^{-1}$ ) ( $\epsilon_{\text{max}}=2117 \text{ Mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ ) التي تعود الى طيف المجال الليكاندي (L.F)، اما القمة الثانية فانها تظهر عند (370)nm ( $27027 \text{ cm}^{-1}$ ) ( $\epsilon_{\text{max}}=1139 \text{ Mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ ) طيف نقل الشحنة (C.T). اما القمة الثالثة فانها تظهر عند (685)nm ( $14598 \text{ cm}^{-1}$ ) ( $\epsilon_{\text{max}}=71 \text{ Mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ ) وتعود الى الانتقال الالكتروني (d-d) نوع ( ${}^3A_{2g} \rightarrow {}^3T_{1g(F)}$ ) وهذه نتيجة تتفق مع ماورد في الادبيات لاطياف معقدات النيكل ثمانية السطوح عالية البرم.

معقد النحاس [ Cu(L) (H<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>Cl ] [123]

اظهر طيف معقد النحاس كما في الشكل (3-35) والجدول (3-18) ظهور اربع قمم، القمة الاولى عالية الشدة عند الطول الموجي (293) nm ( $34129 \text{ cm}^{-1}$ ) ( $\epsilon_{\text{max}}=2422 \text{ Mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ ) وتعود الى طيف المجال الليكاندي (L.F)، اما القمة الثانية فانها تظهر قمة عريضة عند الطول الموجي (308)nm ( $32467 \text{ cm}^{-1}$ ) ( $\epsilon_{\text{max}}=2658 \text{ Mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ ) وتعود الى طيف نقل الشحنة (C.T)، اما القمتان الرابعة والخامسة فانهما تظهران عند الطول الموجي (758)nm ( $12738 \text{ cm}^{-1}$ ) ( $\epsilon_{\text{max}}=50 \text{ Mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ )، (843) nm ( $11862 \text{ cm}^{-1}$ ) ( $\epsilon_{\text{max}}=44 \text{ Mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ ) وهما تعزبان الى الانتقال الالكتروني (d-d) نوع ( ${}^2E_g \rightarrow {}^2T_{1g}$ )، ( ${}^2E_g \rightarrow {}^2T_{2g}$ ) على التوالي، وهذه نتيجة طبيعية لمعقدات النحاس ثمانية السطوح.

معقد الخارصين  $[Zn(L)(H_2O)_3Cl]$  <sup>[124,125]</sup>

أظهر الطيف الإلكتروني لمعقد الخارصين الذي يوضحه الشكل (3-36) والجدول (3-18) قمتي امتصاص، القمة الأولى تظهر عند الطول الموجي (285) nm ( $35087\text{ cm}^{-1}$ ) ( $\epsilon_{\text{max}}=2129\text{ Mol}^{-1}$ )، أما القمة الثانية فإنها تظهر عند الطول الموجي (365) nm ( $27397\text{ cm}^{-1}$ ) ( $\epsilon_{\text{max}}=449\text{ Mol}^{-1}\cdot\text{cm}^{-1}$ ) فإنها تعود الى طيف انتقال الشحنة (C.T).

معقد الكاديوم  $[Cd(L)(H_2O)_3Cl]$  <sup>[124,125]</sup>

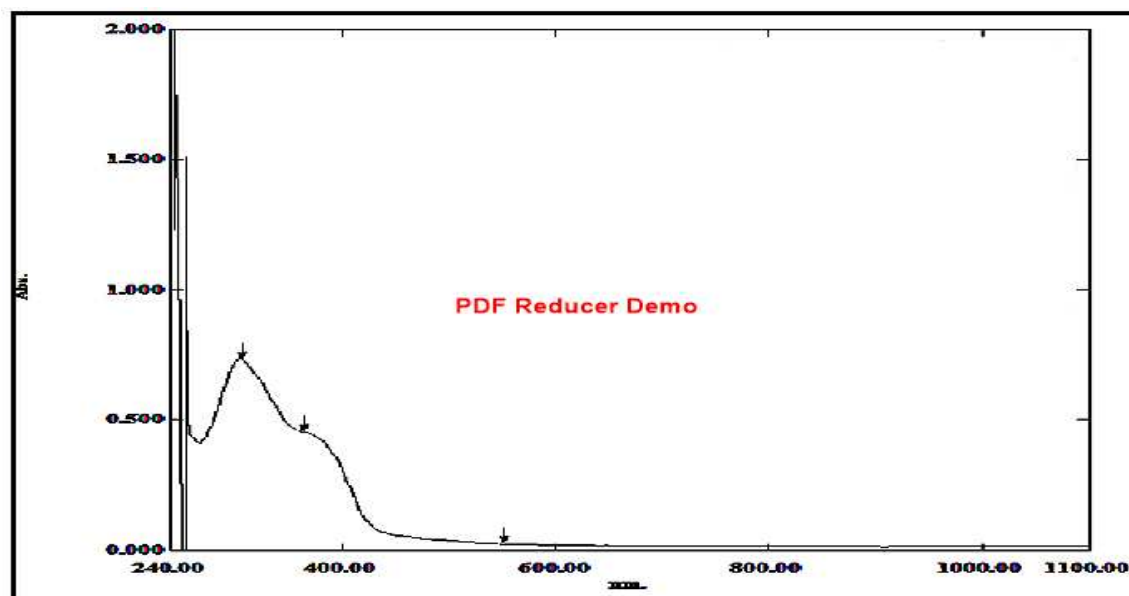
أظهر الطيف الإلكتروني لمعقد الكاديوم الذي يوضحه الشكل (3-37) والجدول (3-18) ثلاث قمم الأولى والثانية تظهر عند الطول الموجي (285,235 nm) ( $35087,42553\text{ cm}^{-1}$ ) ( $\epsilon_{\text{max}}=2129,2178\text{ Mol}^{-1}\cdot\text{cm}^{-1}$ ) والثالثان تعودان الى طيف المجال الليكاندي (L.F)، أما القمة الثالثة فإنها تظهر عند الطول الموجي (300) nm ( $33333\text{ cm}^{-1}$ ) ( $\epsilon_{\text{max}}=\text{Mol}^{-1}\cdot\text{cm}^{-1}$ ) فإنها تعود الى طيف انتقال الشحنة (C.T).

معقد البلاديوم  $[Pd(L)(H_2O)Cl]$  <sup>[126]</sup>

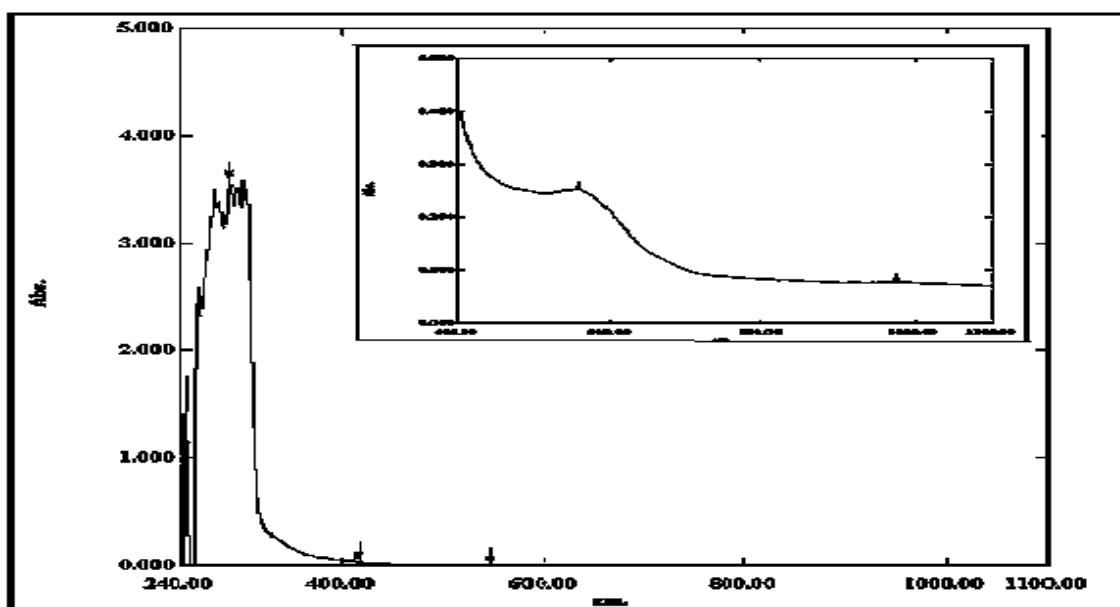
أظهر الطيف الإلكتروني لمعقد البلاديوم الذي يوضحه الشكل (3-38) والجدول (3-18) ثلاث قمم الأولى عالية الشدة عند (278nm) ( $35971\text{ cm}^{-1}$ ) ( $\epsilon_{\text{max}}=3964\text{ Mol}^{-1}\cdot\text{cm}^{-1}$ ) تعود الى طيف المجال الليكاندي، القمة الثانية عند (293nm) ( $34129\text{ cm}^{-1}$ ) ( $\epsilon_{\text{max}}=2443\text{ Mol}^{-1}\cdot\text{cm}^{-1}$ ) تعود الى طيف انتقال الشحنة، والقمة الثالثة تظهر عند (656nm) ( $15243\text{ cm}^{-1}$ ) ( $\epsilon_{\text{max}}=28\text{ Mol}^{-1}\cdot\text{cm}^{-1}$ ) تعود الى الانتقال الإلكتروني (d-d) نوع ( $^1A_{1g(F)} \rightarrow ^1B_{1g(F)}$ ) وهذه نتيجة تتفق مع ماورد في الأدبيات لأطياف معقد البلاديوم المربع المستوي.

الجدول ( 3-18 ) بيانات الطيف الالكتروني لمعقدات الليكاند (NaL)

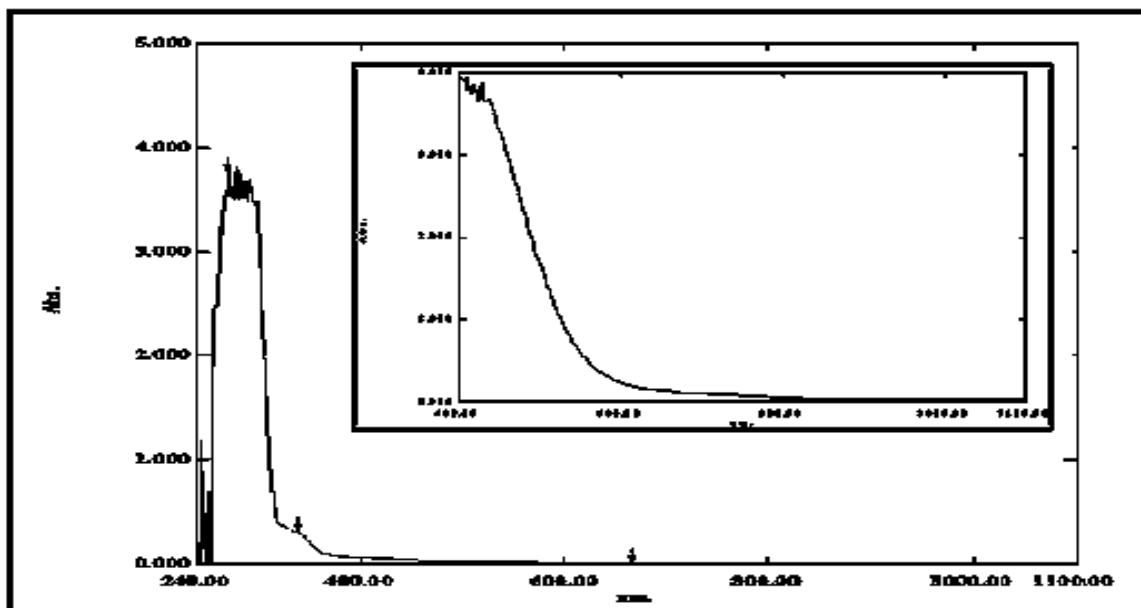
Compound	Wave number		$\epsilon_{\max}$ molar <sup>-1</sup> cm <sup>-1</sup>	Assignment	Suggested structure
	Nm	cm <sup>-1</sup>			
[(Mn) (L) ((H <sub>2</sub> O) <sub>3</sub> CL)]	305	32786	2658	L.F	Oh
	390	25641	786	C.T	
	548	18248	180	<sup>6</sup> A <sub>1g</sub> → <sup>4</sup> T <sub>1g(G)</sub>	
[(Co) (L) (H <sub>2</sub> O) <sub>3</sub> CL]	285	35087	2155	L.F	Oh
	443	22573	4	C.T	
	548	18248	14	<sup>4</sup> T <sub>1g(F)</sub> → <sup>4</sup> T <sub>1g(P)</sub>	
[(Ni) (L) (H <sub>2</sub> O) <sub>3</sub> CL]	275	36363	2117	L.F	Oh
	370	27027	1139	C.T	
	685	14598	71	<sup>3</sup> A <sub>2g</sub> → <sup>3</sup> T <sub>1g(F)</sub>	
[(Cu) (L) (H <sub>2</sub> O) <sub>3</sub> CL]	293	34129	2422	L.F	Oh
	308	32467	2658	C.T	
	758	12738	50	<sup>2</sup> E <sub>g</sub> → <sup>2</sup> T <sub>1g</sub>	
	843	11862	44	<sup>2</sup> E <sub>g</sub> → <sup>2</sup> T <sub>2g</sub>	
[(Zn) (L) (H <sub>2</sub> O) <sub>3</sub> CL]	285	35087	2129	L.F	Oh
	365	27397	449	C.T	
[(Cd) (L) (H <sub>2</sub> O) <sub>3</sub> CL]	235	42553	2178	L.F	Oh
	285	35087	2129		
	300	33333	1875	C.T	
[(Pd) (L) (H <sub>2</sub> O) CL]	278	35971	3964	L.F	Sp
	293	34124	2443	C.T	
	656	15243	28	<sup>1</sup> A <sub>1g(F)</sub> → <sup>1</sup> B <sub>1g(F)</sub>	



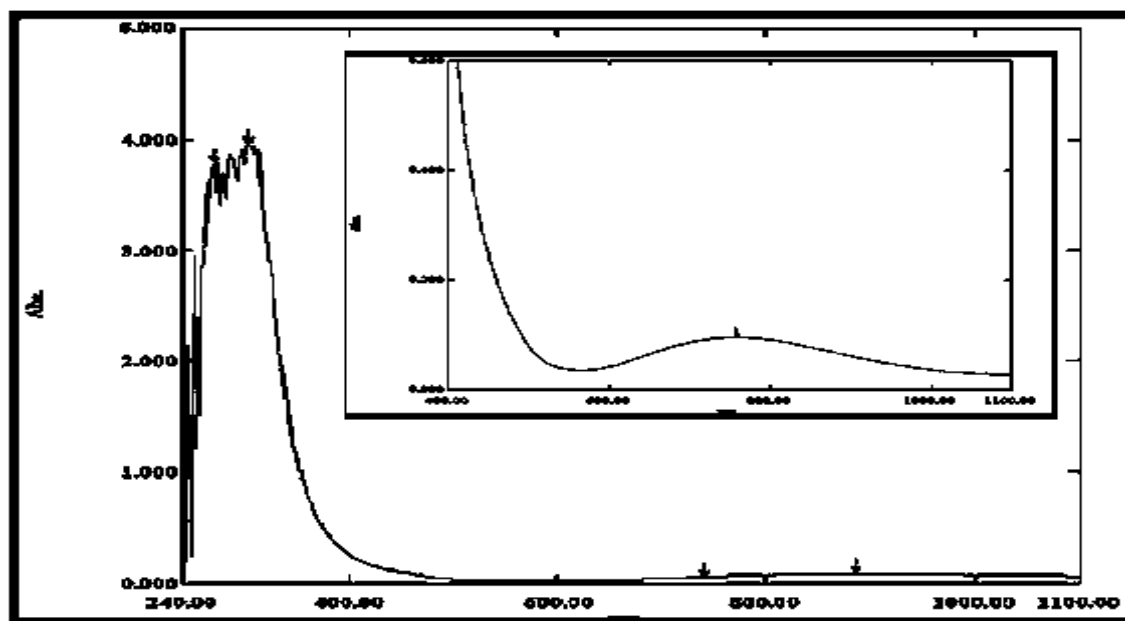
الشكل (3-32) الطيف الالكتروني للمعقد  $[\text{Mn}(\text{L})(\text{H}_2\text{O})_3\text{Cl}]$



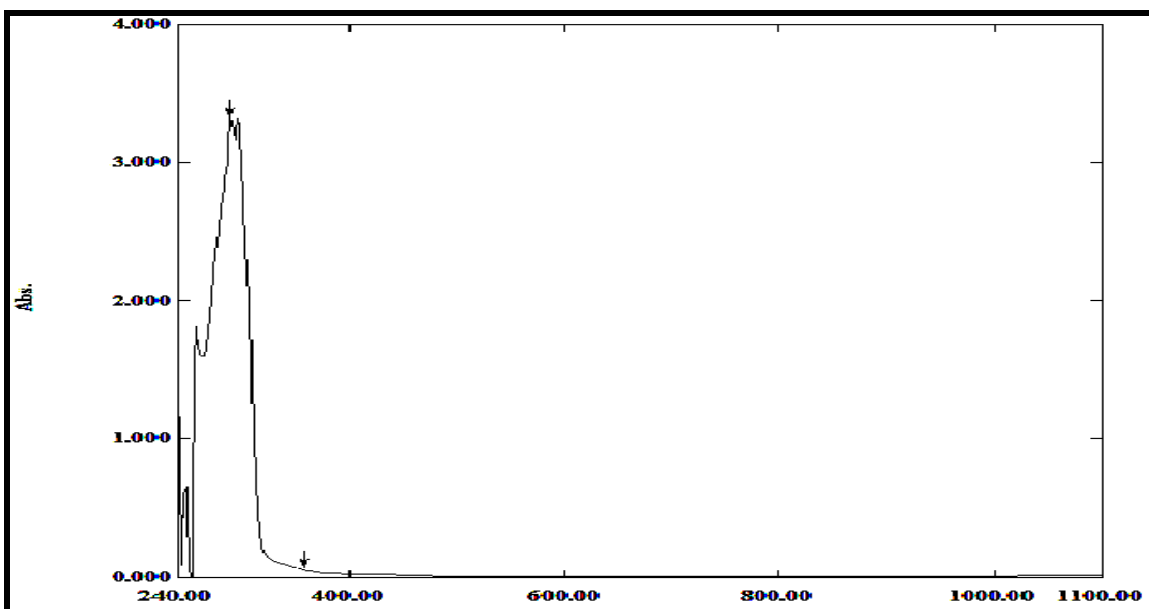
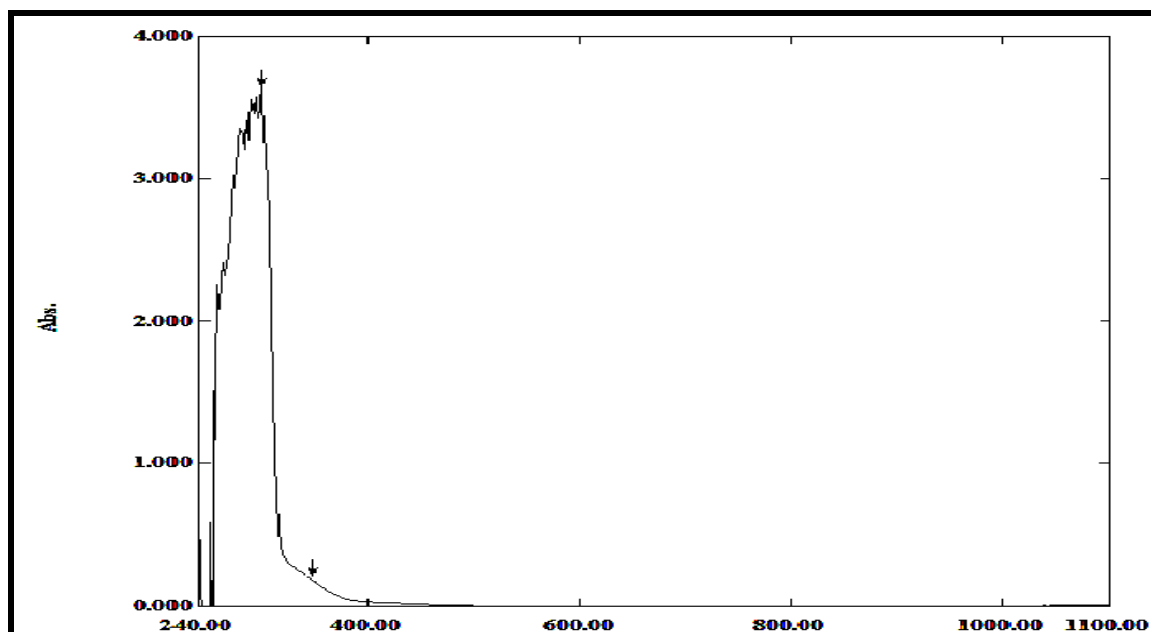
الشكل (3-33) الطيف الالكتروني للمعقد  $[\text{Co}(\text{L})(\text{H}_2\text{O})_3\text{Cl}]$

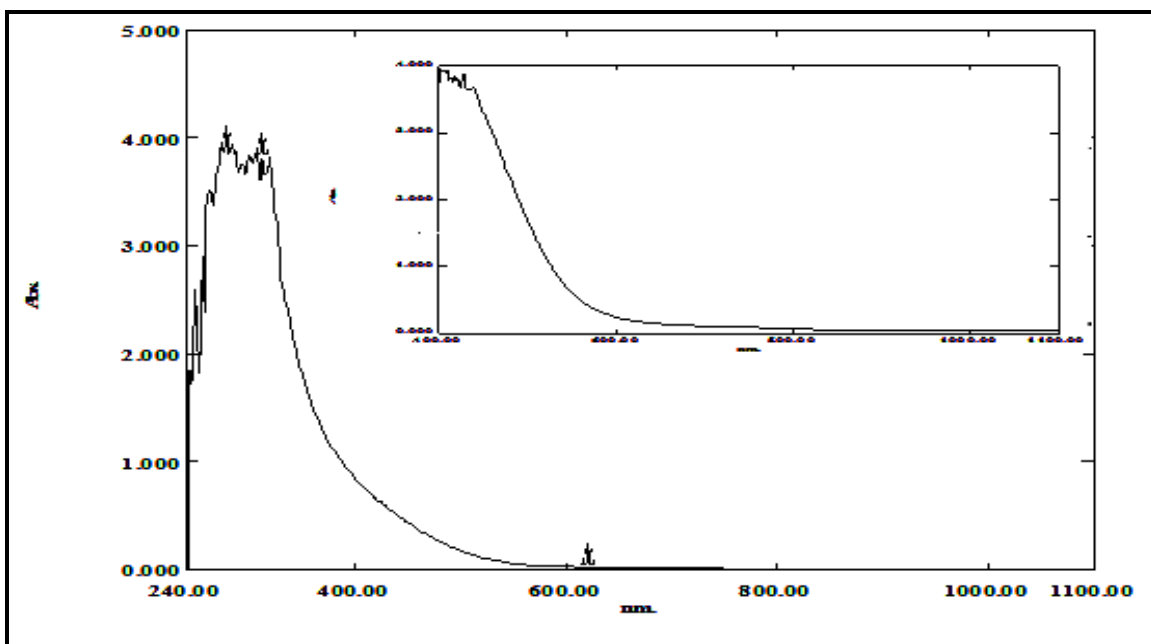


الشكل (3-34) الطيف الالكتروني للمعقد  $[\text{Ni}(\text{L})(\text{H}_2\text{O})_3 \text{Cl}]$



الشكل (3-35) الطيف الالكتروني للمعقد  $[\text{Cu}(\text{L})(\text{H}_2\text{O})_3 \text{Cl}]$

الشكل (3-36) الطيف الالكتروني للمعقد [Zn(L)(H<sub>2</sub>O)<sub>3</sub> Cl]الشكل (3-37) الطيف الالكتروني للمعقد [Cd(L)(H<sub>2</sub>O)<sub>3</sub> Cl]



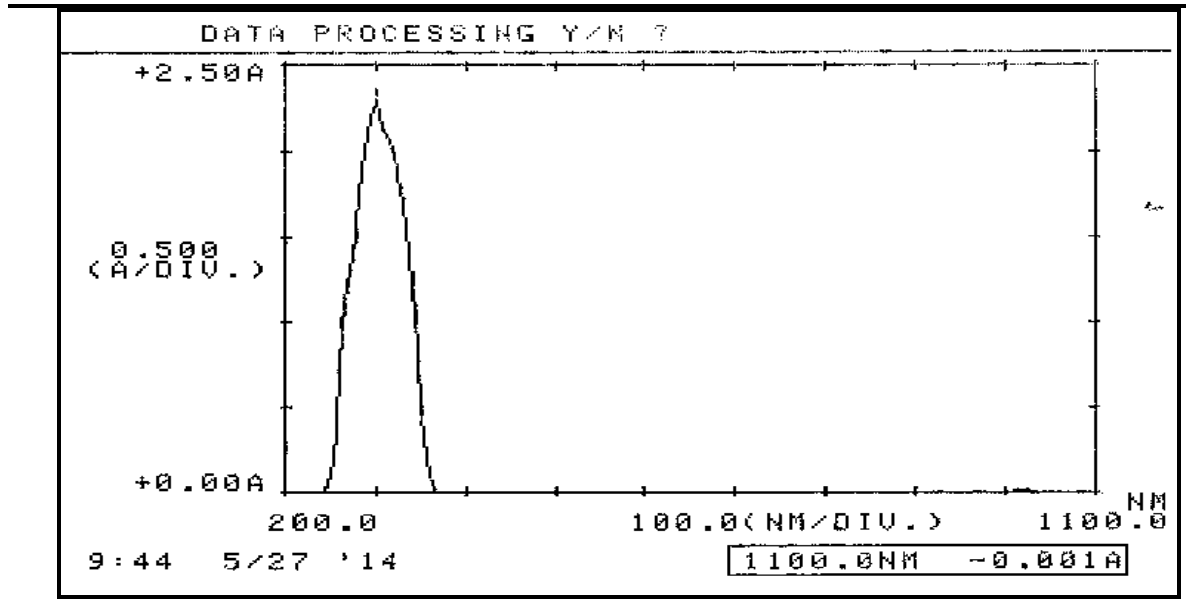
الشكل (3-38) الطيف الإلكتروني للمعقد  $[Pd(L)(H_2O)Cl]$

### (3-2-11) الطيف الإلكتروني لليكاند (8-هدروكسي كوينولين) [127]

أظهر الطيف الإلكتروني لليكاند (8-هدروكسي كينولين) الذي يوضحه الشكل (3-39) قمة امتصاص عالية عند (301nm) ( $33222\text{cm}^{-1}$ ) ( $\epsilon_{\text{max}} = 2295\text{molar}^{-1}\cdot\text{cm}^{-1}$ )، تعود إلى الانتقال الإلكتروني ( $\pi \rightarrow \pi^*$ ) والبيانات المسجلة في الجدول (3-19).

الجدول (3-19) الطيف الإلكتروني (8-هيدروكسي كوينولين)

Compound	$\lambda$ (nm)	$\nu^{-1}\text{cm}^{-1}$	$\epsilon_{\text{max}}\text{molar}^{-1}\text{cm}^{-1}$	assignments
[HQ]	301	33222	2295	$\pi \rightarrow \pi^*$



الشكل (3-39) الطيف الالكتروني (8-هيدروكسي كوينولين)

### (3-2-12) الطيف الالكتروني لمعقدات الليكاندات المختلطة

#### (UV-Vis) Spectra for the mixed ligand complexes

معطيات الأطياف الالكترونية لجميع للمعقدات مبينة في الجدول (3-20) :  
 أظهر الطيف الالكتروني لمعقد المنغنيز Mn(II): الشكل (3-40) ثلاث قمم امتصاص الأولى حادة عالية الشدة عند (301nm) ( $33222\text{cm}^{-1}$ ) ( $\epsilon_{\text{max}}=1789.\text{M}^{-1}.\text{cm}^{-1}$ ) تعزى الى المجال الليكاندي، أما القمة الثانية فقد ظهرت عند (396nm) ( $25252\text{cm}^{-1}$ ) ( $\epsilon_{\text{max}}=1526.\text{M}^{-1}.\text{cm}^{-1}$ ) تعزى الى طيف نقل الشحنة، أما قمة الامتصاص الثالثة فقد ظهرت عند (908nm) ( $11513\text{cm}^{-1}$ ) ( $\epsilon_{\text{max}}=3.\text{M}.\text{cm}^{-1}$ ) تعود الى الانتقال الالكتروني (d-d) نوع ، ( ${}^6\text{A}_{1g(s)} \rightarrow {}^4\text{T}_{2g(g)}$ ) . إن هذه النتائج تتفق مع الدراسات الطيفية السابقة لمعقدات Mn(II) ذي شكل ثماني السطوح [118].



أظهر الطيف الالكتروني لمعقد Co (II) : الشكل (3-41) خمس قمم امتصاص الاولى والثانية عند (270,340)nm ( $37037,29411\text{cm}^{-1}$ ) ( $\epsilon_{\text{max}}=3977,1634. \text{M}^{-1}.\text{cm}^{-1}$ ) تعودان الى المجال الليكائدي ، وقد ازيحت الى طول موجي اطول مقارنة بموقعها في الطيف الالكتروني لليكاند الحر دلالة على حصول التناسق بين الليكاند وايون الكوبالت Co(II)، القمة الثالثة ظهرت عند (408)nm ( $2509\text{cm}^{-1}$ ) ( $\epsilon_{\text{max}}=734. \text{M}^{-1}.\text{cm}^{-1}$ ) ، وهذه القمة ناتجة عن قمة طيف نقل الشحنة عالية الشدة. اما القمم (4,5) فظهرت عند (598,656)nm ( $16772,15243 \text{cm}^{-1}$ ) ( $\epsilon_{\text{max}}=34,28. \text{M}^{-1}.\text{cm}^{-1}$ ) تعود الى الانتقال الالكتروني (d-d) أيضاً نوع ( ${}^4\text{T}_{1g} \rightarrow {}^4\text{T}_{2g(\text{F})}$ )، ( ${}^4\text{T}_{1g} \rightarrow {}^4\text{A}_{2g(\text{F})}$ )، إن هذه النتائج تتفق مع الدراسات الطيفية السابقة لمعقدات Co(II) ذات شكل ثماني السطوح [128].

أما الطيف الالكتروني لمعقد النيكل Ni(II): فقد أظهر الشكل (3-42) ثلاث قمم امتصاص، الاولى عند طول موجي (301)nm ( $33222\text{cm}^{-1}$ ) ( $\epsilon_{\text{max}}=1885. \text{M}^{-1}.\text{cm}^{-1}$ ) تعود الى المجال الليكائدي ، وقد ازيحت الى طول موجي اطول مقارنة بطيف الليكاند، إن هذه الازاحة تؤيد حصول التناسق بين الليكاند وايون Ni (II) ، اما القمة الاخرى فقد ظهرت عند (404)nm ( $24752\text{cm}^{-1}$ ) ( $\epsilon_{\text{max}}=3967. \text{M}^{-1}.\text{cm}^{-1}$ ) وهي تعود الى طيف نقل الشحنة (C.T). وظهرت قمة عند (610) nm ( $16393\text{cm}^{-1}$ ) ( $\epsilon_{\text{max}}=27. \text{M}^{-1}.\text{cm}^{-1}$ ) تعود للانتقال الالكتروني (d-d) نوع ( ${}^3\text{A}_{2g} \rightarrow {}^3\text{T}_{1g(\text{F})}$ ). و تتفق هذه النتائج مع الدراسات الطيفية الواردة لمعقدات النيكل (II) ثمانية السطوح [129].

أظهر الطيف الالكتروني لمعقد النحاس Cu (II) ، الشكل (3-43) ثلاث قمم امتصاص، الاولى حادة عالية الشدة عند (338)nm ( $29585\text{cm}^{-1}$ ) ( $\epsilon_{\text{max}}=3974. \text{M}^{-1}.\text{cm}^{-1}$ ) تعزى إلى المجال الليكائدي، أما القمة الثانية فقد ظهرت عند (410)nm ( $24390\text{cm}^{-1}$ ) ( $\epsilon_{\text{max}}=3955. \text{M}^{-1}.\text{cm}^{-1}$ ) ناتجة عن طيف نقل الشحنة. اما القمة الثالثة فقد ظهرت عند (718)nm ( $13927\text{cm}^{-1}$ ) ( $\epsilon_{\text{max}}=166. \text{M}^{-1}.\text{cm}^{-1}$ ) وتعزى الى الانتقال الالكتروني d-d نوع ( ${}^2\text{E}_g \rightarrow {}^2\text{T}_{1g}$ )، تتفق هذه النتائج مع ما ورد في الادبيات لمعقد النحاس (II) ثماني السطوح [130].

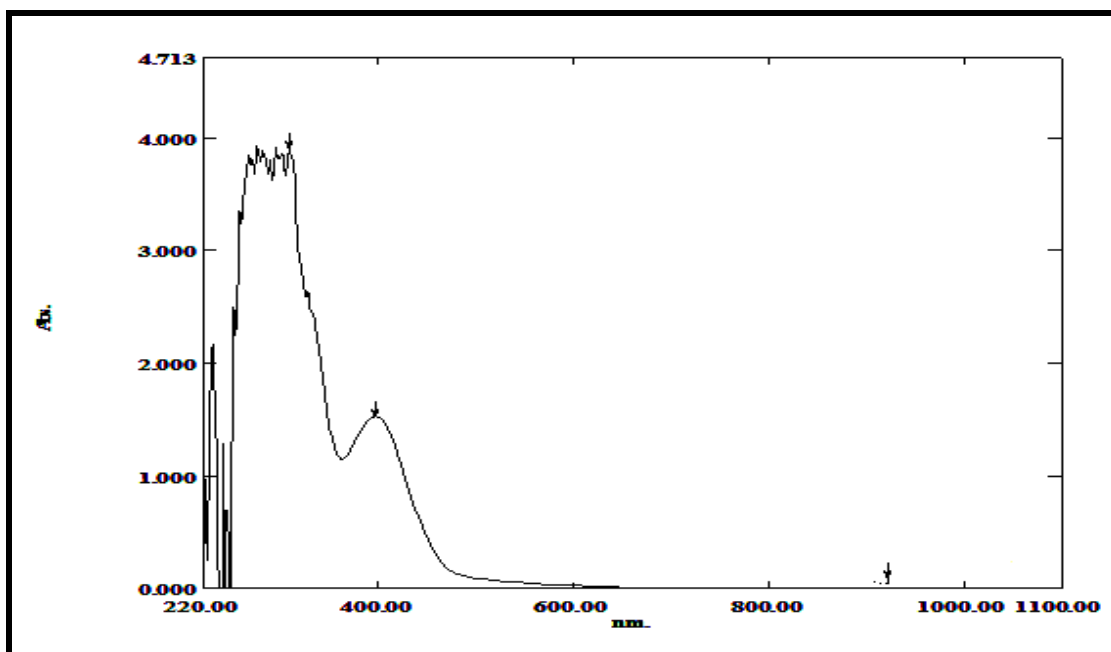
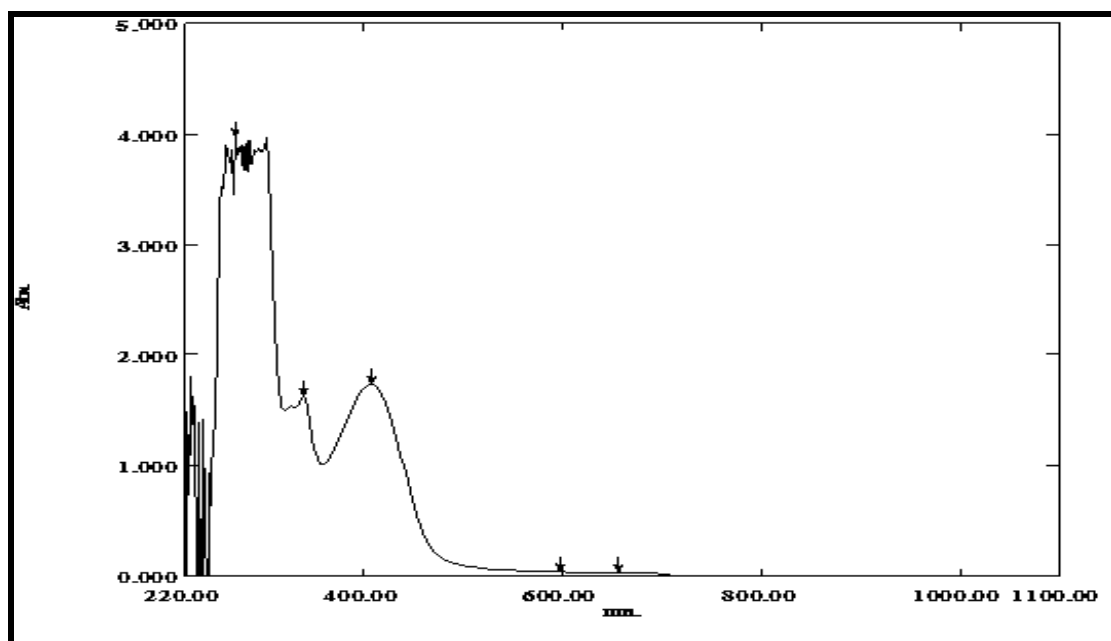
أما الطيف الالكتروني لمعقد الخارصين Zn(II): الشكل (3-44) فقد أظهر قمتي امتصاص. الاولى حادة عالية الشدة عند (286nm) ( $34965 \text{ cm}^{-1}$ ) ( $\epsilon_{\text{max}}=3082 \text{ M}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ ) تنسب الى المجال الليكائدي، و الثانية ظهرت عند (436nm) ( $22935 \text{ cm}^{-1}$ ) ( $\epsilon_{\text{max}}=3391 \text{ M}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ ) تنسب الى طيف نقل الشحنة. وتتفق هذه النتائج مع ما ورد في الادبيات لمعقد الخارصين ثماني السطوح. وأخيراً ايونات المعقدات (Zn,Cd) تنسب الى نظام  $d^{10}$  هذه العناصر لا تمتلك الانتقال الالكتروني (d-d) [131].

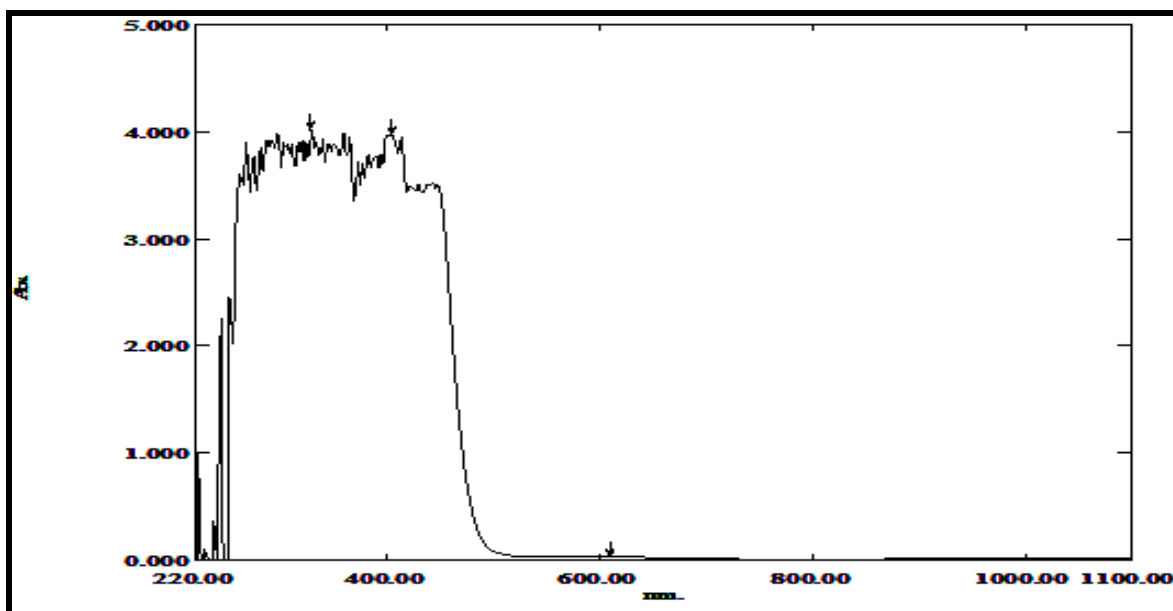
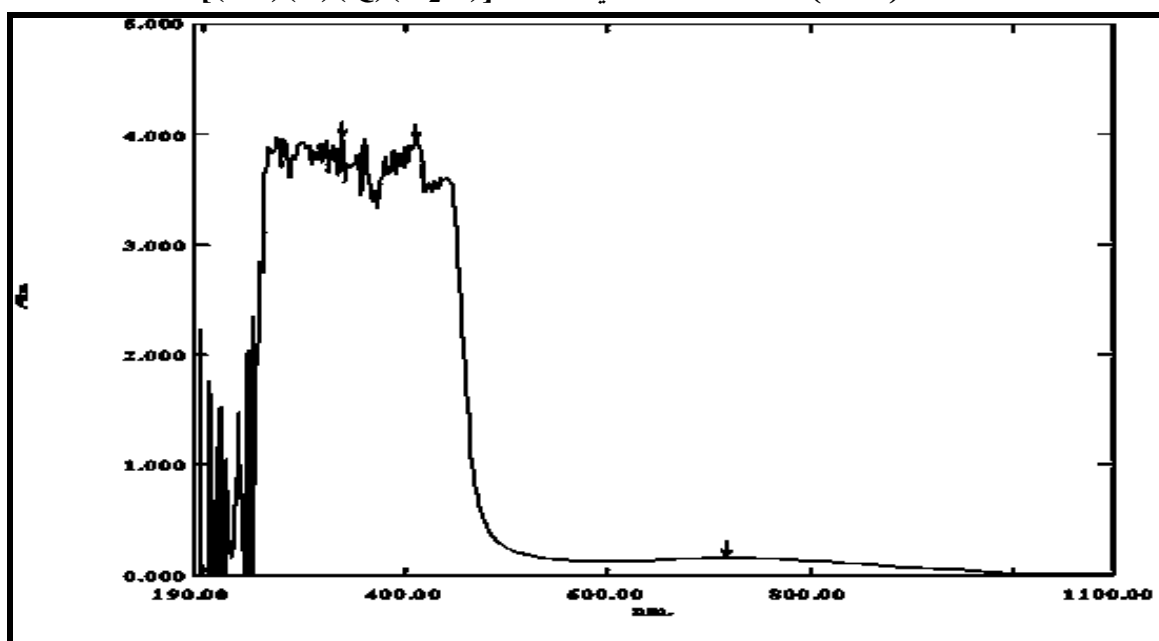
وأظهر الطيف الالكتروني لمعقد الكاديوم Cd(II): الشكل (3-45) قمتي امتصاص، القمة الاولى عالية الشدة عند (301nm) ( $33222 \text{ cm}^{-1}$ ) ( $\epsilon_{\text{max}}=2148 \cdot \text{M}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ ) تعود الى المجال الليكائدي التي ازيحت الى طول موجي أطول مقارنة بموقعها في طيف الليكائدي، إن هذه الازاحة تؤيد حصول تناسق بين الكاديوم (II) والليكائدي. والقمة الثانية عند (360nm) ( $27777 \text{ cm}^{-1}$ ) ( $\epsilon_{\text{max}}=3930 \cdot \text{M}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ ) وتعزى إلى طيف نقل الشحنة منقطة مع الأطياف الالكترونية لمعقدات الكاديوم (II) ثماني السطوح [131].

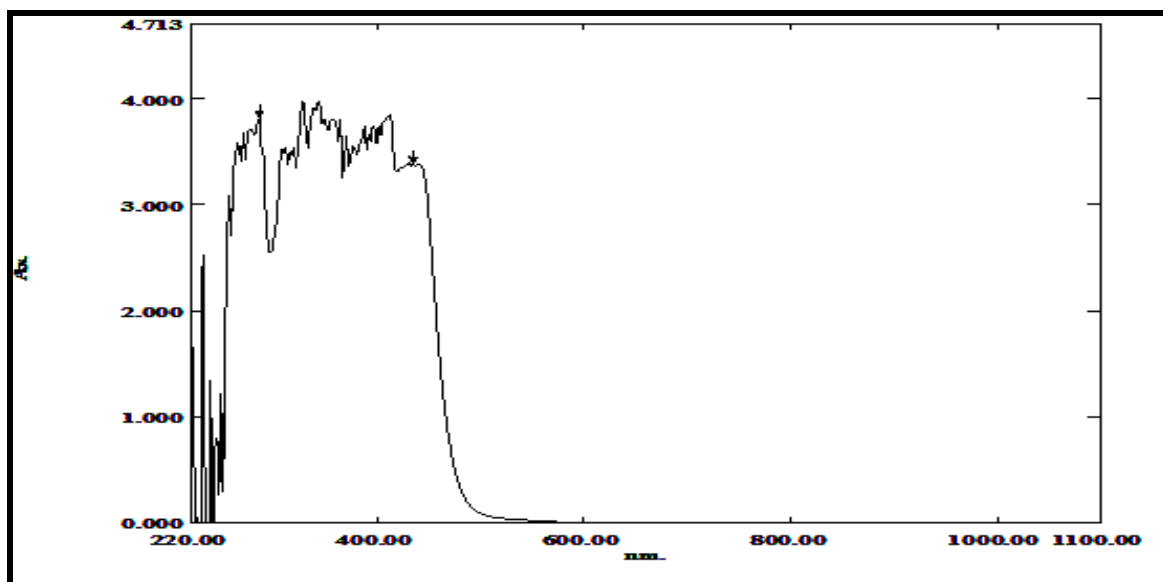
وأظهر الطيف الالكتروني لمعقد البلايوم Pd (II) : الشكل (3-46) ثلاث قمم امتصاص، الاولى حادة عالية الشدة عند (268 nm) ( $37313 \text{ cm}^{-1}$ ) ( $\epsilon_{\text{max}}=1370 \cdot \text{M}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ ) تعزى الى المجال الليكائدي. والقمة الثانية فقد ظهرت عند (340nm) ( $25353 \text{ cm}^{-1}$ ) ( $\epsilon_{\text{max}}=1526 \text{ M}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ ) وتعزى إلى طيف نقل الشحنة، أما القمة الثالثة فقد ظهرت عند (436nm) ( $22933 \text{ cm}^{-1}$ ) ( $\epsilon_{\text{max}}=3073 \text{ M}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ ) وتعزى الى الانتقال الالكتروني d-d نوع ( $^1A_{1g(f)} \rightarrow ^1B_{2g(F)}$ ). وتتفق هذه النتائج مع ما ورد في الادبيات لمعقد البلايوم المربع المستوي [126].

الجدول (3-20) بيانات الطيف الالكتروني لمعقدات الليكاندات المختلطة

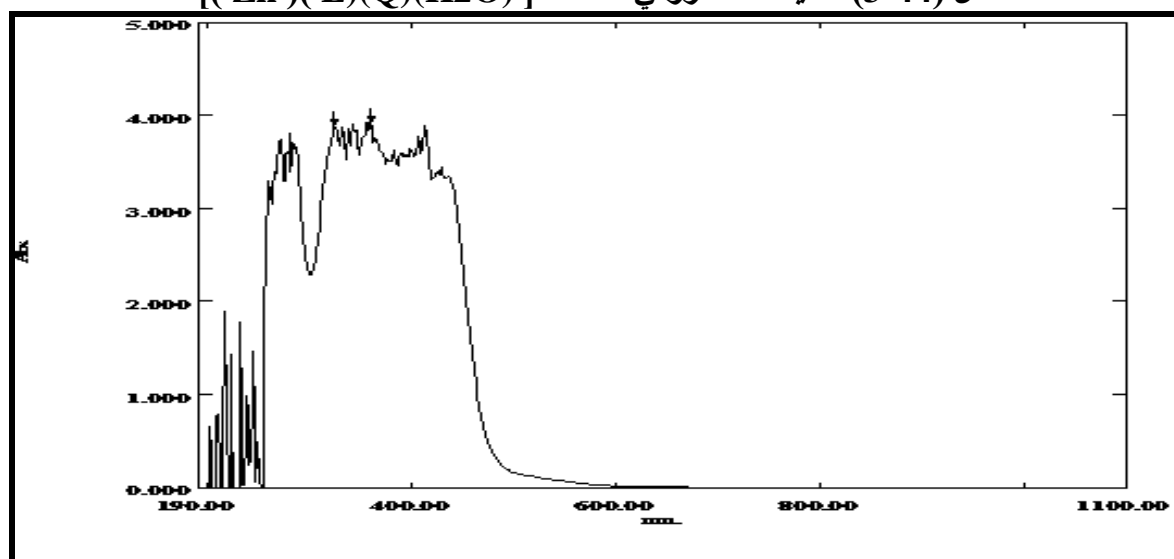
Compound	Wave number		$\epsilon_{\max}$ molar <sup>-1</sup> cm <sup>-1</sup>	Assignment	Suggested structure
	nm	cm <sup>-1</sup>			
[Mn(Q)(L)(H <sub>2</sub> O)]	301	33222	1789	L.F	Oh
	396	25353	1526	C.T	
	908	110132	3	<sup>6</sup> A <sub>1g(S)</sub> → <sup>4</sup> T <sub>2g(G)</sub>	
[Co(Q)(L)(H <sub>2</sub> O)]	270	37037	3977	L.F	Oh
	340	29411	1634		
	408	24509	1734	C.T	
	598	16722	34	<sup>4</sup> T <sub>1g(F)</sub> → <sup>4</sup> A <sub>2g(F)</sub>	
	656	15243	28	<sup>4</sup> T <sub>1g</sub> → <sup>4</sup> T <sub>2g(F)</sub>	
[Ni(Q)(L)(H <sub>2</sub> O)]	301	33222	1885	L.F	Oh
	404	24752	3967	C.T	
	610	16393	27	<sup>3</sup> A <sub>2g</sub> → <sup>3</sup> T <sub>1g(F)</sub>	
[Cu(Q)(L)(H <sub>2</sub> O)]	338	29585	3974	L.F	Oh
	410	24390	3955	C.T	
	718	113927	61	<sup>2</sup> E <sub>g</sub> → <sup>2</sup> T <sub>1g</sub>	
[Zn(Q)(L)(H <sub>2</sub> O)]	286	34965	3825	L.F	Oh
	436	22935	3391	C.T	
[Cd(Q)(L)(H <sub>2</sub> O)]	301	33222	2148	L.F	Oh
	360	25380	921	C.T	
[Pd(Q)(L)]	268	37313	1730	L.F	SP
	340	25353	1526	C.T	
	436	22935	3073	<sup>1</sup> A <sub>1g(t)</sub> → <sup>1</sup> B <sub>2g(F)</sub>	

الشكل (3-40) الطيف الالكتروني [Mn(L)(Q)(H<sub>2</sub>O)]الشكل (3-41) الطيف الالكتروني للمعقد [Co(L)(Q)(H<sub>2</sub>O)]

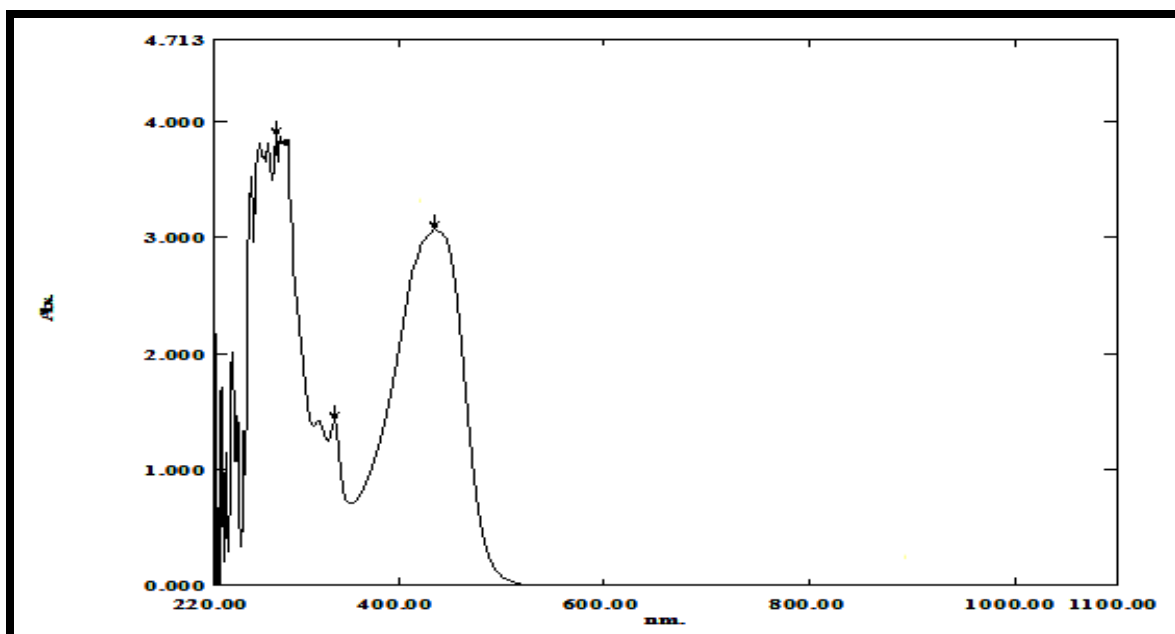
الشكل (3-42) الطيف الالكتروني للمعقد  $[(Ni)(L)(Q)(H_2O)]$ الشكل (3-43) الطيف الالكتروني للمعقد  $[(Cu)(L)(Q)(H_2O)]$



الشكل (3-44) الطيف الالكتروني للمعقد [ ( Zn ) ( L ) ( Q ) ( H2O ) ]



الشكل ( 3-45 ) الطيف الالكتروني [ ( Cd ) ( L ) ( Q ) ( H2O ) ]



الشكل (3-46) الطيف الالكتروني [Pd(L)(Q)]

### Biological Activity

### (3-3) الفعالية الحيوية:-

تم في هذا البحث دراسة فعالية الليكاند المحضر [NaL] ومعداتها المحضرة ضد نوعين من البكتريا المرضية السالبة والموجبة لصبغة كرام ، وهي صبغة تعامل بها البكتريا، فالتى تستجيب لهذه الصبغة تأخذ الصبغة ولا تطرحها خارج جدار الخلية تكون موجبة والتي لا تستجيب لهذه الصبغة بحيث تأخذ الصبغة وتطرحها خارج جدار الخلية تكون سالبة تجاه هذه الصبغة ، وهذا الاختلاف بين البكتريا يعود الى طبيعة جدارنها الخارجية [132] . ولهذا استعمل نوعان من البكتريا، الأول حساس وموجب لصبغة كرام وهو (*Staphylococcus aureu*) ، والثاني حساس وسالب لصبغة كرام وهو (*Escherichia coli*) حضر تركيز معين من هذه المركبات من إذابة (0.01g) من الليكاند أو المعقد في (1ml) من مذيب (DMSO) ، وقد تم إجراء أنموذج سيطرة (Control) للمذيب ودراسة تأثيره في نمو البكتريا في الظروف أنفسها لتجنب تداخلات المذيب [133]، ولم يظهر المذيب اي فعالية قاتلة او موقفة لنمو البكتريا، وحقت الأطباق البكتيرية بعد عمل الثقوب فيها بواسطة الثاقب الفليني بـ (1ml) من هذه المحاليل في كل ثقب وحضنت لمدة (24 ساعة) بدرجة حرارة (37 C°) ،بعدها استخرجت من الحاضنة .

وقيست اقطار مناطق التثبيط وقورن تثبيط هذه المواد مع مثبت قياسي هو (Cipro) وبالتركيز نفسه ومن النتائج المبينة في الجدول (3-21) والجدول (3-22) والاشكال من (3-47) الى (3-50) يمكن استنتاج الملاحظات الآتية:

- 1- أظهر الليكاند (NaL) فعالية أعلى من المثبط القياسي تجاه بكتريا (*staph*) وأيضا اتجاه بكتريا (*E-coli*).
- 2- أظهرت جميع المعقدات المحضرة من الليكاند ومعقدات الليكاندات المختلطة فعالية أعلى من المثبط القياسي تجاه النوعين من البكتريا (*Staph* و *E-coli*).
- 3- كانت فعالية جميع المعقدات اتجاه بكتريا (*Staph*) أعلى من فعاليتها تجاه بكتريا (*E-coli*) ما عدا معقد النحاس [(Cu) (L)(H<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>Cl] لم يظهر فعالية تجاه النوعين من البكتريا.

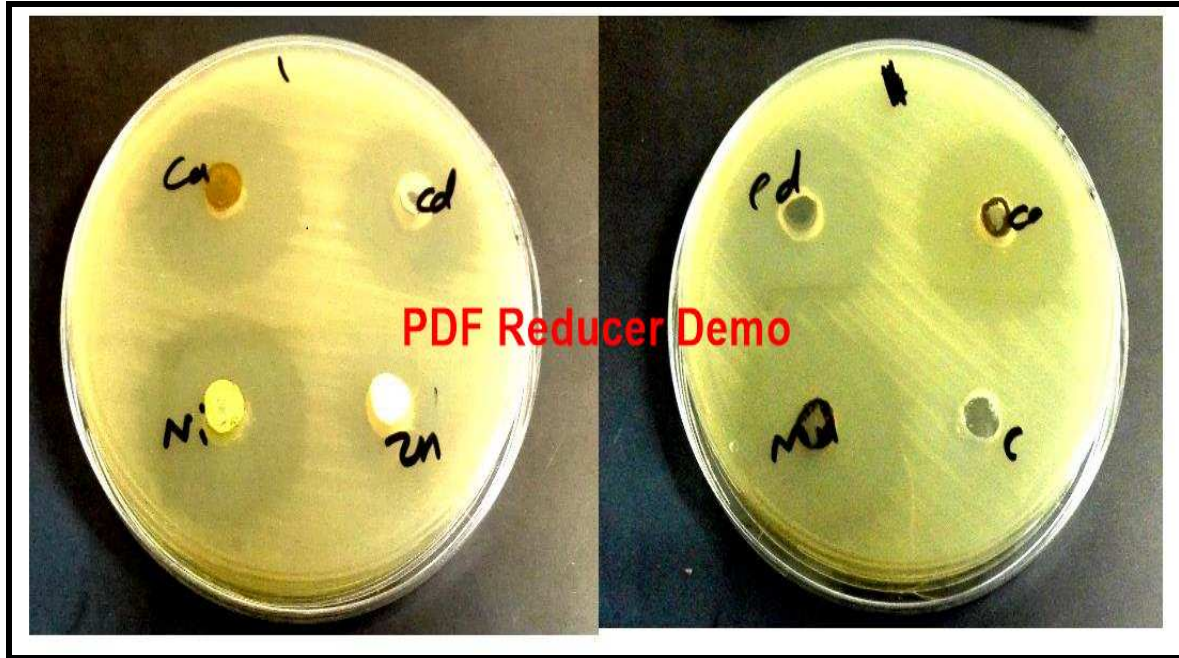
الجدول (3-21) قطر دائرة التثبيط بالمليمتر بعد حقتها (24) ساعة عند (37) م° للمعقدات مختلطة الليكاند

NO.	Complexes	<i>Escherichia coli</i>	<i>Staphylococcus aurens</i>
2	[Mn(Q)(L)(H <sub>2</sub> O)]	30mm	35mm
2	[Co(Q)(L)(H <sub>2</sub> O)]	29mm	30mm
2	[Ni(Q)(L)(H <sub>2</sub> O)]	32mm	36 mm
2	[Cu(Q)(L)(H <sub>2</sub> O)]	—	—
2	[Zn(Q)(L)(H <sub>2</sub> O)]	31 mm	40mm
2	[Cd(Q)(L)(H <sub>2</sub> O)]	28mm	35mm
2	[Pd(Q)(L)]	28mm	30mm
—	Control	—	—
—	[NaL]	35mm	39mm



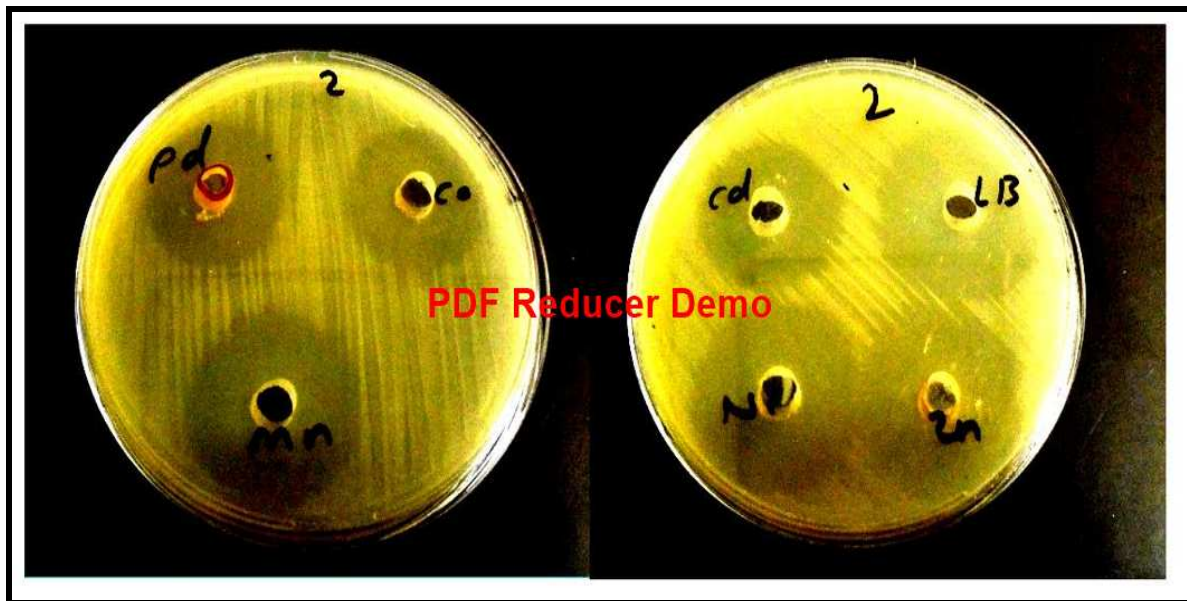
الجدول (3-22) قطر دائرة التثبيط بالمليمتر بعد حقنها ( 24 ) ساعة عند ( 37 ) م° للمعدنات المحضرة من الليكاند

NO.	Complexes	<i>Escherichia coli</i>	<i>Staphylococcus aureus</i>
1	[(Mn) (L)(H <sub>2</sub> O) <sub>3</sub> Cl]	32 mm	35mm
1	[(Co) (L)(H <sub>2</sub> O) <sub>3</sub> Cl]	32mm	35 mm
1	[(Ni) (L)(H <sub>2</sub> O) <sub>3</sub> Cl]	30mm	36mm
1	[(Cu ) (L)(H <sub>2</sub> O) <sub>3</sub> Cl]	32mm	34mm
1	[(Zn) (L)(H <sub>2</sub> O) <sub>3</sub> Cl]	18mm	19mm
1	[(Cd) (L)(H <sub>2</sub> O) <sub>3</sub> Cl]	28mm	35mm
1	[(Pd) (L)(H <sub>2</sub> O) Cl]	33mm	33mm
—	Control	—	—
—	[NaL]	35mm	39mm



*Escherichia coli*

الشكل (3-47) قسطر التثبيط للبيبتوليكاتيد ومعدتات الليكاتيد



*Escherichia coli*

الشكل (3-48) قسطر التثبيط للبيبتوليكاتيد ومعدتات الليكاتيدات المختلطة



*Staphylococcus aureus*

الشكل (3-49) كل قطر التثبيط لليكاند ومعقدات الليكاند



*Staphylococcus aureus*

الشكل (3-50) كل قطر التثبيط لليكاند ومعقدات الليكاندات المختلطة

## (3-4) الاستنتاجات والاشكال الهندسية المتوقعة للمعقدات المحضرة:-

**Conclution and Proposed geometrical structure for prepared complexes**

استناداً الى معطيات دراسة طيف الليكاند المحضر [NaL] ومعقداته المحضرة عن طريق قياس نسبة الفلز بتقانة الامتصاص الذري وقياس الحساسية المغناطيسية لإيجاد العزم المغناطيسي المؤثر ومطيافية الأشعة تحت الحمراء ومطيافية الأشعة فوق البنفسجية – المرئية للمعقدات المحضرة ولليكاند وطيف ( $^1\text{H}, ^{13}\text{C-NMR}$ ) لليكاند [NaL] اتضح أن الليكاند المحضر يسلك سلوك ليكاند ثنائي السن (N,O) في المعقدات المحضرة من الليكاند ويسلك ثلاثي السن (N,N,O) في المعقدات مختلطة الليكاند:-

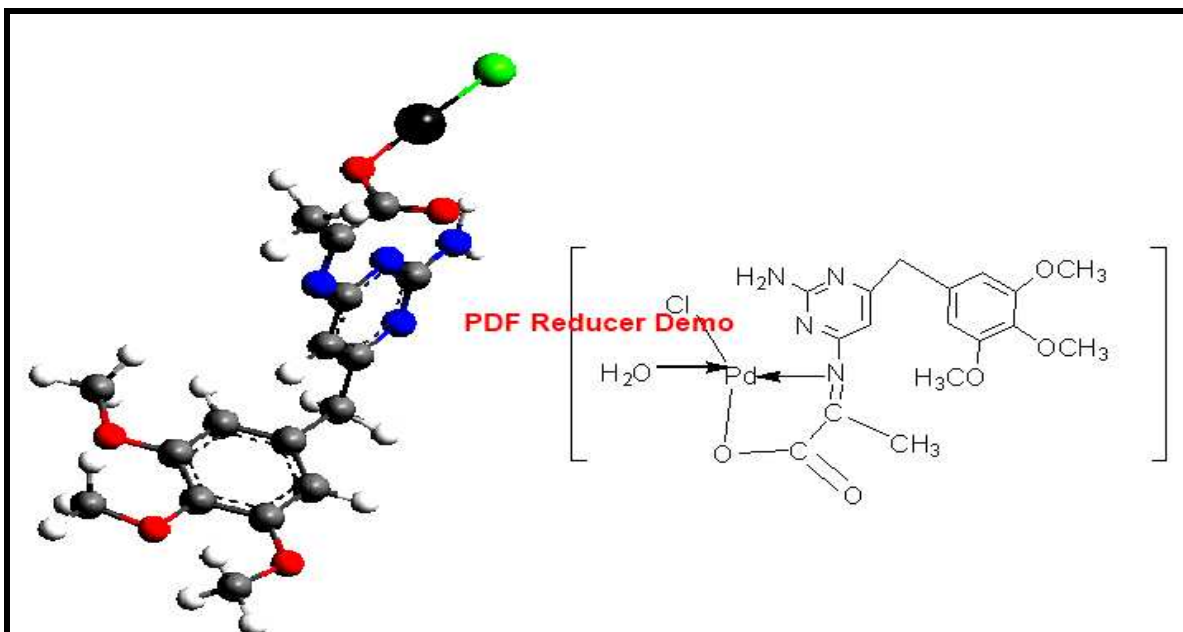
## (3-4-1) المعقدات المحضرة من الليكاند [NaL]:

يتناسق الليكاند [NaL] بصورة ليكاند ثنائي السن (N,O) مع الايونات الفلزية (Mn(II)، Co(II)، Ni(II)، Cu(II)، Zn(II)، Pd(II)، Cd(II) عن طريق ذرة النتروجين N الامينية (C=N) وذرة الاوكسجين O الكربوكسيلية لتكون المعقدات ذات الصيغ الجزيئية: [Mn(L)(H<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>Cl]، [Co(L)(H<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>Cl]، [Ni(L)(H<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>Cl]، [Cu(L)(H<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>Cl]، [Zn(L)(H<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>Cl]، [Cd(L)(H<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>Cl]، ومعقد [Pd(L)(H<sub>2</sub>O)Cl] ، إذ تمثل: [NaL] = (C<sub>17</sub>H<sub>19</sub>N<sub>4</sub>NaO<sub>5</sub>) كما اقترحت الأشكال الفراغية الآتية لهذه المعقدات:

1-هيئة المربع المستوي (Square Planar) لمعقد البلاديوم (Pd(II): [Pd(L)(H<sub>2</sub>O)Cl])

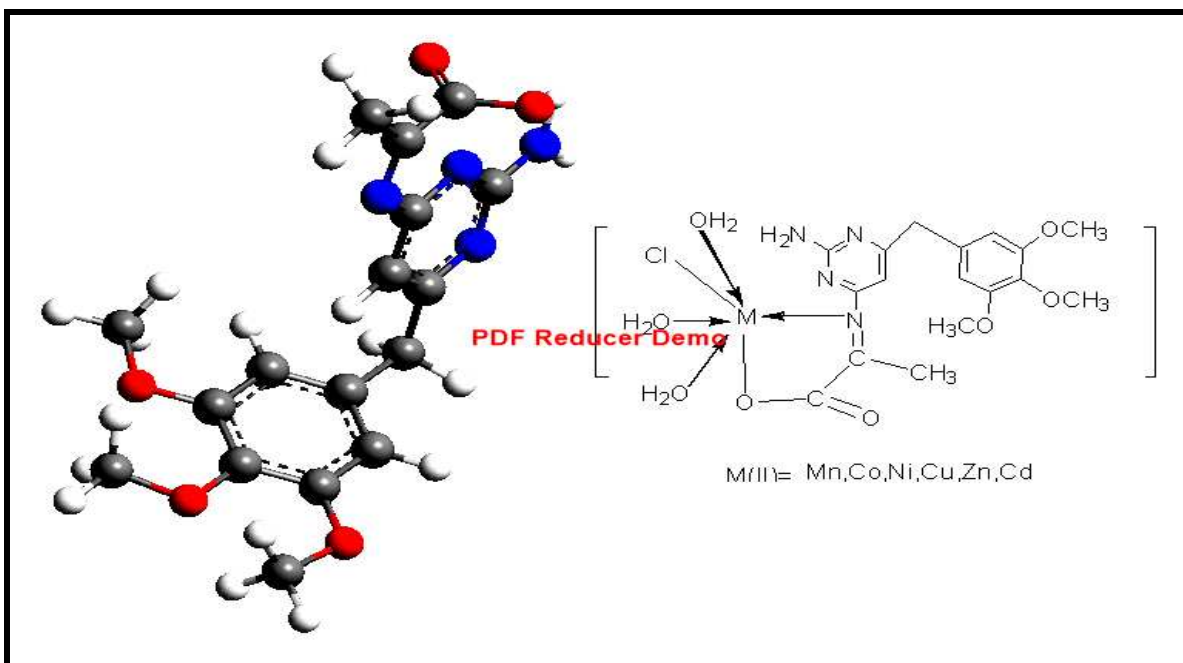
رسم الشكل الفراغي والهندسي لمعقد البلاديوم (II) كما في الشكل (3-51).





شكل (3-51) الشكل الهندسي والبلوري لمعقد البلاتيوم  $[\text{Pd}(\text{L})(\text{H}_2\text{O})\text{Cl}]$

2- هيئة ثماني السطوح لمعقدات الليكاند : ذات الصيغة الجزيئية  $[\text{M}(\text{L})(\text{H}_2\text{O})_3\text{Cl}]$ :  
 $\text{M} = [\text{Mn}(\text{II}), \text{Co}(\text{II}), \text{Ni}(\text{II}), \text{Cu}(\text{II}), \text{Zn}(\text{II}) \text{ and } \text{Cd}(\text{II})]$  كما في الشكل (3-52).



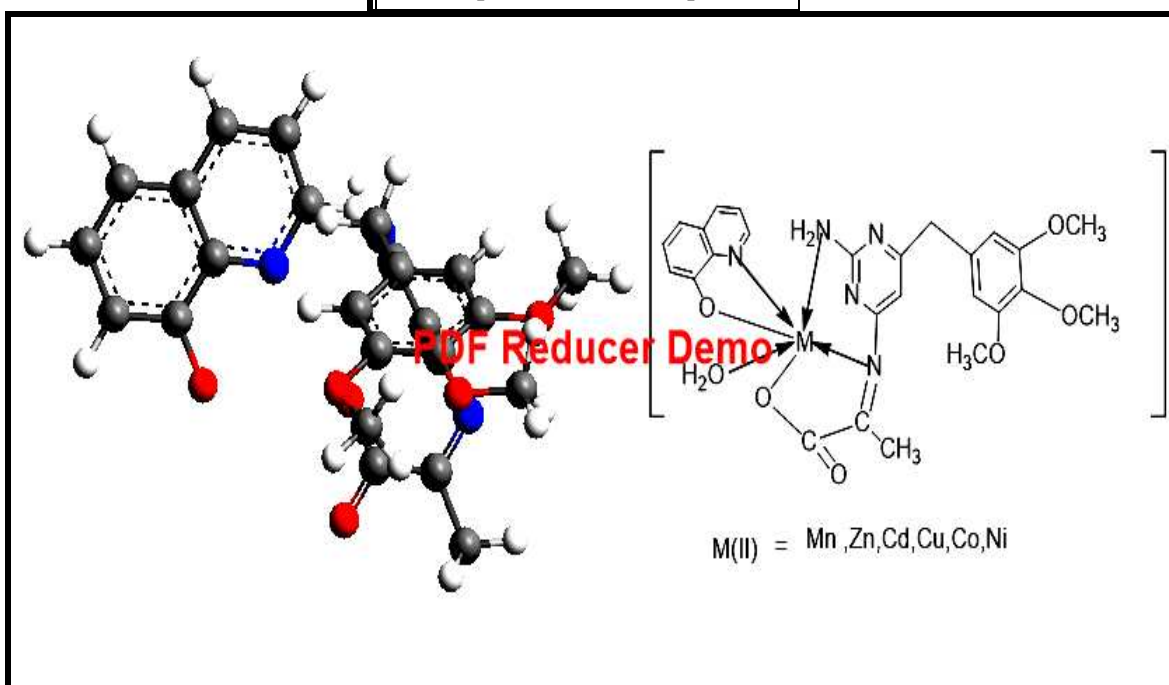
شكل (3-52) الشكل الهندسي والبلوري لمعقدات الليكاند  $(\text{NaL})$   
 $\text{M}(\text{II}) = (\text{Mn}, \text{Co}, \text{Ni}, \text{Cu}, \text{Zn} \text{ and } \text{Cd})$

## (3-4-2) المعقدات مختلطة الليكاند :-

1- يتناسق الليكاند [NaL] والليكاند [8-HQ] مع كل من الأيونات الفلزية،  $\text{Co(II)}$ ،  $\text{Ni(II)}$ ،  $\text{Cu(II)}$ ،  $\text{Mn(II)}$  عن طريق ذرة اوكسجين (O) مجموعة الكربوكسيلية وذرة اوكسجين (O) أيون الفينولات لليكاند [8-HQ] ، وذرة اوكسجين ( $\text{H}_2\text{O}$ ) وذرة النتروجين (N) الأمينية لمجموعة ( $\text{C}=\text{N}$ ) لليكاند [NaL] ، وذرة النتروجين لليكاند [8-HQ] وذرة النتروجين مجموعة ( $\text{NH}_2$ ) لتكون معقدات ثمانية السطوح لها الصيغ الجزيئية الآتية في الجدول (3-23) ، كما هو مبين في الشكل (3-53).

## جدول (3-23) الصيغ الجزيئية لمعقدات مختلطة الليكاند

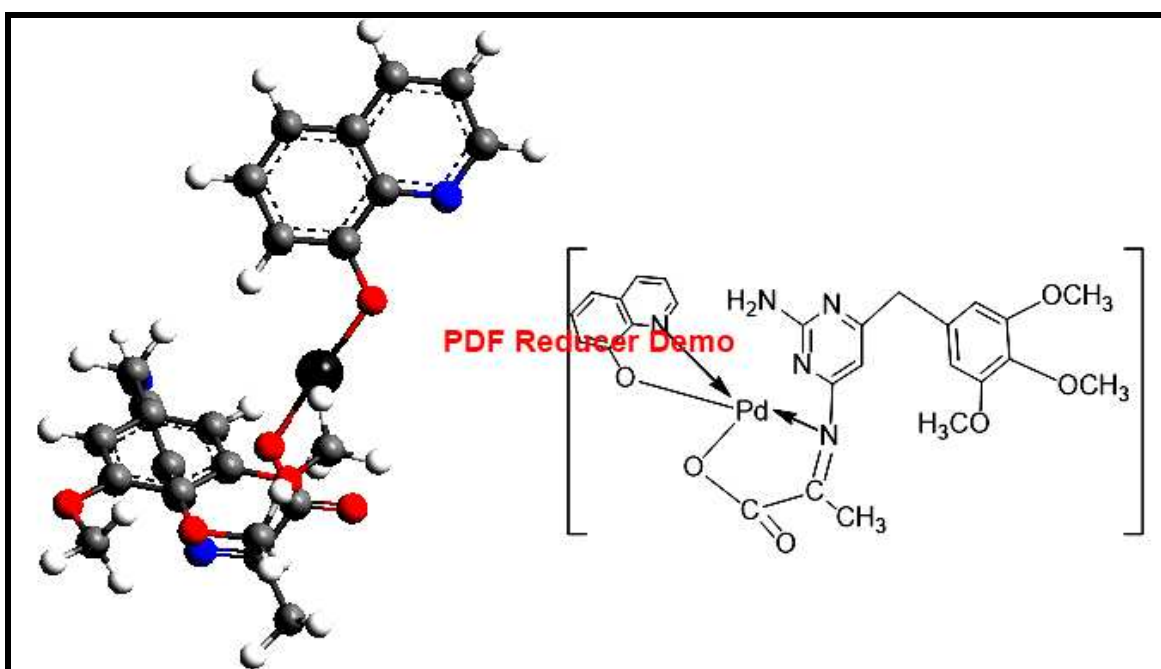
$[\text{Mn(Q)(L)(H}_2\text{O)}]$
$[\text{Co(Q)(L)(H}_2\text{O)}]$
$[\text{Ni(Q)(L)(H}_2\text{O)}]$
$[\text{Cu(Q)(L)(H}_2\text{O)}]$
$[\text{Zn(Q)(L)(H}_2\text{O)}]$
$[\text{Cd(Q)(L)(H}_2\text{O)}]$



شكل (3-53) الشكل الهندسي والبلوري لمعقدات مختلطة الليكاند



2- يتناسق الليكاند [NaL] بصورة ثنائي السن والليكاند [8-HQ] مع ايون البلاديوم Pd(II) عن طريق ذرة اوكسجين (O) مجموعة الكربوكسيلية وذرة اوكسجين (O) أيون الفينولات لليكاند [8-HQ] ، وذرة النتروجين (N) الأمينية (C=N) لليكاند [NaL] ، وذرة النتروجين لليكاند [8-HQ] لتكون بصورة المربع المستوي (Square Planar) له الصيغة الجزيئية الآتية [Pd(Q)(L)] . وكما هو مبين في الشكل (3-54) . وان الذي يزيد من استقرارية المعقدات هو وجود الحلقة الخماسية في المعقدات الاعتيادية والمعقدات مختلطة الليكاند.



شكل (3-54) الشكل الهندسي والبلوري لمعقد البلاديوم [Pd(Q)(L)]

**(3-5) الدراسات المستقبلية:-**

- 1- تحضير قواعد شف جديدة من المادة الاولية التراي ميثيريم مع بعض المواد العضوية المتجانسة وغير المتجانسة وتحضير معقدات فلزية مع دراسة كيميائية لهذه المعقدات .
- 2- دراسة السلوك البيولاروكرافي للمعقدات المحضرة .
- 3- دراسة نسبة المعقدات في المحلول بطريقة النسب المولية وقيم ثابت التكوين .
- 4- تحضير معقدات جديدة من ليكاندات مختلطة مع عناصر انتقالية اخرى مثل ( $^{186}\text{Re}$ ,  $^{99}\text{Tc}$ ) ودراسة فعاليتها البيولوجية .
- 5- إجراء اختبارات على بعض المعقدات المحضرة بواسطة التحليل الوزني الحراري (TGA).
- 6- استعمال هذه الليكاندات المحضرة في الكيمياء التحليلية .
- 7- يمكن استعمال هذه الليكاندات المحضرة ومعقداتها في المجال الصناعي .
- 8- ايجاد ثوابت الاستقرار للمعقدات المحضرة ودراسة استقراريتها .
- 9- استعمال انواع من الحلقات غير المتجانسة اخرى لتحضير معقدات ليكاندات مختلطة.



المصادر

*References*

- 1-Huovinen , P. (2001), Clinical Infectious Diseases. 32 (11): 1608–1614.
- 2 –World Health Organization. (2013), Retrieved 22 April.( 2014).
- 3- Khan,H and Loothar,A.(2010). pharmaceutical Development and Technology,15(6),613-618.
4. عبد الرؤوف الروابدة ز(1981)،"الوجيز في علم الدواء"، المكتبة العربية ،عمان، الطبعة الاولى، . 234
- 5-Al-Tamimi,O ; Al-Issa,A and Al-Gburi,F.(2013), J. Bag hdad for sci , 10(3):673-685
- 6- AL-Hammoshi, M; Mustafa ,Y and Thannon ,J.(2012), Tikrit Journal of Pharmaceutical Sciences , 8(1).
- 7- Bean, D ; Livermore ,D ; Papa ,I and Hall, L. ( 2005), J Antimicrob Chemother 56 (5): 962–964.
- 8- Tenbuck, P; Hood, H and Patent, U. (1962), 3,049 :544
- 9-Simo B., Perello L., Ortiz R., Castin eirasb A., Latorre J and Canton E.(2000),Journal of Inorganic Biochemistry, 81 :275–283.
- 10-Peter, (2005),Thesis Doctor of Philosophy in Chemistry of the University .(of Zululand , Nigeria).
- 11-Omoruyi, G; Idemudia, Peter A; Ajibade and Anthony, I.( 2012), African Journal of Biotechnology , 11(39): 9323-9329.
- 12-Bamigboye, M; Obaleye, J;A1 Lawal M. and Aluko, O.(2012) Chemistry and Materials Research, 2, (3).
- 13- peter, A;Ajibad and Omoruyi, G, (2013), Bioinorganic Chemistry and . Applications, 2013: 1- 8.
- 14- Gujral, M; Kohli, R and Saxena ,P.(1957), Indian J. Res., 45, 207.
- 15-Shelly, B and Katino, J.(1966), “CNS Drugs”, CSRI, New Delhi , 156.
- 16- Kackar, I and Zaheer ,S.(1981), Ind. Chem. Soc., 28, 334.
- 17-ASTM,D. (2000), American Soci-ety for Testing Materials (ASTM), West Conshohocken, PA, 1413-1499.

- 18-Holzforschung. (2008) , Berlin , New York, Vol. 62, pp. 488–493.
- 19-Grant ,K; Walkup and Barbara ,I. (1998), J. Org. Chem., 63 (19), 6727-6731.
- 20-El-Sonbati ,A and El-BindaryPolish ,A.(2000), J,Chem., 74, 621–630).
- 21-Hartshorn, C and Steel, P.(1996), J ,Inorg. Chem., 35, 6902-6903.
- 22- Vogler,A and Kunkely,H.(2002), 57 b, 301–304 .
- 23-Avarimuthu, B; aPackianathan,T.(2002) (a) Urszula ,R (b) Beata ,W; Crystallographica E, Structure, Reports Online ISSN 1600-5368.
- 24- Reza ,Y; Hossain,B and Islam,S.(2003) ,J, Pakistan, jornal of Biological Sciences .Volume 6, Issue: 17.
- 25- Qaseer,H; Al-Rawashdeh,A and El-Qisairi,A.(2003) .J,Acta Chim. Slov. 50, 687–696.
- 26-Ganesan, R. Viswanathan B.(2004),Journal of Molecular Catalysis A: Chemical) 223, 21–29.
- 27- Pandey, V and Pathak L.(2005), Indian J. Chem. 44, 1940.
- 28-Ganesh, A and Manzoor, M. (2006), Acta Poloniae Pharmaceutica Drug Research, Vol. 63 No. 2 pp. 95-100.
- 29-Ganesh A. Thakur, Shrikant V. Athlekar, Sanjiv R. and Dharwadkar-.Acta Poloniae Pharmaceutica Drug Research, (2007), Vol. 64 No. 1 pp. 9ISSN 0001-6837.
- 30-Zeng,H ;Wang, Xu and DFCai, Y. (2007), Chen, DF Journal of Applied Crystallography vol.40 ,No.3.
- 31- Gupta,R; Manku, G; Bhat,A and Jani,B.(2008): Australian Journal of Chemistry,23 No 7pp 1387 – 1395.
- 32-Siddappa,K, Reddy,T and Mallikargun, M.( 2008), Journal of Chemistry Vol. 5, No.1, pp. 155-162.
- 33-Isabel, G ;Jesús ,S; García,D and Esther, G.(2010), Inorganica Chimica Acta 363 , pp193–198.
- 34-.Ejidike,I and Ajibade,P , (2015), 20, 9788-9802 .

- 35..Mrinalinil ,Land Manihar,K, (2012), Res. J. Chem. Sci, 2(1),45 .
- 36- Girgaonkar,V and Shirodkar,G, (2011), Res. J. Recent Sci, 1(ISC), 110.
- 37-Gupta,K; Agarwal,C;Madnawat,P and. Narain,K, ,(2012),Res. J.Chem.Sci,2(4),68.
- 38-.Sankhala,K and Chaturvedi,A, (2012), Res . J. Chem. Sci,2(5),57 .
39. Mohamed,H and Hander,B, (2012) ,Res .J. Chem. Sci,2(3),12.
- 40- Rajasekar,K; Ramchandramoorthy,T and Paulraj,A, (2012), Res. J. of Pharmaceutical Sci , 1(4), 22.
- 41- Mahmoud M.Mashaly,Zinab H. Abd Elwahad and Abeer A. Faheim,(2004) ,V.51 issue 5A p.p 901-915.
- 42- Sharma,N;. Prakash ,R and. Chaturvedi,K, ( 2012),Sci. Revs. Chem. Commun, 2(2), 108.
- 43- Rasheed,R ,(2012), Journal of AL-Nahrain University, , 15(4).
- 44- Schiff,H , (1963), Ann, 131(1864) Cited in R. WLayer . Chem. Rev. 63. 489.
- 45- Sahu S; Mishra S; Mohannta,R ;pattanayak,S and panda ,C.(2006), j. Indian of pharmaceutical ,Sci., 68 , 377 -380.
- 46- Sykes , P. (1974) “A Guide Book to Mechanism in Organic Chemistry” Longmans , London , .
- 47- Curtinan ,D and Hausser,G,(1961), J. Am. Soc., Vol. 83 , 3474.
- 48- Layer,W and Robert(1963, The Chemistry of Imines , Chem. Review, 63, 489 .
- 49-Nath ,M; Saini ,P; Kumar, A(2010). Journal of Organometallic Chem.625:1353-1362.
- 50- Cheng, L; Tang ,J; Luo, H; Jin, X; Dai ,F and Yang J *et, al* ( 2010)., Bioorg. Med. Chem. Lett; 20:2417-2420.
- 51-Laila,A; Islam,M;Abdul Alim ,M and E-Zahan,k.. 2015; 02(01):145-148.

52. Md. Kudrat-E-Zahan, Md. Abul Bashar, Md. FarukHossen, Saidul Islam, M .(2015),Asian J. Res. Chem; 8(2):74-76.
53. Md. Abul Bashar, Md. Abdul Mannan, Md. FarukHossen,M. Saidul Islam, Md. Kudrat-E-Zahan. ( 2015), Asian J. Res.Chem8(1):55-58.
54. Md. Abdul Latif, Md. Anarul Islam, Md. Kudrat-E-Zahan. (2015), Intern. J. Recent Adv.Multi. Res 02(02):206-208.
55. Md. Abul Bashar, Shejutyaktar, Md. Abdul Alim Al-Bari,Md. FarukHossen, M. Saidul Islam, Md. Kudrat-EZahan.(2014), Asian J. Res. Chem; 7(11):909-912.
56. Md. Shiraj-U-Ddaula, Md. Anarul Islam, Shejutyaktar,Md. Khairul Islam, Md. Abdul Alim Al-Bari,Md.MasuqulHaqueet al.( 2014), Asian J. Res. Chem;7(7):619-621.
57. Md. Abul Bashar, Shejutyaktar, Md. Jahangir Alam, Md.FarukHossen, M. Saidul Islam, Md. Kudrat-Zahan.(2014).Asian J. Res. Chem; 7(12):1016-1018.
58. Md. Anarul Islam, Roksanakhatun, Monirul Islam M,Md. Kudrat-E-Zahan.( 2014). Asian J. Res. Chem; 7(2):163-165.
59. Md. Kudrat-E-Zahan, Hiroshi Sakiyama. (2013), Asian J. Res. Chem;6(11):1072-1074.
60. Md. Kudrat-E-Zahan, Islam MS, Md. AbulBashar.(2015), Russ. Jour of gen Chem.; 85(3):667-672.
61. Anita Sharma, Tushar Mehta and Manish K.Shah, Pelagia.(2013), Research Library, Vol.4 No.1, ,pp 141-146.
- 62 Al-Noor,T ; Lateef ,S and Rhayma,M,( 2012). Journal of Chemical and Pharmaceutical Research, Vol.4No.9, ,pp 4141-4148.
- 63.Priya, B; Sayed ,A; Suman ,M and Liviu ,M (2010) Journal of Saudi Chemical Society, Vol.14, pp 281-285.
- 64- Ashraf,M;Mahmood,K and.Wajid,A.(2011), IPCBEE 10 .
- 65- Ahmed,A; El-Sherif,M and Eldebss,T.( 2011), SpectrochimicaActa Part A, 79, 1803-1814.

- 66- Jamuna,K; Naik,B; Sreenu,B and Seshaiyah,K.( 2012 ) ,J. Chem. Pharm. Res, 4(9), 4275-4282.
- 67- Deshpande,M ; Seema ,I. and Kulkarni, P(2013): International Journal of Biological & Pharmaceutical Research. Vol. 4, No.6, , P.P.460-464.
- 68- Abbaspour, A; Esmaeilbeig ,A; Jarrahpour ,A.; Khaje, B and Kia, R. (2002), Talanta. Vol. 58, No.2, P.P. 397- 403.
69. Poomalai,J;Selladurai ,P; Subramanian, V and Rangappan,R.(2011), EuropeanJournal of Chemistry, Vol.2, No.4, pp , ,480-484 .
- 70- Santwana, G.(2003), Asian Journal of Chemistry, Vol.15, No.1, pp 250-254.
- 71.Vivekananda, B; Mahendra raj, K and Mruthyunjayaswamy, Bennikallu,H. (2014) , Journal of Applicable Chemistry, Vol.3, No.1, pp 99-109.
- 72..Mishra,A and Annapoorna,T.(2011), Journal of Indian Council of Chemists, 28, No.1, ,pp 01-07,.
- 73-Sunil, J;Vatsala Pand, V.(2010),Uma ,Scholars Research Library Der Pharma Chemica, , 2(5):329-336
- (74) سعديّة احمد ظاهر ،سناء عبد الصاحب ،وسن عبد الرزاق ،نفيسة جبار كاظم كلية العلوم للبنات – جامعة بغداد ، Vol.7 (1) 2010
- 75-Srivastava, K; Anuradha, S and Suresh, ,K. (2014):International Journal of .Advanced Research in Chemical Science , 1, Issue 2:11-20.
- 76- Raman , N;Raja,J and akthivel ,A.(2007) ,Chem. Sci. V 119 (4) , 303 – 310.
- 77- Lindloy,R and Armstrong,L.(1975), Chem. 1975,14,1332. 878-Silverstein .G (1981).
- 78-Robert, M.(1981),4<sup>th</sup>Edition, Tohn Wiley and Sonc Inc.
- 79-Gross, Aand Alan, R.(1969), Butter Worth, 3th edition.
- 80-Johan, R.(1965), Prentic – Hall, Inc. Engl Wood Cliffs, N.J.
- 81-Ghanim, H. ( 2007) ,Sc. Thesis, University of Baghdad College of Ibn, Al-Haitham.

- 82- Geeta, B and Ravinder, V. (2011), chem., pharm. Bull., 95(2):166-171.
- 83-Nakamoto ,K (1996) 4 th ED ;John. Wiley and Sons, New York
- 84-Nakamoto; K., (1986, 3th Ed., John Wiely and Sons, New York
- 85-Paulo, J; Pedro ,V and Mariela ,N.(2010):Journal of Molecular Structure: THEOCHEM Volume 946, Issues 1–3, 30: 65–69.
- 86-Morques, L; Oliveiro, G.; Lang, E; Anraku De Campros, M and Gris, L.(2007). Inorg. Chem. Commun., 10(9), Pp. 1083-1087.
- 87-Panda, S; Mishra, R ; Panda ,K and Satpathyl, C.(1989), J. Ind. Chem. Soc., 66, 472.
- 88- Nakamoto, K. (1997),5th Edn , John Wiley and Sons Inc., New York.
- 89- Abou adellah, A;Begue J; Delpon D and Tinga ),T. (1997), J . Org.Chem 62(25), 8826.
- 90- Simmons, W. (1978),The Sadtler Handbook of proton NMR Spectralnc, Sadtler Research Laboratoies.
- 91- Thaker, B; Surati, K; Patel, P and Parmar, S.(2006). J. Iran. Chem. Soc., 3(4), pp. 371-377.
- 92- Sinn, E and Harris, C.(1969). Chem. Rev, 4(4), pp.391-422.
- 93- Mapari, K and Mangaonkar, V. (2011) , J. Chem Tech Rese., Jan-Mar, Vol.3, No.1, pp 477-482.
- 94- Sarikavakli, N and Irez, G. (2005) , Turk. J. Chem., 29, 107-115.
- 95- Geary,W. (1971) ,Coord. Rev., 7, 81.
- 96- Quaghian, J; Fusela,J and Franz G.(1961): J. AM.Chem. Soc. 81, 377.
- 97- Murty, R; Dash,R and Raman,D.(1884): J. Indian Chem. Soc, 61, 943.
- 98-Tauber, S and Nau, R. Current molecular pharmaco., (2008),1, 68.
- 99- Burger, T and Allen, D (1973), London Butterworths & Co. (Puplishers) Ltd., 217-221.
- 100- Sultana, N. and Arayne, M. S. Pakistan J. pharma. Sci. (2007), 4, 305.

- 101-. Vadde ,R;. Jagannatha, S; Somu, S and Puri, L.(1984): Trans .Met. Chem, 9, 103.
- 102- Falih, H. and Jasim, Sh (2012) :Ibn -Al-Haitham,University of Baghdad, 25(3),264-275.
- 103-Lekaa ,K.Abdul Karim . (2016) : A Dissertation Submitted to collage of education for pure sciences Ibn Al Haitham of Baghdad University in partial fulfillment of the requirements for the degree of doctorate of science in chemistry.
- 104-Akhundov, R; Sultanov, A; Gadzhily, R and Sadykhov, R.(1993): Biulleten' eksperimental'noi biologii i meditsiny 115 (5): 487–91.
- 105-Halli, M ; Patil, V. ; Sumathi, Rand. Mallikarjun, K.(2012): DevPharma Chemica., 4(6), 2360
- 106-Magdy, W; Sabaa, R ; Mohamed,E; Oraby , H.(2009), Europ. Polymer .J,Volume 45, Issue 11, November pp. 3072–3080.
- 107- Singh ,V.(2007): Spectro chimica Acta., partA, late (articles' in press).
- 108-Nakomoto, K.(1963):Wiely, New York.
- 109-Smith, P ; Morris ,J and Ryan, G.(1989) J. Am. chem. soc,111,7437 .
- 110-Malghe, Y; Prabhu, R and Raut, R.(2009):Polish Pharmaceut. Soci. 1, 45.
- 111- Suresh ,M and Prakash, V.( 2010) , International Journal Of The Physical Sciences Vol. 5(14), Pp. 2203-2211.
- 112- El-ajaily, M and Maihub, A.(2010): Int. J. chem . Tech. Res; 2, 1579-1580.
- 113- Dey, S; Narayan ,S; Singhal, A and Jain V.(2000):Ind. Acad. Chem. Sci. 112, 187-196 .
- 114-Gulcan, M; Sonmez ,M and Berber ,I.( 2012), Turkey Journal of .Chemistry, 36: 189-200.
- 115- Sahar, A; Majumdar ,P and Goswami, S.( 2000), J.Chem.Soc . (Dalton Trans), 1703-1708.

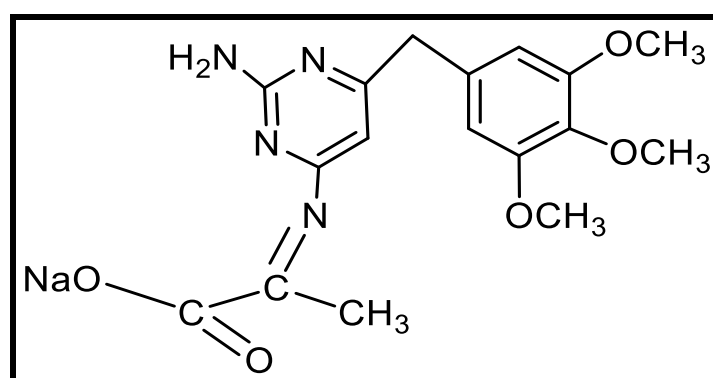


- 116-.Battaglia, L;Bona, A;Macrotrigiano, G; Menabue ,Land Pellacani, G.(1980): J. Am. Chem. Soc. 102; 8.
- 117- Al -Mukhatar ,S and Hsan ,L. (1988). P. 612-654
- 118-Shriver, D and Atkins, P.(2006),4th Ed., Freeman, New York.
- 119- Raman , N; Sobha S and Selvaganapathy ,M.(2012): International Journal of Pharma and Bio Sciences , Vol. (3) , Issue 1 , 251-267.
- 120- Lever, A.(1984) :2nd Ed, New York.
- 121- Chandra ,S; Tyagi ,M and Agrawal ,S.(2010): J. Serb chem. Soc. 75, 935-941.
- 122-Figgs ,B.(1967): John- Wiley and Sons, New York.
- 123-Lever ,A.(1984): London, New York.
- 124-. Tumer, M ; Celik, C ; Koksaland ,H and Serin ,S.(1999):J. Transtion Met. Chem. , 24 , 525.
- 125- Sarikavakli, Nand LerzTurk ,G.(2005): J. Chem. , 29,107.
- 126- Hazarika T and Bora ,Y.(1982): Trans. Met. Chem , 7, 210.
- 127- Ledbetter, J.(1966): J. Phys. Chem , 70, 2245.
- 128- Baulhausen, C.( 1962):J. Hill, 1st ed, New York..
- 129- Figgs, B.(1967) ,Interscience, John- Wiley and Sons, New York. 1st ed.
- 130- Lever .A.(1984) ,London , New York.
- 131- Philip, H.(1994): Harper International Edition, Harper and Row Publishers, New York.
- 132- Stubhisek-Llisac, E; Brnada A and Mance, A.(2000) , J.Corr.Sci. (42), .243-247.
- 133- Spainu C; Leniceanu, M and Tigae, C.(2008): Turk J. Chem. ,32,1-8.

## Summary

### Summary

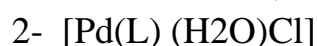
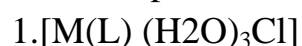
The aim of the work is synthesis and characterization of bidentate ligand [sodium (Z)-2-((2-amino-6-(3,4,5-trimethoxybenzyl)pyrimidin-4-yl)imino) propanoate [NaL] from the reaction of (Trimethoprim) with sodium pyruvate to produce the ligand [NaL], the reaction was carried out in methanol as a solvent under reflux. The prepared ligand [NaL] was characterized by FT-IR, UV-Vis spectroscopy,  $^1\text{H}$ ,  $^{13}\text{C}$ -NMR spectra, mass spectra and melting point. The proposed molecular structure ligand [NaL]. As shown in figure below:



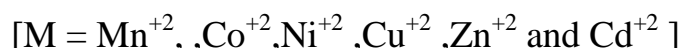
ligand[NaL]

**Two types of complexes have been prepared :**

A- Complexes of the general formula: with molar ratio (1:1).

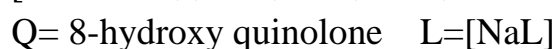
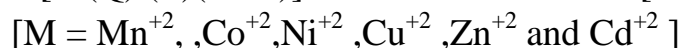
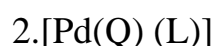
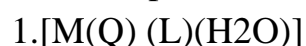


where :



New complexes of some metal ions Mn(II), Co(II), Ni(II), Cu(II), (Zn(II), (Cd(II) and Pd(II), prepared with :Schiff base obtained from the condensation of amino acid (Trimethoprim) and ( Sodium pyruvate) have been prepared.

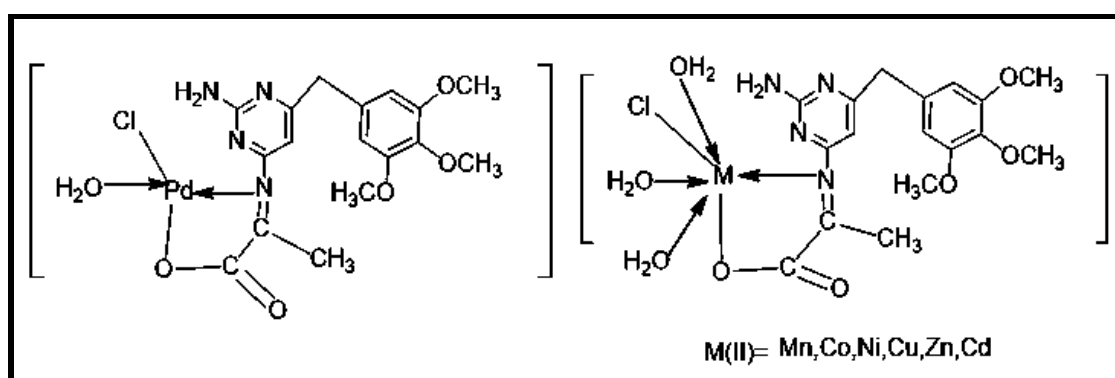
B- Complexes of the formula : with molar ratio (1:1:1).



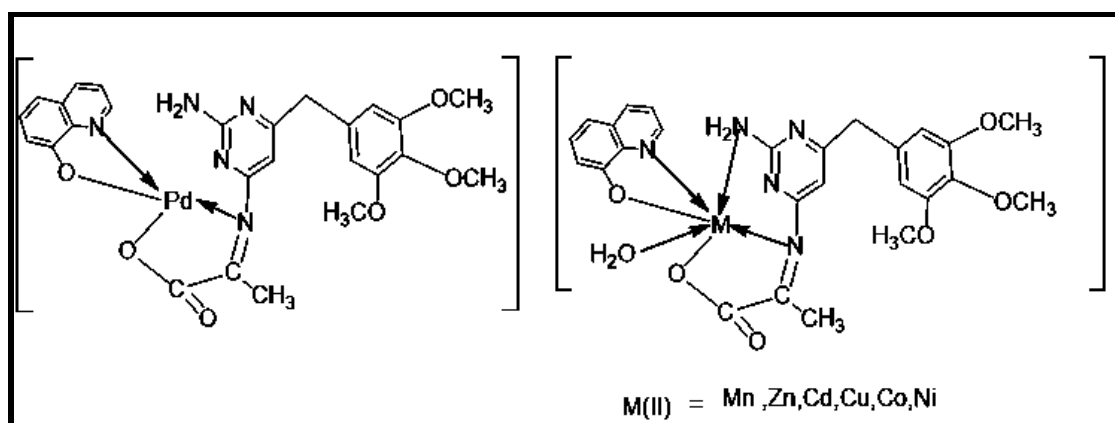
Type of complexes from mixed ligands were prepared, under reflux, using methanol as a solvent and potassium hydroxide as a base :

## Summary

All the complexes were characterized by spectroscopic methods (FT-IR, UV-Vis spectroscopy) along with chloride content and melting point were carried out, together with molar conductance and magnetic susceptibility. These measurements showed octahedral geometry around ( $\text{Mn}^{2+}$ ,  $\text{Co}^{2+}$ ,  $\text{Ni}^{2+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$  and  $\text{Cd}^{2+}$ ) ion except  $\text{Pd}^{+2}$ . (square planer) The biological activity of the ligands [NaL], and their complexes were studied using inhibition zone method which showed that these complexes have good activity against all the tested bacteria, except:  $[(\text{Cu})(\text{L})(\text{H}_2\text{O})_3\text{Cl}]$  with *E-coli* and *Pseudomonas*. Conductivity measurement reveal the non-electrolytes nature of the complexes.



**$[\text{M}(\text{L})(\text{H}_2\text{O})_3\text{Cl}]$  and  $[\text{Pd}(\text{L})(\text{H}_2\text{O})\text{Cl}]$  Complexes**



**$[\text{M}(\text{Q})(\text{L})(\text{H}_2\text{O})]$  and  $[\text{Pd}(\text{Q})(\text{L})]$  Complexes**

Republic of Iraq  
Ministry of Higher Education  
& Scientific Research  
University of Baghdad / College of  
Education for Pure Science/ Ibn-Al-Haitham  
Chemistry Department



**Synthesis and Characterization of Schiff Base  
Metal Complexes Derived from Trimethoprim and  
mixed ligands with 8-hydroxy quinolone and  
study biologically activity.**

*A thesis*

Submitted to the Council of the College of  
Education-Ibn-Al-Haitham of Baghdad  
University in partial fulfillment of the requirements  
for the Degree of Master of Science in Chemistry

*by*

***Bushri Ali Abud***  
B. Sc. In Chemistry 1994 Baghdad University

**Supervisors**

**Asst. Pro. D Ahmmed T. Numan**

**2018 AC**

**1440 AH**